# INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ENCHARQUE NO FORNO DE REAQUECIMENTO DE PLACAS NA ESTRUTURA E PROPRIEDADE MECÂNICA DE UM AÇO BIFÁSICO DA CLASSE 800 MPa GI<sup>1</sup>

James Albert dos Santos Soares Mohallem<sup>2</sup>
João Batista Ribeiro Martins<sup>3</sup>
Vítor Bogaci Ney<sup>4</sup>
Charles de Abreu Martins<sup>5</sup>
Marcelo Lucas Pereira Machado<sup>6</sup>

#### Resumo

O presente trabalho avaliou a influência do aumento do tempo de residência no forno de reaquecimento de placas no laminador de tiras a quente na microestrutura e propriedade mecânica de um aço bifásico da classe 800 MPa microligado ao Ti após galvanizado por imersão. Os resultados indicaram a ocorrência de coalescimento dos precipitados de nitreto de titânio (TiN) através da sua dissolução parcial dentro do forno de reaquecimento e posterior precipitação durante o processo de laminação a quente. Este fenômeno resultou no aumento do tamanho dos precipitados de TiN, atingindo valores maiores do que 50nm e consequentemente reduzindo a tensão limite de resistência do aço. Os resultados também mostraram que este coalescimento não alterou significativamente o tamanho de grão austenítico bem com a fração volumétrica das fases tanto após laminação a quente como após galvanização.

**Palavras-chave:** Aço bifásico; Endurecimento por precipitação; Forno de reaquecimento de placas.

# INFLUENCE OF THE SOAKING TIME OF SLAB REHEATING FURNACE IN STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTY OF DUAL PHASE STEEL GRADE 800 MPa GI

#### **Abstract**

This study evaluated the influence of increased soaking time in the slab reheating furnace in hot strip mill on the microstructure and mechanical property of a hot dip galvanized dual phase steel grade 800 MPa microalloyed with Ti. Results indicated the occurrence of coarsening of precipitates of titanium nitride (TiN) through its partial dissolution in the reheating furnace and subsequent precipitation during hot rolling. This phenomenon resulted in an increase in the size of precipitates of TiN, reaching values greater than 50nm and thereby reducing the tensile strength of the steel. The results also showed that the coarsening did not significantly change the austenite grain size and the volume fraction of phases either after hot rolling or after galvanizing.

**Keywords:** Dual-phase steel; Precipitation hardening; Slab reheating furnace.

- Contribuição técnica ao 50° Seminário de Laminação Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 18 a 21 de novembro de 2013, Ouro Preto, MG, Brasil.
- <sup>2</sup> Eng. Metalúrgico, Especialista em Desenv.. Produtos, ArcelorMittal Tubarão, Serra, ES, Brasil.
- Eng. Metalúrgico. MSc. Especialista em Desenv. Produtos, ArcelorMittal Tubarão, Serra, ES, e Prof. Metalurgia, IFES, Vitória, ES, Brasil.
- <sup>4</sup> Eng. Metalúrgico, Especialista em Controle da Qualidade, ArcelorMittal Tubarão, Serra, ES, Brasil.
- <sup>5</sup> Eng. Metalúrgico. MSc. Gerente de Metalurgia, ArcelorMittal Tubarão, Serra, ES, Brasil.
- <sup>6</sup> Eng. Metalúrgico. DSc. Prof. Metalurgia, IFES, Vitória, ES, Brasil.

# 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos os avanços tecnológicos na indústria automobilística são focados na redução de peso, um tópico bastante importante para este segmento devido aos crescentes requisitos para eficiência no consumo de combustível, que estão relacionadas com ganho de energia e restrições ambientais.

A redução de peso traz grandes desafios do ponto de vista estrutural do automóvel através do aumento da resistência mecânica dos aços e garantir a conformabilidade dos painéis automotivos.

Alguns aços usados na estrutura dos automóveis possuem requisitos de garantia contra impacto, sendo que para algumas aplicações os aços necessitam se deformar durante o impacto objetivando absorção de energia e em outras não podem sofrer esta mesma deformação, como mostrado na Figura 1.

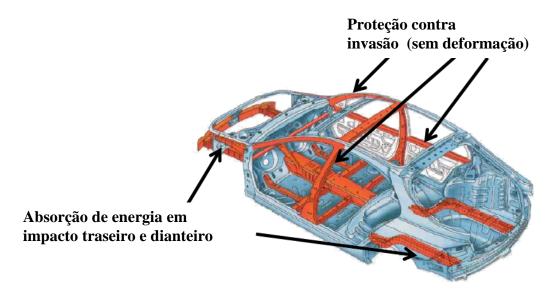


Figura 1. Aplicações típicas de aços de alta resistência para otimização de desempenho ao impacto.

Neste contexto, um grande esforço está sendo feito no sentido de se desenvolver e de se aplicar novos aços de elevada resistência mecânica, que aliem uma boa conformabilidade com elevada resistência mecânica, para redução da espessura do material de diferentes partes do veículo sem perda de desempenho e garantindo a segurança do passageiro.

Esses aços são classificados como aços avançados de alta resistência (AHSS – Advanced High Strength Steel). Existe hoje uma enorme gama de aços classificados como AHSS, no entanto uma em especial tem sido largamente estudada há alguns anos, os aços bifásicos.<sup>(1)</sup>

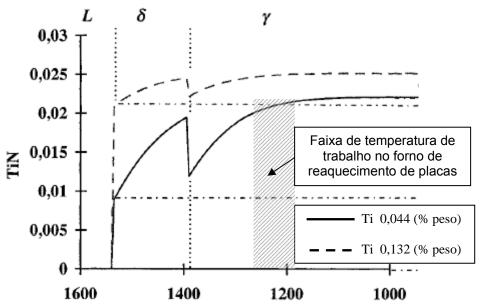
Os mecanismos de endurecimento praticados para a obtenção das propriedades mecânicas exigidas nos aços bifásicos foram amplamente estudados, porém quando se parte para produção industrial algumas variáveis de processo podem atuar gerando efeitos indesejáveis quando da especificação do projeto metalúrgico do aço. Dentre estes efeitos, podemos destacar o tempo de encharque dentro do forno de reaquecimento de placas durante a laminação a quente ( $t_{forno}$ ).

Alguns autores<sup>(2,3)</sup> relatam efeitos da temperatura e do tempo de residência na precipitação de partículas de titânio.

Numa aproximação considerando o aço bifásico como sendo apenas a estrutura ferrita - martensita, a elevação da sua resistência pode ser obtida através do aumento da fração volumétrica de martensita. Entretanto, isto acarreta alteração na ductilidade do material. Outra maneira de se elevar a resistência destes tipos de aço seria através da adição de elementos formadores de precipitados como o titânio que dependendo do tamanho (< 50nm) pode endurecer a ferrita. (2)

Nos aços bifásicos microligados ao Ti podemos ter a formação dos precipitados TiN,  $Ti_4C_2S_2$  e TiC dependendo da porcentagem em peso dos elementos contidos no aço (C, N, S e Ti).

Soto et al. (3) evidenciaram que a precipitação do TiN pode ser dividida em duas zonas: a primeira de precipitação até o inicio da solidificação e a segunda no aço solidificado. Nesta última ocorre precipitação e dissolução, sendo que a precipitação ocorre em função da perda de solubilidade durante a queda da temperatura tanto no ferro delta ( $\delta$ ) quanto na austenita ( $\gamma$ ), porém durante a transformação  $\delta \rightarrow \gamma$  ocorre uma dissolução dos precipitados em função da austenita possuir maior solubilidade do que o ferro  $\delta$ . Esse fenômeno é evidenciado pela Figura 2.



**Figura 2.** Quantidade de TiN precipitado (% peso) em função da temperatura (°C) para dois aços com % Ti distintas. (3)

Soto et al.  $^{(3)}$  também observaram que quanto menor a quantidade de Ti no aço, menor é a quantidade de TiN formado até a solidificação e maior é a dissolução e consequente reprecipitação no ferro  $\delta$  e na austenita ( $\gamma$ ), além de ocorrer até temperaturas abaixo de 1200°C nesta última, conforme evidenciado na figura 2. Os autores também reportaram que quanto menor a quantidade de Ti, menor é o tamanho do precipitado de TiN e maior a sua freqüência. Para um aço com 0,044% peso de Ti o tamanho encontrado varia de 60 a 150nm.

Durante o reaquecimento de placas, os precipitados de TiN também podem crescer diminuindo sua efetividade no controle do aumento do tamanho de grão austenítico, ou seja, tanto o tamanho quanto a fração volumétrica dos precipitados de TiN são importantes para se obter um menor tamanho de grão austenítico.

Korchynsky<sup>(4)</sup> informou que o mecanismo de travamento dos contornos de grão austenítico pelos precipitados de TiN e também a cinética de crescimento do precipitado é uma função do tempo e da temperatura.

Gladman<sup>(5)</sup> informou que há um tamanho crítico de travamento do precipitado acima do qual não se impede o crescimento dos contornos de grão. Este tamanho crítico é muito dependente da fração volumétrica dos precipitados, do raio do grão e da heterogeneidade do tamanho de grão. Gladman<sup>(5)</sup> informou também que precipitados de TiN com tamanhos maiores do que 50nm não são efetivos para endurecimento por precipitação.

#### 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para realização dos experimentos foram utilizadas 538 bobinas produzidas desde a laminação a quente até a galvanização após laminação a frio com composição química conforme Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química das amostras utilizadas no estudo (% peso).

С	Mn	Si	Ti	Cr	N
0.15	1.9	0.23	0.02	0.25	0,005

A Tabela 2 apresenta as condições de processamento das amostras na laminação a quente, laminação a frio e galvanização por imersão.

Tabela 2. Condições de processamento do material

Processo	Variável	Valores
	Temperatura de desenfornamento	1235°C
	Tempo de encharque - forno de reaquecimento de	< 200min
Laminação a Quento	placas	> 260min
Laminação a Quente	Temperatura de acabamento	850°C
	Temperatura de bobinamento	550°C
Laminação a Frio	Redução na laminação a frio	50%
Galvanização por imersão	Temperatura Intercrítica	790°C

Foi analisada amostra após laminação a quente e após galvanização por imersão para avaliar os precipitados de Ti, tamanho de grão austenítico e microestrutura além da resistência mecânica após galvanização.

As propriedades mecânicas de tração foram determinadas conforme a norma ASTM A370<sup>(6)</sup>.

A investigação da microestrutura foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL e o ataque metalográfico utilizado foi Nital 2%. O tamanho de grão austenítico após reaquecimento de placas foi revelado com o reagente (ácido Pícrico - 2g; cloreto férrico - 2g e 100 ml de água) e analisadas via microscópio ótico. Foram medidas as microdurezas Vickers da ferrita após galvanização por imersão.

A análise qualitativa e quantitativa dos precipitados de Ti foi realizada utilizando réplicas de carbono e posteriormente analisadas no microscópio eletrônico de transmissão (MET) marca JEOL.

Os resultados de limite de resistência obtidos através da análise laboratorial foram confrontados com dados estatísticos de 538 BQ's produzidas industrialmente e ensaiadas. Os dados foram trabalhados no software Minitab 16, onde foi realizado Teste T, que segundo Levine<sup>(7)</sup> pode ser utilizado para a determinação de diferenças entre médias aritméticas de duas populações independentes, além do Teste F para diferenças em duas variâncias, que ainda segundo Levine<sup>(7)</sup> testa o pressuposto da equivalência da entre as variâncias entre duas populações.

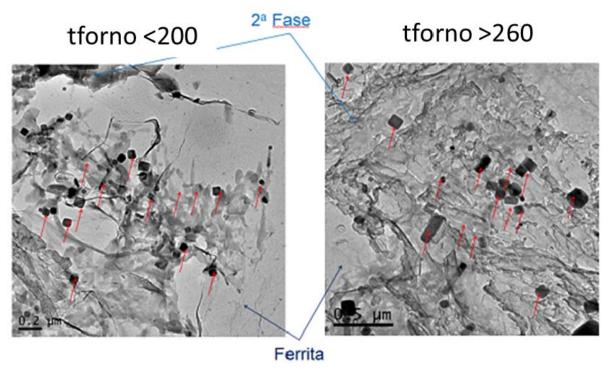
### **3 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Os resultados das propriedades mecânicas de tração não revelaram alteração com o tempo de encharque do forno de reaquecimento de placas para os dois tempos estudados ( $t_{forno}$  < 200 e  $t_{forno}$  > 260 minutos) conforme a Tabela 2.

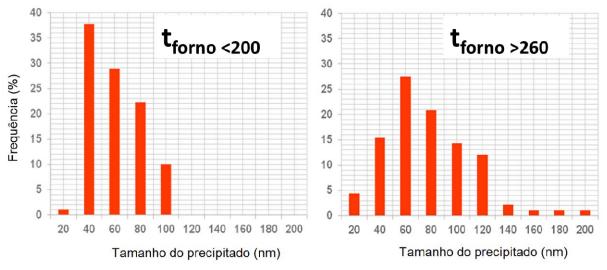
Tabela 2. Propriedades mecânicas após laminação a quente

Matarial	Tempo	Tração Lo=50mm			
Material	de Forno	LE (MPa)	LR (MPa)	Al total (%)	
DO.	< 200 minutos	568 ±25	703 ±28	20 ±1	
BQ	> 260 minutos	564 ±21	706 ±24	21 ±1	

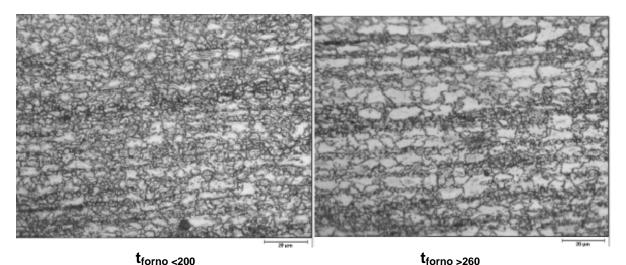
O resultados mostram que o tamanho médio dos precipitados de TiN foi maior para  $t_{forno} > 260$  minutos (figura 3) variando de 50,2 para 68,3nm além de apresentar maior variação de tamanho para cada tempo estudado (Figura 4). Isto ocorre devido ao maior coalescimento proporcionado pelo maior tempo de forno. Conforme Figura 4, os valores de tamanho de precipitados encontrados acima de 50nm para  $t_{forno} < 200$  minutos variam de 60 a 100nm, enquanto que para  $t_{forno} > 260$  minutos, variam de 60 a 200nm, sendo a maior dispersão de tamanhos de precipitados para  $t_{forno} > 260$  minutos. Estes resultados estão de acordo com a bibliografia referenciada. (2-4) A caracterização após laminação a quente revelou que o tamanho de grão austenítico estava refinado como sinal da efetividade dos precipitados de TiN no controle do tamanho de grão austenítico (Figura 5) apesar da variação de 10 para 15 $\mu$ m em função do aumento do tempo de encharque. As variações nos tamanhos de TiN não foram suficientes para gerar diferenças no tamanho do grão austenítico.



**Figura 3.** Caracterização via réplica de carbono no MET (imagem de campo claro) para as duas condições de tempo de forno estudadas após a laminação a quente.



**Figura 4.** Distribuição do tamanho médio dos precipitados para os tempos de forno estudados após a laminação a quente.

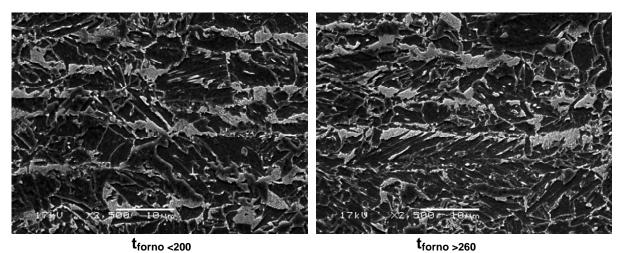


**Figura 5.** Tamanhão de grão austenítico para as duas condições de tempo de encharque do forno antes da transformação da austenita para ferrita e perlita na laminação a quente.

As microestruturas resultantes após laminação a quente (Figura 6) indicaram não haver variação tanto na fração volumétrica da ferrita e perlita presente bem como no tamanho de grão ferrítico.

Para  $t_{forno}$  < 200 minutos foi observada presença de microestrutura bandeada constituída por ferrita acicular e perlita fina (15,6%), com tamanho de grão ferrítico ASTM 10, valores similares aos encontrados para o  $t_{forno}$  > 260 minutos, com presença de microestrutura bandeada constituída por ferrita acicular e perlita fina (15,8%) e tamanho de grão ferrítico ASTM 10.

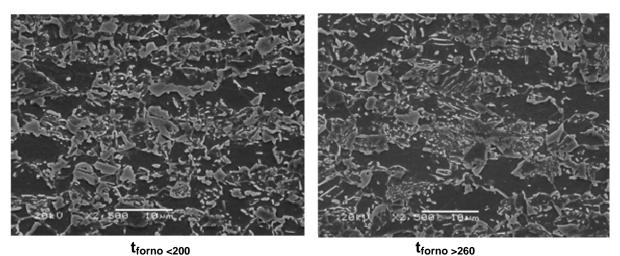
Os resultados encontrados na microestrutura para as duas condições de tempo de forno foram similares uma vez que o tamanho de grão austenítico não variou significativamente, fazendo com que o tamanho de grão ferrítico e fração volumétrica de perlita sejam iguais.



**Figura 6.** Microestruturas representativas resultantes das amostras laminadas a quente nas duas condições de tempo de encharque do forno.

As microestruturas após galvanização por imersão indicaram não haver variação tanto na fração volumétrica da ferrita, martensita e bainita como no tamanho de grão ferrítico, uma vez que a microestrutura oriunda da BQ também não apresentou variações para as condições de tempo de forno estudadas (Figura 7).

Para  $t_{forno}$  < 200 minutos foi observada presença de microestrutura constituída por ferrita, martensita (10,0%) e bainita (18,5%) com tamanho de grão ferrítico ASTM 13, valores similares aos encontrados para  $t_{forno}$  > 260 minutos, com presença de microestrutura constituída por ferrita, martensita (9,7%) e bainita (18,0%) com tamanho de grão ferrítico ASTM 13.



**Figura 7.** Microestruturas representativas resultantes das amostras após galvanização por imersão nas duas condições de tempo de encharque do forno.

As medidas de microdureza Vickers na ferrita indicaram o efeito do endurecimento por precipitação promovido pelos precipitados de TiN, onde os resultados na ferrita indicaram uma redução de 290HV para 222HV para os tempos de 190 e 270 minutos respectivamente, comprovando assim que quando os precipitados de TiN são maiores do que 50nm não são tão efetivos para o endurecimento por precipitação do aço, o que está de acordo com a bibliografia referenciada. (2,5)

Com base no estudo estatístico dos resultados de propriedade mecânica de 538 bobinas foi observada uma influência das seguintes variáveis: composição química (C, Mn, Ti, Cr e N), tempo de encharque no forno de reaquecimento de placas do LTQ ( $t_{forno}$ ), temperatura de bobinamento ( $T_{bob}$ ) e temperatura intercrítica ( $T_{e}$ ). Essas variáveis são conhecidas e largamente difundidas na literatura técnica ( $t_{e}$ ). Com exceção do tempo de residência no forno de reaquecimento de placas.

O resultado desse estudo estatístico permitiu a obtenção de uma equação que descreve a influência de cada variável citada acima.

LR=-311+1338(%C)+283(%Mn)+679(%Cr)+1516(% $Ti_{exc}$ )+12,9(D<sub>e</sub>)-0,216( $t_{forno}$ )+0,840( $T_{e}$ )-0,796( $T_{bob}$ )

Onde: De vale 1 para direção transversal e 0 para direção longitudinal.

Com base na equação, observa-se que o aumento do tempo de forno contribui para a redução da tensão limite de resistência do aço. A Figura 8 mostra esta influência.

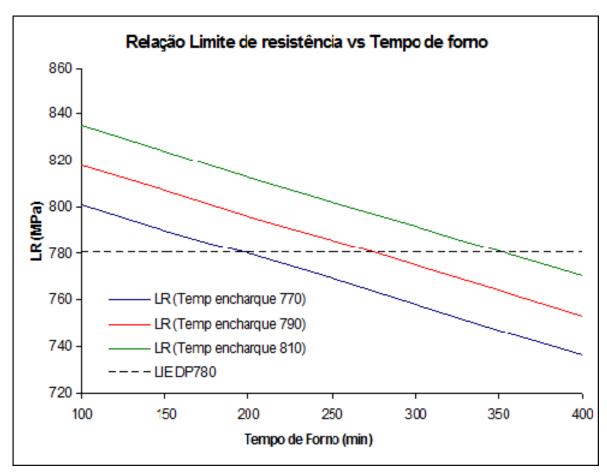


Figura 8. Relação tensão limite de resistência x tempo de forno de reaquecimento de placas.

Observa-se também que o aumento do tempo de forno promove uma queda na resistência mecânica para as três temperaturas intercríticas estudadas. Para  $t_{forno}$  < 200 minutos, cujo tamanho médio dos precipitados é de 50,2nm, os resultados de tensão limite de resistência são maiores. Conforme a literatura, (2,5) tamanhos de precipitados de TiN  $\leq$  50nm são mais efetivos para o endurecimento por precipitação. Para  $t_{forno}$  > 260 minutos o tamanho médio dos precipitados é maior (68,3nm) o que o torna menos efetivo como endurecedor. Esta condição se refletiu nos resultados de tensão limite de resistência.

Como o  $t_{\text{forno}}$  > 260 apresenta maior dispersão de tamanho de precipitados assim como maior fração volumétrica de precipitados acima de 50nm, é de se esperar que a resistência mecânica neste seja menor para esta condição.

#### 4 CONCLUSÕES

Com base na avaliação estatística das variáveis que influenciam na tensão limite de resistência foi possível fazer uma regressão linear onde foi identificada a influência significativa do tempo de residência no forno na redução da resistência mecânica do produto final como laminado a frio e galvanizado por imersão e ajustar as variáveis de processo nas etapas de fabricação de forma a atender as classes de resistências exigidas para as aplicações estruturais na indústria automobilística.

Quanto maior o tempo de encharque no forno de reaquecimento de placas, maior é a dissolução dos precipitados de TiN e consequente maior é o coalescimento dos precipitados promovendo uma maior variação no tamanho dos precipitados e maior

tamanho médio porém para as duas condições de forno os tamanhos de grão são similares.

Como os tamanhos de grão austenítico foram similares, assim como as demais variáveis de laminação a quente, as microestruturas resultantes do processo de laminação a quente não apresentaram diferenças significativas tanto para  $t_{forno}$  < 200 minutos quanto para  $t_{forno}$  > 260 minutos.

O aumento do tempo de encharque no forno de reaquecimento de placas promoveu a queda na resistência mecânica do aço após galvanização por imersão, evidenciando que para  $t_{forno} < 200$  minutos, cujo tamanho médio dos precipitados é de 50,2nm, os resultados de tensão limite de resistência são maiores. Conforme a literatura tamanhos de precipitados de TiN  $\leq$  50nm são mais efetivos para o endurecimento por precipitação. Para  $t_{forno} > 260$  minutos o tamanho médio dos precipitados é maior (68,3nm) o que o torna menos efetivo como endurecedor.

O efeito endurecedor dos precipitados de TiN com tamanhos  $\leq$  50nm são maiores. Para  $t_{forno}$  > 260 minutos ocorreu uma maior dispersão do tamanho dos precipitados > 50nm, esta condição foi a responsável pela queda da resistência mecânica do aço. Para  $t_{forno}$  < 200 minutos essa dispersão foi menor. Desta forma podemos concluir que quando maior o tempo de forno, maior será a dispersão de tamanhos de precipitados > 50nm e menor será o valor da resistência mecânica do aço.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem pelo suporte para realização deste trabalho a disponibilização dos laboratórios e equipamentos para realização dos ensaios e caracterizações: ArcelorMittal Tubarão, ArcelorMittal Vega, ArcelorMittal Global R&D East Chicago – EUA e o Instituto Federal do Espirito Santo.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 PUSKHAREVA, I. Evolution microstructurale d'un acier Dual Phase. Optimisation de la résistance à l'endommagement. 2009. PhD Thesis. Tesis doctoral.
- 2 SAIKALY, W. et al. The effects of thermomechanical processing on the precipitation in an industrial dual-phase steel microalloyed with titanium. **Metallurgical and Materials Transactions** A, v. 32, n. 8, p. 1939-1947, 2001.
- 3 SOTO, R., et al. Statistical and theoretical analysis of precipitates in dual-phase steels microalloyed with titanium and their effect on mechanical properties. **Acta materialia**, 1999, 47.12: 3475-3481.
- 4 KORCHYNSKY, M. Application of titanium-nitride for grain refinement. Presented at the **35**<sup>th</sup> **Mechanical Working and Steel Processing Conference**, **ISS**, October 1993, Pittsburgh, PA.
- 5 GLADMAN, T. Precipitation hardening in metals. **Materials science and technology**, v. 15, n. 1, p. 30-36, 1999.
- 6 ASTM A370. Standard Test Methods and Definition for Mechanical Testing of Steel Products. **American Society for Testing and Materials**, U.S.A, 1997.
- 7 LEVINE. David M. Estatística: **Teoria e Aplicações**. São Paulo: LTC. 2000.
- 8 GRANBOM, Ylva. Effects of process parameters prior to annealing on the formability of two cold rolled dual phase steels. **Steel Research International**, v. 79, n. 4, p. 297-305, 2008.
- 9 WU, Kai Ming et al. Effect of Reheating and End Cooling Temperature on Microstructure Refinement in a Low Carbon High Strength Nb-Ti Microalloyed Dual Phase Steel. In: **Materials Science Forum**. 2007. p. 49-52.

- 10 SANTOS, Dagoberto Brandao; ROCHA, Roberta O.; MELO, Tulio MF. Influence of Continuous Annealing Conditions on the Microstructure and Mechanical Properties of a C-Mn Dual Phase Steel. **Materials Science Forum**. 2010. p. 3479-3484.
- 11 HÜSEYIN, Aydin; HAVVA, Kazdal Zeytin; CEYLAN, Kubilay. Effect of intercritical annealing parameters on dual phase behavior of commercial low-alloyed steels. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 17, n. 4, p. 73-78, 2010.