

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UM AÇO BAIXO C CONTENDO 17%Mn LAMINADO A MORNO, A FRIO E RECOZIDO¹

Mirelle Oliveira Spindola²
Sara Silva Ferreira de Dafé³
Dagoberto Brandão Santos⁴

Resumo

Os aços contendo teores elevados de Mn, Si e Al exibem adequada plasticidade quando submetidos à deformação devido à maclação mecânica, conhecido como efeito TWIP (*Twinning Induced Plasticity*), ou à transformação martensítica, denominado efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). Este trabalho avaliou a evolução microestrutural, bem como sua influência sobre o comportamento mecânico, de um aço contendo 17%Mn após laminação a morno a 700°C, laminação a frio, com reduções de 4% a 81%, e recozimento a 700°C e 800°C. O valor da energia de falha de empilhamento foi estimado em 14,5 mJ/m², o que indica a possível ocorrência de transformação martensítica como mecanismo de deformação além da maclação. Através da microscopia óptica e eletrônica de varredura verificou-se a presença de martensita e de grãos austeníticos maclados. A presença de γ , martensita ε e α' foi confirmada por difração de raios X e por dilatométrica. Verificou-se que o aumento do grau de redução a frio proporciona um acréscimo em relação à quantidade de martensita α' em detrimento da diminuição da quantidade de martensita ε . O cálculo das quantidades relativas das fases, realizado pelo método da integração da área sob o pico, revelou que a amostra recozida com maior redução não possui martensita α' , indicando maior recristalização. Após a laminação a frio houve um acréscimo dos valores de microdureza Vickers com aumento da redução. Verificou-se, também, que ocorreu um decréscimo dos valores de microdureza após o recozimento e que, de modo geral, há um aumento destes em função do acréscimo de redução.

Palavras-chave: Manganês; Laminação a morno; Laminação a frio; Recristalização.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL BEHAVIOR OF 17%Mn STEEL WITH LOW C WARM AND COLD ROLLED, AND ANNEALED

Abstract

Steels containing high levels of Mn, Si and Al have great plasticity when deformed by twinning, known as TWIP effect (*Twinning Induced Plasticity*) or by martensitic transformation, called TRIP effect (*Transformation Induced Plasticity*). This study evaluated the microstructural evolution and its influence on the mechanical behavior of a steel containing 17%Mn after warm rolling at 700°C, cold rolling, with reductions from 4% to 81%, and annealing at 700°C and 800°C for 30 min. The value of stacking fault energy was estimated at 14.5 mJ/m², which indicates occurrence of martensitic transformation as a deformation mechanism besides mechanical twinning. The presence of martensite and austenitic twinned grains was verified by optical and scanning electron microscopy. Austenite, martensite ε and α' phases were confirmed by X-ray diffraction and dilatometry. It was found that increasing cold rolling reduction provides a martensite α' amount progress with martensite ε decreasing. The relative phases amounts, carried out by integrating area peak method, showed that the sample annealed after the highest reduction has no martensite α' , indicating that it was more recrystallized. The values of Vickers microhardness increased with higher cold reduction. However, the microhardness values decreased after annealing and increases with the degree of reduction.

Key words: Manganese; Warm rolling; Cold rolling; Recrystallization.

¹ Contribuição técnica ao 48º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 24 a 27 de outubro de 2011, Santos, SP.

² Aluna de Graduação em Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG. E-mail: mirellespindola@hotmail.com.

³ Doutoranda, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG. E-mail: saradafe@gmail.com.

⁴ Sócio da ABM, Professor Associado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG. E-mail: dsantos@demet.ufmg.br.

1 INTRODUÇÃO

A busca por aços que combinem valores elevados de resistência mecânica, boa conformabilidade e baixa densidade é uma constante na indústria siderúrgica atual. Esse material é visado pela indústria automobilística com o intuito de reduzir o peso do automóvel e conseqüentemente diminuir a emissão de gases poluentes através da redução do consumo de combustível, além de aumentar a segurança de passageiros, absorvendo níveis consideráveis de energia em eventos de colisão. É neste contexto que surgem os aços contendo teores elevados de Mn, Si e Al, os quais exibem adequada plasticidade quando submetidos à deformação devido à maclação mecânica, conhecido como efeito TWIP (*Twinning Induced Plasticity*), ou à transformação martensítica, denominado efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*).⁽¹⁾

Um dos principais parâmetros que determina o mecanismo de deformação é a energia de falha de empilhamento (EFE). Segundo Dumay et al.,⁽²⁾ para valores de EFE superiores a 18 mJ/m² o efeito TWIP tende a ocorrer, enquanto que para valores inferiores o efeito TRIP é predominante, enquanto a formação de martensita α' acontece para EFE inferior a 12mJ/m² com redução da ductilidade do material. A morfologia e fração volumétrica da martensita α' é fortemente influenciada pela presença da martensita ε , uma vez que a martensita α' é formada a partir da martensita ε , que nucleia nas falhas de empilhamento.⁽³⁾

Em contrapartida a EFE depende intensamente da composição química e da temperatura. Sabe-se que a EFE em ligas de Fe-Mn-C é relativamente baixa e que para ligas contendo teor de Mn inferior a 15% o efeito TRIP predomina, enquanto que para teor superior a 25% o efeito TWIP é dominante. Todavia, para ligas com o teor de Mn entre 15% e 25%, os efeitos TRIP e TWIP coexistem.⁽⁴⁾ Entretanto, a adição de elementos de liga tais como o Al e Ni eleva a EFE e tende a inibir a transformação martensítica ($\gamma_{fcc} \rightarrow \varepsilon_{hcp} \rightarrow \alpha'_{bcc}$), enquanto que o Si, por sua vez, diminui a EFE favorecendo a formação de martensita.^(1,5)

Outro parâmetro que controla a estabilidade da austenita é o tamanho de grão austenítico, uma vez que a formação de martensita é prejudicada em função de uma elevada área superficial por unidade de volume de contornos de grão.⁽⁶⁾ Além disso, o aumento do tamanho de grão austenítico eleva o número de sítios potenciais à nucleação da martensita, que é formada na sobreposição de falhas de empilhamento.⁽⁷⁾

O presente trabalho tem como finalidade avaliar a evolução microestrutural, bem como sua influência sobre o comportamento mecânico, de um aço contendo 17%Mn após as etapas de laminação a morno, laminação a frio com diferentes graus de redução e recozimento. Tais etapas de laminação visam obter tamanhos de grão austeníticos distintos, a fim de verificar a influência das diferentes reduções na microestrutura final.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O aço, cuja composição química em porcentagem em peso é apresentada na Tabela 1, foi inicialmente fundido em um forno de indução ao ar. As amostras com dimensões de 245 mm x 59 mm x 30 mm foram homogeneizadas a 1.100°C durante 2 h. Em seguida foram reaquecidas a 700°C durante 30 min para a etapa de laminação a morno, promovendo uma redução de 56% na espessura.

Tabela 1. Composição química (%peso)

Elemento	Mn	Al	Si	Ni	C
Teor	17,0	3,0	2,0	1,0	0,08

Após a laminação a morno, as amostras foram submetidas à laminação a frio. Obtiveram-se as reduções de espessura de 4%, 35%, 55% e 81%.

Por fim, foram realizados recozimentos a 700°C e 800°C com 30 min de encharque, objetivando o estudo da evolução da recristalização. Após o recozimento, as amostras foram resfriadas em água.

Estimou-se através do modelo matemático proposto por Dumay et al.⁽²⁾ a energia de falha de empilhamento associada ao aço com 17%Mn com o intuito de prever os possíveis mecanismos de deformação.

A evolução microestrutural foi avaliada nas amostras correspondentes a cada grau de redução a frio e temperatura de recozimento. A microestrutura das amostras foi analisada via microscopia óptica e eletrônica de varredura. As amostras, lixadas de modo convencional e polidas eletroliticamente em uma solução contendo 37 mL H₃PO₄, 153 mL CH₃COOH e 10 mL H₂O, foram atacadas inicialmente com nital 10% e, posteriormente, com o reativo Klemm I.⁽⁸⁾

Ensaio dilatométricos foram realizados objetivando-se a identificação das possíveis transformações reversas da martensita em austenita. Os ensaios foram realizados a partir da temperatura ambiente até 1.000°C, com taxa de aquecimento de 1°C/s, seguidos de resfriamento ao ar. As faixas das temperaturas de transformações de fases foram determinadas através da análise das curvas dilatométricas obtidas e suas respectivas derivadas como uma função da temperatura.

Foram realizadas análise de difração de raios X com o intuito de identificar as fases presentes, bem como estimar suas quantidades relativas através do método da integração da área sob o pico.

O comportamento mecânico foi avaliado através das medições de microdureza Vickers, utilizando-se uma carga de 300 g com 20 impressões em cada amostra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O valor obtido para energia de falha de empilhamento através do modelamento proposto por Dumay et al.⁽²⁾ foi de 14,5 mJ/m², o que indica a possível ocorrência de transformação martensítica como mecanismo de deformação além da maclação.

A Figura 1 mostra as micrografias ópticas obtidas para as amostras após o recozimento a 700°C e 800°C, respectivamente. Observa-se a presença de grãos austeníticos contendo maclas de recozimento e martensita. O reativo Klemm I, em princípio, colore a austenita de amarelo, marrom ou de azul, a martensita α' de marrom escuro e a martensita ϵ de branco, podendo haver variações em suas tonalidades de amostra para amostra.⁽⁸⁾

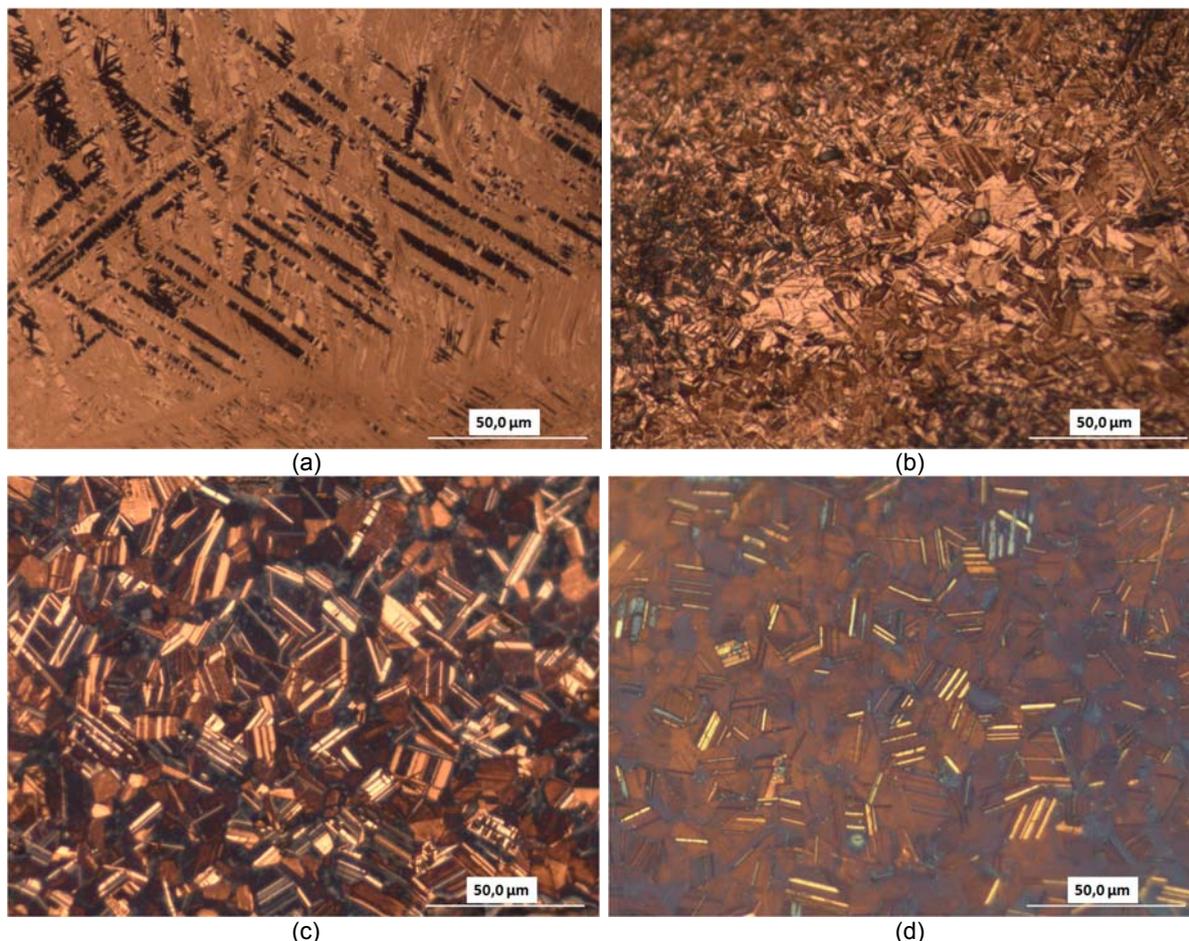


Figura 1. Amostras recozidas a 700°C, após (a) 4%; (b) 35% de redução a frio, e a 800°C após; (c) 50%; e (d) 81% de redução a frio (Microscopia Óptica).

A Figura 2 apresenta as imagens obtidas por MEV para as amostras recozidas a 800°C após 35% e 50% de redução a frio, as quais comprovam as fases presentes, bem como as heterogeneidades microestruturais mostradas pela microscopia óptica. Segundo Ding et al.,⁽⁴⁾ a martensita ϵ nucleia-se através da falhas de empilhamentos geradas por deslocções parciais ou diretamente da sobreposição dessas falhas, as quais são criadas nas interseções entre planos ativos de escorregamento ou nos contornos de grão e maclas. Além disso, segundo Liang,⁽⁸⁾ existe uma diferença de orientação cristalográfica em torno de 70° entre uma placa de martensita ϵ e outra, conforme indicado nas Figuras 2a e 2c pelas setas amarelas. Já a martensita α' é normalmente formada nas interseções de duas ripas de martensita ϵ , entretanto, outros planos de escorregamento podem atuar como sítios de nucleação para a sua formação,^(3,4,8) como mostram as Figuras 2b e 2c pelas setas vermelhas.

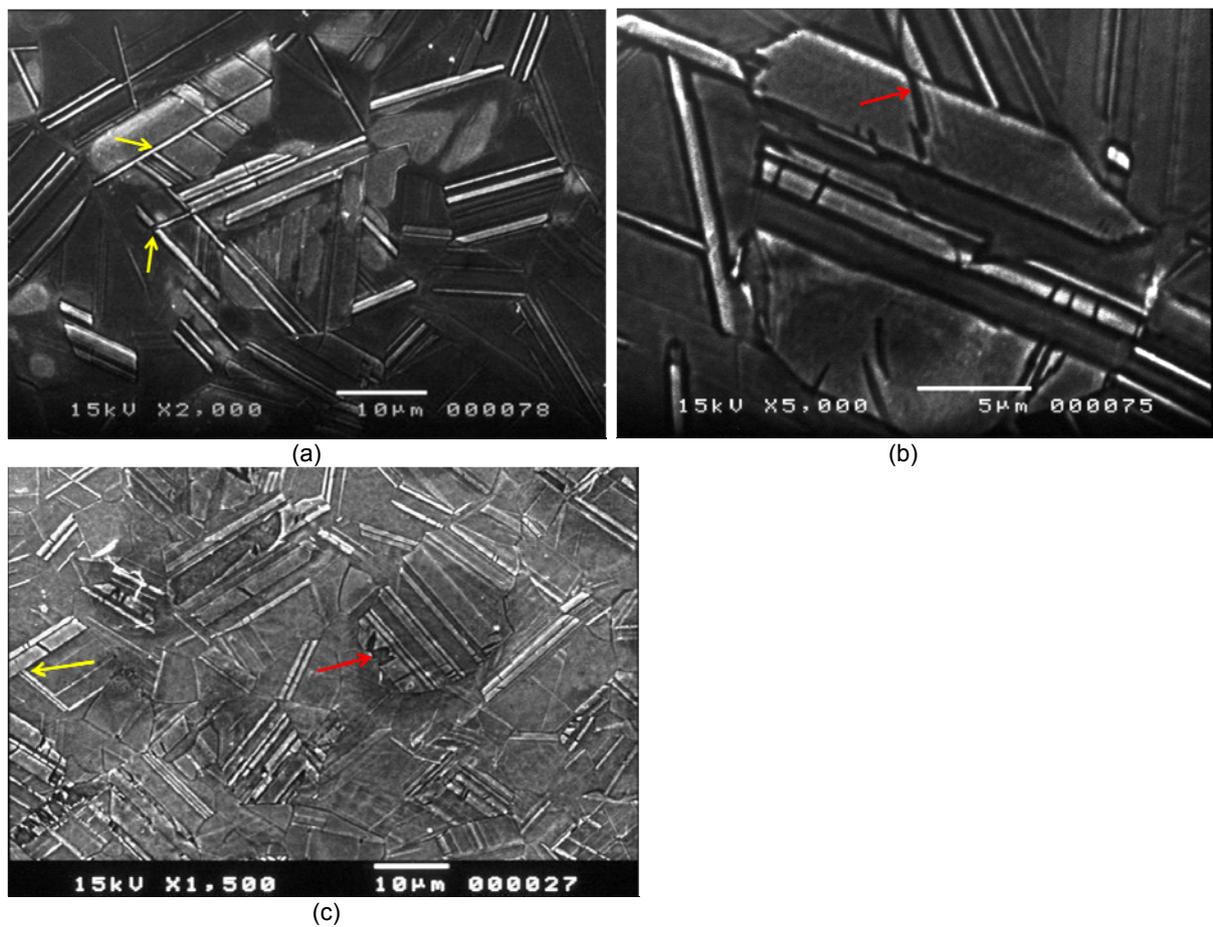


Figura 2. Amostras recozidas a 800°C após (a) e (b) 35%; e (c) 50% de redução a frio (MEV).

Na Figura 3 são apresentadas as curvas dilatométricas obtidas no aquecimento contínuo e suas derivadas em relação à temperatura. Foi possível observar no aquecimento as faixas de temperaturas nas quais ocorrem as transformações reversas comuns aos aços austeníticos com teores elevados de elementos de liga.⁽⁹⁾ Na amostra laminada a morno (Figura 3a), observa-se a ocorrência de transformação de fase na faixa de temperaturas de 100°C a 250°C, que corresponde à transformação reversa da martensita ϵ em austenita. Entre 500°C a 700°C, pode-se observar a transformação reversa da martensita α' em austenita para as amostras laminadas a frio com 35% (Figura 3b) e 81% (Figura 3c) de redução, enquanto que a presença de martensita ϵ quase não é perceptível. Estes fatos comprovam que a presença de martensita ϵ só ocorre para baixos graus de deformação e em falhas de empilhamento com baixa energia associada. Por sua vez, quando a deformação aumenta há um favorecimento à formação da martensita α' , o que é condizente com a literatura.⁽⁴⁾ As inflexões presentes nas curvas dilatométricas das amostras laminadas a frio (Figuras 3b e 3c) na faixa de temperatura entre 750°C e 850°C correspondem à transformação magnética que ocorre no material de ferromagnético (martensita α') para paramagnético (austenita). Para o ferro puro esta transição, conhecida como temperatura de Curie, ocorre a 770°C.⁽¹⁰⁾

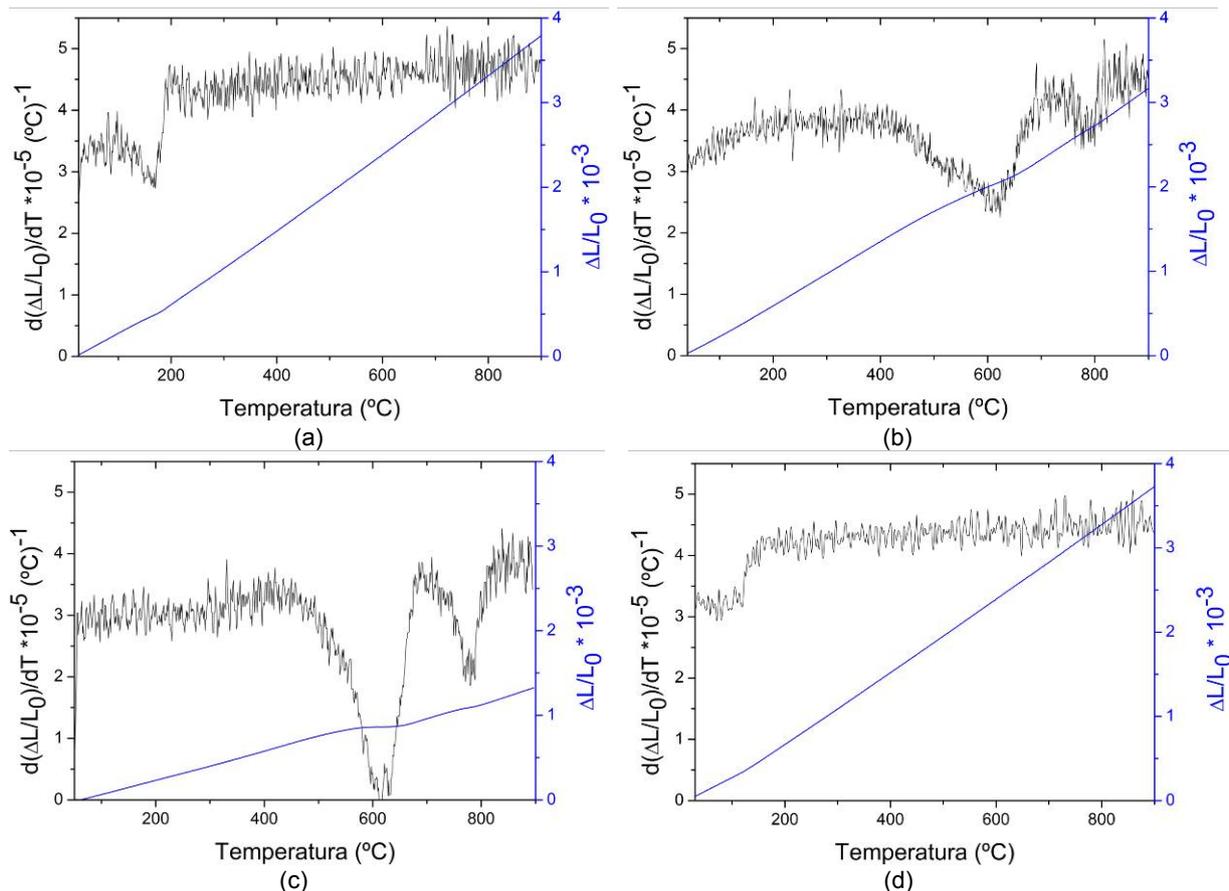


Figura 3. Curvas dilatométricas e suas derivadas em função da temperatura para as amostras: (a) laminada a morno; (b) 35% de redução após laminação a frio; (c) 81% de redução após laminação a frio; e (d) 81% de redução e recozida a 800°C.

No trabalho de Lu et al.,⁽³⁾ em uma liga contendo 17%Mn após ensaio de tração, constatou-se que houve um aumento da quantidade relativa de martensita α' e uma diminuição em relação à martensita ε em função do acréscimo da deformação. Entretanto, ao trabalhar com uma liga contendo 22%Mn, o mesmo autor verificou que com o aumento da deformação houve o acréscimo das quantidades de ambas as martensitas. Dessa forma, no presente trabalho, cujo material possui composição química semelhante à primeira composição química apresentada por Lu et al.,⁽³⁾ pode-se perceber pela Figura 4 que para a amostra com 81% de redução a frio a quantidade de martensita α' formada foi maior que para a de 35% de redução.

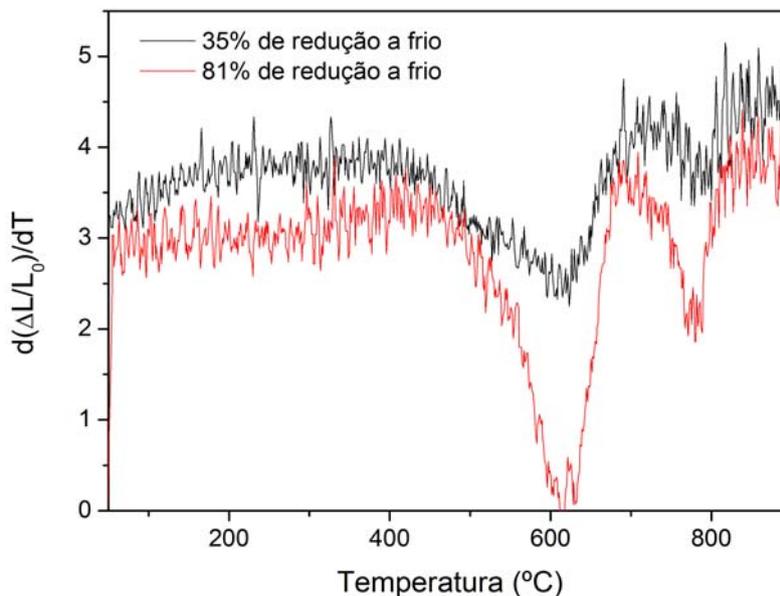


Figura 4. Comparação entre as curvas das derivadas numéricas da dilatação relativa das amostras com 35% e 81% de redução a frio.

Através da análise por difração de raios X verificou-se a presença das fases austenita, martensita ε e α' (Figura 5) nas amostras recozidas a 800°C. A Figura 6 apresenta a quantidade relativa das fases sob diferentes condições de redução a frio após o recozimento a 800°C. Percebe-se que para reduções de até 50% a quantidade relativa das fases é praticamente constante, mas para a amostra com 81% a quantidade relativa de austenita aumentou em detrimento da diminuição da quantidade de martensita ε e do desaparecimento da α' . O que indica a ocorrência de maior grau de recristalização para a amostra submetida a esta condição de deformação e recozimento.

O resultado encontrado na dilatometria (Figura 3d) e por microscopia óptica (Figura 1d) da amostra recozida a 800°C após 81% de redução a frio corrobora com o resultado obtido por difração de raios X (Figura 5d), evidenciando a ausência de martensita α' nesta condição de processamento.

Tavares *et al.*⁽¹¹⁾ analisaram um aço 17Mn-2Al e constataram que as amostras laminadas a frio com 27,5% a 94,8% de redução de espessura e recozidas a 800°C apresentavam estrutura completamente austenítica. Contudo, estes resultados apresentados pela literatura⁽¹¹⁾ não estão em acordo com o aço em estudo devido a sua composição química distinta. Além de Mn e Al, o material do presente trabalho possui teor de Si considerável, o que tende a favorecer a formação de martensita, uma vez que esse elemento químico reduz a EFE.⁽²⁾ Além disso, outro fator que possivelmente determinou a microestrutura final do material foi o tempo de recozimento empregado, aquele citado na literatura⁽¹¹⁾ foi o dobro do utilizado no presente trabalho.

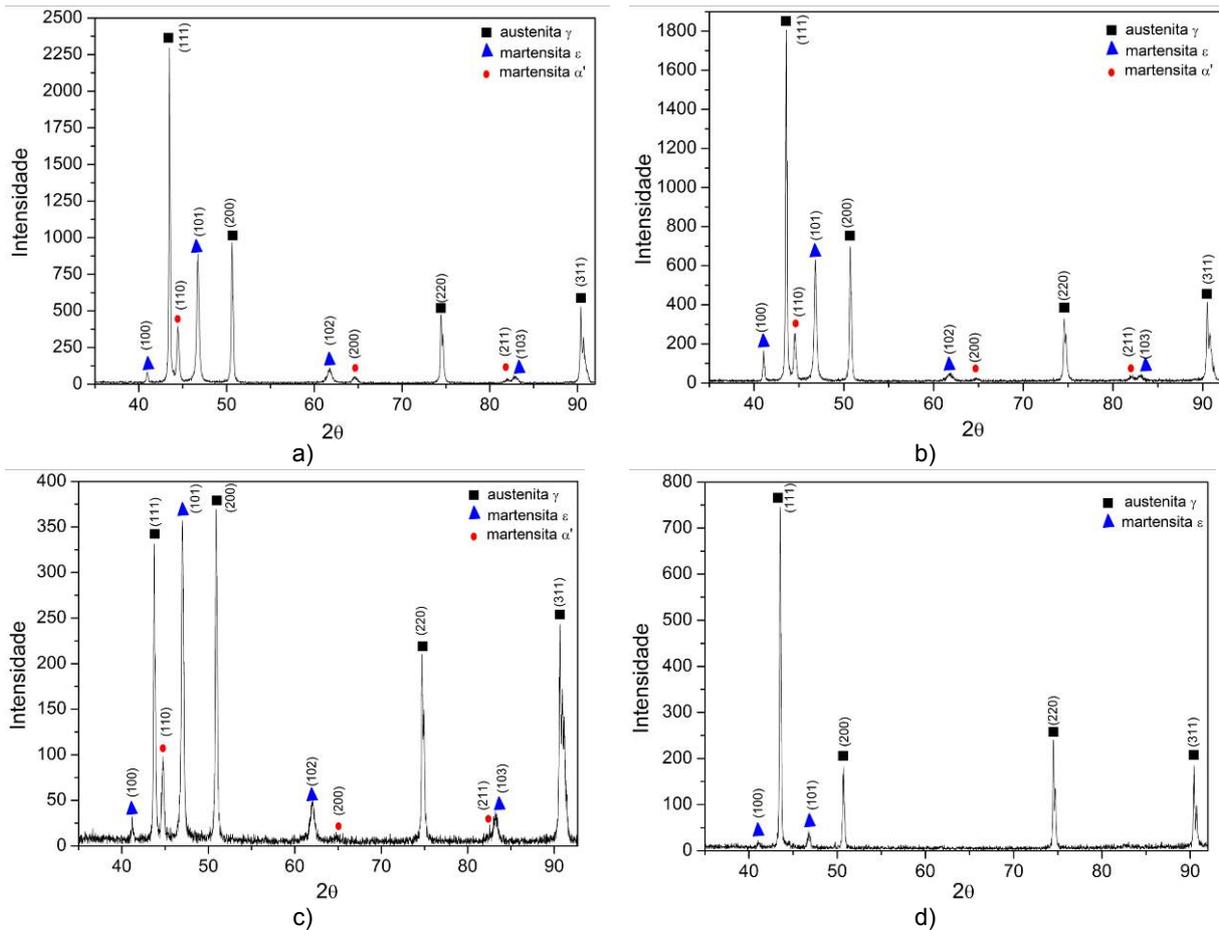


Figura 5. Difratogramas das amostras recozidas a 800°C após (a) 4%; (b) 35%; (c) 50%; e (d) 81% de redução a frio.

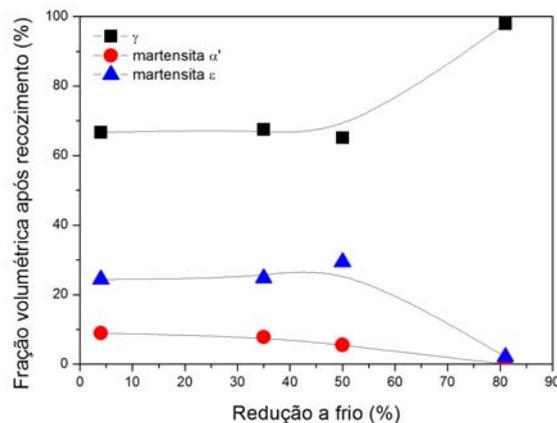


Figura 6. Quantidade relativa das fases após recozimento a 800°C sob diferentes condições de redução a frio.

A Figura 7 apresenta as medições de microdureza Vickers das amostras laminadas a frio (a) e das recozidas a 700°C (b) e a 800°C (c) sob diferentes condições de deformação a frio. Como esperado, verifica-se que há um aumento dos valores de microdureza em função do aumento do grau de redução a frio. Isto ocorre em função do aumento das heterogeneidades de deformação, tais como maclas, além da indução da transformação martensítica. Após os recozimentos nota-se um decréscimo dos valores de microdureza Vickers em relação aos obtidos na condição de laminação a frio. Para a amostra recozida a 700°C os valores de microdureza

aumentaram com a elevação do grau de redução a frio, enquanto que para aquela recozida a 800°C ocorreu um aumento do valor de microdureza desde a amostra com 4% de redução até a de 35%. Acima desta redução, o valor de microdureza permaneceu praticamente constante, considerando a faixa de desvio padrão apresentada.

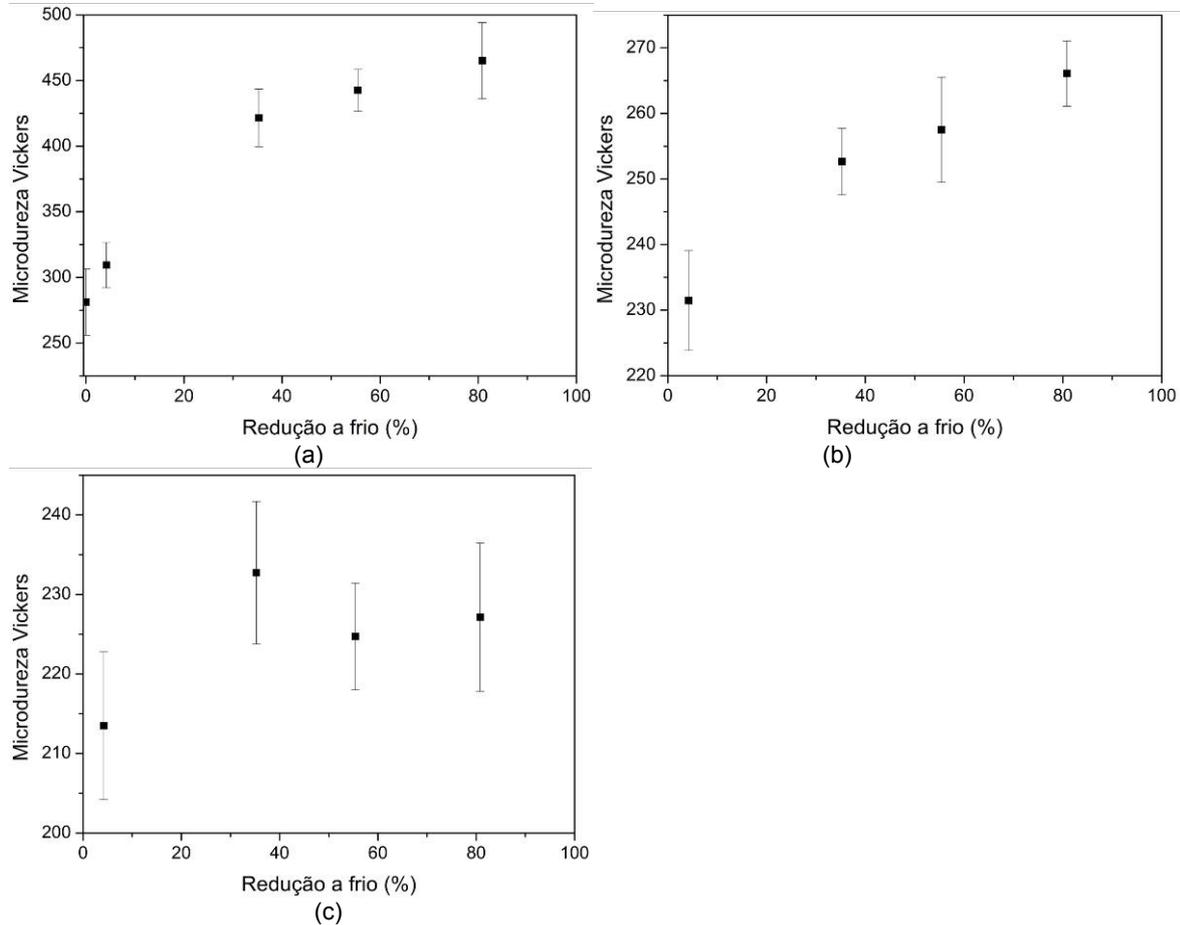


Figura 7. Microdureza Vickers em função do grau de redução a frio para as amostras (a) laminadas a frio; (b) recozidas a 700°C; e (c) recozidas a 800°C.

Apesar da amostra laminada com 81% de redução de espessura ter sido submetida a uma maior deformação e ter apresentado maior grau de recristalização, esta amostra possivelmente obteve uma microestrutura mais refinada garantido um valor de microdureza semelhante às amostras não recristalizadas completamente que, por sua vez, possuem martensita ϵ e α' .

4 CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos neste trabalho pode-se concluir que:

- a energia de falha de empilhamento foi estimada em $14,5 \text{ mJ/m}^2$, evidenciando a possível ocorrência de transformação martensítica como mecanismo de deformação além da maclação mecânica;
- as amostras laminadas a frio possuem austenita e martensita α' e a presença de martensita ε quase não foi perceptível via dilatométrica para maiores deformações;
- após a laminação a frio, a quantidade relativa de martensita α' , estimada por dilatométrica, foi maior para a amostra com 81% de redução quando comparada à com 35% de redução;
- as microestruturas das amostras recozidas a 700°C e 800°C apresentaram austenita, martensita ε e martensita α' , exceto para a amostra com 81% de deformação a frio e recozida a 800°C , indicando a ocorrência de maior grau de recristalização; e
- houve um acréscimo dos valores de microdureza em função do aumento do grau de redução a frio após a etapa de recozimento. Contudo, as amostras laminadas com 35%, 50% e 81% de redução de espessura e recozidas a 800°C apresentaram valores de microdureza semelhantes, tendo em vista que a amostra com maior grau de deformação proporcionou a formação de uma microestrutura mais refinada em relação às menos deformadas que, por sua vez, ainda apresentaram martensita ε e α' em suas microestruturas.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, processo número 304887/2007-2 e à Capes pelo apoio financeiro à execução desta pesquisa, bem como pela concessão de bolsas aos autores. Também agradecem ao SENAI-Itaúna pelo apoio laboratorial nos testes de dilatométrica.

REFERÊNCIAS

- 1 FROMMEYER, G.; BRÜX, U.; NEUMANN, P. Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International*, v. 43, n. 3, p. 438–446, 2003.
- 2 DUMAY, A.; CHATEAU, J.P.; ALLAIN, S.; MIGOT, S.; BOUAZIZ, O. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 483-484, p. 184-187, 2008.
- 3 LU, F.; YANG, P.; MENG, L.; CUI, F.; DING, H. Influences of Thermal Martensites and Grain Orientations on Strain-induced Martensites in High Manganese TRIP/TWIP Steels. *Journal of Materials Science & Technology*, v. 27, n. 3, p. 257-265, 2011.
- 4 DING, H.; DING, H.; SONG, D.; TANG, Z.; YANG, P. Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8%Mn. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 868-873, 2011.
- 5 FERREIRA, P.J.; MÜLLNER, P. A thermodynamic model for stacking fault energy. *Acta Materialia*, v. 46, n. 13, p. 4479-4484, 1998.
- 6 DINI, G.; NAJAFIZADEH, A.; MONIR-VAGHEFI, S.M.; UEJI, R. Grain Size Effect on the Martensite Formation in a High-Manganese TWIP Steel by the Rietveld Method. *Journal of Materials Science & Technology*, v. 26, n. 2, p. 181-186, 2010.

- 7 JUN, J.; CHOI, C. Variation of stacking fault energy with austenite grain size and its effect on the M_s temperature of $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in Fe–Mn alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 257, p. 353-356, 1998.
- 8 LIANG, X. *Structure and Mechanical Properties of Fe-Mn Alloys*. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2008. 254p. (Thesis, Degree of Master of Applied Science).
- 9 SANTOS, T.F.A.; ANDRADE, M.S. Internal Friction on AISI 304 Stainless Steels with Low Tensile Deformations at Temperatures between -50 and 20°C . *Advances in Materials Science and Engineering*, v. 2010, 8p., 2010, doi:10.1155/2010/326736.
- 10 CULLITY, B.D.; GRAHAM, C.D. *Introduction to Magnetic Materials*. USA: Willey, 2009.
- 11 TAVARES, S.S.M; LAFUENTE, A.; MIRAGLIA, S.; FRUCHART, D. X-ray diffraction and magnetic analysis of deformation induced martensites in a Fe-17Mn-1.9Al-0.1C steel. *Journal of Materials Science*, v. 37, p. 1645-1648, 2002.