# DETERMINAÇÃO DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO

## DA AUSTENITA ATRAVÉS DE ANALISE TERMICA (1)

Antonio Augusto Gorni (2)
Osvaldo Luís Guglielmi Branchini (3)

12

# RESUMO

Foi viabilizado um método para detecção das temperaturas em que ocorrem as diferentes reações de decomposição da austenita ao longo do resfriamento, tomando-se partido do caráter exotérmico dessas transformações alotrópicas. A aplicação deste método para quatro tipos de aço - inoxidável austenítico, ao C-Mn, microligado ao Nb e bifásico - produziu resultados que apresentaram boa concordância com os dados disponíveis na literatura, levando-se em conta as diferenças nos teores de elementos de liga.

Contribuição Técnica a ser apresentada no X Seminário sobre Meta lurgia Física e Tratamentos Térmicos - COMFIT, a realizar-se em maio de 1989, Rio de Janeiro - RJ.

<sup>(2)</sup> Engenheiro de Materiais da Divisão de Pesquisa Tecnológica da COSIPA.

<sup>(3)</sup> Engenheiro Metalúrgico da Divisão de Laminação a Frio da COSIPA.

### INTRODUÇÃO

Processos de laminação mais sofisticados, onde o material é res friado diretamente do calor de laminação, exigem maior nível de co nhecimento dos fenômenos metalúrgicos envolvidos. Tais subsídios são fundamentais na otimização dos parâmetros de processo e das proprie dades finais do produto.

Um aspecto de fundamental importância neste caso é o efeito da deformação sobre a decomposição posterior da austenita, que normal mente provoca a elevação da temperatura em que se inicia a formação de ferrita - o chamado ponto Ar<sub>3</sub> - e no aumento de sua velocidade de formação (1). Isto influencia a microestrutura final obtida e, conse quentemente, as propriedades finais do produto.

No caso da laminação controlada ou intercrítica é vital saber-se previamente a temperatura em que se inicia a formação de ferrita para se dimensionar corretamente o esquema de passes (2). Já no caso dos aços bifásicos é fundamental determinar-se o grau com que a de formação acelera a formação de ferrita, para que se regule adequada mente a capacidade de resfriamento da mesa de saída (3).

Dada a importância deste assunto foram desenvolvidos nétodos para se estudar o efeito da deformação sobre a cinética da decomposição da austenita como, por exemplo, máquina de torção a quente instrumentada (2), dilatômetro com dispositivo capaz de aplicar deformação (3), etc.. Alguns métodos de análise podem ser aplicados diretamente em amostras laminadas em laboratório, como análise térmica "in situ", análise dilatométrica com pinça especial ou por correntes de Foucault (4-6).

O método de análise térmica "in situ" tem sido utilizado de for ma intensiva não só devido à sua relativa simplicidade como também por sua precisão e consistência, além de poder ser aplicado a virtualmente qualquer tipo de amostra que tenha um termopar inserido (1,4-6).

O objetivo deste trabalho foi viabilizar um método para se deter minar as temperatutas em que ocorrem as diferentes transformações da austenita resfriada continuamente através da análise térmica "in situ", permitindo desse modo o estudo da influência da deformação so bre tais reações.

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A transformação da austenita em ferrita, perlita, bainita ou mar tensita é um processo exotérmico. Logo, tais reações podem ser detec tadas através das alterações que ocorrem na evolução da temperatura do material durante o resfriamento. A figura 1 permite a comparação da evolução da taxa de resfriamento ao longo do tempo para um aço i noxidável austenítico e para um aço ao Mn-Si-Nb após laminação a quente (5). No caso do aço inoxidável, que não sofre transformação alotrópica ao longo do resfriamento, a evolução da temperatura é ex ponencial, e a curva de taxas de resfriamento ao longo do tempo apre senta declividade decrescente. Por sua vez, o aço ao Mn-Si-Nb apre senta perturbação no formato da curva, ou seja, uma região com aumen to da declividade. Neste caso, tal perturbação está associada ao início da formação de ferrita que promove aquecimento no material e, em consequência, brusca diminuição na taxa de resfriamento. Uma vez ces sada a reação a perturbação desaparece (5).

Este é o princípio básico em que se apóia o método da análise térmica "in situ" da austenita. Os dados de temperatura durante o resfriamento da amostra são conseguidos através de um termopar nela inserido. O sinal elétrico proveniente desse termopar deve ser analisado por um equipamento eletrônico que basicamente consiste num filto passa-baixo, para remoção da interferência de alta frequência, amplificador de corrente e unidade para diferenciação analógica(4-6). Obtém-se desse modo a taxa real de resfriamento da amostra.

Entretanto, o processamento em linha do sinal de temperatura pe lo equipamento analógico tem o inconveniente de provocar atraso tre a taxa de resfriamento determinada e os reais valores de tempera tura, especialmente sob altas velocidades de resfriamento. Uma solu ção encontrada para esse problema foi a aquisição e armazenamento dos dados de temperatura e tempo via computador, seguida de posterior. A figura 2 mostra os resultados obtidos com equipamento melhorado, que permitiu a detecção do início das reações ferrítica, perlítica e bainítica (1). De todo modo, a detecção das temperaturas de transformação da austenita por este método apresenta o inconveni ente de requerer que uma parte da reação ocorra para que a perturba ção na curva de resfriamento do material seja detectada pelo termo par. No caso específico da temperatura inicial de formação de ferri ta estima-se que seja necessária a formação de 5% do constituinte pa ra que a transformação seja detectada (6).

### MATERIAIS E MÉTODOS

Foram escolhidos quatro tipos de aço para se testar o método de análise térmica "in situ": inoxidável austenítico, ao C-Mn, ao Nb e bifásico. As composições químicas desses materiais podem ser vistas na tabela I. O aço inoxidável foi incluído a fim de se determinar a curva de resfriamento padrão, ou seja, aquela em que o material não sofre nenhuma transformação alotrópica durante o resfriamento.

As amostras utilizadas eram chapas de dimensões 100 x 50 x 5 mm. Elas foram austenitizadas e solubilizadas em forno de mufla durante 40 minutos. A temperatura de austenitização variou conforme o tipo de aço: 950°C para o C-Mn, 1060°C para o bifásico, 1100°C para o inoxidável e 1160°C para o microligado ao Nb. O resfriamento posterior foi feito em ar calmo até a temperatura ambiente. A evolução da temperatura durante todo o ciclo térmico foi monitorada através de um termopar de Cromel-Alumel encapsulado em tubo de aço inox com 1,5 mm de diâmetro, o qual foi inserido nas amostras.

Após o tratamento foi retirada uma amostra de cada chapa para análise metalográfica. O polimento das amostras foi efetuado de forma convencional: lixamento na sequência 180, 240, 320, 420 e 600, seguido de polimento em prato giratório com pasta de diamante com granulometria de 6, 3 e 1 micrometros. As amostras de aço ao C-Mn, ao Nb e bifásico foram atacadas com Nital 5% durante 25 segundos.

O controle do forno de austenitização e a coleta dos dados de temperatura foram efetuados através do Controlador Programador BM-350 instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica da EPUSP. Este equipamento recebe o sinal analógico dos termopares do forno e da amostra, convertendo-os em sinais digitais de milivoltagem, os quais são enviados a um microcomputador IBM-PC-XT. Os valores de milivoltagem são convertidos em graus Celsius através de um polinômio de dupla precisão determinado por regressão estatística (7) a partir dos dados característicos do termopar de Cromel-Alumel (8). A partir destes dados um programa em linguagem BASIC controla a evolução do aquecimento do forno e da amostra. Além disso, os dados de tempo e temperatura da amostra durante todo o ciclo térmico foram armazena dos em discos flexíveis, incluindo-se aí seu resfriamento ao ar cal mo.

Posteriormente calculou-se a evolução da taxa de resfriamento ao longo do tempo a partir dos dados armazenados. Isto foi efetuado por um programa que primeiramente amortizou os dados de temperatura obti dos através de um método numérico baseado na transformada rápida de Pourier (9), que simulou o filtro passa-baixo utilizado na eliminação de altas frequências. A seguir, uma rotina de diferenciação numérica (7) calculou a taxa de resfriamento ao longo do tempo a partir dos dados amortizados. Gerou-se então o gráfico Temperatura x Taxa de Resfriamento, sendo possível então detectar as diversas reações da austenita devido às perturbações peculiares registradas na curva.

Observa-se que o controle do forno e armazenamento dos dados via computador facilitou os ensaios, tornando-os menos dependentes da a ção humana e suprimindo a tediosa entrada manual dos dados para análise numérica.

Outro aspecto que vale a pena ser ressaltado é o referente à eta pa de amortização/diferenciação dos dados, comumente efetuadas por aparelhos eletrônicos, e que aqui foram realizadas através de programas de computador. De fato, a emulação dos instrumentos eletrônicos por microcomputadores é cada vez mais frequente em Centros de Pesquisa no mundo todo (1,10).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 3a mostra a evolução da velocidade de resfriamento ao longo da temperatura para a amostra de aço inoxidável. O resultado obtido é idêntico ao da literatura, conforme se constata ao se comparar as figuras la e 3a.A temperatura decai de modo exponencial e a taxa de resfriamento decresce progressivamente, gerando uma curva com declividade decrescente, não possuindo nenhum ponto de descontinuidade e evoluindo suavemente. Isso se deve ao fato deste aço não sofrer transformação alotrópica durante o resfriamento, permanecendo austenítico à temperatura ambiente. A figura 3a serã o padrão de comparação para as demais curvas.

A evolução da velocidade de resfriamento ao longo da temperatura para o aço ao C-Mn é mostrada na figura 3b. Verifica-se que a velocidade de resfriamento atinge um máximo por volta de 830°C, decaindo a partir dal. A aproximadamente 780°C ocorre o primeiro aumento da de clividade da curva, o que indica o início da reação ferrítica. A 700°C tem-se um mínimo local na velocidade de resfriamento, que passa

então a subir suavemente. Entretanto, a 670°C a velocidade de resfriamento começa novamente a diminuir em função da formação de perlita.

Os dados de transformação para um aço semelhante ao estudado, contendo 0,19% C; 0,20% Si e 1,20% Mn (11) indicam que para uma taxa de resfriamento da ordem de 350°C/min - próxima a empregada neste estudo - a ferrita e perlita começam a se formar a cerca de 760 e 660°C, respectivamente. A discrepância entre os resultados deste estudo e os da literatura pode ser atribuída ao menor teor de C e ao maior teor de Si do aço aqui estudado, que aumentam as temperaturas de transformação do aço (1).

A foto 1 mostra a microestrutura do aço ao C-Mn após resfriamen to ao ar, e se constata que ela é totalmente ferrítico-perlítica, conforme previsto pela literatura (11).

Os resultados da análise térmica do aço ao Nb estão na figura 3c. Aplicando-se a mesma análise verifica-se um aumento na declivida de a aproximadamente 820°C, que pode ser atribuído ao início da for mação de ferrita. Um novo aumento da declividade ocorre a 700°C atribuído ao início da reação bainítica e precipitação de carbonitretos.

O fato da maior temperatura de início de transformação ferrítica pode ser atribuído ao menor teor de C e Mn em relação ao aço C-Mn (11).

A temperatura de início de formação de bainita pode ser calcula da pela fórmula (12):

 $B_g(^{\circ}C) = 830 - 270% C - 90% Mn - 37% Ni - 70% Cr - 83% Mo (1)$  onde % x = porcentagem em peso do elemento.

Aplicando-se esta fórmula para o aço em questão verifica-se que seu B<sub>g</sub> é de aproximadamente 720°C, um pouco mais alta do que a verificada aqui. Entretanto, deve-se considerar que esta fórmula não le va em conta o efeito do Nb no abaixamento do ponto B<sub>g</sub>. A adição de 0,04% desse elemento a um aço com 0,10% C e 1,1% Mn provoca o abaixamento de aproximadamente 40°C na temperatura de início da reação bai nítica (13). Isto pode explicar a diferença no valor de B<sub>g</sub> calculado e o encontrado neste trabalho.

A foto 2 mostra a microestrutura presente no aço ao Nb após res friamento ao ar, composta de ferrita, bainita superior e precipita dos de Nb. A figura 3d mostra os resultados da análise térmica para o aço bifásico. Observa-se um primeiro aumento na declividade da curva a 900°C, atribuído a formação de ferrita. Novo aumento da declividade ocorre a cerca de 670°C, e pode ser atribuído ao início da formação de bainita.

A foto 3 mostra a microestrútura do aço bifásico após resfriamen to ao ar. Ela é constituída de matriz de ferrita poligonal com ilhas de segunda fase, predominantemente bainita superior e poucas ilhas isoladas de martensita. A medição, através de técnicas de metalogra fia quantitativa, indicam uma fração volumétrica de 38% de segunda fase.

Os dados de transformação para um aço bifásico análogo contendo 0,085% C; 1,21% Si; 0,92% Mn; 0,39% Cr e 0,36% Mn indicam que a tem peratura de início da reação ferrítica é de aproximadamente 890°C(3), para a mesma taxa de resfriamento. Isto está de acordo com a tempera tura encontrada neste estudo.

A mesma referência indica uma temperatura de início de formação de bainita a aproximadamente 650°C. Entretanto, o teor de C deste aço bifásico é maior do que o do material aqui estudado. Isto tende a abaixar a temperatura B<sub>S</sub> (3,12).

Considerando-se a fração volumétrica de segunda fase igual a 38% pode-se calcular o seu teor de C através da seguinte fórmula (14):

$$c^a = c_o (1 + (d_f / d_a) \cdot (1 / (v^m - v^f) - 1))$$
 (2)

- onde:
  - C<sup>a</sup> = teor de C na austenita remanescente após a formação da ma triz ferrítica;
  - C = teor de C no aço;
  - d, = densidade da ferrita;
  - da = densidade da austenita;
  - v<sup>m</sup> = fração volumétrica da segunda fase;
  - V<sup>I</sup> = fração volumétrica da ferrita secundária (igual a zero, uma vez que não mais haverá formação de ferrita a partir da austenita remanescente).

A aplicação desta fórmula à microestrutura bifásica obtida resulta num teor de C da ordem de 0,13% na segunda fase. Utilizando-se este teor de C na fórmula de  $B_s$  - equação (1) - e considerando-se que não houve segregação dos demais elementos de liga obtém-se um valor de  $B_s$  aproximadamente igual a 659°C, que está mais próximo do resultado obtido por este estudo.

Apesar da presença de martensita na foto 3 não foi constatada al teração na curva de análise térmica relativa a formação deste constituinte, pois sua fração volumétrica foi extremamente pequena (menor que 2%).

#### CONCLUSÕES

A natureza exotérmica das reações de decomposição da austenita permite sua detecção através de análise térmica, que se constitui num método particularmente útil quando as condições experimentais não permitem a utilização de dilatometria.

A partir deste princípio foi viabilizado um método para se determinar o início das diversas reações de transformação da austenita a partir da análise numérica dos dados de temperatura coletados durante o resfriamento contínuo do material, através de um termopar nele inserido, e enviados a um microcomputador.

Os resultados da análise térmica dos quatro materiais estudados - aço inoxidável austenítico, aço ao C-Mn, aço microligado ao Nb e aço bifásico - apresentaram boa concordância com os dados disponíveis na literatura.

O método aqui viabilizado é particularmente indicado para se de terminar as temperaturas das reações de decomposição da austenita a pós a conformação a quente, onde a aplicação de técnicas dilatométricas é muito difícil e, por sua vez, a aquisição dos dados de tempera tura por termopares é comum.

### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a colaboração da Estagiária Técnica de Metalurgia do Departamento de Engenharia Metalúrgica da EPUSP, Andrea Pires Groff, nos trabalhos de metalografia.

#### BIBLIOGRAFIA

- PAWELSKI, O. et al. Untersuchung der thermomechanischen Behan dlung Walzen von Hochfesten Baustaehlen zur Verbesserung ihrer mechanischen und technologischen Eigenschaften. Max-Planck-Institut fuer Eisenforschung, Duesseldorf, Mai 1983, 237 p.
- 2. BOBILLER, G. et al. Stahl und Eisen, 9 Februar 1987, 111-114.
- DAHL, W. et al. Einfluss unterschiedlicher Legierungszusammensetzung und Thermomechanischer Verfahren auf das Umwandlungsverfahren, das Gefuege und die mechanischen Eigenschaften zweiphasiger Baustaehle. RWTM Aachen, Dezember 1986, 109 p.
- MACKENZIE, C.R. et al. Journal of the Iron and Steel Institute, November 1971, 918-920.
- 5. OUCHI, C. et al. Transactions of the ISIJ, 1982, 214-222.
- GARCIA, J. et al. Umwandlung und Ausscheidung nach dem Walzen feiner Blech aud kontinuierlichen Warmbandstrassen. IRSID, Saint-Germain-en-Laye, April 1984, 139 p.
- KOPCHENOVA, N.V. e outros. Computational Mathematics. Mir Pu blishers, Moscow, 1984, 392 p.
- ANON. Termocouple Reference Tables. Eurotherm Corporation, Reston, 1981, 120 p.
- SOKOLNIKOFF, I.S. et al. Mathematics of Physics and Modern Engineering. Mc Graw-Hill Kogakusha, Tokyo, 1966, 745 p.
- 10. Mc KEE, L. Research & Development, March 1988, 70-73.
- 11. ATKINS, M. Atlas of Continuous Cooling Transformations Dia grams for Engineering Steels. American Society for Metals-British Steel Comporation, Metals Park, 1980, 260 p.
- HONEYCOMBE, R.W.K. et al. Metallurgical Transactions, May 1972, 1099-1112.
- SERIN, B. et al. Les Mémories Scientifiques de la Revue de Metalurgie, Juin 1979, 355-369.
- 14. GUIMARÃES, J.R.C. et al. In: Primeiro Seminário sobre Tratamentos Térmicos dos Aços. Associação Brasileira de Metais, São Paulo, Maio 1980, 53-68.

|            | С    | Mn   | Si   | Cr    | Mo   | N1   | Nb   |
|------------|------|------|------|-------|------|------|------|
| Inoxidável | 0,08 | 2,00 | 1,00 | 18,30 |      | 8,50 |      |
| C-Mn       | 0,17 | 1,17 | 0,26 |       |      |      |      |
| Nb         | 0,09 | 0,70 |      |       |      |      | 0,04 |
| Bifásico   | 0,05 | 0,84 | 1,46 | 0,41  | 0,38 |      |      |

Tab. I: Composição Química dos aços estudados, porcentagem em peso.

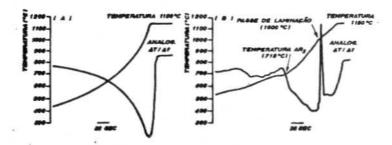


Figura 1: Curvas de resfriamento convencional (T x t) e diferencial (d T/d t) para a) aço inoxidável 18-8 sem deformação; b) aço ao Si-Mn-Nb após laminação a quente (5).

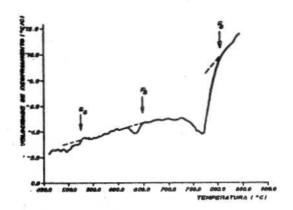
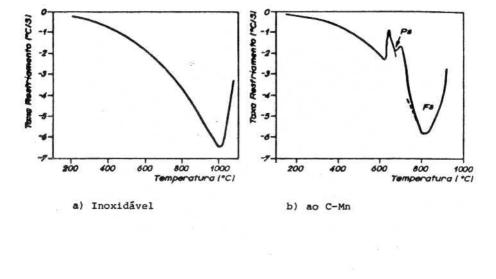


Figura 2: Gráfico de Velocidade de Resfriamento x Temperatura produzido a partir de dados armazenados em computador. Pode-se rotar o início das reações ferrítica (Fs), perlítica (Ps) e bainítica (Bs) (1).



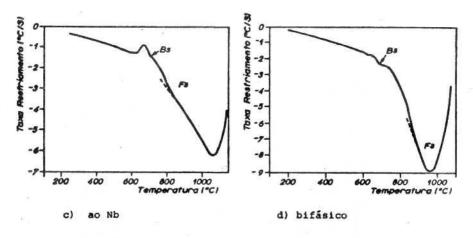


Figura 3: Evolução da Velocidade de Resfriamento ao longo da tempera tura para os aços estudados, resfriamento ao ar calmo.

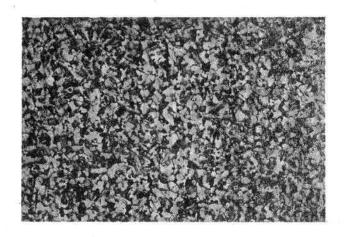


Foto 1: Microestrutura do aço ao C-Mn: ferrita e perlita. Ataque: Nital 5%. Aumento: 400 x. Ampliação: 4 x.

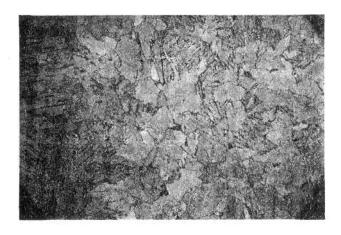


Foto 2: Microestrutura do aço ao Nb: ferrita, bainita superior e precipitados de Nb. Ataque: Nital 5%. Aumento: 200 x. Ampliação: 4 x.

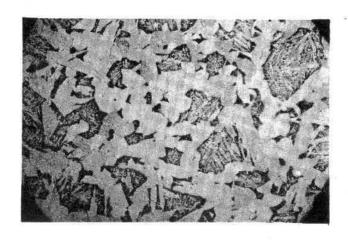


Foto 3: Microestrutura do aço bifásico: matriz ferrítica; ilhas de bainita e martensita isolada. Ataque: Nital 5%. Aumento: 200 x. Ampliação: 4 x.