

AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE MICROESTRUTURAL EM AÇOS COM ALTO ALUMÍNIO E DISTINTAS ADIÇÕES DE CARBONO E NIÓBIO FORJADO A QUENTE *

Mônica Aline Magalhães Gurgel¹
Renato Batista da Cruz²
Ramón Alves Botelho³
Eustáquio de Souza Baêta Júnior⁴
Leonardo Sales Araújo⁵
Luiz Paulo Mendonça Brandão⁶
Andersan dos Santos Paula⁷

Resumo

Os aços passíveis de efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) denominados de aços TRIP surgiram durante o desenvolvimento de aços com a finalidade de satisfazer as exigências da indústria automotiva, devido a seu mecanismo particular de deformação. Este trabalho avalia amostras de aços na condição forjada, em escala laboratorial, de distintas composições químicas com alto teor de alumínio e distintas adições de carbono e nióbio visando a produção de uma liga susceptível ao efeito TRIP, via microscopia óptica e análises de difração de raios X (DRX), a fim de verificar a homogeneidade e as fases presentes na microestrutura. Por meio das análises obteve resultados satisfatórios para as condições de alto e baixo carbono com adição de nióbio (A1 e B1).

Palavras-chave: Aços TRIP; Caracterização microestrutural; DRX.

EVALUATION OF MICROSTRUCTURAL HOMOGENEITY IN HOT FORGED HIGH ALUMINUM STEELS WITH DIFFERENT ADDITIONS OF CARBON AND NIOBIUM

Abstract

TRIP (Transformation Induced Plasticity) steels known as TRIP steels arose during the development of steels in order to meet the requirements of the automotive industry due to their particular deformation mechanism. This work evaluates steels samples hot forged in condition laboratory of different chemical compositions with high aluminum content and different additions of carbon and niobium aiming the production of an alloy susceptible to the TRIP effect, via optical microscopy and X-Ray diffraction (XRD) analysis in order to verify the homogeneity and the phases present in the microstructure. By means of the analyzes, it obtained satisfactory results for high and low carbon conditions with addition of niobium (A1 and B1).

Keywords: Steel TRIP; Microstructural characterization; XRD.

¹ Eng^a Metalúrgica, M.Sc., Doutoranda em Ciência dos Materiais, PGCM, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Eng. de Materiais, M.Sc., Doutorando em Ciência dos Materiais, PGCM, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Eng. de Materiais, M.Sc., Doutor em Ciência dos Materiais, PGCM, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Eng. Metalúrgico, M.Sc., Doutorando em Ciência dos Materiais, PGCM, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Eng. Metalúrgico, D.Sc., Professor Adjunto da UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁶ Eng. Metalúrgica, D.Sc., Professor Titular do PGCM e da Graduação, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁷ Eng^a Metalúrgica, D.Sc., Professora Associada do PGCM e da Graduação, SE-4, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços com transformação de fase martensítica induzida por deformação (TRIP) devido apresentarem alta resistência, ductilidade superior e boa resistência ao choque, quando comparados a outros aços da mesma classe (AHSS) são potenciais candidatos para aplicações automotivas [1,2]. Assim o efeito TRIP como um mecanismo particular de deformação constitui um dos aspectos chave do processamento destes materiais. O efeito TRIP ocorre devido a austenita metaestável presente na temperatura ambiente se transformar em martensita devido a aplicação de alguma deformação no material. Essa transformação constitui um mecanismo de endurecimento por deformação que evita a ocorrência de deformações localizadas, aumentando o alongamento uniforme e a taxa de encruamento resultando em uma maior absorção de energia durante o impacto. Além das características citadas anteriormente esse tipo de aço permite produzir peças de estampagem profunda com espessuras menores, ou seja, possibilita confeccionar peças finas, resistentes e leves [3]. A microestrutura presente nos aços TRIP é complexa por apresentar ferrita, bainita, martensita e uma considerável fração de austenita retida. Essa austenita retida é responsável pelo efeito TRIP o que promove a combinação atraente de resistência e alongamento.

Assim, com os diversos resultados promissores obtidos desde o início da década de 90 em várias pesquisas [4-10] sobre o efeito TRIP em distintas composições químicas fez com que pesquisadores avaliassem também a substituições de elementos. A adição de Si e / ou Al nesses aços retarda a precipitação de carbonetos durante a formação da bainita, de tal modo que bainita livre de carbonetos são formadas, conseqüentemente ocorre um enriquecimento de carbono na austenita remanescente, levando a uma alta estabilidade da austenita, que pode ser retida à temperatura ambiente. Sabe-se que as propriedades mecânicas dos aços TRIP tem grande influência da quantidade e estabilidade da austenita retida presente [11,12]. Se essa austenita tiver pouca estabilidade, transforma em martensita mais rapidamente durante a deformação e não contribui para uma melhora no alongamento. Por outro lado, uma estabilidade muito maior resulta na transformação incompleta da austenita em martensita após a deformação e também não leva a um aumento do alongamento [13]. Alguns estudos sobre aços TRIP microligados com Nb sugerem que a adição de Nb pode influenciar a estabilidade da austenita retida e, portanto, as propriedades mecânicas dos aços TRIP [14,15]. Chatterjee (2006), em um trabalho com base em simulações computacionais, propôs substituir o silício por alumínio, como uma forma de maximizar a fração de austenita retida e melhorar a qualidade superficial das chapas. O alumínio possibilitou a formação de uma liga com microestrutura completamente diferente, já que continha ferrita delta (δ). Esta diferença foi atribuída a presença de alumínio, pois possui a capacidade de estabilizar a ferrita δ , sendo denominada a liga com essas características de δ -TRIP [16].

Assim sendo, o material em estudo foi elaborado com alto teor de alumínio com o intuito de verificar a possibilidade de obter ferrita delta em sua microestrutura, uma adição de nióbio para observar sua contribuição em relação as propriedades devido favorecer a estabilidade da austenita retida, além de uma variação no teor de carbono. A escolha das composições foi baseada no trabalho de Jung [17] e em simulações no Thermo-Calc realizadas por Botelho (2018), autor do trabalho que desenvolveu as ligas em estudo. Botelho almeja como produto final uma liga passível de efeito TRIP com possibilidade de aplicação na indústria automobilística devido suas características microestruturais e propriedades mecânicas [18].

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais e Métodos

Os materiais utilizados nesse trabalho são aços em desenvolvimento com alto teor de alumínio, distintas quantidades de carbono e adição de nióbio. A nomenclatura utilizada baseia-se na composição onde A para alto e B para baixo carbono, 1 e 0 para adição ou não de nióbio, respectivamente. As amostras estão na condição de forjadas entre as temperaturas de 900 e 1200 °C pelo método de martelamento.

Na tabela 1 são apresentadas as composições químicas das ligas em estudo.

Tabela 1. Composições das ligas em estudo.

| Ligas | %C | %Mn | %Al | %Cr | %Si | %Nb |
|-------|------|------|------|------|------|------|
| B0 | 0,20 | 0,50 | 5,60 | 0,10 | 0,20 | 0,00 |
| B1 | 0,20 | 0,50 | 5,60 | 0,10 | 0,20 | 0,60 |
| A0 | 0,45 | 0,50 | 5,60 | 0,10 | 0,20 | 0,00 |
| A1 | 0,45 | 0,50 | 5,60 | 0,10 | 0,20 | 0,60 |

Nas amostras foram feitas análises via microscopia óptica para verificar a homogeneidade e características da microestrutura, além de ensaios de difração de raios X a fim de identificar as fases associadas a matriz e se possível os precipitados presentes no material nas distintas composições químicas. Para a realização desse estudo as amostras foram cortadas de forma analisar o plano da espessura na direção de laminação (DL), as dimensões das amostras são: A1: 21 x 12 mm; A0: 25 x 18 mm; B1: 21 x 13 mm; B0: 16 x 12 mm (DL x DN). Embutidas em seguida lixadas em uma lixadeira/politriz giratória com lixas d'água de carbetto de silício (220 a 2000 Mesh) e posteriormente foi realizado polimento mecânico com alumina (1 µm, 0,3 µm e 0,05 µm) utilizando água destilada como lubrificante. No ataque para revelar a microestrutura utilizou-se a solução de Nital 5%.

Para avaliação de fases submeteu-se estas mesmas amostras à difração de raios X utilizando um difratômetro modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical, com o software Data Colector – Absolute Scan. Foi adotada a configuração foco linha para a obtenção dos difratogramas, Tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 45 mA, respectivamente, filtro de ferro e o tubo de cobalto. Os parâmetros de medida para cada amostra foram ângulos iniciais e finais de 47° a 100°, tamanho do passo de 0,020°, tempo por passo de 300 s, o que levou a um tempo total de análise de aproximadamente 50 minutos para cada amostra. De acordo com as fendas utilizadas a estimativa da área da amostra irradiada pelo feixe de raios X incidente é 117 mm², sendo menor que a área total de todas as amostras avaliadas e assim, a intensidade dos picos pode ter relação comparativa para a quantificação de fase. Para a identificação dos picos difratados referente ao material fez-se análise qualitativa das fases cristalinas presentes através da comparação do ângulo de difração de Bragg, distância interplanar e da intensidade relativa dos principais picos, com as fichas do banco de dados JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

2.2 Resultados e Discussão

Após a preparação metalográfica verificou-se a homogeneidade da microestrutura de cada amostra. As amostras que não possuíam adição de nióbio, A0 e B0, apresentaram uma grande distinção da macroestrutura sendo observada sem auxílio

de microscópio, após o ataque com Nital (Figura 1a,b). Já para as amostras A1 e B1 isso não foi verificado (Figura 1c,d). Na Figura 1 é mostrado o aspecto macro das amostras em estudo. Com o intuito de verificar a microestrutura presente em cada amostra fez-se análise via microscopia óptica das distintas composições química, como apresentado nas Figuras de 2 a 5.

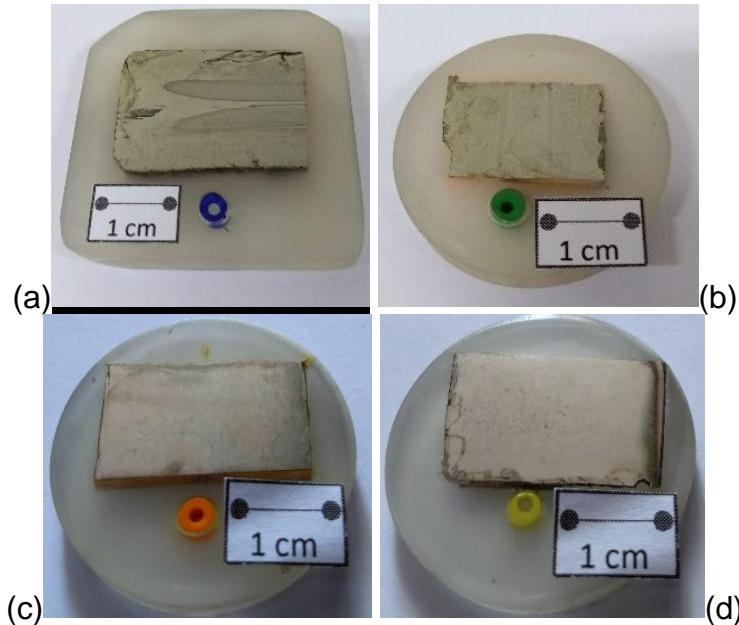
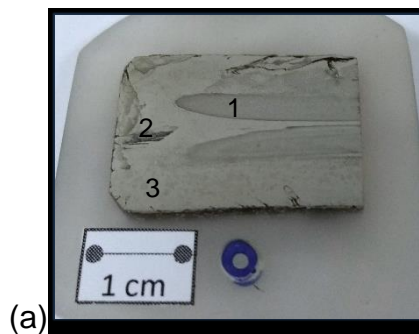


Figura 1. Macrografias das amostras das ligas (DL): (a) A0; (b) B0; (c) A1; (d) B1.

Na Figura 2 tem-se a amostra A0 na condição forjada, onde pode comprovar a distinção do aspecto microestrutural, ou seja, uma microestrutura bem heterogênea principalmente quanto ao tamanho de grão. A região 1, mais escura (Figura 2a), apresenta a microestrutura com grãos claros e escuros bem distribuídos (Figura 2b,e), ao analisar essa microestrutura possivelmente se trata de uma matriz ferrítica com grãos de perlita devido a característica lamelar no interior desses grãos observada no maior aumento (Figura 2e). A região 2, bem claras (Figura 2a), possuem uma microestrutura bem grosseira com a presença de distintos precipitados no interior dos grãos sendo a maioria com aspecto agulhado, além de uma segunda fase precipitada no contorno dos grãos (Figura 2c,f). Já a região 3 com uma tonalidade cinza (Figura 2a), possui a microestrutura mais refinada com aspecto agulhado e arredondado, como mostra a Figura 2d e 2g.



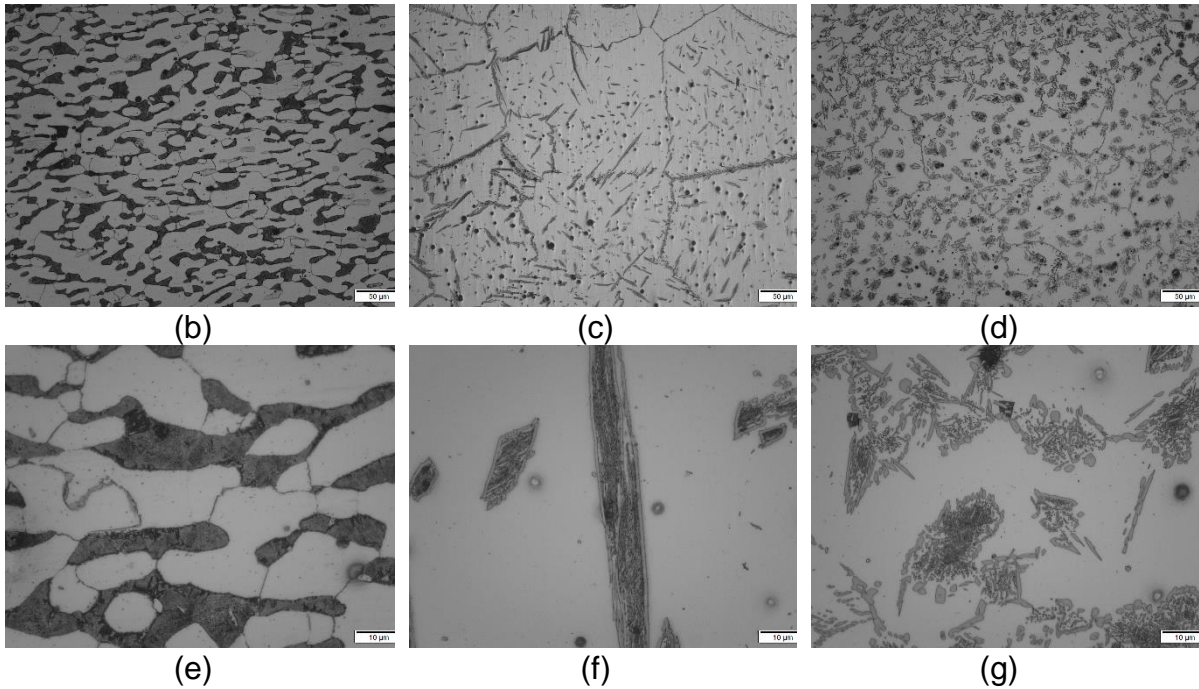
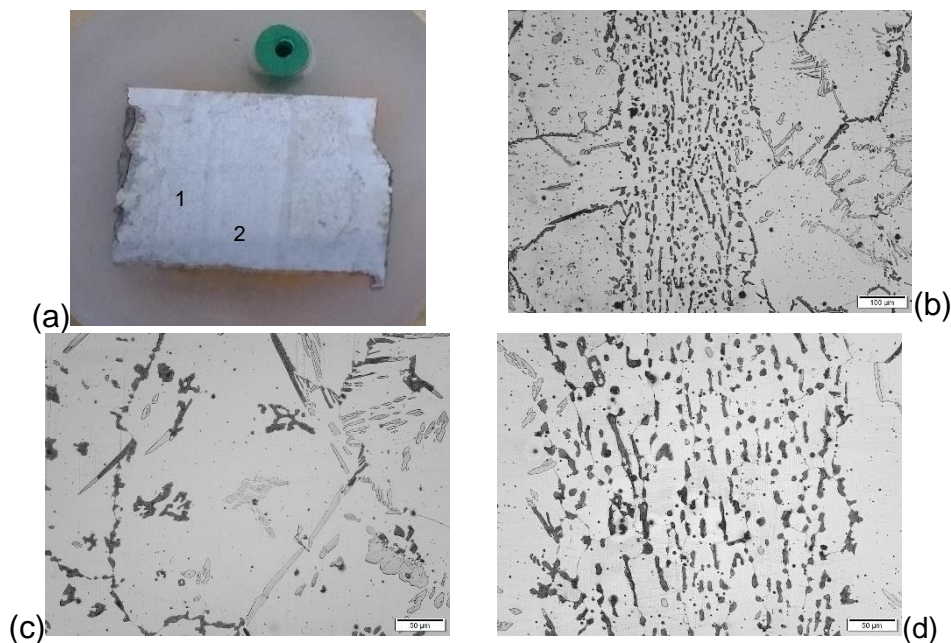


Figura 2. Amostra forjada A0, (a) Macrografia; (b), (c), (d) aumento de 100x; (e), (f), (g) aumento de 500x, DL em distintos pontos da espessura.

Na Figura 3 é apresentada a amostra B0, onde também evidencia a heterogeneidade na microestrutura da amostra (Figura 3a). A região 1, mais clara (Figura 3a), apresenta grãos grosseiros com precipitados na região de contorno, além de precipitados no interior do grão (Figura 3c,e) semelhante a região 2 da amostra A0 (Figura 2c,f). Já a região 2, mais escura (Figura 3a) possui uma microestrutura refinada possivelmente de uma matriz ferrítica com grão de perlita, devido apresentar aspecto lamelar (Figura 3d,f).



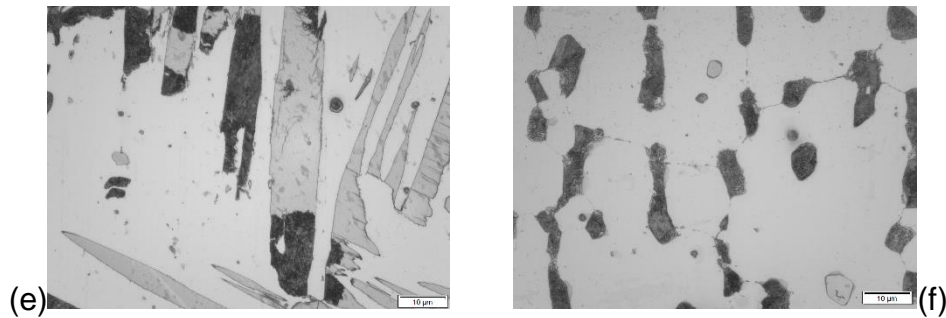


Figura 3. Amostra forjada B0, (a) Macrografia; (b) transição entre as distintas regiões; (c), (d) aumento de 100x; (e), (f) aumento de 500x, DL em distintos pontos da espessura.

Na Figura 4 tem-se a amostra A1 que apresenta uma microestrutura mais homogênea, aparentemente mais alinhada, provavelmente de uma matriz ferrítica com grãos de perlita.

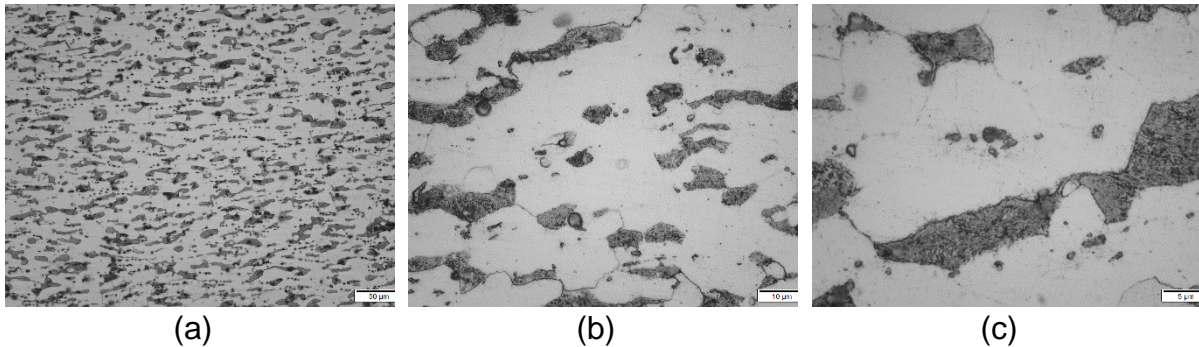


Figura 4. Amostra forjada A1, (a) 100x; (b) 500x; (c) 1000x, DL.

Na amostra B1 (Figura 5) também observa uma microestrutura homogênea com o mesmo aspecto da amostra A1 (Figura 4) e possivelmente as mesmas fases presentes, uma matriz ferrítica com grãos de perlita, porém há uma distinção quanto ao tamanho dos grão onde nessa amostra (Figura 5a) tem-se grãos grosseiros em relação a amostra A1 que possui grãos refinados (Figura 4a).

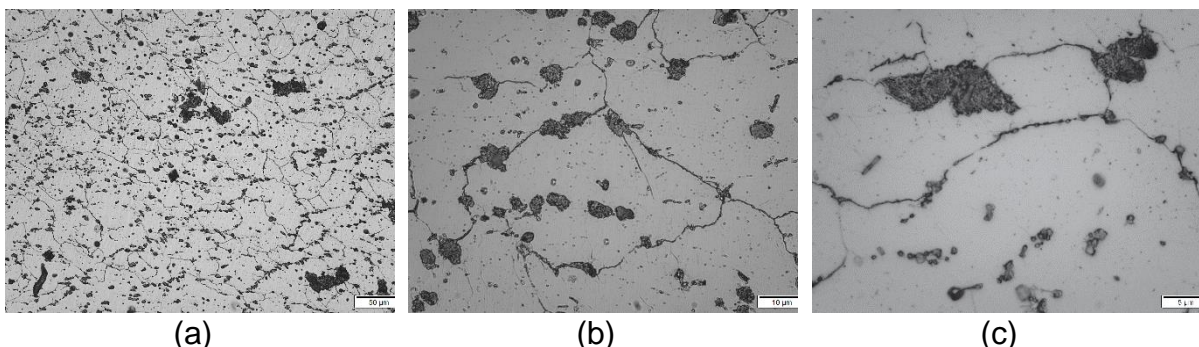


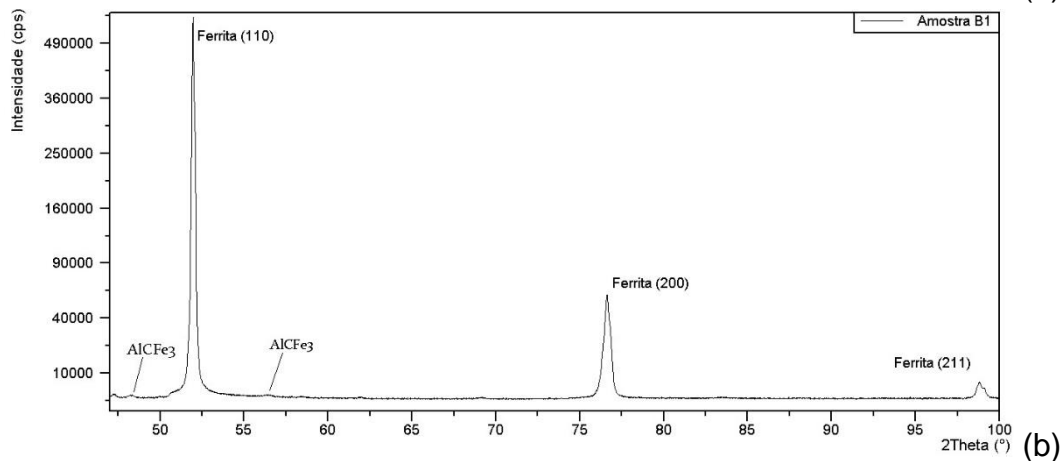
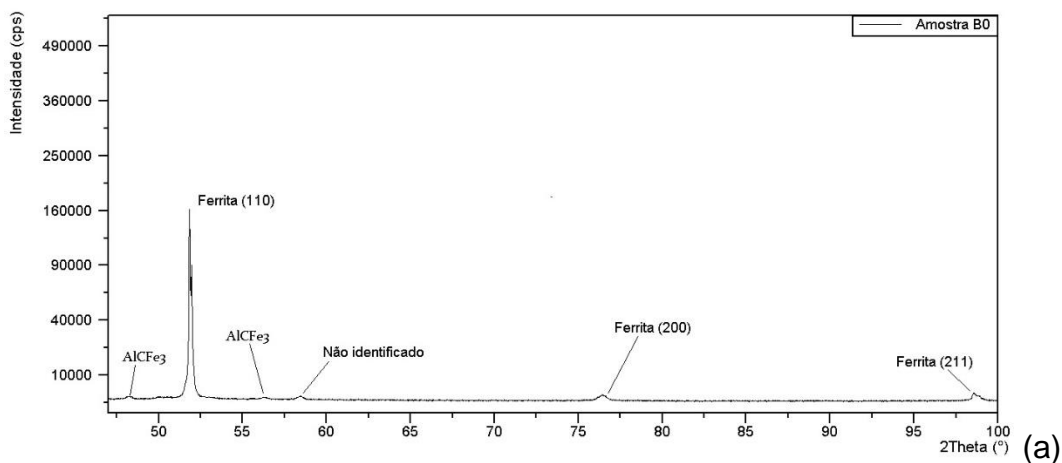
Figura 5. Amostra forjada B1, (a) 100x; (b) 500x; (c) 1000x, DL.

Portanto, apesar da heterogeneidade das amostras A0 e B0, todas as amostras apresentaram regiões com o mesmo aspecto microestrutural possivelmente de uma matriz ferrítica com a presença de perlita. Nas amostras A0 e B0 as regiões diferenciadas, que não estão presentes na amostra A1 e B1, possui semelhança na morfologia dos grãos, onde observa precipitados de uma segunda fase nos contornos

de grãos, além de distintos precipitados no interior do grão com aspectos tanto circular quanto agulhado. Esses precipitados devem ser melhor avaliados em uma futura caracterização via microscopia eletrônica de varredura.

Como citado acima em todas as amostras tem-se regiões com aspecto de matriz ferrítica, porém ainda não é possível afirmar se são ferrita δ ou α somente pelo aspecto microestrutural observado.

A partir das análises de DRX foram obtidas os difratogramas apresentados na Figura 6. Todas as amostras apresentam picos de ferrita (Figura 6) característicos de sua estrutura cúbica cuja suas posições estão aproximadamente a 2theta de 51° (110)F, 76° (200)F e 98° (211)F correspondente a identificação da ficha JCPDS 00-006-0696. Já os picos que se apresentam nas posições de 2theta de 48° e 56°, mais evidentes nas amostras A0 e A1 (Figura 6c,d) foram identificados pela ficha JCPDS 03-065-0543 referente a um composto de Alumínio, carbono e ferro ($AlCFe_3$) que possui uma estrutura cúbica de corpo centrado.



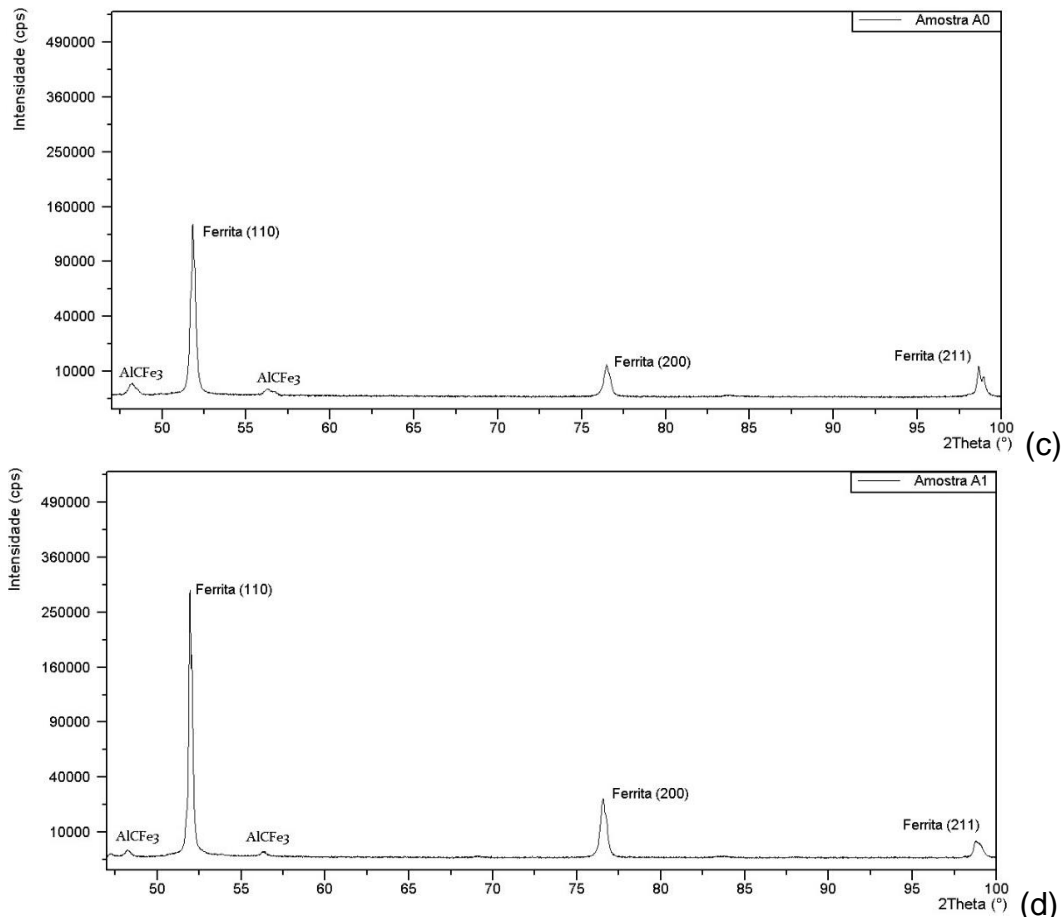


Figura 6. Difratomogramas (a) Amostra B0; (b) Amostra B1; (c) Amostra A0; (d) Amostra A1.

Portanto as análises de raios x confirma que a matriz observada nas micrografias (Figura 2 a 5) de todas as composições químicas é realmente ferrita devido os picos presentes serem característicos dessa fase como identificados em cada difratograma (Figura 6).

Ao se fazer uma avaliação quanto a posição e a intensidade de cada pico (Tabela 2), pode-se inferir que a variação da composição química de cada amostra resultou em alguma influência na composição da solução sólida da ferrita e, conseqüentemente na fração de ferrita presente, pois ao observar as posições de 2θ de cada amostra. Verificasse que ocorreu uma variação nos valores de 2θ resultante da variação do parâmetro de rede, devido a presença dos elementos de liga adicionados na rede cristalina das amostras. Já a intensidade dos picos pode ter relação comparativa com a quantificação de fase, ao observar a Tabela 2 a amostra B1 apresentou maior retenção de ferrita, visto que a área irradiada pelo feixe de raios X incidente é a mesma em todas as amostras avaliadas.

Tabela 2. Intensidades dos picos e posição 2 θ .

| Plano | Amostra | Intensidade (cps) | 2 θ |
|-------|---------|-------------------|------------|
| 110 | B1 | 546374,3 | 51,95 |
| | A1 | 284192,7 | 51,95 |
| | B0 | 152951,8 | 51,84 |
| | A0 | 131027,2 | 51,83 |
| 200 | B1 | 55017,8 | 76,62 |
| | A1 | 22308,5 | 76,56 |
| | B0 | 1053,7 | 76,44 |
| | A0 | 9255,8 | 76,48 |
| 211 | B1 | 3851,7 | 98,81 |
| | A1 | 3691,1 | 98,83 |
| | B0 | 909,8 | 98,56 |
| | A0 | 5951,8 | 98,65 |

3 CONCLUSÃO

Os resultados das análises realizadas nas ligas em estudo permitem concluir que o forjamento a quente imposto foi mais efetivo para as amostras das ligas A1 e B1, pois estas possuem maior homogeneidade da microestrutura, visto que as amostras A0 e B0 apresentam regiões bem distintas, ou seja, muita heterogeneidade. As amostras A0 e B0 apresentaram distintos precipitados tanto no interior quanto no contorno do grão, onde é necessária uma análise futura mais detalhada para identificação e diferenciação de cada precipitado. A difração de raios X confirmou a presença de uma matriz ferrítica devido apresentarem os picos característicos dessa fase que é uma estrutura cúbica e estão aproximadamente nas posições de 2Theta de 51° (110), 76° (200) e 98° (211), também identificado pela ficha JCPDS: 00-006-0696. Ao verificar a intensidade dos picos conclui-se que, a amostra B1 e A1 foram as que mais apresentaram retenção de ferrita e que a variação da composição química influenciou a composição da solução sólida da ferrita e conseqüentemente no parâmetro de rede, o que promoveu variações nas posições 2 θ de cada amostra para cada pico. Os picos que se apresentam nas posições de 48° e 56°, mais evidentes nas amostras A0 e A1, foram identificados pela ficha JCPDS 03-065-0543 referente a um composto de Alumínio, carbono e ferro (AlCFe₃) de estrutura cúbica de corpo centrado.

Agradecimentos

Os autores agradecem às instituições pelo apoio prestado na execução do presente trabalho: UFRJ e ForjaRio. A.S.P. agradece a bolsa de produtividade à pesquisa (PQ-2) do CNPq (Processo 307798/2015-1). M.A.M.G, R.B.C, E.S.B.J e R.A.B. agradecem a bolsa de doutorado subsidiada pela CAPES vinculada ao PGCM/SE4-IME.

REFERÊNCIAS

- 1 S. Lee, S.J. Lee, B.C. De Cooman. 'Austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning'. *Scr. Mater.* 2011; 65: 225–228.
- 2 J. Shi, X.J. Sun, M.Q. Wang, W.J. Hui, H. Dong, W.Q. Cao. 'Enhanced work-hardening behavior and mechanical properties in ultrafine-grained steels with large-fractioned metastable austenite'. *Scr. Mater.* 2010; 63: 815–818.
- 3 Abdalla, A. J., Silva, A. P., Hashimoto, T. M., Pereira, M.S. Caracterização mecânica e microestrutural de um aço baixo carbono microligado com estrutura multifásica. *Revista Matéria.* 2008; 13(2): 398 – 404.
- 4 Sugimoto, K. et al. Effects of volume fraction and stability of TRIP – aided Dual – Phase Steels. *ISIJ International.* 1992; 32(12):1311-1318.
- 5 Sugimoto, K. M. Misu, M. Kobayashi and H. Shirasawa. Effects of Second Phase Morphology on Retained Austenite Morphology and Tensile Properties in a TRIP-aided Dual-phase Steel Sheet. *ISIJ International.* 1993; 33 (7): 775-782.
- 6 Hanzaki, A. Z.; Hodgson, P. D. and Yue, S. The Influence of bainite on austenite characteristics in Si-Mn TRIP steels. *ISIJ International.* 1995; 35: 79-85.
- 7 Sugimoto, K. et al. Warm stretch – formability of TRIP – aided Dual Phase sheet steels. *ISIJ International.* 1995; 35(11): 1407-1414.
- 8 Hanzaki, A.Z.; Yue, S. Ferrite formations characteristics in Si – Mn TRIP steel. *ISIJ International.* 1997; 37(6): 583-589.
- 9 Girault, E. et al. Comparison of effects of silicon and aluminium on the tensile behavior of multiphase TRIP – assisted steels. *Scripta Materialia.* 2001; 44: 885-892.
- 10 Bleck, W. Using The TRIP Effect – The dawn of a promising group of cold formable steels. *Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys*, ed. B.C. Cooman, Grips, Ghent, 2002; 3-23.
- 11 [8] I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, E.V. Pereloma Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels *Metall. Mater. Trans. A*, 34A (2003), pp. 1599-1609
- 12 [9] C.G. Lee, S.J. Kim, T.H. Lee, S. Lee Effects of volume fraction and stability of retained austenite on formability in a 0.1C–1.5Si–1.5Mn–0.5Cu TRIP-aided cold-rolled steel sheet *Mater. Sci. Eng. A*, 371 (2004), pp. 16-23
- 13 [10] H.N. Han, C.S. Oh, G. Kim, O. Kwon Design method for TRIP-aided multiphase steel based on a microstructure-based modelling for transformation-induced plasticity and mechanically induced martensitic transformation *Mater. Sci. Eng. A*, 499 (2009), pp. 462-468
- 14 [11] Z. Tang, H. Ding, H. Ding, X. Li, Effects of Niobium Addition on Microstructures and Formability in Si-Al-Mn TRIP Cold-rolled Steels. *Steel Res. Int.* 81 (2010) 792–796.
- 15 [12] I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, E.V. Pereloma, Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels *Metall. Mater. Trans. A* 35A (2004) 2331–2341
- 16 Chatterjee, S. *Transformations in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties.* Cambridge: Darwin College, University of Cambridge, 2006.
- 17 Jung, G.S. *Spot Weldability of TRIP Steel with High Carbon, High Aluminium Content.* Pohang : Pohang University of Science and Technology, 2011.
- 18 BOTELHO, R A. Desenvolvimento de ligas de aços δ -trip com adições de alumínio e nióbio. Tese de Doutorado – Instituto Militar de Engenharia, 2018.