

CONSTRUÇÃO DE UM DIAGRAMA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASES EM RESFRIAMENTO CONTÍNUO ATRAVÉS DO USO DE UM MICROSCÓPIO CONFOCAL DE VARREDURA A LASER DE ALTA TEMPERATURA*

Marconi Rabelo de Paula¹
Luiz Cláudio Cândido²
Henrique Meckler Santos³
Vinícius Santos Melo⁴
Amanda de Paiva Silva⁵

Resumo

Os diagramas de transformação de fase em resfriamento contínuo, são essenciais para a determinação dos parâmetros de tratamento térmico de materiais metálicos, sendo esses responsáveis por prever a microestrutura, e com isso as propriedades mecânicas do material, garantindo que estes obtenham as propriedades necessárias para a aplicação ao qual o mesmo será submetido. Aços avançados de alta resistência (AHSS), como a classe de aço TRIP780, são essenciais para atender a demanda de segurança e eficiência energética nos veículos. Foram utilizadas nesse estudo placas do aço TRIP780, que foram fornecidas no tamanho de 300 x 300 x 1,5mm após serem laminadas a quente. Neste material foi realizado o procedimento experimental de construção do Diagrama de Transformação de Fases em Resfriamento Contínuo do aço em questão através do uso de um Microscópio Confocal de Varredura a Laser de Alta Temperatura, amostras de 5x5x1,5mm foram preparadas para serem ensaiadas; Os resultados mostraram que foi possível construir um diagrama CCT para o aço TRIP780 usando o experimentação HT-LSCM, embora devido a algumas limitações do procedimento, informações importantes não puderam ser confirmadas e foram complementadas através da revisão da literatura.

Palavras-chave: Aço Trip780; Microscópio Confocal De Varredura A Laser De Alta Temperatura; Diagrama De Transformações De Fases Em Resfriamento Contínuo.

CONSTRUCTION OF A CONTINUOUS COOLING TRANSFORMATION DIAGRAM FOR TRIP780 STEEL THROUGH THE USAGE HIGH-TEMPERATURE LASER-SCANNING CONFOCAL MICROSCOPY

Abstract

Continuous cooling phase transformation diagrams are essential for the determination of heat treatment parameters of metallic materials, which are responsible for predicting the microstructure, and thus the mechanical properties of the material, ensuring that they obtain the necessary properties for the application to which it will be required. Advanced high strength steels (AHSS), such as the TRIP780 steel grade, are essential to meet the safety and fuel efficiency demands of vehicles. Plates from the TRIP780 steel were used in this study, which were supplied in the size of 300 x 300 x 1.5mm after being hot rolled. In this material was carried out the experimental procedure of construction of the Phase Transformation Diagram in Continuous Cooling of the steel in question through the use of a Confocal High Temperature Laser Scanning Microscope, samples of 5x5x1,5mm were prepared to be tested; The results showed that it was possible to construct a CCT diagram for the TRIP780 steel using the HT-LSCM trial, although due to some procedural limitations, important information could not be confirmed and were complemented by literature review.

Keywords: Trip780 Steel; High-Temperature Laser-Scanning Confocal Microscope; Continuous Cooling Transformation Diagram..

- ¹ *Engenharia Metalúrgica/ Engenharia Mecânica, Mestrando em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.*
- ² *Engenharia Metalúrgica, Doutor, Professor Titular, Departamento de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal de Ouro Preto, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.*
- ³ *Engenharia Metalúrgica, Mestrando em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.*
- ⁴ *Engenharia metalúrgica, mestrando em engenharia mecanica ,Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.*
- ⁵ *Engenharia Metalúrgica, Mestrando em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

No cenário atual, onde a necessidade de redução de massa é uma das soluções para viabilizar uma maior eficiência energética dos veículos automotivos, a partir de uma diminuição significativa no peso, ao se utilizar aços avançados de alta resistência como os aços da família TRIP substituindo os aços baixo carbono na produção de tanques de combustíveis metálicos. A crescente pressão ambiental que sofrem atualmente as indústrias automobilísticas forçam as montadoras a cada dia mais buscar soluções eco-eficientes, principalmente com a relação de consumo de combustíveis e emissão de gases poluentes.

O aumento no custo dos combustíveis automobilísticos no Brasil, também estimula cada vez mais as montadoras a buscarem formas de fazer seus carros consumirem menos combustíveis, sendo energeticamente mais eficientes. Um tanque de combustível feito com aço TRIP780 pode sofrer uma redução na espessura de aproximadamente 33% se comparado com aços Dual Phase, que já são aços de alta qualidade, sem haver perda na resistência mecânica do tanque.

Durante os anos 70 do século passado, aços com altos teores de elemento de liga, possuíam uma microestrutura completamente austenítica quando solidificados. Mesmo possuindo propriedades interessantes, sua utilização foi inviabilizada devido seu alto custo de produção. Nos anos 80 os aços TRIP foram produzidos utilizando baixa liga e uma microestrutura composta de ferrita, bainita, austenita retida com elevado teor de carbono e uma pequena quantidade de martensita[1].

TRIP é uma sigla que significa transformação induzida por deformação (*transformation induced plasticity*), em aços da classe TRIP a austenita retida é transformada em martensita pela aplicação de deformação. Essa transformação deforma o grão, aumentando ainda mais a capacidade do aço absorver deformação plástica sem entrar em regime de instabilidade, aumentando assim sua ductilidade. Ao contrário da maioria dos materiais que com o aumento da resistência, há a diminuição da ductilidade, os aços TRIP possuem uma ductilidade considerável associada com uma alta resistência, portanto apresenta alta tenacidade [2]. Quando comparados com aços de Alta Resistência Mecânica e Baixa Liga (ARBL) convencionais, os aços TRIP absorvem mais energia em ensaios de impacto como o *crash test*, isso ocorre devido ao fato destes aços apresentarem uma alta taxa de encruamento[3].

Surgiram nos anos 90 os primeiros estudos sobre o uso do Microscópio Confocal de Varredura a Laser em Altas Temperaturas (High Temperature – Laser Scanning Confocal Microscope/ HT- LSCM) para investigações *in situ* de reações metalúrgicas no estado sólido e líquido. Podem ser observados através deste, transformações de fases, crescimento do grão de austenita, a transição austenita-ferrita durante o resfriamento contínuo, transformações peritéticas, nucleação de inclusão, crescimento e aglomeração ou dissolução de inclusões em escórias, etc[4].

No entanto, não foi incorporada uma metodologia sistemática e holística até o presente momento para o estudo de construção de diagramas de fases em resfriamento contínuo. O presente estudo traz um método inovador para a construção destes diagramas, principalmente quando se têm dificuldades para confeccionar corpos de provas para os métodos convencionais como a dilatométrica. Este estudo torna-se interessante conhecer as temperaturas de transformação das fases do aço TRIP, visto que para diversos usos são necessárias soldagens, e/ou tratamentos térmicos preparatórios como pré-aquecimento e pós aquecimento prevendo a microestrutura resultantes desses processos. Assim como são difíceis

aquisições de amostras capazes de serem confeccionadas em metodologias convencionais para investigações de transformação de fase para este aço.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais

As placas de aço TRIP780 foram fornecidas pela Empresa USIMINAS nas dimensões de 300mm x 300mm x 1,5mm e a composição química é mostrada na Tabela 1 e foram preparadas para os procedimentos que serão descritos a seguir.

Tabela 1 – Composição química do aço TRIP780 (% em massa).

Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
96,0	0,253	1,63	1,88	0,0238	0,0027	0,0178	0,0206

Ni	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V
0,0357	0,0203	0,0049	0,0093	0,0032	0,0017	0,0028

A partir dos resultados da análise química do aço em questão, foi calculado o carbono equivalente utilizando a equação do Instituto Internacional de Soldagem (IIW)[5]:

$$CE(IIW) = \frac{Mn}{6} + \frac{Ni+Cu}{15} + \frac{Cr+Mo+V}{5} (\%Massa) \quad (1)$$

O valor obtido para o carbono equivalente é igual à 0,57%, que por ser relativamente alto implica em uma baixa soldabilidade do material.

Através das imagens capturadas pelo microscópio ótico, o único microconstituente que pode ser indentificado no metal base é a ferrita, como pode ser visto na figura 1. De acordo com Bleck[2], este aço também apresenta os microconstituintes austenita retida e bainita, mas só pode ser verificado utilizando microscopia eletrônica aliada a outros tipos de reagentes que não foram utilizados nesse trabalho. O metal base possui uma microdureza média da ordem de 290HV que corresponde aos microconstituintes que o formam.

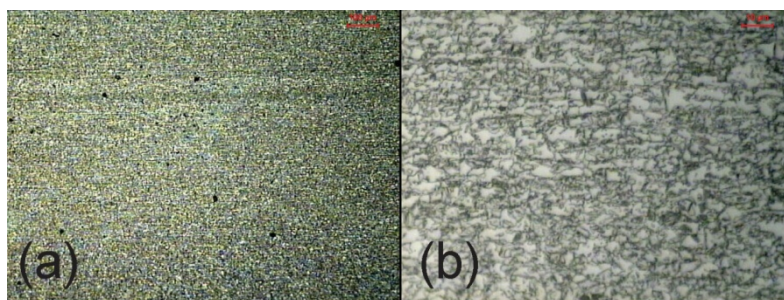


Figura 1 – Fotografia da microestrutura do metal base (aço TRIP780) adquirido através de camera digital acoplada à um microscópio ótico, (a) com magnificação de 100x e (b) com uma magnificação de 1000x, utilizando do reagente Nital 4%.

Assim como pode ser visto nas micrografias que o metal base possui uma microestrutura refinada e bandas de laminação.

3.2 Metodologia Experimental

A placa do aço TRIP 780 foi cortada em várias amostras com dimensões de 5mm x 5mm x 1,5mm. Depois de cortadas as amostras foram embutidas em material polimérico para serem melhores lixadas e polidas. O lixamento foi realizado usando lixas na seguinte ordem: 120#, 320#, 600#, 800# e finalmente 1200#, utilizando um lixador e politriz rotativo Saphir 350, para que o lixamento fosse realizado com pressão uniforme em toda amostra. O polimento foi realizado automaticamente em uma politriz e lixadeira de prato circular com uma cabeça giratória localizada sobre o prato para uma maior eficiência de polimento, primeiramente o foram utilizadas partículas de diamante de granulometria 9 μ m e depois com partículas de 3 μ m, ambos polimentos realizados durante oito minutos. Depois desse passo as amostras foram removidas do embutimento e limpas para serem usadas nos experimentos de observação das transformações de fases usando um Microscópio Confocal de Varredura a Laser de Alta Temperatura (HTLS-CM).

Com o propósito de observar as transformações de fases das amostras do aço TRIP780, uma amostra já lixada, polida e limpa é inserida no forno e aquecida em uma atmosfera de argônio (após diversos ciclos de evacuação e descargas de argônio de alta pureza).

O ciclo térmico básico para todos experimentos pode ser na Figura 2 e consiste em 3 etapas:

- 1ª taxa de aquecimento: Partindo da temperatura ambiente (25°C) até 150°C usando uma taxa de aquecimento de 40°C/min, e permanecendo por 60 segundos à 150°C. Isto funciona apenas com um relaxamento de tensão na lampada de halogênio e não influencia no experimento.
- 2ª taxa de aquecimento: De 150 até 1210°C usando uma taxa de aquecimento de 300°C/min, de 1210 até 1250°C com uma taxa de aquecimento de 80°C/min, permanecendo na temperatura final por 300 segundos. Esta temperatura impacta diretamente no estudo, foi escolhida para se obter um melhor contraste no efeito “thermal etching” e grãos maiores para uma melhor observação das transformações de fase.
- Taxa de resfriamento: a temperatura irá diminuir em 7 taxas de resfriamentos, com o objetivo de obter uma diferente proporção entre os micro-constituintes, objetivamente a obtenção de: perlita, ferrita, bainita, martensita e talvez austenita retida.

Durante todos os ciclos térmicos foram gravados filmes para uma melhor análise do ponto de transformação inicial da austenita em outras fases. Além disso eles foram analisados e os pontos de transformação foram plotados em um gráfico, onde o objetivo é a construção de um Diagrama de Transformação de Fase em Resfriamento Contínuo.

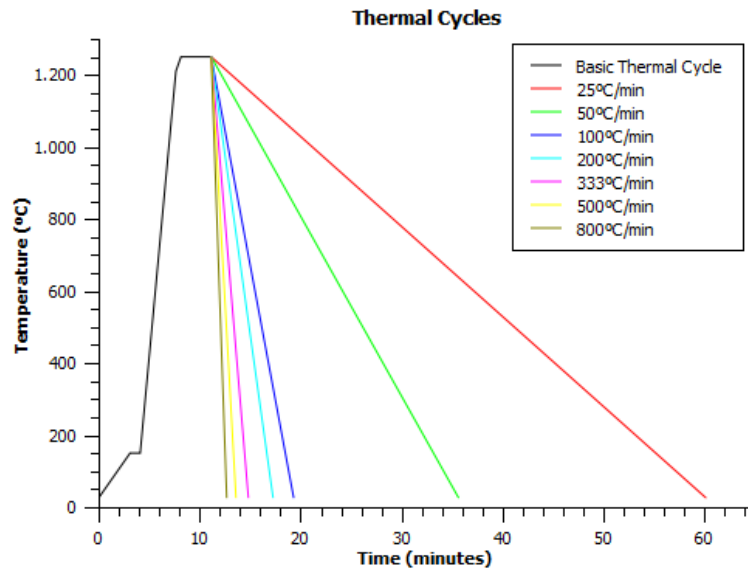


Figura 2 – Diagrama dos ciclos térmicos aplicados nos experimentos.

3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.3.1 Adquirindo os pontos iniciais de transformação de fase

Após os experimentos em todas as taxas de resfriamento selecionadas serem realizados, utilizando os vídeos gravados foram observados e registrados os pontos de transformação iniciais de cada fase presente na microestrutura. Estes pontos podem ser vistos na Tabela 2.

Tabela 2 – Pontos onde as transformações de fases começaram

Taxa de Resfriamento	Começa (segundos)	Ferrita		Pearlita		Bainita	
		Temp (°C)	Tempo (sec)	Temp (°C)	Tempo (sec)	Temp (°C)	Tempo (sec)
25	670	735	1906	715	1954	x	x
50	687	719	1303	680	1351	x	x
100	687	700	1016	630	1056	x	x
200	718	680	891	620	907	x	x
333	687	660	788	610	799	x	x
500	668	624	747	550	755	520	760
800	581	600	636	555	643	550	644

A figura 3 exemplifica a sequência de transformação de fases utilizando alguns frames do vídeo gravado na taxa de resfriamento de 100°C/min. Analisando estes vídeos os pontos anteriormente mostrados na tabela 5 foram selecionados.

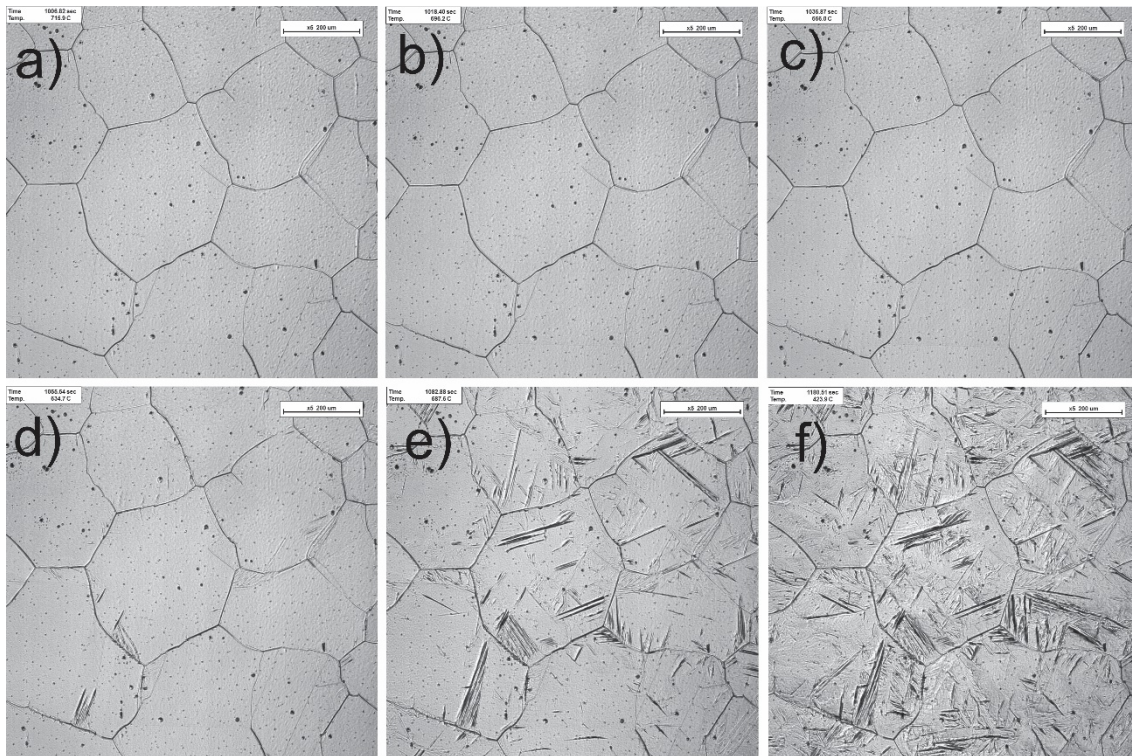


Figura 3 – Frames do vídeo gravado durante o resfriamento a 100°C/mim, onde: a) Estrutura completamente austenítica; b) Começo da transformação ferrítica; c) Transformação ferrítica contínua; d) Começo da transformação perlítica; e) Austenita se transformando em ferrita e perlita; f) Microestrutura final composta por perlita e ferrita.

3.3.2 Construção do diagrama CCT

Os instantes em que as transformações de fases começam foram então normalizados, a razão para isso é que o tempo que o resfriamento se inicia não foram os mesmos em todos experimentos. Com isso foi necessário considerar o início de cada resfriamento como 0, então as diferenças entre a tempo de transformação inicial e o começo do resfriamento foram calculados. A Tabela 3 foi construída com os tempos normalizados.

Tabela3 – Tempo normalizados dos inícios das transformações de fases

Taxa de Resfriamento	Começa (segundos)	Ferrita		Perlita		Bainita	
		Temp (°C)	Tempo (sec)	Temp (°C)	Tempo (sec)	Temp (°C)	Tempo (sec)
25	0	735	1236	715	1284	x	x
50	0	719	616	680	664	x	x
150	0	700	329	630	369	x	x
200	0	680	173	620	189	x	x
333	0	660	101	610	112	x	x
500	0	624	79	550	87	520	92
800	0	600	55	555	62	550	63

Usando o software QTIplot, os pontos encontrados nos experimentos foram plotados em um gráfico, assim como foram plotadas as curvas de perfil de temperatura utilizando as taxas de resfriamento de cada experiment. O gráfico produzido é mostrado na Figura 4.

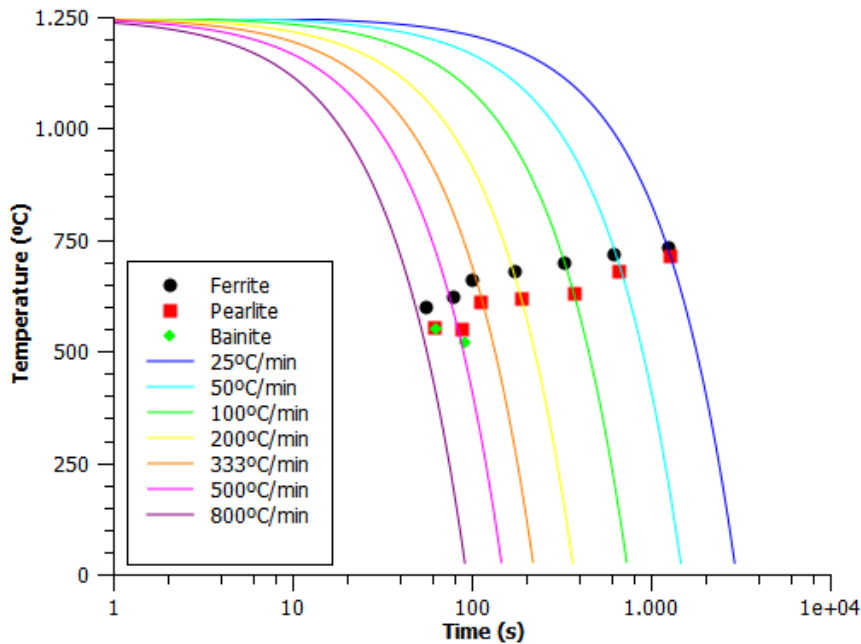


Figura4 – Gráfico com pontos iniciais de transformação de fases e os perfis de temperatura de cada taxa de resfriamento.

Através do gráfico mostrado na figura anterior, pode se notar que os perfis de temperatura das taxas de resfriamento de 800 e 500°C/min não coincidem com os pontos iniciais de transformação. Isso ocorre devido à uma limitação do HTLS-CM em seguir o perfil de temperatura programado quando o mesmo é muito elevado.

De acordo com Li et al.[6] a transformação martensita começa a ocorrer a 380°C em altas taxas de resfriamento em um aço TRIP com composição similar quando a temperatura de austenitização foi 1000°C. Kokosza & Pacyna[7] dizem que quanto maior for a temperatura de austenitização, maior será a temperatura inicial de transformação martensítica. Por este motivo a temperatura escolhida para construir o diagrama foi 400°C, pois taxas de resfriamento suficientemente altas para provocar a transformação martensítica não foram possíveis de serem realizadas no HTLS-CM.

O diagrama foi construído através do software CorelDraw X8, usando os pontos da ferrita, perlita e bainita para dar forma as curvas de transformações de fases iniciais de cada micro-constituintes. As linhas pontilhadas foram supostas baseadas em diagramas encontrados na literatura. A Figura 5 mostra o diagrama CCT do aço TRIP780 em estudo.

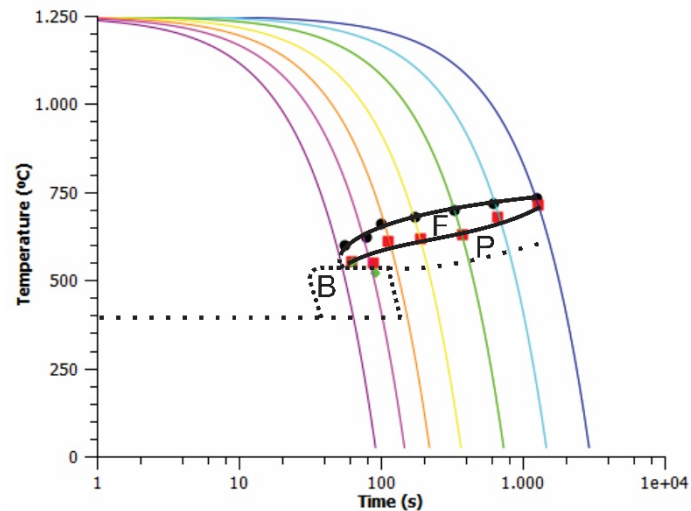


Figura 5 – Um dos passos de construção do diagrama CCT do aço TRIP780.

É muito difícil de definir as linhas Ac_1 e Ac_3 usando o HTLS-CM devido a transformação de outras fases em austenita não serem tão visíveis. No entanto Li et al[6] and Kokosza & Pacyna[7], concordam sobre as temperaturas Ac_1 e Ac_3 , sendo a temperatura Ac_1 aproximadamente 750°C e a temperatura Ac_3 850°C . Finalmente usando toda informação coletada, o diagrama CCT do aço TRIP780 foi construído e é mostrado na Figura 6.

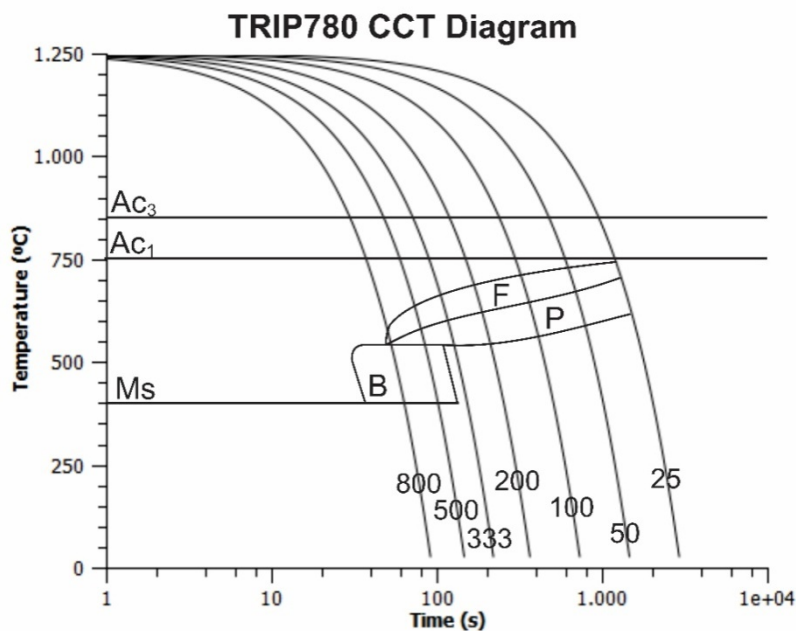


Figura6 – Diagrama CCT do aço TRIP780 construído através do uso de um HTLS-CM, onde os números escritos sobre as curvas indicam a taxa de resfriamento.

3.3.3 Microestrutura final das amostras dos experimentos no HTLS-CM

A microestrutura resultante de cada taxa de resfriamento diferem entre si e são mostradas na Figura 7, exceto a microestrutura final resultante do resfriamento de $100^\circ\text{C}/\text{min}$ que será discutida depois.

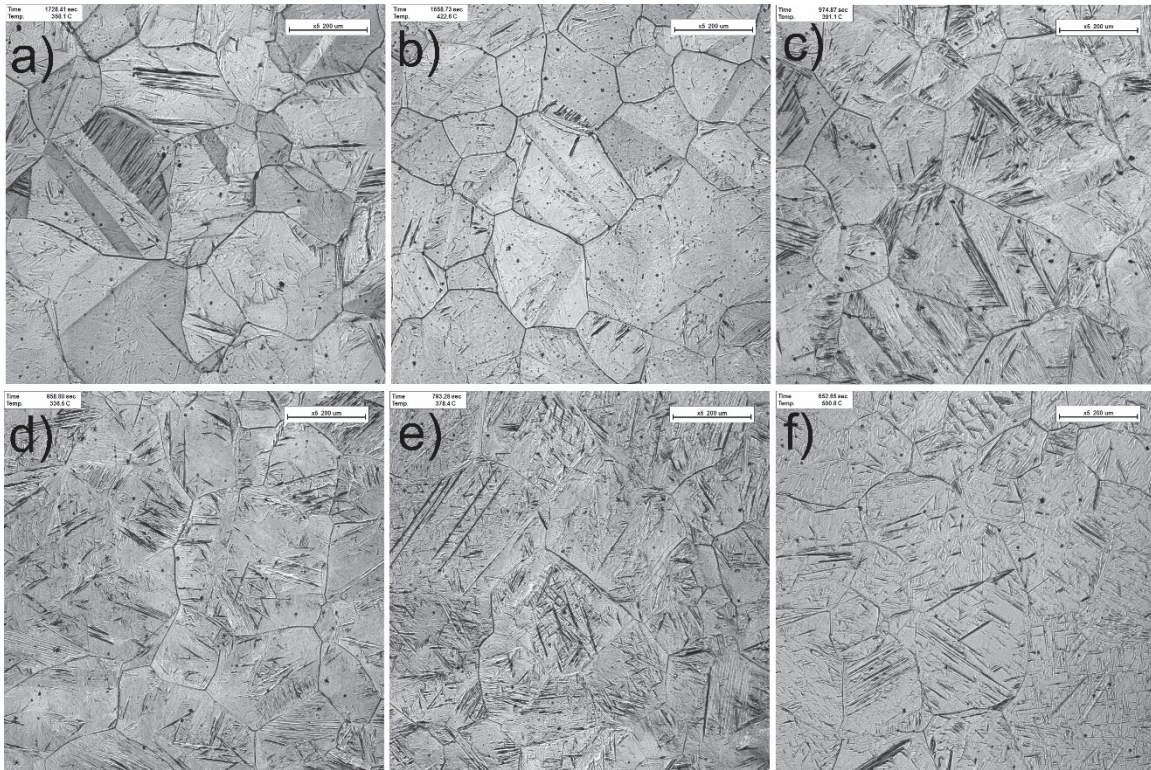


Figura 7 – Microestrutura final resultante das taxas de resfriamento de: a) 25°C/min; b) 50°C/min; c) 200°C/min; d) 333°C/min; e) 500°C/min; f) 800°C/min

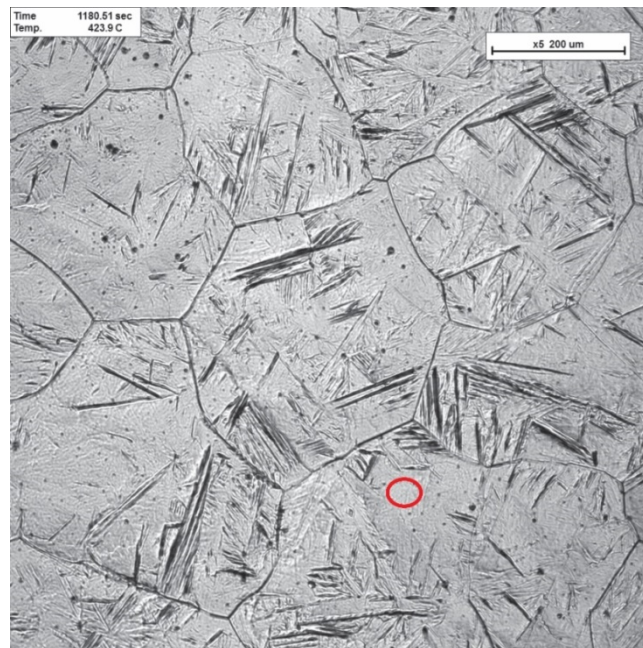


Figura 8 – Microestrutura final da amostra resultante da taxa de resfriamento de 100°C/min, onde a pequena área de austenita retida está destacada.

As microestruturas resultantes das taxas de resfriamento de 25, 50, 200 e 333°C/min apresentam apenas ferrita e perlita. Os resfriamentos de 500 e 800°C/min apresentam ferrita, perlita e bainita. A amostra onde a taxa de resfriamento foi de 100°C/min, além de ferrita e perlita, foi encontrada uma pequena área onde não ocorreu transformação, mostrando sinais de que austenita retida pode ser encontrada em outras partes não mostradas nos vídeos (devido ao vídeo não varrer toda a superfície das amostras) em todos os outros resfriamentos. A microestrutura

final da amostra com taxa de resfriamento de 100°C/min é mostrada na Figura 8 onde é destacada a pequena área de austenita retida.

4 CONCLUSÃO

A construção do diagrama foi realizada com sucesso, no entanto devido à algumas limitações do Microscópio Confocal com Varredura a Laser em Altas Temperaturas (HTLS-CM) usando argônio como gás fluxante, o que evitou que fosse encontrada precisamente as temperaturas Ac1 e Ac3 e a temperatura inicial de transformação martensítica, que foram completadas através de revisão da literatura.

A microestrutura final da amostra que foi resfriada utilizando a taxa de resfriamento de 100°C/min nos mostra uma pequena área onde não ocorreu transformações, mostrando sinais que em qualquer outra taxa de resfriamento poderia ser encontrada fases de austenita retida, mas como o vídeo foi gravado em uma parte específica da amostra, esta fase foi encontrada em apenas uma taxa de resfriamento.

Apesar de ser sido sucedida a construção do diagrama, existe a necessidade de testar através de outros métodos de construção se o método utilizando o Microscópio Confocal de Varredura a Laser em Altas Temperaturas (HTLS-CM) pode ser usado para criar diagramas de transformação de fases em resfriamento contínuo.

Agradecimentos

Agradecemos a CNPq (processo 133318/2016-8. 2016/2017) e CAPES (processos 1608444 e 1623719 – 2016/2017) pelas bolsas de fomento a pesquisa. A MontänUniversität Leoben pela disposição de seus laboratórios. A UFOP pelo ensino gratuito e de qualidade. A Usiminas pelo fornecimento do material de estudos e a Thyssen Krupp Steel Europe AG pelo investimento no projeto.

REFERÊNCIAS

- 1 CHATTERJEE, S. Transformations in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties. Cambridge : Darwin College, University of Cambridge, 2006.
- 2 BLECK, W. Using the TRIP Effect - The Dawn of a Promising New Group of Cold Formable Sheets. 2002.
- 3 KANTOVISCKI, A. R. Caracterização mecânica e microestrutural de aços de alta resistência e baixa liga TRIP 800. 2005. Tese de Doutorado. Dissertação de mestrado. Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Materiais–UTFPR, Curitiba/PR.
- 4 FUCHS, Nora; KRAJEWSKI, Pawel; BERNHARD, Christian. In-situ Observation of Austenite Grain Growth in Plain Carbon Steels by Means of High-temperature Laser Scanning Confocal Microscopy. BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte, v. 160, n. 5, p. 214-220, 2015.
- 5 MARQUES, Paulo Villani; MODENESI, Paulo José; BRACARENSE, Alexandre Queiroz. Soldagem: fundamentos e tecnologia. Ed. da UFMG, 2005.
- 6 LI, Zhuang et al. Continuous cooling transformation behaviour of C-Si-Mn TRIP steel. Journal of Iron and Steel Research International, v. 14, n. 5, p. 277-281, 2007.
- 7 KOKOSZA, A.; PACYNA, J. Influence of austenitising temperature on kinetics of phase transformations in medium carbon TRIP steel. Materials Science and Technology, v. 31, n. 7, p. 803-807, 2015.