

Capítulo 3

Procedimento Experimental

3.1. Preparação das Ligas Experimentais

As ligas experimentais foram elaboradas no forno de indução a vácuo do Laboratório de Elaboração de Ligas do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT). Foram obtidos dois lingotes - um de aço HSLA-80 e outro de aço ULCB - com aproximadamente 85 kg cada, de seção retangular (100 x 130 mm) e comprimento de 850 mm. As análises químicas confirmatórias das ligas vazadas estão listadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1: Análises químicas confirmatórias das corridas estudadas.

Aço	C	Mn	Si	P	S	Al _{sol}	Ni	Cr	Cu	Mo	Nb	Ti	B	N
HSLA-80	0,044	0,65	0,32	0,005	0,011	0,013	0,87	0,77	1,12	0,23	0,077	---	---	0,0030
ULCB	0,033	1,93	0,29	0,007	0,011	0,006	0,39	---	---	0,35	0,062	0,029	0,0016	0,0030

3.2. Laminação de Desbaste e Usinagem dos Bloquetes para Laminação

Os lingotes obtidos foram reaquecidos a 1200°C por três horas e submetidos à laminação de desbaste para quebrar e homogeneizar a estrutura bruta de fusão. Este procedimento foi efetuado no laminador piloto do Centro de Pesquisas da USIMINAS, sendo obtidas barras retangulares, com seção de 50 x 42 mm, a partir das quais foram usinados os bloquetes para os ensaios de laminação a quente. Suas dimensões foram 42 mm (espessura), 50 mm (largura) e 100 mm (comprimento).

3.3. Determinação do Diagrama TRC

Os diagramas TRC (Transformação durante o Resfriamento Contínuo) de ambas as ligas foram determinados para se mapear a transformação da austenita nesses aços durante o resfriamento contínuo. Estes diagramas foram determinados no Centro de Pesquisas da USIMINAS, utilizando-se o dilatômetro Formastor-F, a partir de amostras cilíndricas, com 3 mm de diâmetro por 10 mm de comprimento, extraídos das barras desbastadas. Elas foram reaquecidas a 930°C por 20 minutos, obtendo-se tamanho de grão austenítico ASTM igual a 9,5 em ambas as ligas. Isto corresponde aproximadamente a um diâmetro de grão de 12 μm [67]. A seguir foram aplicadas taxas de resfriamento iguais a 44 / 30 / 20 / 10 / 3,0 / 2,67 / 1,33 / 0,5 e 0,25°C/s às amostras. Taxas de resfriamento até 3°C/s foram conseguidas através do controle automático de temperatura; velocidades superiores a esta requerem resfriamento com jato de argônio. A análise da variação volumétrica das amostras pela curva derivada durante o resfriamento e das microestruturas finais obtidas permitiu levantar os diagramas TRC.

3.4. Preparação dos Corpos de Prova de Laminação

3.4.1. Corpos de Prova para Determinação da Evolução do Tamanho de Grão Austenítico ao Longo dos Ensaio de Laminação a Quente

Foram usinadas amostras dos aços HSLA-80 e ULCB com dimensões iguais a 10 x 30 x 70 mm a partir das barras desbastadas para cada tipo de liga. Elas foram utilizadas na determinação do tamanho de grão austenítico obtido após a austenitização dos corpos de prova destinados aos ensaios de laminação. Essas amostras serão designadas pela letra **R**.

Foi necessária a construção de dispositivos especiais de laminação para que se pudesse determinar o tamanho de grão austenítico obtido ao final da fase de esboçamento. Amostras cilíndricas dos aços HSLA-80 e ULCB, com diâmetro de 25,4 mm e comprimento de 44 mm, obtidas a partir das barras desbastadas, foram inseridas numa placa de aço microligado de alta resistên-

cia, conforme mostrado na Figura 3.1. Note-se que este dispositivo garante que as amostras de cada liga estudada sejam submetidas exatamente às mesmas condições de um ensaio de laminação a quente, evitando-se as variações que inevitavelmente surgiriam caso as amostras de cada liga fossem submetidas a ensaios de laminação separados, ainda que com parâmetros operacionais objetivados idênticos.

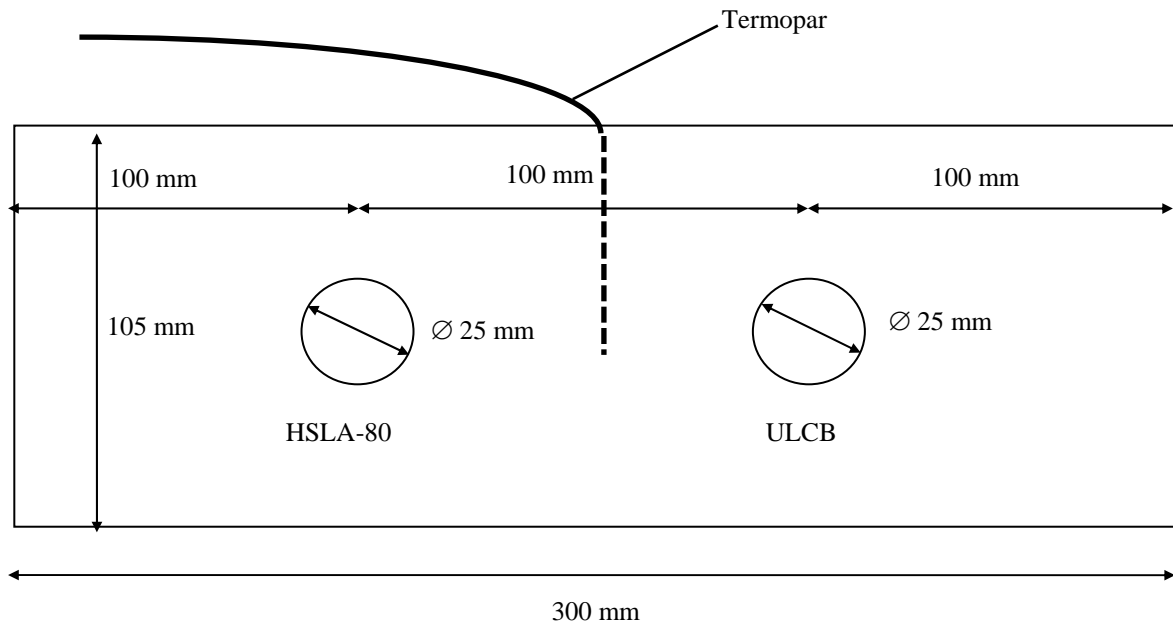


Figura 3.1: Corpo de prova de laminação a quente usado na determinação do tamanho de grão austenítico após esboçamento dos aços HSLA-80 e ULCB.

3.4.2. Corpos de Prova para Determinação das Propriedades Mecânicas

O mesmo princípio foi aplicado aos corpos de prova utilizados nos ensaios de laminação a quente executados para se verificar o efeito das condições de processo sobre as propriedades mecânicas e microestrutura das duas ligas aqui estudadas. Neste caso o dispositivo consistiu basicamente de uma armação soldada feita em aço microligado de alta resistência, a qual mantém agregado um bloquete de aço HSLA-80 e outro de aço ULCB. Após uma série de tentativas com diversas abordagens de dispositivo, chegou-se a uma configuração ideal, a qual é mostrada na Figura 3.2. Ela permitiu que dois bloquetes, um de cada liga estudada, pudessem ser simultaneamente submetidos ao mesmo ensaio de laminação, garantindo-se desse modo a mesma condição

de laminação para os dois aços aqui estudados.

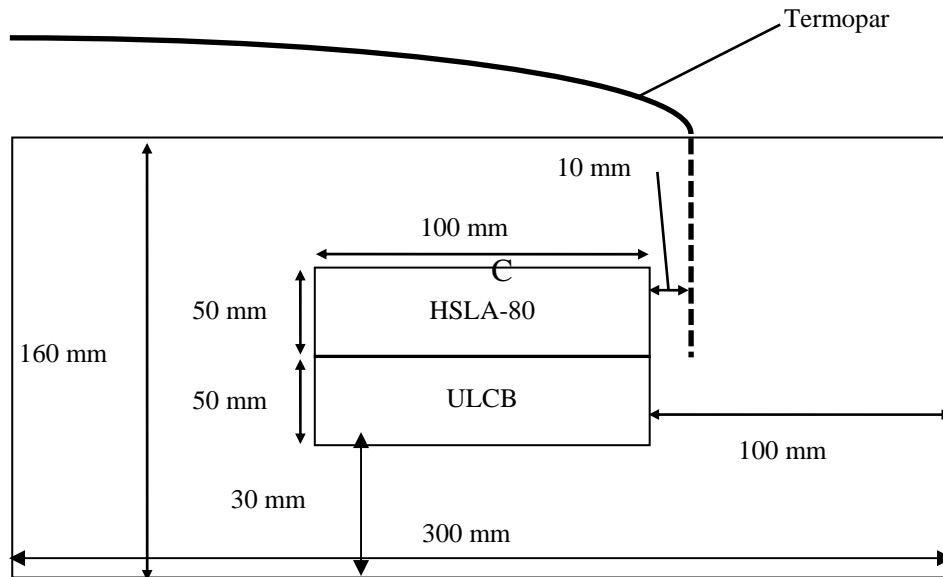


Figura 3.2: Dispositivo utilizado para a laminação a quente simultânea de amostras de aços HSLA-80 e ULCB, com espessura de 42 mm. O desenho não se encontra em escala.

3.5. Ensaio de Laminação a Quente

Os ensaios de laminação a quente foram executados no laminador piloto do Centro de Pesquisas da USIMINAS, marca Ono-Roll, com 300 mm de largura útil de mesa, carga máxima de laminação igual a 250 t e torque máximo de 5 t.m.

Os ensaios de laminação a quente aplicados representaram, na verdade, tratamentos termomecânicos ou laminações controladas, uma vez que se controlou a evolução de temperatura a medida que as deformações foram aplicadas. Esses tratamentos se iniciaram com a austenitização dos corpos de prova de laminação; seu aquecimento até a temperatura objetivada levou em média 30 minutos, seguido de um período de encharque de quinze minutos sob a temperatura objetivada. Ao término desse período os corpos de prova eram desenformados e submetidos inicialmente à laminação de esboçamento, realizada sob altas temperaturas, acima de 1050°C. A seguir, a laminação era interrompida, esperando-se que os esboços atingissem a temperatura de 900°C. Nes-

se momento a laminação era retomada, iniciando-se a fase de acabamento. A evolução da temperatura era controlada de forma que o último passe fosse aplicado ao corpo de prova sob a temperatura objetivada de acabamento.

Foram efetuados ensaios com duas temperaturas de austenitização, 1100 ou 1200°C, para se verificar o efeito dessa temperatura sobre as propriedades mecânicas e microestrutura final do produto, que decorrem principalmente da variação nos teores de nióbio solubilizado na austenita [63]. Uma amostra de cada liga foi submetida às mesmas condições de austenitização dos corpos de prova de laminação, sendo temperadas em água imediatamente após o reaquecimento, para possibilitar a determinação posterior do tamanho de grão austenítico inicial.

Os ensaios de laminação a quente foram realizados em três séries. Na primeira objetivou-se verificar o efeito do grau de deformação aplicado sobre as propriedades mecânicas de ambos os aços. As condições de distribuição da deformação entre essas duas fases do tratamento termomecânico podem ser vistas na Tabela 3.2. Já as condições objetivadas nos esquemas de passe em termos de deformação por passe e a correspondente evolução de temperatura estão listadas nas Tabelas 3.3 e 3.4. A temperatura de acabamento foi mantida constante em 750°C para todas as amostras estudadas nesta série.

Numa segunda série de ensaios objetivou-se estudar o efeito da temperatura de acabamento sobre as propriedades mecânicas das duas ligas estudadas. Neste caso, o grau de deformação a quente aplicado foi constante, tendo sido fixado no máximo possível, ou seja, 50% no esboçamento e 67% no acabamento, totalizando deformação global de 83%. Esta condição corresponde ao especificado para os ensaios com designação B-2 e D-2. As temperaturas de reaquecimento testadas foram as mesmas da primeira série (1200 e 1100°C), enquanto que as temperaturas de acabamento aplicadas foram de 700 e 800°C. Note-se que as amostras das séries B-2 e D-2, que foram submetidas ao grau máximo de deformação e à temperatura de acabamento de 750°C, também forneceram subsídios para esta análise. As condições experimentais objetivadas em termos do esquema de passes e evolução da temperatura do corpo de prova estão listadas na Tabela 3.5.

Tabela 3.2: Distribuições de deformação entre as fases de esboçamento e acabamento utilizadas na série de laminações piloto. As distribuições de deformação relativas às séries E e F são idênticas às condições B-2 e D-2, respectivamente.

Parâmetros		A		B		C		D	
		1	2	1	2	1	2	1	2
Temperatura de Reaquecimento [°C]		1200		1200		1100		1100	
Deformação no Esboçamento	Real	0,36		0,69		0,36		0,69	
	Nominal [%]	30		50		30		50	
Deformação no Acabamento	Real	0,51	1,10	0,51	1,10	0,51	1,10	0,51	1,10
	Nominal [%]	40	67	40	67	40	67	40	67
Deformação Total	Real	0,86	1,46	1,20	1,79	0,86	1,46	1,20	1,79
	Nominal [%]	58	77	70	83	58	77	70	83
Espessura Final [mm]		17,6	9,8	12,6	7,0	17,6	9,8	12,6	7,0

Tabela 3.3: Condições objetivadas a serem aplicadas nos esquemas de passes A e B em termos da deformação por passe e evolução de temperatura. Espessura inicial do corpo de prova igual a 42 mm; temperatura de reaquecimento igual a 1200°C; temperatura de acabamento igual a 750°C.

A			B		
1	2	Todos	1	2	Todos
h [mm]		T [°C]	h [mm]		T [°C]
35,0	35,0	1175	34,0	34,0	1175
29,4	29,4	1145	27,0	27,0	1145
Espera			21,0	21,0	1120
24,0	24,0	900	Espera		
21,0	19,0	850	17,0	15,0	900
19,0	13,0	800	14,0	10,0	825
17,6	9,8	750	12,6	7,0	750

Tabela 3.4: Condições objetivadas a serem aplicadas nos esquemas de passes C e D em termos da deformação por passe e evolução de temperatura. Espessura inicial do corpo de prova igual a 42 mm; temperatura de reauecimento igual a 1100°C; temperatura de acabamento igual a 750°C.

C			D		
1	2	Todos	1	2	Todos
h [mm]		T [°C]	h [mm]		T [°C]
35,0	35,0	1075	34,0	34,0	1075
29,4	29,4	1045	27,0	27,0	1045
Espera			21,0	21,0	1020
24,0	24,0	900	Espera		
21,0	19,0	850	17,0	15,0	900
19,0	13,0	800	14,0	10,0	825
17,6	9,8	750	12,6	7,0	750

Tabela 3.5: Condições objetivadas a serem aplicadas nos esquemas de passes E e F em termos da deformação por passe e evolução de temperatura. Espessura inicial do corpo de prova igual a 42 mm.

E			F	
T _{req}	1200°C		1100°C	
	1	2	1	2
h [mm]	T [°C]	T [°C]	T [°C]	T [°C]
34,0	1075	1075	1175	1175
27,0	1045	1045	1145	1145
21,0	1020	1020	1120	1120
	Espera		Espera	
15,0	900	900	900	900
10,0	850	800	850	800
7,0	800	700	800	700

A terceira série de ensaios teve como objetivo determinar o efeito da laminação de esboçamento sobre o tamanho de grão austenítico do material. Os parâmetros dos ensaios de laminação são os mesmos constantes nas Tabelas 3.2 a 3.4, ressalvando-se que imediatamente após a fase de esboçamento a laminação era interrompida e o corpo de prova era prontamente temperado em água, para permitir a posterior determinação do tamanho de grão austenítico. O código dessas amostras tem como último dígito o algarismo três.

A evolução de temperatura durante os ensaios de laminação a quente foi monitorada através de um termo-par de cromel-alumel, envolto numa proteção de aço inoxidável, com diâmetro de 3,0 mm. A evolução da temperatura ao longo do tempo foi monitorada graficamente num registrador YOKOGAWA LR 4110. Também estava disponível um pirômetro de contato Land para garantir a medição de temperatura caso houvesse ruptura imprevista do termopar durante o ensaio de laminação.

Em todos os ensaios a velocidade nominal dos cilindros de laminação foi mantida em 34 rpm. Uma vez que eles possuem raio de 200 mm, sua velocidade periférica foi igual a 0,71 m/s.

3.6. Usinagem dos Corpos de Prova para Análise Metalográfica e Ensaio Mecânicos

A partir dos bloquetes laminados obtidos foram usinados corpos de prova para ensaios de tração, na direção longitudinal, e para ensaios de impacto Charpy, na direção transversal, conforme mostrado esquematicamente na Figura 3.3. Todos os corpos de prova foram do tipo reduzido (*sub-size*), conforme as especificações da norma ASTM A-370 [64]; os desenhos dos corpos de prova de tração estão mostrados na Figura 3.4, enquanto que os corpos de prova de impacto Charpy estão mostrados na Figura 3.5. A espessura de 5,0 mm usada nesses corpos de prova decorreu da necessidade de se remover a camada oxidada e descarbonetada das amostras laminadas a quente ou envelhecidas e corrigir eventuais empenamentos. Essa camada foi igualmente removida nas faces superior e inferior da amostra. O comprimento útil de 25 mm dos corpos de prova de tração foi dividido em cinco seções de 5,0 mm cada para se proceder à determinação do alongamento total após ruptura, conforme estabelecido na norma ABNT NBR-6673 [65].

3.7. Ensaio de Envelhecimento

Foram efetuados ensaios preliminares para se determinar a resposta ao envelhecimento dos dois tipos de aço aqui estudados. Esta etapa foi fundamental para o estudo do aço HSLA-80, endurecível por precipitação de cobre, pois desse modo pode-se determinar as melhores condições de envelhecimento que deveriam ser aplicadas.

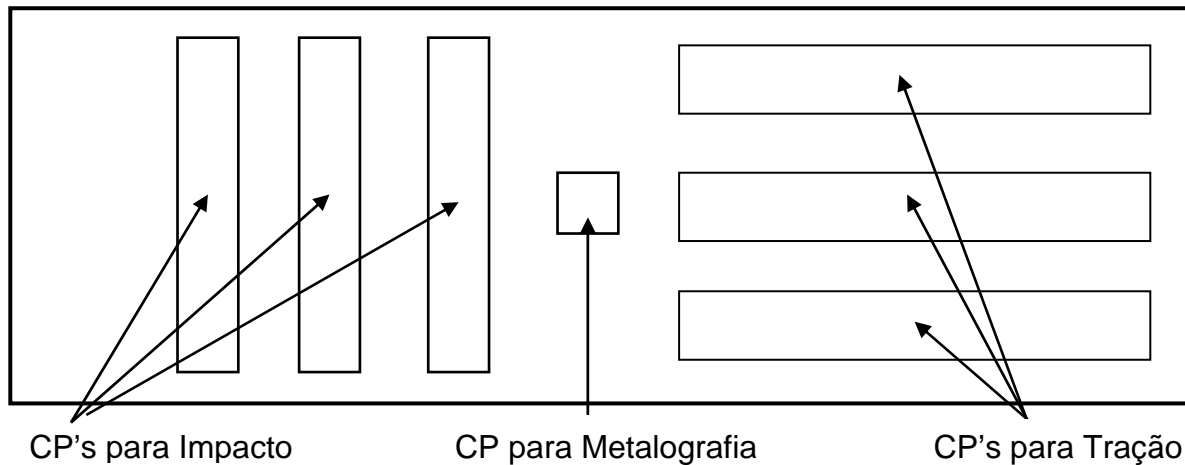


Figura 3.3: Esquema da retirada dos corpos de prova para os ensaios mecânicos e metalográficos.

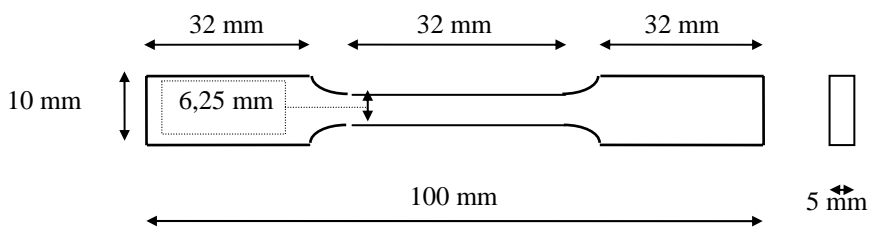


Figura 3.4: Dimensões do corpo de prova reduzido de tração, conforme norma ASTM A-370 [64].

Para tanto foram usinadas, a partir das barras desbastadas, amostras de ambas as ligas com dimensões de 10 x 15 x 7 mm. Elas foram envelhecidas a 500, 600 e 700°C durante 5, 15, 30, 60 e 120 minutos. Uma vez que haviam ensaios com tempos de envelhecimento muito baixos (5 e 15 minutos), houve a necessidade de se efetuar esse tratamento num meio com alta velocidade de

aquecimento, minimizando a inércia térmica da amostra. Por tal razão, o envelhecimento foi feito num banho de estanho fundido, aquecido num forno com resistências elétricas, no Laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da UNICAMP. A temperatura do banho foi controlada utilizando-se um termopar imerso de cromel-alumel protegido por uma bainha de aço inoxidável, com diâmetro de 1,5 mm. O resfriamento das amostras foi feito sob ar calmo.

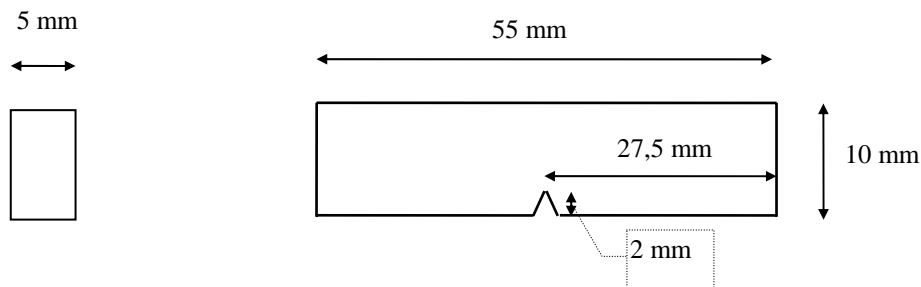


Figura 3.5: Dimensões do corpo de prova reduzido para ensaio de impacto Charpy, conforme norma ASTM A370 [64].

Análises químicas por microsonda das amostras envelhecidas na condição mais crítica (120 minutos a 700°C), efetuada no Laboratório de Materiais da Gerência de Pesquisa da COSIPA, mostrou que não houve difusão do estanho para o interior das amostras. Isto viabilizou o uso do banho de estanho como meio de aquecimento para os tratamentos térmicos de envelhecimento.

O grau de alteração na dureza das amostras proporcionado pelos tratamentos de envelhecimento foi determinado através da medição da dureza Vickers das amostras tratadas, sob carga de 5 kg.

Os resultados da resposta de dureza do aço HSLA-80 ao envelhecimento, que serão descritos mais detalhadamente no próximo capítulo, revelaram que o tratamento de envelhecimento otimizado deve consistir no aquecimento das amostras a 600°C por uma hora. Assim sendo, os corpos de prova de tração e impacto do aço HSLA-80 foram envelhecidos numa mufla do Centro de Testes da Gerência de Laboratórios da COSIPA. Para se evitar oxidação e decarbonetação superficiais, as amostras foram colocadas numa caixa de aço preenchida com moinha de coque previamente seca. Um exame metalográfico de amostras de controle, feitas de aço HSLA-80, re-

velou que não ocorreu qualquer modificação superficial na amostra.

4.8. Análise Metalográfica

3.8.1. Introdução

As amostras para análise metalográfica foram retiradas da região central das amostras laminadas e resfriadas ao ar de cada aço, conforme mostra a Figura 3.3. A seguir elas foram preparadas para a análise metalográfica através de corte, embutimento com baquelite, lixamento na seqüência #120, #220, #320, #400 e #600, polimento em pasta de diamante com granulometria de 6 e 3 μm e em pasta de alumina com granulometria de 0,3 μm , sucessivamente. O microscópio óptico utilizado foi da marca CARL ZEISS, modelo AXIOPHOT, pertencente à Gerência de Pesquisas da Companhia Siderúrgica Paulista - COSIPA.

A análise metalográfica foi efetuada na seção transversal dos corpos de prova. Dada a importância do grau de refino da austenita no desenvolvimento da microestrutura final [4,9,39,41] foram determinados os tamanhos de grão austeníticos após reaquecimento e esboçamento. Estes procedimentos visaram quantificar a influência dos parâmetros do ensaio de laminação sobre a microestrutura.

4.8.1. Análise da Microestrutura Final

A revelação da microestrutura final dos laminados foi feita utilizando-se ataque de Nital 5%, ou seja, 5 ml de ácido nítrico em 95 ml de álcool etílico. O ataque foi feito por imersão, sob tempos da ordem de 5 segundos.

3.8.2. Determinação do Tamanho de Grão Austenítico

Para o delineamento dos contornos de grão austeníticos nas amostras temperadas em água utilizou-se um reativo composto de 2 g de cloreto férrico mais 2 g de ácido pícrico diluídos em 100 ml água destilada.

O procedimento para o ataque consistiu em se recobrir a amostra previamente polida com uma película de agente molhante neutro, designado comercialmente como *Teepol*. Usou-se aqui o detergente *Limpol*. Em seguida aplicou-se o reativo impregnado em um chumaço de algodão, o qual era esfregado nos corpos de prova durante aproximadamente 75 s. Após o ataque as amostras eram lavadas em água e secas.

Utilizou-se o método de Hilliard para a determinação do tamanho de grão austenítico, de acordo com a norma ASTM E-112 [66]. Ele consiste na superposição de uma linha teste, na forma de uma circunferência de comprimento conhecido, sobre a imagem da superfície a ser medida e contagem das intersecções dos contornos de grão com o círculo. A partir desses dados o tamanho de grão pode ser calculado pela fórmula

$$\bar{d}_\gamma = \frac{L_T}{P_1 M} \quad (3.1)$$

onde: d_γ = diâmetro médio do grão austenítico;

L_T = comprimento total da Linha Teste;

P_1 = número de intersecções da Linha Teste com o contorno de grão;

M = aumento.

A imagem da microestrutura obtida no microscópio foi projetada sobre um anteparo translúcido, sobre o qual estava afixado a linha-teste, na forma de uma circunferência. Ela tinha um raio de 45 mm, resultando num comprimento total de linha teste igual a 282744 μm . O aumento que foi aplicado em cada amostra foi selecionado de forma que se obtivesse pelo menos 35 intersecções por aplicação da linha teste.

A precisão do tamanho de grão obtido a partir de várias medidas foi calculada a partir da fórmula abaixo [67], com 95% de confiança:

$$p = \frac{200\sigma}{\bar{d}\sqrt{n}} \quad (3.2)$$

onde: p = precisão percentual obtida;
 σ = desvio-padrão da amostra;
 \bar{d} = média da amostra;
 n = número de medidas.

Por outro lado, o número total de medidas que devem ser efetuadas para se obter um determinado grau de precisão com o mesmo nível de confiança de 95% é dado pela equação

$$n_r = \frac{200\sigma}{p_r \bar{d}} \quad (3.3)$$

onde: n_r = número de medidas requerido;
 p_r = precisão percentual requerida.

Adotou-se neste trabalho a precisão mínima de 5% de desvio do valor médio. Ou seja, para cada amostra foram feitas n_r medidas para que o desvio do valor da média do tamanho de grão encontrado fosse de, no máximo, 5%. Esse valor foi escolhido de forma a garantir um grau de precisão relativamente alto a partir da contagem de um número factível de campos metalográficos.

4.9. Ensaios Mecânicos

3.9.1. Dureza Vickers

A dureza das diversas amostras foi medida através da escala Vickers, sob carga de 5 kg, utilizando-se um durômetro Akashi modelo AVK. As superfícies das amostras foram retificadas e polidas previamente à medição. Foram determinados dez pontos para cada amostra, ao longo da diagonal da face maior. Procurou-se desse modo minimizar a influência de eventuais segregações

e/ou orientações existentes no material. Este ensaio foi efetuado de acordo com a Norma ASTM E-384 [68].

Procedeu-se ao ensaio posicionando-se primeiramente a máquina sobre o local que teria sua dureza medida. A seguir era aplicado um penetrador piramidal de diamante para dureza Vickers com uma carga de 5 kg sobre o ponto previamente selecionado, durante 20 segundos. A seguir o penetrador era removido e as diagonais da impressão piramidal na amostra eram medidas com auxílio de um retículo, usando-se aumento de 100 vezes. A partir dos valores das diagonais era calculada a dureza Vickers de acordo com a fórmula

$$HV = 1,844 \frac{P_v}{\bar{d}_v} \quad (3.4)$$

onde: HV = dureza Vickers;

P_v = carga utilizada, em quilogramas;

\bar{d}_v = média das diagonais medidas, em μm .

3.9.2. Ensaio de Tração

Os corpos de prova de aço HSLA-80 (envelhecido) e ULCB (como laminado) foram submetidos a ensaio de tração, de acordo com o especificado na norma ASTM A370 [64]. Tais ensaios de tração foram efetuados no Laboratório de Materiais da Gerência de Pesquisa da COSIPA, numa máquina MTS - Sintech 20G, utilizando-se extensômetro com abertura de 25 mm, com capacidade máxima e célula de carga de 10 t. A velocidade de deslocamento do cabeçote foi igual a 1,0 mm/min, o que resultou numa velocidade de deformação de aproximadamente $6,7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Os resultados obtidos no ensaio, em termos de carga e alongamento, foram registrados em disquete. Foram realizados três ensaios de tração para cada amostra, a fim de se maximizar a confiabilidade nos resultados obtidos.

Os parâmetros determinados a partir deste ensaio neste trabalho foram: limite de escoamento a 0,2% de alongamento, limite de resistência e alongamento total. Calculou-se adicionalmente

a razão elástica, ou seja, a razão limite de escoamento/limite de resistência. A determinação destas propriedades é fundamental para se analisar o efeito das variáveis do ensaio de laminação a quente sobre as características mecânicas do material, bem como verificar quais amostras atenderam aos requisitos mecânicos típicos das ligas HSLA-80.

3.9.3. Ensaio de Impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy foram executados no Centro de Testes da Gerência de Laboratórios da COSIPA, também de acordo com o especificado na norma ASTM A370 [64]. Os corpos de prova foram previamente resfriados a $-20\pm 1^{\circ}\text{C}$ através da sua imersão em álcool etílico contido num recipiente isotérmico de parede dupla. Sua refrigeração ocorreu através da circulação controlada de nitrogênio líquido no espaço entre as duas paredes. Os corpos de prova permaneceram durante pelo menos quinze minutos neste meio de resfriamento. Uma vez retirados do recipiente isotérmico, os corpos de prova foram imediatamente ensaiados numa máquina pendular Shimadzu com carga máxima de 30 kg.m.

A determinação da energia absorvida durante o ensaio Charpy executado a -20°C permite caracterizar o efeito das variáveis do ensaio de laminação controlada a quente sobre a tenacidade do material. Contudo, uma comparação entre os resultados obtidos e os requisitos especificados dessa propriedade pela norma referente ao aço HSLA-80 [6] fica prejudicada em função das dimensões reduzidas do corpo de prova, razão pela qual se optou por uma análise comparativa.