

EFEITO DO NB NA TEMPERATURA DE TÊMPERA EM AÇOS TRATADOS POR TÊMPERA E PARTIÇÃO*

Lucas Ferrara Barbosa Aparecido¹
Diana Pérez Escobar²
Karelina Vaz Bueno³
José Roberto Bolota⁴
Margareth Spangler Andrade⁵
Fernando Gabriel da Silva Araújo⁶

Resumo

O objetivo do presente trabalho é avaliar o efeito da adição de Nb na determinação da Temperatura de Têmpera ótima (TTo), para se obter a maior fração de austenita retida possível, em aços tratados por Tempera e Partição e comparar este resultado com o modelo teórico. Duas ligas, uma delas com adição de Nb, foram submetidas à ciclos térmicos em dilatômetro. As frações de austenita retida foram determinadas por difração de raios X e a distribuição de fases por EBSD. Foi observado que a presença do Nb altera a distribuição de fases, favorecendo a formação de austenita retida.

Palavras-chave: Têmpera, Partição, Nióbio, austenita retida

Effect of Nb addition on the Quench Temperature on steels heat treated through Quenching and Partitioning

Abstract

The present paper studied the Nb addition effect on the optimal Quenching Temperature (QTo), which implies on the highest retained austenite fraction, in steels treated by Quenched and Tempered and compares it against the theoretical model. Two alloys, one with Nb addition, were submitted to thermal cycles by dilatometer. The retained austenite fractions were determined by X-ray diffraction and the phase distribution by EBSD. It was observed that the Nb addition modifies the phases distribution, improving the retained austenite formation.

Keywords: Quench, Partitioning, Niobium, retained austenite.

¹ Engenheiro Metalurgista, Mestrando em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

² Engenharia Metalúrgica, Doutor, Pesquisador em Tecnologia, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, CIT SENAI FIEMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

³ Engenheira de Materiais, Mestre, Engenheira de PDI, Gerdau Aços Especiais, Pindamonhangaba, SP, Brasil..

⁴ Engenheiro Metalurgista, MBA, CBMM, São Paulo, SP, Brasil.

⁵ Física, Doutor, Professor, RedeMat, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

⁶ Físico, Doutor, Professor, RedeMat, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de aços avançados de alta resistência (*Advanced High Strength Steel – AHSS*) representa um importante esforço tecnológico para possibilitar a produção de veículos com maior eficiência energética e segurança de seus ocupantes. Ao longo dos anos, esses aços evoluíram com novas ligas e rotas de processamento e veem sendo cada vez mais utilizados e demandados pela indústria automotiva [1,2, 3].

A primeira geração dos chamados aços *AHSS* deu origem aos aços *Dual-Phase (DP)*, Martensíticos, aços com plasticidade induzida por deformação (*Transformation Induced Plasticity - TRIP*) e *Complex Phase (CP)* [4].

A segunda geração de aços *AHSS* inclui aços com elevadas quantidades de elementos de liga tal como os aços *TWIP (twinning induced plasticity)* que, muito embora apresentem excelentes propriedades mecânicas e de ductilidade, sua aplicação ainda é bastante limitada devido ao seu elevado custo de produção [4].

Dessa forma, novos conceitos de aços *AHSS* de terceira geração estão sendo investigados a fim de possibilitar a produção de aços mais econômicos e com menores teores de liga capazes de atender aos requisitos de alta resistência mecânica e ductilidade, propriedades exigidas para aplicações na indústria automotiva.

A Figura 1 apresenta de forma esquemática as diversas famílias de aços distribuídas em função de seus valores de resistência mecânica e alongamento, evidenciando a lacuna de propriedades mecânicas que se busca atingir com o desenvolvimento de aços *AHSS* de terceira geração.

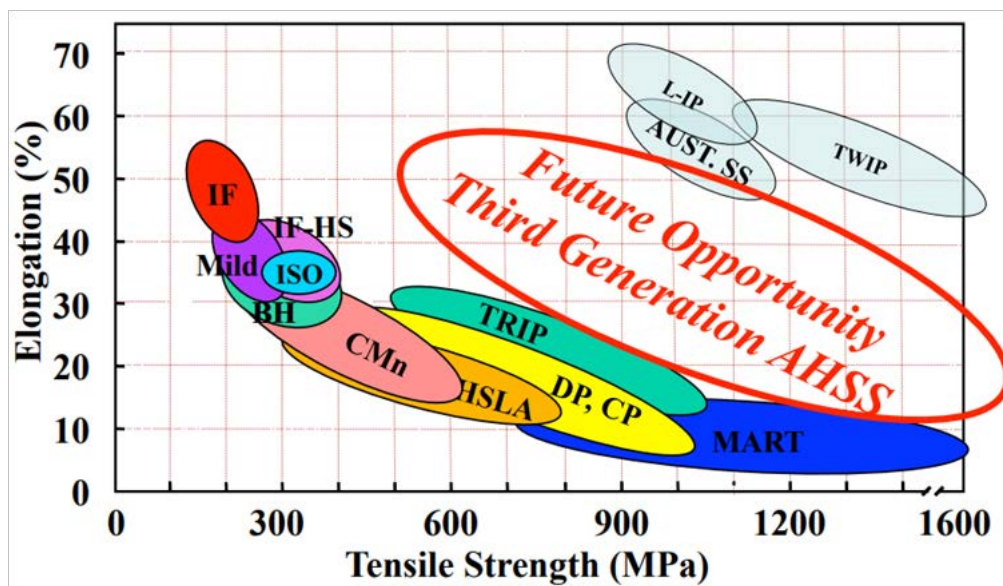


Figura 1. Potencial de propriedades mecânicas para aços martensíticos/austeníticos de terceira geração.[4]

Entre as diversas famílias de *AHSS* destacam-se os aços *TRIP* que, devido à sua microestrutura contendo significativas frações de austenita retida, oferece um bom compromisso entre ductilidade e resistência mecânica, além de induzir à transformação da austenita retida metaestável em martensita, agindo como mecanismo de endurecimento do material, quando submetido à cargas dinâmicas [5, 6].

Com o intuito de desenvolver aços com elevadas frações de austenita retida, o tratamento térmico de Têmpera e Partição (T&P) vem sendo amplamente estudado. O ciclo de T&P mais comum é feito em duas etapas, apresentado esquematicamente pela Figura 5 [7], que inicia-se pela austenitização total ou parcial do material seguida de têmpera interrompida em temperatura intermediária (TT – Temperatura de Têmpera) entre M_s (início da transformação martensítica) e M_f (final da transformação martensítica), na qual ocorre a transformação parcial da austenita em martensita. Devido ao rápido resfriamento da têmpera, o carbono contido na martensita transformada fica aprisionado na estrutura cristalina da mesma ($C_\gamma = C_m = C_i$). Na segunda etapa o material é aquecido até a chamada temperatura de partição e é mantido nessa temperatura por determinado tempo com o intuito de permitir a difusão do carbono contido na martensita para austenita, resultando na diminuição do teor de carbono da martensita e no aumento do da austenita ($C_m < C_i < C_\gamma$). A diminuição do teor de carbono da martensita e o aumento de teor na austenita favorecem a estabilização dessas duas fases em temperatura ambiente.

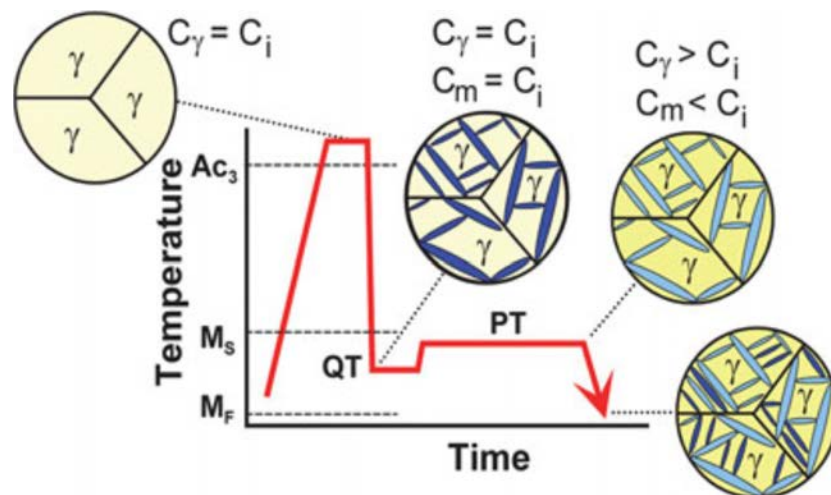


Figura 2. Tratamento Térmico de Têmpera e Partição, onde C_γ é %C na Austenita, C_i é %C da liga e C_m é %C na Martensita. [7]

No tratamento de Têmpera e Partição a seleção da Temperatura de Têmpera (TT) é de suma importância já que ela define o super-resfriamento em relação à M_s ao qual o material é submetido e a fração de austenita retida (AR) formada ao final do tratamento.

A fim de determinar a Temperatura de Têmpera ótima, a metodologia proposta por Speer *et al.* [8] permite determinar a temperatura de têmpera na qual se pode obter a maior fração de austenita retida após a etapa de partição em condições hipotéticas ideais, considerando que durante a partição todo o carbono disponível na martensita difunde para a austenita.

Inicialmente o modelo estima as frações de austenita e martensita resultantes em determinada temperatura de têmpera (QT – *Quenching Temperature*) baseado no super-resfriamento em relação à M_s conforme descrito pela relação de Koistinen-Marburger (equação 1). [9]

$$fm = 1 - e^{-1,1 \times 10^{-2} (M_s - QT)} \quad (1)$$

Onde fm é a fração de martensita transformada até a temperatura de têmpera QT abaixo de M_s .

Os valores de M_s podem ser estimados utilizando relações conhecidas na literatura, que incorporam os efeitos da adição dos elementos de liga nos cálculos (Equação 2). [5]

$$M_s (\text{°C}) = 539 - 423\%C - 30,4\%Mn - 17,7\%Ni - 12,1\%Cr - 7,5\%Mo \quad (2)$$

Observa-se que, confrontado com o modelo matemático, a temperatura de têmpera correspondente ao pico de austenita retida é próximo do modelado, muito embora a quantidade de austenita retida obtida experimentalmente seja menor.

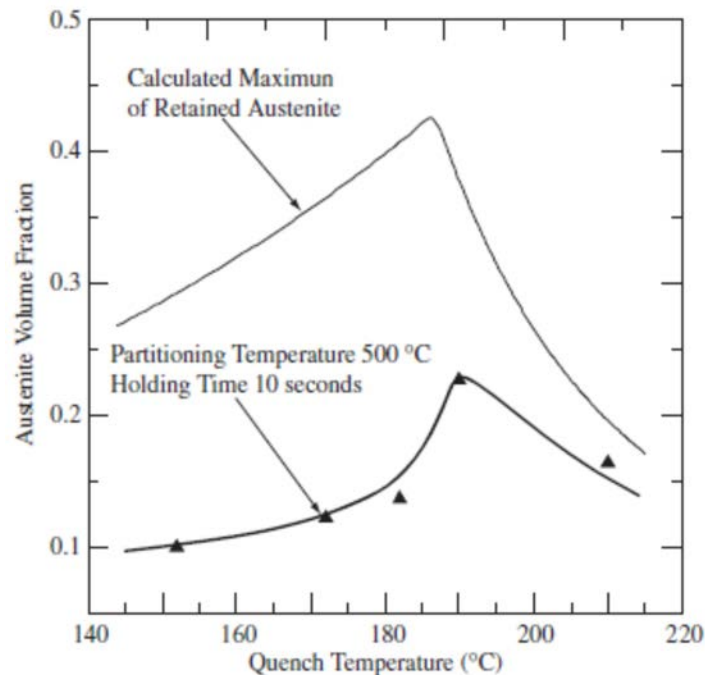


Figura 3. Fração de austenita formada para um aço 9260 em função de TT [8].

O nióbio é um elemento microligante de grande importância no desenvolvimento de aços, em especial aqueles de alta resistência e baixa liga (*HSLA – High Strength Low Alloy*) por proporcionar aumento da resistência, mesmo em baixas concentrações [10]. Este elemento contribui para o incremento da resistência mecânica pela formação de finos precipitados de carbonitretos de nióbio ($Nb(CN)$) promovendo endurecimento por precipitação e por refinamento dos grãos de ferrita. O seu efeito depende da quantidade e tamanho dos precipitados formados, sendo mais efetivo quando há precipitados finos e em grandes quantidades.

No caso de aços *TRIP* a adição de Nb atua fortemente no refinamento de grãos, diminuindo M_s e, conseqüentemente, favorecendo a preservação da austenita em temperatura ambiente. Além disso, tem-se como efeito indireto, o aumento do enriquecimento do carbono da austenita [11].

Hausmann *et al.* [12] apresentam um estudo que investiga a influencia no Nb na microestrutura e nas propriedades mecânicas para quatro aços *TBF (TRIP-aided Bainitic-Ferritic)* austemperados, sendo um deles sem adição de Nb e os demais com teores variados de nióbio. Os autores observam que a adição de Nb implica na diminuição dos limites de resistência e escoamento e no aumento da fração de austenita retida e nas deformações total e uniforme das amostras. Tais resultados são atribuídos ao aparecimento dos finos precipitados de $Nb(C,N)$, que promovem o refinamento de grão que, por sua vez, privilegia a difusão do carbono para a

austenita, tornando-a mais estável e em maior quantidade ao final do tratamento. O estudo conclui que o efeito benéfico do nióbio pode ser obtido desde concentrações de 0,025% e que o aumento do teor do microligante não incrementa de forma significativa os benefícios observados nas propriedades mecânicas e microestruturais.

Aços usados para T&P comumente são hipoeutetóides e ligados ao manganês, alumínio e silício. A presença tanto do silício quanto do alumínio objetiva a inibição da precipitação de carbonetos de ferro possibilitando que o carbono contido na martensita possa difundir e se concentrar na austenita. Já o manganês atua aumentando a estabilização e formação da austenita em temperatura ambiente [13,14].

Diante da falta de literatura que trate o efeito da adição de Nb em tratamentos térmicos de Têmpera e Partição, este estudo visa avaliar o efeito do microligante na determinação da TTo e na distribuição das fases resultante.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram produzidos em escala piloto dois lingotes de aproximadamente 50 quilogramas com seção transversal de cerca de 140x140mm cada. Tais lingotes foram aquecidos à temperatura de 1220 °C por cerca de 5 horas e forjados em tarugos de dimensão de 70x70. Ao final do forjamento foram recortadas as extremidades inferiores e superiores de cada tarugo a fim de descartar as regiões com defeitos e segregação. Posteriormente esses tarugos foram normalizados à 920°C por duas horas seguidos de resfriamento ao ar forçado (ventiladores).

As especificações químicas de cada liga são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Especificação química das ligas produzidas.

	C	Mn	Si	Al	Cr	Mo	Ti	Nb
1540 base	0,38 - 0,42	1,40 - 1,50	1,45 - 1,55	<0,02	0,18 - 0,22	0,04 - 0,08	0,010 - 0,015	<0,01
1540+Nb	0,38 - 0,42	1,40 - 1,50	1,45 - 1,55	<0,02	0,18 - 0,22	0,04 - 0,08	0,010 - 0,015	0,020 - 0,030

A partir das composições químicas obtidas foram determinados as Temperaturas de Têmpera ótima (TTo), conforme modelo proposto por Speer *et al.* [8]. A partir desta temperatura, foram realizados ensaios em corpos de prova cilíndricos de 10 mm por 4 mm de diâmetro em dilatômetro (BAHR DIL805A), variando progressivamente de ± 15 °C até que se alcançasse a condição com a maior fração de austenita retida [5,8,15,16], conforme esquema apresentado pela Figura 4.

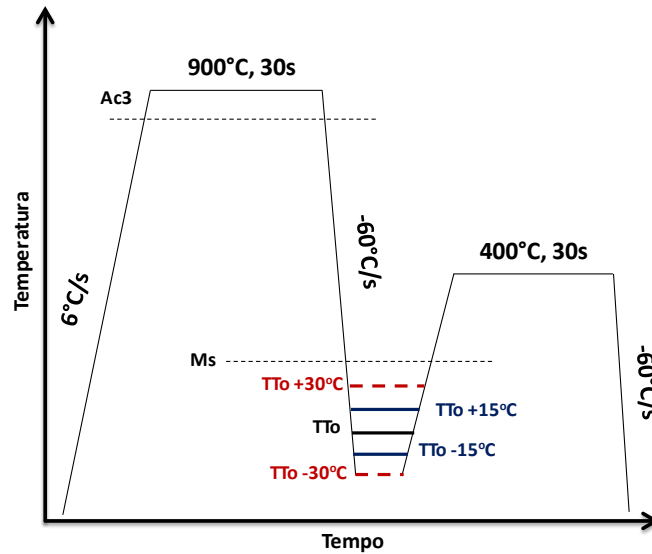


Figura 4. Diagrama esquemático de ensaios dilatométricos para definição de TTo.

As análises de Difração de raios X (Rigaku SmartLab) foram realizadas com anodo de cobre com 30kV e 200 mA, com ângulo de varredura de 40° à 105°. A quantificação de fases foi determinada pelo modelo de Rietveld utilizando o software PDXL2 com, pelo menos, os picos propostos por Ferreira *et al.* [17].

As amostras obtidas nesses ensaios foram caracterizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol JSM-7100F) para determinação da distribuição das fases presentes via EBSD (Oxford HKL Nordlys-Max) com 20Kv, corrente de 18 mA e passo de 0,1µm.

Com o intuito de determinar o tamanho de grão austenítico, foram preparados corpos de prova com uma superfície polida até suspensão de 1 micron, submetidas em dilatômetro à austenitização seguida de resfriamento brusco da ordem de 200 °C/s. Tais amostras foram analisadas em microscópio óptico (Olympus BX51M) e o tamanho de grão austenítico foi determinado com a utilização do software de tratamento de imagens *Stream Basic*.

3 RESULTADOS

As Temperaturas de Têmpera ótimas (TTo) calculadas pelo modelo de Speer *et al.* [8] foram de 225°C para ambas as ligas 1540, 1540+Nb já que o modelo não prevê a influência do nióbio nos resultados modelados. Para ambos os caso, a fração de austenita retida máxima em TTo é de cerca de 35%.

Os resultados experimentais demonstram que a fração máxima de austenita retida foi de 19,6% e 21,0% para as temperaturas de 225°C e 240°C, para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente (Figura 5).

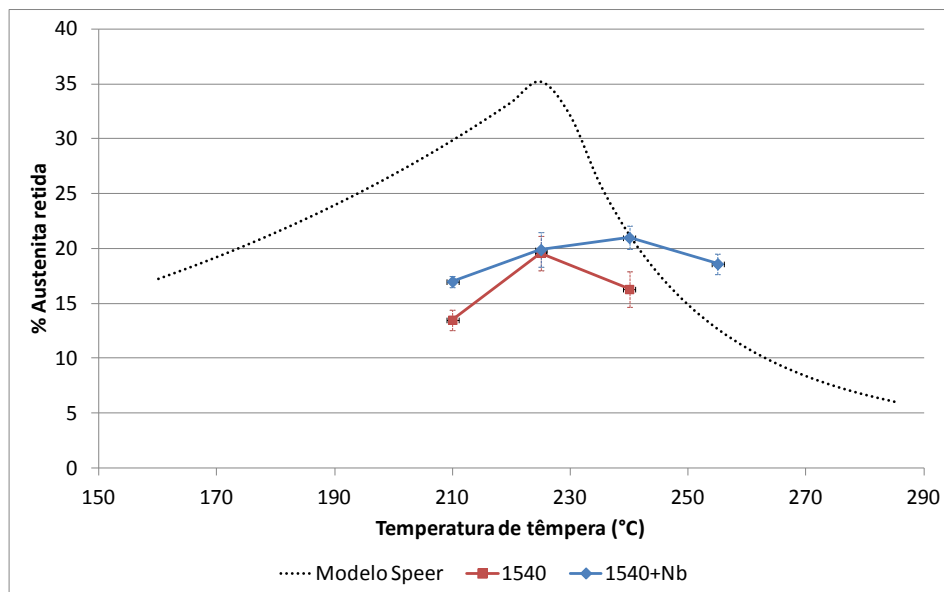


Figura 5. Determinação da temperatura de têmpera para as ligas 1540 (vermelho) e 1450+Nb (azul), comparada ao modelado (preto).

A distribuição de fases obtida via EBSD possibilitou identificar as fases CFC e CCC, correspondentes à presença de austenita e martensita/ferrita, respectivamente. Por outro lado, a determinação de tamanho de grão austenítico original via microscopia óptica (Figura 7), não revelou significativa diferença entre as amostras, que apresentaram tamanho de grão ASTM de 11,6 e 11,5 para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente, conforme descrito na Tabela 2.

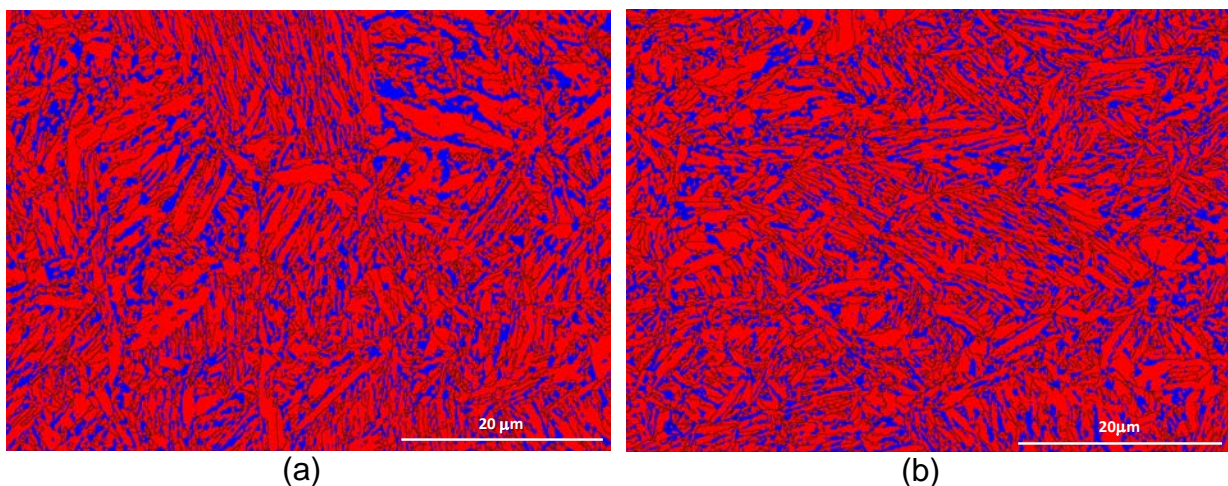


Figura 6. Distribuição de fases obtida por EBSD evidenciando as fases CFC (Austenita retida, em azul) e CFC (martensita/ferrita, em vermelho) para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).

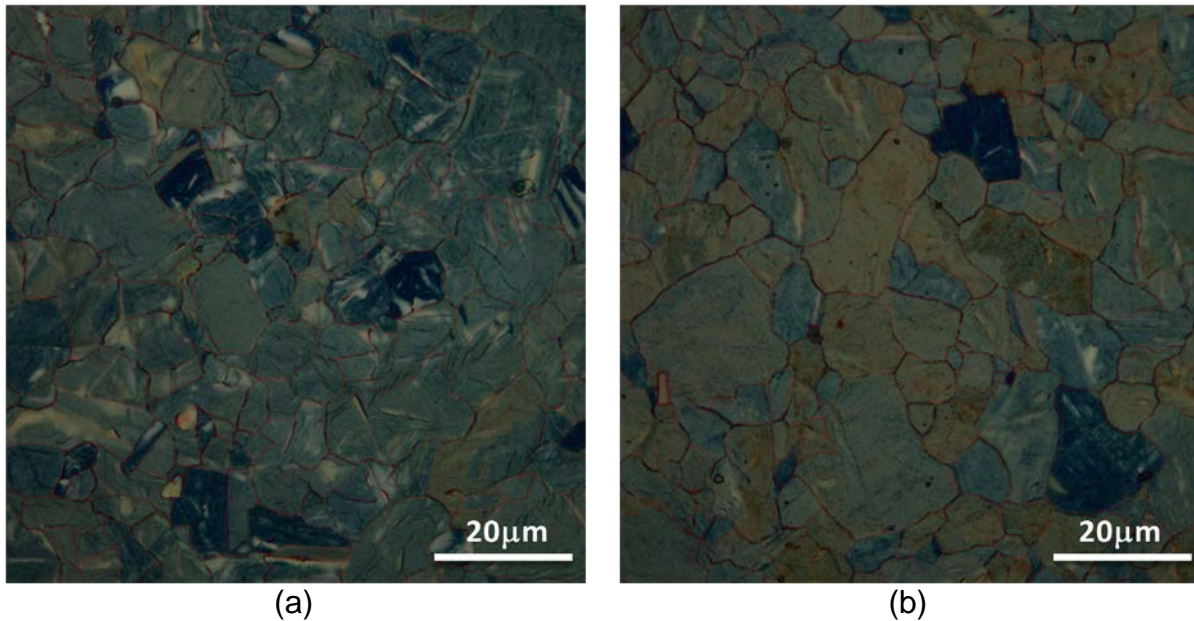


Figura 7. Microestrutura revelando os contornos de grãos austeníticos originais para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).

Tabela 2. Determinação de tamanho de grão austenítico original

	Grão ASTM (G)	Área média (μm^2)	Medições
1540	11,6	43,0	491
1540+Nb	11,5	45,1	484

4 DISCUSSÃO

A diferença apresentada pela Figura 5 entre a fração de austenita retida calculada e obtida experimentalmente já era esperada, já que o modelo pressupõe condições ideais para o enriquecimento da austenita em carbono. Além disso, pode-se observar que a quantidade de austenita retida obtida para a liga com adição de Nb foi sistematicamente maior do que a da liga sem o microligante, quando submetidas às mesmas temperaturas de têmpera. Nota-se, também, que a Temperatura de Têmpera ótima observada para a liga com adição de Nb difere daquela prevista pelo modelo teórico e da observada na liga base.

Pode-se notar pela Figura 6 que, muito embora o tamanho de grão austenítico original seja praticamente o mesmo para as duas amostras (Tabela 2), a distribuição das fases difere entre as amostras sendo mais finamente dispersas e homogêneas para a liga 1540+Nb, condição que favorece a difusão do carbono da martensita para a austenita na etapa de partição.

5 CONCLUSÃO

- A determinação da Temperatura de Têmpera ótima (TTo) foi realizada e confrontada com o modelo teórico com sucesso para ambas as ligas. Pode-se notar que a liga que contava com a adição de Nb alcançou frações de austenita retida maiores do que o observado para a liga sem Nb, quando submetidas às mesmas TTo.

- Apesar do tamanho de grão austenítico original de ambas as ligas serem muito semelhantes, observou-se nas imagens obtidas por EBSD que, para a liga 1540+Nb, a distribuição das fases CFC e CCC foi mais finamente dispersa e homogênea, favorecendo a partição do carbono e, conseqüentemente, tornando a austenita retida mais estável em temperatura ambiente. Tal hipótese corrobora com as maiores frações de austenita retida observadas pela difração de raios X para essa liga.

Agradecimentos

Agradecemos à CBMM, Gerdau Pindamonhangaba e Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais pelo apoio e infraestrutura no desenvolvimento deste projeto de P&DI.

6 REFERÊNCIAS

- 1 Tamarelli C. AHSS 101 – The evolving use of Advanced High-Strength Steels for automotive applications, Steel Market Development Institute, 2011, pp. 45.
- 2 Coelho DMS. Efeito da temperatura de Austenitização no Processo de Têmpera e Partição, 100 folhas, Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais e Metalurgia), 2008, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.
- 3 Keeler S, Kimchi M. Advanced High-Strength Steels – Applications Guidelines Version 5.0, World Auto Steel, 2014, pp. 276.
- 4 Speer JG, De Moor E, Findley KO, Matlock DK, De Cooman BC, Edmonds DV. Analysis of Microstructure Evolution in Quenching and Partitioning Automotive Sheet Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 42A, 2011, pp. 3591 – 360.
- 5 Martins ARFA. Têmpera e partição em aços de alta resistência contendo Ni: modelagem cinética, microestrutura e propriedades mecânicas, 194 folhas, Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais e Metalurgia), 2007, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.
- 6 Gorni AA. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas, Corte e Conformação de Metais, 44, 2008, pp. 26-57.
- 7 Wang L, Speer JG. Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment, Metallography Microstructure and Analysis, v.2, N.4, 2013, 268–281.
- 8 Speer JG, Assunção FCR, Matlock DK, Edmonds DV. The “Quenching and Partitioning” Process: Background and Recent Progress, Materials Research, v. 8, N. 4, 2005, 417-423.
- 9 Koistinen DP, Marburger RE. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels, Acta Metallurgica, vol. 7, 1959, pp. 59–60.
- 10 Davis JR, Alloying: Understanding the Basics, ASM International, 2001, pp. 197-205.
- 11 Bleck W, Phiu-On K. Microalloying of Cold-Formable Multi Phase Steel Grades, Materials Science Forum, Vols. 500-501, 2005, pp. 97-114.
- 12 Hausmann K, Krizan D, Spiradek-Hahn K, Pichler A, Werner E. The influence of Nb on transformation behavior and mechanical properties of TRIP-assisted bainitic-ferritic sheet steels, Materials Science & Engineering A, 588, 2013, pp. 142–150.
- 13 De Moor E, Matlock DK, Speer JG, Merwin MJ. Austenite stabilization through Mn Enrichment, Scripta Materialia, 64, 2011, pp.185-188.
- 14 Kang S, De Moor E, Speer JG. Retained Austenite Stabilization Through Solute Partitioning During Inter-critical Annealing in C-, Mn-, Al-, Si-, and Cr- Alloyed Steels, Metallurgical and Materials Transactions, 46A, 2015, pp.1005-1011.
- 15 KÄhkÖnen J. Quenching and partitioning response of carbon-manganese-silicon sheet steels containing nickel, molybdenum, aluminum and copper additions, 194 folhas,

- Dissertação (Mestrado em Engenharia de Metalurgia e Materiais), 2016, Colorado School of Mines.
- 16 Seo, EJ, Cho L, De Cooman BC. Modified Methodology for the Quench Temperature Selection in Quenching and Partitioning (T&P) Processing of Steels, Metallurgical and Materials Transaction A, 2016.
 - 17 Ferreira, HC, Boratto FJM, Buono VTL. Determination of low levels of retained austenite in low-carbon high-manganese steel using X-ray diffraction, Materials Science & Engineering A, 628, 2015, pp.110–115.