

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE ENCHAQUE NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E TEXTURA CRYSTALOGRÁFICA DE UM AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP COM ADIÇÃO DE Al*

Larissa Fernandes Nunes¹
Mônica Aline Magalhães Gurgel¹
Eustáquio de Souza Baêta Júnior¹
Andersan dos Santos Paula²
Luiz Paulo Mendonça Brandão³

Resumo

Aços assistido pelo efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) com alto teor de Al estão sendo desenvolvidos com grande potencial de se tornarem aços de terceira geração para aplicações no setor automotivo. Assim, por ainda estarem na fase de desenvolvimento, estudos sobre esses materiais são de extrema relevância. Este trabalho buscou correlacionar a influência da laminação a frio e recozimento intercrítico, em uma liga de aço TRIP com elevado teor de Al, com o comportamento da liga face as análises de transformações de fase via Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), identificação de fases e textura da matriz ferrítica via Difração de Raios X (DRX) e aspecto microestrutural via Microscopia Óptica (MO). O processamento termomecânico adotado, com distintas temperaturas de encharque no recozimento intercrítico, não influenciaram a textura cristalográfica da liga, entretanto, distintos percentuais de austenita retida foram verificados para cada condição, sendo o maior valor observado para a temperatura de 820 °C.

Palavras-chave: Aço assistido pelo efeito TRIP; Laminação a Frio; Recozimento Intercrítico; Microestrutura; Textura.

SOAKING TEMPERATURE INFLUENCE ON THE MICROSTRUCTURAL AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF THE TRIP-ASSISTED STEEL WITH AL ADDITION

Abstract

High Al content TRIP-assisted (*Transformation Induced Plasticity*) steels are being developed with great potential to become third generation steels for automotive applications. Thus, because they are still in the development phase, studies on these materials are extremely relevant. This work evaluated the influence of the cold rolling and intercritic annealing, on a TRIP-assisted steel alloy with high Al content, with alloys behavior associated to phase transformations by differential scanning calorimetry (DSC), phase identification and crystallographic texture by X-ray diffraction (XRD) and microstructural aspects by Optical Microscopy (OM). The thermomechanical processing employed, with distinct soaking temperatures on intercritic annealing, didn't influence the alloy crystallographic texture, however, different retained austenite fraction were verified for each condition, being the highest value observed at 820 °C

Keywords: TRIP-assisted steel; Cold Rolling; Intercritic Annealing; Microstructure; Texture.

¹ Engenheiro(a) Metalúrgico, M.Sc, Doutorando(a) em Ciência dos Materiais, PGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheira Metalúrgica, M.Sc., D.Sc., Professora Associada do PGCM e da Graduação, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Eng. Metalúrgico, M.Sc., D.Sc., Professor Decano e Titular do PGCM e da Graduação, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O setor automotivo exige continuamente melhorias nas propriedades dos materiais que são ali empregados. O principal objetivo deste setor, nos últimos anos, está sendo a diminuição de peso dos veículos a fim de reduzir o consumo de combustíveis o que acarreta na diminuição da liberação de gases responsáveis pelo efeito estufa [1].

O projeto nomeado "ULSAB-AVC" (*Ultra Light Steel Auto Body - Advanced Vehicle Concepts*) teve como objetivo o desenvolvimento de aços leves para aplicações automotivas. Este projeto revolucionou os aços que são aplicados na fabricação dos veículos possibilitando a redução de peso sem perda das propriedades mecânicas [2].

A combinação de resistência mecânica e alongamento é primordial para aços utilizados na indústria automobilística. Mecanismos tais como refino do grão, endurecimento por solução sólida, formação de segunda fase e precipitação conferem maior resistência aos aços. Com exceção do refino de grão, os outros mecanismos para aumento da resistência ocasionam a redução da ductilidade [3]. Entretanto, pode-se observar que aços endurecidos por transformação de fase durante solicitação mecânica apresentam elevadas relações de limite de resistência e alongamento como apresentado por Xu *et al.* [4].

Entre os materiais desenvolvidos, os aços multifásicos destacam-se por atender as exigências do setor automobilístico com uma vasta gama de utilizações que exploram o efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação) nestes materiais [5].

Novas composições de aços TRIP-assistido estão sendo desenvolvidas, entre elas as com elevado teor de alumínio. O alumínio estabiliza a ferrita- δ possibilitando que uma nova liga com microestrutura completamente diferente seja desenvolvida. Esta liga é denominada δ -TRIP [6].

O presente trabalho visa avaliar o comportamento em relação à evolução microestrutural e transformações de fases, e textura cristalográfica em condição laminado a frio e recozido no campo intercrítico de um aço assistido pelo efeito TRIP com adições de alumínio. Para alcançar o objetivo proposto, análises tais como, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), Microscopia Óptica (MO) e Difração de Raios X (DRX) foram realizadas.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Material e Método

A liga estudada neste trabalho consiste em um aço assistido pelo efeito TRIP com adição de aproximadamente 3,5% de alumínio e 0,4% de carbono. A espessura inicial da chapa é de 1,2 mm.

Após o recebimento da liga, na forma de chapa como recebida, a mesma foi submetida ao tratamento térmico de recozimento a 1000 °C por 3 min com objetivo de minimizar a influência das etapas de processamentos termomecânicos anteriores. Após, o material foi submetido a uma laminação a frio com redução de 50% na espessura. Em seguida, com auxílio dos resultados obtidos na análise de calorimetria diferencial de varredura (DSC) da amostra laminada, no âmbito deste trabalho, selecionou-se 3 temperaturas no campo intercrítico para realização dos tratamentos térmicos.

As temperaturas selecionadas estão presentes na Tabela 1.

Tabela 1. Temperaturas empregadas nos tratamentos térmicos de recozimento intercrítico.

Amostra	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	T ₃ (°C)
L50	800	820	850

É importante ressaltar que todos os tratamentos térmicos realizados após o trabalho a frio tiveram duração de 3 min ao longo de sua temperatura de encharque. A nomenclatura utilizada para as amostras está descrita na Tabela 2, de acordo com a redução aplicada na laminação e a temperatura empregue no tratamento térmico realizado.

Tabela 2. Nomenclatura utilizada nas amostras.

Laminada	Submetida ao T ₁	Submetida ao T ₂	Submetida ao T ₃
L50	L50800	L50820	L50850

A análise via DSC foi realizada em um equipamento Netzsch modelo DSC 404 F1 Pegasus, instalado no laboratório de Materiais Compósitos e Fibras Naturais do Instituto Militar de Engenharia. Para a realização do ensaio, utilizou-se um cadinho de alumina e adotados ciclos térmicos com rampa de aquecimento controlada sob taxa de 10 °C/min até 1000 °C. Atmosfera de nitrogênio foi mantida durante todo o ensaio a fim de minimizar a oxidação da amostra e proteger os componentes do forno. Para a realização da análise, a amostra foi previamente cortada, nas dimensões 2x2x1,2 mm, com auxílio de um disco diamantado em máquina de corte de precisão com uso de solução lubrificante e refrigerante. Após a decapagem química em solução de ácido clorídrico, ácido nítrico e água destilada (1:1:1), a massa da amostra foi medida aproximando-se de 30 mg. A decapagem foi realizada a fim de remover a camada deformada introduzida pelo corte.

Com o intuito de observar as modificações microestruturais após os tratamentos térmicos empregados, as superfícies do plano da chapa das amostras foram preparadas seguindo procedimento padrão de preparação metalográfica para aços. Ou seja, os corpos de prova foram submetidos ao lixamento até a granulometria de 2000 mesh seguido por polimento mecânico com alumina de 1 µm e 0,3 µm. Em seguida, foram atacadas quimicamente com solução de Nital 2% (solução composta por 2 ml de ácido nítrico (HNO₃) em 98 ml de álcool etílico) durante 20 s de aplicação.

Aspectos microestruturais como determinação dos microconstituintes e morfologia além das modificações resultantes das ciclagens térmicas adotadas foram analisados com auxílio da microscopia óptica (MO).

As análises de DRX foram efetuadas no laboratório de Difração de Raios X do IME com objetivo de avaliar a macrotextura e as fases presentes nas amostras em todas as etapas de processamento. O difratômetro utilizado foi o modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical com tubo de raios X cerâmico e ânodo de cobalto com detector PIXel de 255 canais. Para as análises de textura coletou-se em todas as amostras os resultados referentes aos planos (110), (211) e (200) característicos da estrutura cúbica de corpo centrada (CCC) da ferrita. Os resultados obtidos foram demonstrados na forma de difratogramas e através de Figuras de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOCs) que ilustram as intensidades dos componentes de textura em função dos ângulos de Euler. As FDOCs foram plotadas seguindo a notação de Roe.

Análises quantitativas das fases foram realizadas com auxílio da norma ASTM E975 [7]

2.2 Resultados e discussão

A amostra como recebida foi caracterizada por Baêta Junior [8] como multifásica com a presença de ferrita, perlita, bainita superior e inferior, e austenita retida. Através dessa microestrutura, espera-se que durante a análise de DSC seja observada a presença de picos endotérmicos relativos a transições de fases durante a etapa de aquecimento referentes a decomposição de carbonetos e formação da austenita provenientes da ferrita da perlita ou bainita e da ferrita pró-eutetóide.

Durante o aquecimento, como pode ser observado na Figura 1, verifica-se um primeiro pico com máximo em 751 °C podendo este ser referente a reversão da transformação eutetóide. Nessa temperatura, a segunda fase rica em elementos de liga pode estar se decompondo para que seus elementos possam enriquecer a solução sólida da ferrita [9].

Um segundo evento endotérmico se fez presente nas análises com picos de máximo entre a faixa de temperatura de 800 e 820 °C aproximadamente. Observa-se que este evento apresenta mais de um pico de máximo, sendo indicativo de transformações sobrepostas na faixa de temperatura de início e fim. O primeiro pico pode estar associado ao enriquecimento de elementos de liga da ferrita- α para se transformar em austenita. O segundo pico pode estar associado a transformação da ferrita- α enriquecida em austenita. Ao se confrontar os resultados de DSC deste presente trabalho com resultados de análise de dilatométrica, em diferentes trabalhos da literatura, observa-se a determinação das temperaturas Ac_1 e Ac_3 com eventos intermediários entre estas temperaturas de transformação, a citar os trabalhos de Chen *et al.* [10] e Echeverri [11].

Além de proporcionar um melhor entendimento do comportamento térmico da amostra em estudo, a análise de DSC foi utilizada para seleção das temperaturas dos tratamentos térmicos como descrito na seção 2.1 de Material e Métodos.

Para valores inferiores a 600 °C a curva não apresentou modificações significantes. Desse modo, esses dados foram omitidos.

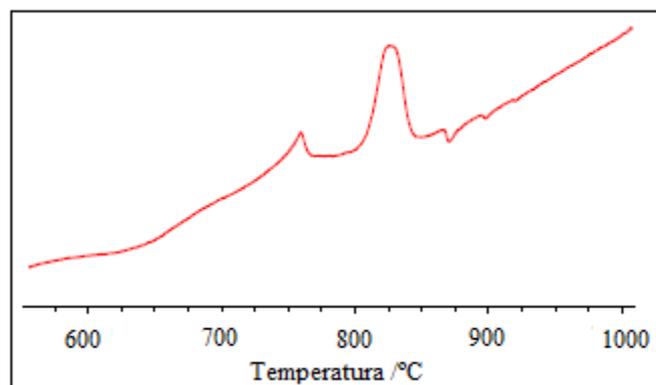


Figura 1. Análise térmica via DSC da amostra L50 com taxa de aquecimento de 10 °C/min.

Análises de difração de raios X foram realizadas em todas as condições das amostras com o intuito de investigar a influência dos tratamentos térmicos na textura cristalográfica e na fração volumétrica das fases presentes através de análises qualitativas e quantitativas.

Os difratogramas foram obtidos através de varreduras realizadas na superfície associada ao plano normal da chapa para observação dos picos de difração. Na Figura 2 estão apresentados os difratogramas para as quatro condições analisadas, sendo elas: L50, L50800, L50820, L50850.

Após a realização do processamento mecânico via laminação e tratamentos térmicos em distintas temperaturas, conforme proposto, observa-se que a fase CCC da matriz (ferrita) se mantém presente com os mesmos picos de difração para todas as condições. Segundo [12], os planos (110) CCC, (200) CCC e (211) CCC e os ângulos de difração próximos a 52°, 77° e 100°, em tubo de cobalto, respectivamente são característicos da ferrita- α .

Em relação aos picos de austenita, observa-se que as amostras L50 e L50800 apresentaram baixas intensidades para os mesmos, sendo mais expressivo na amostra L50. Após a laminação a frio, por se tratar de um aço TRIP, era esperado que essa austenita realmente fosse extinta devido a transformação de fase (austenita - martensita) induzida por deformação. Entretanto, para a amostra que foi recozida a 800 °C, esse fenômeno pode ter ocorrido pelo fato da temperatura selecionada não ter sido suficiente para promover a transformação reversa da martensita para austenita.

Para as amostras L50820 e L50850 observa-se que os picos referentes a austenita voltaram a se fazer presentes com intensidades variando com a temperatura do tratamento em relação ao material laminado (L50). Esse fenômeno pode estar relacionado a transformação reversa da austenita [13,14].

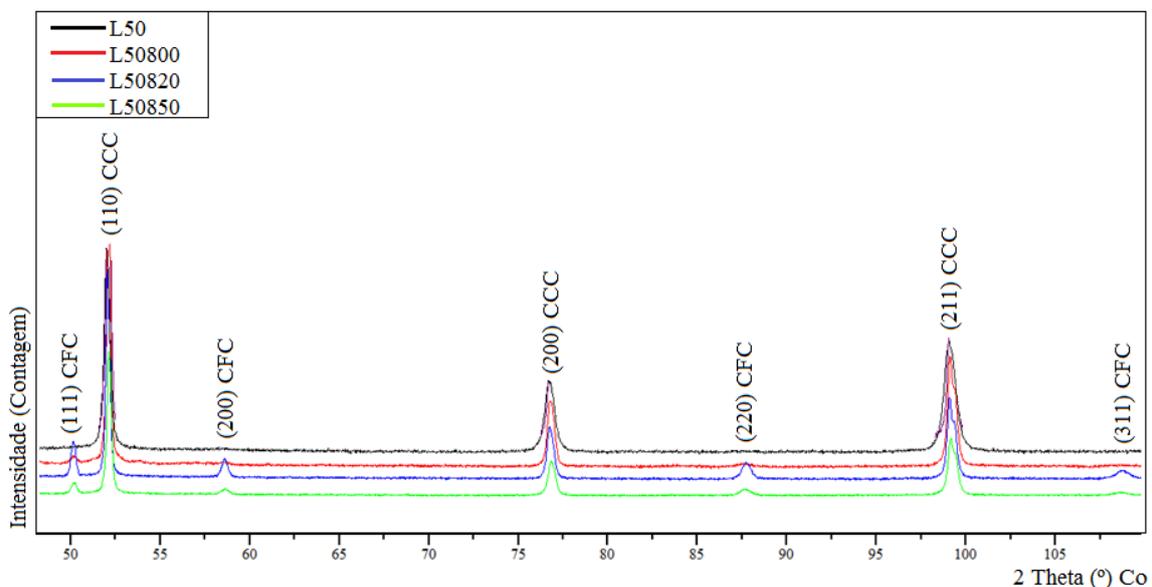


Figura 2. Difratograma da amostra em estudo, sendo: laminado a 50% (L50), recozido após laminação a 800 °C (L50800), recozido após laminação a 820 °C (L50820) e recozido após laminação a 850 °C (L50850).

Os resultados referentes as frações volumétricas da austenita retida e ferrita total obtidas com auxílio da norma ASTM E975 para as amostras recozidas após laminação a frio são apresentados na Tabela 3. Observa-se que a amostra L50820 apresentou o maior percentual de austenita retida na microestrutura. A liga em estudo apresenta o efeito TRIP, com isso, um maior percentual de austenita na microestrutura poderia proporcionar melhorias no comportamento mecânico do material.

Tabela 3. Frações volumétricas (%) das fases presentes em cada uma das temperaturas de tratamento térmico analisadas.

Amostras	γ (%)	α (%)
L50800	1,2	98,8
L50820	9,1	90,9
L50850	3,1	96,7

Na Figura 3 é apresentada a seção $\Phi = 45^\circ$ das FDOCs em função dos ângulos de Roe para todas as amostras e condições estudadas.

Através das análises dos resultados obtidos na textura cristalográfica para todas as condições é possível observar a pouca influência que a laminação a frio e os tratamentos térmicos provocaram na orientação dos grãos, sendo verificada pela intensidade máxima de contornos igual a 3 para as amostras L50800 e L50850 (Figura 3b e 3c).

Entretanto, após os recozimentos, verifica-se um ligeiro alinhamento das orientações em direção a fibra γ . A fibra γ se faz presente em texturas de recristalização após laminação a frio e sua presença confere boa qualidade de estampagem ao material [15].

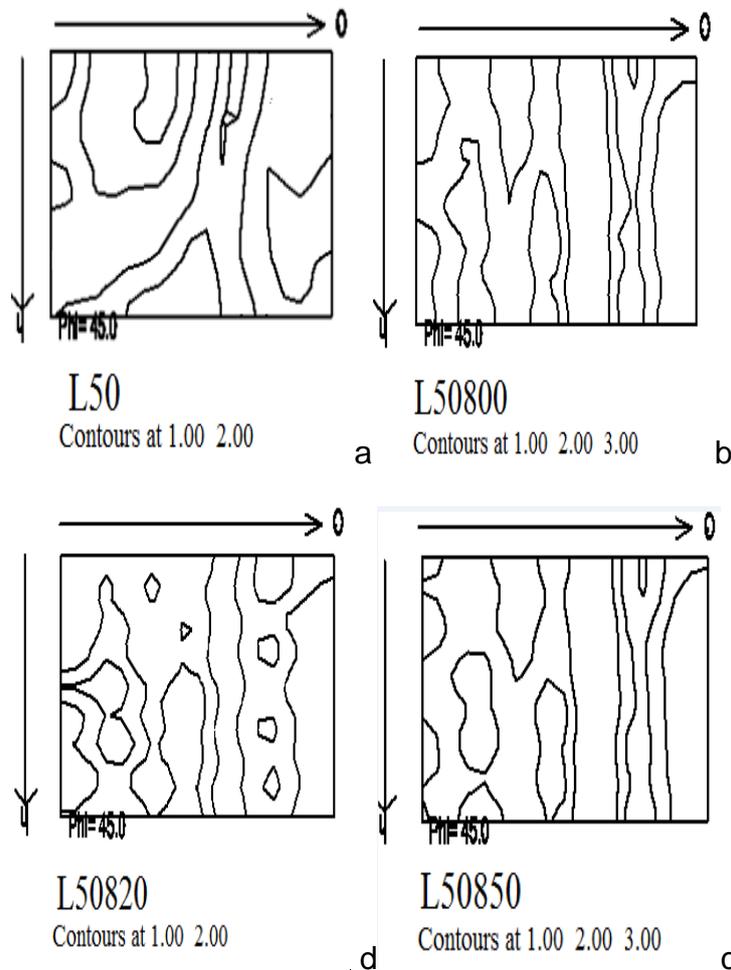


Figura 3. FDOCs das condições analisadas, sendo elas: (a) laminado a 50% (L50), (b) recozido após laminação a 800 °C (L50800), (c) recozido após laminação a 820 °C (L50820) e (d) recozido após laminação a 850 °C (L50850).

Para verificar a microestrutura final realizou-se análises via MO com aumento de 200x.

Em todas as amostras avaliadas (Figura. 4), verificou-se a presença de uma microestrutura multifásica composta por grãos claros e escuros. Os grãos claros presentes nas fotomicrografias são referentes a ferrita devido a utilização do ataque químico com nital 2%. Os grãos com tonalidade escura estão relacionados com uma segunda fase produto da transformação da austenita ou a própria austenita retida. Para a amostra laminada a frio verifica-se a presença de grãos visivelmente orientados na direção de laminação. Esse fenômeno já era esperado devido ao encruamento gerado pelo trabalho a frio realizado (Figura 4a). Em relação a laminação a frio seguida dos tratamentos térmicos empregados, observa-se a presença de grãos equiaxiais para as amostras que passaram pelos recozimentos (Figuras 4b, 4c e 4d).

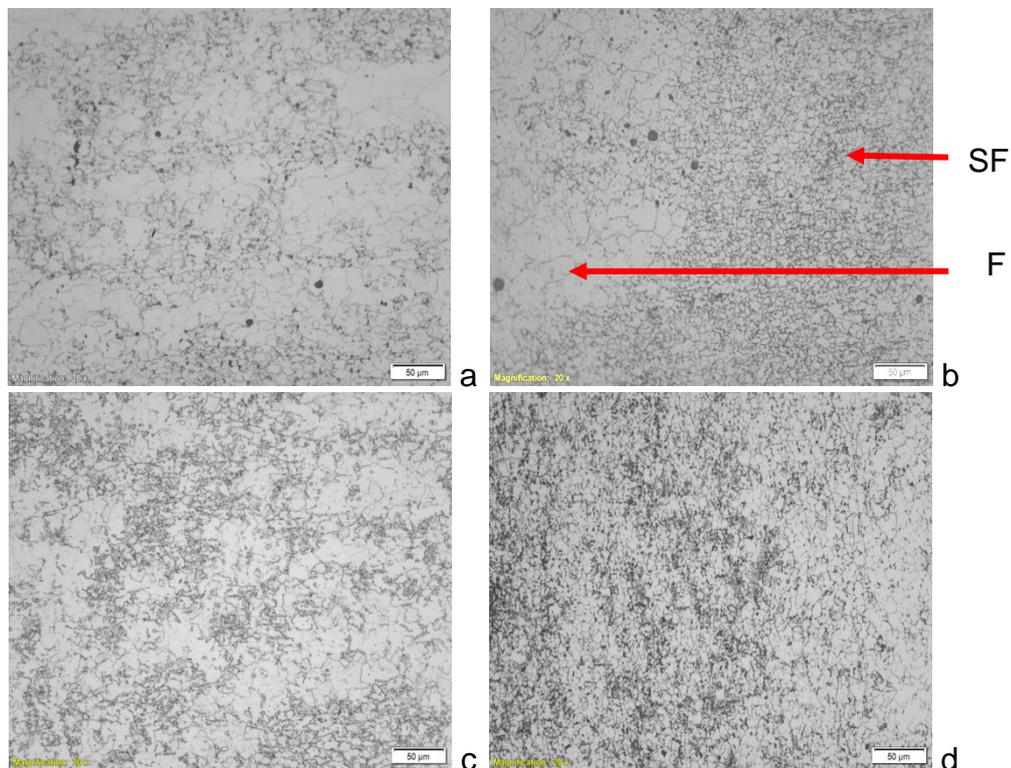


Figura 4. Microestruturas das amostras observadas via MO: (a) laminado a 50% (L50), (b) recozido após laminação a 800 °C (L50800), (c) recozido após laminação a 820 °C (L50820) e (d) recozido após laminação a 850 °C (L50850) com aumento de 200x. Ataque Nital 2%. SF = Segunda Fase; F = Ferrita.

Com base no exposto, análises complementares estão sendo conduzidas de modo a entender melhor a influência do trabalho a frio e dos tratamentos térmicos empregados. A citar:

- Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando os detectores de elétrons secundários e retroespalhados para conhecimento das fases presentes;
- Realização de DRX em temperatura buscando correlacionar os picos presentes na análise de DSC com as fases existentes;
- Realização de tratamentos térmicos em temperaturas mais elevadas objetivando verificar a influência dos mesmos no percentual de austenita retida na liga.

3 CONCLUSÃO

- Após os tratamentos térmicos, as amostras tratadas a 820 e 850 °C (L50820 e L50850, respectivamente) apresentaram picos referentes a austenita que não se fizeram presentes na amostra laminada (L50). Isso pode ser um indicativo de transformação reversa da austenita. A amostra tratada a 800 °C (L50800) não apresentou picos com intensidade significativa da fase cúbica de face centrada (CFC) sinalizando que essa temperatura pode não ter sido suficiente para promover a reversão da martensita para austenita.
- As temperaturas de tratamento térmico empregadas favoreceram distintas frações volumétricas de austenita retida na microestrutura. A liga que foi tratada a 820°C apresentou o percentual mais elevado, sendo este igual a 9,1%.
- O processamento mecânico e os tratamentos térmicos não foram suficientes para induzirem fortes orientações preferenciais no material.
- Todas as amostras, de um modo geral, apresentaram microestrutura composta por ferrita e segunda fase.

Agradecimentos

Os autores agradecem às instituições pelo apoio prestado na execução do presente trabalho: UFMG e CETEX; agradecem a bolsa de produtividade à pesquisa (PQ-2) do CNPq (Processo 307798/2015-1). M.A.M.G, E.S.B.J e L.F.N. agradecem a bolsa de doutorado subsidiada pela CAPES e CNPQ vinculada ao PGCM/SE4-IM.

REFERÊNCIAS

- 1 FERRER, M. H. Estudo das transformações de fase de aço TRIP ao Si-Mn microligados com Nb, Tese de Doutorado em engenharia, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, maio 2003.
- 2 KRUMENAUER, F. Z.; BATALHA, G. F. Engenharia simultânea e Projeto Orientado para a Manufaturabilidade e Montagem de Portas Automotivas, Dissertação de mestrado profissional de Engenharia Automotiva, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, 2005.
- 3 ANAZAWA, R. M.; et al. Efeito dos Tratamentos Intercrítico e Isotérmico sobre as Propriedades Mecânicas e na Microestrutura no Aço 300M, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 25, nº 2, p. 93-97, 2006.
- 4 XU, Yun-bo; HU, Zhi-ping; ZOU, Ying; TAN, Xiao-dong; HAN, Ding-ting; CHEN, Shu-qing; MA, De-gang; MISRA, R.D.K. Effect of two-step intercritical annealing on microstructure and mechanical properties of hot-rolled medium manganese TRIP steel containing δ -ferrite. Materials Science & Engineering A 688, 40–55, 2017.
- 5 FUKUGAUCHI, C. S. Metodologia para caracterização metalográfica de um aço TRIP por microscopia óptica, Dissertação de mestrado em Engenharia Mecânica na área de Materiais, Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2010.
- 6 CHATTERJEE, S. Transformations in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties, Cambridge: Darwin College, University of Cambridge, 2006.

- 7 ASTM E975-13, Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.
- 8 BAÊTA JÚNIOR, Eustáquio de Souza. Caracterização de aço TRIP com alto teor de alumínio, Dissertação de Mestrado, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2016.
- 9 SRIVASTAVA, A. K., BHATTACHARJEE, D., JHA, G., GOPE, N., & SINGH, S. B. Microstructural and mechanical characterization of C–Mn–Al–Si cold-rolled TRIP-aided steel. *Materials Science and Engineering: A*, 445-446, 549–557. doi:10.1016/j.msea.2006.09.101, 2007
- 10 CHEN, P., DUB, P., WUC, D., WANSU, G., YIE, H., Simulation of Dilatation Curve Associated with Martensitic Transformation in a Dual-phase Steel, *Materials Science Forum Online*: 2015-04-01 ISSN: 1662-9752, Vol. 816, pág. 769-774.
- 11 ECHEVERRI, E. A. A. Análise numérica e experimental de um aço TRIP submetido aos processos de estampagem a quente e têmpera e partição (Q&P). 2017. 218 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.
- 12 NETO, J. R. d. B. Evolução da microestrutura e da textura cristalográfica durante a etapa de aquecimento do recozimento de um aço IF, Dissertação de mestrado apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, UFC, Fortaleza, CE, 2013.
- 13 ZHANG, M. D., HU, J., CAO, W. Q., DONG, H. Microstructure and mechanical properties of high strength and high toughness micro-laminated dual phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 618, 168–175, 2014.
- 14 CAI, Z. H., DING, H., XUE, X., JIANG, J., XIN, Q. B., MISRA, R. D. K. Significance of control of austenite stability and three-stage work-hardening behavior of an ultrahigh strength–high ductility combination transformation-induced plasticity steel. *Scripta Materialia*, 68(11), pág. 865–868, 2013.
- 15 SARDINHA, N. do A; BRANDÃO, L. P. M. Comparação da textura cristalográfica de um aço if após laminação convencional e assimétrica. *RMCT*, 01:03, 2014.