

## OBSERVAÇÕES MICROESTRUTURAIS EM MET DE UM AÇO ULTRA BAIXO CARBONO LIVRE DE INTERSTICIAIS E ESTABILIZADO AO TITÂNIO

\*Chagas J.F. , \*\*Hashimoto T. M., \*\*\*Monteiro W. A.

\*Universidade de Taubaté, UNITAU, Taubaté-SP, Departamento de Matemática e Física  
.Doutorando pela Universidade Estadual Paulista, UNESP, Guaratinguetá-SP.  
Rua Agostinho Ardito, 373, Jardim Jaraguá , CEP 12062610, Taubaté-SP  
jchagas@prppg.unitau.br

\*\*Universidade Estadual Paulista, UNESP, FEG, Guaratinguetá-SP,  
Departamento de Materiais e Tecnologia.  
Rua Ariberto Pereira da Cunha, Bairro do Pedregulho, Guaratinguetá-SP, CEP 12500000

\*\*\*Departamento de Metalurgia Nuclear, IPEN-CNEN/SP, São Paulo-SP, Brasil  
wamonte@net.ipen.br

### ABSTRACT

In recent years, there has been significant interest in properties and development of interstitial-free (IF) steels. These steels, because of their improved formability and deep drawing capability offer a number of advantages for stamped components in automotive applications. IF steels generally exhibit more consistent mechanical properties compared to conventional aluminium killed deep drawing quality steels. The carbon contents of IF steels are well below those of steels which form pearlite after hot rolling and annealing. The objective of this work is to analyse by Transmission Electron Microscopy (MET) the influence of thermomechanical treatment on the microstructural morphology of a IF-Ti steel in terms of precipitates and dislocation distributions in the ferrite matrix.

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento tecnológico de fabricação de aços estabilizados apresentou um significativo avanço a partir da crise do petróleo na década de 70, quando produtores de aços e fabricantes de automóveis trabalharam em conjunto para obter um automóvel seguro e mais leve [1]. Nos últimos anos, ocorreram grandes desenvolvimentos na tecnologia dos aços. Inicialmente, aços com alto teor de carbono apresentaram sérios problemas quanto à conformabilidade, soldabilidade, tenacidade, soldagem e peso. Com isso, as pesquisas se concentraram no estudo e na tecnologia da redução do teor de carbono dos aços, juntamente com a diminuição no tamanho de grão e também com a adição de elementos químicos estabilizantes como o nióbio, titânio, vanádio e outros [2,3]. Estes elementos interagem com o carbono e com o nitrogênio de forma a retirá-los dos interstícios, formando precipitados com as mais variadas composições e morfologias. Os precipitados formados promovem o endurecimento do aço.

Os aços livres de intersticiais (aços IF) são o resultado deste avanço tecnológico, onde, inicialmente, a desgaseificação a vácuo possibilitou a produção de aços com teores de carbono menores que 100 ppm. Hoje, são produzidos aços IF com teores de carbono menores que 20 ppm. O aço IF é um aço de carbono extra-baixo estabilizado com titânio, nióbio ou ambos, que tem como características principais a alta ductilidade e a elevada capacidade de conformação[4,5]. Em razão dessas características, torna-se indicado para aplicações de estampagem extra e super extra-profunda, como cárter, porta de automóveis, latas para bebidas, etc. Nesta classe de aço, ocorre a precipitação dos elementos intersticiais (carbono e nitrogênio) pela combinação do titânio, nióbio ou titânio-nióbio. A quantidade desses elementos estabilizadores exerce uma influência significativa na ductilidade, portanto, deve-se calcular cuidadosamente a quantidade necessária para capturar o carbono e o nitrogênio dos interstícios. Os aços IF também devem estar livres de inclusões de óxidos[6].

Os baixos teores de carbono dos aços IF promovem a formação de uma textura {111}, responsável pelos altos valores de  $r$  (valor de Lankford), melhorando a conformabilidade e a resistência ao envelhecimento durante a deformação. A morfologia da fase ferrita, a morfologia e a distribuição dos precipitados formados e a presença e distribuição de discordâncias originadas durante o processamento termomecânico são os responsáveis pelas características mecânicas dos aços IF [7]. As principais variáveis a serem controladas durante o processamento termomecânico do aço IF são: temperatura de reaquecimento da placa, velocidade de deformação, taxa de redução final, temperatura final após último passe, taxa de resfriamento da tira laminada a quente após o último passe, temperatura de bobinamento, taxa de redução a frio e condições de recozimento. Todas estas variáveis afetam direta ou indiretamente a microestrutura dos aços IF, sendo assim importante comentar rapidamente o efeito destas variáveis na microestrutura e conseqüentemente nas propriedades mecânicas [8].

Após a etapa do refino primário (redução do teor de carbono), o material é levado para a desgaseificação a vácuo para obter baixos níveis de carbono. Em seguida é realizada a laminação a quente. Nesta etapa, ocorrerá a dissolução e a precipitação de uma segunda fase, a deformação e a recristalização da austenita e a transformação da austenita em ferrita. O carbono e o nitrogênio interagem com os microligantes produzindo precipitados, principalmente, carbonetos e nitretos. No reaquecimento da placa, ocorre a dissolução dos precipitados (TiC, TiN, NbC, AlN). A diminuição da temperatura de reaquecimento eleva os valores de Lankford ( $r$ ) e a ductilidade. Os elementos estabilizadores devem ser adicionados com um ligeiro excesso contribuindo, a altas temperaturas, para a dissolução e homogeneização dos precipitados formados. Os aços IF estabilizados ao titânio são mais sensíveis à variação na temperatura de reaquecimento da chapa. Para altas taxas de redução a

quente e altas taxas de velocidade, os aços IF estabilizados ao titânio apresentaram um alto alongamento e um aumento nos valores de  $r$ . Este aumento foi mais sensível para os aços IF estabilizados ao titânio e nióbio [9]. O aumento na temperatura final de laminação faz com que os valores de  $r$  aumentem juntamente com o alongamento, porém, o aumento no alongamento é menos acentuado. Quanto à temperatura de bobinamento, os aços bobinados em altas temperaturas recristalizam em temperaturas mais baixas, principalmente em aços IF estabilizados ao nióbio. O aumento na temperatura de bobinamento eleva os valores de ductilidade e os valores de  $r$  para aços IF com cerca de 30ppm de carbono microligado ao titânio. A adição de titânio minimiza o efeito da temperatura de bobinamento na temperatura de recristalização. O aumento na redução a frio eleva os valores de  $r$  e diminui o alongamento da chapa de aço IF. Os melhores resultados de anisotropia planar foram encontrados utilizando redução a frio de 80%. Após a laminação a frio, é realizado o processo de recozimento afim de obter uma microestrutura ferrítica recristalizada. A maioria dos aços IF comerciais é recozido continuamente. O aumento na temperatura de recozimento eleva os valores de  $r$ , aumenta o alongamento e diminui o limite de escoamento dos aços IF recozidos continuamente [10].

Além das variáveis no processamento termomecânico, a composição química dos aços IF exerce forte influência na morfologia microestrutural. Como os aços IF são utilizados principalmente em processos de estampagem, é importante avaliar o efeito da quantidade de carbono, nitrogênio e elementos estabilizadores nos valores de  $r$  e no alongamento dos aços IF.

O aumento no teor de carbono de aços IF estabilizados ao titânio eleva os valores do limite ao escoamento e reduzem os valores de alongamento e valores de  $n$  (coeficiente de encruamento). Os valores de  $r$  não são afetados pelo aumento do teor de carbono até 80ppm em peso. O aumento no teor de carbono até 50ppm em peso eleva os valores do limite de escoamento e limite de resistência à tração, porém ocorre o decréscimo nos valores de alongamento, valores de  $r$  e valores de  $n$ . A adição no teor de carbono nos aços IF estabilizados ao titânio também afeta a granulação de ferrita. Grãos com tamanho médio de 20  $\mu\text{m}$  apresentam, para aços IF estabilizados ao titânio, ótimos valores de  $r$  e de alongamento, com pouco comprometimento do limite de escoamento e da resistência a tração [11].

O teor de nitrogênio em aços IF é removido devido a formação de  $\text{AlN}$  e  $\text{TiN}$ . Da mesma forma que o carbono, sua diminuição eleva os valores de  $r$  e o alongamento. Valores acima de 30ppm podem, em alguns casos, ocasionar problemas de estampagem profunda. O titânio é adicionado em excesso para interagir com enxofre e com o carbono, aumentando a resistência ao envelhecimento, os valores de  $r$ , a temperatura de recristalização e o alongamento dos aços IF [12].

O objetivo do presente trabalho é investigar o efeito das variáveis do processamento termomecânico no tamanho e formato dos grãos ferríticos, tamanho, geometria e distribuição dos precipitados formados durante o processamento do aço, tipo de arranjo de discordância formado após recozimento contínuo e após deformação por tração uniaxial e a interação das discordâncias com os precipitados.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 - Avaliação do material**

O material utilizado neste trabalho foi um aço ultra baixo carbono com baixos níveis de intersticiais microligado ao titânio, cedido pela empresa alemã Thyssen Stahl AG,

localizada em Duisburg. O material foi recebido na forma de chapas, com 0,87 mm de espessura e galvanizado por imersão a quente. A composição química do material está listada abaixo.

Tabela 1- Composição química do aço ultra baixo carbono com baixos níveis de intersticiais microligado ao titânio (% em peso)

C	Mn	P	S	Si	Al	N	Cu	Cr	Ni	Ti
0,002	0,13	0,006	0,008	0,090	0,047	0,002	0,015	0,033	0,023	0,065

## 2.2 - Processamento termomecânico do material

A empresa Thyssen Stahl AG forneceu as condições de processamento termomecânico. Maiores detalhes quanto à parte operacional na laminação a quente, na laminação a frio, no rebobinamento e na galvanização por imersão a quente, não foram fornecidos pela empresa. A tabela 2 apresenta as condições do tratamento termomecânico.

Tabela 2 - Processamento termomecânico do aço ultra baixo carbono com baixos níveis de intersticiais microligado ao titânio.

<b>Temperatura de reaquecimento</b>	1250 <sup>o</sup> C
<b>Temperatura de acabamento</b>	933 <sup>o</sup> C
<b>Temperatura de bobinamento</b>	729 <sup>o</sup> C
<b>Redução por laminação a frio</b>	76,8%
<b>Temperatura de recozimento</b>	805 <sup>o</sup> C

## 2.3 - Preparação de corpos de prova e ensaio de tração monotônica

Os corpos de prova para ensaio de tração monotônica foram retirados nas direções longitudinal, transversal e diagonal em relação ao sentido de laminação da chapa. Foram confeccionados, por frezamento, 10 corpos de prova para cada direção, obedecendo à norma ASTM E 8M - 89b [13]. Os ensaios foram realizados em uma máquina EMIC-10t, sendo a tensão limite de escoamento calculada à 0,2% de alongamento. A porcentagem de alongamento foi determinada a partir de uma referência de 20mm e a porcentagem de redução em área através de medidas de reduções na espessura e largura dos corpos de prova. Essas medidas foram realizadas em microscópio metrológico com precisão de centésimos de milímetro. Para cada condição foram realizados três ensaios.

## 2.4 - Preparação de amostras para microscopia eletrônica de transmissão

O estudo em microscópio eletrônico de transmissão (MET) foi realizado em amostras retiradas de diferentes regiões da chapa recebida. Também foram extraídas amostras de corpos de prova ensaiados por tração monotônica objetivando avaliar a homogeneidade da deformação. Todas as amostras foram extraídas da região central do corpo de prova. O processo de preparação das folhas finas foi desenvolvido nas seguintes etapas:

- Lixamento mecânico até 100 $\mu$ m de espessura;
- Corte eletrolítico de disco com 3mm de diâmetro utilizando o processo de eletroerosão ou estampagem;

- c) Polimento e afinamento final dos discos utilizando equipamento Tenupol-2 com eletrólito contendo, em volume, 10% de ácido perclórico e 90% de metanol entre 0°C e 10°C . A voltagem e a amperagem utilizada para a perfuração do disco e polimento foi de 30 V , e 450 mA, respectivamente.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O material foi ensaiado nas três direções em relação ao sentido de laminação, no entanto, para este trabalho, foram avaliados e discutidos apenas os resultados para a condição diagonal.

Inicialmente a microestrutura apresentou os grãos com uma orientação preferencial muito pequena. O tamanho dos grãos apresentaram tamanho médio de 20µm. Observa-se também alguns precipitados com tamanhos variados na microestrutura, cuja avaliação qualitativa (EDS) detectou a presença de precipitados “TiC”; “TiN” e “Ti,S,C”.

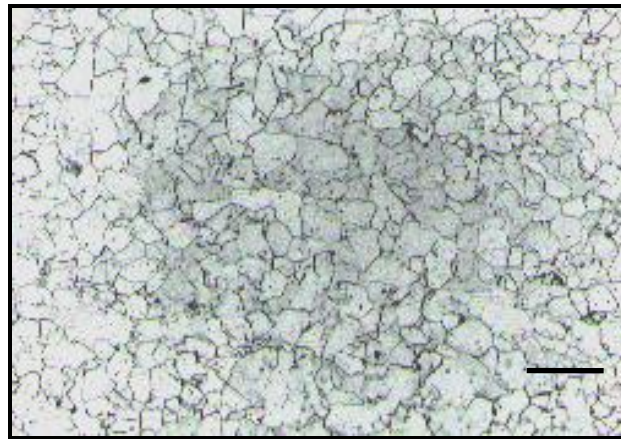


Figura 1. Microestrutura obtida em microscópio óptico do aço IF-Ti após galvanização a quente (como recebido). Ataque com nital 2%. Barra de 50µm.

As condições de processamento do aço fez com que o aço apresentasse fina granulação de ferrita e finos precipitados bem distribuídos na matriz, gerando uma baixa anisotropia planar e conseqüentemente uma textura favorável para estampagem extra profunda. Estes resultados estão de acordo com trabalhos realizados com aços IF-Ti processados similarmente [1,2]. O alto alongamento deste aço, neste caso de 50% de alongamento total pode ser explicado devido a alta deformação uniforme gerada pela alta taxa de encruamento. O comportamento do encruamento do aço está relacionado com a taxa de formação dos emaranhado de discordâncias durante o processamento termomecânico. Foi constatado um atraso na formação do emaranhado de discordâncias devido a alta taxa de encruamento do aço, mesmo para valores maiores que 10% de deformação a quente . Após a laminação a frio de cerca de 80% de redução, o aço foi recozido a 805°C, temperatura esta suficiente para diminuir a densidade de discordâncias na ferrita, aumentando a ductilidade. Outro fator de considerada importância que contribuiu para o alto alongamento do aço, foi o baixo teor de alumínio, formando assim poucos precipitados finos de AlN. A presença destes precipitados, grosseiros e em grandes quantidades, retardam a taxa de diminuição das células de discordâncias geradas durante a laminação a frio. A figura 2 apresenta a microestrutura do aço IF-Ti mostrando a distribuição e irregularidade no tamanho dos precipitados dentro do

grão. A densidade de discordância foi muito baixa, portanto não houve a formação de células de discordâncias. Este fato serve como indicador de que o recozimento contínuo foi eficiente.



Figura 2 - Microestrutura obtida em MET , após , mostrando a distribuição de precipitados e a interação de discordâncias com os precipitados. Barra: 1  $\mu$ m

Mesmo apresentando baixa densidade de discordâncias, a figura 2 apresenta algumas discordâncias geradas durante o processamento termomecânico que ancoraram em precipitados. Na figura 3 nota-se um pequeno grão ferrítico entre grãos maiores. O mesmo efeito, que não foi tão intenso, foi observado em outras amostras retiradas em diferentes lugares da chapa. Estes pequenos grãos também servem de indicador quanto a eficiência do recozimento. Também foi observado um pequeno aumento na densidade de precipitados próximos aos contornos de grãos ferríticos. A razão desta distribuição está na taxa de nucleação, visto que quando o precipitado nucleia em contornos de grão, parte da área do contorno é eliminada e esta energia é disponível para reduzir o termo da energia de superfície necessária a nucleação. Outro fator, é que a taxa de difusão é maior em regiões próximas a contornos de grão.

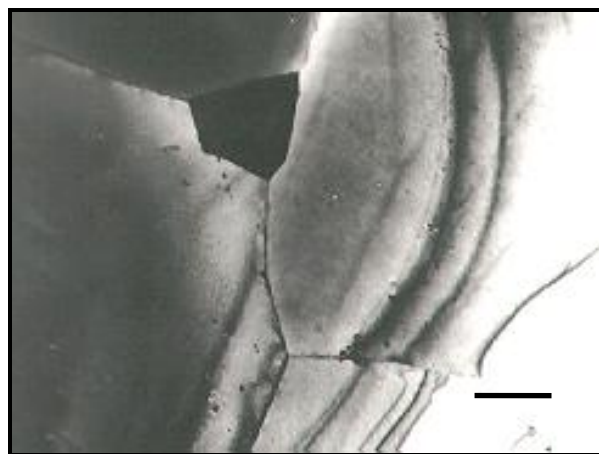


Figura 3 - Microestrutura obtida em MET mostrando a presença de precipitados próximo a contorno de grão e a presença de um grão nucleado em ponto triplo. Barra: 1  $\mu$ m.

Ao introduzir pouca deformação plástica, por tração uniaxial, a densidade de discordância aumentou juntamente com as interações com os precipitados. Na realidade, com pouca deformação ocorreu a formação de um arranjo uniforme de discordâncias, conforme a figura 4.

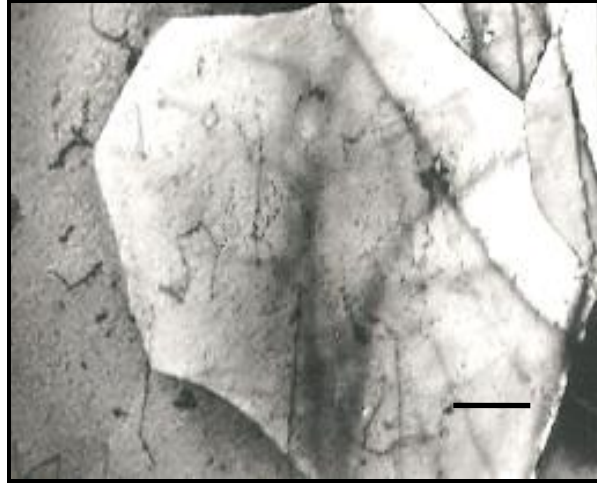


Figura 4 - Microestrutura obtida em MET mostrando a distribuição de precipitados e a interação das discordâncias durante o processo de deformação. Barra: 0,6 $\mu$ m

Com o aumento do grau de deformação a forma de distribuição alterou para uma forma uniforme e celular. As primeiras células de discordâncias ao redor dos precipitados foram pequenas e distribuídas uniformemente dentro dos grãos ferríticos. As células apresentaram paredes pouco definidas e emaranhados de discordâncias em seu interior, indicando novamente uma homogeneidade em termos de deformação.

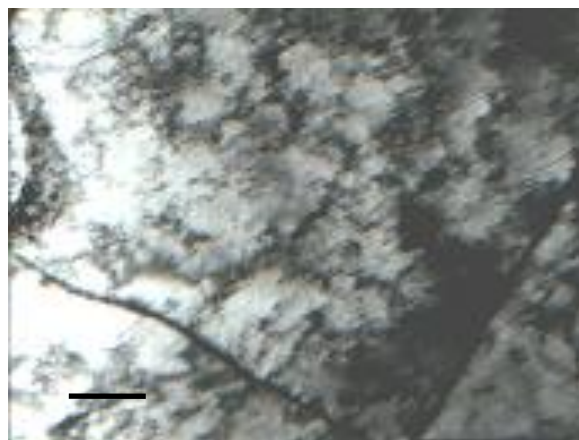


Figura 5 - Micrografia em MET mostrando a formação das células de discordâncias no interior de um grão de ferrita. Barra: 1 $\mu$ m

#### 4. CONCLUSÕES

- ⇒ O aço IF-Ti apresentou alto alongamento, cerca de 50%, sendo que esta classe de aço apresenta uma grande aplicabilidade em processos de estampagem extra-profunda. Um dos fatores que influenciam no alto alongamento é a retirada do “C” e “N” dos interstícios coma adição de Ti em excesso.
- ⇒ Os grãos ferríticos apresentaram tamanho médio de 20 $\mu$ m com formato equiaxial.
- ⇒ Os precipitados observados foram pequenos porém com tamanhos e formatos variáveis, com um pequeno aumento de densidade próximo aos contornos de grão. Os precipitados apresentaram composição complexa e foram gerados durante o processamento termomecânico.
- ⇒ Inicialmente as discordâncias apresentaram um arranjo uniforme, mesmo após uma pequena deformação plástica. Com o aumento da deformação plástica, bem abaixo da estricção, a densidade de discordâncias aumentou e o arranjo passou de uniforme para celular, de forma bem homogênea na matriz ferrítica, apresentando paredes finas e pouco definidas. Esta homogeneidade na distribuição das células de discordâncias também comprova a grande aplicabilidade em processos de estampagem extra-profunda .

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Kitamura, M., Tsukatani, I., Inoue, T., ISIJ International, v. 34, p. 115-22, 1994.
- [2] Galvani, C., Baragar, Proceedings:Metallurgy of Vacuum-Decassed Steel Products , v.1, p.54-61, 1994.
- [3] Hosoya, Y., Proceedings:Metallurgy of Vacuum-Decassed Steel Products , v.1, p.62-61, 1994.
- [4] Okada, S. et al, Proceedings:Metallurgy of Vacuum-Decassed Steel Products , v.1, p.56-59, 1994.
- [5] Kobayashi, H. , Proceedings:Metallurgy of Vacuum-Decassed Steel Products , v.1, p.39-51, 1994.



- [6]. Irie, T. et al, Proceedings: Baostel Internacional Symposium, v.1, p. 22-28, 1994.
- [7] Nilsson, K.I., Johansson, Proceedings: Metallurgy of Vacuum-Decassed Steel Products , v.1, p. 143-160, 1990.
- [8] Kraus, G., Wilshynsky, D. O., Matlock, D. K., Proceedings: Interstitial-Free Steel Sheer: Processing, Fabrication And Properties Symposium, v.1, p. 1-4, 1994.
- [9] Pradham, R., Proceedings: International Forum For Physical Metallurgy of IF Steels, v.1, p. 165-178, 1994.
- [10] Schepis, R. J., Matlock, D. K., Krauss, G., Proceedings: International Symposium on Low-Carbon Steel for the 90's, v.1, p. 435-444, 1993.
- [11] Hwang, Y. S., Chen, H. C. , Proceedings: International Symposium on Low-Carbon Steel for the 90's, v.1, p. 475-480, 1993 .
- [12] Okamoto, A., Mizui, N., Proceedings: International Symposium on Low-Carbon Steel for the 90's, v.1, p. 161-180, 1993.
- [13] American Society for Testing & Materials, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials , ASTM E 8M-89b, 14p, 1992.