



INFLUÊNCIA DO TEMPO DE RECOZIMENTO INTERCRÍTICO NA MICROESTRUTURA DE UM AÇO BIFÁSICO BAIXO CARBONO¹

Arnaldo Forgas Júnior²
Rodrigo Magnabosco³

Resumo

Este trabalho teve como objetivo analisar a influência do tempo de recozimento intercrítico na cinética de formação da microestrutura de um aço bifásico. Os cálculos termodinâmicos e de difusão realizados confirmam a observação experimental de que o tempo de recozimento intercrítico a 755°C interfere na formação da microestrutura austeno-ferrítica, e isto se deve a partição e necessária redistribuição dos elementos de liga substitucionais pelas interfaces ferrita-austenita. Nos cálculos, foram adotadas duas estratégias de simulação, um modelo esférico de difusão, onde o fluxo difusivo se deu radialmente em relação ao centro de uma ilha de austenita, e modelo unidimensional, com fluxo difusivo bi-direcional; os resultados obtidos pelos dois métodos foram semelhantes, e conseguiram descrever parcialmente a cinética de transformação. Conclui-se que a determinação de parâmetros microestruturais básicos do material de partida (fração de martensita e intercepto médio da microestrutura) é fundamental para determinação do modelo de simulação de cinética. Contudo, faz-se necessário conhecimento prévio dos gradientes de concentração dos elementos de liga, que podem ter influência nos mecanismos de formação da microestrutura.

Palavras-chave: Aço bifásico; Tempo de recozimento; Transformação de fase controlada por difusão.

INFLUENCE OF THE INTERCRITICAL ANNEALING TIME ON THE MICROSTRUCTURE OF A LOW CARBON DUAL-PHASE STEEL

Abstract

This work has the main purpose of analyzing the intercritical annealing time on the microstructure transformation kinetics of a dual-phase steel. Computational simulations confirmed the experimental observation, showing that annealing time at 755°C influences the formation of the austeno-ferritic microstructure, and this can be attributed to the alloying elements partition and redistribution through ferrite-austenite interfaces. Kinetics calculations using a spherical model of diffusion, and a unidimensional model with bi-directional diffusion flux, resulted in equivalent results, which can partially describe the observed kinetics of transformation. Determination of basic metallographic parameters of the as-received material (martensite fraction and mean intercept), together to the knowledge of alloy elements distribution, are prerequisites to the success of the computational simulation.

Key-words: Dual-phase steel; Annealing time; Diffusion-controlled phase transformation.

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Mestre em Engenharia Mecânica, área de Concentração Materiais e Processos, pelo Centro Universitário da FEI, forgas.jr@gmail.com

³ Professor Titular do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Universitário da FEI, rodrmag@fei.edu.br

1 INTRODUÇÃO

Os aços bifásicos com baixo carbono têm microestrutura composta por duas fases, uma matriz ferrítica e ilhas de martensita na fração de até 40% distribuídas nessa matriz. A matriz ferrítica é denominada fase dúctil (de menor resistência mecânica) e as ilhas de martensita são consideradas como a fase dura (de maior resistência mecânica). Como esses aços têm por característica principal possuírem maior resistência mecânica aliada ainda a uma boa ductilidade, sua aplicação tem aumentado muito na indústria automobilística em função das exigências de se ter um menor consumo de combustível, sem prejudicar os conceitos de segurança.⁽¹⁾

A microestrutura bifásica é produzida usualmente por recozimento intercrítico. O tratamento térmico consiste em aquecer a chapa desde a temperatura ambiente até a temperatura da região intercrítica (onde estão presentes as fases ferrita e austenita), seguido de resfriamento rápido para transformar a austenita (γ) em martensita, obtendo-se assim ferrita (α) e martensita.⁽²⁾ Acredita-se que o recozimento intercrítico ocorra em três etapas:⁽³⁾

1. Nucleação instantânea da austenita na perlita ou nos contornos de grãos das partículas de cementita (isso devido à menor energia de ativação) seguido por um rápido crescimento da austenita até que os carbonetos estejam dissolvidos.
2. Crescimento lento da austenita na ferrita com taxa controlada pela difusão do carbono na austenita em temperaturas elevadas (850°C) e pela difusão do manganês na ferrita em baixas temperaturas (750°C).
3. Equilíbrio da ferrita e austenita de forma muito lenta com taxa que é controlada pela difusão do manganês na austenita, sob condições de tempo muito longo de recozimento intercrítico em baixas temperaturas.

Para um aço bifásico 0,12%C e 1,5%Mn, a etapa 1 está completa num tempo abaixo de 15 s, quando a temperatura de recozimento intercrítico é de 780°C. Nesse ponto, a porcentagem de austenita é igual à porcentagem de perlita inicial (aproximadamente 16%). Já a etapa 2 pode se completar para altas temperaturas em até um minuto, sendo controlada pela difusão do carbono; entretanto, para baixas temperaturas tal transformação passa a ser controlada pela difusão do manganês, e por isso a cinética torna-se muito lenta, com a austenita formando-se num período muito longo, usualmente horas. A etapa 3 é extremamente lenta e nunca é completada quando o recozimento intercrítico é realizado num tempo habitual, que gira em torno de uma hora, dependendo da massa do material.⁽³⁾

O controle do crescimento da austenita pela difusão do manganês na ferrita em baixas temperaturas implica que pode ocorrer o enriquecimento da austenita neste elemento.⁽⁴⁾ No aquecimento, pelo diagrama de fases, além do manganês, a austenita também pode estar enriquecida por carbono; pelo fato de o carbono ser um soluto intersticial na liga e o manganês ser um soluto substitucional, e também pelo fato do tempo de recozimento intercrítico ser normalmente muito baixo, muitos pesquisadores⁽³⁻⁵⁾ consideram que a austenita estará apenas enriquecida em carbono. Como a fração em volume de austenita e o teor de carbono na mesma, para o aço bifásico, são determinados pela temperatura de recozimento intercrítico, sob condições locais ou de para-equilíbrio (tempos “curtos” de recozimento intercrítico) a austenita é apenas advinda da perlita e o carbono é segregado, ocorrendo então seu enriquecimento na austenita.⁽⁶⁾

Assim, verifica-se que o tempo de recozimento intercrítico é um parâmetro fundamental na determinação da microestrutura de aços bifásicos, e conseqüentemente no seu desempenho e aplicação. Deste modo, o objetivo deste

trabalho é analisar a influência do tempo de recozimento intercrítico na cinética de formação da microestrutura do aço bifásico.

2 MOTIVAÇÃO

Para a etapa inicial desta pesquisa foi adquirida para essa pesquisa uma chapa de aço bifásico comercial, nas dimensões de 600 mm de comprimento x 300 mm de largura x 2 mm de espessura, laminada a quente e com laminação de acabamento a frio. Como se pode observar na Tabela 1, esse material é um aço com baixo teor de carbono e com teores de manganês e silício elevados.

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

C	Mn	Si	Al	Nb	Cr	P	S	Fe
0,075	1,15	1,08	0,054	0,014	0,092	0,02	0,007	balanço

A partir da chapa laminada a frio foi fabricada uma série de amostras nas dimensões de 10 mm x 10 mm x 2,0 mm. As amostras foram recozidas intercriticamente em três diferentes temperaturas, de acordo com a Tabela 2, com posterior resfriamento em água. Utilizou-se um forno tipo tubular sob atmosfera de nitrogênio, para evitar oxidação do material. As temperaturas foram determinadas para frações volumétricas específicas de austenita, previstas utilizando-se a base de dados TCF_{e5} e o software Thermo-Calc for Windows 5[®], disponíveis no Centro Universitário da FEI. O tempo de recozimento intercrítico inicialmente proposto foi de 20 minutos.

Tabela 2. Temperaturas de recozimento intercrítico definidas

Temperatura de aquecimento (°C)	755	780	800
Fração volumétrica de austenita esperada (%)	15	20	25

As amostras metalográficas sofreram ataque químico de Nital 2%. As frações volumétricas de martensita foram medidas pela técnica de contagem de pontos estipulado na norma ASTM E562-02,⁽⁷⁾ e as medições do tamanho do grão ferrítico foram realizadas com base na norma ASTM E112-96⁽⁸⁾ através da utilização do método do intercepto linear médio. A caracterização microestrutural foi realizada por microscópio ótico Leica, modelo DMLM no Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos da FEI (CDMatM-FEI) com auxílio de um analisador de imagens digital Leica Qwin/W, usando 30 campos por amostra.

A Figura 1 mostra as microestruturas dos aços bifásicos tratados termicamente nas três diferentes temperaturas, além do aço na condição originalmente recebida. O objetivo de se ter diferentes temperaturas de recozimento intercrítico era de se obter diferentes frações em volume de martensita, o que foi atingido, como mostra a Tabela 3.

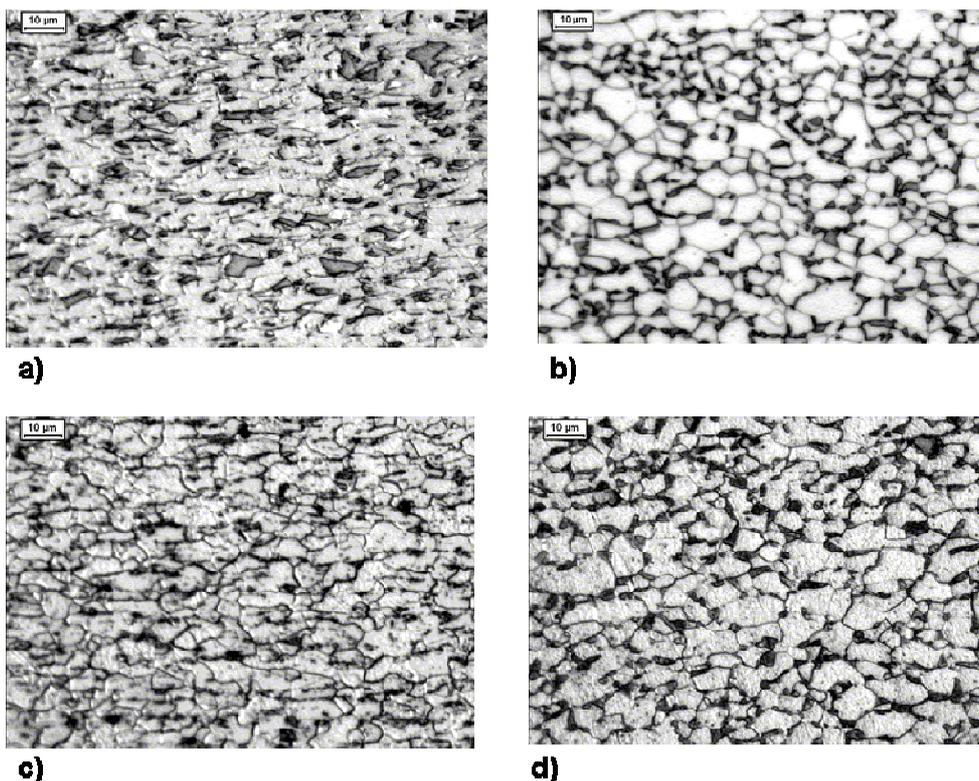


Figura 1. Microscopia óptica das amostras após ataque metalográfico com reativo de Nital 2%: (a) como recebida; (b) 755°C; (c) 780°C; (d) 800°C, onde a ferrita é a cor clara e a martensita a escura.

Tabela 3. Fração em volume de martensita e tamanho de grão das amostras em estudo, tratadas por 20 min nas temperaturas indicadas

Temperatura de tratamento (°C)	Martensita (%)	Inter cepto médio (µm)
Como recebida	22,7 ± 1,5	5,8 ± 0,8
755	18,0 ± 0,7	5,0 ± 0,6
780	19,7 ± 1,6	6,0 ± 0,3
800	25,8 ± 1,1	6,0 ± 0,7

Observa-se na Figura 2 uma comparação entre a fração de austenita esperada e a medição experimental da fração de martensita, que é gerada a partir da austenita efetivamente formada no recozimento intercrítico. Observa-se que na temperatura de 755°C há um desvio entre os valores obtidos experimentalmente e calculados considerando-se o equilíbrio termodinâmico, ou seja, esperava-se um valor menor de fração em volume de martensita. Cineticamente, a faixa de temperaturas onde ocorre o desvio é comandada pela difusão dos elementos de liga substitucionais, em especial o manganês e o silício, que ocorre em tempos maiores aos do tratamento, fugindo então da condição de equilíbrio termodinâmico considerado pelo programa Thermo-Calc®.

3 AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DA CINÉTICA DE TRANSFORMAÇÃO A 755°C

Para avaliar a cinética de formação da estrutura ferrítico-austenítica a 755°C, quatro novas amostras do material como recebido foram recozidas intercriticamente a 755°C, variando o tempo do tratamento em 10 min, 30 min, 60 min e 240 min; mediu-se então, a fração volumétrica de martensita obtida para cada amostra. A



Figura 3 ilustra as microestruturas obtidas para os diferentes tempos de tratamento a 755°C, onde se nota a redução da fração em volume de martensita; a Figura 4 apresenta os valores obtidos para cada tempo de tratamento, em comparação com a curva obtida pelo Thermo-Calc[®]. De fato, o aumento do tempo de tratamento a 755°C resultou na redução da fração de austenita até os valores previstos pela simulação termodinâmica.

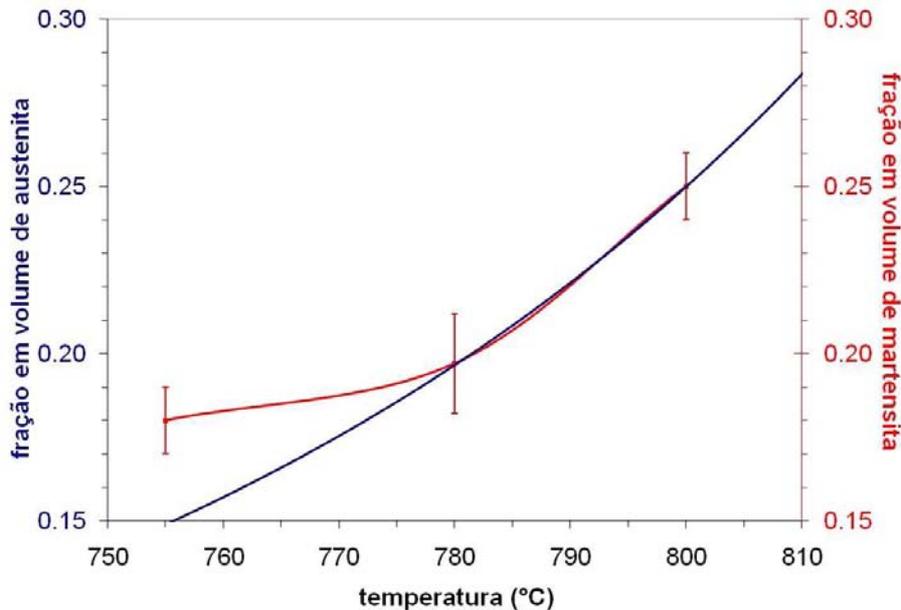


Figura 2. Comparação da fração em volume de austenita obtida em cálculo no Thermo-Calc[®] em relação à fração de martensita medida por estereologia quantitativa.

4 SIMULAÇÃO DA CINÉTICA DE TRANSFORMAÇÃO A 755°C

Visando avaliar a cinética da formação da estrutura ferrítico-austenítica a 755°C, foram realizadas simulações no software DiCTra[®], usando-se as bases de dados TCFe5 e MOB2, considerando como principais elementos de liga apenas C, Mn e Si, e como fases presentes na temperatura de interesse apenas a ferrita e a austenita. Para estimar a composição química da ferrita e austenita da amostra original, supôs-se que antes do passe de laminação a frio a formação da estrutura ferrítico-austenítica tenha se dado em condições de equilíbrio; assim, cálculos em Thermo-Calc demonstraram que a fração de 22,7% de martensita seria oriunda de uma austenita com a composição química dada na Tabela 4, resultado de um recozimento intercrítico a 768°C. Na mesma Tabela 4 é apresentada a composição química da fase ferrita, presente em 77,3% do volume da estrutura.

A composição química das fases ferrita e austenita da Tabela 4 foram utilizadas como características do perfil original de composição química das fases antes do recozimento a 755°C, alvo deste estudo. Na sequência, adotou-se um modelo de difusão unidimensional conforme o esquema da Figura 5, sendo que a difusão se dá numa única dimensão, perpendicular à interface α/γ de área dA . Assim, neste modelo simples a posição da interface α/γ pode ser utilizada como um indicativo da fração volumétrica das fases presentes a 755°C em função do tempo de tratamento.

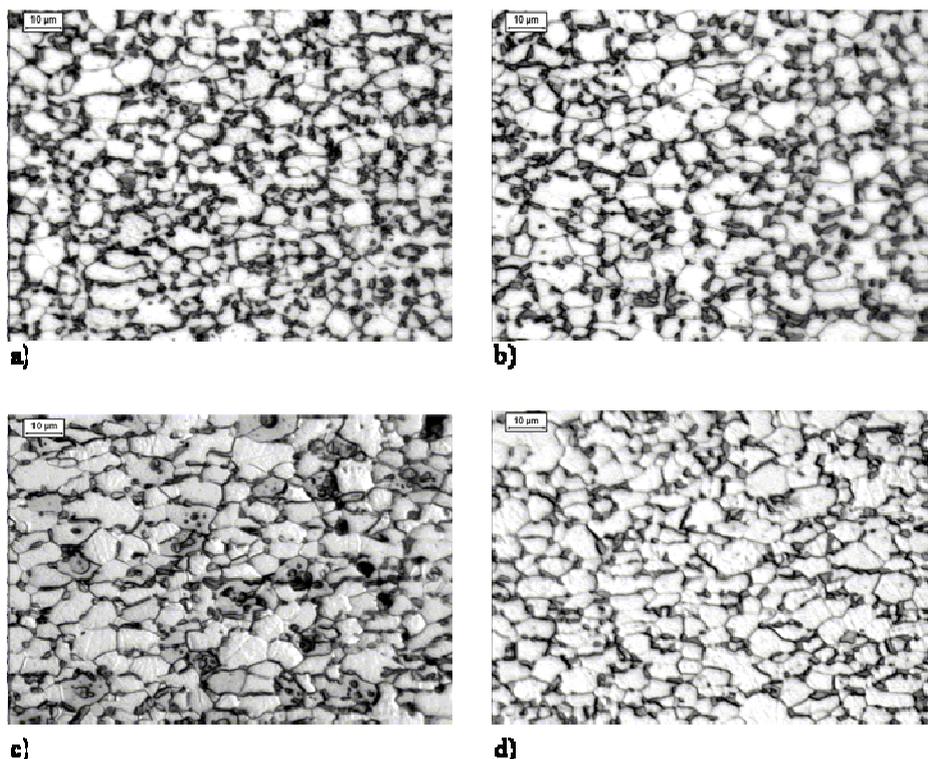


Figura 3. Microestruturas das amostras para tempos diferentes de recozimento intercrítico a 755°C. (a) 10 min, (b) 30 min, (c) 60 min, e (d) 240 min.

Tabela 4. Estimativas da composição química e fração volumétrica das fases ferrita e austenita presentes no material original

Fase	%vol	C	Mn	Si
α	77.3	0.009	0.890	1.133
γ	22.7	0.297	2.027	0.899

Nas Figuras 6 a 8 são apresentados os perfis de composição química de C, Mn e Si nas fases ferrita e austenita, obtidos após a simulação em DiCTra, considerando que o tamanho da célula computacional é de 10 μm . Nota-se que com o aumento do tempo de tratamento há movimentação da interface ferrita-austenita até a posição de equilíbrio a 755°C (onde se registrariam 84,3% de ferrita e 15,7% de austenita, marcadas pela posição da interface após logo tempo de tratamento – 10^9 s – em 8,43 μm). Além disso, o perfil de composição de C da Figura 6 mostra que praticamente não há gradiente de composição deste elemento intersticial nas interfaces, mostrando que a difusão deste elemento não deve ser o mecanismo controlador da cinética de formação da estrutura α/γ .

Contudo, se considerado o tamanho da célula computacional de 10 μm , as Figuras 7 e 8 mostram que há severo gradiente de concentração dos elementos de liga substitucionais C e Mn. Tal gradiente, resultado da menor mobilidade destes elementos, impediria que a 14400 s (240 min, máximo tempo de tratamento implementado na rotina experimental) se atinja o equilíbrio químico das fases, particularmente da austenita, que por ter estrutura mais compacta apresenta menor mobilidade dos elementos substitucionais.

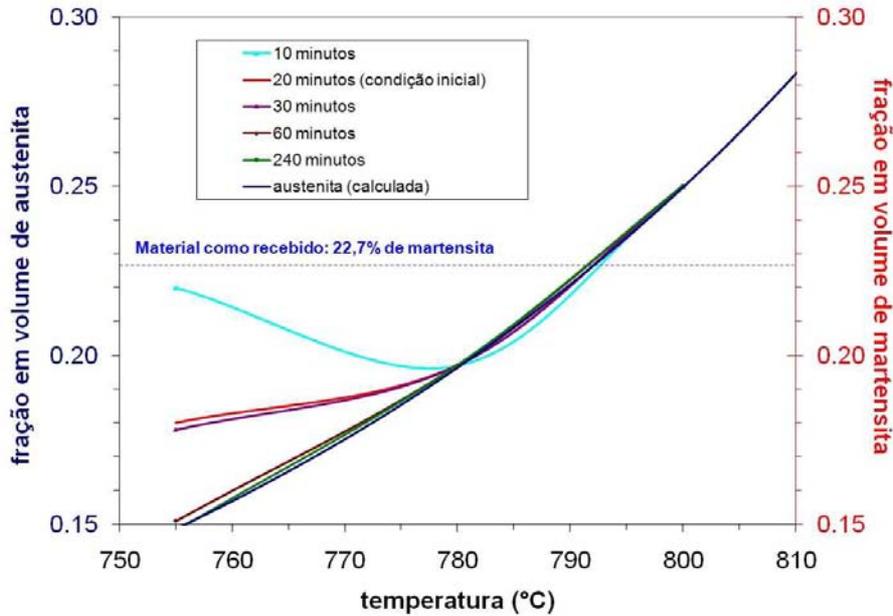


Figura 4. Curvas da fração em volume de martensita obtidas pela temperatura de recozimento intercrítico, sendo que, para a temperatura de 755°C tem-se cinco tempos de tratamentos diferentes.

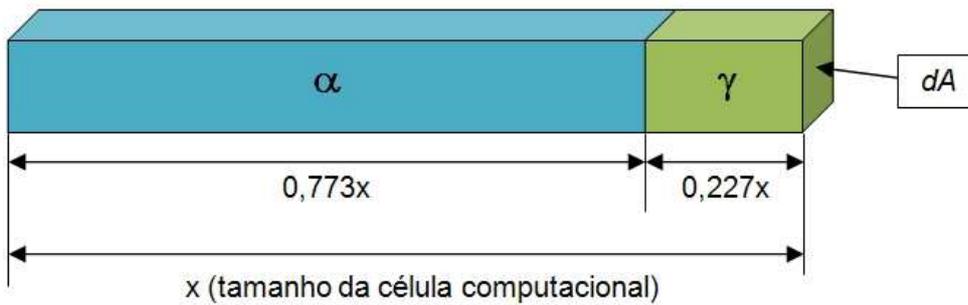


Figura 5. Modelo unidimensional utilizado nas simulações de cinética a 755°C.

Os cálculos termodinâmicos e de difusão mostram que o tempo de recozimento intercrítico interfere na formação da microestrutura devido à partição e necessária redistribuição dos elementos de liga substitucionais. Contudo, a simulação utilizando como tamanho da célula computacional 10 μm demonstra uma cinética de transformação muito mais lenta que a observada nos tratamentos realizados, já que o decaimento da fração de martensita mostrado na Figura 9 é muito mais rápido que o previsto pela simulação. Tal fato pode ser atribuído a não aderência do tamanho de célula computacional utilizado (10 μm) ao tamanho de grão realmente presente no material em estudo (5,8 μm , como mostra a Tabela 3).

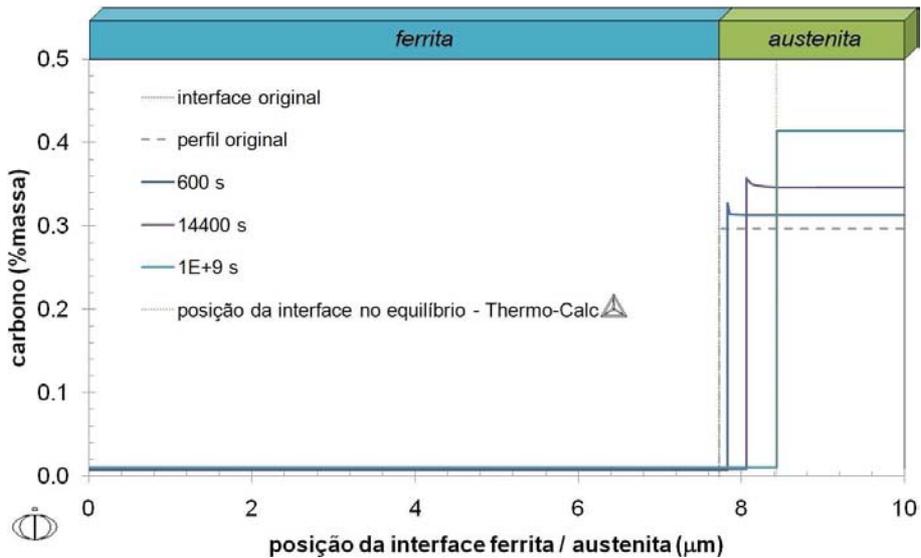


Figura 6. Perfil de composição de C no par α/γ a 755°C.

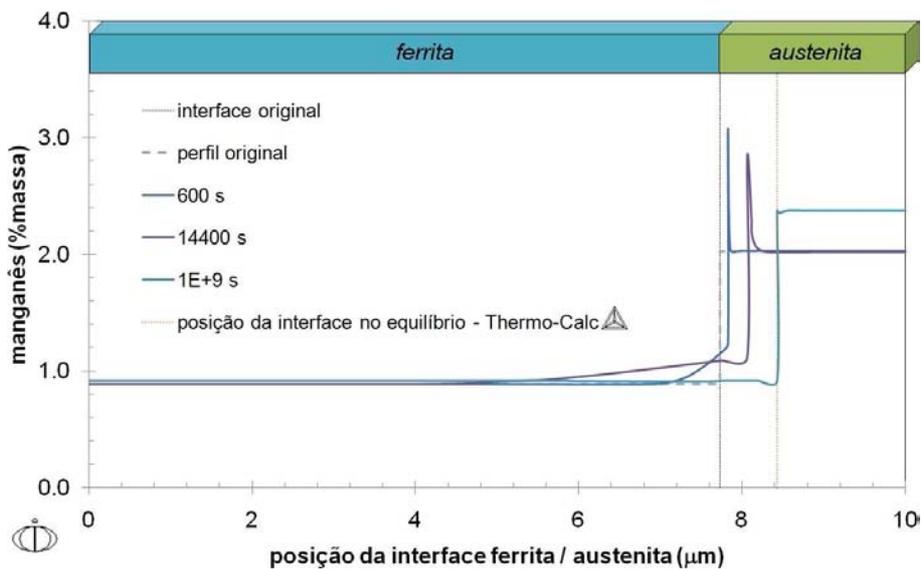


Figura 7. Perfil de composição de Mn no par α/γ a 755°C.

A falta de aderência dos resultados experimentais à simulação proposta, utilizando como tamanho da célula computacional 10 μm , poderia, portanto, ser resultado do tamanho da célula computacional utilizada na simulação. A análise desta hipótese é realizada através da Figura 10, onde a fração volumétrica de martensita (experimental) é comparada às frações volumétricas de austenita simuladas para três diferentes tamanhos de célula computacional: 10 μm , 5,8 μm (equivalente ao intercepto médio da microestrutura – Tabela 3) e 2,9 μm (metade do intercepto médio, o que consideraria fluxo de difusão bi-direcional). Nota-se que apesar do aumento da velocidade de transformação com a redução das distâncias de difusão, os modelos implementados na simulação mais uma vez falham em descrever completamente a cinética experimentalmente observada. A não aderência de resultados em tempos inferiores poderia ser justificada por um provável problema de transferência de calor, já que no pequeno tempo de aquecimento do primeiro ponto experimental pode não ter havido tempo suficiente para o encharque e manutenção real do material por 10 minutos a 755°C.



Contudo, o modelo que considera metade do intercepto médio ($x = 2,9$) conseguiu bons resultados para tempos de recozimento intercrítico entre 20 min e 30 min, como mostrou a Figura 10. Para tempos superiores a 1 hora nesta temperatura, o sistema tende a estabilização próximo à fração de austenita de equilíbrio calculada pelo Thermo-Calc, mas mais uma vez a cinética de crescimento da ferrita a partir da austenita adotada na simulação não reproduziu a tendência dos resultados experimentais.

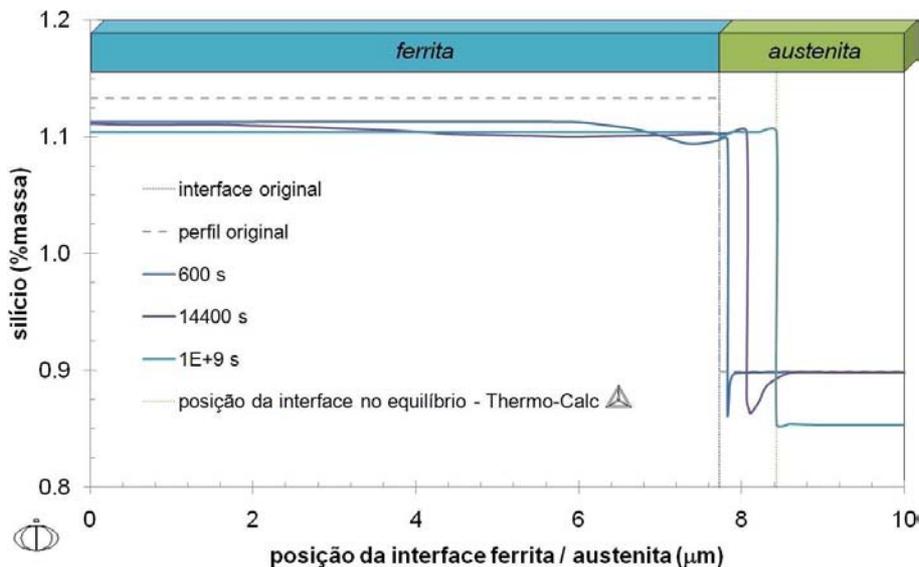


Figura 8. Perfil de composição de Si no par α/γ a 755°C.

Outra estratégia de simulação consistiu em adotar um modelo esférico de difusão, como o mostrado na Figura 11, onde o fluxo difusivo dar-se-ia radialmente em relação ao centro de uma ilha de austenita; o diâmetro adotado ($5,8 \mu\text{m}$) corresponde ao intercepto médio da amostra, e portanto apresenta distâncias de difusão equivalentes àquelas apresentadas pelo modelo unidimensional, com fluxo difusivo bi-direcional ($x = 2,9 \mu\text{m}$). Os resultados desta simulação são mostrados na Figura 12.

A Figura 12 mostra que apesar das diferenças conceituais dos modelos de simulação adotados, os resultados de fração volumétrica calculada em função do tempo de recozimento são próximos, contudo incapazes de descrever totalmente a cinética de formação da estrutura austeno-ferrítica esperada. Deste modo, devem ser propostos novos trabalhos investigando se é válida a premissa de que os perfis de composição de C, Mn e Si são lineares e constantes nas fases originais, como mostrado nas Figuras 6 a 8, uma vez que se supôs que a estrutura original estaria em equilíbrio. Se gradientes de composição existiam na amostra original, a transformação de austenita em ferrita pode ter se dado de maneira diversa a aqui simulada. Novos trabalhos devem investigar também os efeitos dos elementos de liga minoritários, e da factível existência de carbonetos, desconsiderados neste trabalho.

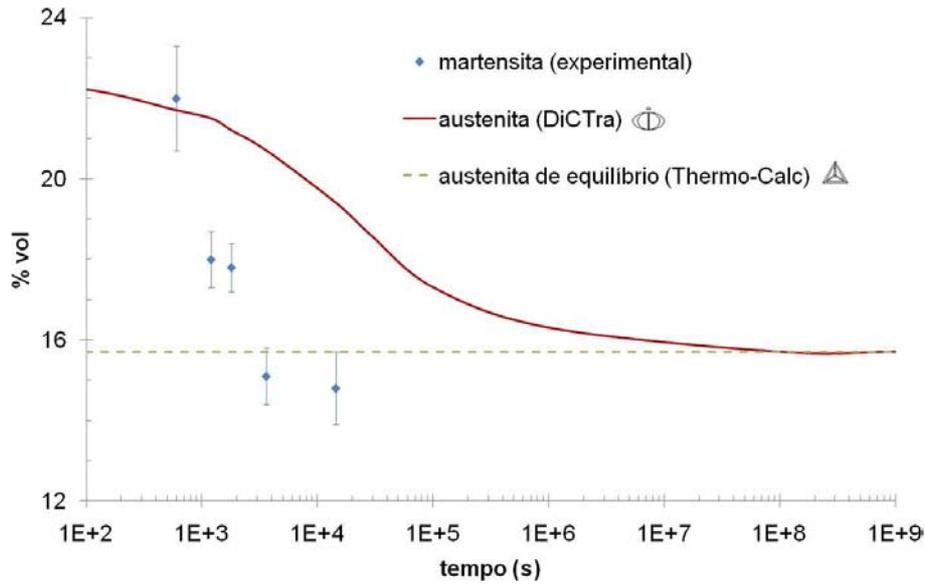


Figura 9. Comparação entre a fração volumétrica de martensita obtida experimentalmente e a de austenita calculada pelo modelo unidimensional, utilizando-se tamanho da célula computacional de 10 μm.

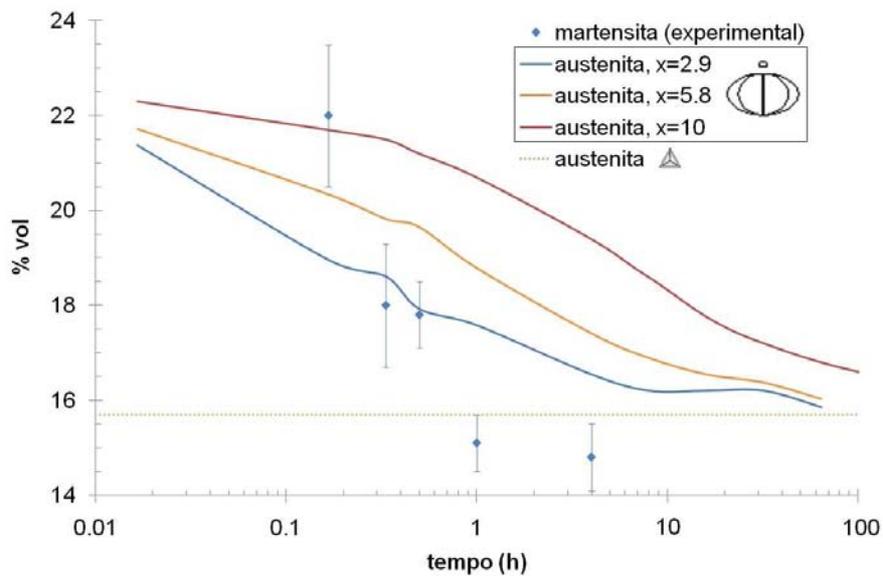


Figura 10. Comparação entre a fração volumétrica de martensita obtida experimentalmente e a de austenita calculada, utilizando-se três diferentes tamanhos da célula computacional, no modelo unidimensional da Figura 5.

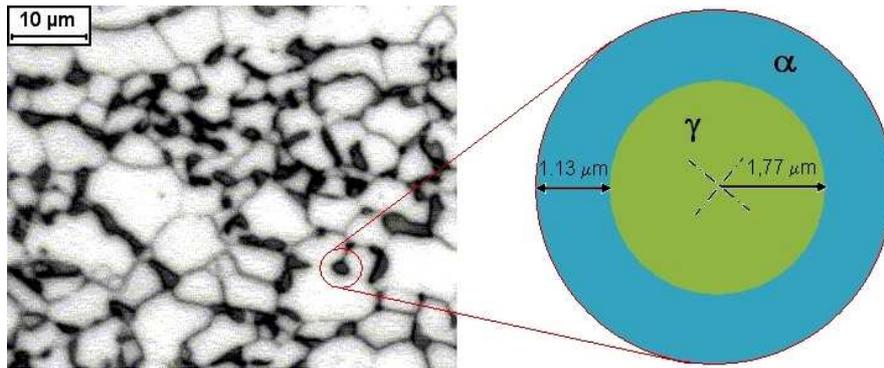


Figura 11. Modelo esférico utilizado nas simulações de cinética a 755°C.

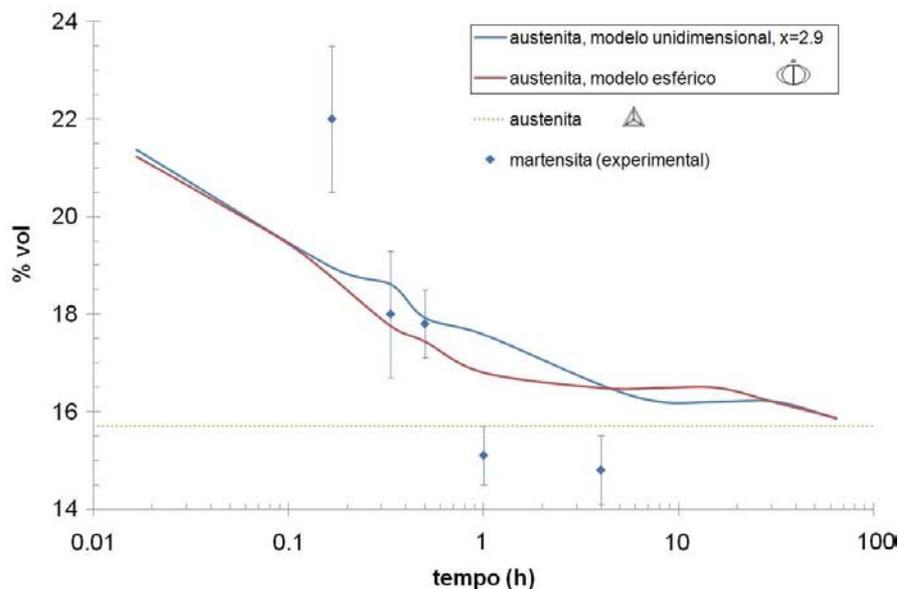


Figura 12. Comparação entre a fração volumétrica de martensita obtida experimentalmente e a de austenita, calculada utilizando modelo unidimensional (Figura 5) e esférico (Figura 11).

5 CONCLUSÕES

Do presente trabalho pode-se concluir que:

- os cálculos termodinâmicos e de difusão confirmam a observação experimental de que o tempo de recozimento intercrítico a 755°C interfere na formação da microestrutura austeno-ferrítica, e isto se deve a partição e necessária redistribuição dos elementos de liga substitucionais pelas interfaces ferrita-austenita;
- foram adotadas duas estratégias de simulação, um modelo esférico de difusão, onde o fluxo difusivo se deu radialmente em relação ao centro de uma ilha de austenita, e modelo unidimensional, com fluxo difusivo bi-direcional, ambos com células computacionais de tamanho semelhante ao intercepto médio da microestrutura; os resultados obtidos pelos dois métodos foram semelhantes, e conseguiram descrever parcialmente a cinética de transformação;
- a determinação de parâmetros microestruturais básicos do material de partida (fração de martensita e intercepto médio da microestrutura) é fundamental para determinação do modelo de simulação de cinética. Contudo, faz-se necessário conhecimento prévio dos gradientes de concentração dos

elementos de liga, que podem ter influência nos mecanismos de formação da microestrutura.

REFERÊNCIAS

- 1 Akbarpour M. R. e Ekrami A., "Effect of ferrite volume fraction on work hardening behavior of high bainite dual phase (DP) steels", *Material Science & Engineering, A* (2007), doi: 10.1016/j.msea.2007.05.051.
- 2 OUCHI, C. "Development of Steel Plates by Intensive Use of TMCP and Direct Quenching Processes". *ISIJ International*. v.41, No. 6, p. 542-553, 2001.
- 3 Speich G. R., "Physical Metallurgy of Dual-phase steel", *Fundamentals of Dual-phase steels, USA*, 3-45, 1981.
- 4 Speich G. R. e MILLER R. L., "Formation of Austenite during Intercritical Annealing". *Metallurgical Transactions*. 1980.
- 5 MATSUOKA, T.; TAKAHASHI, M.; OKAMOTO, A. "Production of Cold-rolled Dual-phase Steel Sheet for Outer Panel". *Dual-phase and cold processing Vanadium Steels in the Automobile Industry*. VANITEC, Berlin, 1978.
- 6 DEMIR, B.; ERDOGAN, M. "The hardenability of austenite with different alloy content and dispersion in dual-phase steels". *Journal of Materials Processing Technology*. 208, p. 75-84, 2007.
- 7 ASTM, E562-02. "Standard Recommended Practice for Determining Volume Fraction by systematic manual point count", USA, 2002.
- 8 ASTM, E112-96. "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size", USA, 1996.