

Tema: Estampagem

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DAS CARACTERÍSTICAS DE SUPERFÍCIE NAS PROPRIEDADES DO REVESTIMENTO GALVANNEALED*

Ana Paula Domingos Cardoso¹
Fabrício Brandão Pereira de Souza²
Cesar Edil da Costa³
Júlio César Giubilei Milan⁴

Resumo

A indústria automobilística é um dos maiores mercados para aços de aplicações de conformação críticas, exigindo contínuo desenvolvimento de novos materiais e tecnologias. Dentre estes, destaca-se o revestimento metálico (GA) que é composto por diferentes fases Fe-Zn com boas propriedades de aplicação, mas o seu comportamento em processos de conformação é sensível à fragilidade das fases intermetálicas, podendo resultar na fragmentação por *powdering*. A presença da fase ζ na superfície é prejudicial à tribologia do revestimento, pois eleva o coeficiente de atrito, a ausência desta fase pode significar transformação excessiva e maior fragilidade do revestimento, reduzindo a resistência ao *powdering*. A aplicação de filmes de pós-tratamento de pré-fosfatização sobre o GA, com ganhos de conformação através da redução do coeficiente de atrito, tem sido desenvolvido pela ArcelorMittal. Este trabalho objetiva avaliar a tribologia e resistência ao *powdering* de diferentes condições de superfície do revestimento. A evolução do coeficiente de atrito é determinada por ensaios de desgaste, além de ensaios de *powdering* e análises metalográficas via MEV-EDS para avaliação do pós-tratamento.

Palavras-chave: Conformação; GA; Fase zeta free; Pré-fosfatização.

EVALUATION OF THE SURFACE CHARACTERISTICS INFLUENCE ON THE GALVANNEALED COATING PROPERTIES

Abstract

The automotive industry is one of the largest markets for steel of critical forming applications, requiring continuous development of new technologies. Among this emphasizes the GA metallic coating that is compound by different Fe-Zn phases with good properties application, but its behavior in forming is sensitive to intermetallic phases weakness, which may result in failure coating (*powdering*). The ζ -Free presence on the coating surface is damaging for coating tribology, as the friction increase, the absence of this phase can mean excess transformation and an increasing of the coating weakness, minimize the powdering strength. The pre-phosphate treatment films on GA, with forming improvement through a friction coefficient reduction have been advanced by ArcelorMittal. This article aims to evaluate the tribology and powdering strength of different surface conditions of GA coating. The friction behavior is determined by wear tests, besides powdering tests and microstructure analysis by SEM-EDS for post-treatment evaluation.

Keywords: Forming; GA; Zeta Phase; Pre-Phosphate.

¹ Graduação em Engenharia Química, Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais, Especialista de Processo e Produção, ArcelorMittal Vega, São Francisco do Sul, SC, Brasil.

² Graduação em Engenharia Mecânica, Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais, Especialista de Processo e Produção, ArcelorMittal Vega, São Francisco do Sul, SC, Brasil.

³ Graduação em Engenharia Mecânica, Doutor, Professor, UDESC, Florianópolis, SC, Brasil.

⁴ Graduação em Engenharia Mecânica, Doutor, Professor, UDESC, Florianópolis, SC, Brasil.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O processo de formação do revestimento *Galvannealed* (GA) determina a distribuição de fases na superfície. A superfície do revestimento GA é composta de fases intermetálicas Fe-Zn, sendo usualmente formada pela fase zeta (ξ - FeZn₁₃), delta (δ - FeZn₇) ou uma mistura de ambas. A presença da fase zeta na superfície aumenta o coeficiente de atrito, porém reduz o *powdering* durante a operação de estampagem Garza *et al.* [1], realizaram análises microestruturais da superfície de amostras de GA, com diferentes proporções de fases presentes na superfície, após serem submetidas a testes tribológicos. Os autores observaram que ξ se deforma plasticamente, enquanto que delta permaneceu inalterada. Essa diferença de comportamento é explicada pela diferença de dureza e morfologia entre as fases. A deformação plástica da fase zeta aumenta a área real de contato, contribuindo para o aumento do valor do coeficiente de atrito.

Dois tipos de revestimentos podem ser obtidos: com e sem a fase zeta na superfície. Maigne [2] descreve os mecanismos de formação para ambos os revestimentos. Um meio comumente utilizado para se obter o revestimento GA é reaquecer a chapa em temperaturas inferiores a 500°C. Nesse caso, a fase zeta permanece estável e cresce no topo do *outburst*, mecanismo de formação do revestimento através da ruptura da camada intermetálica e crescimento de fases FeZn por arborescência, observado principalmente nos aços reativos (IF). Esse tipo de revestimento exibe uma boa resistência ao *powdering*, porém apresenta um maior coeficiente de atrito. Mantendo a chapa em elevada temperatura durante um tempo suficientemente longo, zeta se transforma em delta. A fase delta originada do consumo de zeta herda a morfologia de zeta, em forma de bastão, porém com arestas menos pontiagudas. A cinética de reação sendo controlada pela dissolução do metal base favorece um rápido enriquecimento em Fe e crescimento da fase gama.

A segunda possibilidade de obtenção de um revestimento sem zeta na superfície se dá através do aquecimento rápido da chapa a uma temperatura superior a 500°C, evitando a nucleação de zeta, permitindo somente a nucleação de delta na interface com o zinco líquido. A morfologia de delta é predominantemente formada por pequenos cristais isotrópicos. A cinética de formação do revestimento é controlada pela difusão no estado sólido e a sensibilidade ao *powdering* é reduzida pela menor velocidade de reação e menor enriquecimento em Fe do revestimento.

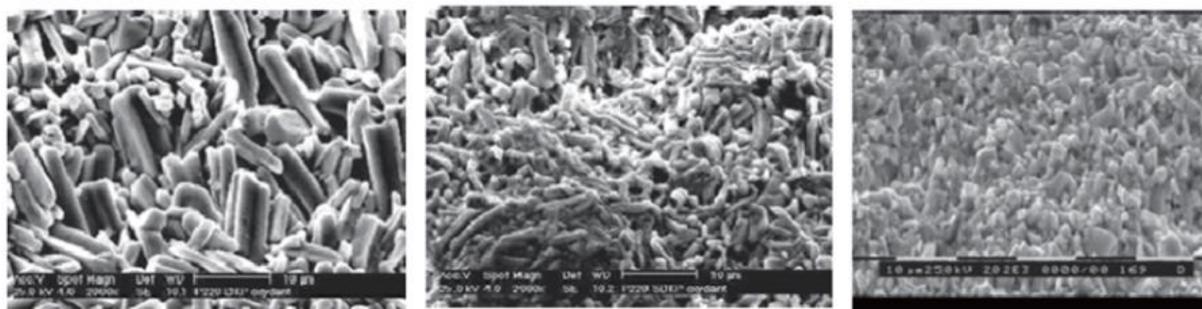


Figura 1.

Em se tratando de processos de estampagem e conformação, um baixo coeficiente de atrito, bem como sua estabilidade com o aumento da pressão de contato aplicadas nas prensas juntamente com a progressão do movimento relativo entre as superfícies em deslizamento, é de extrema importância para a estabilidade do

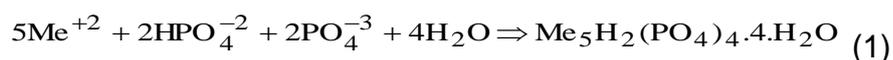
* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



processo e a garantia de sucesso de obtenção de peças com geometrias complexas. Portanto, a busca de soluções tecnológicas para obter tal comportamento tem sido alvo de pesquisa e desenvolvimento. Dentre elas, pode-se citar o controle de fases do revestimento GA e a aplicação de pós-tratamento para melhora da estampagem, ambas atuando no comportamento tribológico do material a ser empregado.

Estudos realizados por KLAM [3] demonstraram um aumento da aplicação de processos de pós-tratamento de pré-fosfatização sobre o eletrogalvanizado e galvanizados por imersão a quente, com a função de melhorar o desempenho destes materiais em processos de estampagem profunda.

Placek [4] descreveu os processos de pré-fosfatização como semelhantes à aplicação de filmes de fosfato convencionais, conhecidas por melhorarem as propriedades de resistência ao desgaste e proteção à corrosão de chapas de aço. A sua particularidade está no fato de que as camadas de pré-fosfatização não atuam preparando a superfície da peça para a pintura, mas tem a função apenas de reduzir os esforços friccionais. As camadas de conversão de fosfato são compostas geralmente de um fosfato metálico insolúvel de fórmula $Me_3(PO_4)_2 \cdot H_2O$. Nesta fórmula o Me representa os cátions metálicos divalentes ou trivalentes como Zn, Ni, Mn, conforme a equação (1), SCISLOW [5] :



Bubert [6] descreve que os principais compostos da camada de fosfato de zinco são a hopeita e a fosfolita de fórmula molecular $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ e estrutura ortorrômbica e $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot H_2O$ e estrutura monoclinica, respectivamente. Uma camada contendo elevada presença da estrutura fosfolita é utilizada geralmente como base para a eletrodeposição de camadas de pintura, tendo como propriedade principal a alta resistência à corrosão, mas apresentando também altas performances com relação a propriedades de lubrificação.

No presente trabalho, o coeficiente de atrito foi experimentalmente medido para diferentes condições de superfície do revestimento GA, ou seja, com e sem zeta na superfície, e com e sem a aplicação de um pós-tratamento de pré-fosfatização. O revestimento sem zeta (zeta free) apresentado nesse trabalho foi obtido segundo o último mecanismo de formação descrito anteriormente. O metal base utilizado no processo de galvanização é um aço IF (Interstitial Free).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras em estudo são apresentadas na Tabela 1. Foram selecionadas amostras com diferentes características de superfície, principalmente relacionadas à quantidade de zeta presente na microestrutura do revestimento e a presença ou não de aplicação dos filmes de pré-fosfatização sobre o revestimento.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



Tabela 1. Descrição de configuração das amostras em estudo

Característica Microestrutural	Zeta %	Face	Peso da Camada de Zn (g/m ²)	Pós Tratamento Pré-fosfatização (PP)	Peso da Camada de Zn ₃ (PO ₄) ₂ (g/m ²)
GA Zeta Free	1	Inferior	48,3	Sim	0,67
		Superior	43,92		0,69
GA Zeta Free	1	Inferior	47,51	Não	-
		Superior	40,36		-
GA	3 á 5	Inferior	46,73	Sim	0,84
		Superior	55,57		0,72
GA	3 á 5	Inferior	50,87	Não	-
		Superior	55,26		-
GA	5 á 7	Inferior	40,37	Sim	0,74
		Superior	39,88		0,87
GA	5 á 7	Inferior	42,73	Não	-
		Superior	43,44		-

2.1 Ensaios Tribológicos

A análise do comportamento do coeficiente de atrito foi realizada segundo o procedimento descrito em Takebayashi. *et.al.*[7], através de um ensaio tribológico conhecido como Pino sobre Disco. Neste experimento, uma esfera incide perpendicularmente sobre o disco, com a carga aplicada na posição normal. Promove-se a rotação do disco conforme, figura 2, após ajuste dos parâmetros de ensaio. Através do software (RS 232-Data Logger), foi realizada a coleta dos dados para cálculo do coeficiente de atrito médio e oscilação do mesmo ao longo do comprimento percorrido no corpo de prova.

Para estes ensaios foram preparadas amostras de chapa de 60 mm de diâmetro e com e sem a aplicação de pós-tratamento. O tribômetro utilizado é do modelo CZ-1000 TriBom. Foi utilizado como contra-corpo, uma esfera de aço AISI 52100 com 6 mm de diâmetro.

Os parâmetros utilizados nos ensaios de deslizamento pino-disco seguem descritos na tabela 2. Para cada condição em estudo, foram realizados ensaios com três réplicas de amostras, considerando a face inferior das mesmas.

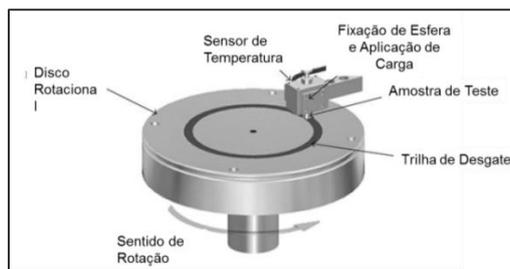


Figura 2. Esquema de Funcionamento do Tribômetro Pino Sobre Disco

Tabela 2. Parâmetros utilizados na realização dos ensaios de desgaste via pino sobre disco

Distância de Deslizamento (m)	50
Velocidade de Deslizamento (m/s)	0,1 m/s
Raio da esfera (mm)	3
Diâmetro da pista (mm)	20
Carga do ensaio (N)	0,2
Rotação do Disco (rpm)	190,99
Voltas	795,77
Tempo de ensaio (hs)	0,07
Temperatura (°C)	23°C

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

2.2 Ensaios de Avaliação do Potencial de *Powdering*

O potencial de ocorrência de *powdering* foi determinado através do ensaio de conformação denominado *Godet Swift*. Este ensaio visa mensurar a quantidade de pó de zinco desprendida do revestimento galvanizado, após conformação do material via embutimento Erichsen.

A massa total desprendida do revestimento após deformação representa a possibilidade de ocorrência de *powdering* no material quando submetido a processos de estampagem.

Para este ensaio foram preparadas amostras com 60 mm de diâmetro e durante a preparação as mesmas foram limpas com acetona em centrífuga ultrassônica por 10 minutos. Após conformação, a perda de massa foi calculada através da equação (2), onde as indicações de P_i e P_f , referem-se aos pesos antes e após conformação.

Cálculo de perda de massa via método *Godet Swift*.

Diâmetro do corpo de prova = \varnothing 60 mm

Área = πr^2

Área = 2827,433 mm²

Perda = $(P_i - P_f) \times 106 \div (2 \times 2827,433)$

Perda de massa (<i>Godet Swift</i>) = $(P_i - P_f) \times 176,84$	(2)
---	-----

2.3 Análises Metalográficas

As análises de superfície foram realizadas via Microscopia Eletrônica por Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva (MEV-EDS), com o intuito de observar a deposição do filme de fosfato sobre o revestimento galvanizado, além de quantificar a presença de zeta no revestimento GA. Estes ensaios foram feitos com aumento de 1000 x 3000x e 5000x. Para melhor visualização dos filmes de pós-tratamento, foram preparados corpos prova com dimensões de 20x15 mm, limpos com acetona e metalizados com ouro.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Avaliação do Coeficiente de Atrito

A Figura 3 apresenta a evolução do coeficiente de atrito ao longo do ensaio tribológico para as amostras de GA contendo 1 % de zeta em sua microestrutura, com e sem aplicação dos filmes de pré-fosfatização (PP). Observa-se uma significativa redução e estabilidade do coeficiente de atrito entre as amostras que receberam aplicação dos filmes de pós-tratamento quando comparado aos corpos de prova sem deposição dos filmes de pré-fosfato. Esta redução foi estimada em 70%, nos primeiros 20 m de ensaio, conforme tabela 3.

Para as amostras sem deposição dos filmes de pré-fosfato evidenciou-se também a presença do fenômeno de *Stick-Slip*, ou resistência ao deslizamento durante toda a distância percorrida no ensaio (50 m). Este fenômeno pode ser conceituado como início da ocorrência do fenômeno de desgaste por abrasão, gerado pelo contato entre o revestimento de Zn e a esfera metálica.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

A Tabela 3 apresenta a média dos coeficientes de atrito obtido para as amostras de GA (1 % Zeta) com e sem PP até os primeiros 20 m de ensaio, condição contínua de estabilidade, e durante todo o comprimento do ensaio de 0 a 50 m.

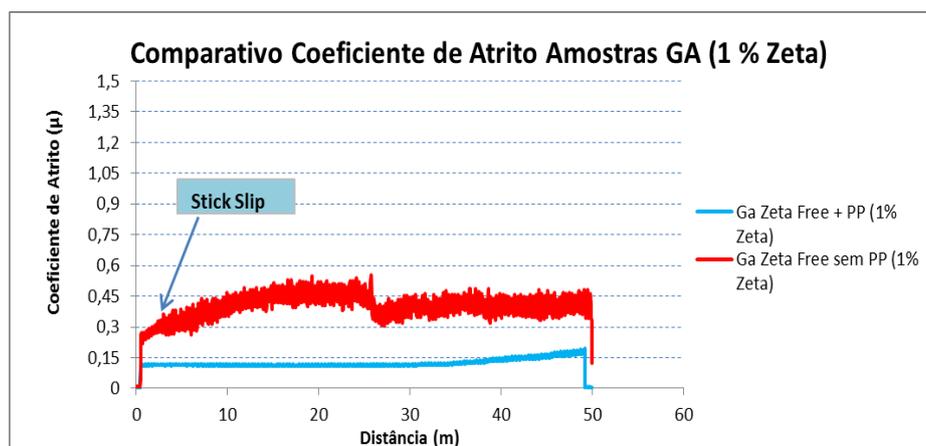


Figura 3. Comparativo Coeficiente de Atrito amostras GA (1%Zeta) com e sem filmes de Pré-fosfatização.

Tabela 3. Média dos Coeficientes de Atrito via Pino Sobre disco para amostras de GA (1 % Zeta)

Microestrutura	Média dos Coeficientes de Atrito (μ)		Redução de μ (0-50m)
	0-20 m	0-50 m	
Ga (1% Zeta) com PP	0,1113	0,1211	70%
Ga (1% Zeta) sem PP	0,3825	0,3951	

A Figura 4 apresenta a evolução do coeficiente de atrito para as amostras de GA com a presença de 3 a 5% de Zeta em sua microestrutura, com e sem a presença dos filmes de pré-fosfatização. Verifica-se o comportamento de estabilidade e redução do coeficiente de atrito para as amostras que receberam deposição dos filmes de pós-tratamento de pré-fosfatização. Para as amostras sem deposição de pré-fosfato, até os primeiros 20 m de ensaio têm-se também total estabilidade dos valores de μ , e a partir de 30 m observa-se início de oscilação e aumento deste coeficiente, evidenciando início de ocorrência de Stick-Slip. Observa-se que sobre as amostras com percentuais intermediários de Zeta, a presença do filme de pré-fosfatização passa a eliminar a ocorrência de desgaste por abrasão.



Figura 4. Comparativo Coeficiente de Atrito amostras GA (3-5 %Zeta) com e sem filmes de Pré-fosfatização.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

A Tabela 4 apresenta a média dos valores de μ durante os primeiros 20 m de ensaio, condição de total estabilidade, e ao longo de toda a distância percorrida. Observa-se que a redução do coeficiente de atrito com a deposição dos filmes de pré-fosfatização sobre o revestimento de zinco, nos 50 m de distância percorrida, foi de 43%.

Tabela 4. Média dos Coeficientes de Atrito via Pino Sobre disco para amostras de GA (3-5 % Zeta)

Microestrutura	Média dos Coeficientes de Atrito (μ)		
	0-20 m	0-50 m	Redução de μ (0-50m)
Ga (3-5% Zeta) com PP	0,1193	0,1293	43%
Ga (3-5% Zeta) sem PP	0,1407	0,2284	

A Figura 5 apresenta a evolução do coeficiente de atrito para as amostras de GA com 5 a 7% de fase zeta, com e sem a deposição dos filmes de pré-fosfatização. Observou-se que os valores de μ sofreram redução diante da aplicação dos filmes de pré-fosfato, mas não foi atingido uma condição de estabilidade ao longo de toda a distância percorrida durante o ensaio. A ocorrência de Stick Slip se tornou mais evidente, para as amostras sem aplicação de filmes de pós-tratamento a partir da distância estimada em 10 m.

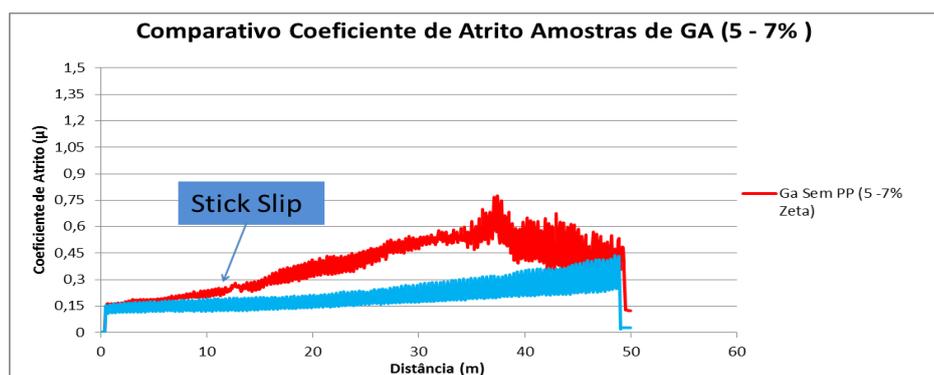


Figura 5. Comparativo Coeficiente de Atrito amostras GA (5-7 %Zeta) com e sem filmes de Pré-fosfatização.

A Tabela 5 apresenta a média dos valores de μ durante todo o comprimento do ensaio (50 m) e na condição adotada como estável para as demais configurações (20 m). Observa-se que a redução do coeficiente de atrito com a deposição dos filmes de pré-fosfatização sobre o revestimento de zinco, nos 50 m de distância percorrida, foi de 47%.

Tabela 5. Média dos Coeficientes de Atrito via Pino Sobre disco para amostras de GA (5-7 % Zeta)

Microestrutura	Média dos Coeficientes de Atrito (μ)		
	0-20 m	0-50 m	Redução de μ (0-50m)
Ga (5-7% Zeta) com PP	0,1500	0,1991	47%
Ga (5-7% Zeta) sem PP	0,2311	0,3757	

A Figura 6 apresenta a relação entre os coeficientes de atrito obtidos para todas as amostras em estudo, onde se observa que as condições de maior estabilidade e redução do coeficiente de atrito ocorreram para as amostras de GA que apresentam uma fração de zeta na superfície do revestimento da ordem de 1 a 5% e com a

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

deposição de filmes de pré-fosfato. Para proporções de zeta acima de 5%, verifica-se que a pré-fosfatização atua reduzindo, mas não estabilizando as oscilações de μ . A ocorrência de Stick Slip é identificada em todas as situações onde se analisa amostras sem deposição de filmes de pós- tratamento.

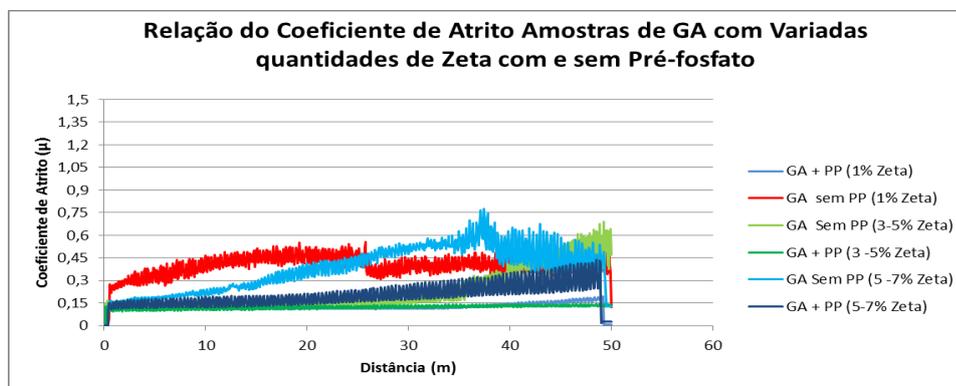


Figura 6. Relação do Comportamento do Coeficiente de Atrito amostras GA com variadas proporções de Zeta, com e sem Pré-Fosfato.

A Figura 7 apresenta a média dos valores do coeficiente de atrito para as amostras em estudo, considerando os primeiros 20 m de distância percorrida e a distância total determinada para o experimento (50 m). Observa-se que as condições avaliadas com as menores proporções de zeta na superfície, GA com a presença de 1% e 5 a 7% de zeta, apresentaram maiores ganhos de estabilidade de μ diante da aplicação dos filmes de pré-fosfatização sobre o revestimento de zinco. Verifica-se também que na amostra com proporções de zeta da ordem de 3 a 5%, as reduções são menos significativas, mas os valores de μ se mantiveram constantes ao longo de toda distância percorrida no ensaio para a amostra com deposição dos filmes de pós-tratamento.

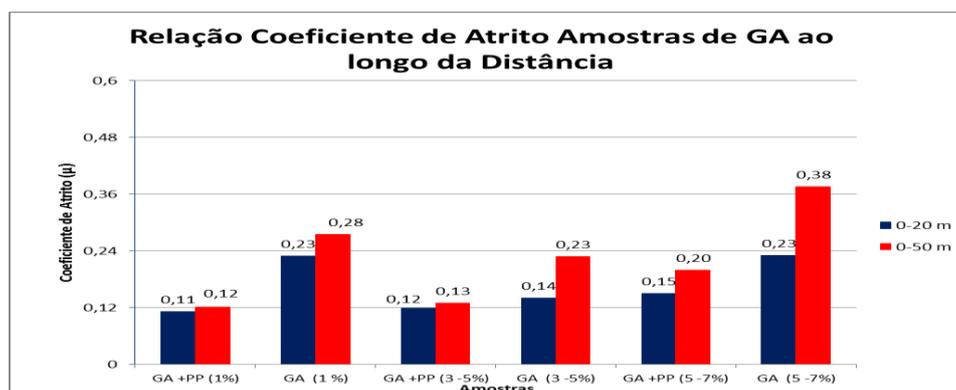


Figura 7. Relação do Coeficiente de Atrito amostras GA ao longo da Distância.

3.2 Avaliação do Potencial de Ocorrência de Powdering

A Figura 8 apresenta os resultados de perda de massa, via ensaios de *Godet Swift*, para as amostras de GA com variadas proporções de zeta, com e sem aplicação de pré-fosfato. Observa-se que todas as amostras com a deposição de filmes de pré-fosfatização apresentaram um aumento no valor de perda de massa. Apesar de contraditório ao senso comum, pois a presença de um filme de pré-fosfatização não fragiliza o revestimento, esse aumento pode ser explicado, em partes, pelo próprio

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

filme depositado na superfície do revestimento que é desprendido juntamente com o revestimento, e, apesar da ausência de comprovação experimental, originado de um aumento de forças compressivas no revestimento durante a operação de embutimento devido ao menor atrito entre a superfície do revestimento e da ferramenta, privilegiando a entrada do material no interior da matriz ao invés do estiramento da parede do copo. Sendo o revestimento GA sensível principalmente a deformações compressivas, facilitar o embutimento significa solicitar mais o material em compressão e, portanto, aumentar o risco de *powdering*.

Outro fator importante verificado foi de que a redução da quantidade de zeta fez com que os valores de *powdering* se tornassem mais elevados, levando-nos a concluir que maiores quantidades desta fase podem minimizar problemas de fragilização por *powdering*, apesar de apresentarem resultados de maiores valores de coeficiente de atrito e piores condições de deslizamento diante dos resultados obtidos via pino sobre disco. Portanto, os resultados acima evidenciam que a definição do nível de transformação e fases presentes no revestimento GA são de extrema importância para garantir um bom compromisso entre *powdering* e atrito, independentemente da presença ou não de um pós-tratamento.

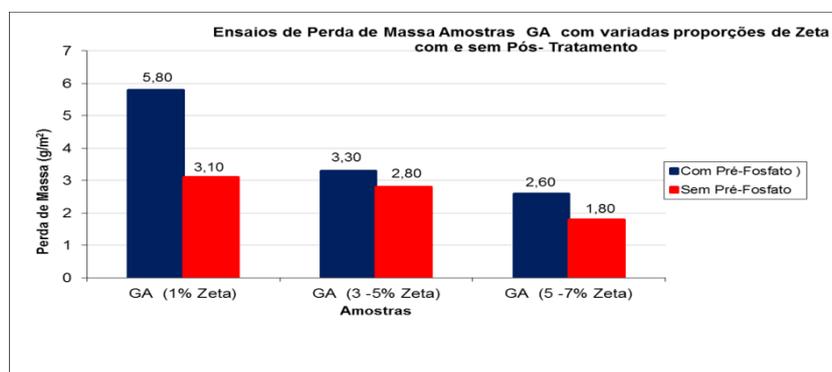


Figura 8. Ensaio de Perda de Massa amostras de GA com variadas proporções de Zeta, com e sem pós-tratamento.

3.3 Análises Metalográficas

Foram realizadas análises de superfície via MEV-EDS com a finalidade de avaliar a deposição dos filmes de pós-tratamento sobre o revestimento GA, além de verificar a influência da quantidade da fase zeta (ζ) presente em cada configuração sobre a quantidade e morfologia da camada de fosfato depositada sobre o revestimento de Zn.

3.2.1 Análise metalográficas – amostras GA (1% Zeta)

A Figura 9 apresenta a análise de superfície via MEV da amostra de GA com 1% de zeta e com a aplicação de solução de pré-fosfatização. Observa-se que em ambas as faces a deposição de fosfato se deu de forma mais acentuada nas regiões de vale do revestimento, formando pequenos pontos de nucleação.

A ausência da fase zeta facilitou as reações de deposição de fosfato, promovendo boas propriedades de deslizamento através da alta concentração de fósforo, conforme análise EDS apresentada na Figura 10 e Tabela 6. Observa-se que os filmes de fosfato formam microestruturas tipicamente amorfas.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

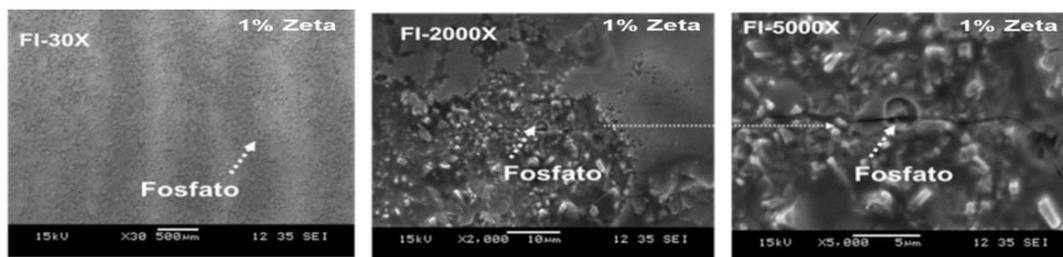


Figura 9. Análise de Superfície da amostra de GA (1 % Zeta) , com pós tratamento.

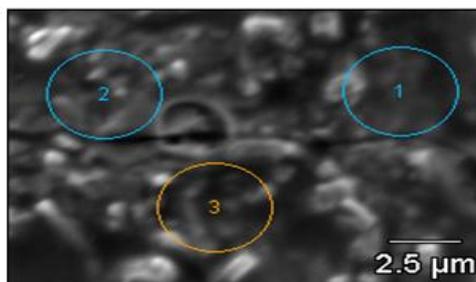


Figura 10. Análise EDS amostras de GA (1% Zeta), com pós tratamento.

Tabela 5. Análise EDS amostras de GA (1% Zeta), com pós tratamento

Ponto	O (%)	Al (%)	P (%)	Fe (%)	Zn (%)
1	1,12	0,51	5,44	7,92	85
2	0,89	0,48	10,47	10,02	84,06
3	1,47	0,1	7,04	8,49	82,49

A Figura 11 apresenta o comparativo da microestrutura das amostras de GA com 1 % de fase Zeta com e sem a deposição dos filmes de pré-fosfato. Observa-se que praticamente não há variações encontradas entre as duas morfologias, sendo que a identificação de fosfato torna-se confiável somente diante da realização de análises químicas que nos possibilitem quantificar a quantidade de fósforo depositada sobre o revestimento GA, conforme análise EDS (Figura 10).

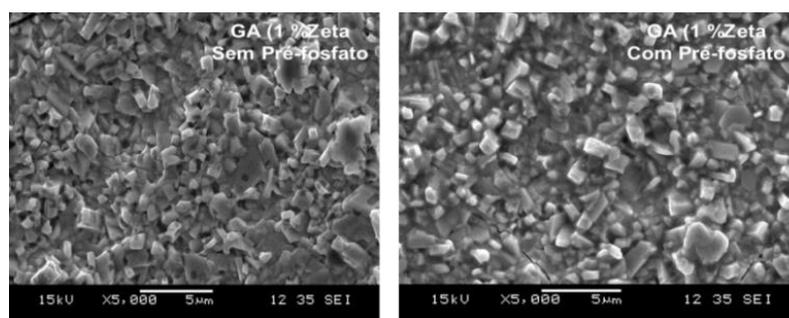


Figura 11. Análise de Superfície da amostra de GA (1 % Zeta) ,sem e com pré-fosfato.

3.2.2. Análise metalográfica – Amostras GA (3-5% Zeta)

Na Figura 12, encontra-se ilustrada a análise de superfície via MEV da amostra de GA com 3 a 5% de zeta, com aplicação de solução de pré-fosfatização. A deposição de fosfato se dá novamente nas regiões de vale do revestimento, mas com microestrutura totalmente amorfa.

A presença de cristais de zeta em proporções intermediárias não facilitou as reações de deposição de fosfato, sendo que as concentrações de fósforo identificadas via

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

EDS e visualizadas na Figura 13 e Tabela 6, foram bem inferiores quando comparadas aos resultados das amostras de GA (1% Zeta).

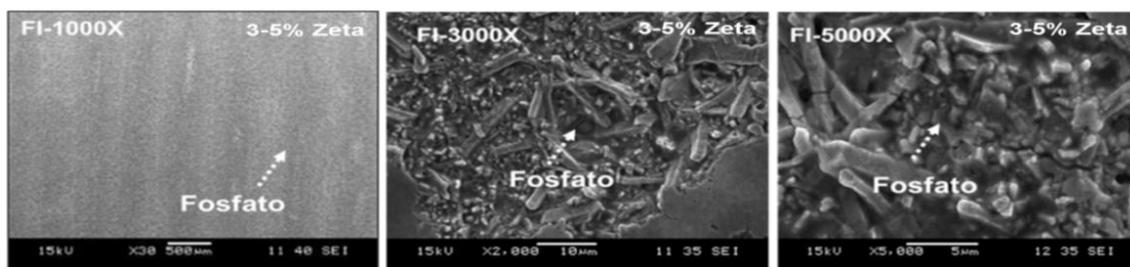


Figura 12. Análise de Superfície da amostra de GA (3-5 % Zeta) , com pós tratamento.

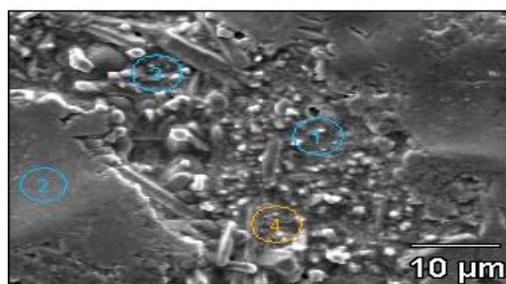


Figura 13. Análise EDS amostras de GA (5-7% Zeta), com pós tratamento.

Tabela 6. Análise EDS amostras de GA (5-7% Zeta), com pós tratamento

Ponto	O (%)	P (%)	Fe (%)	Zn (%)
1	0,73	0,97	7,92	90,38
2	0,78	0,78	8,35	90,09
3	0,96	1,45	8,67	88,92
4	1,15	1,86	8,38	88,61

A Figura 14 apresenta o comparativo da microestrutura das amostras de GA com 3 a 5 % de zeta com e sem a deposição dos filmes de pré-fosfato. Observa-se que há variações significativas entre as duas morfologias, tanto relacionadas ao tamanho dos cristais de zeta formados quanto ao aspecto superficial associado à deposição dos filmes de fosfato, mesmo que em baixas proporções de fósforo.

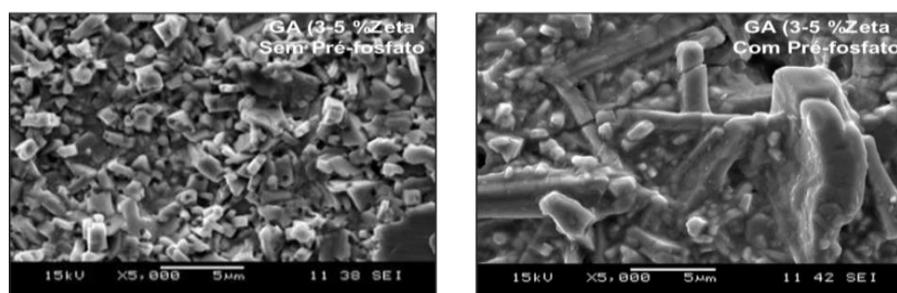


Figura 14. Análise de Superfície da amostra de GA (3-5 % Zeta), sem e com pré-fosfato.

3.2.3 Análise metalográfica – amostras GA (5-7% zeta)

As análises de superfície da amostra de GA com 5 a 7 % de zeta e com a aplicação de solução de pré-fosfatização são apresentadas na Figura 15. Observa-se novamente que a deposição de fosfato ocorre principalmente nas regiões de vale do revestimento e em proporções maiores do que as encontradas nas amostras de GA

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

com 3 a 5 % de zeta, fato este explicado pela maior irregularidade da superfície do revestimento pela presença de grandes cristais de zeta. A microestrutura formada pelo filme de pós-tratamento sobre o revestimento de Zn apresentou morfologia amorfa.

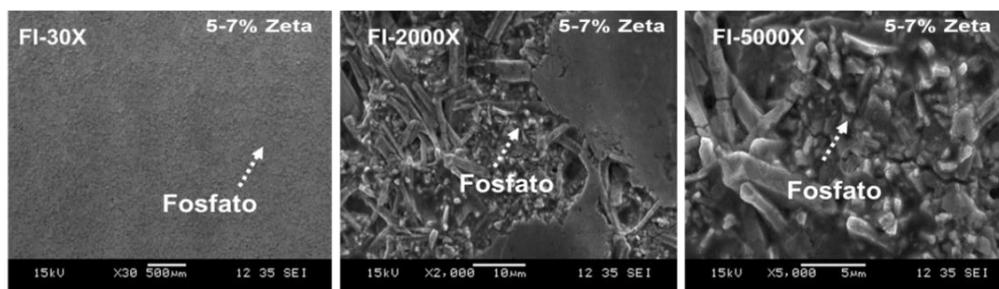


Figura 15. Análise de Superfície da amostra de GA (5-7 % Zeta) , com pós tratamento.

A Figura 16 e a Tabela 7 apresentam a análise de composição química via EDS para a amostra em questão, GA 5 a 7% de zeta, onde se identifica um baixo percentual de alumínio, característico do revestimento GA, e a presença do elemento fósforo em proporções intermediárias, comprovando a deposição do filme de pós-tratamento.

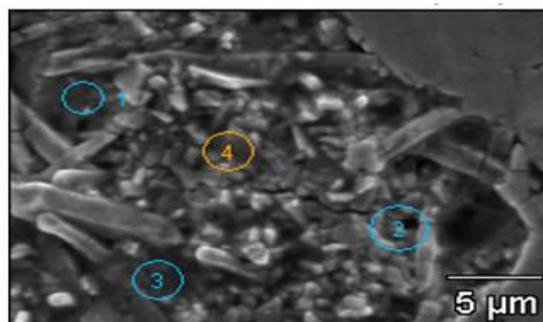


Figura 16. Análise EDS amostras de GA (5-7% Zeta), com pós-tratamento.

Tabela 7. Análise EDS amostras de GA (5-7% Zeta), com pós-tratamento

Ponto	O (%)	Al (%)	P (%)	Fe (%)	Zn (%)
1	0,6	0,1	2,1	9,4	87,7
2	1,5		3,6	9,9	84,2
3	1,2	0,8	3,2	9	86,6
4	0,8	0,5	1,6	10	86,8

A Figura 17 apresenta um comparativo entre as microestruturas das amostras de GA com 5 a 7% de zeta com e sem a deposição dos filmes de pós-tratamento. Observa-se que a deposição de fosfato ocorre nas regiões de vale do revestimento, mas só pode ser identificada na microestrutura do revestimento através de análises químicas para identificação do elemento fósforo, levando-nos a observar que a alteração de microestrutura diante da deposição dos filmes de pré-fosfato é praticamente não identificada.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

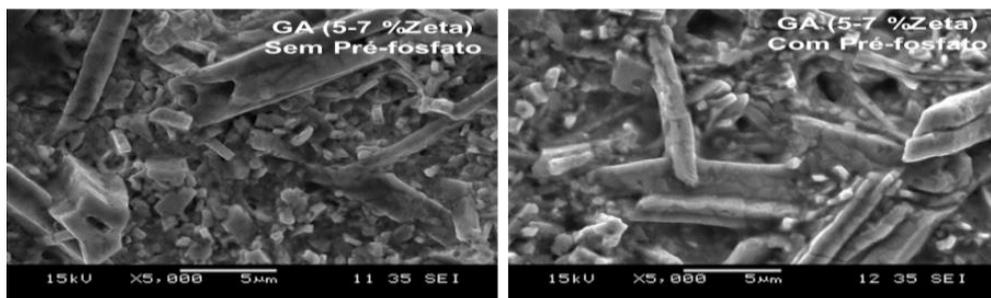


Figura 17. Análise de Superfície da amostra de GA (5-7 % Zeta) ,sem e com pré-fosfato.

4 CONCLUSÃO

A quantidade de zeta presente no revestimento GA teve influência sobre a tribologia das amostras em estudo, sendo que as menores proporções desta fase reduziram os valores de coeficiente de atrito, melhorando as condições de conformação das chapas galvanizadas durante processo de estampagem. Este ganho torna-se mais evidente diante da aplicação dos filmes de pós-tratamento que passa a reduzir ainda mais a ocorrência de fricção, além de estabilizar os valores de atrito em proporções próximas de 0,14.

Com relação à resistência ao powdering observou-se que todas as amostras com a deposição de filmes de pré-fosfatização apresentaram um aumento de perda de massa, sendo importante reforçar que o filme de pré-fosfatização não fragiliza o revestimento, sendo este aumento justificado em função da deposição do pós-tratamento sobre a superfície do revestimento e que por sua vez é desprendido juntamente com o revestimento, não diminuindo as propriedades associadas aos ganhos de conformação pela redução do coeficiente de atrito.

A elevação da quantidade de zeta teve como consequência a redução dos problemas de fragilização por powdering, apesar de apresentarem maiores valores de coeficiente de atrito e piores condições de deslizamento diante dos resultados obtidos via pino sobre disco. Estes resultados intensificam a necessidade um bom controle e de definição do nível de transformação e fases presentes no revestimento GA afim de garantir um bom compromisso entre powdering e atrito, independentemente da presença ou não de um pós-tratamento.

A deposição dos filmes de pós-tratamento sob a microestrutura dos revestimentos GA, se deu de forma irregular para qualquer quantidade de Zeta avaliada, concentrando-se nas regiões de vale de revestimento, e foi favorecido pela ausência de zeta presente na microestrutura.

Agradecimentos

A UDESC-SC pela realização dos ensaios de desgaste via Pino sobre Disco a ArcelorMittal pela disponibilidade para processamento das amostras em estudo

REFERÊNCIAS

- 1 Garza LG, Tyne CJV. The Effect of ξ -Phase on the Frictional Behavior of Galvannealed Interstitial Free Sheet Steels. In: 7^o GALVATECH - International Conference on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet; 2007; Osaka, Japão. The Iron and Steel Institute of Japan; 2007.

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



- 2 Mataigne J, Key M. Mechanisms in Galvanization of Steel Sheet. In: 7º GALVATECH - International Conference on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet; 2007; Osaka, Japão. The Iron and Steel Institute of Japan; 2007.
- 3 Klam C. General knowledge on treatments of pre-phosphatation in term of products file and industrials file for arcelor group. Maizières: Arcelor Research, Automotive Products; 2006.
- 4 Placek GD, Sundeep GS. Phosphate Ester Surface Treatment for Reduced Wear and Corrosion Protection. Wear. 1994;173:207-217.
- 5 Scislowski S. Phosphating. Metal Finishing. 1991;89:29-30.
- 6 Bubert H, Pulm H, Puderbach H. Investigations on hopeite-and phosphophyllite containing phosphate coatings on steel. Microchimica Acta. Ano;91:355-364.
- 7 Takebayashi H, Ishigaki H, Ihara T, Sato A. New Frictional Testing Method for Stamping Formability. In: International Body, Engineering Conference and Exhibition-IBEC, v.23. 2008. p. 753-758.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.