

# INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO INTERCRÍTICO NA FORMAÇÃO DA AUSTENITA PARA PRODUÇÃO DE AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP\*

Gabriel Onofre do Nascimento¹ Thaissa Sampaio Nunes² Laís Couto dos Santos³ Flávia Tereza dos Santos Fernandes Tolomelli⁴ Luciano Pessanha Moreira⁵ Andersan dos Santos Paula<sup>6</sup>

#### Resumo

Neste trabalho, um aço baixo carbono e baixa liga fornecido na condição de laminado a frio foi exposto a diferentes temperaturas de encharque no campo intercrítico, durante o processo de recozimento em forno Mufla, simulando o recozimento contínuo, e submetido a subsequente resfriamento em salmoura a fim de observar a recristalização da ferrita e a temperabilidade da austenita formada no encharque em função de sua fração. A evolução microestrutural foi avaliada com auxílio de técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura. Verificou-se que o constituinte martensita-austenita (MA) teve sua fração incrementada até a temperatura de encharque de 800 °C, e acima desta temperatura de encharque a temperabilidade da austenita decresceu sensivelmente em função do decréscimo em elementos de liga na sua solução sólida e do incremento da sua fração formada e majoritária formação de bainita no resfriamento subsequente em salmoura.

**Palavras-chave**: Aço assistido pelo efeito TRIP; Aço baixa liga; Recozimento Intercrítico; Recristalização da Ferrita; Formação de Austenita.

## INTERCRITICAL ANNEALING TEMPERATURE INFLUENCE ON AUSTENITE FORMATION FOR TRIP-ASSISTED STEEL PRODUCTION

## Abstract

In this work, a low carbon and low-alloy steel supplied in the cold-rolled condition was exposed to different soaking temperatures in the intercritical field, during the annealing process in Muffle furnace, simulating the continuous annealing, and subjected to subsequent cooling in brine in order to observe the ferrite recrystallization and the temperability of the austenite formed on soaking as a function of its fraction. The microstructural evolution was evaluated with support of optical microscopy and scanning electron microscopy results. It was observed that the martensite-austenite (MA) constituent had its fraction increased up to 800 ° C, and above this soaking temperature, the austenite hardenability decreased considerably as a function of the decrease in alloying elements in its solid solution and the increase of its fraction formed and the majority bainite formation in the subsequent cooling in brine.

**Keywords:** TRIP-assisted Steel; Low-alloy steel; Intercritical Annealing; Ferrite Recrystallization; Austenite Formation.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Eng. Metalurgista, mestrando do Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM), Seção de Engenheira de Materiais (SE-8), Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Tecnóloga em Construção Naval, mestranda do PPGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Eng. Metalurgista e de Materiais, mestranda do PPGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

#### 74° Congresso Anual



- <sup>4</sup> Eng. Metalurgista, M.Sc., Especialista em Desenvolvimento de Produtos da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), Volta Redonda, RJ, Brasil. Doutoranda do PPGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>5</sup> Eng. Mecânico, M.Sc., D.Sc., Professor Associado do Departamento de Engenharia Mecânica e do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM), Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR), Universidade Federal Fluminense (UFF), Volta Redonda, RJ, Brasil.
- <sup>6</sup> Eng. Metalurgista, M.Sc., D.Sc., Professora Associada do curso de Engenharia de Materiais e do PPGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



## 1 INTRODUÇÃO

Durante séculos, os aços têm sido amplamente utilizados como materiais estruturais devido aos custos de produção relativamente baixos e seu contínuo desenvolvimento tecnológico que busca em alguns ramos de aplicação incremento conjunto de resistência mecânica, ductilidade e conformabilidade [1]. Os aços TRIP (*Plasticidade Induzida por Transformação*) começaram a se desenvolver principalmente a partir da década de 80. Designa-se efeito TRIP a ocorrência de transformação induzida por deformação em aços. Sua aplicação é direcionada primordialmente para a indústria automotiva a qual vem exigindo a utilização de aços com maior conteúdo tecnológico. Esses aços são utilizados com o objetivo de aumentar a eficiência através da redução de peso do veículo, sem perda da segurança [2].

Nesses materiais, a austenita se transforma em martensita devido a uma solicitação mecânica externa. Os aços TRIP com baixos teores de elementos de liga, quando submetidos a rotas de processamento termomecânico adequado, possuem uma microestrutura com austenita retida com porcentuais de 5 a 15%, ferrita, bainita e martensita, sendo chamados de aços assistidos pelo efeito TRIP. O estado inicial da austenita institui o desenvolvimento da microestrutura final e, consequentemente, as propriedades mecânicas do aço. Sendo assim o comportamento dos aços depende de condições entre as quais estão incluídas a distribuição das fases, a homogeneidade e o tamanho de grão da austenita [2].

Estes aços podem ter sua microestrutura condicionada sob resfriamento controlado após a etapa de acabamento na laminação a quente, ou então quando submetidos ao recozimento intercrítico após laminação a frio. No caso da rota de processamento após laminação a frio, considera-se, que o teor de carbono da austenita formada depende da temperatura de encharque em que ocorreu o recozimento intercrítico. Portanto quanto maior a temperatura de encharque no recozimento, menor o teor de carbono e de outros elementos de liga em solução sólida, e maior a quantidade de austenita, implicando também em menor temperabilidade da austenita, favorecendo a formação de estruturas difusionais. Entretanto, teores maiores de carbono podem levar a formação incompleta da martensita, obtendo frações significativas de austenita retida [3]. Salientando que há uma temperatura de encharque ótima onde se tem a melhor combinação de temperabilidade e quantidade de austenita formada para as condições de resfriamento que resultaram nas transformações almejadas subsequentes.

Em acos laminados a frio a recristalização da ferrita ocorre no recozimento em função da taxa de aquecimento e temperatura/tempo de encharque adotado no ciclo térmico. No caso de recozimento em caixa a taxa de aquecimento adotada é mais baixa, com isto o processo de recristalização da ferrita inicia-se nos estágios finais do aquecimento e se concluiu ao longo do patamar de enchargue, que se dá em intervalos de temperatura mais baixos. Já no caso do recozimento contínuo, em grande parte utilizado para a produção de aços assistidos pelo efeito TRIP, a taxa de aquecimento adotada é muito mais elevada, o que inibe a ocorrência da recristalização da ferrita no estágio de aquecimento, fazendo com que ocorra no patamar de encharque, que se dá em intervalos de temperatura mais altos. No entanto, a temperatura de encharque adotada no recozimento contínuo deve ser restringir a região intercrítica e como citado anteriormente em função das condições ótimas para recristalização da ferrita e composição/fração de austenita formada. no estágio de resfriamento, no recozimento, a ocorrência Ademais, de



transformações difusionais (formação de ferrita epitaxial e perlita) e mistas (bainita superior e/ou inferior) irão contribuir para o incremento do teor de carbono e outros elementos de liga na austenita remanescente, desta maneira, após o resfriamento até a temperatura ambiente parte da austenita transforma-se em martensita e o restante mantém-se retida, podendo vir a se transformar posteriormente em martensita quando uma solicitação mecânica externa é aplicada [4].

Conclui-se que a correta escolha da composição química do aço e processamento termomecânico são de extrema importância para a microestrutura desejada ao final do ciclo térmico do recozimento contínuo adotado no campo intercrítico [5].

Dessa forma, o objetivo do presente estudo é analisar a microestrutura do aço laminado a frio em estudo a fim de investigar as modificações microestruturais na ferrita pré-existente e na austenita formada na temperatura de encharque do recozimento intercrítico em função da avaliação prévia de suas temperaturas Ac<sub>1</sub> e Ac<sub>3</sub> (início e fim do intervalo intercrítico).

## 2 DESENVOLVIMENTO

#### 2.1 Material

O material usado neste trabalho é um aço baixo carbono e baixa liga produzido pela Companhia Siderúrgica Nacional – CSN, com adição de manganês, baixo silício e outros elementos residuais. Por questões de sigilo industrial relacionadas às concentrações reais dos elementos, as porcentagens em peso são apresentadas em faixas na Tabela 1. As amostras do aço em estudo foram fornecidas na condição de esboço (amostra extraída entre as etapas de laminação a quente de desbaste e de acabamento) e laminado a frio Full Hard (BFFH) com 1,45 mm de espessura.

С	Mn	Si	AI	Cr
>0,13	>1,5	0,2	0,03	<0,5

Tabela 1. Composição química (% em massa) em faixa do aço em estudo

## 2.2 Métodos

#### 2.2.1 Dilatometria e Recozimento Intercrítico

Foram realizadas análises dilatométricas para estimar as temperaturas que definem o intervalor intercrítico do aço (Ac1 e Ac3) em função da sua composição química (amostra do aço na condição de esboço) e somada a ocorrência de fenômenos de recuperação e/ou recristalização durante o aquecimento do aço na condição de laminado a frio (amostra BFFH). A determinação das temperaturas Ac1 e Ac3, no aquecimento com taxa controlada (1 °C/s) na condição de esboço, foram realizadas em um simulador termomecânico (Gleeble® 3500). As análises dilatométricas da condição laminada a frio foram conduzidas com auxílio de um equipamento de análise termomecânica (TMA-60 Shimadzu), aplicando taxa de aquecimento, próxima ao ensaio na Gleeble®, de valor igual a 1 °C/s (60 °C/min). Ambos os equipamentos (Gleeble® 3500 e TMA-60) estão instalados nos laboratórios da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR) da Universidade Federal Fluminense (UFF).



Então, foram escolhidas temperaturas de encharque dentro do intervalo do campo intercrítico para avaliação da influência desse parâmetro na evolução microestrutural no encharque em função dos produtos de transformações quando do resfriamento subsequente em salmoura. As amostras foram tratadas termicamente em um forno tipo mufla da marca Brasimet, instalados no laboratório de Tratamentos Térmicos da EEIMVR/UFF, com permanência no encharque de 90 segundos. Em cada condição adotada para o tratamento térmico de recozimento no campo intercrítico em escala laboratorial no forno mufla foi acoplado um termopar à amostra para garantir o controle das condições de aquecimento. Concluído o tempo de encharque as amostras foram resfriadas em salmoura, com objetivo de congelar a microestrutura, por meio da supressão a formação de fases difusionais/mistas oriundas da austenita formada no encharque e observar a evolução estrutural na recristalização e/ou consumo da ferrita pré-existente no material laminada a frio.

## 2.2.2 Preparação de Amostras

As amostras BFFH foram cortadas com dimensões de 25 mm x 20 mm x 1,45 mm (DL x DT x DN) em uma máquina de corte de precisão com disco diamantado para o recozimento no forno mufla e para o TMA com dimensões de 5 mm x 4 mm x 1,45 mm. As amostras da Gleeble foram usinadas em cilindros com 5 mm de diâmetro. Posteriormente, as amostras, provenientes dos tratamentos térmicos, novamente seccionadas para avaliar a microestrutura a ¼ da espessura na seção transversal associada a direção de laminação. Estas foram embutidas em resina acrílica de cura a frio e passaram por preparação metalográfica consistindo em: lixamento mecânico utilizando lixas de carbeto de silício de granulometrias de 220, 400, 600, 800, 1200, 1500, 2000 mesh e polimento em pasta de diamante de 6, 3, 1 µm. Para contrastar a microestrutura, foi utilizado ataque com Nital 3%.

## 2.2.3 Caracterização Microestrutural

As amostras, provenientes dos tratamentos térmicos, foram observadas em um Microscópio Óptico (MO), Olympus BX53 para a quantificação de fases a partir da análise de 10 campos distintos da microestruturas, ao longo de ¼ da espessura, no aumento de 500x, e em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) FEI, modelo QUANTA 250 FEG, com canhão de emissão de campo (FEG), tensão de aceleração 15 kV - detector de elétrons secundários e detector de elétrons retroespalhados, distância de trabalho aproximadamente 10 mm e 5 de spot size, para a avaliação da morfologia das fases presentes em maiores aumentos.

# 2.2.4 Avaliação de Segunda Fase

Através das micrografias obtidas com auxílio do microscópio óptico foi realizada a quantificação da fração de constituinte MA (martensita e austenita retida), que ficou em evidência após ataque químico. A fração de MA pode ser quantificada pelo escurecimento resultante do ataque de Nital. É importante reforçar que as regiões escurecidas pelo reagente podem ser relacionadas a regiões enriquecidas pelo carbono associadas a segunda fase (carbonetos, perlita, bainita e constituinte MA). Com isto, as amostras destinadas a quantificação do constituinte MA foram préselecionadas com base nas análises no MEV, em função das temperaturas dos tratamentos térmicos em que toda a austenita formada no encharque transformou-se

# 74° Congresso Anual



somente em constituinte MA (martensita-austenita) para a quantificação deste. As quantificações foram realizadas através do software de imagem *ImageJ*, onde foram analisadas dez micrografias para cada temperatura de encharque selecionada, gerando assim dados estatísticos mais confiáveis. As imagens foram convertidas para escala de cinza e realizada a limiarização, mostrada na Figura 1, onde a imagem é alterada para escala de preto e branco, sendo o preto a representação de segunda fase, neste caso o constituinte MA.



Figura 1. Exemplo de limiarização realizada pelo software ImageJ amostra recozida a 780 °C por 90 segundos.

# **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

## 3.1 Dilatometria

A dilatometria foi realizada de duas formas distintas, como citado anteriormente: com o material na forma de esboço para avaliar as temperaturas de Ac<sub>1</sub> e Ac<sub>3</sub> influenciadas pela composição e com o material na condição de laminado a frio para avaliar o possível efeito da recuperação e/ou recristalização nestas temperaturas.

Na Figura 2, estima-se que a temperatura que marca o início do ponto intercrítico (Ac1) do material na forma de esboço apresentou-se próxima a 730 °C e a temperatura final (Ac3) em 905 °C. Na Figura 3, observa-se que a amostra do aço laminado a frio apresenta evidências da ocorrência dos fenômenos de recuperação e recristalização no aquecimento em função da taxa de aquecimento adotada. A primeira etapa ocorreu até temperaturas em torno de 300 °C e a recristalização entre aproximadamente 300 °C e 760 °C. Portanto, em determinadas temperaturas, os dois processos ocorrem concomitantemente. Ao comparar os dois gráficos, pode ser observado que houve uma variação leve entre as temperaturas Ac3 do material na forma de esboço (laminado a quente) e encruado (laminado a frio); visto que Ac3 observado na análise no TMA foi 915 °C. Entretanto, a temperatura Ac1 no material após a laminação a frio não pode ser definida em função da competição entre a expansão que ocorre na recristalização e a contração que ocorre na decomposição eutetóide.

# 74° Congresso Anual



Dessa forma, foi selecionada a temperatura  $Ac_1$  com base nos resultados da Gleeble® e  $Ac_3$  com base nos resultados da TMA tendo em vista que o processo de restauração da estrutura encruada promoveu um atraso na temperatura  $Ac_3$ . Assim, foram escolhidas as temperaturas de 760, 780, 800, 820 e 840 °C entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  para o encharque no campo intercrítico.



Figura 2. Análise dilatométrica durante o aquecimento até 1000 °C, conduzida: a) na Gleeble® com detalhe do campo intercrítico em b).



Figura 3. Análise dilatométrica durante o aquecimento até 1000 °C, conduzido no TMA a) 1 indicativo do início da recuperação e término em 2, com detalhe do campo intercrítico em b).

## 3.2 Análise Qualitativa no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Nas Figuras de 4 a 7 são apresentados os aspectos microestruturais resultantes dos tratamentos térmicos no campo intercrítico nas temperaturas de 760, 780, 800, 820 e 840 °C com 90 segundos de permanência, seguido de resfriamento em salmoura. Na Figura 4, análise da amostra exposta a temperatura de 760 °C, foi observada a presença de constituinte MA e ferrita. Com relação a ferrita nessa estrutura, destacase a evidência de ferrita encruada, caracterizada nas micrografias por regiões rugosas de baixo relevo, e ferrita recristalizada. Por outro, pela retenção de



encruamento na ferrita e ausência de produtos difusionais (perlita) ou mistos, podese inferir que toda a austenita formada no encharque deu lugar ao constituinte MA.



**Figura 4.** Aspecto microestrutural da amostra na condição de recozimento intercrítico a 760 °C, DL. (a) 5000x; (b) 12000x, FR – ferrita recristalizada, FE – ferrita encruada, MA – martensita-austenita.

Na Figura 5 pode-se observar o aspecto microestrutural da amostra resultante do tratamento na temperatura de encharque de 780 °C. As micrografias apontam para uma concentração mais massiva de segunda fase e avanço na recristalização parcial da ferrita, comparada a temperatura anterior, visto que é notória a evidência de grãos alongados associados a ferrita encruada. Ademais, é possível observar a presença de carbonetos no interior de grãos da ferrita, seja ela recristalizada ou encruada.



**Figura 5.** Aspecto microestrutural da amostra na condição de recozimento intercrítico de 780 °C, DL. (a) 5000x; (b) 12000x FR – ferrita recristalizada, FE – Ferrita encruada, MA – martensita-austenita, C – Carbonetos.

Na Figura 6, observa-se o aspecto morfológico da amostra resultante do recozimento intercrítico com encharque a 800 °C. Na Figura 6b destaca-se a morfologia do constituinte MA, o qual apresenta agora a ripas visíveis quando

\* Contribuição técnica ao 74º Congresso Anual da ABM – Internacional, parte integrante da ABM Week 2019, realizada de 01 a 03 de outubro de 2019, São Paulo, SP, Brasil.



comparamos com as amostras recozidas em temperaturas de encharque inferiores (760 e 780 °C) e somente vestígios da ferrita encruada.



**Figura 6.** Aspecto microestrutural da amostra na condição de recozimento intercrítico de 800 °C. (a) 5000x, DL; (b) 12000x, DL, onde FR – ferrita recristalizada, FE – Ferrita Encruada; MA – Martensita-Austenita, C – Carbonetos

Nas amostras que foram submetidas aos recozimentos nas temperaturas de encharque igual a 820 e 840 °C, observou-se que a microestrutura consiste de ferrita acicular. Percebe-se ainda a presença de constituinte MA em pouca quantidade e bainita no aço. As microestruturas para as temperaturas mais próximas de Ac3 (estimado em condição de aquecimento contínuo e controlado) são exemplificadas nas Figuras 7a e 7b. No entanto, sabe-se que as temperaturas Ac<sub>1</sub> e Ac<sub>3</sub> foram estimadas sob condição de aquecimento contínuo e com taxa controlada, mas que as transformações difusionais também se dão e completam-se de forma isotérmica. Com isto, apesar de 820 e 840 °C serem muito menores que o Ac<sub>3</sub> estimado a 915 °C no material laminado a frio aquecido continuamente, a permanência de 90 segundos nestas temperaturas provavelmente promoveu o progresso no consumo da ferrita para formação da austenita durante o encharque. O que acarretou o decréscimo do teor de carbono e demais elementos de liga na austenita formada e por consequência redução significativa na sua temperabilidade. Assim, estas microestruturas retratam resultados associados à baixa temperabilidade da austenita e empobrecimento dessa fase em elementos de liga, gerado como consequência da austenitização praticamente completa ocorrida à mais altas temperaturas.



**Figura 7.** Aspecto microestrutural da amostra na condição de recozimento intercrítico de (a) 820 ° C - 5000x, DL; (b) 840 °C - 5000x, DL, FR – Ferrita Recristalizada, MA – Martensita-Austenita, B - Bainita

O comportamento do aço estudado, provavelmente, pode ser descrito por uma curva Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) na qual a formação da fase bainita ocorre em tempo bastante próximos a zero, quando se emprega temperatura de encharque igual ou superior a 820 °C. Dessa forma, apesar da realização de um processo de resfriamento acelerado, em tempos curtos, os processos difusionais não foram suprimidos, formando uma quantidade significativa de bainita. No entanto, a reduzida fração de austenita remanescente, não transformada em bainita, no progresso do resfriamento transforma-se em martensita, somando a microestrutura final o constituinte MA.

# 3.3 Quantificação da fração de austenita formada no encharque

Com base nos resultados apresentados anteriormente pelas análises conduzidas no MEV, pode-se inferir a máxima temperabilidade da austenita deu-se a uma temperatura de encharque próxima a 800 °C pela evidência da única segunda fase formada no resfriamento em salmoura associada ao constituinte MA.

Com isto a quantificação da austenita formada no encharque, com base no constituinte MA formado no resfriamento subsequente, só pode ser realizada nas temperaturas de encharque 760, 780 e 800 °C.

Como é observado na Tabela 2 e Figura 8, houve um aumento da segunda fase, unicamente associada ao constituinte MA, nas regiões de 760 °C até 800 °C, desta forma, concluiu-se que ocorreu um aumento de temperabilidade nessa faixa de temperaturas com o incremento da fração de austenita formada no encharque.

**Tabela 2.** Percentual (%) de segunda fase, unicamente associada ao constituinte MA, estimado através *ImageJ* em função da temperatura de encharque

	760 °C	780 °C	3° 008
Média	54,40	70,06	80,95
Desvio Padrão	2,05	1,89	1,51



Figura 8. Quantificação de segunda fase, unicamente associada ao constituinte MA, estimado através *ImageJ* em função da temperatura de encharque.

# 4 CONCLUSÃO

A recristalização da ferrita deu-se durante o encharque, indicando o efeito da taxa de aquecimento imposta no forno mufla para supressão desta recristalização no estágio do aquecimento. Enquanto pode-se considerar que a recristalização da ferrita está quase que completa a temperatura de encharque de 800 °C após a permanência de 90 segundos.

Infere-se que nas temperaturas de encharque acima de 820 °C (inclusive), próximas a Ac<sub>3</sub>, ocorreu empobrecimento de elemento de liga na austenita pela praticamente completa austenitização em condição isotérmica de transformação no encharque e subsequente resfriamento que resultou na massiva formação de bainita em tais condições.

Nas temperaturas de encharque inferiores a 800 °C (inclusive), próximas a Ac<sub>1</sub>, foi observada a formação de constituinte MA em quantidades crescentes em função do incremento da temperatura de encharque.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) pelo fornecimento de materiais. L.C.S., T.S.N. e G.O.N agradecem as bolsas de mestrado oriundas do CNPq e da CAPES no âmbito do mestrado no PPGCM/IME. Os autores agradecem ao IME e a EEIMVR/UFF pela infraestrutura disponibilizada para realização do trabalho.

# REFERÊNCIAS

1 Jo M., Lee H.,Zargaran A., Ryu J., Sohn S., Kim N. *et al.* Exceptional Combination of ultra-high strength and excellent ductility by inevitably generated Mn-segregation in austenitic steel. Materials Science and Engeneering. 2018; vol. 727: p. 69-76.



- 2 Baeta Junior ES, Caracterização de aço TRIP com alto teor de Alumínio. [Dissertação de Mestrado]. Instituto Militar de Engenharia. 2016.
- 3 Mould PR, Skena CC. Structure and Properties of Cold-Rolled Ferrite-Martensite (Dual Phase) Steeel Sheets, In: Formable HSLA and Dual-Phase Steels, AIME, New York, NY, 1979: p. 183-205.
- 4 Matsumura, O., Sakuma, Y. and Takechi, H.; Retained austenite in 0.4C-Si1.2Mn steel sheet intercritically heated and austempered. ISIJ International, 1992, v. 32, nº 9, p. 1014-1020.
- 5 Kodama PK. Determinação da Região Intercrítica para Produção da Microestrutura Final de Aço Bifásico, [Trabalho Conclusão de Curso] Centro Universitário da FEI, 2008