UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

Avaliação da influência das condições de superenvelhecimento na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço bifásico produzido por recozimento contínuo

> Autor: Sílvio Dias Araujo Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono agosto de 2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Sílvio Dias Araujo

Avaliação da influência das condições de superenvelhecimento na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço bifásico produzido por recozimento contínuo

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

Área de Concentração: Metalurgia Física Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono

> Belo Horizonte Escola de Engenharia da UFMG 2013

| Araújo, Sílvio Dias. Avaliação da influência das condições de superenvelhecimento na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço bifásico produzido por recozimento contínuo [manuscrito] / Sílvio Dias Araújo. – 2013. xvi, 81 f., enc.: il. Orientador: Vicente Tadeu Lopes Buono Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais. |
|---|
| Orientador: Vicente Tadeu Lopes Buono Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, |
| Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, |
| Escola de Engenharia. |
| Bibliografia: 80-81. |
| 1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física – Teses. I. Buono, Vicente Tadeu Lopes. II. Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. III. Título. |
| CDU: 669(043) |
| |

A Deus, pela saúde e oportunidades, Aos meus pais Oswaldo e Sueli pelo incentivo e apoio, À minha esposa Elizângela pelo amor e compreensão Aos meus filhos Giovanna, Gabriel e Isabella pelo carinho.

AGRADECIMENTOS

À minha família, por apoiarem e acreditarem em mim, pela paciência e amor incondicional.

As Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais (USIMINAS), nas pessoas de Silmar Luis Rabelo e Rogério Carlos de Oliveira Fernandes, pelos incentivos e pela oportunidade de realização deste projeto.

Aos professores Vicente Tadeu Lopes Buono e Roberta de Oliveira Rocha, pelas orientações e aprendizado.

A Nissandro Domingues, Ivan de Castro, Elias Pereira da Silva, Cleydson Fernando Torres, Túlio Magno Fuzessy de Melo, Fernando de Souza Costa, Valdilei Santana Lage, Adirceu de Melo Pereira, Larissa Arnold, Margaret Moreira Santos Barcelos, Edson José Fagundes, Saulo Morais de Andrade, Rafael Ricardo Magalhaes, Cláudio Franco Ribeiro e Wagner Varela Dias, pela colaboração, apoio, sugestões e ensinamentos.

SUMÁRIO

| AGRADECIMENTOS | IV |
|---|------|
| SUMÁRIO | V |
| LISTA DE FIGURAS | VII |
| LISTA DE TABELAS | XII |
| LISTA DE NOTAÇÕES | XIII |
| RESUMO | XV |
| ABSTRACT | XVI |
| 1. INTRODUÇÃO | 17 |
| 2. OBJETIVOS | 18 |
| 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 19 |
| 3.1 Características dos aços Dual Phase | 19 |
| 3.2 Recozimento contínuo | 21 |
| 3.2.1 Aquecimento | 23 |
| 3.2.2 Encharque | 23 |
| 3.2.3 Resfriamento lento | 24 |
| 3.2.4 Resfriamento rápido | 24 |
| 3.2.5 Superenvelhecimento | 25 |
| 3.3 Influência da composição química | 25 |
| 3.4 Influência da taxa de resfriamento | 27 |
| 3.5 Influência da temperatura de recozimento intercrítico | 28 |
| 3.6 Influência do superenvelhecimento | 28 |
| 4. METODOLOGIA | 35 |
| 4.1 Processamento do material em escala industrial | 35 |
| 4.2 Processamento do material em escala piloto | 35 |
| 4.3 Caracterização do material | 39 |
| 4.3.1 Caracterização microestrutural do aço | 39 |
| 4.3.2 Determinação das propriedades mecânicas | 40 |
| 4.3.3 Análise dilatométrica | 42 |

| 5. | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 43 |
|------------|---|------------------|
| 5.1 | Analise química da amostra processada em escala industrial | 43 |
| 5.2 | Caracterização microestrutural do aço | 43 |
| 5.3 | Determinação das frações volumétricas dos constituintes formado 5.3.1 Ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento | 9848 48 |
| | 5.3.2 Ciclos completos no recozimento contínuo | 52 |
| 5.4 | Resultados da análise dilatométrica | 54 |
| 5.5 | Resultados de propriedades mecânicas | 59 |
| | 5.5.1 Ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento | 60 |
| | 5.5.2 Ciclos completos no recozimento contínuo | 67 |
| 5.6 con | Relação da microestrutura com as propriedades mecânicas npletos de recozimento contínuo | nos ciclos 71 |
| 6. | CONCLUSÕES | 76 |
| 7. | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 78 |
| 8. | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 79 |

VI

LISTA DE FIGURAS

| Figura 3.1. Microestrutura do aço DP780 laminado a frio. Ataque: nital 4 %. MEV19 |
|---|
| Figura 3.2. Valores de LE/LR, faixas de limites de escoamento e resistência a tração de diferentes tipos de aços laminados a frio utilizados na fabricação de componentes automobilísticos. (PRADHAN, 1984) |
| Figura 3.3. Ilustração esquemática da linha de Recozimento Contínuo da Usiminas22 |
| Figura 3.4. Ilustração esquemática do ciclo de Recozimento Contínuo23 |
| Figura 3.5. Variação do LE e do LR em função da taxa de resfriamento para um aço <i>Dual Phase</i> da classe de 600 MPa (Lucht, 2001)25 |
| Figura 3.6. Influência da adição de Mn no diagrama CCT. Teor de carbono estimado na austenita 0,65 % (Pichler et al., 1999)26 |
| Figura 3.7. Influência da adição de Cr no diagrama CCT. Teor de carbono estimado na austenita 0,65 % (Pichler et al., 1999)27 |
| Figura 3.8. Composição de fases na microestrutura de um aço DP 0,10 %C; 0,10 %Si; 1,50 %Mn; 0,8 %(CrMo), estimadas por dilatometria, em função da taxa de resfriamento (Pichler et al., 2000) |
| Figura 3.9. Influência da temperatura de recozimento intercrítico no teor de carbono da austenita (Llewellyn, 1996) |
| Figura 3.10. Influência da temperatura e do tempo de superenvelhecimento no LE e LR em (a) e no expoente de encruamento em (b) de um aço DP 0,10 %C; 0,10 %Si; 1,50 %Mn; 0,8 %(CrMo) (Pichler et al., 1999, 2000)31 |
| Figura 3.11. Efeito da temperatura de superenvelhecimento no limite de resistência e no patamar de escoamento de um aço DP (Faral, 1999) |
| Figura 3.12. Variação de alongamento uniforme ΔAI_u (a) e total ΔAI_T (b) de aços DP em diferentes tempos e temperaturas de superenvelhecimento (Cooman, 2007)32 |

| Figura 3.13. Dados dilatométricos da transformação martensítica atérmica e isotérmica abaixo da temperatura Mi (Dong et al., 2009) |
|---|
| Figura 4.1. Simulador termomecânico HDPS |
| Figura 4.2. Ciclos de recozimento interrompidos no superenvelhecimento |
| Figura 4.3. Ciclos de recozimento completo38 |
| Figura 4.4. Ilustração esquemática representando a retirada de corpos-de-prova de tração de uma amostra processada no simulador termomecânico |
| Figura 4.5. corpos de prova para ensaio de tração40 |
| Figura 4.6. Representação para calculo do índice BH (ASTM A0653-2011)47 |
| Figura 4.7. Dilatômetro modelo DIL 805 A/D-BAHR42 |
| Figura 5.1 Microestrutura do aço laminado a frio, encruado, antes das simulações de recozimento no HDPS43 |
| Figura 5.2 Microestrutura do aco laminado a frio, obtidos após os ciclos interrompidos |

Figura 5.2 Microestrutura do aço laminado a frio, obtidos após os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento das simulações de recozimento contínuo realizados no HDPS. Microscopia óptica. Ataque: nital 4 %.45

Figura 5.4 Microestrutura do aço laminado a frio, obtidos após o ciclo de recozimento contínuo completo, simulados no HDPS. Microscopia óptica. Ataque: nital 4 %......47

Figura 5.5 Aspectos das microestrutura do aço estudado, obtidos após os ciclos de recozimento completo. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque: nital 4 %......47

Figura 5.6 Variação da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura e tempo de superenvelhecimento nos ciclos interrompidos no OA......49

Figura 5.7 Microestrutura do aço laminado a frio, durante os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento no recozimento contínuo, realizado no simulador

Figura 5.15 Variação do comprimento do corpo de prova, durante a etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo, obtidos pelo ensaio dilatométrico.57

 Figura 5.18 (a) Relação do limite de resistência com o tempo e a temperatura de OA62

 Figura 5.29 Variação do índice BH em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo......70

Figura 5.30 Variação da relação elástica em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo......70

Figura 5.31 Variação da microdureza em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo......71

LISTA DE TABELAS

| Tabela IV.1. Faixa de composição química prevista na aciaria para o aço processado industrialmente (% p/p) |
|---|
| Tabela IV.2. Parâmetros utilizados no simulador termomecânico e os respectivos valores na condição de ciclo interrompido no superenvelhecimento |
| Tabela IV.3. Parâmetros utilizados no simulador termomecânico e os respectivosvalores na condição de ciclo completo de recozimento contínuo |
| Tabela IV.4. Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração (mm)40 |
| Tabela V.1. Composição química obtida do aço processado industrialmente e utilizadano estudo. (% p/p)43 |
| Tabela V.2. Resultados da analise quantitativa dos constituintes, ciclos interrompidosna etapa de superenvelhecimento (%) |
| Tabela V.3. Resultados da analise quantitativa dos constituintes para os ciclos derecozimento completo (%) |
| Tabela V.4. Requisitos de propriedades mecânicas para o aço DP 780 laminado a frio. |
| Tabela V.5. Resultados de propriedades mecânicas obtidas no aço CMnSi estudado |

na condição de ciclo completo de recozimento.

LISTA DE NOTAÇÕES

- Ac1 = temperatura de início de transformação austenítica no aquecimento
- Ac₃ = temperatura final de transformação austenítica no aquecimento

 AI_T = alongamento total

Al_u = alongamento uniforme

B + C = bainita + carbonetos não dissolvidos

B_i = temperatura de início de transformação bainítica

B_f = temperatura final de transformação bainítica

BH = aumento do limite de escoamento após tratamento térmico de cura da pintura

 BH_{IL} = aumento do limite de escoamento após tratamento térmico de cura da pintura, considerando o limite inferior do patamar de escoamento

 BH_{IU} = aumento do limite de escoamento após tratamento térmico de cura da pintura, considerando o limite superior do patamar de escoamento

CAPL = Continuous Anealing Process Line (linha de recozimento contínuo)

DP = Dual Phase

EEP = Estampagem Extra Profunda

HDPS = Simulador Termomecânico de Recozimento

HF = Heating Furnace (forno de aquecimento)

HSLA = High Strength Low Alloy

LE = Limite de escoamento

LR = Limite de resistência

LE/LR = relação elástica

M = martensita

MA = martensita+austenita retida

MEV = Microscópio Eletrônico de Varredura

M_f = temperatura final de transformação martensítica

M_i = temperatura de início de transformação martensítica

MO = Microscópio Óptico

n = expoente de encruamento

OA = Overaging Furnace (forno de superenvelhecimento)

R = coeficiente de anisotropia

SCF = Slow Cooling Furnace Primary (forno de resfriamento lento primário)

SF = Soaking Furnace (forno de encharque)

T = temperatura

t = tempo

T_{OA} = temperatura do forno de superenvelhecimento

t_{OA} = tempo de permanência no forno de superenvelhecimento

TRIP = transformation induced plasticity

WQ = Water Quench (resfriamento em água)

1C = Rapid Cooling Furnace (forno de resfriamento rápido)

2C = Slow Cooling Furnace Secondary (forno de resfriamento lento secundário)

 α = ferrita

ΔLE = variação do limite de escoamento

ΔLR = variação do limite de resistência

 ΔAI_T = variação do alongamento total

ΔAI_U = variação do alongamento uniforme

Δn = variação do expoente de encruamento

 γ = austenita

RESUMO

Os aços bifásicos ou Dual Phase (DP), surgiram como uma solução alternativa com grandes vantagens aos aços convencionais, pois combinam alta resistência mecânica e boa conformabilidade. Neste estudo, foi avaliada a influência da temperatura e do tempo de permanência na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço laminado a frio de 780 MPa de limite de resistência, visando determinar as melhores condições de processamento do material. As propriedades mecânicas desses aços estão diretamente relacionadas às suas características microestruturais: tipo, quantidade, morfologia e distribuição dos constituintes, que, por sua vez, dentre outros aspectos, dependem dos parâmetros de processamento utilizados, principalmente no recozimento contínuo. Estudou-se o efeito das variáveis temperaturas de superenvelhecimento a 310 °C, 350 °C e 390 °C, e do tempo de permanência nesta etapa, na microestrutura e propriedades mecânicas. Os ensaios foram realizados em um simulador termomecânico e em um dilatômetro, utilizando amostras de um aço laminado a frio obtidas na linha de produção industrial da Usiminas. O aço recozido apresentou uma estrutura complexa, constituída por ferrita (F), bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C), martensita (M), e, martensita/austenita retida (MA), sendo o segundo constituinte predominantemente bainítico. A microestrutura alterou durante a etapa de superenvelhecimento no recozimento contínuo com o avanço do tempo e pelo aumento da temperatura, elevando o percentual de bainita. O comportamento mecânico em tração e a microdureza apresentaram variação com as condições de superenvelhecimento empregadas no estudo. Pode-se observar uma queda nos valores de LE, LR e HV com o aumento do tempo e da temperatura de OA. Houve também aumento do expoente de encruamento, melhorando a capacidade de distribuir uniformemente a deformação. Além disso, o aumento da temperatura de OA foi acompanhado de uma tendência de elevação na razão elástica e de diminuição no índice BH. Finalmente, observou-se que as temperaturas de OA de 350 °C e 390 °C atenderam aos requisitos de propriedades mecânicas para um aço DP da classe de 780 MPa de limite de resistência.

ABSTRACT

Dual-phase steels have emerged as an alternative solution with great advantages to conventional steels, because they combine high mechanical strength and good formability. In this study, the influence of overaging temperature and residence time during continuous annealing on the microstructure and mechanical properties of a coldrolled steel with 780 MPa of tensile strength was assessed, aiming to determine the best processing conditions for the material. The mechanical properties of these steels are directly related to its microstructural characteristics: type, quantity, morphology and distribution of the constituents, which, among other things, depend on the processing parameters used, particularly in continuous annealing. It was studied the influencce of overaging step at 310°C, 350°C and 390 °C, and the time spent at this stage in the microstructure and mechanical properties. Tests were performed using a thermomechanical simulator and a dilatometer on cold-rolled steel specimens obtained from the commercial production line of Usiminas. The annealed steel had a complex structure composed of ferrite (F), bainite and undissolved carbides (B + C), martensite (M) and martensite/retained austenite (MA), the second constituent being predominantly bainitic. The microstructure change for longer times and higher temperatures during the overaging step it was an increase in the percentage of bainite and a reduction in the same proportion in the amount of ferrite. The mechanical behavior in tension and microhardness varied according to variables used in the study. We can observe a fall in the yield strength, tensile strength and hardness with increasing overaging time and temperature. There were also an increase in the strain hardening exponent, improving the ability to evenly distribute the deformation. In addition, the temperature rise of OA was accompanied by a tendency to increase the ratio of decrease in elastic index BH. Finally, it was observed that the temperatures OA at 350°C or 390°C fulfilled the requirements of the mechanical properties required for a DP steel grade of 780 MPa tensile strength.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a indústria siderúrgica tem direcionado esforços na produção de aços de alta resistência para indústria automobilística em busca de maior competitividade do aço frente aos materiais sucedâneos, permitindo atender a três das principais demandas desse setor: redução de peso, economia de combustível e aumento da segurança do usuário. Nesse contexto, os aços bifásicos, ou Dual Phase (DP), surgiram como uma solução alternativa com grandes vantagens aos aços convencionais, pois combinam alta resistência mecânica e boa comformabilidade, permitindo a confecção de peças mais leves desde carroceria até rodas e peças estruturais, como longarinas, travessas, etc. Esses aços se caracterizam por uma microestrutura normalmente constituída de ilhas de martensita dispersas em uma matriz ferrítica. Entretanto, pequenas quantidades de outras fases ou constituintes, tais como bainita, perlita e/ou austenita retida podem também estar presentes (SPEICH, 1981). Esses apresentam fluxo contínuo no escoamento (ausência de patamar), baixa razão elástica (limite de escoamento/limite de resistência), elevada taxa de encruamento para baixas deformações e altos níveis de alongamento para a sua classe de resistência.

As propriedades mecânicas dos aços *Dual Phase* estão diretamente relacionadas às suas características microestruturais (tipo, quantidade, morfologia e distribuição dos constituintes), que, por sua vez, dentre outros aspectos, estão relacionadas aos parâmetros de processamento utilizados. Desse modo, neste trabalho, foi investigado o efeito das variáveis temperatura e tempo na etapa de superenvelhecimento no recozimento contínuo (CAPL), nas características microestruturais e propriedades mecânicas do aço *Dual Phase* da classe de 780 MPa de limite de resistência. Também foi determinado qual a temperatura ideal a ser empregada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

2. OBJETIVOS

- Investigar o efeito da temperatura e do tempo na etapa de superenvelhecimento nas características microestruturais e propriedades mecânicas de um aço bifásico, *Dual Phase*, através da simulação do ciclo de recozimento intercrítico;
- Determinar qual a temperatura ideal a ser empregada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo para obtenção das propriedades mecânicas requeridas para um aço bifásico, *Dual Phase*, da classe de 780 MPa de limite de resistência.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Características dos aços *Dual Phase*

Os aços *Dual Phase* (DP) apresentam em sua composição baixo teor de carbono com adições de manganês, 1,2 % a 2,2 % e silício, 0,3 % a 0,6 %. São caracterizados por apresentarem uma microestrutura normalmente constituída de ilhas de martensita (M) dispersas em uma matriz ferrítica (α), figura 3.1. Entretanto, pequenas quantidades de outras fases ou constituintes, tais como bainita (B) perlita e/ou austenita retida podem também estar presentes. Atualmente, a maior parte dos aços DP fornecidos à indústria automobilística apresentam em sua microestrutura uma quantidade de segundo constituinte (martensita+bainita) acima de 20 %, o que lhes confere um limite de resistência superior a 600 MPa (SPEICH, 1981; MURARI, 2009).



Figura 3.1. Microestrutura do aço DP780 laminado a frio. Ataque: nital 4 %. MEV. (Usiminas, 2012)

Esses aços apresentam fluxo contínuo no escoamento (ausência de patamar), baixa razão elástica (Limite de Escoamento/Limite de Resistência), elevada taxa de encruamento e altos níveis de alongamento (MURARI, 2009; PEREIRA, 2007, SPEICH, 1990).

A ausência de patamar de escoamento explica-se pela grande quantidade de deslocações móveis produzidas na interface ferrita/martensita, devido à expansão de volume e a deformação cisalhante que acontece durante a transformação da austenita para martensita no resfriamento. Essa é uma característica de considerável

importância nas operações de estampagem de chapas finas, como as utilizadas na fabricação de painéis externos de automóveis. Para esta aplicação, o uso de materiais que apresentam limite de escoamento definido produz superfícies irregulares, que resultam da propagação de bandas de Luders, que deixa estrias sobre a superfície, usualmente chamadas de linhas de distensão. Por outro lado, quando se utiliza material que não apresenta limite de escoamento definido, ocorre o encruamento tão logo se inicia a deformação plástica. A tendência é então de deformação uniforme e produção de superfícies lisas (REED-HILL, 1982; LUCHT, 2001; PEREIRA, 2007).

Os baixos valores de razão elástica, em geral, prenunciam uma maior capacidade de encruamento do material, e uma maior ductilidade, fatores esses que irão contribuir para um melhor desempenho do material em operações de conformação (MURARI, 2000). A figura 3.2 mostra valores de razão elástica, bem como os valores de limite de resistência e escoamento para diferentes aços utilizados na fabricação de componentes automobilísticos. Pode-se observar que os aços DP apresentam valores de razão elástica em torno de 0,5, permitindo a ele absorver grande quantidade de deformação sem risco de ruptura.



Figura 3.2. Valores de LE/LR, faixas de limites de escoamento e resistência a tração de diferentes tipos de aços laminados a frio utilizados na fabricação de componentes automobilísticos. (PRADHAN, 1984)

A elevada ductilidade desses aços tem sido atribuída à grande quantidade de ferrita na microestrutura, ao menor teor de carbono contido nesta fase e à quantidade de austenita retida, dentre outros (SPEICH, 1981, 1990). Apesar da elevada ductilidade, os aços *DP* apresentam baixo coeficiente de anisotropia normal, valor r de Lankford, o que os torna inadequados para aplicações com predomínio de embutimento. Contudo, sua capacidade de conformação é caracterizada por elevados valores de alongamento total e expoente de encruamento, valor n. Essa característica é essencial para um bom desempenho em operações que envolvam estiramento.

Outra importante característica dos aços DP está relacionada ao aumento da resistência após conformação e pintura (*bake hardenability* – BH). Ao contrário dos aços BH, onde o aumento de resistência tende a diminuir com o aumento da deformação, nos aços DP, essa propriedade aumenta, contribuindo para uma maior resistência da peça. Trabalhos recentes têm mostrado que devido à sua microestrutura, o processo de envelhecimento é governado por outros mecanismos além daqueles encontrados nos aços BH convencionais (MURARI, 2009).

3.2 Recozimento contínuo

O recozimento contínuo foi adotado comercialmente em larga escala no Japão em 1972, com grandes vantagens econômicas e metalúrgicas quando comparado à rota tradicional, recozimento em caixa:

- ✓ Melhoria de qualidade (melhor planicidade, maior uniformidade de propriedade mecânica, maior limpidez superficial);
- ✓ Menores custos de produção devido ao tempo de processo reduzido e menos perdas na produção, aliados à otimização da mão de obra devido às operações combinadas de limpeza eletrolítica, recozimento e encruamento;
- ✓ Aumento da versatilidade de produtos, pois possibilita a produção de maior variedade de aços.

A linha de recozimento contínuo da Usiminas possui um resfriamento primário do tipo *High Gas Jet Cooling*, que permite atingir taxas de resfriamento entre 20 °C/s e 70 °C/s. A taxa de resfriamento é função da velocidade de processamento da tira no resfriamento rápido, a velocidade por sua vez, depende da espessura da tira. Quanto menor a espessura, maior a velocidade, menor o tempo de permanência no resfriamento rápido e maior a taxa de resfriamento. Vários equipamentos estão acoplados a esta linha, figura 3.3, sendo os principais, a Limpeza Eletrolítica, responsável pela remoção do excesso de óleo de laminação da superfície da chapa, o Recozimento para realizar o tratamento térmico do material e o Laminador *Skin Pass* para melhorar a forma, ajustar propriedades mecânicas e imprimir a rugosidade final da chapa.

A seção de recozimento, que será amplamente discutida em nosso estudo, é composta por vários fornos, sendo que cada um define uma etapa do recozimento (aquecimento, encharque, resfriamento lento primário, resfriamento rápido, superenvelhecimento, resfriamento lento secundário e resfriamento com água).



Figura 3.3. Ilustração esquemática da linha de Recozimento Contínuo da Usiminas

O ciclo de recozimento contínuo adotado para os aços DP é mostrado na figura 3.4. A tira é aquecida, permanecendo um curto espaço de tempo na temperatura intercrítica, para formar misturas de ferrita e austenita. A seguir faz-se um resfriamento lento até a temperatura de têmpera, e, posteriormente é feito um resfriamento rápido (têmpera) até a temperatura de superenvelhecimento. A taxa de resfriamento rápido depende da espessura e das condições de têmpera da linha de recozimento. O aço pode, então, ser mantido a uma temperatura entre 200 °C e 400 °C para um tratamento de superenvelhecimento, ao qual se segue o resfriamento final.



Figura 3.4. Ilustração esquemática do ciclo de Recozimento Contínuo

As etapas do recozimento contínuo dos aços bifásicos e as principais alterações microestruturais que ocorrem em cada etapa serão listadas abaixo.

3.2.1 Aquecimento

Na primeira etapa do ciclo de recozimento, a temperatura da tira é elevada até atingir a temperatura de encharque. A principal alteração microestrutural nesta etapa é a recristalização da ferrita, Lucht (2001), além da formação de grãos de austenita localizados nos contornos de grão da ferrita ao se atingir a temperatura intercrítica. Essas transformações são acompanhadas pela dissolução dos carbonetos, quebrados pela prévia deformação a frio.

3.2.2 Encharque

O encharque caracteriza-se por ser uma etapa isotérmica, uma vez que a temperatura intercrítica já foi atingida. Nesta etapa, várias alterações microestruturais ocorrem. Lucht (2001) observou que, apesar de a recristalização ter se iniciado na etapa de aquecimento, ao ser atingida a temperatura de encharque, ainda há presença de grãos de ferrita alongados, não recristalizados. Nesta etapa, porém, a maior alteração ocorre com o aumento da fração volumétrica da austenita, e o seu teor de carbono, influenciando diretamente a temperabilidade do aço.

Durante a recristalização da ferrita e formação da austenita em aços bifásicos laminados a frio e recozidos na região intercrítica, utilizando recozimentos isotérmicos, foi observado que ocorre também uma rápida esferoidização dos carbonetos, e que a austenita se forma primeiro nos contornos alongados dos grãos de ferrita não

recristalizados e nas interfaces dos grãos recristalizados e não recristalizados. Completada a recristalização, a austenita se forma em partículas esferoidizadas de carbonetos dispersas nos grãos de ferrita (Yang et al., 1985).

A temperatura de encharque tem um efeito significativo na microestrutura e nas propriedades mecânicas em aços com alto teor de Mn, porque em altas temperaturas, a taxa de difusão do Mn aumenta e provoca o enriquecimento da fase austenítica, aumentando a temperabilidade e facilitando a formação da martensita. Entretanto, Speich (1981) mostrou que os grãos de austenita, em aços com elevado teor de Mn, apresentam um gradiente de composição química, causado pelo fato da difusão do Mn na austenita ser aproximadamente três ordens de grandeza menor que na ferrita. Assim, forma-se no grão de austenita um "anel" com alto teor de Mn, com elevada temperabilidade, e um núcleo pobre, com baixa temperabilidade.

A temperatura de recozimento tem menor efeito para composições com baixos teores de Mn, uma vez que o carbono é o elemento de liga mais importante e o equilíbrio entre a austenita e a ferrita é atingido rapidamente por causa da sua rápida cinética de difusão.

3.2.3 Resfriamento lento

O objetivo do resfriamento lento é diminuir a fração de austenita e enriquecê-la ao máximo de carbono. A taxa de resfriamento varia de 3 °C/s a 5 °C/s.

3.2.4 Resfriamento rápido

A taxa de resfriamento de têmpera tem um significativo efeito na microestrutura e nas propriedades mecânicas. Isto pode ser visto na figura 3.5, na qual os limites de escoamento e de resistência aumentam com a taxa de resfriamento. Isto ocorre porque, para taxas menores, outros constituintes como a bainita e perlita podem ser formados em lugar de martensita (Lucht, 2001; Murari, 2009).



Figura 3.5. Variação do LE e do LR em função da taxa de resfriamento para um aço Dual Phase da classe de 600 MPa (Lucht, 2001).

3.2.5 Superenvelhecimento

Esta etapa ocorre de maneira isotérmica, e o principal objetivo é a precipitação do carbono da matriz ferrítica supersaturada, com ganho na ductilidade. Porém, dependendo da temperatura e do tempo de tratamento, podem ocorrer o revenimento da martensita e/ou da bainita. Caso a austenita não tenha sido totalmente transformada na têmpera, haverá a formação de bainita e/ou mesmo perlita, levando a alterações nas propriedades mecânicas. Esta etapa será amplamente discutida neste trabalho posteriormente.

3.3 Influência da composição química

A composição química afeta os aços DP de várias formas. Uma delas é a temperabilidade, que pode ser definida como a capacidade da austenita transformarse em martensita, mesmo quando a velocidade de resfriamento é relativamente lenta. Inversamente, em aços de baixa temperabilidade, a martensita somente poderá ser produzida se as transformações difusionais da austenita forem impedidas pela utilização de elevadas taxas de resfriamento. Dessa forma, qualquer variável que mova as curvas de início de transformação para a direita, em um diagrama de transformação no resfriamento contínuo, torna possível a obtenção de uma estrutura martensítica em velocidade de resfriamento mais lenta. Isso significa que os fatores que aumentam a temperabilidade de um aço são os mesmos que deslocam as curvas TTT para a direita: homogeneidade e granulação grosseira da austenita, e presença de elementos de liga (exceção feita ao Cobalto), inclusive o carbono, dissolvidos na austenita.

Tradicionalmente, as concepções C-Mn e C-Mn-Si são utilizadas para produzir aços DP via recozimento contínuo. O teor de carbono determina a quantidade de austenita obtida na temperatura de recozimento. Os teores de Mn e Si influenciam a temperabilidade, determinando a extensão da transformação austenita-martensita. Além desses elementos, adições de cromo e molibdênio também podem ser utilizadas, sejam para melhorar a temperabilidade ou adequar os níveis de resistência mecânica (Speich, 1981).

O Mo é o mais efetivo elemento de liga na promoção da temperabilidade, seguindo do Cr, Mn, Cu, Ni e Si. Isto acontece porque estes elementos provocam um atraso nas transformações perlítica e bainítica durante o resfriamento, como mostrado nas figuras 3.6 e 3.7 para o Mn e o Cr respectivamente.



Figura 3.6. Influência da adição de Mn no diagrama CCT. Teor de carbono estimado na austenita 0,65 % (Pichler et al., 1999)



Figura 3.7. Influência da adição de Cr no diagrama CCT. Teor de carbono estimado na austenita 0,65 % (Pichler et al., 1999)

3.4 Influência da taxa de resfriamento

A taxa de resfriamento é de fundamental importância na obtenção da microestrutura DP, figura 3.8. Quando o resfriamento do aço, a partir do campo intercrítico, é realizado acima de uma determinada velocidade (velocidade de resfriamento crítica ou taxa de resfriamento crítica) uma estrutura formada apenas por ferrita e martensita pode ser obtida. Por outro lado, para velocidades ligeiramente mais baixas, obtêm-se estruturas que contêm certas quantidades de perlita e/ou bainita.



Figura 3.8. Composição de fases na microestrutura de um aço DP 0,10 %C; 0,10 %Si; 1,50 %Mn; 0,8 %(CrMo), estimadas por dilatometria, em função da taxa de resfriamento (Pichler et al., 2000)

3.5 Influência da temperatura de recozimento intercrítico

Nos aços DP, o teor de carbono da austenita não depende apenas do teor de carbono total do aço, mas também da temperatura de recozimento intercrítico, de modo que a temperabilidade varia com a temperatura, conforme mostra a figura 3.9. De acordo com essa figura, baixas temperaturas de recozimento intercrítico resultam em baixas quantidades de austenita, porém, com elevado teor de carbono, assim a austenita é muito temperável. Por outro lado, quando o recozimento intercrítico é realizado em temperaturas elevadas, a quantidade de austenita é elevada, mas o seu teor de carbono não, comprometendo a temperabilidade. Com isto, após o resfriamento, obtém-se uma martensita em maior quantidade na microestrutura, porém, mais pobre em carbono e, conseqüentemente mais macia. No recozimento à temperatura intercrítica, ocorre a difusão do carbono para a fase austenítica, porém, ainda existe um teor de carbono residual na ferrita que é útil para o envelhecimento por deformação (Llewellyn, 1996).



Figura 3.9. Influência da temperatura de recozimento intercrítico no teor de carbono da austenita (Llewellyn, 1996).

3.6 Influência do superenvelhecimento

No superenvelhecimento *(OA)*, o material é submetido a uma temperatura que varia geralmente entre 200 °C e 400 °C, geralmente abaixo da temperatura de início de transformação martensítica, Mi, por um curto intervalo de tempo, sendo esse parâmetro dependente da espessura do material e da velocidade do processo. O

principal objetivo é a precipitação do carbono da matriz ferrítica supersaturada, com ganho na ductilidade.

Nesta etapa, também pode ocorrer o revenimento da martensita e/ou da bainita formadas, cuja extensão será uma função da temperatura e do tempo utilizados. Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), a extensão e o ritmo das mudanças na microestrutura e nas propriedades durante o revenimento dependem da condição em que as amostras iniciais desviam do equilíbrio.

O comportamento da bainita durante o revenimento é diferente do esperado para a martensita. A bainita ferrítica usualmente contem somente um pequeno excesso de carbono em solução sólida. A maior parte do carbono em uma amostra de bainita é transformada sob a forma de partículas de cementita, que por sua vez, tendem a ser mais grosseiras do que aquelas associadas com a martensita revenida. Os efeitos do tratamento do revenimento da bainita são sempre mais suaves do que quando a martensita no mesmo aço é recozida.

Ao contrário dos aços martensíticos, pequenas variações na concentração de carbono (0,06 %-0,14 %) tem pouco efeito sobre o revenimento da bainita. O carbono tem um efeito forte no ganho de resistência por solução sólida. Assim, a resistência da martensita cai drasticamente à medida que o carbono se precipita durante o revenimento. Na bainita o carbono é mais presente como carbonetos grosseiros que contribuem pouco para a resistência. Portanto, é esperado que a resposta ao revenimento da bainita seja pouco influenciada pela concentração média de carbono.

Muitas microestruturas bainíticas contem apreciável quantidade de austenita retida. O revenimento desta pode induzir a decomposição da austenita para uma mistura de ferrita e carbonetos.

Aços bainíticos contendo elementos formadores de carbonetos, como Cr, V, Mo, e Nb, sofrem endurecimento secundário durante o tratamento térmico a altas temperaturas. O endurecimento secundário ocorre quando carbonetos ligados mais estáveis são formados em detrimento da cementita. A cementita da bainita é grosseira, fazendo com que a reação de endurecimento secundário seja lenta quando comparada com a da martensita.

Portanto, há diferenças significativas no comportamento do revenimento de bainita e martensita, destacando a menor quantidade de carbono em solução sólida na bainita. Como conseqüência, as microestruturas bainíticas são muito menos sensíveis ao revenimento. Grande mudança na resistência ocorre somente quando a microestrutura das placas grosseiras de bainita se recristaliza para um grão equi-axial de ferrita. Pequenas alterações na resistência são devidas as partículas grosseiras de cementita e uma recuperação geral da subestrutura de deslocações. Aços bainíticos contendo elementos formadores de carbonetos tendem a apresentar fenômenos de endurecimento secundário como aqueles observados em aços martensíticos que depende da precipitação dos carbonetos.

Waterschoot et al. (2006) estudaram, por meio de dilatometria e difração de raios-X, o revenimento da martensita em um aço com 0,72 %C, 1,53 %Mn, 0,11 %Si, 0,28 %Cr e 0,20 %Mo. De acordo com esses pesquisadores, o revenimento da martensita pode ser descrito em cinco estágios, resumidos a seguir:

Estágio I: Redistribuição dos átomos de carbono em temperaturas entre 60 °C e 120 °C. Nessa etapa, ocorre a segregação dos átomos de carbono para as deslocações e a formação de *clusters* de carbono na matriz. A quantidade de carbono que pode segregar para as deslocações da martensita em ripa é de cerca de 0,2 %. Essa segregação de carbono resulta em uma pequena redução de volume, em torno de 0,05 %, e em uma significativa redução da tetragonalidade da martensita. A energia de ativação determinada pelos autores para esse estágio, 98,9 kJ/mol a 100,6 kJ/mol, foi associada à difusão do carbono na martensita para as deslocações distribuídas uniformemente nesse constituinte.

Estágio II: Precipitação de carbonetos de transição na faixa de temperatura entre 120 °C e 200 °C. Esse estágio é caracterizado por uma redução de volume de aproximadamente 0,30 %, associada à precipitação do carboneto ε (Fe2,4C), que é hexagonal, e/ou do carboneto η (Fe2C), que é ortorrômbico. A energia de ativação relatada para esse estágio é de 123,8 kJ/mol. O valor encontrado foi associado à difusão dos átomos de ferro, ao longo das deslocações, para fora dos *clusters*, o que permitiria a acomodação da rede local em uma estrutura hexagonal compacta ou ortorrômbica.

Estágio III: Transformação do carboneto η em carboneto χ (Fe2,2C ou Fe2,5C) na faixa de temperatura entre 200 °C e 300 °C. A energia de ativação encontrada para esse estágio foi de 135,8 kJ/mol.

Estágio IV: Decomposição da austenita retida em ferrita e cementita na faixa de temperatura entre 250 °C e 350 °C. Esse estágio é acompanhado por um aumento de volume e o valor da energia de ativação depende do teor de carbono do aço. A energia de ativação encontrada foi de 154,7 kJ/mol.

Estágio V: Conversão dos carbonetos de transição em cementita na faixa de temperatura entre 290 °C e 390 °C. Resulta em uma redução adicional de volume da martensita da ordem de 0,30 %. O valor da energia de ativação encontrada foi de 176,1 kJ/mol.

De acordo com Pichler et al. (1999, 2000), quando o tratamento de superenvelhecimento é realizado em temperaturas elevadas, próximas a Mi, ocorre a formação de bainita, e até mesmo de perlita, o que causa um decréscimo nos valores de limite de escoamento, resistência, e expoente de encruamento, figura 3.10, além de favorecer o aparecimento do patamar de escoamento, como podemos ver na figura 3.11, Faral (1999).



Figura 3.10. Influência da temperatura e do tempo de superenvelhecimento no LE e LR em (a) e no expoente de encruamento em (b) de um aço DP 0,10 %C; 0,10 %Si; 1,50 %Mn; 0,8 %(CrMo) (Pichler et al., 1999, 2000)



Figura 3.11. Efeito da temperatura de superenvelhecimento no limite de resistência e no patamar de escoamento de um aço DP (Faral, 1999)

Cooman et al. (2007) estudaram o efeito do superenvelhecimento nas propriedades mecânicas de um aço DP durante o recozimento contínuo, e também observaram que a temperatura e o tempo de superenvelhecimento têm influência significativa sobre o propriedades do aço, além da queda em LE e LR, ocorre um decréscimo nos valores de alongamento total e uniforme para tempos curtos de superenvelhecimento, e um aumento nos valores desse parâmetro com aumento da temperatura e do tempo de OA, figuras 3.12 (a) e (b). Nenhum efeito foi observado para o tamanho de grão ferrítico e para a fração volumétrica de martensita, que de acordo com esses autores se deve ao teor de carbono inicial e à temperatura de recozimento intercrítico não ter variado.



Figura 3.12. Variação de alongamento uniforme ΔAI_u (a) e total ΔAI_T (b) de aços DP em diferentes tempos e temperaturas de superenvelhecimento (Cooman, 2007).

Dong et al. (2009) realizaram uma simulação de recozimento contínuo utilizando dilatometria em amostras de aços CMnSi e CMnSiAI, e observaram a ocorrência de transformação isotérmica quando a têmpera é interrompida entre as temperaturas inicial e final de transformação martensítica. A figura 3.13 mostra as curvas dilatométricas da transformação atérmica e isotérmica da austenita observadas a uma temperatura próxima à Mi durante a etapa de superenvelhecimento. Ha uma alteração na natureza da transformação martensítica para uma transformação isotérmica mais complexa abaixo de Mi.



Figura 3.13. Dados dilatométricos da transformação martensítica atérmica e isotérmica abaixo da temperatura Mi (Dong et al., 2009).

Durante a formação da martensita atérmica, o tempo necessário para difusão de carbono da martensita para a austenita retida é de aproximadamente 2,37x10⁻³ s em aços baixo carbono. Em comparação, o tempo necessário para a formação de uma ripa de martensita de baixo carbono é de aproximadamente 10⁻⁷ a 10⁻⁵ segundos. Portanto, a difusão de carbono durante a formação da ripa de martensita atérmica se mantém somente a velocidades de resfriamento menores. Em geral, no entanto, a transformação da martensita é muito mais rápida do que a difusão de carbono, os átomos de carbono permanecem nos sítios intersticiais e a transformação é totalmente adifusional. Ao contrário, durante a transformação isotérmica de aços de baixo carbono abaixo da temperatura Mi, os átomos de carbono podem se difundir para fora

da martensita atérmica transformada inicialmente, para a austenita retida adjacente não transformada, se a temperatura de revenimento for suficientemente alta. A austenita pode então ser continuamente enriquecida de carbono, e se decompor para uma microestrutura que não é nem puramente martensítica e nem bainítica conforme relatado por Dong et al. (2009).

De acordo com Bhadeshia e Honeycombe (2006), as transformações martensíticas são geralmente descritas como atérmicas. A transformação começa a uma temperatura bem definida Mi, e continua à medida que a temperatura cai, se completando quando esta atinge Mf. No entanto, existem reações martensíticas que podem se processar a temperatura constante em ligas de Fe-C. Em alguns casos especiais, a nucleação isotérmica pode ser obtida, por exemplo, em aços com alto teor de manganês em que falhas de empilhamento podem ocorrer prontamente na austenita que apresenta baixa energia de falha de empilhamento. Os embriões são postulados para ter uma interface de deslocamento semicoerente com a austenita, concebidos como arranjos de deslocações planares que unem o embrião à matriz. O crescimento, então, da lugar à nucleação de novos arranjos de deslocações que se juntam à interface para estendê-la.

Normalmente placas de martensita individuais crescem a taxas extremamente rápidas. Verificou-se que a velocidade de crescimento é constante ao longo de uma ampla faixa de temperatura, indicando que o processo de crescimento não é fortemente ativado termicamente. Isto é consistente com a evidência cristalográfica de que os movimentos atômicos são pequenos e ordenados, e que os átomos podem se movimentar por difusão. O crescimento é encarado como o movimento de uma matriz de deslocamentos paralelos que se encontram na interface, todos com os mesmos vetores de Burgers.

O crescimento isotérmico de placas de martensita pode ocorrer a taxas que permitem sua observação direta no microscópio óptico, por exemplo, em ligas de ferro-níquelmanganês, embora haja evidências substanciais de que transformação isotérmica muitas vezes ocorre em ligas com baixo Mi. Nestes casos, parece que o principal fator é a nucleação isotérmica lenta em vez de crescimento lento, conforme relatado por Bhadeshia e Honeycombe (2006).

4. METODOLOGIA

Neste estudo, foi utilizado um aço baixo carbono acalmado ao silício com adição de manganês, produzido industrialmente até a etapa de laminação a frio. Posteriormente, foi realizado o recozimento continuo em escala piloto no simulador termomecânico HDPS do Centro de Tecnologia da Usiminas.

4.1 Processamento do material em escala industrial

O aço CMnSi foi processado na Aciaria com composição química visada para atender às faixas previstas na tabela IV.1. As placas lingotadas seguiram para o processo de laminação a quente, sendo reaquecidas à temperatura de 1250 ± 30 °C e laminadas a quente até a espessura de 3,8 mm, com temperatura de acabamento de 880 ± 20 °C e de bobinamento de 650 ± 20 °C. Em seguida, esse material foi enviado para a laminação a frio, sendo decapado com solução de ácido clorídrico, e posteriormente sofreu redução total de 52,6 % na espessura, no laminador contínuo a frio de 5 cadeiras, ficando com dimensão final de 1,8 mm x 1250 mm (espessura x largura). Desse material foram amostradas 4 chapas de 500 mm x 1250 mm (comprimento x largura) para serem confeccionadas as amostras para a simulação do ciclo de recozimento contínuo no Centro de Tecnologia da Usiminas.

Tabela IV.1. Faixa de composição química prevista na aciaria para o aço processado industrialmente (% p/p)

| С | Mn | AI | Si | Р | S | Cu | В | Ni+Cr+Mo |
|--------|--------|---------|-------|---------|---------|--------|---------|----------|
| ≤ 0,18 | ≤ 2,50 | ≤ 0,010 | ≤ 0,6 | ≤ 0,040 | ≤ 0,015 | ≤ 0,20 | ≤ 0,005 | ≤ 1,5 |

4.2 Processamento do material em escala piloto

As chapas retiradas no final do processo de laminação a frio foram preparadas retirando-se amostras paralelas à direção de laminação, com dimensões de 220 mm x 120 mm x 1,8 mm (comprimento x largura x espessura), figura 4.4, para serem utilizados nas simulações de recozimento contínuo.

Os ciclos de recozimento foram realizados no simulador termomecânico HDPS, figura 4.1, no Centro de Tecnologia da Usiminas, e elaborados de acordo com a configuração da linha industrial. Os valores de tempos, taxas de aquecimento e
resfriamento foram escolhidos levando-se em consideração os comprimentos dos vários fornos do recozimento contínuo e a velocidade de processamento na linha. Os ciclos estudados foram divididos em duas etapas: os testes 1 a 9 objetivaram analisar o comportamento da microestrutura e das propriedades mecânicas ao longo da etapa de superenvelhecimento, e os testes 10 a 12 avaliou o ciclo completo, variando-se apenas a temperatura de OA.



Figura 4.1. Simulador termomecânico HDPS.

A primeira etapa está ilustrada na figura 4.2 e descrito na tabela IV.2: aquecimento a taxa de 3,0 °C/s até a temperatura de encharque a 820 °C, por 96 s, resfriamento lento primário até a temperatura de 710 °C, resfriamento rápido até as temperaturas de 310 °C, 350 °C e 390 °C (condições 1, 2 e 3 de superenvelhecimento) pelos tempos de 0 s, 270 s, 540 s, e resfriamento final até a temperatura ambiente.



Figura 4.2. Ciclos de recozimento interrompidos no superenvelhecimento.

| Teste | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Temperatura de encharque (ºC) | 820 | 820 | 820 | 820 | 820 | 820 | 820 | 820 | 820 |
| Tempo de encharque (s) | 96 | 96 | 96 | 96 | 96 | 96 | 96 | 96 | 96 |
| Taxa de resfriamento SF – 1C (ºC/s) | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 |
| Temperatura inicial do resfriamento rápido (ºC) | 710 | 710 | 710 | 710 | 710 | 710 | 710 | 710 | 710 |
| Taxa de resfriamento 1C – OA (ºC/s) | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 |
| Temperatura de superenvelhecimento (ºC) | 310 | 310 | 310 | 350 | 350 | 350 | 390 | 390 | 390 |
| tempo de superenvelhecimento (s) | 0 | 270 | 540 | 0 | 270 | 540 | 0 | 270 | 540 |
| Taxa de resfriamento até temperatura ambiente (°C/s) | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 | 27,0 |

Tabela IV.2. Parâmetros utilizados no simulador termomecânico e os respectivos valores na condição de ciclo interrompido no superenvelhecimento.

A segunda etapa está ilustrada na figura 4.3 e descrito na tabela IV.3: aquecimento a taxa de 3,0 °C/s até a temperatura de encharque a 820 °C, por 96 s, resfriamento lento primário até a temperatura de 710 °C, resfriamento rápido até as temperaturas de 310 °C, 350 °C e 390 °C (condições 1, 2 e 3 de superenvelhecimento), por 540 s, resfriamento lento secundário até 180 °C, e resfriamento final até a temperatura ambiente.



Figura 4.3. Ciclos de recozimento completo.

Tabela IV.3. Parâmetros utilizados no simulador termomecânico e os respectivos valores na condição de ciclo completo de recozimento contínuo.

| Teste | 10 | 11 | 12 |
|--|------|------|------|
| Temperatura de encharque (°C) | 820 | 820 | 820 |
| Tempo de encharque (s) | 96 | 96 | 96 |
| Taxa de resfriamento SF – 1C (ºC/s) | 3,0 | 3,0 | 3,0 |
| Temperatura inicial do resfriamento rápido (ºC) | 710 | 710 | 710 |
| Taxa de resfriamento 1C – OA (ºC/s) | 27,0 | 27,0 | 27,0 |
| Temperatura de superenvelhecimento (ºC) | 310 | 350 | 390 |
| tempo de superenvelhecimento (s) | 540 | 540 | 540 |
| Taxa de resfriamento OA – 2C (ºC/s) | 1,6 | 1,6 | 1,6 |
| Temperatura final do resfriamento secundário (ºC) | 180 | 180 | 180 |
| Taxa de resfriamento até temperatura ambiente (°C/s) | 27,0 | 27,0 | 27,0 |

4.3 Caracterização do material

Após o término das simulações do ciclo de recozimento contínuo, as amostras recozidas produziram seis corpos-de-prova para o ensaio de tração, conforme ilustrado na figura 4.4. Foram realizados ensaios para avaliação microestrutural e de propriedades mecânicas do aço, nas condições estudadas.





4.3.1 Caracterização microestrutural do aço

A caracterização microestrutural após a simulação dos ciclos de recozimento contínuo nas diferentes condições de temperatura e tempo de superenvelhecimento foi conduzida em amostras embutidas, lixadas, polidas e atacadas com nital 4 %, para serem observadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura.

A determinação da fração volumétrica de constituintes por metalografia quantitativa foi realizada conforme procedimento desenvolvido pelo Centro de Tecnologia da Usiminas, empregando-se o sistema Axiovision e amostras atacadas da seguinte maneira: primeiramente o material foi atacado com nital 4 %, deixando a ferrita branca em contraste com o restante da microestrutura, permitindo a medição de sua fração. Após novo polimento, atacou-se com o reativo Le Pera para determinação da fração da

de MA (martensita/austenita retida), já que ele deixa branco esses constituintes. A porcentagem relativa dos constituintes difusionais como perlita, bainita, cementita foi obtida pela diferença em relação aos constituintes ferrita e MA para completar 100 %.

4.3.2 Determinação das propriedades mecânicas

Os ensaios de tração foram realizados em uma maquina Instron modelo 5882, equipada com extensômetro Instron de 25 mm de base de medida. As propriedades mecânicas em tração, alongamento total (base de medida igual a 25 mm), limite de escoamento (a 0,2 % de deformação), limite de resistência e valor n (expoente de encruamento a 5 % de deformação) foram determinados através de ensaio de tração em corpos de prova *subsize*, confeccionados segundo a norma ASTM A370-11, 2011. As dimensões estão ilustradas na figura 4.5 e na tabela IV.4. A dimensão E corresponde a espessura do corpo de prova, cerca de 1,80 mm.



Figura 4.5. corpos de prova para ensaio de tração

Tabela IV.4. Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração (mm).

| Α | В | С | F | L | R | W |
|----|----|----|-----|-----|---|-----------------|
| 32 | 47 | 10 | 4,5 | 135 | 6 | $6,25 \pm 0,05$ |

Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente e a uma taxa de deformação média igual a 0,001 s⁻¹. Para realização do ensaio, os corpos de prova foram submetidos a uma limpeza por imersão em solução de ácido clorídrico (500 mL de H₂O destilada + 500 mL de HCl concentrado) para remoção de óxidos durante 1 minuto. Após essa etapa, os corpos de prova foram lavados em água potável e neutralizados em solução alcalina.

O índice BH foi calculado segundo a norma ASTM A0653-2011. O ensaio consiste em deformar o corpo de prova até 2 %, interromper o ensaio. Aquecer o material na estufa por 20 min a 170 °C e após resfriamento, dar continuidade ao ensaio, calculando-se o ganho no limite de escoamento após o tratamento na estufa. O cálculo do índice BH é dado pela equação 1, e esquema ilustrado na figura 4.6 conforme a seguir:

$$\mathsf{BHI} = \mathsf{B} - \mathsf{A},\tag{1}$$

onde,

A = tensão obtida após 2 % de deformação

E

B = Limite de escoamento (B_U superior ou B_L inferior do patamar de escoamento após o recozimento na estufa por 20 min a 170 °C)



Figura 4.6. Representação para calculo do índice BH (ASTM A0653-2011)

Foram também realizados ensaios de microdureza Vickers, com carga de 1kgf, com 10 indentações por amostra, sendo essa carga representativa da microestrutura para correlacionar com os demais parâmetros e condições de testes estudados.

4.3.3 Análise dilatométrica

Com intuito de investigar a fração transformada da austenita durante o aquecimento até a temperatura de encharque estudada, as temperaturas de transformação da austenita em bainita e martensita, e também, possíveis variações de volume durante a etapa de superenvelhecimento, foram realizados ensaios utilizando um dilatômetro modelo DIL 805 A/D-BAHR, figura 4.7. Os corpos de prova foram empregados na condição laminado a frio, do mesmo material utilizado nas simulações de recozimento no HDPS, com 10 mm de comprimento, 4 mm de largura e 1,8 mm de espessura, retirados paralelamente a direção de laminação. As amostras foram submetidas às mesmas taxas de aquecimento e resfriamento, bem como os tempos de permanência em cada etapa dos ciclos estudados, tabela IV.3, reproduzindo dessa forma a condição real para obtenção do aço estudado, detectando as variações dilatométricas durante cada etapa do tratamento de recozimento contínuo, principalmente na etapa de superenvelhecimento, para auxiliar na definição dos constituintes formados em cada etapa. Foram também determinadas as temperaturas Ac₁, Ac₃, M_i, B_i, B_f do aço estudado.



Figura 4.7. Dilatômetro modelo DIL 805 A/D-BAHR

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Analise química da amostra processada em escala industrial

O resultado da análise química proveniente da amostra da chapa de aço produzida industrialmente até a etapa de laminação a frio é mostrado na tabela V.1.

Tabela V.1. Composição química obtida do aço processado industrialmente e utilizada no estudo. (% p/p)

| С | Mn | AI | Si | Р | S | Cu | В | Ni+Cr+Mo |
|------|------|-------|------|-------|-------|------|--------|----------|
| 0,14 | 2,09 | 0,010 | 0,43 | 0,017 | 0,001 | 0,02 | 0,0003 | 0,07 |

5.2 Caracterização microestrutural do aço

O aspecto microestrutural, observado por microscopia óptica, da amostra do aço produzido em escala industrial, após a laminação a frio, é mostrado na figura 5.1.



Figura 5.1 Microestrutura do aço laminado a frio, encruado, antes das simulações de recozimento no HDPS.

(a) Microscópio eletrônico de varredura, (b) Microscópio óptico. Ataque: nital 4 %.

Podemos observar na figura 5.1, que o aço produzido na linha industrial, após a etapa de laminação a frio, apresentou uma microestrutura deformada, característico do aço encruado a frio, consistindo basicamente de perlita, região escura, e ferrita, região clara, figura 5.1(b).

As microestruturas obtidas nas amostras submetidas às simulações propostas na tabela IV.2 e figura 4.2 após os ciclos de tratamentos térmicos interrompidos na etapa de superenvelhecimento, realizados no simulador termomecânico HDPS são mostrados nas figuras 5.2, 5.3 e 5.7.

Os ciclos de recozimento contínuo completos das amostras submetidas às simulações propostas na tabela IV.3 e figura 4.3 apresentaram microestruturas conforme mostrado nas figuras 5.4, 5.5 e 5.9.

O aço estudado apresentou estrutura semelhante em todas as condições estudadas, ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento e nos ciclos completos, uma estrutura complexa, constituída por ferrita (F), bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C), martensita (M), e, martensita/austenita retida (MA), conforme indicado pelas setas nas figuras 5.3 e 5.5. A martensita se concentrou preferencialmente nos contornos de grão. Observou-se também, uma maior ocorrência de bainita e carbonetos não dissolvidos.

As alterações das variáveis estudadas não tiveram efeito muito significativo nas microestruturas obtidas. À medida que o tempo de superenvelhecimento aumenta, observa-se uma pequena elevação na fração volumétrica de B + C, e um refinamento da microestrutura com o tempo, independente da temperatura de OA.



Figura 5.2 Microestrutura do aço laminado a frio, obtidos após os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento das simulações de recozimento contínuo realizados no HDPS. Microscopia óptica. Ataque: nital 4 %.



(g) 390 °C; 0 s (h) 390 °C; 270 s (i) 390 °C; 540 s

Figura 5.3 Aspectos das microestrutura do aço estudado, obtidos após os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento das simulações de recozimento contínuo. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque: nital 4 %.

F: ferrita; B+C: bainita + carbonetos não-dissolvidos; MA: martensita/austenita retida.



Figura 5.4 Microestrutura do aço laminado a frio, obtidos após o ciclo de recozimento contínuo completo, simulados no HDPS. Microscopia óptica. Ataque: nital 4 %.



(a) 310 °C OA

(b) 350 °C OA

(c) 390 °C OA

Figura 5.5 Aspectos das microestrutura do aço estudado, obtidos após os ciclos de recozimento completo. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque: nital 4 %.F: ferrita; B+C: bainita+carbonetos não-dissolvidos; MA: martensita/austenita retida.

5.3 Determinação das frações volumétricas dos constituintes formados 5.3.1 Ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento

Os resultados da caracterização quantitativa dos constituintes formados nos ciclos interrompidos na etapa de OA são apresentados na tabela V.2. Foram examinadas no MEV as frações volumétricas da ferrita, do constituinte MA e da Bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C). Verifica-se que o segundo constituinte é predominantemente bainítico, apresentando um percentual de MA inferior a 3 % em todas as situações.

| T | | Frações volumétricas dos constituintes (%) | | | | | |
|----------|-----------------|--|-------------------------|---------------|----------------|--|--|
| OA (°C) | tempo OA (s) | Ferrita | Segundo Constituinte | MA | B + C | | |
| 310 | 0 | 23,4 ± 1,6 | 76,6 ± 1,3 | $2,5 \pm 0,3$ | 74,1 ± 1,0 | | |
| 310 | 270 | 21,7 ± 1,3 | 78,3 ± 1,0 | $2,2 \pm 0,3$ | $76,1 \pm 0,7$ | | |
| 310 | 540 | 25,9 ± 4,6 | 74,1 ± 4,2 | $2,7 \pm 0,4$ | 71,4 ± 3,9 | | |
| 350 | 0 | 20,9 ± 2,4 | 77,3 ± 1,8 | $1,2 \pm 0,6$ | 76,1 ± 1,2 | | |
| 350 | 270 | 21,4 ± 2,4 | 75,8 ± 2,1 | 1,9 ± 0,3 | 73,9 ± 1,8 | | |
| 350 | 540 | 12,1 ± 1,0 | 87,9 ± 0,8 | $2,5 \pm 0,2$ | 85,4 ± 0,5 | | |
| 390 | 0 | 18,1 ± 1,7 | 81,8 ± 1,5 | 1,0 ± 0,2 | 80,8 ± 1,4 | | |
| 390 | 270 | 19,7 ± 1,1 | 80,3 ± 1,0 | $0,9 \pm 0,2$ | 79,4 ± 0,8 | | |
| 390 | 540 | $11,4 \pm 1,0$ | 88,6 ± 0,8 | $1,0 \pm 0,2$ | 87,6 ± 0,7 | | |

Tabela V.2. Resultados da analise quantitativa dos constituintes, ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento (%).

Na figura 5.6, são plotadas as frações dos constituintes em função das variáveis do processo, temperatura e tempo, utilizados na etapa de superenvelhecimento com ciclos interrompidos. Na figura 5.6(a) a temperatura de OA empregada foi de 310 °C. Pode-se observar que houve tendência de queda na fração de B + C durante o superenvelhecimento, porém, como a dispersão desses resultados foi elevada, não podemos inferir que ocorreu variação significativa na microestrutura.

Nas figuras 5.6(b) e (c), as temperaturas de OA aplicadas foram de 350 °C e 390 °C respectivamente. Observa-se um aumento de 8 % na fração de B + C durante a etapa de superenvelhecimento. Esse tipo de ocorrência, assemelha-se ao encontrado por Pichler et al. (1999), em que temperaturas de OA superiores a 350 °C aumentam a quantidade de B.

Segundo Dong et al. (2009), essa modificação na fração dos constituintes pode ser explicada pela transformação isotérmica de aços de baixo carbono próximo a

temperatura Mi. Os átomos de carbono podem se difundir da martensita atérmica transformada inicialmente, para a austenita retida adjacente não transformada, se a temperatura de revenimento for suficientemente alta. A austenita pode, então, ser continuamente enriquecida de carbono, e se decompor para uma microestrutura mais complexa, que não é puramente martensítica e nem bainítica.

A fração de MA foi semelhante ao longo da etapa de OA nos ciclos interrompidos no superenvelhecimento nas diferentes condições testadas. De acordo com Cooman et al. (2007), isso é esperado, uma vez que todas as amostras tinham o mesmo teor de carbono, mesma temperatura de recozimento inicial intercrítica, mesma taxa de resfriamento e mesmo tamanho de grão de ferrita, ou seja, a condição de têmpera foi a mesma, para as diferentes condições testadas no OA.



Figura 5.6 Variação da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura e tempo de superenvelhecimento nos ciclos interrompidos no OA.



Figura 5.6 Variação da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura e tempo de superenvelhecimento nos ciclos interrompidos no OA.

A figura 5.7 apresenta a microestrutura do aço laminado a frio e recozido com os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento, atacados com solução de metabissulfito de sódio e ácido pícrico em álcool, visando detectar o constituinte MA, pois esse ataque o deixa com coloração clara e uniforme. Em algumas situações, esse constituinte é tingido de marrom ou cinza e não é reconhecido pelo programa, sendo computado como B + C.



Figura 5.7 Microestrutura do aço laminado a frio, durante os ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento no recozimento contínuo, realizado no simulador termomecânico. Microscopia óptica. Ataque: solução de metabissulfito de sódio e ácido pícrico em álcool.

5.3.2 Ciclos completos no recozimento contínuo

Os resultados da caracterização quantitativa dos constituintes formados nos ciclos completos de recozimento contínuo são apresentados na tabela V.3. Foram examinadas no MEV as frações volumétricas da ferrita, do constituinte MA e da Bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C). Verifica-se que o segundo constituinte é predominantemente bainítico, apresentando um percentual de MA inferior a 3 % em todas as situações.

Tabela V.3. Resultados da analise quantitativa dos constituintes para os ciclos de recozimento completo (%).

| T I OA | Frações volumétricas dos constituintes (%) | | | | | | |
|--------|--|-------------------------|---------------|------------|--|--|--|
| (°C) | Ferrita | Segundo Constituinte | MA | B + C | | | |
| 310 | 18,7 ± 0,9 | 81,3 ± 0,5 | $2,6 \pm 0,3$ | 78,8 ± 0,2 | | | |
| 350 | 13,1 ± 0,8 | $86,9 \pm 0,7$ | 0,5 ± 0,1 | 86,4 ± 0,6 | | | |
| 390 | 12,4 ± 1,1 | 87,6 ± 1,0 | $0,9 \pm 0,1$ | 86,7 ± 0,8 | | | |

No ciclo completo de recozimento contínuo, figura 5.8, observou-se um aumento de 8 % na fração volumétrica de B + C, quando utilizado 350 °C e 390 °C na etapa de OA em relação à temperatura de 310 °C.

Quando comparados as temperaturas de 350 °C e 390 °C nesta etapa, não são notadas variações significativas nas frações volumétricas dos constituintes.



Figura 5.8 Variação da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura de superenvelhecimento nos ciclos completos de recozimento contínuo.

A variação dos constituintes foi semelhante à encontrada nos ciclos interrompidos e também por Pichler et al. et al. (1999) e Dong et al. (2009), sua ocorrência sendo associada à transformação isotérmica da austenita retida em bainita.





Embora o procedimento utilizado para a quantificação dos constituintes represente um avanço em relação ao método tradicional, no qual as frações de martensita e bainita eram medidas de forma manual, aos valores mencionados na tabela V.2 e V.3, são embutidas algumas fontes de imprecisão inerentes a ele que devem ser mencionados e levados em consideração. Após ataque com o reativo nital, nem sempre é possível desconsiderar toda a área de contornos de grão na determinação do segundo constituinte, o que pode resultar numa quantidade superior à que realmente está presente na microestrutura. Nem sempre é possível, também, obter um ataque com metabissulfito de sódio que deixe todo o constituinte MA com coloração clara e uniforme, figuras 5.7 e 5.9. Em algumas situações, esse constituinte é tingido de marrom ou cinza e não é reconhecido pelo programa, sendo computado como B + C. Além disso, diferenças na composição da martensita e/ou efeitos associados ao revenimento, por exemplo, também podem alterar a coloração desse constituinte e mascarar a sua quantificação. Portanto, deve-se considerar a possibilidade de que o constituinte MA pode estar presente em quantidade superior à determinada nas medições realizadas.

5.4 Resultados da análise dilatométrica

Na figura 5.10 foi plotado a curva obtida no ensaio dilatométrico realizado para determinar as temperaturas de transformação austenítica no aquecimento para o aço estudado, utilizando a mesma taxa do ciclo de recozimento contínuo simulado no HDPS, 3,0 °C/s.



Figura 5.10 Curva dilatométrica do aço estudado para determinação das curvas de transformação.

As temperaturas de transformação para esta composição química são, segundo Andrews (1965):

| Ac ₁ = 723 – 10,7Mn – 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W | (4.1) |
|---|-------|
| Ac ₁ = 711,9 °C | (4.2) |
| Ac ₃ = 910 – 203C ^{1/2} – 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W | (4.3) |
| Ac ₃ = 852,8 °C | (4.4) |

As temperaturas de transformação $Ac_1 e Ac_3$ obtidas pelo ensaio dilatométrico, foram de a 700,1 °C e 840,2 °C, respectivamente, conforme se observa na figura 5.11. As temperaturas calculadas e medidas apresentaram uma boa concordância, indicando que as equações 4.1 e 4.3 são adequadas para o cálculo das temperaturas de transformação desse aço.



Figura 5.11 Temperaturas de transformação austenítica, Ac1 e Ac3 para o aço CMnSi estudado, obtidos pelo ensaio dilatométrico.

A fração transformada de ferrita, perlita e cementita até o final da etapa de encharque, à temperatura de 820 °C por 96 s, foi de 93,4 %, conforme pode ser observado na figura 5.12.



Figura 5.12 Fração transformada de austenita para o aço CMnSi estudado, obtida pelo ensaio dilatométrico.

Durante a etapa de resfriamento lento do ciclo de recozimento contínuo, temperatura de 820 °C para 710 °C, a uma taxa de 3,0 °C/s, pode-se observar no ensaio dilatométrico (figura 5,13), que não houve variação de comprimento na amostra, evidenciando que nenhuma transformação ocorreu nesta etapa para o aço estudado. Conforme mencionado anteriormente, o objetivo desta etapa é enriquecer com carbono a austenita presente.



Figura 5.13 Variação do comprimento do corpo de prova, durante a etapa de resfriamento lento do ciclo de recozimento contínuo para o aço CMnSi estudado, obtidos pelo ensaio dilatométrico.

Podemos observar pelo ensaio dilatométrico, figura 5.14, que durante a etapa de resfriamento rápido do ciclo de recozimento contínuo, temperatura de 710 °C para 310 °C, 350 °C e 390 °C, condições 1, 2 e 3 de superenvelhecimento respectivamente, a uma taxa de 27,0 °C/s, aconteceram duas transformações significativas na microestrutura que afetam as propriedades mecânicas do aço estudado: entre 587 °C e 492 °C, ocorreu a transformação da austenita em bainita; e, a partir de 379 °C, se iniciou a transformação da austenita em bainita; e, a partir de 379 °C, se iniciou a transformação da austenita em bainita; en a partir de 379 °C, se iniciou a transformação da austenita em martensita, conforme pode ser visto nos pontos Bi, Bf e Mi da figura 5.14.



Figura 5.14 Variação do comprimento do corpo de prova, durante a etapa de resfriamento rápido do ciclo de recozimento contínuo para o aço CMnSi estudado, obtidos pelo ensaio dilatométrico.

Na etapa de superenvelhecimento, observou-se um aumento do comprimento do corpo de prova, figura 5.15, para as três temperaturas de OA estudadas, 310 °C, 350 °C e 390 °C.



Figura 5.15 Variação do comprimento do corpo de prova, durante a etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo, obtidos pelo ensaio dilatométrico.

Para a temperatura de 310 °C, o valor do aumento de comprimento, ΔL , foi de 0,07 %. Nas temperaturas de 350 e 390 °C, o ΔL foi de 0,10 % e 0,13 %, respectivamente. Acredita-se que essa variação se deve à transformação isotérmica da austenita não transformada durante o resfriamento rápido em martensita e/ou bainita durante o OA, conforme relatado por Cooman et al. (2007) e Dong et al. (2009).

Segundo Waterschoot et al. (2006), pode ocorrer também a decomposição da austenita retida em ferrita e cementita na faixa de temperatura entre 250 °C e 350 °C. Esse estágio é acompanhado por um aumento de volume. Outra possibilidade é a conversão dos carbonetos de transição em cementita na faixa de temperatura entre 290 °C e 390 °C.

De acordo com Bhadeshia e Honeycombe (2006), há reações martensíticas que podem se processar a temperatura constante em ligas Fe-C. Em alguns casos especiais, a nucleação isotérmica pode ser obtida, por exemplo, em aços com alto teor de manganês em que falhas de empilhamento podem ocorrer prontamente na austenita que apresenta baixa energia de falha de empilhamento. Os embriões são postulados para ter uma interface de deslocamento semicoerente com a austenita, concebidos como arranjos de deslocações planares que unem o embrião à matriz. O crescimento, então, da lugar à nucleação de novos arranjos de deslocações que se juntam à interface para estendê-la.

Normalmente placas de martensita individuais crescem a taxas extremamente rápidas, formando em tempos da ordem de 10⁻⁷s. Verificou-se que a velocidade de crescimento é constante ao longo de uma ampla faixa de temperatura, indicando que o processo de crescimento não é fortemente ativado termicamente. Isto é consistente com a evidência cristalográfica de que os movimentos atômicos são pequenos e ordenados, e que os átomos se movimentam por difusão. O crescimento é encarado como o movimento de uma matriz de deslocamentos paralelos que se encontram na interface, todos com os mesmos vetores de Burgers.

Ainda segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), o crescimento isotérmico de placas de martensita pode ocorrer a taxas que permitem sua observação direta no microscópio óptico, por exemplo, em ligas de ferro-níquel-manganês, embora haja evidências substanciais de que transformação isotérmica muitas vezes ocorre em ligas com baixo Mi. Nestes casos, parece que o principal fator é a nucleação isotérmica lenta em vez de crescimento lento.

A figura 5.16 apresenta a microestrutura obtida nas amostras ensaiadas no dilatômetro utilizando os parâmetros da tabela IV.3. Podemos observar que se assemelham às mostradas nos ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento e nos ciclos completos simulados no HDPS, uma estrutura complexa, constituída por ferrita (F), bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C), martensita (M), e, martensita/austenita retida (MA).



Figura 5.16 Microestrutura do aço laminado a frio, obtidos após o ciclo de recozimento contínuo completo, simulados no dilatômetro. Microscopia ótica. Ataque: nital 4 %.

5.5 Resultados de propriedades mecânicas

A seguir serão apresentados e analisados os comportamentos de cada propriedade mecânica em função das variáveis de processo para as condições de ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento e de ciclos de recozimento completo. Alguns resultados apresentaram elevada dispersão, portanto, a avaliação nesses casos foi qualitativa, apresentando a tendência do comportamento mecânico.

Foram ensaiados 3 corpos-de-prova para cada condição de ciclos de recozimento simulados no HDPS, e determinados o limite de escoamento (LE), o limite de resistência (LR), o alongamento uniforme (Al_U), o alongamento total (Al_T), o expoente de encruamento (n), determinado para a deformação de 5 %, o índice BH, a relação elástica (LE/LR) e também a dureza Vickers das microestruturas formadas. As propriedades analisadas foram medidas em relação à direção transversal de laminação.

5.5.1 Ciclos interrompidos na etapa de superenvelhecimento

As propriedades mecânicas determinadas nos ensaios de tração são apresentadas nas figuras 5.17 a 5.26, dos ciclos interrompidos na etapa de OA do recozimento contínuo para o aço CMnSi estudado.

As figuras 5.17 (a) e (b) apresentam a variação do LE durante a etapa de OA nas três temperaturas estudadas, 310 °C, 350 °C e 390 °C. Podemos observar uma queda no valor deste parâmetro ao longo desta fase do processo para as três condições estudadas. O LE diminuiu com o aumento da temperatura e do tempo de superenvelhecimento, chegando a reduzir -52 MPa ao final dos 540s de OA. Resultado semelhante foi encontrado por Pichler et al. (2000). De acordo com Bhadeshia e Honeycombe (2006), essa queda no LE pode ter ocorrido em função da migração do C por difusão da martensita e bainita transformadas durante o resfriamento rápido para a austenita adjacente não transformada que ocorre durante a etapa de OA e também pelo revenimento desses constituintes.



Figura 5.17 (a) Relação do limite de escoamento com o tempo e a temperatura de OA(b) Variação do LE, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.



Figura 5.17 (a) Relação do limite de escoamento com o tempo e a temperatura de OA(b) Variação do LE, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

A variação do LR com o tempo e temperatura é mostrada nas figuras 5.18 (a) e (b). Pode-se observar uma queda acentuada para a temperatura de 390 °C, chegando a -222 MPa ao final da etapa de OA, figura 5,18 (b). Para as temperaturas de 310 °C e 350 °C, houve também uma queda, porém, menos acentuada durante essa etapa do processo, semelhante ao que foi encontrado por Pichler et al. (2000).

A queda nos valores de limite de resistência foi influenciada pelo revenimento do segundo constituinte (B + M) à medida que se eleva a temperatura de OA. Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), esse fenômeno faz com que o carbono em solução sólida se difunda da martensita e da bainita transformada durante a etapa de resfriamento rápido, diminuindo o teor médio desse elemento nessas microestruturas, consequentemente reduzindo a resistência, mesmo com o aumento da fração desses constituintes durante a etapa de OA.



Figura 5.18 (a) Relação do limite de resistência com o tempo e a temperatura de OA (b) Variação do limite de resistência, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

O alongamento uniforme aumentou discretamente com o tempo de OA. A elevação no valor desse parâmetro foi maior para as temperaturas de 310 °C e 350 °C, elevando-se 2,4 %, conforme podemos observar nas figuras 5.19 (a) e (b). Efeito semelhante foi observado por Cooman et al. (2007). Segundo esses autores, a elevação desse parâmetro pode ter ocorrido em decorrência do revenimento do segundo constituinte durante o

superenvelhecimento, provocando o amaciamento devido a precipitação de carbonetos nos contornos entre ripas ou placas.



Figura 5.19 (a) Relação do alongamento uniforme com o tempo e a temperatura de OA(b) Variação do alongamento uniforme, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

As figuras 5.20 (a) e (b) apresentam o comportamento do alongamento total durante a etapa de OA nas três temperaturas estudadas, 310 °C, 350 °C e 390 °C. Podemos observar um aumento de 3,0 % no valor desse parâmetro para as temperaturas de 350 °C e 390 °C ao final da etapa de OA, possivelmente pelo mesmo motivo de elevação do alongamento

uniforme, o revenimento do segundo constituinte. Para a temperatura de 310 °C, não ocorreu variação de Al_T ao longo dessa fase de recozimento.



Figura 5.20 (a) Relação do alongamento total com o tempo e a temperatura de OA (b) Variação do alongamento total, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento. Base de medida = 25 mm

Ao contrario do que foi observado por Pichler et al. (1999), figura 3.10 (b), o expoente de encruamento a 5 % de deformação se elevou com o aumento de tempo e temperatura de superenvelhecimento, melhorando a capacidade da distribuição uniforme da deformação, figura 5.21. De acordo com Bhadeshia e Honeycombe (2006), isto pode ser atribuído ao revenimento da martensita e da bainita que ocorre durante a etapa de superenvelhecimento,

e também devido a transformação isotérmica que ocorre nessa etapa, provocando distorções na rede, consequentemente aumentando a densidade de deslocações na interface com a ferrita.



Figura 5.21 (a) Relação do expoente de encruamento com o tempo e a temperatura de OA(b) Variação do expoente de encruamento, nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

Na figura 5.22 são plotados os valores de microdureza Vickers em função das variáveis de processo estudadas. Pode-se observar que em todos os casos houve uma queda da microdureza durante o superenvelhecimento. Essa queda é acentuada com o aumento da

temperatura. Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), isso se deve a difusão do carbono presente na bainita e martensita para a austenita ainda não transformada durante o revenimento desses constituintes, que ocorre durante a etapa de AO, provocando o amaciamento desses constituintes.



Figura 5.22 Relação da microdureza Vickers com o tempo e a temperatura de OA nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

O comportamento da relação elástica com o tempo e com a temperatura pode ser observado na figura 5.23. Nota-se um aumento significativo para a temperatura de 390 °C até 270s e uma variação mais discreta para as temperaturas de 310 °C e 350 °C.



Figura 5.23 Variação da relação elástica com o tempo e a temperatura de OA nos corpos de prova ensaiados com ciclo interrompido no superenvelhecimento.

5.5.2 Ciclos completos no recozimento contínuo

As propriedades mecânicas determinadas nos ensaios de tração são apresentadas nas figuras 5.24 a 5.30, dos ciclos completos do recozimento contínuo para o aço CMnSi estudado, utilizando três temperaturas diferentes na etapa de superenvelhecimento, e mantendo os demais parâmetros inalterados, conforme plano de experimento listado na tabela IV.3.

As figuras 5.27 e 5.28 apresentam a variação do LE e do LR em função das temperaturas empregadas na etapa de OA. Pode-se observar uma queda no valor desses parâmetros quando empregada temperatura de 390 °C em relação às de 310 °C e 350 °C. Esse efeito também foi observado por Pichler et al. (1999). Conforme mencionado anteriormente, essa queda pode ter ocorrido em função do revenimento do segundo constituinte (B e M), provocando a migração do C desses constituintes para a austenita adjacente não transformada por difusão.

Quando comparadas as temperaturas de 310 °C com a de 350 °C, o LE e LR apresentaram elevada dispersão, portanto, não podemos afirmar que houve variação destes parâmetros com a temperatura de OA.



Figura 5.24 Variação do limite de escoamento em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.



Figura 5.25 Variação do limite de resistência em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

Para o alongamento uniforme e total, figuras 5.29 e 5.30 respectivamente, devido a elevada variabilidade dos resultados, não se pode afirmar que exista uma tendência em relação à variação de temperatura no OA.



Figura 5.26 Variação do alongamento uniforme em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.



Figura 5.27 Variação do alongamento total em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

Semelhante ao que foi observado nos ciclos interrompidos no OA, o expoente de encruamento apresentou uma tendência de elevação com o aumento da temperatura. De acordo com Bhadeshia e Honeycombe (2006), isto pode ser atribuído ao revenimento da martensita e da bainita que ocorre durante a etapa de superenvelhecimento, e também devido a transformação isotérmica que ocorre nessa etapa provocando distorções na rede, consequentemente aumentando a densidade de deslocações na interface com a ferrita.



Figura 5.28 Variação do expoente de encruamento em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

O índice BH apresentou uma queda quando utilizado temperaturas de OA de 350 °C e 390 °C em relação ao valor obtido a 310 °C. Quando comparado as temperaturas de 350 °C e 390 °C não se pode afirmar que exista uma tendência, em função da elevada dispersão apresentada, figura 5.29.



Figura 5.29 Variação do índice BH em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

A relação elástica se manteve constante quando comparado a temperatura de OA de 310 °C com a de 350 °C. Apresentou um aumento de 7 % à temperatura de 390 °C, quando comparado às duas anteriores.



Figura 5.30 Variação da relação elástica em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

Semelhante ao ocorrido nos ciclos interrompidos no superenvelhecimento, na figura 5.31 se observa uma queda no valor da microdureza com o aumento de temperatura de OA. Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), isso se deve a difusão do carbono presente na bainita e martensita para a austenita ainda não transformada durante o revenimento desses constituintes, que ocorre durante o superenvelhecimento.



Figura 5.31 Variação da microdureza em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

5.6 Relação da microestrutura com as propriedades mecânicas nos ciclos completos de recozimento contínuo

Segundo Pichler et al. (1999), a microestrutura tem um efeito considerável nas propriedades mecânicas de aços DP. Podemos observar nas figuras 5.32 e 5.33, uma queda no valor do limite de escoamento e resistência com o aumento de temperatura de OA. Nota-se também um aumento de bainita com a elevação da temperatura. Com o aumento da fração volumétrica de bainita, era esperado um ganho em LR e uma queda em LE, porém, com o revenimento do segundo constituinte, ocorre a precipitação de carbono, diminuindo o teor desse elemento nas microestruturas bainíticas e martensiticas, conforme mencionado por Badeshia e Honeycombe (2006), e também por Cooman et al (2007).


Figura 5.32 Variação do limite de escoamento e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.



Figura 5.33 Variação do limite de resistência e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

A relação elástica se elevou 5 % quando utilizada a temperatura de 390 °C, quando comparado com as temperaturas de 310 °C e 350 °C que se mantiveram constantes, figura 5.34.



Figura 5.34 Variação da relação elástica (LE/LR) e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

Observa-se uma queda no valor da microdureza com o aumento de temperatura de OA e com a da fração volumétrica de bainita. Com a elevação de volume do segundo constituinte, era esperado um aumento da dureza, porém, o comportamento foi contrário. Conforme explicado anteriormente, o carbono presente na bainita e martensita transformada durante o resfriamento se difunde para a austenita ainda não transformada durante o revenimento desses constituintes, na etapa de superenvelhecimento.



Figura 5.35 Variação da microdureza Vickers e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

A figura 5.36 apresenta a variação do expoente de encruamento e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de OA do recozimento contínuo. Observa-se uma elevação do valor n e da fração de bainita com o aumento da temperatura, melhorando a capacidade da distribuição uniforme da deformação, conforme explicado anteriormente acontece devido a transformação isotérmica que ocorre nessa etapa, provocando distorções na rede, consequentemente, aumentando a densidade de deslocações na interface com a ferrita.



Figura 5.36 Variação do expoente de encruamento e da fração volumétrica dos constituintes em função da temperatura utilizada na etapa de superenvelhecimento do recozimento contínuo.

É importante ressaltar que o aço estudado apresentou propriedades mecânicas que atendem à especificação do aço *Dual Phase* da classe de 780 MPa de limite de resistência, para as temperaturas de OA de 350 °C e 390 °C, dos ciclos completos de recozimento contínuo simulados, conforme podemos observar nas tabela V.4 e V.5, assegurando o caráter prático deste trabalho.

| Norma Aço | LE (MPa) | LR (MPa) | AL _T Mínimo (%) | n (4 a 6 %) | BH _⊩ (MPa) |
|--------------------------|-------------|-------------|----------------------------------|----------------|--------------------------|
| GMW3399 CR780T/500YDP | 500 - 650 | ≥ 780 | ≥ 15 | 0,100 | ≥ 30 |
| VW50060-1 HC450X | 600 - 800 | 780 - 1000 | ≥ 13 | ** | ≥ 30 |

| Condição de OA | LE (MPa) | LR (MPa) | AL _T (%) | n (5 %) | BH _⊩ (MPa) |
|-------------------|--------------|--------------|---------------------|---------------|--------------------------|
| 310 ⁰C | 654,0 ± 13,4 | 852,3 ± 9,2 | 20,3 ± 2,4 | 0,101 ± 0,002 | 91,7 ± 2,3 |
| 350 °C | 644,0 ± 4,7 | 843,7 ± 19,9 | 18,1 ± 0,9 | 0,134 ± 0,006 | 86,7 ± 3,5 |
| 390 °C | 621,7 ± 9,2 | 787,3 ± 7,1 | 20,8 ± 1,3 | 0,148 ± 0,009 | 87,3 ± 0,6 |

Tabela V.5. Resultados de propriedades mecânicas obtidas no aço CMnSi estudado na condição de ciclo completo de recozimento.

6. CONCLUSÕES

Os resultados apresentados neste estudo nos permitem realizar as seguintes conclusões:

O aço estudado apresentou estrutura semelhante em todas as condições estudadas, uma estrutura complexa, constituída por ferrita (F), bainita + carbonetos não dissolvidos (B + C), martensita (M), e, martensita/austenita retida (MA), sendo o segundo constituinte predominantemente bainítico.

Foi observado que a microestrutura se modificou durante a etapa de superenvelhecimento no recozimento contínuo devido à transformação isotérmica da austenita em uma estrutura mais complexa que não é puramente bainítica nem martensítica que ocorre próximo à temperatura Mi, e também devido à formação de partículas grosseiras de cementita, sendo dependente do tempo e da temperatura empregados. Essa modificação foi comprovada, para as três temperaturas de OA estudadas, através do aumento de comprimento dos corpos de prova verificado nos ensaios dilatométricos. Observou-se, ainda, que essa variação aumenta com a elevação da temperatura.

O comportamento mecânico em tração e a microdureza apresentaram variação com as variáveis empregadas no estudo. Foi observada uma queda nos valores de LE, LR e HV com o aumento do tempo e da temperatura de OA.

Para o alongamento uniforme e total, devido à elevada variabilidade dos resultados, não se pode afirmar que existiu uma tendência em relação a variável temperatura de OA nos ciclos completos de recozimento. Nos ciclos interrompidos, observou-se uma elevação do alongamento uniforme com o aumento de temperatura e do tempo nesta etapa. Para o alongamento total, esse comportamento se repetiu apenas para as temperaturas de 350 °C e 390 °C.

O índice BH apresentou uma queda nas temperaturas de OA de 350 °C e 390 °C em relação ao valor obtido a 310 °C. Quando comparado as temperaturas de 350 °C e 390 °C, não se pode afirmar que existiu uma tendência, em função da elevada dispersão apresentada.

A relação elástica, LE/LR, mostrou uma tendência de elevação com o aumento da temperatura de OA. Para a variável tempo, esse comportamento foi evidenciado apenas para a temperatura de 390 °C.

O expoente de encruamento se elevou com o aumento do tempo e da temperatura de superenvelhecimento, melhorando a capacidade da distribuição uniforme da deformação.

As temperaturas de OA de 350 °C e 390 °C atenderam aos requisitos de propriedades mecânicas para um aço DP da classe de 780 MPa de limite de resistência.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar o teste industrial utilizando as mesmas condições das variáveis estudadas, visando validar as alterações de microestrutura e de propriedades mecânicas obtidas nas simulações do presente estudo.
- 2. Avaliar a influência da temperatura de início de resfriamento rápido com as variáreis estudadas visando ganho de produtividade na linha do CAPL.
- 3. Ampliar as faixas de variação das variáveis estudadas, visando obter maiores variações microestruturais e de propriedades mecânicas.
- Aprimorar as técnicas de caracterização dos constituintes utilizando o MEV e o MO com uso de ataques seletivos.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, S.L., TAISS, E. J. M., ROSA, L. K. ULSAB-AVC: O aço no automóvel do futuro. Contribuição técnica ao 57º Congresso Anual da ABM; São Paulo – SP, de 22 a 25 de julho de 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. ASTM A370-11 Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, 2011.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM A653/A653M-11 Standard Specification for Steel Sheet, Zinc-Coated (Galvanized) or Zinc-Iron Alloy-Coated (Galvannealed) by the Hot-Dip Process, 2011.

BHADESHIA, H. K. D. H., HONEYCOMBE, R., *Steels, Microstructure and Properties*, University of Cambridge, 3^aEd., 2006.

COOMAN, B. C. De, TAO, X., BIROSCA, S., KIM, S., *Effect of Overaging on the Properties of Dual Phase Steel during Continuous Annealing.* Materials Science and Technology (MS&T) 2007, p.49-60.

DONG H. KIM, JOHN G. SPEER, HAN S. KIM, and BRUNO C. DE COOMAN, *Observation of an Isothermal Transformation during Quenching and Partitioning Processing*, Metallurgical and Materials Transactions A, volume 40a, september 2009, p.2048-2060.

FARAL, O. M., HOURMAN, T. Influence of Continuous Annealing on *Dual Phase* and TRIP Steels for Automotive Application. 41ST MWSP Conference Proceedings, Iron Steel Institute, Vol. XXXVII. 1999, p.253-263.

GMW3399, Worldwide Engineering Standards – Material Specification Metals: Multi Phase and Ultra High Strength Sheet Steel, GM, 2009

LLEWELLYN, D. T., HILLIS, D. J. *Dual Phase Steels*. Review. *Ironmaking and Steelmaking*. Vol. 23, nº6, 1996, p. 471-478.

LUCHT, O. A., MELO, T. M., PINHEIRO, A. S. Estudo do efeito de características microestruturais nas propriedades mecânicas de aços *Dual Phase*. Relatório final de estudo de P&D da Usiminas, PPVP2611, IGD, dezembro de 2001.

MELO, T. M. F. Desenvolvimento de técnicas de análise quantitativa de fases em aços multiconstituidos usando o sistema Axiovision da U-IDP. Relatório final de estudo de P&D da Usiminas, PALK6413, U-IGD, fevereiro de 2008.

MURARI, F. D. Influência do processamento na laminação a frio no coeficiente de anisotropia normal de chapas de aço AISI430 para estampagem. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2000. 80 p. (Dissertação de Mestrado do curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, 2000 p.80)

MURARI, F. D.; GONZALEZ, B. M. Cinética de envelhecimento de aços *Dual Phase* de baixa resistência mecânica laminados a frio. Tese de Doutorado do curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, 2009 P.1-70.

PEREIRA, J. F. B.; RESENDE, B. A.; RIBEIRO, C. F.Otimização do ciclo térmico de recozimento contínuo de aços *Dual Phase*. Relatório final de estudo de P&D da Usiminas, RPVR5732, U-IDR, abril de 2007.

PICHLER et al., A. et al., "Aspects of the production of *Dual Phase* and multiphase steel strips", 41ST MWSP Conference Proceedings, Iron Steel Institute, Vol. XXXVII. 1999, p. 37-60.

PICHLER, A.; TRAINT, S.; ARNOLDENER, G.; ERNER, E.; PIPPAN, R.; STIASZNY, P., "Phase Transformation During Annealing of Cold-Rolled *Dual Phase* Steel Sheet", 42ST MWSP Conference Proceedings, Iron Steel Institute, Vol. XXXVII. 2000, p. 573-593.

PRADHAN, R. *Metallurgical aspects of quenched and tempered Dual Phase steels produced via continuous annealing.* Bethlehem Steel Corporation, 1984, p. 297-317.

REED-HILL, R. E. Princípios de Metalurgia Física; 2ª Ed. Rio de janeiro; editora Guanabara Dois S/A, 1982.

SENUMA, T. *Physical Metallurgy of Modern High Strength Steel Sheets*. ISIJ International, V. 41 (2001), N^o 6, pp. 520-532.

SPEICH, G.R. *Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels*. IN: KOT, R. A., BRAMFITT, B. L. Fundamentals of *Dual Phase Steels*. Proceedings, AIME; ASM 1981 P.3-46.

SPEICH, G.R. *Dual Phase Steels*. IN: Metals Handbook 10. Ed. Metals Park: ASM, 1990. V.1: *Properties and selection: irons, steels and high-performance alloys* p. 424-429.

USIMINAS, Aços *Dual Phase* da Usiminas - Características e Potencial de Aplicação em Veículos Automotores, Segundo *workshop* sobre inovações para o desenvolvimento de aços de elevado valor agregado – Foco Indústria automotiva, ABM, 28/07/2008.

VW50060-1, Cold-Rolled Dual-Phase Steels – Material Requirements, Volkswagen AG, 2007.

WATERSCHOOT, T.; VERBEKEN, K.; DE COOMAN, B. C. Tempering Kinetics of the Martensitic Phase im DP Steel. ISIJ International, vol. 46, n.1, p. 138-146, 2006.