

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Fabricao Moreira Cerqueira

**EFEITO DOS PARÂMETROS DE RECOZIMENTO NA  
PRODUÇÃO DE UM AÇO 22MnB5 REVESTIDO AO Al-Si  
DESTINADO A ESTAMPAGEM A QUENTE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. D. Sc. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Co-Orientador: Dr. Pascal Drillet

Florianópolis  
2018



Fabricio Moreira Cerqueira

**EFEITO DOS PARAMETROS DE RECOZIMENTO NA  
PRODUÇÃO DE UM AÇO 22MnB5 REVESTIDO AO Al-Si  
DESTINADO A ESTAMPAGEM A QUENTE**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de Mestre em Engenharia, Especialidade Ciência e Engenharia de Materiais e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 5 de Abril 2018

---

Prof. -----  
Coordenador do Curso

**Banca Examinadora:**

---

Prof. D. Sc. Carlos Augusto Silva de Oliveira  
Orientador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. -----  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. -----  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. -----  
Universidade do Estado de Santa Catarina

---

D. Sc. Fabiano José Fabri Miranda  
ArcelorMittal Veja



A Deus, pois nenhum obstáculo é grande demais quando confiamos Nele.  
À minha família e a Elisangela, que sempre acreditaram em mim.  
Aos meus amigos.



## **AGRADECIMENTOS**

À ArcelorMittal pela oportunidade e pelo o apoio financeiro.

Ao Professor Carlos Augusto Silva de Oliveira pela orientação e apoio na realização deste trabalho.

Ao Fabiano José Fabri Miranda e José Francisco da Silva Filho pela orientação, acompanhamento, sugestões e críticas.

Aos pesquisadores do centro de pesquisa da ArcelorMittal França, Pascal Drillet e Martin Beauvais pelas orientações e pelas inúmeras discussões sobre o assunto.

Aos colegas de trabalho na Gerência de Metalurgia e a Gerência do R&D ArcelorMittal Vega.

Aos colegas da Gerência de Área de Laboratório Metalúrgico e de Processos da ArcelorMittal Vega, pelo apoio na realização dos ensaios.

Aos colegas das equipes técnicas das áreas operacionais da ArcelorMittal Vega pela ajuda em realização de trials industriais e retiradas de amostras.

À Universidade Federal de Santa Catarina, em especial ao Departamento de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, pela oportunidade da realização deste projeto de pesquisa.



## RESUMO

A implementação de novas normas e regulamentos relacionados à segurança e a emissão de poluentes em veículos automotivos tem impulsionado o desenvolvimento de novas categorias de aços destinadas à carroceria veicular, denominada de *Body-in-White*, que representam cerca de 30 a 35% do peso veicular. Os aços de elevada resistência mecânica (Advanced High Strength Steel - AHSS) foram desenvolvidos ao longo do tempo visando oferecer aos fabricantes de veículos automotores soluções quanto os requisitos de segurança e redução de peso e ao mesmo tempo oferecer soluções de baixo custo. Os aços AHSS possuem uma combinação de composição química e parâmetros de processo que possibilitam obter propriedades mecânicas e microestruturas resultando em um excelente desempenho junto à segurança veicular.

O desenvolvimento e a otimização de processos de fabricação, em muitos casos, foram fatores chaves para alavancar o desenvolvimento destes aços. O uso de aços com adições de boro que são submetidos à têmpera durante o processo de conformação requer conhecimento tanto dos parâmetros de fabricação (composição química) quanto dos processos durante estampagem. Pois são estes parâmetros que irão determinar as propriedades mecânicas e microestruturas da peça final a ser empregada em um veículo. Com o desenvolvimento dos aços para processamento a quente, foram desenvolvidos revestimentos metálicos capazes de suportar as temperaturas e deformações durante o processo de estampagem a quente.

Durante o processo de fabricação dos aços destinados ao processo de estampagem a quente alguns pontos de controle tornam-se extremamente necessários. Pontos estes que se distribuem ao longo da cadeia produtiva que vão desde o controle da composição química, seja pelos elementos responsáveis pela temperabilidade (C, Mn, B, etc.) quanto aos processos de laminação e posteriormente recozimento e galvanização.

Para a produção de aços destinados a estampagem a quente na linha de galvanização 2 da ArcelorMittal Vega foram necessárias adaptação em várias etapas de produção. Sendo as principais modificações relacionadas ao processo final de recozimento. Para ser mais preciso, as modificações principais consistiram na construção de um novo pote de revestimento contendo alumínio silício (Al-Si) e na adaptação e potencialização dos resfriadores após a aplicação do revestimento. Sendo esta segunda adaptação a base deste trabalho.

No presente trabalho, foi realizado um estudo sobre o efeito dos parâmetros de processo de um recozimento contínuo e aplicação de revestimento metálico por imersão a quente, nas características mecânicas e microestruturais do aço 22MnB5 destinado ao processo de estampagem a quente. Bem como a influência dos parâmetros de processo nas propriedades mecânicas e químicas do revestimento Al-Si empregado neste aço.

Os materiais de teste foram submetidos a simulações por dilatométrica com resfriamento rápido por injeção de hélio. Os resultados obtidos por simulação foram comparados aos resultados obtidos em processamento industrial, sendo avaliados por meio de ensaios de microdureza e análises metalográficas. Detalhes microestruturais relacionados à formação de fases presentes no revestimento metálico Al-Si também foram analisados neste trabalho.

**Palavras- Chave:** 22MnB5, Recozimento contínuo, Revestimento Al-Si.

## ABSTRACT

The implementation of new standards and regulations related to safety and emission of pollutants in automotive vehicles has led to the development of new categories of vehicle body steels, called Body-in-White, which represent about 30 to 35% of the weight vehicle. Advanced High Strength Steel (AHSS) steels have been developed over time to provide automotive manufacturers with solutions for safety and weight reduction requirements while offering low cost solutions. AHSS steels have a combination of chemical composition and process parameters that allow mechanical and microstructural properties to be obtained, resulting in excellent performance with vehicle safety.

The development and optimization of manufacturing processes, in many cases, were key factors to leverage the development of these steels. The use of steels with additions of boron which are subjected to quenching during the forming process requires knowledge of both the manufacturing parameters (chemical composition) and the processes during stamping. For these parameters will determine the mechanical properties and microstructure of the final part to be employed in a vehicle. With the development of steels for hot processing, metal coatings capable of withstanding temperatures and deformations were developed during the hot stamping process.

During the process of manufacturing the steels for the hot stamping process some control points become extremely necessary. These points are distributed throughout the production chain, ranging from the control of the chemical composition, either by the elements responsible for temperability (C, Mn, B, etc.), as well as to the rolling and subsequent annealing and galvanizing processes.

For the production of steels for hot stamping on ArcelorMittal Vega galvanizing line 2, adaptation was required in several stages of production. The main modifications are related to the final annealing process. To be more precise, the main modifications consisted in the construction of a new coating pot containing silicon aluminum (Al-Si) and in the adaptation and potentialization of the chillers after coating application. This second adaptation is the basis of this work.

In the present work, a study was carried out on the effect of the process parameters of a continuous annealing and application of metal coating by hot immersion in the mechanical and microstructural characteristics of 22MnB5 steel for the hot stamping process. As well as the influence of the process parameters on the mechanical and chemical properties of the Al-Si coating used in this steel.

The test materials were submitted to simulations using a helium injection rapid cooling dilatometer. The results obtained by simulation were compared to the actual results obtained in industrial processing, being evaluated by means of microhardness tests and metallographic analyzes. Microstructural details related to the formation of phases present in the Al-Si metal coating were also analyzed in this work.

**Keywords:** 22MnB5, Continuous Annealing, Al-Si Coating

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - a) Comparativo das propriedades mecânicas entre o aço 22MnB5 e os aços AHSS. b) Diagrama TRC do aço 22MnB5. (ARANDA et al., 2002). .....	38
Figura 2.2 - Efeito da temperatura e do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão (SHI et al, 2011). .....	39
Figura 2.3 - Influência dos elementos de liga na cinética de decomposição da austenita (SONG, 2012).....	40
Figura 2.4 - Efeito dos elementos de liga sobre o domínio de estabilidade da austenita. A) Efeito gamagênico, Mn. B) Efeito alfa gênico, Ti (ODVQVIST et al, 2002). .....	42
Figura 2.5 - Diagramas de fases de equilíbrio para o aço 15C (a) e para o aço 15CMn (b) representando o efeito da adição de manganês na expansão do campo trifásico (CALCAGNOTTO et al, 2012). .....	44
Figura 2.6 - Efeito da temperatura de austenitização na temperabilidade de um aço com e sem presença de boro (GRANCE e MITCHELL, 1961). .....	46
Figura 2.7 - Ilustração esquemática do efeito do nitrogênio sobre um aço ao boro. (KAMADA et al, 1998). .....	48
Figura 2.8 - Efeito da concentração de Mo sobre o campo austenítico em um diagrama ferro carbono (SAHA-PODER et al, 2007).....	49
Figura 2.9 - Diagramas TRC dos dois aços estudados. A- sem adição de Mo, com adição de 0,15% de Mo (SAHA-PODER et al, 2007). .....	50
Figura 2.10 - Evolução da temperatura de início de transformação austenita => ferrita durante resfriamento (SAHA-PODER et al, 2007).51	
Figura 2.11 - Fração de austenita transformada durante resfriamento a uma velocidade de 1°C/s de dois aços: a) sem adição de Mo e b) contendo 0,15% de Mo (SAHA-PODER et al, 2007). .....	51
Figura 2.12 - Efeito da adição de Nb e B em um aço C-Mn na temperatura de início de transformação martensítica. ....	53
Figura 2.13 - Mecanismo de supressão da formação de precipitados de Fe <sub>23</sub> (BC) <sub>6</sub> pela adição combinada de B, Nb e Mo. (HARA and al, 2004). .....	54
Figura 2.14 - Efeito da adição de cromo sobre o campo austenítico em um diagrama ferro-carbono (SHAIMI, 2009). .....	55

Figura 2.15 - Efeito do cromo na difusividade do carbono na austenita em função da temperatura (MUNIRAJULU et al, 1997).....	56
Figura 2.16 - Efeito do Si na fração volumétrica de martensita e nas propriedades mecânicas de um aço C-Mn (HIRONAKA et al., 2010). 57	57
Figura 2.17 - Efeito do silício na fração volumétrica de martensita (NOURI et al., 2010). .....	58
Figura 2.18 - Transformações dos aços bifásicos durante os ciclos térmicos em linhas de galvanização por imersão a quente (MOULIN, 2011). .....	62
Figura 2.19 - Representação esquemática da evolução microestrutural nos vários estágios da recuperação de um material deformado plasticamente.....	63
Figura 2.20 - Representação esquemática do mecanismo de rotação e coalescimento de subgrãos (HU, 1962). .....	65
Figura 2.21 - Influência do tempo de equalização em 460 °C nas propriedades mecânicas de um aço bifásico (MOULIN, 2011).....	68
Figura 2.22 - Evolução da fração de austenita em função do tempo para duas microestruturas iniciais e diferentes temperaturas de encharque (MELO et al., 2008).....	70
Figura 2.23 - Variação da fração volumétrica de austenita em função da temperatura de recozimento para duas taxas de aquecimento (MOHANTY et al., 2011).....	71
Figura 2.24 - Representação esquemática da influência da taxa de aquecimento nos mecanismos de formação da austenita. (MOHANTY et al., 2011). .....	73
Figura 2.25 - Efeito da taxa de aquecimento na recristalização da ferrita em um aço C-Mn com (a) e sem (b) adição de Mo (HUANG et al., 2004). .....	74
Figura 2.26 - Representação esquemática das seções de um forno de recozimento contínuo constituídos por zonas de aquecimento em NOF e RTH (OLIVEIRA et Al, 2012). .....	77
Figura 2.27 - Análise metalográfica inicial e final de um aço 22MnB5 obtida após estampagem a quente para diferentes perfis de recozimento (JARVINEN et al, 2016).....	79
Figura 2.28 - Comparativo do tamanho de grão (ASTM) entre a microestrutura inicial e final de um aço 22MnB5 obtida após	

estampagem a quente para diferentes perfis de recozimento (JARVINEN et al, 2016).....	79
Figura 2.29 - Microestrutura revestimento GI a) antes de estampagem a quente e b) após estampagem a quente. Presença de trincas relacionadas à penetração de Zn líquido (DRILLET e GRIGORIEVA, 2011).....	81
Figura 2.30 - Microestrutura revestimento GA a) antes de estampagem a quente e b) após estampagem a quente. Presença de trincas no revestimento que se propagaram para o substrato (DRILLET e GRIGORIEVA, 2011).....	82
Figura 2.31 - Detalhe do revestimento Al-Si antes do processo de estampagem a quente (VIERSTRAETE et al , 2009). .....	83
Figura 2.32 - Representação esquemática da formação do revestimento Al-Si após imersão da chapa metálica no banho até o resfriamento (GRIGORIEVA, 2011). .....	85
Figura 2.33 - Primeiras aplicações de estampagem a quente para produção de equipamentos agrícolas (LUNDSTROEM, 2011).....	86
Figura 2.34 - Modelo Saab 9000 com barras de proteção lateral estampadas a quente (LUNDSTROEM, 2011). .....	86
Figura 2.35 - Imagens ilustrativas de um Crash teste frontal e lateral, conforme a Legislação EuroNCAP (Catálogo EuroNCAP, 2016).....	87
Figura 2.36 - Representação de forma esquemática das etapas de processo de estampagem a quente (catálogo comercial ArcelorMittal, 2017). .....	88
Figura 2.37 - Representação esquemática do conjunto de estampagem a quente com os canais de refrigeração (KARBASIAN, 2010).....	89
Figura 2.38 - Identificação de nanocarbonetos de Mn em imagens MEV após estampagem a quente (a) e estampagem a quente + revenimento a 250°C durante 15minutos (b) (NADERI et al , 2012).....	91
Figura 2.39 - Identificação da anulação de discordâncias em imagens via MET após estampagem a quente (a) e estampagem a quente + revenimento a 250°C durante 15minutos (b) (NADERI et al , 2012). ..	91
Figura 2.40 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente direta (a) e indireta (b) (KARBASIAN, 2010). .....	92
Figura 2.41 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente convencional (a) e Processo de estampagem a quente com pressão controlada (b) (NAGATHAN, 2010). .....	93

Figura 2.42 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente com aquecimento através de eletrodos (NADERI, 2007). .....	94
Figura 2.43 - Coluna B produzida como TWB utilizando materiais de diferentes propriedades mecânicas (ERHARDT e BOKE, 2008).....	95
Figura 2.44 - Principais métodos industriais empregados para obtenção de peças estruturais compostas por regiões de diferentes propriedades mecânicas (ERHARDT e BOKE, 2008).....	96
Figura 2.45 - Efeito da temperatura de austenitização sobre a resistência mecânica do aço 22MnB5 (CHANG et al, 2011). .....	98
Figura 2.46 - Representação dos caminhos de reações do Al-Si em um diagrama ternário Al-Fe-Si durante o processo de austenitização (GRIGORIEVA, 2011). .....	101
Figura 3.1 - Fluxo de Produção dos aços bifásicos nas plantas da ArcelorMittal Tubarão e ArcelorMittal Vega. (Drumond, 2012). .....	102
Figura 3.2 - Descrição das etapas do ciclo térmico utilizado na linha de galvanização 2 da AM Vega. ....	106
Figura 3.3 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento para as temperaturas de 750 e 780°C.....	107
Figura 3.4 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento para as velocidades de processo de 60, 100 e 150m/min. ....	108
Figura 3.5 - Representação esquemática comparativa entre os perfis térmicos de resfriamento analisados .....	109
Figura 3.6 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento destacando os cinco pontos de amostragem por dilatométrica. ....	111
Figura 4.1 - Microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas por dilatométrica para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C. ...	120
Figura 4.2 - Análise metalográficas das amostras simuladas por dilatométrica com temperatura de recozimento de 750°C. ....	121
Figura 4.3 - Análise metalográficas das amostras simuladas por dilatométrica com temperatura de recozimento de 780°C.....	122
Figura 4.4 - Valores médios de microdureza em amostras industriais e simuladas recozidas a temperatura de 750°C.....	123
Figura 4.5 - Valores médios de microdureza em amostras industriais e simuladas recozidas a temperatura de 780°C.....	125

Figura 4.6 - Representação gráfica da análise estatística comparativa dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 750°C e 780°C. ....	129
Figura 4.7 - Análises metalográficas por MEV das amostras recozidas a 750 e 780°C.....	130
Figura 4.8 - Representação gráfica dos valores de microdureza e fração volumétrica de austenita (martensita) simuladas para as velocidades de processo de 60, 100 e 150°C. ....	135
Figura 4.9 - Variação da microdureza em função fração volumétrica de austenita obtidas nas amostras tratadas por têmpera interrompida por dilatometria. ....	136
Figura 4.10 - Análise metalográficas da simulação por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidade de 60m/min.....	137
Figura 4.11 - Análise metalográficas da simulação por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidade de 100m/min.....	137
Figura 4.12 - Análise metalográficas da simulação por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidade de 150m/min.....	138
Figura 4.13 - Análise metalográficas realizada após ciclo de recozimento completo simulado por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidades de 60, 100 e 150m/min. ....	138
Figura 4.14 - Comparação entre os valores médios de microdureza nas posições Início, Meio e Final (bobinas industriais) e os obtidos por simulação em um dilatômetro para as velocidades de 60, 100 e 140m/min a 780°C. ....	140
Figura 4.15 - Análise estatística comparativa dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60,100 e 140m/min. ....	148
Figura 4.16 - Análises metalográficas por MEV sobre amostras recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.....	150
Figura 4.17 - Valores de microdureza e fração volumétrica de martensita para os dois perfis térmicos de resfriamento simulados por dilatometria na temperatura de recozimento de 750°C.....	155
Figura 4.18 - Valores de microdureza e fração volumétrica de martensita para os dois perfis térmicos de resfriamento simulados por dilatometria na temperatura de recozimento de 780°C.....	156

Figura 4.19 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 750°C e perfil térmico de resfriamento “Padrão”.....	157
Figura 4.20 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 750°C e perfil térmico de resfriamento “Curto”.....	157
Figura 4.21 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 780°C e perfil térmico de resfriamento “Padrão”.....	158
Figura 4.22 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 780°C e perfil térmico de resfriamento “Curto”.....	158
Figura 4.23 - Resultados de microdureza obtidos para os dois perfis térmicos de resfriamento testados para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C.....	163
Figura 4.24 - Influência do perfil térmico de resfriamento no Limite de Escoamento em temperaturas de recozimento de 750 e 780°C. ....	166
Figura 4. 25 - Influência do perfil térmico de resfriamento no de Limite de Resistência e Alongamento Total nas temperaturas de recozimento de 750 e 780°C. ....	167
Figura 4.26 - Análises metalográficas por MEV das amostras recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis térmicos de resfriamento testados. ....	169
Figura 4.27 - Espessura da camada de revestimento Al-Si das amostras obtidas antes e após tratamento térmico a 900°C e resfriadas em água. ....	172
Figura 4.28 - Análises metalográficas da camada de revestimento Al-Si formada durante o recozimento na temperatura de 780°C e velocidades de 60,100 e 140m/min respectivamente.....	174
Figura 4.29 - Descontinuidade na formação da camada T <sub>5</sub> em amostras coletadas em bobinas produzidas na temperatura de 780°C e velocidade de 140m/min. ....	175
Figura 4.30 - Variação do teor de ferro e alumínio na camada de revestimento Al-Si em função da temperatura de aquecimento.....	178
Figura 4.31 - Variação do teor de silício na camada de revestimento Al-Si em função da temperatura de aquecimento.....	179

Figura 4.32 - Influência da temperatura de aquecimento durante estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e $\Gamma_5$ para amostras recozidas a 780°C e 100m/min (N). .....	182
Figura 4.33 - Influência da temperatura de aquecimento durante estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e $\Gamma_5$ para amostras recozidas a 780°C e 140m/min (I). .....	184
Figura 4.34 - Influência da temperatura de aquecimento durante a estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e $\Gamma_5$ (A) e crescimento da camada total do revestimento Al-Si (B) em amostras de bobinas recozidas a 780°C em velocidade de 100 e 140 m/min. ....	186
Figura 4.35 - Crescimento homogêneo da camada $\Gamma_5$ após tratamento térmico em temperatura de 550°C durante 3 minutos. ....	187
Figura 4.36 - Pontos de análise por MEV-EDS para determinação do teor de ferro na camada de revestimento Al-Si. ....	188
Figura 4.37 - Variação do teor de ferro (ponto1) em função da temperatura de aquecimento para amostras de bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 100 e 140m/min. ....	189
Figura 4.38 - Variação do teor de ferro (ponto2 e 3) em função da temperatura de aquecimento para amostras de bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 100 e 140m/min. ....	190
Figura 4.39 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por MEV (A) e EDS evidenciando a presença de ferro (B) e de alumínio e silício (C) para amostras de Referência. Bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 140 (I) e 100 m/min (II). ....	192
Figura 4.40 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por MEV (A) e EDS evidenciando a presença de ferro (B) e de alumínio e silício (C) para amostras tratadas termicamente a 500°C. Bobinas recozidas a temperatura de 780°C nas velocidades de 140 (I) e 100m/min (II). ....	193
Figura 4.41 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por EDS para amostras de bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100m/min tratadas termicamente a 750, 800, 850 e 900°C. ....	195
Figura 4.42 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por EDS para amostras de bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140m/min tratadas termicamente a 750, 800, 850 e 900°C. ....	196
Figura 4.43 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras de	

referência e tratadas termicamente nas temperaturas de 500 e 750°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100 m/min. ....	198
Figura 4.44 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 850 e 900°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100 m/min. ....	199
Figura 4.45 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras de referência e tratadas termicamente nas temperaturas de 500 e 750°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140 m/min. ....	200
Figura 4.46 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 850 e 900°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140 m/min. ....	201

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composições químicas típicas para aços empregados no processo de estampagem a quente (KARBASIAN, TEKKAYA, 2010). .....	37
Tabela 2.2 - Descrição das fases binárias e ternárias presentes no revestimento Al-Si antes e após estampagem a quente. ....	100
Tabela 3.1 - Composição química do aço 22MnB5 utilizado neste trabalho (% em peso).....	103
Tabela 3.2 - Comprimentos das zonas térmicas da Linha de galvanização 2 da AM Vega. ....	105
Tabela 3.3 - Parâmetros de processo para avaliação do efeito da temperatura recozimento de (simulação laboratorial e testes industriais). .....	106
Tabela 3.4 - Parâmetros de processo para avaliação do efeito da velocidade (simulação laboratorial e testes industriais). ....	108
Tabela 3.5 - Parâmetros de processo para avaliação do perfil térmico de resfriamento (simulação laboratorial e testes industriais). ....	109
Tabela 4.1 - Valores das temperaturas de transformação calculadas e obtidas através de ensaios de dilatométrica. ....	115
Tabela 4.2 - Taxas de aquecimento/resfriamento calculadas para as diferentes zonas do forno de galvanização 2 da AMV para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°.....	117
Tabela 4.3 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita em amostras tratadas por têmpera interrompida por dilatométrica. ....	119
Tabela 4.4 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a temperatura de 750°C.....	124
Tabela 4.5 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final e valores simulados para a temperatura de recozimento de 750°C. ....	124
Tabela 4.6 - Análise estatística comparativa aplica sobre as médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C.....	126

Tabela 4.7 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final e valores simulados para a temperatura de recozimento de 780°C. ....	126
Tabela 4.8 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração uniaxial em bobinas recozidas a 750°C. ....	127
Tabela 4.9 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração uniaxial em bobinas recozidas a 780°C. ....	127
Tabela 4.10 - Análise estatística comparativa aplica entre as médias dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 750°C e 780°C. ....	128
Tabela 4.11 - Valores de taxa de aquecimento/resfriamento calculados para as diferentes zonas do forno de galvanização 2 da AMV. ....	131
Tabela 4.12 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em amostra simuladas por dilatometria. ....	133
Tabela 4.13 - Análise estatística dos resultados de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 60, 100 e 140m/min. ....	142
Tabela 4.14 - Análise estatística comparativa de microdureza nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C a 60, 100 e 140m/min em comparação aos valores simulados por dilatometria....	144
Tabela 4.15 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração axial nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.....	146
Tabela 4.16 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração axial nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.....	147
Tabela 4.17 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em simulações de perfis térmicos de resfriamentos para a temperatura de recozimento de 750°. ....	154
Tabela 4.18 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em simulações de perfis térmicos de resfriamentos para a temperatura de recozimento de 780°. ....	154
Tabela 4.19 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis de resfriamento. ....	159
Tabela 4.20 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C	

para os dois perfis de resfriamento comparados aos valores de simulação.....	160
Tabela 4.21 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis térmicos de resfriamento. ....	162
Tabela 4.22 - Análise estatística comparativa para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C, perfil de resfriamento “Curto” .....	164
Tabela 4.23 - Análise estatística comparativa entre os resultados de tração em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis térmicos de resfriamento. ....	165
Tabela 4.24 - Análise da espessura de revestimento Al-Si para as amostras de bobinas recozidas a 750 e 780°C.....	171
Tabela 4.25 - Taxa de resfriamento calculado entre o pote de revestimento e o topo da torre de resfriamento para as três velocidades de processo simuladas. ....	173
Tabela 4.26 - Espessura das camadas de revestimento obtidas para amostras de recozidas a 780°C nas velocidades de 60,100 e 140m/min. ....	174
Tabela 4.27 - nálise química do revestimento Al-Si para amostras de bobinas recozidas a 780°C na velocidade de 100 (N) e 140m/min (I) tratadas termicamente.....	177
Tabela 4.28 - Análise da espessura da camada de revestimento para bobinas recozidas a 780°C em velocidade de 100 e 140 m/min tratadas termicamente em temperaturas de 500 a 900°C.....	181



## LISTA DE NOTAÇÕES

A1	Temperatura de transformação eutetóide
A3	Temperatura de transformação austenítica
Ac1	Temperatura de transformação eutetóide
Ac3	Temperatura de transformação austenítica
AHSS	Aços Avançados de Alta Resistência (Advanced High Strength Steel)
ARBL	Aços Alta Resistência Baixa Liga
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
B	Bainita
CA	Comprimento da seção de aquecimento
CE	Comprimento da seção de encharque
CE	Comprimento da seção de equalização
CR	Comprimento da seção de resfriamento
DDQ	<i>Deep Draw Quality</i>
DFF (Direct Furnace Fire)	Aquecimento por chama direta
DUAL PHASE STEEL	Aços Bifásicos
EDS	Análise por Energia Dispersiva de Raios X
FVM	Fração volumétrica de martensita
IF	<i>Interstitial Free</i> , livre de intersticiais
LE	limite de escoamento
LR	limite de resistência
M	Martensita
MART	Martensítico
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MO	Microscopia Óptica
n	expoente de encruamento
NOF (Non Oxidation Furnace)	Aquecimento por chama direta
P	Perlita
r	coeficiente de anisotropia
RTH (Radiant Tube Heating)	Aquecimento por tubo radiante

TA	Taxa de aquecimento
TE	Temperatura de encharque
tE	Tempo de encharque
tEq	Tempo de equalização
TR	Taxa de resfriamento
TRC	Transformação em resfriamento contínuo
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
V	Velocidade de processamento da tira
$\gamma$	Ferrita
$\alpha$	Austenita

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>29</b>
1.1 OBJETIVOS .....	32
1.1.1 Objetivo Geral .....	32
1.1.2 Objetivos Específicos.....	32
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA</b> .....	<b>35</b>
2.1 AÇOS PARA ESTAMPAGEM A QUENTE .....	35
2.2 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA.....	41
2.2.1 Efeito do Boro.....	44
2.2.2 Efeito do Molibdênio.....	48
2.2.3 Efeito do Nióbio .....	52
2.2.4 Efeito do Cromo .....	54
2.2.5 Efeito do silício.....	56
2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS:.....	58
2.3.1 Tratamentos térmicos de recozimento de recristalização.....	59
2.3.2 Transformações de fases durante o recozimento intercrítico. 69	
2.3.2.1 Recristalização da Ferrita Durante o Recozimento Intercrítico. 73	
2.3.2.2 Transformação da Austenita Durante o Resfriamento .....	75
2.3.3 Recozimento contínuo e Galvanização 2 da AM Vega.....	76
2.4 REVESTIMENTOS METÁLICOS EMPREGADOS NA ESTAMPAGEM A QUENTE.....	80
2.5 ESTAMPAGEM A QUENTE: .....	85
2.5.1 História da Estampagem a Quente:.....	85
2.5.2 Processo de estampagem a quente .....	87
2.5.3 Efeito dos parâmetros de processo na transformação da martensita .....	97
2.5.4 Efeito do processo de austenitização nas transformações do Revestimento Al-Si.....	99
<b>3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b> .....	<b>102</b>
3.1 MATERIAIS .....	102
3.2 CICLOS TÉRMICOS .....	103
3.2.1 Efeito da Temperatura de recozimento.....	106
3.2.2 Efeito da Velocidade de processo.....	107

<b>3.2.3 Efeito do perfil de resfriamento .....</b>	<b>108</b>
<b>3.2.4 Efeito dos parâmetros de processo na formação da camada de revestimento.....</b>	<b>109</b>
<b>3.2.5 Caracterizações .....</b>	<b>110</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>115</b>
<b>4.1 EFEITO DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO .....</b>	<b>115</b>
<b>4.1.1 Análises comparativas entre simulação e Teste industrial ...</b>	<b>122</b>
<b>4.2 EFEITO DA VELOCIDADE DE PROCESSO:.....</b>	<b>130</b>
<b>4.2.1 Análises comparativas entre simulação e Teste industrial ....</b>	<b>138</b>
<b>4.3 EFEITO DO PERFIL DE RESFRIAMENTO .....</b>	<b>152</b>
<b>4.3.1 Análises comparativas entre Simulações por dilatométrica e Testes industriais para ciclos de resfriamento diferenciados.....</b>	<b>159</b>
<b>4.4 INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE PROCESSO NA FORMAÇÃO DA CAMADA DE REVESTIMENTO AL-SI.....</b>	<b>169</b>
<b>4.4.1 Influência da temperatura de recozimento:.....</b>	<b>171</b>
<b>4.4.2 Influência da velocidade de processo.....</b>	<b>173</b>
<b>4.4.3 Influência do perfil de resfriamento .....</b>	<b>175</b>
<b>4.5 ANÁLISE DA DIFUSÃO DE FERRO DURANTE O PROCESSO DE AUSTENITIZAÇÃO.....</b>	<b>176</b>
<b>4.6 ANÁLISE DO TEOR DE FERRO AO LONGO DA ESPESSURA DA CAMADA DE REVESTIMENTO .....</b>	<b>187</b>
<b>5. CONCLUSÃO .....</b>	<b>203</b>
<b>6. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>205</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>207</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a implementação de novas normas e regulamentos relacionados à segurança e a emissão de poluentes em veículos automotivos, tem impulsionado a busca por soluções tecnológicas capazes de reduzir o peso veicular e ao mesmo tempo por aumentar os níveis de segurança. Dentro deste contexto, o desenvolvimento de aços avançados de elevada resistência mecânica (Advanced High Strength Steel – AHSS) tem apresentado uma crescente demanda por parte das indústrias automotivas. A utilização destes aços permite uma significativa redução do peso veicular, que por sua vez proporciona um menor consumo de combustível consequentemente uma menor emissão de CO<sub>2</sub> sem comprometer a segurança.

A evolução dos aços estruturais automotivos tem apresentado durante décadas uma significativa participação na redução do peso veicular. Este efeito é diretamente relacionado à substituição de peças antes confeccionadas em aços de baixa resistência mecânica (em geral aços Interstitial Free - IF) por aços de maior resistência como os aços de alta resistência baixa liga (ARBL).

Os aços IF são aços destinados à estampagem profunda ou peças estruturais (IF –alta resistência – aços IF com adição de fósforo) apresentam resistência mecânica limitada a 300 MPa. As elevadas resistências mecânicas apresentadas pelos aços ARBL, quando comparadas aos aços IF, são obtidas em função dos mecanismos de endurecimento (refino de grão e precipitação, principalmente). Entretanto, os aços ARBL não apresentam resistência mecânica maior que 600 MPa, limitando assim uma maior redução do peso veicular.

Para se obter maiores resistências mecânicas foram desenvolvidas novas classes de aços que além de utilizarem o efeito de endurecimento pela combinação de elementos de liga, utilizam transformações de fase para garantir resistências mecânicas que pode variar de 600 a 1200 MPa. Segundo Asgari et al.(2008) a principal diferença entre os aços AHSS e os aços convencionais está relacionado à microestrutura. Os aços AHSS são aços multifásicos que podem apresentar uma microestrutura constituída por ferrita, martensita, bainita, e/ou austenita retida, em função dos elementos de liga adicionados e dos parâmetros de processo empregados durante a laminação e recozimento.

Nos aços AHSS o processo convencional de estampagem a frio é geralmente limitado à produção de peças que apresentam uma geometria relativamente simples e de fácil controle dimensional. Os aços de alta resistência mecânica, como os AHSS, dificultam o processo de

estampagem de peças mais complexas bem como o seu controle dimensional devido ao forte retorno elástico, evidenciando o “efeito mola” (Springback) que ocorre após as operações de estampagem.

Para aplicações que apresentam maior complexidade geométrica e necessitam de aços com maior resistência mecânica, foi necessário à otimização da tecnologia de estampagem a quente. Pois através deste processo é possível produzir peças estruturais com geometrias complexas empregando aços que apresentam propriedades mecânicas elevadas.

Os aços empregados no processo de estampagem a quente tem geralmente adição de boro, como o aço 22MnB5. Um ponto importante e paralelo ao desenvolvimento destes aços foi o desenvolvimento de revestimentos metálicos capazes de suportar esforços mecânicos e o tratamento térmico empregado durante o processo de estampagem da peça, garantido assim uma superfície metálica livre de oxidação.

O aço Usibor1500P, desenvolvido pela ArcelorMittal, é um aço com adição de boro revestido, por imersão a quente, com uma liga metálica composta por Alumínio e Silício (Al-Si). Liga esta, capaz de suportar esforços mecânicos a altas temperaturas sem comprometer a superfície do aço quanto à presença de regiões susceptíveis a oxidação, além de minimizar ou anular a possível formação de microtrincas mecânicas na superfície do material durante o processo de estampagem a quente.

A obtenção de propriedades mecânicas finais adequadas em aços de alta resistência depende tanto da composição química quanto dos parâmetros de processo empregados. No caso específico do aço 22MnB5 as variáveis operacionais ganham um destaque significativo, em função da diversidade de mecanismos de endurecimento envolvidos (solução sólida, precipitação, refino de grão e densidade de discordâncias). Desta forma os parâmetros de temperatura e tempo utilizados, no recozimento em caixa ou no recozimento contínuo, empregados apresentam uma importância significativa nas propriedades mecânicas desejadas ao produto antes do processo de estampagem a quente.

Deste modo, a utilização um ciclo de recozimento contínuo empregando temperaturas de recozimento intercrítico (temperaturas entre as temperaturas de transformação A1 e A3) torna-se uma etapa essencial para a produção de aços com microestrutura bifásica, principalmente para os aços inseridos no grupo AHSS. Estes aços apresentam microestruturas constituídas principalmente por ferrita e martensita. No caso específico dos aços destinados à estampagem a

quente, tais como o 22MnB5, a presença de martensita não é desejada após o recozimento contínuo. Nesta classe de aços as características mecânicas finais são obtidas durante o processo de estampagem a quente através do tratamento térmico de têmpera.

Diversos estudos realizados Naderi et al (2011, 2012) mostraram que as propriedades de um aço após estampagem a quente apresentam uma forte dependência com a microestrutura inicial. Esta dependência está relacionada ao tamanho e morfologia dos grãos austeníticos que são formados durante o processo de austenitização dos blanks. Que por sua vez são influenciados pela microestrutura inicial do material após o processo de recozimento que apresentar diversos constituintes microestruturais conforme os parâmetros de processo empregados.

A transformação da austenita em martensita após a aplicação do revestimento metálico durante o processo de recozimento contínuo e galvanização poderá ocasionar problemas de aderência após o resfriamento. A transformação exotérmica da austenita em martensita poderá promover aumento da temperatura da chapa metálica durante trajeto entre a saída do pote de revestimento e o topo da torre de resfriamento. Como consequência a chapa metálica revestida poderá atingir o topo da torre de resfriamento com temperaturas em que o revestimento não esteja completamente solidificado, provocando assim problemas de aderência ao iniciar o contato com a superfície metálica dos rolos de topo.

Este problema está relacionado ao controle da taxa de resfriamento que deve ser utilizada durante o percurso sobre a torre de resfriamento, pois valores muito altos poderiam favorecer a formação de martensita, porém valores muito baixos podem não solidificar completamente o revestimento. A temperatura do banho metálico de Al-Si é de aproximadamente 650°C, superior às temperaturas de transformação martensítica (Ms) e bainítica (Bs), aproximadamente 405 e 640°C respectivamente. Durante este percurso a chapa revestida não possui nenhum contato direto com nenhuma superfície.

Este estudo tem como objetivo avaliar os principais efeitos dos parâmetros de processo de um recozimento contínuo de aplicação de revestimento metálico por imersão a quente, nas características mecânicas e microestruturais do aço 22MnB5 e do revestimento metálico Al-Si destinado ao processo de estampagem a quente. A produção (aciaria e laminação a quente) deste aço foi realizada na ArcelorMittal Tubarão-ES, sendo os processos subsequentes de laminação a frio, recozimento e galvanização por imersão a quente

realizados na unidade ArcelorMittal Vega, situada na cidade de São Francisco do Sul- SC.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

Neste estudo avaliou-se os efeitos dos parâmetros de processo empregados em um ciclo de recozimento e galvanização nas propriedades mecânicas e microestruturais de um aço 22MnB destinado a estampagem a quente. Bem como o efeito destes parâmetros nas características microestruturais do revestimento metálico Al-Si. Foram avaliadas as influências das etapas de aquecimento e encharque bem como as etapas de resfriamento utilizadas no processamento deste aço.

Do ponto de vista tecnológico, este trabalho objetiva definir as temperaturas e estratégias de aquecimento, encharque e resfriamento do ciclo térmico de recozimento contínuo a ser utilizado para a produção deste aço na linha de galvanização 2 da ArcelorMittal Vega (AMV).

Do ponto de vista acadêmico, baseia-se no fato de que a aplicação de aços revestidos com Al-Si para estampagem a quente ainda apresenta alguns aspectos não totalmente conhecidos, especialmente no que se refere à influência do conjunto inicial substrato/revestimento nas características finais do produto estampado.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

O presente estudo também possui os seguintes objetivos específicos:

- ✓ Determinar as características específicas da linha de galvanização da AMV que podem influenciar nas propriedades mecânicas e microestruturais do conjunto substrato/revestimento.
- ✓ Estudar a influência das taxas de aquecimento empregadas durante o ciclo de recozimento contínuo intercítico (simulação e produção industrial) na formação da austenita do aço 22MnB5
- ✓ Estudar a influência das taxas de resfriamento empregadas durante o ciclo de recozimento intercítico (simulação e produção industrial) na formação da martensita e deste

modo reduzir/suprimir a sua proporção na microestrutura após recozimento.

- ✓ Estudar o efeito dos parâmetros de processo de um recozimento intercrítico nas características microestruturais do revestimento Al-Si.
- ✓ Estudar o efeito do ciclo térmico de austenitização (através de simulação laboratorial) nas características microestruturais do revestimento Al-Si durante o processo de estampagem a quente.



## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Durante os últimos anos, vários esforços foram realizados visando reduzir as emissões de gases pelos automóveis, que representam mais de 20% de CO<sub>2</sub> global. As indústrias automotivas tem com principal objetivo a redução do peso veicular, porém para alcançar este objetivo torna-se necessário a modificação geométrica de componentes relacionados à segurança veicular, componentes presentes na carroceria, denominada de body-in-white, que representa cerca de 30 a 35% do peso total veicular. Naturalmente, todas estas modificações devem ser implementadas sem comprometer a segurança do veículo. Estes aspectos têm contribuído para o desenvolvimento e utilização de aços de alta resistência (AHSS – Advanced High Strength Steel) na confecção de peças estruturais, como: colunas laterais, barras laterais, longarinas, etc.

Os Aços AHSS apresentam vantagens quanto à redução de peso veicular em função de propriedades mecânicas elevadas, além de alto módulo elástico quando comparados aos aços ARBL. Esta classe de aços apresenta valores de Limite de Escoamento (LE) na faixa de 350 a 750 MPa, e valores de Limite de Resistência (LR acima de 1000 MPa). No entanto, um aço de alta resistência mecânica, dificulta o processo de estampagem e aumenta o “efeito mola”, também conhecido como retorno elástico (springback) que ocorre após as operações de estampagem, e que se torna mais acentuado quando maior a resistência mecânica do material utilizado. Este efeito é prejudicial na obtenção da precisão dimensional desejada.

Para solucionar este problema, foram desenvolvidos novos processos de conformação de metais visando suprimir ou minimizar o efeito mola. Estes “novos” processos consistem em uma deformação mecânica sobre o material em faixas de temperaturas elevadas em matrizes de estampagem com a geometria final da peça desejada. As temperaturas empregadas devem ser suficientes para garantir total austenitização do aço utilizado no processo. Tal processo foi introduzido nas indústrias para manufatura de peças automotivas em magnésio e ligas de alumínio. Nos últimos anos, entretanto, inúmeros estudos têm sido realizados visando utilizar os processos de estampagem a quente em aços de alta resistência.

### 2.1 AÇOS PARA ESTAMPAGEM A QUENTE

Em um processo de estampagem a quente, a parte considerada mais crítica é relacionada à taxa de resfriamento aplicada, pois trata-se

de um tratamento térmico de têmpera que ocorrerá dentro de uma matriz refrigerada. Sendo assim, a composição química do aço a ser utilizado é definida em função das elevadas propriedades mecânicas finais requeridas. Em um projeto para definição da composição química a ser empregada deve-se considerar a espessura final da peça desejada ressaltando a importância das velocidades de resfriamento que podem ser obtidas durante a têmpera realizada.

Entretanto, uma resistência mecânica elevada é desejada somente para a aplicação final do produto, sendo uma característica indesejável para os processos intermediários, pois normalmente os blanks utilizados no processo de estampagem a quente apresentam dimensões próximas às dimensões da peça final (blanks). Durante o processo de corte dos blanks configurados, aços com elevada resistência mecânica tendem a apresentar problemas de forma (planicidade), que podem originar desalinhamento durante o processamento nos fornos de austenitização, dificultando assim a transferência dos blanks para o sistema de conformação/ têmpera e comprometendo assim as características mecânicas e microestruturais desejadas.

Em geral os aços empregados em estampagem a quente apresentam resistência mecânica entre 500 e 800 MPa antes de submetidos à têmpera e conformação, sendo a sua microestrutura constituída principalmente por ferrita e perlita. Desta forma torna-se necessário um maior controle entre os parâmetros de processo de fabricação (laminação e recozimento) e da seleção dos elementos de ligas a serem utilizados no aço. Dentre os meios de fabricação destes aços destacam-se a produção por laminação a frio seguida de recozimento intercrítico, sendo realizado em caixa ou contínuo. Os processos de recozimento contínuo e estampagem a quente serão detalhados ao longo deste capítulo.

Conforme Karbasian (2010) aços para estampagem a quente apresentam teores de carbono da ordem de 0,20% em combinação com teores relativamente elevados de manganês, cerca de 1,2%. Adições de elementos de liga que aumentam a temperabilidade são comumente utilizados. Um dos principais elementos utilizados é o boro.

A tabela 1 apresenta composições químicas típicas de aços para estampagem a quente e as propriedades mecânicas antes e após processamento em matriz. É possível observar também a influência dos elementos de liga na temperatura para início da transformação martensítica (MS – martensite start). Para composições que apresentam maior teor de elementos de liga, tais como Boro, Silício, Cromo e ou

Titânio, menor é a temperatura para iniciar a transformação martensítica (Ms).

Tabela 2.1 - Composições químicas típicas para aços empregados no processo de estampagem a quente (KARBASIAN, TEKKAYA, 2010).

Aço	Al	B	C	Cr	Mn	N	Ni	Si	Ti
20MnB5	0.04	0.001	0.16	0.23	1.05	-	0.01	0.40	0.034
22MnB5	0.03	0.002	0.23	0.16	1.18	0.005	0.12	0.22	0.040
8MnCrB3	0.05	0.002	0.07	0.37	0.75	0.006	0.01	0.21	0.048
27MnCrB5	0.03	0.002	0.25	0.34	1.24	0.004	0.01	0.21	0.042
37MnB4	0.03	0.001	0.33	0.19	0.81	0.006	0.02	0.31	0.046

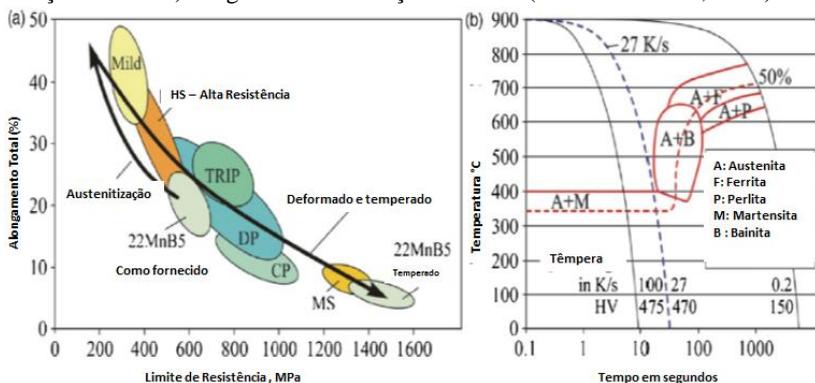
Aço	Temperatura MS (°C)	Taxa de resfriamento crítica (K/S)	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de Resistência (MPa)	
			Fornecido	Tratado	Fornecido	Tratado
20MnB5	450	30	505	967	637	1354
22MnB5	410	27	457	1010	608	1478
8MnCrB3	-	-	447	751	520	882
27MnCrB5	400	20	478	1097	638	1611
37MnB4	350	14	580	1378	810	2040

Entre as composições químicas apresentadas na tabela 1, o aço 22MnB5 é o mais empregado para o processo de estampagem a quente de componentes automotivos. Este aço inicialmente na condição de laminado a frio e recozido apresenta uma microestrutura composta por ferrita e perlita e uma resistência mecânica de 600MPa.

Após o processo de estampagem a quente e tratamento térmico, a peça final apresenta uma microestrutura composta de 100% de martensita podendo apresentar limite de resistência de 1500 MPa (NADERI, 2007). Um comparativo dos valores de propriedades mecânicas entre o aço 22MnB5 e aços AHSS é apresentado na figura 2.1a.

Aranda (2004) apresenta de forma detalhada o diagrama de transformação com resfriamento contínuo (TRC) do aço 22MnB5, figura 2.1b. Verifica-se que em tempos de resfriamento superiores a 100 segundos a microestrutura final não mais será formada exclusivamente por martensita, pois existirá a formação de bainita, podendo assim reduzir a resistência mecânica final.

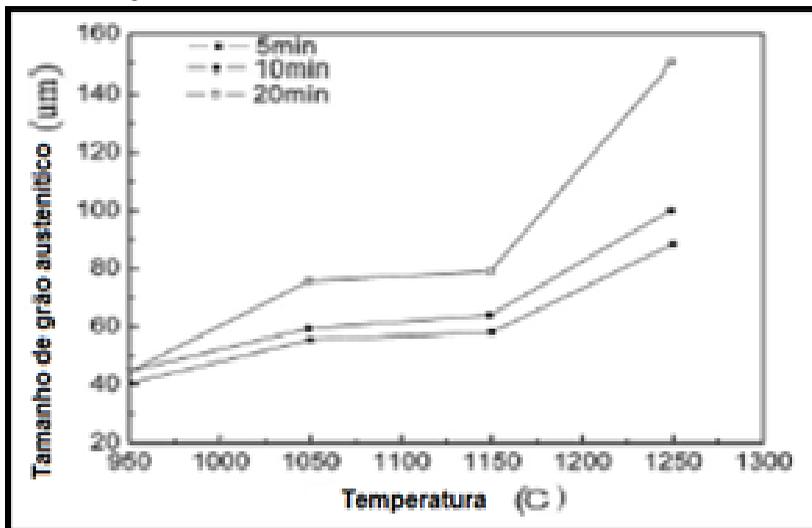
Figura 2.1 - a) Comparativo das propriedades mecânicas entre o aço 22MnB5 e os aços AHSS. b) Diagrama TRC do aço 22MnB5. (ARANDA et al., 2002).



Durante o processo de estampagem a quente, a temperabilidade do aço não é determinada somente pela sua composição química. Segundo Gorni (2010), a conformação a quente reduz a temperabilidade do aço em função da redução do tamanho de grão através da recristalização dinâmica. Durante a etapa de austenitização os o tempo e temperatura utilizados serão responsáveis pela determinação do tamanho de grão, que diretamente será responsável tanto pelo comportamento mecânico do aço durante a deformação bem como pelas transformações de fase que ocorrerão durante o processo de resfriamento rápido. Sendo assim responsável pela determinação das propriedades mecânicas finais do material após a estampagem a quente.

Porém estudos realizados por Shi et al (2011) em um aço 22SiMn2TiB deformado por tração uniaxial em temperaturas entre 600 e 1250°C mostraram um crescimento do grão austenítico de acordo com o aumento da temperatura de austenitização, figura 2.2. O crescimento do grão austenítico foi associado ao aumento da solubilização de precipitados do tipo Ti (C, N) na austenita.

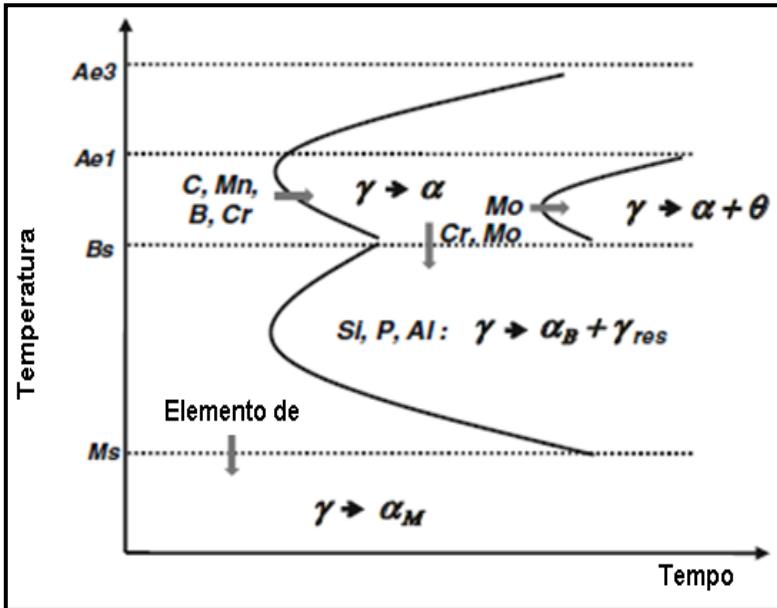
Figura 2.2 - Efeito da temperatura e do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão (SHI et al, 2011).



Durante o processo de estampagem a quente a taxa de resfriamento deve ser elevada para favorecer a formação da martensita e inibir a formação de fases como a bainita, ferrita ou perlita. Deste modo, a velocidade de resfriamento deve ser maior que a velocidade crítica de têmpera. A velocidade crítica de têmpera ( $V_{ct}$ ) é determinada pela concentração de elementos de ligas presentes na composição do aço.

Song (2012) mostra de forma esquemática em um diagrama CCT, figura 2.3, o efeito dos elementos de liga na transformação de fases da austenita. A presença de elementos como Cr, Mo deslocam a curva CCT para a direita aumentando assim a temperabilidade do aço. A presença dos elementos de liga também modifica a temperatura de início e final de transformação da martensita ( $M_s$ ,  $M_f$ ).

Figura 2.3 - Influência dos elementos de liga na cinética de decomposição da austenita (SONG, 2012).



Conforme Lee et al (2009) as temperaturas de transformação de fases podem ser definidas em função da presença de elementos de ligas segundo as equações abaixo:

#### Temperatura de transformação austenítica ( $\gamma \Rightarrow \alpha + \gamma$ )

$$A_3 = 912 - 2003C^{1/2} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - 30Mn - 11Cr - 20Cu + 700P + 400Al + 120As + 400Ti \quad \text{Equação 2.1}$$

#### Temperatura de transformação eutetóide ( $\gamma \Rightarrow \alpha + Fe_3C$ )

$$A_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W \quad \text{Equação 2.2}$$

#### Início da transformação Bainítica:

$$Bs = 656 - 58C - 35Mn - 75Si - 15Ni - 34Cr - 41Mo \quad \text{Equação 2.3}$$

#### Início da transformação Martensítica:

$$Ms = 561 - 474C - 35Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \quad \text{Equação 2.4}$$

Conforme pode ser observado nas equações anteriores, o carbono é o elemento de liga de maior influência na formação da martensita. Principalmente devido a ser estabilizador da austenita. O carbono possui um efeito endurecedor efetivo na martensita (quando em solução sólida),

porém a sua adição é limitada, pois a partir de certos valores pode comprometer algumas características necessárias ao produto final, como a soldabilidade (SONG, 2012).

A soldabilidade de um aço pode ser medida através do cálculo do carbono equivalente (Ceq), sendo seu valor fortemente influenciado pela adição de elementos de liga tais como manganês, cromo, silício, etc. Existem na literatura várias equações para o cálculo do carbono equivalente, em sua maioria baseadas em dados empíricos de processo onde a principal diferença é baseada na relevância dada aos elementos de liga presentes na composição dos aços.

Abaixo pode-se observar esta diferença nas equações utilizadas pela literatura no cálculo do carbono equivalente (5 - ASM Metal Handbook, 1993. 6- IWAMA et al., 2004).

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \left( \frac{Cr + Mo + V}{5} \right) + \left( \frac{Si + Ni + Cu}{15} \right)$$

$$C_{eq} = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn}{20} + 2P + 4S$$

Para aplicações em estampagem a quente a Arcelor desenvolveu o USIBOR 1500, que consiste na utilização de uma aço ligado ao boro revestido por imersão a quente com uma liga de Alumínio-Silício. O aço utilizado no substrato deste conjunto é a liga comercial 22MnB5, aço é usado comumente por diversas indústrias siderúrgicas. Porém, o conjunto composto pelo substrato 22MnB5 e revestido pela liga Al-Si é denominado de USIBOR, sendo a marca patentada pela ArcelorMittal.

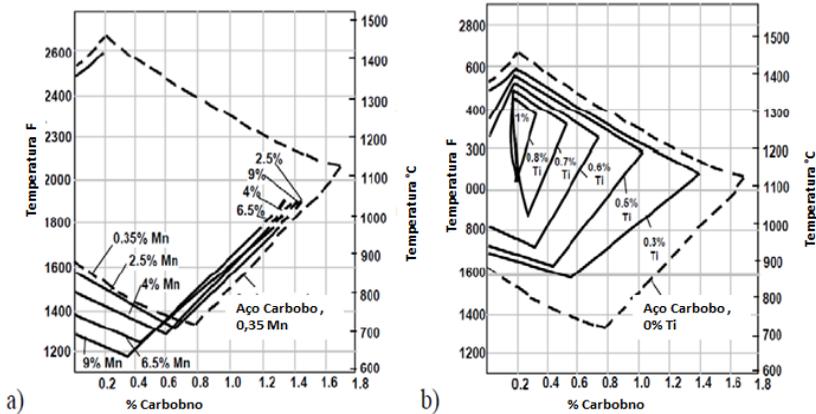
## 2.2 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA

A adição de elementos de liga visando atingir propriedades mecânicas específicas é uma prática bastante utilizada. Entretanto, o papel destes elementos não se limita somente a obtenção de propriedades requeridas (dureza, ductilidade.), mas também podem agir na modificação dos equilíbrios termodinâmicos e cinéticos das transformações de fases em elevadas temperaturas.

Dois exemplos clássicos do efeito dos elementos de liga podem ser representados pelos elementos gamagênicos, como o manganês, que estabiliza a austenita em baixas temperaturas modificando o domínio da fase presente (diminuição da solubilidade do carbono) e o efeito alfa-gênico, como o Titânio que reduz o domínio austenítico,

favorecendo a presença da ferrita ao final do tratamento térmico. A figura 2.4 apresenta esses dois efeitos.

Figura 2.4 - Efeito dos elementos de liga sobre o domínio de estabilidade da austenita. A) Efeito gamagênico, Mn. B) Efeito alfaagênico, Ti (ODVQVIST et al, 2002).



Conforme ressaltado nos parágrafos anteriores, um dos principais efeitos dos elementos de liga na composição dos aços destinados a estampagem a quente é o de aumentar a sua temperabilidade. Favorecendo assim a obtenção de uma estrutura 100% martensítica à temperatura ambiente, com elevados valores de resistência mecânica.

Existem na literatura várias equações para quantificar a temperabilidade dos aços pela adição de elementos de liga, um exemplo destas equações empíricas, determina a velocidade de resfriamento crítica ( $V_{cr}$  ou CR) para formação da martensita em função do manganês equivalente.

$$\text{Log (CR } ^\circ\text{C/s)} = -1,73 \cdot \text{Mneq (\%)} + 3,95 \quad \text{Equação 2.7}$$

Onde: Mneq é obtido pela seguinte equação:

$$\text{Mneq (\%)} = \text{Mn (\%)} + 2,67 \cdot \text{Mo (\%)} + 1,3 \cdot \text{Cr (\%)} \quad \text{Equação 2.8}$$

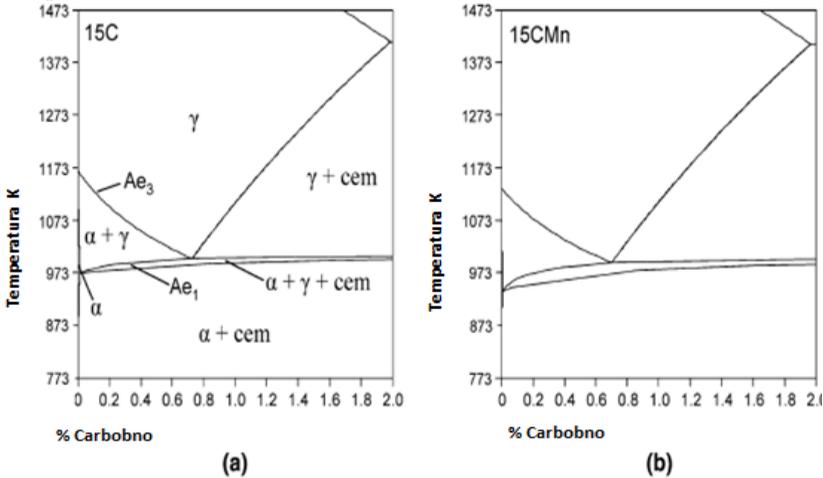
A adição de manganês como elemento de liga representa um papel importante no efeito de reduzir ou suprimir a transformação da austenita em ferrita durante o resfriamento. Este efeito é causado através da redução da cinética de transformação da austenita na ferrita. O

manganês também tem um efeito importante no aumento da dureza da martensita além de reduzir a possibilidade de fragilização a quente. Em baixas temperaturas o manganês difunde na ferrita aumentando assim o seu teor na interface ferrita/austenita. Em tempos mais prolongados o manganês pode se difundir para a austenita, enriquecendo-a. A necessidade de tempos prolongados para a difusão do manganês é devido à sua baixa taxa de difusão na austenita quando comparado a sua difusão na ferrita. Segundo estudos realizados por Speich et al (1981), a taxa de difusão do manganês na austenita é cerca de três vezes menor do que na ferrita.

Estudos sobre a formação da austenita em aços de baixa liga mostraram que a presença de manganês influencia a cinética de formação da austenita, mas tem um pequeno efeito na quantidade máxima da austenita formada durante o processo de recozimento intercrítico. Durante o recozimento intercrítico, o manganês supersaturado na ferrita tenderá a se mover para os contornos formando assim uma região rica em manganês, que reduz a temperatura. Segundo Nouri et al (2010) esta região de contorno rica em manganês irá difundir para a austenita até que o gradiente de manganês na austenita seja eliminado. Diversos autores utilizam a segunda lei de Fick para descrever a difusão do manganês na ferrita e austenita.

Calcagnotto et al (2012) estudaram o efeito da adição de manganês em um aço “Dual Phase” com grãos ferríticos ultrafino. A adição de manganês como estabilizador da austenita reduz as temperaturas de equilíbrio de início e final de transformação da austenita ( $Ae1$  e  $Ae3$  respectivamente) ampliando o campo composto por ferrita + austenita + cementita, conforme apresentado na figura 2.5. Observa-se que com a adição de manganês o campo este campo é ampliado e que a cementita se decompõe em uma temperatura menor quando comparada ao aço sem adição de manganês.

Figura 2.5 - Diagramas de fases de equilíbrio para o aço 15C (a) e para o aço 15CMn (b) representando o efeito da adição de manganês na expansão do campo trifásico (CALCAGNOTTO et al, 2012).



### 2.2.1 Efeito do Boro

A adição do boro em aços para estampagem a quente tem sido largamente estudada, pois mesmo em pequenas quantidades pode sensivelmente aumentar a temperabilidade dos aços baixo e médio carbono. O avanço em estudos visando à utilização do boro como elemento de liga teve maior crescimento durante a segunda guerra mundial, onde a dificuldade de obtenção de elementos como cromo, vanádio, molibdênio fez com que houvesse substituição na composição química de aços destinados a construção de navios.

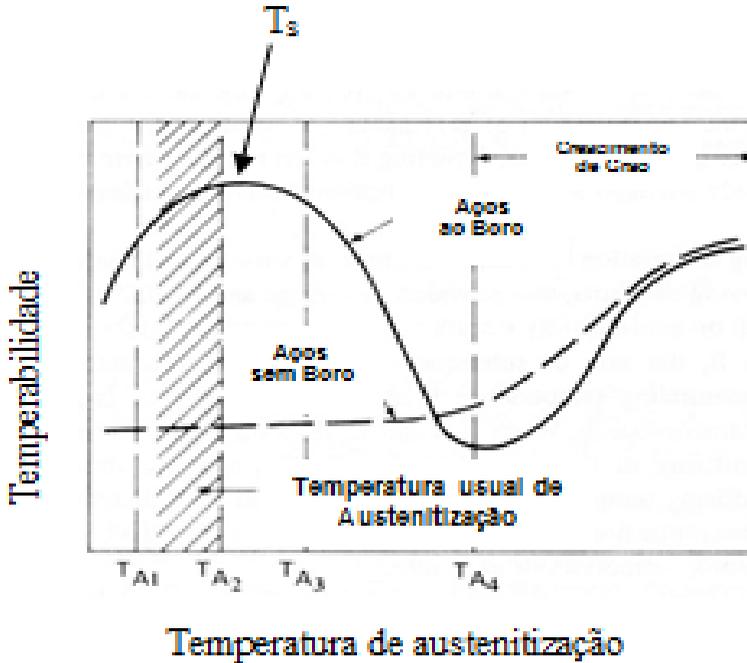
O boro apresenta a tendência de segregar para o contorno de grão da austenita reduzindo a sua energia interfacial, tornando o contorno de grão sítios menos favoráveis para a nucleação da ferrita (ÁKERSTRON e OLDENBURG, 2006). Segundo estudos realizados por diversos autores como Gorni (2008 /2010), Song et al (2012), Bian e Mohrbacher (2013) a presença do boro pode aumentar o tempo de incubação necessário para formação da ferrita diminuindo assim a sua velocidade de nucleação. O efeito do boro pode ser observado em diagramas Tempo-Temperatura-Transformação-TTT e CCT através do deslocamento das curvas de transformação para a direita, retardando a decomposição da austenita.

Conforme Sojka et al (1980), o boro presente nos aços como elemento intersticial, possui baixa solubilidade na ferrita (<0,003%). Entretanto, adição de teores de boro em solução na faixa de 3 a 5 ppm, aumentam substancialmente a temperabilidade. Naderi (2007) mostrou que em aços com maiores teores de boro torna-se necessário a adição de Ti devido a este elemento possuir uma maior afinidade elementos N e C, formando assim Ti (CN) conseqüentemente reduzindo a formação de nitretos/carbonetos de boro. Desta forma, o controle do teor de boro em solução sólida torna-se extremamente difícil, pois o excesso na adição de boro contribui para a formação de nitretos ou borocarbonetos diminuindo assim a sua eficiência na temperabilidade.

Bian e Mohrbracher (2013) verificaram que durante a austenitização em temperaturas elevadas o boro tende a segregar para os contornos favorecendo a formação de borocarbonetos de  $Fe_{23}(CB)_6$  reduzindo assim a efetividade do boro na temperabilidade. Efeito similar também foi estudado por Grance e Mitchell (1961) para aços com e sem a adição de boro. Segundo os autores, para aços ao boro a temperabilidade máxima ocorre em temperaturas onde há a solubilização dos borocarbonetos ( $T_s$ ), conforme mostrado na figura 2.6. Os autores descrevem o efeito da temperatura de austenitização ( $T$ ) em função de  $T_s$ , onde para os aços sem a adição de boro o aumento da temperabilidade é causado pelo crescimento do grão austenítico.

- Para  $T < T_s$  (entre  $T_{A1}$  e  $T_{A2}$ ): O boro presente encontra-se precipitado. Logo ocorre um crescimento dos borocarbonetos. A menor quantidade de boro segregado nos contornos de grãos reduz a temperabilidade dos aços.
- Para  $T = T_s$  (entre  $T_{A2}$  e  $T_{A3}$ ): Nesta etapa, encontra-se a maior concentração de boro segregado nos contornos de grãos da austenita, ocasionando uma maior temperabilidade do aço.
- Para  $T > T_s$  (entre  $T_{A3}$  e  $T_{A4}$ ): Ocorre aumento da concentração de boro nos contornos de grão pela segregação de não equilíbrio favorecendo a precipitação de borocarbonetos  $Fe_{23}(C, B)_6$ , reduzindo o efeito do boro na temperabilidade.

Figura 2.6 - Efeito da temperatura de austenitização na temperabilidade de um aço com e sem presença de boro (GRANCE e MITCHELL, 1961).



Conforme Kapadia (1978) a segregação de boro para os contornos de grãos austeníticos ocorre entre as temperaturas de 900 e 950 °C. A taxa de resfriamento utilizada influencia de forma direta na segregação do boro, para maiores taxas de resfriamento Kapadia (1978) observou uma menor concentração de boro segregado nos contornos de grão.

HE et al (1989) demonstrou que o aumento da concentração de boro nos contornos de grãos ocorria por difusão do conjunto boro /vazio para os contornos até que não haja mais fluxo de vazios, onde então o boro passa a difundir-se dos contornos para o interior dos grãos. A fração de boro que ocupa tais sítios  $[B]_v$  cresce exponencialmente com a temperatura (T), conforme mostrado na equação 2.9.

$$[B]_v \text{ (ppm)} = 48 [B] \cdot \exp(-86850/RT) \quad \text{Equação 2.9}$$

Foutain e Chipman (1962) afirmaram que para evitar a formação de nitretos de boro é comum à adição de elementos de liga que

apresentam maior estabilidade com N que o boro, tais como o Ti, Nb Mo, Al visando garantir a presença do boro em solução. Considerando a solubilidade de compostos como TiN, AlN e BN, o nitreto de titânio apresenta uma maior estabilidade relativa seguida pelo nitreto de alumínio. O TiN irá forma-se de maneira rápida e permanecerá estável mesmo em altas temperaturas de austenitização. A proteção do boro pela formação de nitretos de alumínio é geralmente considerada mais difícil, em função da cinética de formação dos compostos, quando comparada a formação de TiN. De forma geral, para processos de fabricação com elevadas taxas de resfriamento, BN se formarão posteriormente a formação de AlN.

Segundo Lin e Cheng (1987), conforme citado por Suski (2007), o fator potencial de boro, ou boro livre presente na composição química do aço que atuará na temperabilidade pode ser calculado conforme a equação 2.10:

$$B_p = X_B - 0,7857 (X_N - 0,02923 X_{Ti}) \quad \text{Equação 2.10}$$

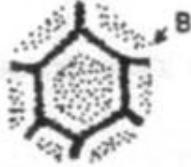
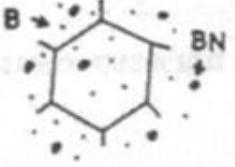
Onde:  $X_B$ ,  $X_N$  e  $X_{Ti}$  representam os teores de boro, nitrogênio e titânio respectivamente.

Esta equação não considera o efeito do alumínio, pois a afinidade do alumínio pelo nitrogênio é menor que a do titânio e boro. Paju (1992) ao estudar aços C-Mn ligados ao boro estabeleceu uma relação direta entre o teor dos elementos boro, titânio, nitrogênio e alumínio quanto à efetividade do boro na temperabilidade dos aços:

$$\begin{aligned} \text{Ti/N} > 3,40 & \text{ para } 15 < \%B < 30 \text{ ppm} \\ \text{Al/N} > 8,00 & \text{ para } 15 < \%B < 30 \text{ ppm} \\ \text{B/N} > 1,00 & \text{ para } N=0,009\% \end{aligned}$$

Kamada et al (1998) representam de forma esquemática, a mudança do efeito endurecedor do boro em função da variação do teor de nitrogênio para duas temperaturas de austenitização, 800 e 900°C, seguidas de têmpera. Para um teor de N < 20 ppm, o boro encontra-se segregado nos contornos do grão austenítico. Contudo, para teor de N mais elevado (40 ppm) o boro pode-se apresentar no interior da matriz sob a forma de BN, reduzindo assim o efeito endurecedor, figura 2.7.

Figura 2.7 - Ilustração esquemática do efeito do nitrogênio sobre um aço ao boro. (KAMADA et al, 1998).

F/T	N $\leq$ 20ppm	N $\geq$ 40ppm
900°C	 <p>Boa temperabilidade</p>	 <p>Baixa Temperabilidade</p>
800°C	 <p>Boa temperabilidade</p>	 <p>Boa temperabilidade</p>

## 2.2.2 Efeito do Molibdênio

O molibdênio é um elemento de liga frequentemente utilizado nos aços em razão dos efeitos sobre a ductilidade e soldabilidade na cinética de transformação de fase durante o resfriamento. A adição de molibdênio favorece o endurecimento da ferrita por solução sólida. Valores típicos do efeito endurecedor de molibdênio são de um acréscimo de aproximadamente 20 a 30 MPa no Limite de Escoamento e Resistência para cada 0,1% em massa de molibdênio adicionado.

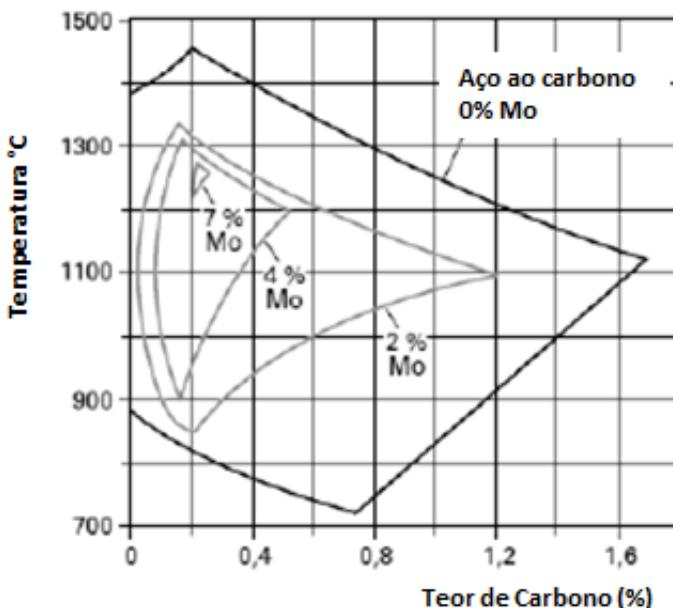
Em combinação com outros elementos de liga, tais como o nióbio e vanádio, o molibdênio reduz a solubilidade do carbono na austenita, reduzindo sua atividade limitando assim a tendência de formação de carbonetos através de dois efeitos principais:

- ausência da formação de precipitados em altas temperaturas (molibdênio encontra-se em solução sólida) causa um crescimento de grão austenítico, ocasionando uma maior temperabilidade.
- a precipitação dos carbonetos de molibdênio irá ocorrer em baixas temperaturas, promovendo a sua presença em solução sólida. Onde a segregação do molibdênio nos contornos de

grão exercerá um efeito de reduzir a migração dos contornos austenita/ferrita durante a transformação de fase.

A figura 2.8 representa o efeito do molibdênio no campo austenítico. À medida que se aumenta a concentração de molibdênio ocorre uma redução do campo austenítico. Para altos teores de Mo (acima de 7%) o domínio do campo austenítico tende a fechar, sendo possível obtenção de aços baixo carbono sem apresentar as transformações de fase ferrita delta => austenita => ferrita durante o resfriamento.

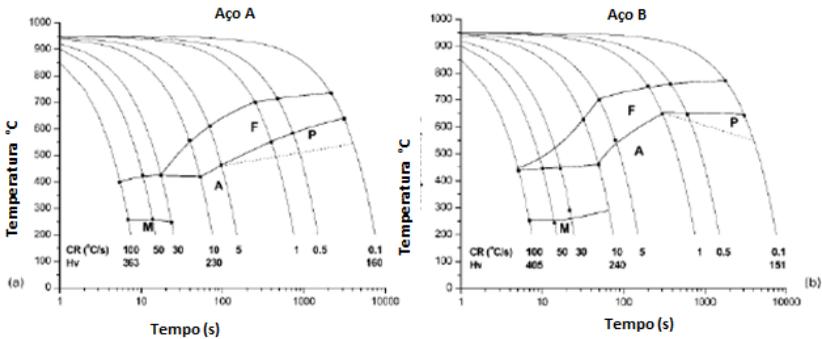
Figura 2.8 - Efeito da concentração de Mo sobre o campo austenítico em um diagrama ferro carbono (SAHA-PODER et al, 2007).



Saha-Poder et al. (2007) estudaram o efeito do molibdênio na decomposição da austenita ao longo do resfriamento de dois aços, um sem adição de molibdênio (aço A) e outro com adição de 0,15% (aço B). Ambos os aços foram austenitizados a 950°C durante 5 minutos, sendo resfriados até a temperatura ambiente com velocidades variando de 0,1 a 100°C/s. As frações das fases obtidas durante o resfriamento foram medidas por metalografia quantitativa, os diagramas TRC correspondentes aos dois aços estão representados na figura 2.9.

Conforme mostrado é possível notar a redução no campo de formação da perlita com a adição de Mo (Aço B) para menores velocidades de resfriamento. Na presença de Mo, ocorre um aumento no campo ferrítico para altas velocidades de resfriamento. Entretanto, a adição de molibdênio possibilita a formação da martensita com menores velocidades de resfriamento do que para um aço sem adição de molibdênio.

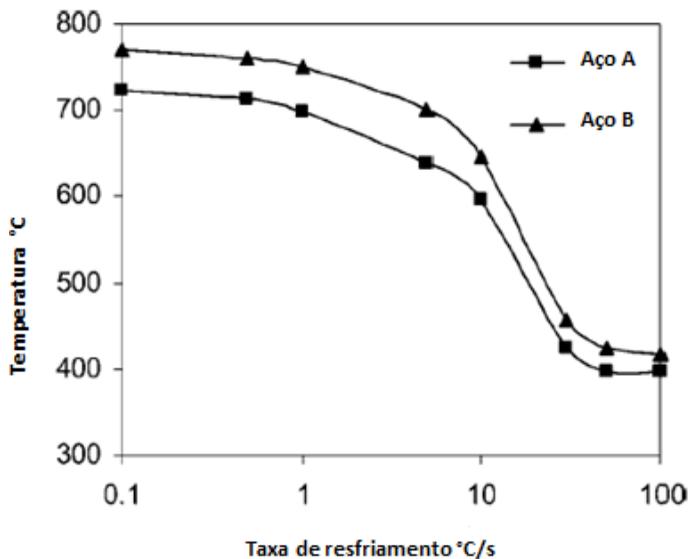
Figura 2.9 - Diagramas TRC dos dois aços estudados. A- sem adição de Mo, com adição de 0,15% de Mo (SAHA-PODER et al, 2007).



A figura 2.10 representa a evolução da temperatura de início de transformação ferrítica para os dois aços estudados com diferentes taxas de resfriamento (temperatura Ar3 x velocidade de resfriamento). Pode se observar que:

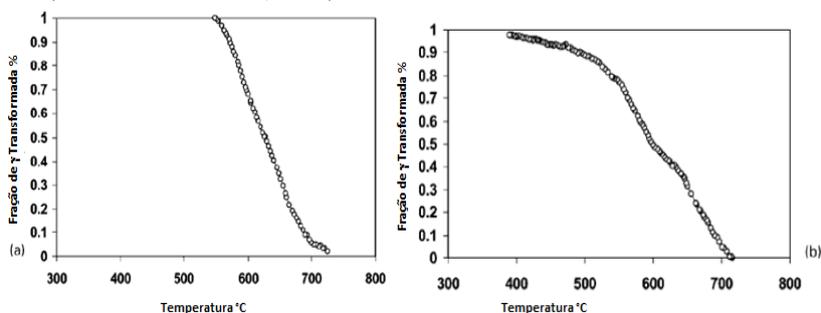
- Para as duas composições estudadas a temperatura Ar3 diminui com o aumento da velocidade de resfriamento;
- Para o aço com adição de molibdênio (aço B) a temperatura Ar3 apresenta-se mais elevada (aço B);

Figura 2.10 - Evolução da temperatura de início de transformação austenita => ferrita durante resfriamento (SAHA-PODER et al, 2007).



Conforme a figura 2.11, as curvas de fração de austenita transformada obtidas para os dois aços a uma velocidade de resfriamento de 1°C/s, mostra que para o aço sem Mo (diagrama a) a transformação total termina a uma temperatura de 559°C, por outro lado, com adição de 0,15% de Mo, a transformação total da austenita ocorre em temperaturas mais baixas, 390°C.

Figura 2.11 - Fração de austenita transformada durante resfriamento a uma velocidade de 1°C/s de dois aços: a) sem adição de Mo e b) contendo 0,15% de Mo (SAHA-PODER et al, 2007).



### 2.2.3 Efeito do Nióbio

O nióbio (Nb) é caracterizado por seu efeito na redução do tamanho de grão devido à fina precipitação na austenita ou ferrita durante a laminação a quente ou durante um recozimento intercrítico. Os precipitados formados são do tipo Nb (C, N), em que o teor dos elementos N e C são determinados pela composição do aço e da temperatura de precipitação. Deformações a quente na austenita conduzem a uma precipitação induzida pela deformação que retardará a recristalização, aumentando assim a temperatura de recristalização.

Na ferrita, o endurecimento é causado pela precipitação de partículas semi-coerentes, tais como carbonitretos. Neste caso a porcentagem de carbono e nitrogênio é governada pela composição base e pela temperatura de precipitação. A ocorrência de deformações em temperaturas abaixo da temperatura de austenitização conduz a precipitação por deformação de finos carbonetos na ferrita retardando a recristalização.

Estudos com a adição de Nióbio juntamente com boro são mais largamente difundidos para aços baixo carbono baixa liga, durante o processo de laminação em altas temperaturas, onde o seu efeito é mais acentuado. O nióbio reduz o tamanho de grão austenítico, ocasionando assim aumento nos valores das propriedades mecânicas. A adição de nióbio aumenta a resistência mecânica pela combinação de dois principais mecanismos, refino de grão (mecanismo Hall-Petch) e endurecimento por precipitação. O refino de grão torna-se importante por ser responsável de maneira simultânea pelo aumento da resistência mecânica e tenacidade.

Hara et al (2004) estudaram o efeito da adição combinada de boro e nióbio na microestrutura e propriedades mecânicas em um aço microligado. Observou-se que pequenas adições Nb em um aço C-Mn-B proporcionaram aumento considerado nas propriedades mecânicas do aço. Este efeito foi devido à supressão da transformação austenita em ferrita resultando assim uma transformação com características diferentes quando comparada com adições separadas de boro ou nióbio.

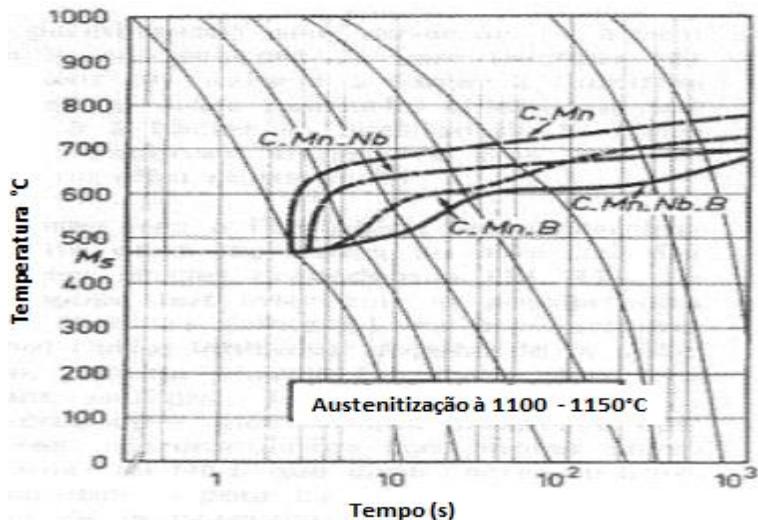
A temperatura de transformação é reduzida de forma considerável, não existindo a nucleação de ferrita poligonal nos contornos de grão austenítico, deste modo à transformação bainítica irá ocorrer após um longo tempo de incubação. Desta forma a adição de nióbio juntamente com o boro evita a formação de precipitados  $Fe_{23}(BC)_6$  nos contornos de grão austeníticos possibilitando a

segregação de boro para os contornos de grãos aumentando assim a temperabilidade dos aços.

Neste caso, a temperatura de transformação foi reduzida de forma considerável, não existindo a nucleação de ferrita poligonal nos contornos de grão austenítico, deste modo à transformação bainítica ocorreu após um longo tempo de incubação.

A figura 2.12 ilustra curvas CCT obtidas para um aço C-Mn sem adição de elementos de liga, comparando com o mesmo aço após a adição de boro e nióbio de forma separada e de forma conjunta. Observa-se que ao adicionar elementos de liga ocorre à redução na temperatura de transformação, sendo esta redução mais acentuada para adição combinada de Nb e B.

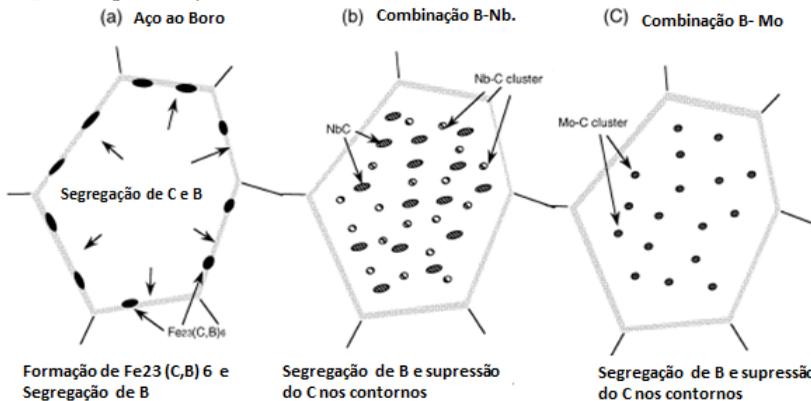
Figura 2.12 - Efeito da adição de Nb e B em um aço C-Mn na temperatura de início de transformação martensítica.



Hara et al (2004) mostraram que a combinação de boro e nióbio ou boro e molibdênio para um aço C-Mn eleva as propriedades mecânicas devido a retardarem a transformação  $\gamma$  de modo que ocorresse o favorecimento da formação de bainita devido à segregação de boro ao longo dos contornos de grão austeníticos antes da transformação  $\gamma \Rightarrow \alpha$ . Estes resultados foram obtidos para resfriamentos realizados a uma taxa de 10°C/s. Este mecanismo foi atribuído à supressão da formação de precipitados grosseiros de  $\text{Fe}_{23}(\text{BC})_6$  nos contornos de grãos austeníticos pela formação de finos

precipitados de Nb (C, N). A figura 2.13 representa de forma esquemática o mecanismo de supressão da formação de precipitados  $Fe_{23}(BC)_6$  pela adição combinada de B-Nb e B-Mo proposto por Hara et al (2004).

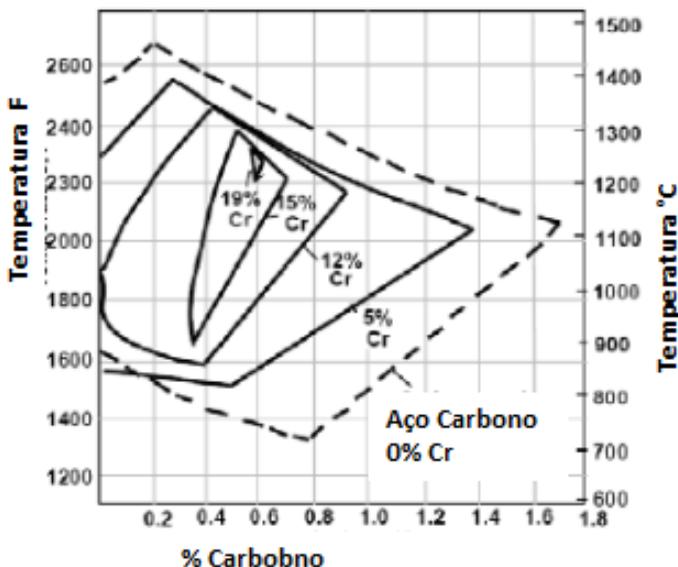
Figura 2.13 - Mecanismo de supressão da formação de precipitados de  $Fe_{23}(BC)_6$  pela adição combinada de B, Nb e Mo. (HARA and al, 2004).



## 2.2.4 Efeito do Cromo

O cromo faz parte do grupo de elementos de adição que apresentam grande utilização na composição de aços de alta resistência devido ao seu efeito sobre a temperabilidade. Adições de Cr favorecem a obtenção de elevados valores de resistência mecânica devido ao endurecimento da ferrita por solução sólida ou por retardar a transformação austenita-ferrita. Em geral, a adição de cromo em um aço carbono produz um efeito significativo sobre o campo austenítico, fazendo com que este seja reduzido, efeito este similar ao ocorrido pela adição de molibdênio, conforme pode ser visualizado na figura 2.14 em um sistema Fe-C-Cr. Desta forma a solubilidade máxima do carbono na austenita é reduzida pela adição de cromo.

Figura 2.14 - Efeito da adição de cromo sobre o campo austenítico em um diagrama ferro-carbono (SHAIMI, 2009).



Por ser um elemento que ocasiona um aumento na temperabilidade dos aços, a adição de cromo induz a diversos efeitos sobre a cinética de decomposição da austenita. Diminuindo a difusividade do carbono e o efeito “arrasto de soluto” nas interfaces móveis pela segregação nos contornos de grão. Outros efeitos também merecem destaque, tais como os efeitos sobre a precipitação e estabilização de carbonetos nas transformações de fase.

Mrugaiyan et al. (2006) estudaram o efeito do cromo sobre as transformações de fase em aços dual phases. Utilizando duas composições químicas que se diferem somente pela adição de cromo, aço A com 0,057% de cromo e aço B com 0,21% de cromo. Para estudar o efeito da velocidade de resfriamento, os dois aços foram austenitizado submetidos a 900°C durante 15 minutos, seguido de resfriamentos com velocidades variando de 0,1 a 100°C/s, até a temperatura ambiente.

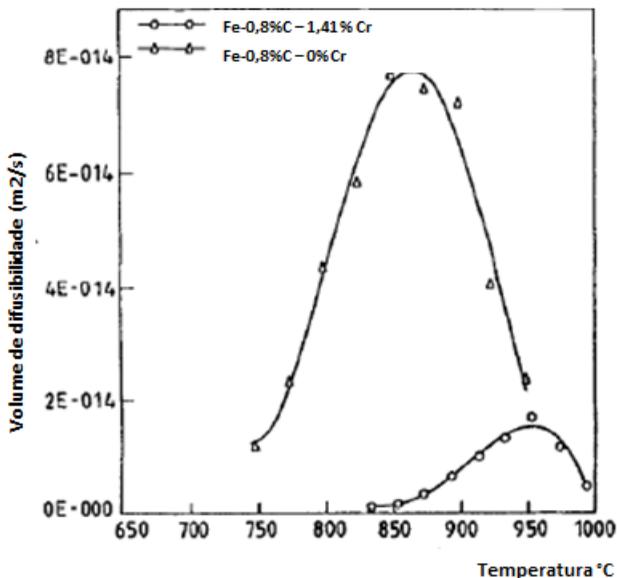
A observação das microestruturas formadas em baixas velocidades de resfriamento mostrou que para o aço A, a microestrutura é principalmente constituída de ferrita-perlita. Enquanto que a microestrutura do aço B (contendo cromo) é constituída principalmente por ferrita e bainita. A maior concentração de cromo no aço conduziu a formação de uma austenita mais enriquecida em cromo, que resultou na

estabilização de carbonetos promovendo a substituição da perlita pela bainita. No caso de resfriamentos acelerados, a formação da martensita rica em carbono é altamente favorecida pela presença de cromo.

Na presença de boro, o cromo pode ter efeitos sinérgicos na dureza do aço. Os mecanismos que conduzem a esses efeitos são semelhantes aos do molibdênio e do nióbio. Mas a adição combinada de boro e cromo é menos efetiva que a do boro e molibdênio (HAN et al, 2008).

Munirajulu et al (1997) modelaram de forma teórica o efeito do cromo na difusão do carbono sobre a formação da perlita. Eles mostraram que a adição de cromo resulta em uma forte desaceleração da difusividade do carbono na austenita devido sua interação com o cromo, conforme indicado na figura 2.15 pelas curvas de difusividade do carbono na austenita para um aço carbono com e sem adição de Cr.

Figura 2.15 - Efeito do cromo na difusividade do carbono na austenita em função da temperatura (MUNIRAJULU et al, 1997).



### 2.2.5 Efeito do silício

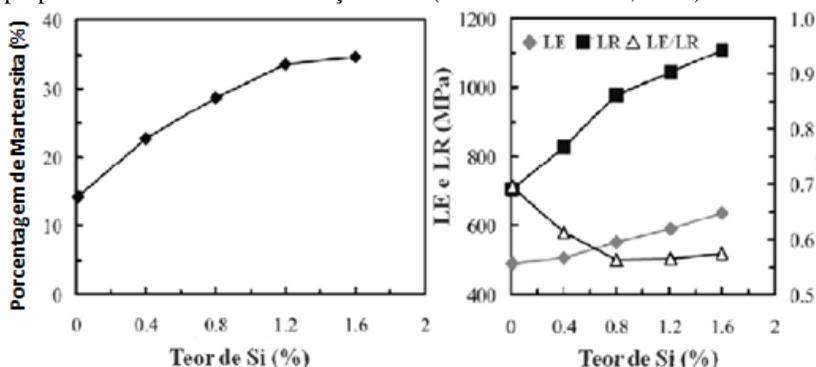
Conforme descrito por Saleh e Priestner (2001), o silício é um elemento de liga comumente utilizado nos aços, pois apresenta a

vantagem de ter um baixo custo em comparação com outros elementos de adição "mais nobres". A adição de silício inibe a precipitação da cementita, favorecendo o enriquecimento da austenita em carbono. O silício também propicia um endurecimento da ferrita por solução sólida, aumentando a dureza do aço, mas em nível bem inferior a outros elementos como cromo ou molibdênio em quantidades iguais adicionadas.

Estudos mostram que a adição de silício em aços bifásicos é favorável, pois este elemento aumenta a resistência do material sem perda significativa no alongamento uniforme. Este efeito está relacionado às altas taxas de endurecimento por deformação plástica da ferrita promovida pela adição de silício.

Na figura 2.16, Hironaka et al., (2010), apresentam o efeito da adição de silício na quantidade de martensita formada e sua influência nas propriedades mecânicas finais de um aço C-Mn. Nota-se que para uma maior adição de silício maior é a quantidade de martensita presente na microestrutura final, conseqüentemente maiores valores de limite de resistência e escoamento, são observados. Efeito causado pelo endurecimento por solução sólida na ferrita.

Figura 2.16 - Efeito do Si na fração volumétrica de martensita e nas propriedades mecânicas de um aço C-Mn (HIRONAKA et al., 2010).



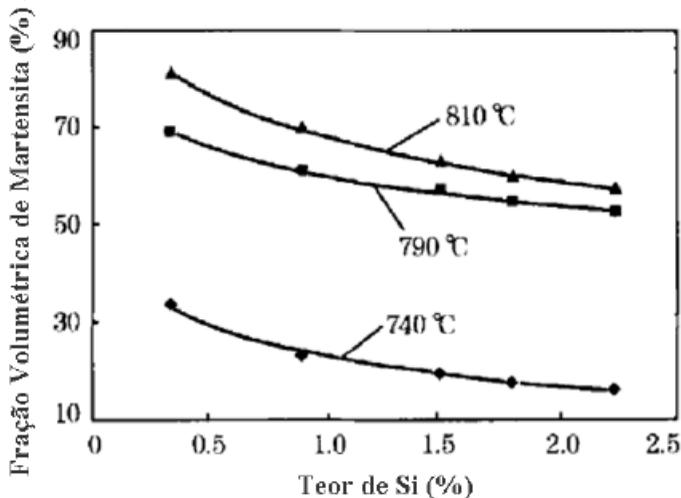
Estudos realizados por Nouri et al. (2010) apresentam resultados inversos ao apresentado acima. Estes estudos mostraram que adições de silício variando entre 0,34 % a 2,26% em um aço C-Mn reduz a porcentagem de martensita, conforme apresentado na figura 2.17. Este efeito pode ser relacionado ao caráter alfacênico do silício, pois a sua adição favorece a formação de ferrita devido ao aumento das

temperaturas de transformação Ac1 e Ac3. Desta forma observa-se um aumento da região bifásica formada pela ferrita e austenita.

Entretanto, a adição de silício pode causar efeitos negativos sobre a soldabilidade do aço e também sobre a resistência à corrosão, principalmente em temperaturas elevadas. Outro ponto importante sobre o controle do silício na composição dos aços esta relacionado à sua forte afinidade com oxigênio, proporcionando a formação de óxidos de silício na superfície do material quando submetido a altas temperaturas, prejudicando assim a adesão de revestimentos metálicos durante processo de imersão a quente.

Estudos realizados por Yakubovsky et al (2004) através de análise microscópica de revestimento metálico GA (liga zinco-ferro), constataram que aços contendo teores de silício acima de 0,3% são mais propícios a apresentarem uma camada de revestimento não uniforme e de fraca aderência, devido à formação de óxidos sobre a superfície.

Figura 2.17 - Efeito do silício na fração volumétrica de martensita (NOURI et al., 2010).



### 2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS:

Os tratamentos térmicos podem ser descritos como um conjunto de operações de aquecimento e resfriamento a que são submetidos os metais, sob condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera e velocidade de resfriamento, com o objetivo de alterar as propriedades

destes metais ou conferir-lhes certas características pré-determinadas, adequando-os a determinadas aplicações.

Os tratamentos térmicos podem ser classificados em tratamentos que atuam sobre o volume do material (recozimento, normalização, têmpera, revenido e tratamento subzero) e tratamentos que atuam somente na superfície dos materiais, podendo ser classificados em tratamentos superficiais com transformações estruturais ou tratamentos superficiais com difusão termoquímica. Dentre os tratamentos térmicos superficiais com difusão termoquímica podem ser citados os processos de cementação, nitretação, boretção e siliciação, além dos processos de cromagem e anodização.

### **2.3.1 Tratamentos térmicos de recozimento de recristalização**

O tratamento térmico de recozimento de recristalização consiste em submeter o material metálico previamente deformado a frio a um ciclo térmico com tempo e temperatura controlados visando à completa recristalização e homogeneização de seus grãos, obtendo assim as propriedades mecânicas finais desejadas. Durante o recozimento podem ocorrer quatro principais etapas, restauração ou recuperação, recristalização primária, etapa de crescimento de grão e recristalização secundária. Estas etapas serão detalhadas ao longo deste capítulo.

No cenário industrial de produção de bobinas metálicas na ArcelorMittal Vega os tratamentos térmicos de recozimento são realizados através de dois processos:

- Recozimento em caixa: No processo de recozimento em caixa as bobinas são empilhadas uma sobre as outras em um total de 3 a 4 bobinas dependendo dos dimensionais e tonelagem. O equipamento para recozimento em caixa é constituído por bases, campânulas internas e fornos.

A carga de aço é colocada sobre as bases, e coberta pelas campânulas internas, que são responsáveis por manter uma atmosfera protetora, prevenindo a oxidação do aço. Finalmente, os fornos são aplicados iniciando-se assim o aporte térmico. Nos equipamentos mais modernos, as bases são estacionárias e os fornos são portáteis, transportados por guindastes até as bases e conectados aos controles de combustível. Para se obter máxima produtividade, até quatro bases, com suas correspondentes campânulas, são posicionadas para serem atendidas por um único forno.

- **Recozimento contínuo:** Consiste no processamento de uma tira metálica em forno vertical ou horizontal em velocidade constante, permanecendo no interior deste por tempo suficiente para obtenção de características mecânicas e microestruturais desejadas. O processo é dito como contínuo devido ao processamento de diversas bobinas em um curto espaço de tempo quando comparado ao processo de recozimento em caixa. As linhas de recozimento contínuo diferem-se principalmente pela sua disposição, podendo ser vertical ou horizontal. Normalmente estas linhas são constituídas por uma seção de entrada equipadas com um processo de limpeza eletrolítica para remoção de resíduos superficiais oriundos do processo de laminação a frio.

Após este processo as bobinas são submetidas ao recozimento propriamente dito ao percorrerem as zonas de aquecimento, encharque, resfriamento e equalização respectivamente. Em linhas de recozimento contínuo seguidas de galvanização por imersão a quente, a chapa metálica depois de recozida é imersa em um banho metálico.

O processo de recozimento contínuo foi inicialmente introduzido pela Armco Stell Corporation no ano de 1936. Este processo teve um grande avanço devido principalmente ao aumento de produtividade quando comparado com o processo tradicional de recozimento em caixa. Outros fatores como uniformidade das propriedades mecânicas, limpeza superficial também são favorecidos pela utilização do recozimento contínuo. Durante vários anos este processo apresentava limitações para a produção de aços onde se necessitava de uma resistência ao envelhecimento. Segundo Llewellyn (1992), este problema só foi solucionado por empresas Japonesas nos anos 70 pela introdução de uma zona de equalização.

Conforme descrito anteriormente, para a produção do Aço 22MnB5 revestido com liga metálica Al-Si na AM Vega, emprega-se o processo de recozimento contínuo seguido de imersão a quente. O recozimento acontece em temperaturas dentro de zona intercrítica, zona compreendida entre as temperaturas de transformação de fases A1 e A3. O processo de recozimento empregado é dividido em quatro principais etapas:

- ⇒ **Aquecimento (HF – Heating furnace):** A atmosfera do forno constituída por uma mistura de gases Nitrogênio (95%) e Hidrogênio (5%), denominada de HN. Esta atmosfera é aquecida por radiação proveniente do calor de queima de

gases combustíveis dentro dos tubos radiantes que compõe esta seção. A chapa metálica então é aquecida da temperatura ambiente até a temperatura estabelecida de acordo com o ciclo de recozimento visado. Existem fornos que utilizam o processo de chama direta (NOF) para aquecimento da tira metálica. Neste caso o aquecimento ocorre pelo contato direto da chama, proveniente da queima de gases combustíveis, com a superfície da chapa metálica.

⇒ Encharque (Soaking): Nesta seção a temperatura da atmosfera do forno é mantida por resistências elétricas. O encharque consiste em manter a tira metálica a uma temperatura constante em um determinado intervalo de tempo, favorecendo o crescimento de grão.

No caso de recozimentos intercríticos esta etapa favorece a nucleação e crescimento da austenita, promovendo assim a formação de uma microestrutura mista formada por ferrita e austenita.

⇒ Resfriamento Rápido (Cooling jet): Na etapa de resfriamento rápido primário, através de jatos de HN recirculado, a tira metálica é resfriada da temperatura de encharque estabelecida até a temperatura similar a temperatura do banho metálico (650°C para o revestimento Al-Si) a uma taxa máxima de 60°C/s. O objetivo nesta etapa é adequar à quantidade de carbono em solução sólida. Nesta etapa, a transformação da austenita em novas fases e constituintes é favorecida pela taxa de resfriamento empregada.

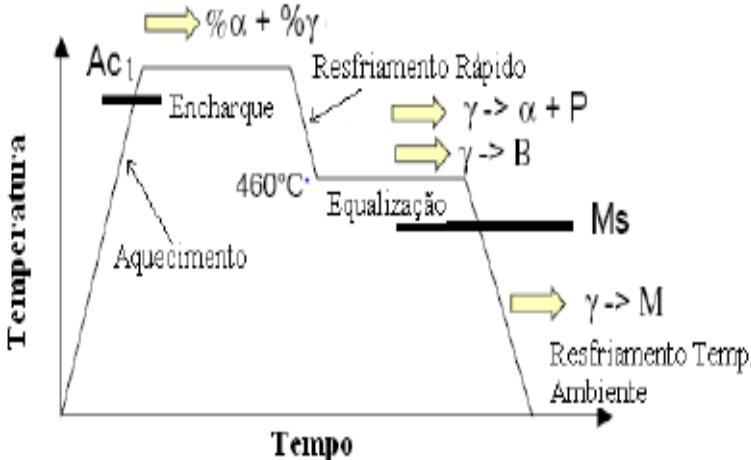
⇒ Equalização (Overaging): Nesta seção do forno a temperatura da atmosfera de HN é mantida por resistências elétricas. A temperatura e o tempo de processamento variam de acordo com o ciclo de recozimento do material processado bem como a temperatura do banho metálico na qual a tira metálica será imersa.

Moulin (2011) descreve de forma esquemática através da figura 2.18 as transformações de fases ocorridas durante um recozimento intercrítico de um aço bifásicos durante as etapas do recozimento contínuo em linhas de galvanização. O volume de austenita formada será controlado pelos fatores taxa de aquecimento, temperatura e o tempo de encharque. Durante um ciclo de galvanização por imersão a quente, a austenita formada anteriormente durante a etapa de

aquecimento/encharque será então resfriada até temperatura do banho metálico.

Na produção do aço USIBOR1500 (22MnB5 revestido com a liga Al-Si) a temperatura de equalização empregada é de 460°C, temperatura similar à temperatura do banho metálico. É importante notar que a transformação da austenita em martensita ocorrerá apenas durante o resfriamento final, após o processo de aplicação do revestimento metálico, determinado pela temperatura Ms.

Figura 2.18 - Transformações dos aços bifásicos durante os ciclos térmicos em linhas de galvanização por imersão a quente (MOULIN, 2011).

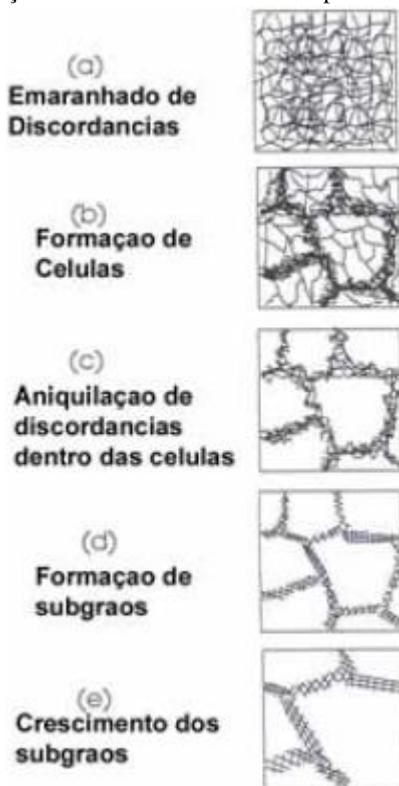


Durante a fase inicial do recozimento, etapa de Aquecimento, inicia-se o processo de recuperação sendo acompanhado pelo processo de recristalização, onde as propriedades iniciais do material (antes da deformação a frio) são parcialmente restauradas. A recuperação está relacionada com as mudanças das propriedades dos materiais deformados antes da ocorrência de recristalização, restaurando assim as propriedades do material de forma parcial sem a formação de novos grãos.

Porém a recuperação não é um fator isolado, durante este processo vários mecanismos podem ocorrer de forma simultânea, tais como movimentação das discordâncias, formação de células, anulação de discordâncias dentro das células, formação e crescimento de subgrãos. Sendo que todos os mecanismos citados são governados por vários fatores como a deformação a frio aplicada, temperatura da deformação, temperatura de recozimento, velocidade de processo, etc. Alguns destes mecanismos podem ocorrer durante o processo de

deformação, devido à recuperação dinâmica. A figura 2.19 ilustra de forma esquemática as alterações observadas na microestrutura deformada durante o processo de recuperação.

Figura 2.19 - Representação esquemática da evolução microestrutural nos vários estágios da recuperação de um material deformado plasticamente.



Conforme descrito por Novikov (1994), o processo de recuperação pode ocorrer por dois caminhos diferentes; Relaxação e Poligonização. O primeiro caracteriza-se pela ocorrência de recuperação sem a formação e migração de subcontornos dentro dos grãos. Ocorre geralmente durante o início do aquecimento e em baixas temperaturas onde há a redistribuição das discordâncias existentes e consequentemente a eliminação das discordâncias de sinais opostos. A Poligonização é caracterizada pela formação e migração no interior dos grãos de contornos de pequenos ângulos.

Os subgrãos que se formam durante a poligonização tendem a crescer com a elevação da temperatura de recozimento, bem como o aumento do tempo. O crescimento dos subgrãos, segundo alguns autores, depende de fatores como a energia armazenada no contorno e o tamanho do subgrão. Com base no trabalho de Orsund e Nes (1989), foi proposta uma equação, onde a força motriz para o crescimento (P) do subgrão é proporcional à energia armazenada no contorno ( $\gamma s$ ) e inversamente proporcional ao tamanho do subgrão (R).

$$P = \alpha \gamma s / R \quad \text{Equação 2.11}$$

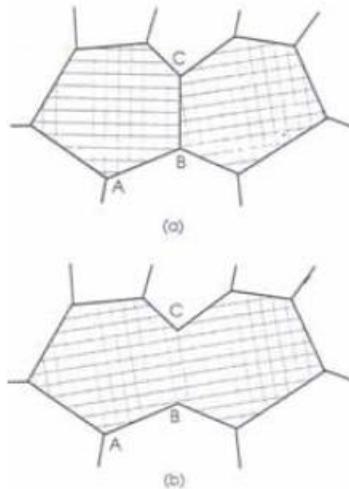
Onde: “ $\alpha$ ” é um fator de forma e  $\gamma s$  é considerado constante durante o crescimento dos subgrãos.

Considerando a energia armazenada no contorno e a desorientação dos subgrãos, Humphrey e Hatherly (1995) propuseram um mecanismo de crescimento baseado na migração dos contornos de baixo ângulo, mecanismos este semelhante ao observado para os contornos de alto ângulo durante a recristalização. Através deste mecanismo, os subgrãos tenderiam a crescer até que as energias dos contornos entre eles se igualassem. Através da migração dos contornos, o ângulo entre contornos adjacentes chegariam a  $120^\circ$ , atingindo assim uma condição de total equilíbrio.

Na ausência de um gradiente de orientação da subestrutura, as energias dos contornos de baixo ângulo seriam fortemente dependentes da desorientação e do plano de contorno. Onde o ângulo de contorno é diferente de  $120^\circ$ , como é observado em metais levemente deformados. Logo os contornos de subgrão seriam similares aos contornos de grãos apenas para deformações muito elevadas.

Na presença de gradientes de orientação, como é o caso de muitas subestruturas recuperadas ou deformadas, a desorientação tenderia a crescer durante o crescimento dos subgrãos, favorecendo a nucleação da recristalização. Outro mecanismo de crescimento de subgrãos, por rotação e coalescência, foi proposto por Hu (1962), baseado no comportamento de ligas Fe-Si deformadas durante o tratamento de recozimento. Conforme o autor, subgrãos adjacentes poderiam girar por processos difusionais e as suas orientações tornar-se-iam similares, de modo que exista um coalescimento entre os subgrãos, conforme pode ser visualizado na figura 2.20.

Figura 2.20 - Representação esquemática do mecanismo de rotação e coalescimento de subgrãos (HU, 1962).



Durante o Encharque a recristalização acontece de forma mais pronunciada, onde diversos estudos têm sido realizados no intuito de postular leis para descrever os mecanismos que ocorrem durante este processo bem como os fatores que influenciam a formação de grãos recristalizados. Alguns dos pontos postulados nestes estudos podem ser enumerados, conforme citados abaixo:

- ⇒ Uma deformação mínima torna-se necessária para iniciar o processo de recristalização. Esta deformação deve ser suficiente para promover núcleos de recristalização e gerar energia para promover o crescimento destes núcleos.
- ⇒ A temperatura na qual ocorre a recristalização diminui à medida que se aumenta o tempo de recozimento. Este fenômeno está relacionado à ativação térmica dos mecanismos microscópicos que controlam a recristalização. Onde a relação da taxa de recristalização e a temperatura pode ser determinada segundo a equação de Arrhenius.
- ⇒ A temperatura à qual a recristalização ocorre diminui à medida que se aumenta a deformação.

A energia armazenada, que fornece a força motriz para a recristalização, aumenta com a tensão. Portanto, tanto a nucleação quanto o crescimento ocorrem de forma mais rápida ou em uma temperatura mais baixa para materiais altamente deformados.

- ⇒ Tamanho de grão inicial: Quanto menores os tamanhos de grão do material antes do recozimento, maior será a velocidade de nucleação e menor o tamanho do grão recristalizado para um dado grau de deformação.
- ⇒ Pureza do material: Quanto mais puro for o material maior será a sua velocidade de recristalização.

O processo de recristalização pode ser melhor descrito em duas partes principais: nucleação e crescimento de grãos. Conforme Llewellyn (1992), a nucleação ocorre dentro dos subgrãos através da tensão induzida pela migração de fronteira (contornos de grãos). O resultado da diferença de discordâncias presentes nos contornos dos subgrãos será um abaulamento de parte do contorno do grão original. Desta forma nas regiões posteriores ao contorno migratório o volume de discordâncias será menor. Logo, os contornos de grão deformados se desligarão do grão original, deixando assim um grão livre de deformação.

A concentração de discordâncias dependerá da orientação do grão e poderá ser diferente nas regiões de contorno permitindo assim a migração de mais contornos induzidos pela deformação. Os novos grãos formados possuem uma orientação semelhante aos grãos originais. Durante esta etapa, os núcleos formados crescem com a força motriz originada pela redução das energias de contorno de grão, onde pode-se destacar o crescimento normal e crescimento anormal de grãos.

O crescimento normal dos grãos implica em um crescimento uniforme gerando uma homogeneidade estrutural em tamanho e forma. Conseqüentemente produzindo assim uma homogeneidade de propriedades ao longo do material recozido. O crescimento continua de forma constante até que os grãos vizinhos se toquem de forma mutua resultado em uma estrutura de grãos equiaxiais.

Segundo Humphreys (1997) o crescimento anormal dos grãos pode ser descrito pelo crescimento preferencial de alguns grãos que resultará em uma estrutura composta por diferentes grãos em tamanho e forma, resultando em uma estrutura com propriedades heterogêneas. O crescimento anormal de grãos pode ser influenciado por um componente de textura forte, resultando assim em uma maior contato entre estes grãos promovendo assim um possível retorno ao processo de crescimento de grão de forma normal.

As principais alterações microestruturais nesta etapa estão relacionadas à recristalização da ferrita, além da formação de grãos de austenita localizados nos contornos de grão da ferrita, ao atingir a

temperatura intercrítica. Estas transformações são acompanhadas pela dissolução dos carbonetos, quebrados pela deformação prévia a frio.

As transformações de fases e os mecanismos que as influenciam serão discutidos posteriormente.

Durante o processo de recozimento uma competição entre os processo de recuperação e recristalização é observada, pois ambos os processos são termicamente ativados e relacionados com a eliminação e rearranjo dos defeitos cristalinos através da movimentação dos contornos de baixo e alto ângulos, respectivamente.

Logo, se as condições do recozimento favorecerem a uma total recuperação do material deformado, a recristalização será muito dificultada, podendo até não ocorrer. Pois toda a força motriz necessária para a recristalização terá sido consumida durante o processo de recuperação. Por outro lado, a maior organização das discordâncias dos contornos dos subgrãos, pode concorrer para aumentar a desorientação entre subgrãos vizinhos, transformando assim os contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo e, desta forma, favorecer a recristalização.

Por outro lado, se as condições do processamento permitirem que a recristalização ocorra antes da recuperação, esta última pode ser inibida. Isto pode ocorrer em casos onde o tratamento é realizado com altas taxas de aquecimento até a temperatura de recozimento, ou na presença de partículas com tamanho e distribuição adequadas para dificultar a movimentação de discordâncias podendo assim atuar como fonte de nucleação da recristalização.

A próxima etapa do recozimento consiste no resfriamento rápido, onde o material é resfriado de uma temperatura de recozimento definida (intercrítica ou austenítica) até a temperatura de equalização. Normalmente nos processo de recozimento contínuo seguidos de galvanização por imersão a quente, a temperatura de equalização é definida pela temperatura do banho metálico de revestimento. Esta temperatura final é denominada de temperatura de imersão, onde a diferença de temperatura entre a chapa metálica e o banho metálico pode comprometer a qualidade final do revestimento aplicado. Produzindo assim defeitos superficiais relacionados à aderência do revestimento sobre a superfície do substrato.

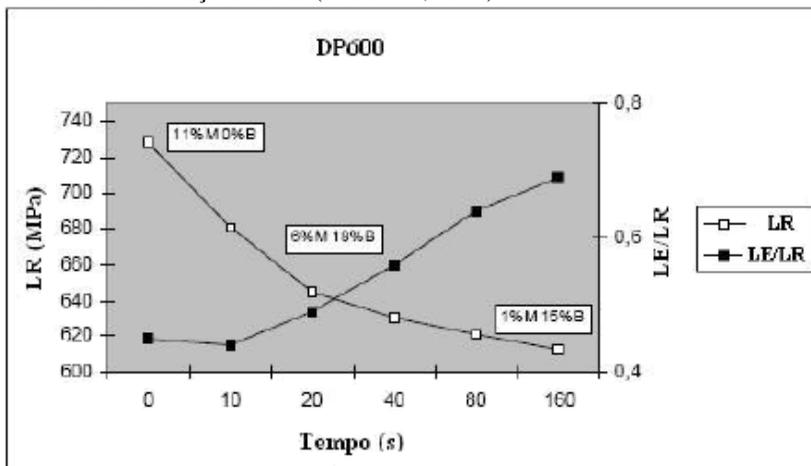
A taxa de resfriamento é extremamente importante para a formação da microestrutura e propriedades mecânicas desejadas. Moulin (2011) em estudos realizados com aços dual phases mostra que para taxas de resfriamento elevadas os valores de propriedades mecânicas tendem a se elevar devido à que a fração volumétrica de fases mais

resistentes como a martensita tendem a ser maior. Por outro lado, taxas de resfriamento menores favorecem a formação de constituintes como bainita e perlita, reduzindo o volume de martensita e, como consequência, gerando valores menores de resistência mecânica.

O estágio seguinte, denominado de equalização consiste em manter o material em uma temperatura significativamente abaixo da temperatura de recristalização, visando assim obter o equilíbrio entre as fases formadas anteriormente. Segundo Nagata et al (2001) este equilíbrio permite que o carbono em solução precipite, devido à menor solubilidade do carbono em temperaturas inferiores as de recozimento.

O comprimento da seção de equalização irá influenciar na microestrutura dos aços e o projeto adequado desta seção deve ser considerado para garantir uma proporção adequada de fases e microconstituintes na microestrutura final do aço (MOULIN, 2011). A figura 2.21 representa a influência do tempo de equalização sobre as propriedades mecânicas de um aço bifásico (DP600). A redução do limite de resistência com o tempo de equalização esta relacionada com a diminuição da proporção da martensita formada durante o resfriamento, aumentando assim a proporção de fases mais dúcteis como bainita ou perlita.

Figura 2.21 - Influência do tempo de equalização em 460 °C nas propriedades mecânicas de um aço bifásico (MOULIN, 2011).



O processo final de recozimento e galvanização envolve ainda mais dois estágios complementares, resfriamento secundário e resfriamento brusco. O resfriamento secundário consiste em resfriar o

material da temperatura final da equalização e revestimento até temperaturas próximas a 300°C. Neste estágio, o processo possui uma dependência muito forte com a configuração física da linha de recozimento. A temperatura final desejada neste processo é relacionada com as características do revestimento empregado.

Durante o resfriamento secundário o revestimento não deve ter contato físico com nenhuma estrutura, pois como ainda não está totalmente solidificado qualquer contato compromete a sua aderência à chapa metálica. Quando maior for o comprimento da zona de resfriamento secundário, menor será a taxa de resfriamento empregada. Para determinados aços específicos, a transformação da austenita em martensita pode ocorrer ainda nesta fase de processo dificultando assim o controle das propriedades mecânicas desejadas em função das características microestruturais presentes.

De acordo com Souza (2012), devido à decomposição da austenita durante o resfriamento, o calor latente de transformação é dissipado modificando o histórico de temperatura do material e, conseqüentemente, afetando o caminho de deformação e a fração das fases após resfriamento. Durante a transformação da austenita, calor latente é liberado, ocasionando um aumento localizado da temperatura no material. Esta fonte de energia térmica interna deve ser considerada nos processos produtivos.

O resfriamento brusco consiste na etapa final do processo de recozimento contínuo. Este processo consiste em um resfriamento a base de jatos de água com o objetivo de se obter um material final em uma temperatura máxima de 45°C, tal condição é utilizada para eliminar o risco do material sofrer danos superficiais.

### **2.3.2 Transformações de fases durante o recozimento intercrítico.**

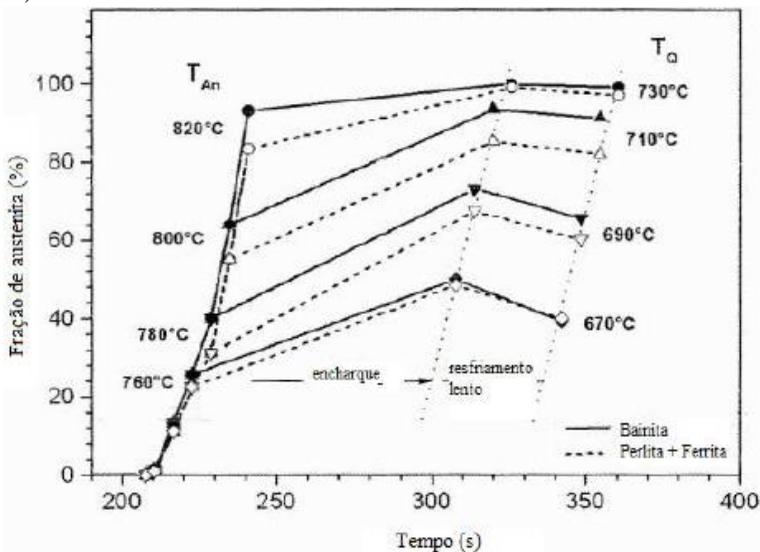
Em um recozimento contínuo, onde se obtém tempos curtos de processamento quando comprado ao recozimento em caixa, o carbono é redistribuído entre as fases presentes, devido a sua natureza intersticial. Conforme Speich (1981) essa situação é denominada de paraequilíbrio, podendo ser considerada como intermediária na qual o enriquecimento da austenita ocorre em uma região próxima à interface austenita/ferrita. Porém a microestrutura inicial na qual o material é recozido possui um importante efeito na cinética de formação da austenita.

Melo et al. (2008) estudaram a influência da microestrutura inicial para dois materiais deformados a frio compostos por duas fases diferentes, material A composto por bainita e material B composto por

ferrita e perlita submetidos ao recozimento intercrítico. Para o material A, composto por bainita, observou-se que os carbonetos presentes na estrutura eram mais finos e dispersos que os apresentados pelo material B. Conseqüentemente estes carbonetos eram dissolvidos de forma mais rápida, favorecendo a uma maior taxa de nucleação e crescimento da austenita quando se comparado com a estrutura inicial composta por perlita e ferrita, conforme pode ser observado na figura 2.22.

O conjunto de dados analisados mostrou que a fração de austenita obtida em função do tempo e temperatura de encharque ( $T_{An}$ ) e de fim de resfriamento lento ( $T_Q$ ) durante recozimento contínuo é maior para o material A composto inicialmente por bainita. Para ambos os materiais testados a fração de austenita encontrada apresenta uma relação direta com a temperatura de encharque testada.

Figura 2.22 - Evolução da fração de austenita em função do tempo para duas microestruturas iniciais e diferentes temperaturas de encharque (MELO et al., 2008).

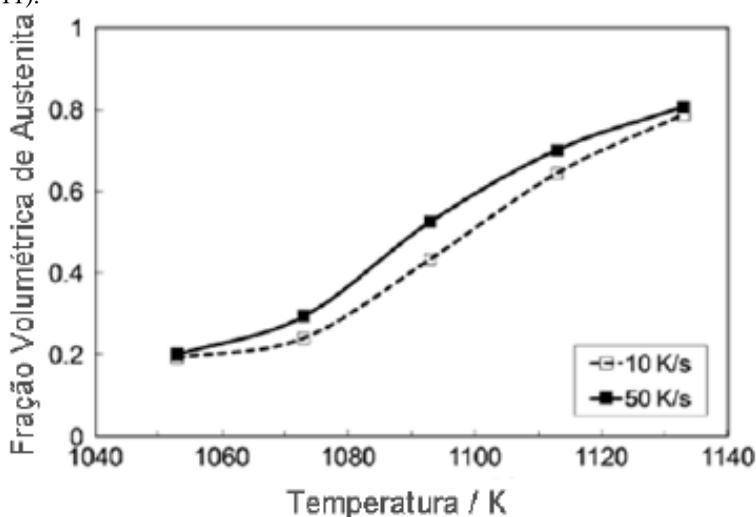


Geralmente, o aço 22MnB5 após laminação a frio apresenta uma microestrutura inicial constituída por ferrita e perlita (antes do recozimento). Durante o processo de austenitização em um recozimento intercrítico (aquecimento e encharque) vários estágios ocorrem de forma simultânea. Conforme descrito por Speich et al (1981), para aços bifásicos a nucleação da austenita irá iniciar a partir da perlita ou

partículas de cementita seguida pelo seu rápido crescimento conduzido pela dissolução dos carbonetos presentes. O crescimento da austenita será desacelerado devido ao mecanismo ser controlado pela difusão do Carbono (em altas temperaturas – acima de  $850^{\circ}\text{C}$ ) e pela difusão do Manganês na ferrita (baixas temperaturas – aproximadamente  $750^{\circ}\text{C}$ ). O equilíbrio entre ferrita e austenita será controlado pela difusão do Manganês na austenita, sendo esta uma difusão lenta.

O efeito da taxa de aquecimento e a temperatura de encharque sobre a fração de austenita tem despertado grande interesse acadêmico quanto à produção de aço bifásicos de alta resistência. Mohanty et al. (2011) compararam o efeito da taxa de aquecimento para um aço C-Mn submetido a diferentes temperaturas com duas taxas de aquecimento distintas (5K/s e 10K/s), apresentado na figura 2.23.

Figura 2.23 - Variação da fração volumétrica de austenita em função da temperatura de recozimento para duas taxas de aquecimento (MOHANTY et al., 2011).



Para uma taxa de aquecimento alta (50 K/s) foi observado que a recristalização da ferrita é atrasada em comparação com uma taxa de aquecimento mais lenta (10 K/s). O processo de formação da austenita é governado pela transformação difusional que ocorre durante a nucleação e crescimento. A nucleação da austenita iniciasse nas interfaces dos ferrita/cementita estendendo-se para os contornos de grãos da ferrita recristalizada. As regiões ricas em carbono (martensita, bainita e perlita), da microestrutura inicial do aço laminado a frio, transformam-

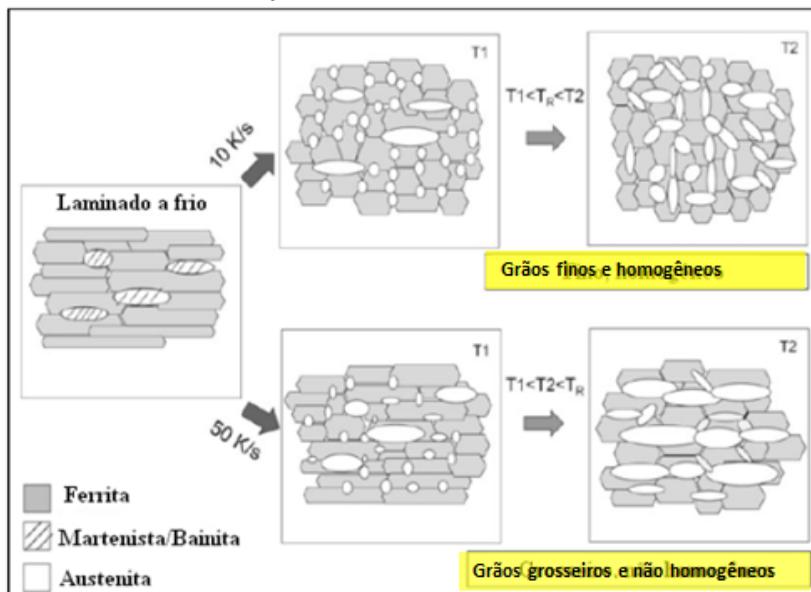
se em austenita primeiramente, independentemente da taxa de aquecimento.

O crescimento da austenita é governado pela competição existente entre a nucleação nos contornos de grão da ferrita recristalizada e o crescimento dos pequenos núcleos de austenita nucleados anteriormente (a partir de fases ricas em carbono). Porém a nucleação da austenita nos contornos de grão da ferrita pela difusão do carbono é dependente do tempo.

Deste modo com altas taxas de aquecimento o tempo para difusão do carbono é reduzido, promovendo assim uma menor taxa de nucleação da austenita favorecendo ao crescimento do grão austenítico e consequentemente a uma maior fração volumétrica desta fase. Os grãos austeníticos formados apresentam-se de forma grosseira e alongada no sentido de laminação.

Em taxas de aquecimento mais baixas, a nucleação da austenita nos contornos de grão é favorecida pelo aumento da formação de grãos de ferrita recristalizada devido ao aumento no tempo de difusão do carbono. Desta forma o crescimento da austenita nucleada anteriormente nas regiões mais ricas em carbono e a austenita nucleada nos contornos de grão da ferrita irão crescer de forma simultânea promovendo a formação de uma microestrutura mais fina e homogênea. A figura 2.24 representa de forma esquemática os mecanismos de formação da austenita em função da taxa de aquecimento.

Figura 2.24 - Representação esquemática da influência da taxa de aquecimento nos mecanismos de formação da austenita. (MOHANTY et al., 2011).



### 2.3.2.1 Recristalização da Ferrita Durante o Recozimento Intercrítico

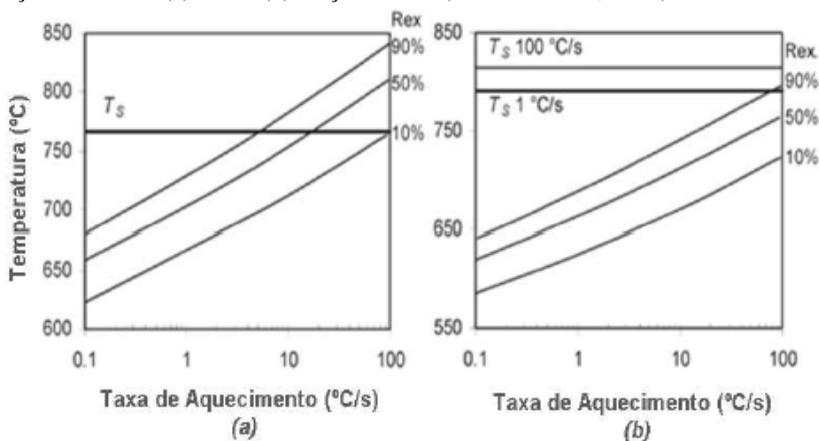
Durante o recozimento contínuo, conforme mencionado anteriormente, ocorre à recristalização da ferrita, onde os grãos de ferrita que foram previamente deformados durante a laminação a frio são substituídos por novos grãos de morfologia equiaxial. Este processo é dependente do tempo e temperatura por se tratar de um processo controlado pela difusão, sendo completado antes mesmo de atingir a região de temperatura intercrítica. Entretanto, para altas taxas de aquecimento em temperaturas acima da temperatura de início de formação da austenita ( $T_s$ ) pode-se observar o retardamento da recristalização da ferrita.

A adição de elementos de liga pode influenciar no processo de recristalização da ferrita. Alguns elementos como o cromo e molibdênio favorecem a nucleação de austenita a partir de partículas de cementita que se inicia ao mesmo tempo em que a ferrita ainda encontra-se em processo de recristalização.

Huang et al (2004) estudaram o efeito da adição de molibdênio em um aço C-Mn na recristalização da ferrita com relação à

temperatura de início de formação da austenita. Foi observado que o aço contendo Mo (representado pela curva b na figura 2.25) apresentou uma fração de ferrita recristalizada (Rex) inferior à fração recristalizada observada no aço sem adição de Mo (curva a). Conforme descrito, a adição de Mo retardou a recristalização da ferrita promovendo uma sobreposição entre a recristalização da ferrita e a formação da austenita, diferente do aço sem adição de Mo, que por sua vez apresentou uma ferrita completamente recristalizada antes de iniciar a formação da austenita para uma mesma taxa de aquecimento.

Figura 2.25 - Efeito da taxa de aquecimento na recristalização da ferrita em um aço C-Mn com (a) e sem (b) adição de Mo (HUANG et al., 2004).



Outro efeito importante que ocorre durante o recozimento está relacionado a variações no teor de carbono na ferrita, pois a sua solubilidade na ferrita é reduzida com o aumento da temperatura. Desta forma, durante o recozimento intercrítico os aços apresentarão uma microestrutura composta principalmente por ferrita pobre de carbono e austenita com alto teor de carbono. Outro fator que contribui para o empobrecimento de carbono na ferrita é o tempo de resfriamento após o recozimento, pois tempos mais longos tendem a favorecer precipitação de cementita. Por outro lado, altas taxas de resfriamento após recozimento proporcionam a supersaturação de carbono na ferrita, promovendo assim a precipitação de carbonetos dentro da ferrita. As adições de elementos de liga como vanádio e nióbio tendem a favorecer a formação precipitados tais como Nb(C,N) ou V(C,N).

O aço utilizado neste trabalho, 22MnB5, possui uma microestrutura inicial laminada a frio composta por ferrita e perlita que ao serem submetidas ao recozimento intercrítico sofrerão diferentes comportamentos com relação ao seu amolecimento. Simielli et al. (1992) em estudos realizados em aços bifásicos, verificaram que em um recozimento intercrítico uma determinada fase pode apresentar-se em estágio de recristalização enquanto a outra fase ainda pode estar em recuperação. Deste modo o crescimento de grão de uma fase pode iniciar-se antes da outra gerando uma microestrutura heterogênea ao final do processo.

### 2.3.2.2 Transformação da Austenita Durante o Resfriamento

Conforme comentado anteriormente, após o encharque (recozimento contínuo) o material é submetido à etapa de resfriamento. Nesta etapa, uma grande diversidade de fases com diferentes morfologias podem ser obtidas a partir da austenita, sendo dependentes principalmente dos parâmetros temperatura, tempo e taxa de resfriamento (SPEICH, 1981). A transformação da austenita durante a etapa de resfriamento possui forte influência da sua temperabilidade, sendo função da sua composição química (maior teor de carbono, maior temperabilidade) e tamanho de grão (menor tamanho de grão menor temperabilidade). Conforme descrito por Reed-Hill (1973), aços bifásicos contendo menor tamanho de grão possuem maior área de contorno de grão que proporcionará uma velocidade de nucleação mais acelerada, desta forma ocorrerá à formação de outros constituintes diminuindo assim a formação de martensita.

Durante o recozimento intercrítico a temperabilidade da austenita também é influenciada pela temperatura de recozimento utilizada. Para recozimentos intercríticos em temperaturas próximas a temperatura A<sub>c1</sub> o teor de carbono presente na austenita formada é maior que para altas temperaturas, aumentando assim a temperabilidade da austenita. Para temperaturas mais altas, a quantidade de austenita formada é maior, consequentemente o teor de carbono presente na austenita encontra-se distribuídos em uma maior fração de austenita, consequentemente durante o resfriamento rápido existe a possibilidade de uma grande parte da austenita não se transformar em martensita (LANZILLOTTO e PICKERING, 1982). Em resumo é possível afirmar que a temperabilidade da austenita é diretamente relacionada à temperatura de recozimento, pois esta determinará não só a fração de austenita formada durante o processo, mas também o teor de carbono na mesma.

No resfriamento, além da fração volumétrica e do teor de carbono na austenita durante o recozimento, a taxa de resfriamento empregada terá papel importante na fração de martensita a ser formada. Altas taxas de resfriamento favorecem a uma maior fração de austenita transformada em martensita. Com base nos diagramas de transformação TTT (tempo, temperatura e transformação) para aços C-Mn, altas taxas de resfriamento permitem alcançar a temperatura de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) antes da formação de outros constituintes tais como bainita e perlita. Deste modo, a taxa de resfriamento aplicada na produção de aços bifásicos controlará a fração de martensita presente ao final do processo determinando assim as propriedades mecânicas do material.

O conjunto de parâmetros tempo, temperatura e taxa de resfriamento empregados durante o recozimento intercrítico serão fundamentais para definição da fração e da morfologia das fases presentes ao final do processo Conforme estudado por Speich (1981), aços bifásicos recozidos em temperaturas intercríticas elevadas favorecem a formação e crescimento de ferrita epitaxial na austenita durante o resfriamento formando assim uma martensita envolvida por uma “nova ferrita”. Em recozimentos em temperatura mais baixas e em resfriamento lento poderá favorecer ao enriquecimento da austenita em manganês, aumentando a temperabilidade nas interfaces ferrita/austenita promovendo uma microestrutura com martensita ao redor da ferrita.

### **2.3.3 Recozimento contínuo e Galvanização 2 da AM Vega**

A linha de recozimento contínuo e galvanização número 2 da ArcelorMittal Vega iniciou produção no ano de 2010 sendo configurada para a produção de bobinas de aço revestidas por imersão a quente. O forno de recozimento contínuo possui configuração horizontal e tem por finalidade efetuar a recristalização do aço, que chega à galvanização encruado pelo processo de laminação a frio. A galvanização 2, possui uma seção de aquecimento composta por chama direta conhecida como DFF (Direct Furnace Fire) ou NOF (Non Oxidation Furnace).

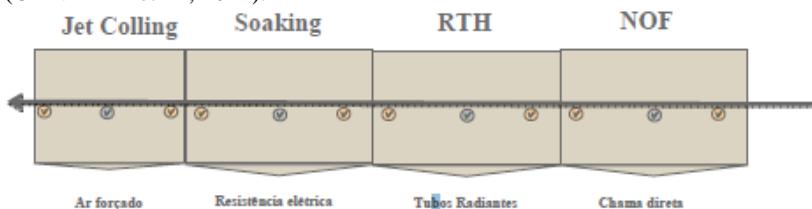
A etapa de aquecimento é iniciada na seção DFF pela aplicação de uma chama direta sobre a superfície da chapa metálica. As temperaturas da chama (aproximadamente 1500°C) bem como as temperaturas do arco gerado (1300°C) produzem um aquecimento da chapa de forma acelerado, sendo possível obter temperaturas de 700°C em poucos segundos.

Nesta etapa ainda acontecem reações de redução através do uso de uma chama de combustão incompleta (que é totalmente queimada na zona de recuperação) tendo assim uma razão de aproximadamente 10% de ar, proporcionando a eliminação de 4 a 6 % de gás CO e H<sub>2</sub> dos gases de combustão.

Ainda durante a etapa de aquecimento, existe uma segunda seção composta por tubos radiantes, chamada de RTH (Radiant Tube Heating), onde a chapa metálica é aquecida até a temperatura final desejada. A partir desta seção o forno possui uma atmosfera controlada, que visa a não existência de partícula de O<sub>2</sub> no interior do forno, evitando deste modo a oxidação da superfície da chapa que dificultam a aderência do revestimento metálico aplicado posteriormente.

Após o RTH a chapa é conduzida a seção do Soaking ou Encharque, onde a mesma é mantida em um patamar de temperatura constante para garantir a recristalização e em alguns casos o crescimento dos grãos, conforme ciclo térmico definido. Esta seção é aquecida por meio de resistência elétrica. A seção seguinte é composta pela zona de resfriamento, Jet Colling, onde a chapa metálica é resfriada até à temperatura próxima a temperatura do banho metálico a qual será imersa. Antes de ser imersa no banho metálico a chapa é mantida por alguns minutos em zona de equalização ou Overaging. A figura 2.26 representa de forma esquemática as zonas de um forno de recozimento vertical com características similares ao forno da AM Vega.

Figura 2.26 - Representação esquemática das seções de um forno de recozimento contínuo constituídos por zonas de aquecimento em NOF e RTH (OLIVEIRA et Al, 2012).



Após o recozimento contínuo, a chapa metálica recebe a aplicação de uma camada de revestimento por imersão em um pote de metal fundido que possui composição química definida conforme o produto final desejado. Na saída do banho de metal líquido a chapa metálica passa por uma navalha de ar, que tem como objetivo remover o excesso de revestimento arrastado pela chapa ao sair do pote.

Os ajustes da navalha (pressão e distância) são realizados em função da especificação da camada de revestimento desejada e das medidas realizadas durante a descida da torre de resfriamento por sensores de Raios-X dispostos em cada face da tira metálica. Em seguida a tira metálica segue, de forma vertical, pela torre de resfriamento onde a refrigeração é realizada por ventiladores. O revestimento deve chegar ao Top-Roll (rolo montado na parte mais alta da torre) já totalmente solidificado.

A configuração da linha de galvanização da AM Vega possui um papel importante na determinação do conjunto dos parâmetros tempo, temperatura e taxa de resfriamento a serem aplicados na produção do aço 22MnB5. Tais parâmetros devem ser configurados de modo a obter-se ao final do processo uma microestrutura composta apenas por frações de ferrita e perlita. Um agravante no controle da microestrutura final deve-se ao fato de que a chapa metálica após ser recozida terá a aplicação de revestimento metálico pelo processo de imersão a quente a uma temperatura de 650°C.

Deste modo, a taxa de resfriamento a ser aplicada durante o processo de subida na torre de galvanização deve ser controlada de modo a garantir a transformação da austenita em perlita e “nova ferrita”. Altas taxas de resfriamento durante a zona de resfriamento na torre de galvanização promoverá a formação de martensita, que por se tratar de um processo exotérmico, liberará energia na forma de calor latente que poderá comprometer além da microestrutura final desejada, a aderência do revestimento metálico aplicado.

Jarvinen et al. (2016) estudaram a influência da microestrutura inicial sobre as propriedades mecânicas e microestruturais obtidas após estampagem a quente. Os experimentos foram realizados em amostras do aço 22MnB5 obtido após recozimento contínuo em dois ciclos específicos: Recozimento em baixas temperaturas (abaixo de Ac1) e um Recozimento intercrítico (temperaturas entre Ac1 e Ac3), resultando assim em duas microestruturas distintas. Para recozimento abaixo de Ac1 a microestrutura foi parcialmente recristalizada constituída principalmente por de ilhas de cementita. Para o recozimento intercrítico a microestrutura foi totalmente recristalizada constituída por ferrita e perlita, conforme figura 2.27.

Após o tratamento de austenitização a 900°C durante 45 segundos, as amostras foram submetidas à estampagem a quente. As amostras provenientes do recozimento intercrítico apresentaram valores de microdureza mais elevados. A microestrutura inicial formada por perlita e ferrita totalmente recristalizada após ser austenitizada

promoveu a formação de austenita de menor tamanho do grão, quando comparada a microestrutura inicial parcialmente recozida conforme mostrado na figura 2.28.

Figura 2.27 - Análise metalográfica inicial e final de um aço 22MnB5 obtida após estampagem a quente para diferentes perfis de recozimento (JARVINEN et al, 2016)

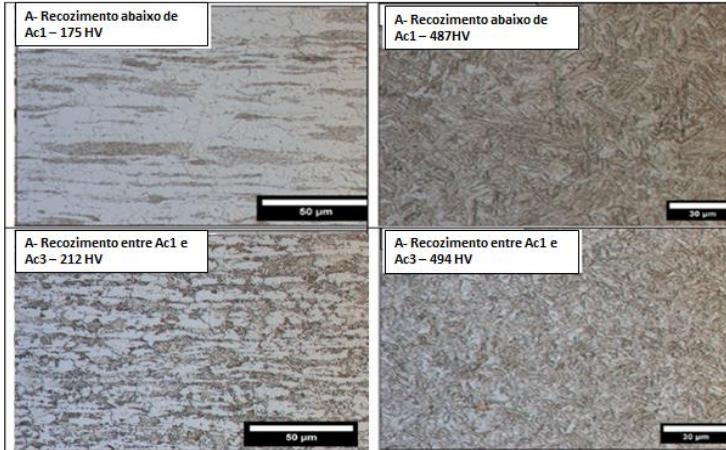
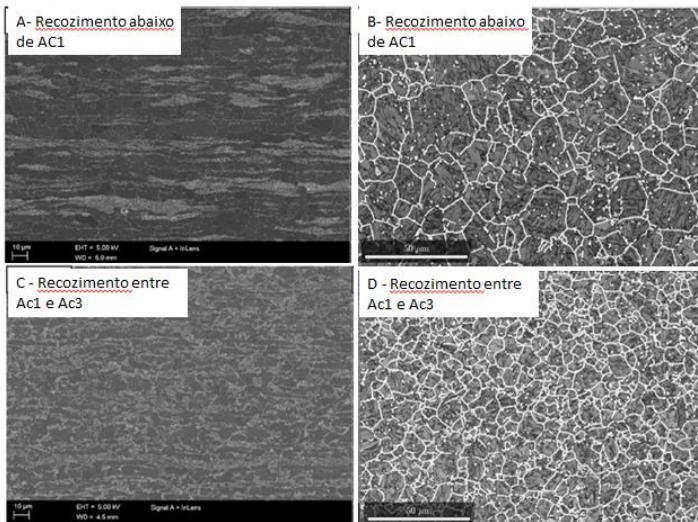


Figura 2.28 - Comparativo do tamanho de grão (ASTM) entre a microestrutura inicial e final de um aço 22MnB5 obtida após estampagem a quente para diferentes perfis de recozimento (JARVINEN et al, 2016).



## 2.4 REVESTIMENTOS METÁLICOS EMPREGADOS NA ESTAMPAGEM A QUENTE

Um dos principais fatores que afetam o processo de estampagem a quente é a formação de óxidos superficiais em peças não revestidas durante o processo de austenitização, mas também podendo ocorrer durante o processo de transferência do “blank” para a prensa, devido ao contato direto com o oxigênio da atmosfera. Desta forma a adição de uma linha de limpeza após estampagem para remoção do óxido formado torna-se de certa forma necessário. Estas necessidades técnicas acarretam em acréscimo de custo e uma redução de produtividade. A ausência de revestimento também pode favorecer a formação de uma camada superficial descarbonetada.

Segundo Gorni (2010) A presença de carepas sobre a superfície do “blank” pode acarretar em problemas quanto ao resfriamento da peça devido a menor condutividade térmica apresentada, prejudicando assim a transferência de calor, velocidade de resfriamento e a dureza final da peça. Do ponto de vista operacional, a carepa apresenta características abrasivas que podem reduzir a vida da matriz e as operações de limpeza superficial posteriores podem acarretar em variações dimensionais das peças estampadas a quente.

Visando resolver tais problemas, vários revestimentos metálicos por imersão a quente foram testados pela ArcelorMittal, entre eles os revestimentos a base de zinco, Extragal (GI- zinco puro) e Galvannead (GA – liga ferro-zinco), que são comumente empregados para materiais estampados a frio. Drillet e Grigorieva (2011) estudaram o comportamento dos revestimentos a base de zinco, submetidos ao tratamento de estampagem a quente. Para ambos os revestimentos analisados, após a austenitização foi constatado a presença de uma fina camada superficial de óxido de Zn, além da formação de trincas por fragilização em altas temperaturas.

Para as análises realizadas no revestimento GI, as trincas foram encontradas em sua maioria sobre a camada de revestimento sendo que em alguns casos foram propagadas para o substrato metálico. As análises após austenitização mostraram que a formação e propagação de trincas ( $> 100\mu\text{m}$ ) estão relacionadas à corrosão e por penetração da fase líquida Zn ou Zn-Fe nos contornos de grão austenítico. Portanto, essas fissuras ocorrem somente quando há Zn no revestimento ao final da austenitização. A figura 2.29 mostra as imagens do revestimento GI antes (a) e após austenitização (b), bem como a presença de trincas por penetração de Zn líquido.

No caso do revestimento GA, Drillet e Grigorieva (2011) atribuíram as trincas observadas no revestimento (ou propagadas para o substrato) a um efeito mecânico, fricção entre as superfícies do ferramental e a do revestimento composta pela fase Zn-Fe. Nas regiões onde o atrito entre as superfícies é mais elevado foi possível constatar a presença de trincas com comprimento de 50  $\mu\text{m}$ . As microfissuras se iniciam na superfície do revestimento propagando até a interface revestimento/substrato podendo ainda se propagar para o interior do substrato, principalmente nas interfaces dos grãos de ferrita e ou bainita formadas. A figura 2.30 apresenta as imagens do revestimento GA antes (a) e após austenitização (b), bem como a presença das trincas sobre o revestimento/substrato.

Figura 2.29 - Microestrutura revestimento GI a) antes de estampagem a quente e b) após estampagem a quente. Presença de trincas relacionadas à penetração de Zn líquido (DRILLET e GRIGORIEVA, 2011)

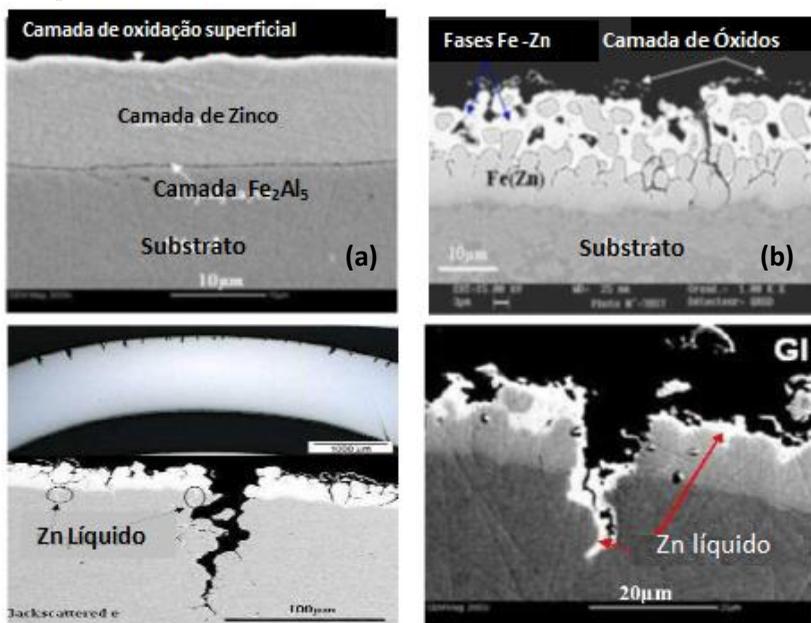
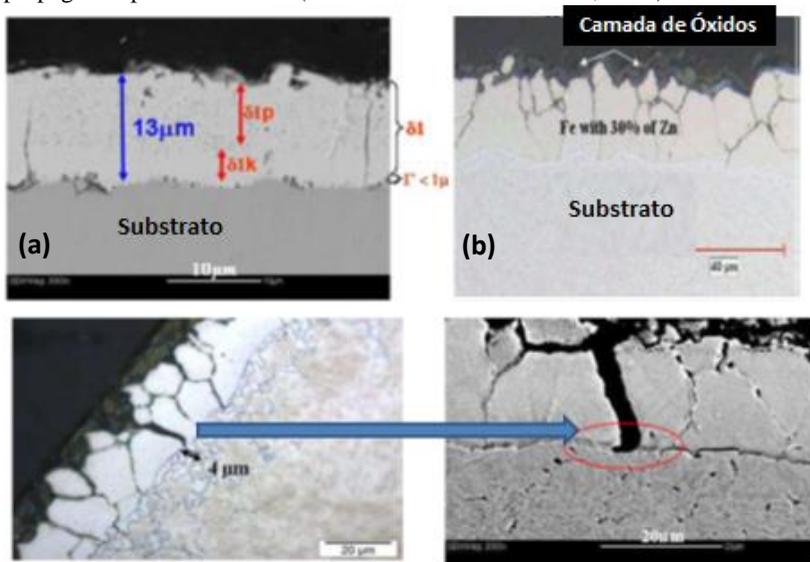


Figura 2.30 - Microestrutura revestimento GA a) antes de estampagem a quente e b) após estampagem a quente. Presença de trincas no revestimento que se propagaram para o substrato (DRILLET e GRIGORIEVA, 2011)



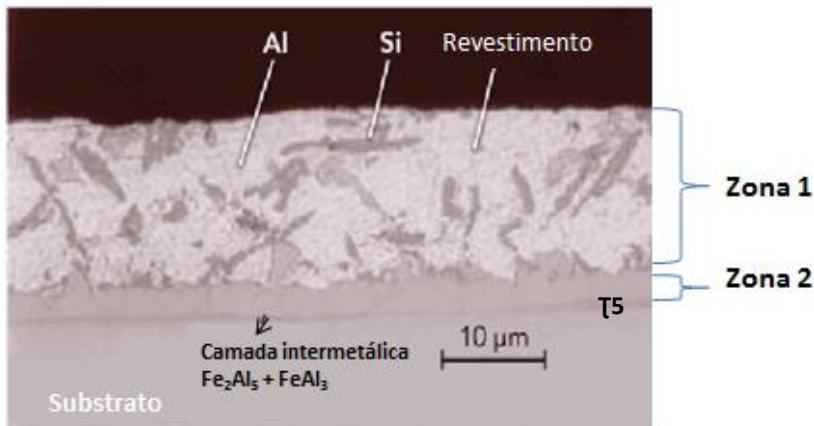
Vários outros revestimentos para estampagem a quente foram desenvolvidos, entre eles destacam-se os revestimentos a base de ligas de Zinco-Níquel e Alumínio-silício, sendo este o mais empregado atualmente. Estes revestimentos de proteção evitam a oxidação superficial da chapa através da formação de óxidos termodinamicamente estáveis de Al ou Ni.

O revestimento Al-Si desenvolvido pela ArcelorMittal possui em sua composição inicial, cerca de 88% de alumínio, 9% de silício e 3% de ferro, sendo empregado durante o processo de galvanização a quente na temperatura de 675°C.

Vierstraete et al (2009) dividem a camada de revestimento Al-Si em duas diferentes zonas, a primeira formada por uma matriz de alumínio contendo diversas fases resultantes da interação Al-Si-Fe (zona 1), a segunda formada pela região de interface entre o revestimento e o substrato (zona 2). Sendo esta zona de interface composta por um sistema ternário Al, Si e Fe, denominada de  $\Upsilon_5$  e a camada intermetálica formada principalmente por  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  +  $\text{FeAl}_3$ , figura 2.31. Conforme descrito por Grigorieva (2011) durante a austenitização do “blank” revestido ocorre difusão do ferro, silício e alumínio produzindo a

formação de diferentes fases ao longo de toda a espessura da camada de revestimento.

Figura 2.31 - Detalhe do revestimento Al-Si antes do processo de estampagem a quente (VIERSTRAETE et al , 2009).



Para compreender a formação das fases presentes na camada de revestimento torna-se necessário o entendimento do diagrama ternário Al-Si-Fe. A composição química do banho metálico, como mencionado anteriormente, é composta por aproximadamente 88% Al, 9% Si e 3% Fe a uma temperatura de 670°C. Nesta temperatura ocorre a formação de um composto metálico  $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$  ( $\tau_6$ ) que está em equilíbrio com o banho líquido. Em um diagrama ternário, a composição do banho está situada próxima ao limite entre a fase  $\tau_6$  e a fase  $\tau_5(\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}_2)$ . Quando a chapa metálica é imersa no banho, existe imediatamente a dissolução de ferro para o banho, gerando assim uma região próxima à superfície da chapa rica em ferro. O banho que estava anteriormente em equilíbrio com a fase sólida  $\tau_6$ , devido ao aumento localizado de ferro tende a se reequilibrar com a fase  $\tau_5$  formando assim outras fases.

Deste modo, durante a deposição do revestimento Al-Si pelo processo de galvanização por imersão a quente, ocorrem difusões de Fe e Al na interface entre o substrato e o revestimento, resultando na formação de fases intermetálicas  $\text{Al}_x\text{Fe}_y$ . Na austenitização dos “blanks” a difusão Fe-Al volta a ocorrer de forma mais acentuada devido às temperaturas mais elevadas em que o processo é realizado. A formação destes compostos intermetálicos  $\text{Al}_x\text{Fe}_y$  é fortemente influenciada pela composição química do banho, da espessura do

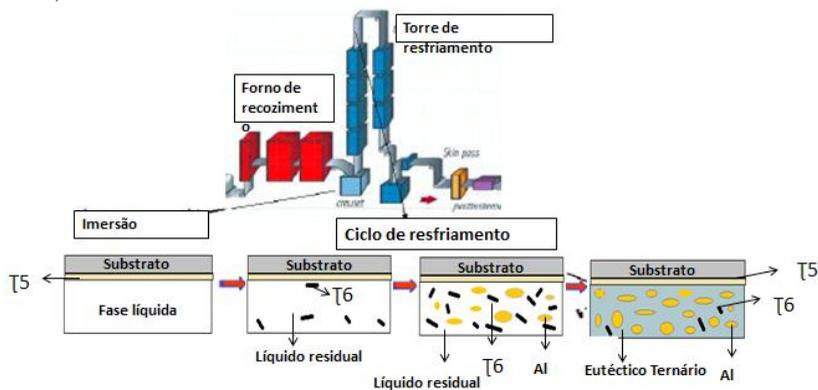
revestimento, assim como pelo tempo de permanência e a temperatura de austenitização antes da estampagem.

As transformações que ocorrem durante o processo de deposição do revestimento Al-Si por imersão a quente foram descritos por Guedson (1997) da seguinte forma:

- ✓ No primeiro contato da chapa com o banho metálico inicia-se a dissolução da camada mais externa promovendo uma saturação local de ferro na superfície. Ao reagir com o banho inicia-se a formação de uma fina camada, aproximadamente 1,5  $\mu\text{m}$ , composta pelas fases intermetálica ( $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  e  $\text{Al}_3\text{Fe}$ ) e pelas fases  $\Upsilon 5$ .
- ✓ Durante a imersão, a interdifusão do ferro e do alumínio que ocorre por meio da reação dos átomos presentes na interface (difusão reativa) conduz ao crescimento da camada  $\Upsilon 5$  e bem como o crescimento da camada intermetálica ( $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  e  $\text{Al}_3\text{Fe}$ ).
- ✓ Na saída do banho até a solidificação do revestimento o crescimento das camadas formadas anteriormente continua ocorrendo. Sendo parte deste crescimento relacionado à taxa de difusão dos átomos (esta velocidade diminui com a temperatura). A diminuição da temperatura leva a uma supersaturação de ferro no líquido favorecendo ao crescimento da fase  $\Upsilon 5$ .
- ✓ No momento da solidificação, o líquido está saturado em ferro e empobrecido de silício em relação à composição do eutético ( $\text{L} = \text{Al} + \text{Si} + \Upsilon 6$ ). Existe então a primeira formação de precipitados de  $\Upsilon 6$  ( $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ ), resultando em uma interação entre ferro e silício seguido da formação de dendritas de alumínio contendo ferro e silício em solução sólida e, finalmente, ocorre à solidificação do líquido da composição eutética, resultando na formação de lamelas de silício, precipitados da fase  $\Upsilon 6$  e alumínio.

A figura 2.32 representa de forma esquemática a formação do revestimento Al-Si a partir da imersão da chapa metálica no banho até o resfriamento. A camada intermetálica formada pelas fases  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  e  $\text{Al}_3\text{Fe}$  não é representada.

Figura 2.32 - Representação esquemática da formação do revestimento Al-Si após imersão da chapa metálica no banho até o resfriamento (GRIGORIEVA, 2011).



## 2.5 ESTAMPAGEM A QUENTE:

### 2.5.1 História da Estampagem a Quente:

As primeiras aplicações da tecnologia de estampagem a quente foram registradas em 1914, com peças destinadas à agricultura, com espessuras na faixa de 10 a 16 mm. Entretanto, a estampagem a quente para indústria automotiva só foi utilizada a partir da década de 80. Conforme Lundstroem (2011) a primeira patente original que definia o processo de estampagem a quente foi registrada em 1974 na Suécia, por uma companhia denominada Plannja - Luleå sendo as primeiras chapas estampadas a quente confeccionadas em aço carbono (0,4%) ligados com boro (0,0005 – 0,01%) ou manganês (0,5 – 2,0%) com espessuras preferencialmente abaixo de 3 mm, conforme mostrado na figura 2.33.

As primeiras peças conformadas a quente para aplicação automotiva em carros de passeio foram barras de proteção lateral do modelo Saab 9000. Que utilizava quatro barras de proteção, distribuídas como reforços de porta, como mostrado na figura 2.34.

Figura 2.33 - Primeiras aplicações de estampagem a quente para produção de equipamentos agrícolas (LUNDSTROEM, 2011).

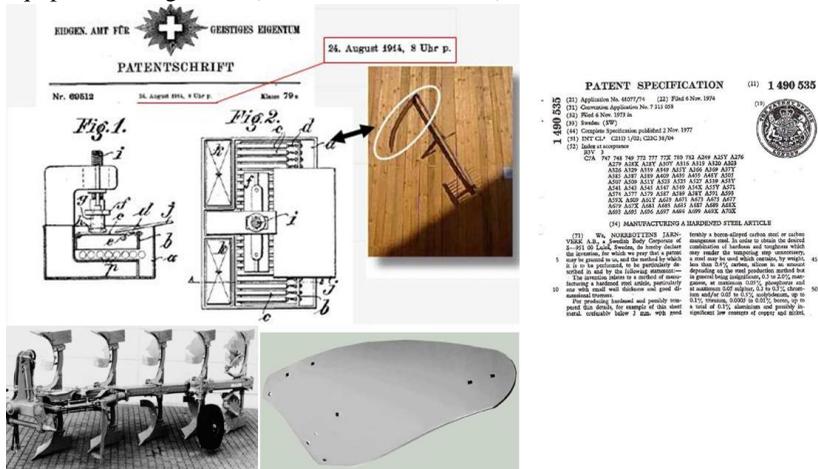


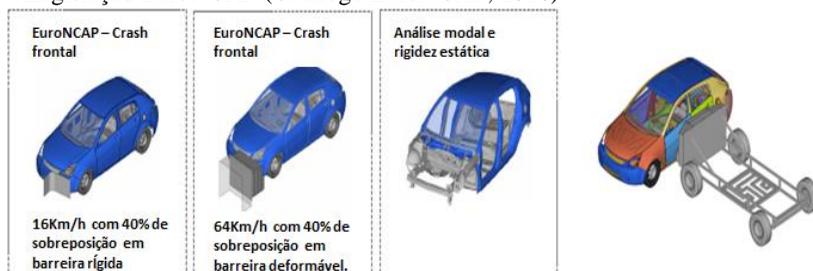
Figura 2.34 - Modelo Saab 9000 com barras de proteção lateral estampadas a quente (LUNDSTROEM, 2011).



Atualmente, existem aproximadamente 190 linhas de estampagem a quente em todo o mundo, já em produção e algumas em fase final de construção. Perspectivas de mercado apresentam uma crescente tendência na utilização pelas montadoras de peças de segurança estampadas a quente, em função de uma boa relação entre elevada resistência mecânica e redução do peso veicular (diminuição da emissão de poluentes como CO<sub>2</sub>), como consequência um melhor desempenho quanto à segurança veicular. Esta crescente demanda por aços de alta resistência conformados a quente gera um forte impacto na capacidade de atendimento das linhas de estampagem, requisitando assim implementação de novas linhas além do desenvolvimento e otimização do processo de estampagem já existente.

Um dos requisitos mais importantes e impulsionador do desenvolvimento de aços de alta resistência estão baseados no conceito de segurança veicular, “Crash Test”, onde cada país possui uma legislação pertinente quanto aos valores que devem ser alcançados. Como descrito pela EuroCarBody (2012) O “Crash test” pode ser realizado em diferentes partes do veículo, tais como “crash” frontal, lateral ou até mesmo “crash” traseiro, além de testes relacionados à capacidade de absorção de impacto durante possível capotamento veicular, conforme esquematizado na figura 2.35.

Figura 2.35 - Imagens ilustrativas de um Crash teste frontal e lateral, conforme a Legislação EuroNCAP (Catálogo EuroNCAP, 2016).



## 2.5.2 Processo de estampagem a quente

O processo de estampagem a quente consiste em aquecer a chapa metálica em uma temperatura em que ocorra total austenitização, promover uma deformação conjunta com um resfriamento acelerado (têmpera) até a temperatura abaixo da temperatura  $M_s$  (martensita start). Este procedimento tem como objetivo obter uma peça constituída por 100% de martensita, responsável por conferir a peça elevadas propriedades como limites de resistência e escoamento e ao mesmo tempo não apresentar problemas de forma devido ao efeito mola (TURETTA,2008).

Em geral, o processo de estampagem a quente pode ser dividido em três etapas principais, Aquecimento, Transferência do Blank (entre o forno e a prensa) e a Estampagem propriamente conforme representadas de forma esquemática na figura 2.36.

Figura 2.36 - Representação de forma esquemática das etapas de processo de estampagem a quente (catálogo comercial ArcelorMittal, 2017).



**Aquecimento:** Consiste em elevar a temperatura do “blank” que se encontra na temperatura ambiente a patamares acima de  $A_{c3}$ , temperaturas entre 900 a 950°C, durante intervalo de tempo de 5 a 10 minutos (variando de acordo com o tipo de aço e espessura empregada), produzindo assim uma microestrutura constituída por 100% de austenita. Em altas temperaturas o aço é dúctil o que permite a obtenção de geometrias complexas. Conforme descrito por Gorni (2010), durante o aquecimento além da transformação ferrita + perlita => austenita, ocorre à ativação de planos cristalográficos de escorregamento das discordâncias presentes, que ao serem ativados possibilitam uma maior migração. Este efeito é refletido no aumento da ductilidade e conformabilidade do material.

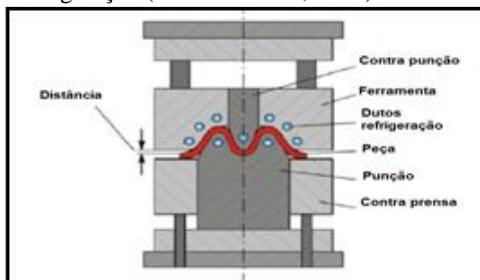
Em processos industriais, o método de aquecimento mais comumente empregado consiste em fornos contínuos (comprimento entre 20 a 40 metros) que podem ser aquecidos por queima de gás natural (tubo radiante ou chama direta) ou até mesmo por resistência elétrica. Neste processo a taxa de aquecimento é controlada diretamente pela velocidade de movimentação dos “blanks” ao longo do comprimento do forno. Diversos métodos de aquecimento têm sido estudados ao longo dos anos, Kolleck et al (2009) estudaram o processo de indução como meio de aquecimento de “blanks” destinados a estampagem a quente. Em comparação com o processo de aquecimento convencional (fornos contínuos) o processo por indução possibilita a obtenção de elevadas taxas de aquecimento reduzindo assim o tempo necessário para alcançar a temperatura de austenitização. Em análises mais detalhadas pode-se constatar que os grãos formados durante este processo são menores, devido ao menor tempo de austenitização, promovendo assim aumento nas propriedades finais para uma mesma deformação aplicada.

**Transferência do blank:** Após o aquecimento o “blank” é transferido a uma prensa de conformação. Esta etapa pode ser considerada como sendo a mais sensível de todo o processo. A transferência do “blank” deve ser realizada o mais rápido possível, pois a perda significativa de temperatura nesta etapa pode comprometer o processo de estampagem e a obtenção das propriedades mecânicas desejadas (GORNI, 2010).

Temperaturas abaixo de  $780^{\circ}\text{C}$  podem originar uma microestrutura final constituída de bainita e/ou ferrita em vez de martensita. A perda térmica durante o processo de transferência é fortemente influenciada pela espessura do “blank”. Em temperaturas baixas, o material pode apresentar problemas quanto a sua estampabilidade, podendo ocorrer regiões constituídas por diferentes fases, conduzindo a diferentes esforços durante a conformação, favorecendo a ocorrência de trincas localizadas (GORNI, 2010). Em processos industriais a operação de transferência é realizada por garras mecânicas robotizadas, sendo o tempo total de operação inferior a 5 segundos.

**Estampagem a quente e resfriamento:** Após a transferência do “blank” do forno de aquecimento para a matriz de conformação ocorre a estampagem e o resfriamento propriamente ditos. O “blank” é conformado em altas temperaturas sendo resfriado ainda dentro da ferramenta, ocasionando assim a transformação da austenita em martensita. Conforme Karbasian (2010), o tempo total de conformação e resfriamento é de aproximadamente 10 segundos, sendo influenciado pela taxa de resfriamento utilizada e a espessura do material empregado. A figura 2.37 apresenta de forma esquemática o conjunto de prensa de estampagem a quente ressaltando a posição dos canais de circulação de água utilizados para refrigeração da peça.

Figura 2.37 - Representação esquemática do conjunto de estampagem a quente com os canais de refrigeração (KARBASIAN, 2010).



A excelente conformabilidade em altas temperaturas proporciona a obtenção de peças com geometrias complexas, as quais não seriam possíveis de alcançar utilizando o processo a frio em aços com elevada resistência mecânica. A taxa de resfriamento empregada neste processo deve ser controlada em função da velocidade crítica de têmpera do material. A etapa de têmpera propriamente dita ocorre rapidamente logo após a conformação da peça, dentro do conjunto ferramental com uma taxa de resfriamento entre 50 e 100°C/s. Gorni (2010) e Turetta (2008) afirmam que nesta etapa do processo, a austenita obtida durante a passagem pelo forno de aquecimento é totalmente transformada em martensita, proporcionando assim a obtenção de uma peça com elevada resistência mecânica.

A retirada da peça conformada da matriz é geralmente realizada em temperaturas abaixo das temperaturas de transformação, aproximadamente 200°C, evitando que ocorra perda de propriedades mecânicas devido à formação de fases menos resistentes que a martensita, reduzindo assim a possibilidade que a peça sofra distorções térmicas, comprometendo a sua utilização. O resfriamento final que ocorre ao ar promove um efeito de revenimento sobre a peça obtida. Segundo estudos realizados por Naderi et al. (2012), o revenimento proporcionou uma melhora na ductilidade final da peça sem que ocorresse uma redução na resistência mecânica. Este efeito pode ser explicado pela ocorrência de dois efeitos simultâneos, a precipitação de carbonetos e a eliminação de discordâncias. Sendo a precipitação responsável por manter a resistência mecânica e a eliminação de discordância em elevar a ductilidade do material.

A precipitação de carbonetos pode ser visualizada na figura 2.38 obtida por microscópio eletrônico de varredura (MEV) realizada em duas amostras do aço 22MnB5 submetidas ao processo de têmpera (a) e revenimento a 250°C por 15min (b).

A eliminação das discordâncias para as mesmas amostras tratadas termicamente conforme mencionado acima pode ser visualizada na figura 2.39 obtida através de microscopia de transmissão (MET).

Figura 2.38 - Identificação de nanocarbonetos de Mn em imagens MEV após estampagem a quente (a) e estampagem a quente + revenimento a 250°C durante 15 minutos (b) (NADERI et al , 2012).

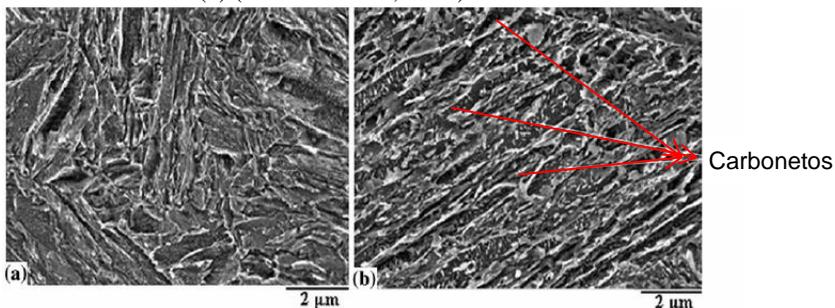
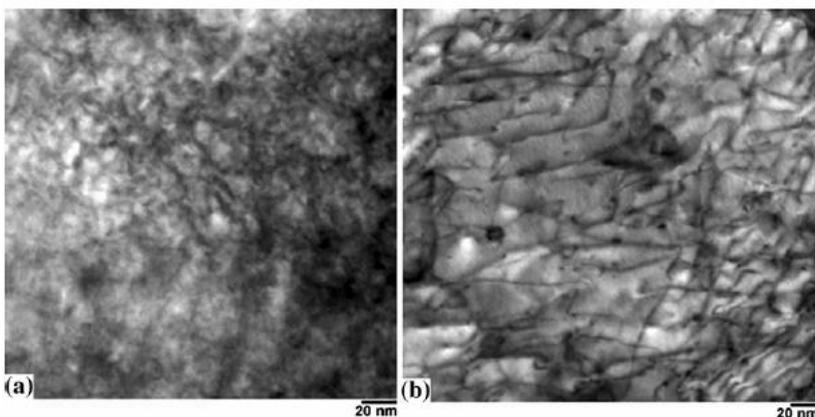


Figura 2.39 - Identificação da anulação de discordâncias em imagens via MET após estampagem a quente (a) e estampagem a quente + revenimento a 250°C durante 15 minutos (b) (NADERI et al , 2012).



A estampagem a quente, como já mencionado, é uma combinação de deformação em altas temperaturas com resfriamento acelerado, que proporciona endurecimento do “blank” pela têmpera. Industrialmente, a estampagem a quente pode ser dividida em dois processos, sendo diferenciados pelos caminhos/números de operações de conformação a quente empregados; Processos Diretos e Processos Indiretos.

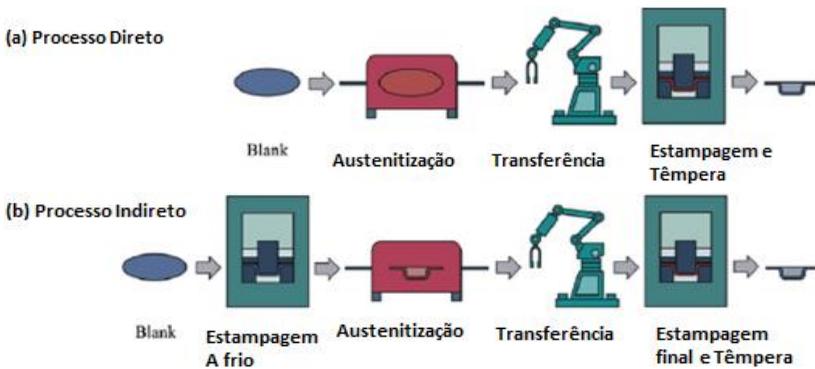
No Processo Direto, como o próprio nome diz, é empregado na confecção de peças com geometria mais simples, na qual a chapa metálica é conformada em apenas uma operação de estampagem a quente, figura 2.40 (a). A microestrutura ferrítica – perlítica do blank a

temperaturas ambiente transforma-se em austenita durante o aquecimento em forno, favorecendo assim a estampagem.

O Processo Indireto consiste na utilização de mais de uma operação de conformação, sendo que 95% da deformação é realizada em uma pré- etapa de estampagem a frio. Em seguida a peça é submetida ao aquecimento em temperatura de austenitização, transferida para uma prensa de conformação sendo submetida a uma estampagem a quente propriamente dita, figura 2.40 (b).

Normalmente no processo indireto não se emprega blanks revestidos, ocorrendo à formação de uma camada de óxido superficial, que deve ser removida por processo químico ou mecânico ao final. Em alguns casos podem ser empregadas atmosferas controladas para reduzir a oxidação superficial do “blank” durante a austenitização.

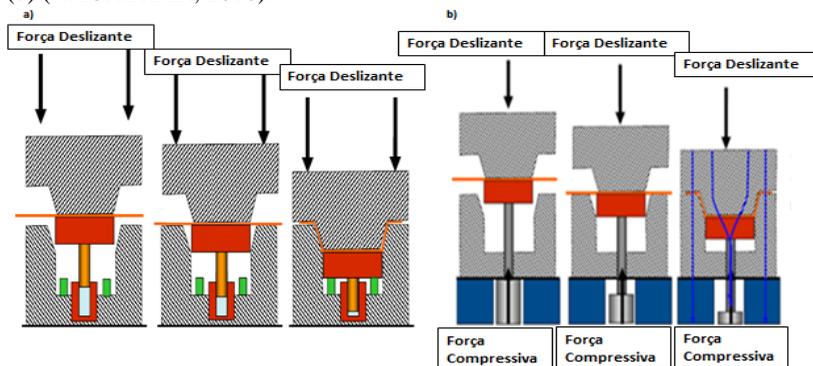
Figura 2.40 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente direta (a) e indireta (b) (KARBASIAN, 2010).



Quanto ao método de aplicação de forças de compressão necessária para deformação, existem dois processos mais comumente utilizados. No método dito como convencional, o processo de estampagem ocorre com aplicação dos esforços pelo ferramental somente em uma direção, apenas a parte superior do ferramental imprime pressão sobre o “blank”. O segundo método é denominado de estampagem a quente com Pressão Controlada (Pressure Controlled Hardening Process). Neste processo os esforços de compressão produzidos pela prensa ocorrem em duas direções, tanto a matriz superior como a matriz inferior imprimem pressão sobre o “blank”. Segundo Nagathan (2010), o processo com pressão controlada permite melhor controle de pressão da matriz no “blank”, proporcionando assim uma transferência de calor homogênea e com curtos tempos de

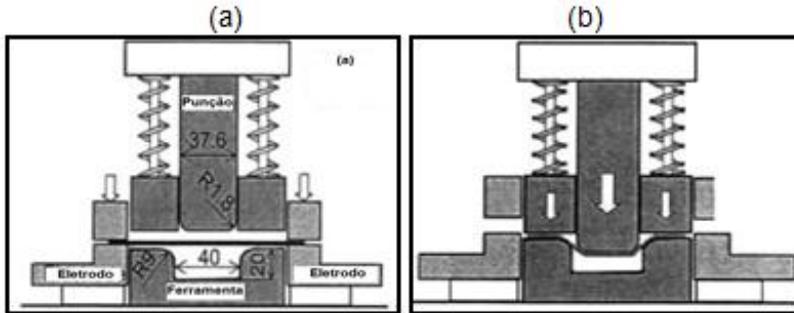
resfriamento. A figura 2.41 representa de forma esquemática a diferença dos dois processos citados, processo convencional (a) e processo com pressão controlada (b).

Figura 2.41 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente convencional (a) e Processo de estampagem a quente com pressão controlada (b) (NAGATHAN, 2010).



Naderi (2007) cita o desenvolvimento de um método de aquecimento de “blanks” diretamente sobre a matriz de conformação. O aquecimento é realizado pela passagem de corrente elétrica sobre o “blank” através de eletrodos conectados em suas bordas. O aquecimento ocorre por efeito Joule causado pela resistência do material a passagem da corrente elétrica entre os eletrodos. Este procedimento permite alcançar altas temperaturas no “blank” em um menor tempo quando comparado aos métodos de aquecimento convencionais. A figura 2.42 ilustra de forma esquemática o processo de estampagem a quente com aquecimento através de eletrodos. Outra vantagem deste processo é o processamento de materiais não revestidos. Pois, um menor tempo de aquecimento resultará em uma superfície mais limpa, com menor formação de óxidos. Porém foram apontadas algumas desvantagens neste processo, como a garantia de um aquecimento homogêneo ao longo do “blank”, principalmente para “blanks” com determinadas geometrias complexas.

Figura 2.42 - Representação esquemática do processo de estampagem a quente com aquecimento através de eletrodos (NADERI, 2007).

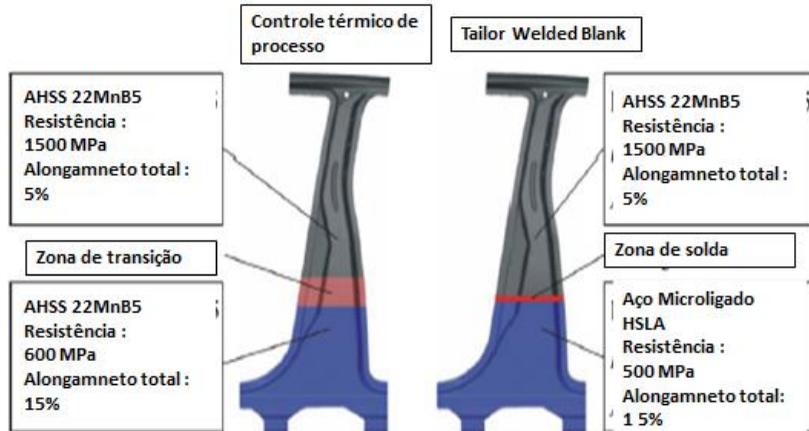


Os processos citados acima conduzem a obtenção de uma peça final constituída de uma microestrutura totalmente martensítica com elevada resistência mecânica e conseqüentemente um baixo valor de alongamento. Determinados componentes automotivos destinados a reforços estruturais em alguns casos apresentam a necessidade de um melhor comportamento ao impacto. Tal desempenho pode ser obtido através da criação de regiões distintas no componente que apresentam maior valor de alongamento.

A fabricação de peças estruturais contendo propriedades mecânicas distintas pode ser realizada através de diferentes métodos, os mais empregados baseiam-se nos controles de parâmetros térmicos de processo ou através da utilização de “blanks” soldados (Taylor Weld Blanks, TWB) (KARBASIAN, 2010).

A figura 2.43 apresenta um exemplo de uma peça estrutural automotiva, coluna B, contendo duas regiões com propriedades mecânicas distintas obtidas. A região superior da peça, representada pela cor cinza, apresenta uma excelente capacidade de resistência ao impacto. A região inferior, representada pela cor azul, apresenta uma alta capacidade de absorção energia.

Figura 2.43 - Coluna B produzida como TWB utilizando materiais de diferentes propriedades mecânicas (ERHARDT e BOKE, 2008).



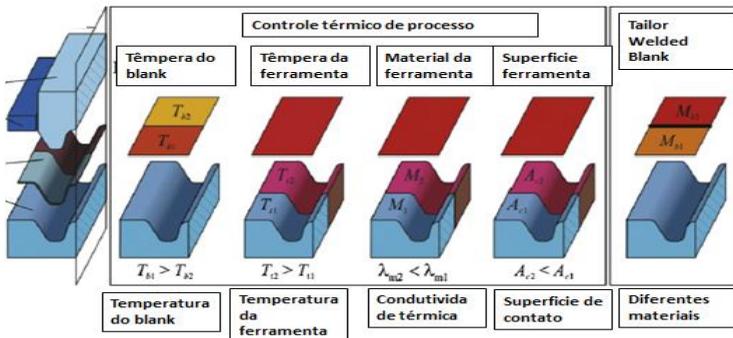
As modificações nos parâmetros térmicos para obtenção de peças com distintas propriedades mecânicas em determinadas regiões baseiam-se principalmente na redução da taxa de resfriamento localizado, ou aquecimento diferenciado, evitando assim uma microestrutura totalmente martensítica ou redução da temperatura de austenitização localizada, gerando uma austenitização incompleta e consequentemente reduzindo a proporção de martensita nesta região (STÖHR et al., 2009). Baseado nestes princípios, vários métodos industriais foram desenvolvidos ao longo dos anos, sendo alguns deles descritos, de forma sucinta, abaixo. A figura 2.44 representa de forma esquemática alguns destes métodos de obtenção de propriedade mecânicas distintas sobre uma mesma peça.

- ✓ **Diferença de Temperatura da ferramenta de conformação:** Neste processo a matriz de compressão é aquecida em uma determinada região reduzindo assim a transferência de calor entre a placa e a superfície da matriz. A taxa de resfriamento diferenciada aplicada nestas regiões conduzirá a obtenção de microestruturas diferenciadas sendo evidenciadas pela diferença de propriedades mecânicas.
- ✓ **Ferramentas compostas por materiais diferentes:** Durante o processo de confecção da ferramenta de conformação utiliza-se matriz composta por diferentes

materiais que apresentam características de condução térmica diferentes.

- ✓ **Espaçamento entre matriz e peça:** a transferência de calor durante o resfriamento será afetada pela condição de contato entre a peça e a ferramenta. Espaçamentos dimensionais (folgas) controladas entre a ferramenta e peça produzirão uma bolsa de ar que por consequência produzirá taxas de resfriamento diferenciados para regiões distintas da peça. George et al. (2009) afirmam que para determinadas folgas empregadas às taxas de resfriamento da peça podem ser reduzidas abaixo da taxa crítica de transformação martensítica. Porém, em peças com controle dimensional restrito, a presença de folgas pode reduzir a precisão dimensional.
- ✓ **Aquecimento dos “blanks”:** O aquecimento diferenciado pode ser realizado em regiões distintas do “blank” durante o processamento em um forno de austenitização. Deste modo é possível obter um “blank” com uma região composta 100% por austenita enquanto em outra região pode ter a presença de ferrita-perlita original.
- ✓ **Blanks soldados (Taylor Weld Blanks):** A peça será composta por dois materiais distintos soldados entre si antes do processo de austenitização. Devido à diferença de composição química entre os dois materiais utilizados ao final do processo de aquecimento e estampagem a quente podem apresentar propriedades mecânicas diferentes.

Figura 2.44 - Principais métodos industriais empregados para obtenção de peças estruturais compostas por regiões de diferentes propriedades mecânicas (ERHARDT e BOKE, 2008).



### 2.5.3 Efeito dos parâmetros de processo na transformação da martensita

Conforme comentado anteriormente, durante o processo de estampagem a quente, em sua fase inicial, ocorre o aquecimento dos “blanks” na região austenítica, sendo conformado e resfriado simultânea. Desta forma, para que se obtenha as propriedades mecânicas desejadas é importante que a extração de calor seja realizada de forma a garantir as transformações de fases em um menor tempo possível. Deste modo o controle sobre as taxas de resfriamento torna-se necessário no objetivo de obter uma microestrutura martensítica. A formação da martensita pode ser descrita como uma transformação no estado sólido, que ocorre por cisalhamento da estrutura cristalina da austenita durante o resfriamento acelerado.

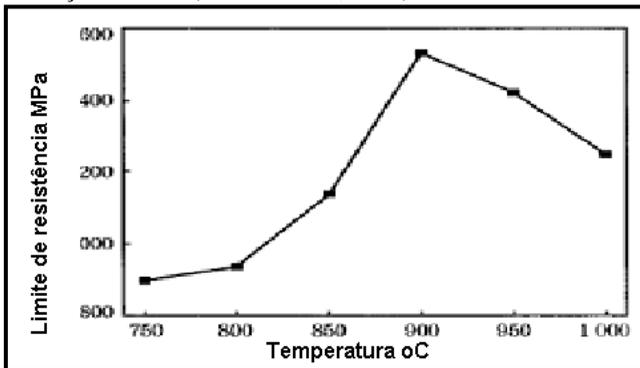
Silva (2007) e Reed-Hill (1982) afirmam que a formação da martensita ocorre através de deformações, sendo necessário uma quantidade de energia para iniciar este processo. Esta energia inicial é fornecida pela energia contida nas próprias discordâncias presentes na estrutura. Taxas de resfriamento mais elevadas promovem maiores tensões internas que favorecem a transformação martensítica, deste modo à transformação martensítica pode ser acelerada durante a conformação pelo fornecimento de energia plástica durante o resfriamento. Segundo os autores a cinética de transformação da austenita para martensita na estampagem a quente é determinada por três fatores principais:

- ✓ **Fatores Metalúrgicos:** Os fatores metalúrgicos estão relacionados às características intrínsecas do material, tais como composição química do aço. A presença de elementos de liga tendem a aumentar a temperabilidade do material através da modificação da temperatura de início e final de transformação martensítica ( $M_s$  e  $M_f$ ), bem como modificando a posição do cotovelo das curvas de resfriamento, levando assim a obtenção de uma microestrutura final essencialmente composta por martensita.
- ✓ **Fatores Térmicos:** Os fatores térmicos estão associados às condições de austenitização e resfriamento a que o “blank” será submetido durante o processo de estampagem. He et al (2010) ao estudar o aço 22MnB5 mostraram que o aumento da temperatura de austenitização promove a formação de

uma maior fração de martensita ao final do resfriamento, conduzindo a uma elevada resistência mecânica. Porém, verificou-se que para temperaturas de austenitização acima da temperatura de 950°C a resistência mecânica apresentava uma tendência de redução. Este efeito foi associado à formação de uma estrutura martensítica grosseira.

Chang et al (2011) estudaram o comportamento do aço 22MnB5 submetido à austenitização em diferentes temperaturas durante o tempo de 4 minutos seguido de têmpera em água, conforme representado na figura 2.45. Os autores determinaram que a temperatura de austenitização ideal para este aço foi de 880°C. Temperaturas inferiores a 880°C conduziram a obtenção de uma microestrutura formada por martensita e ferrita resultando em baixos valores de resistência. Por outro lado, para temperaturas acima de 880°C promoveu o crescimento do grão austenítico reduzindo a resistência do material. O tempo de austenitização é um parâmetro que também deve ser considerado, pois tempos excessivos tendem promover o crescimento do grão austenítico que ao serem submetidos ao resfriamento tendem a se transformar em ripas grosseiras de martensita resultando na redução da resistência mecânica.

Figura 2.45 - Efeito da temperatura de austenitização sobre a resistência mecânica do aço 22MnB5 (CHANG et al, 2011).



- ✓ **Fatores Mecânicos:** Os fatores mecânicos estão associados à deformação aplicada durante a conformação do “blank”. Gorni (2010) tem estudado o efeito da deformação a quente sobre as transformações de fase Austenita => Martensita relacionadas às propriedades mecânicas finais desejadas.

Em seus estudos em aços destinados a estampagem a quente ele afirma que a conformação mecânica realizada em temperaturas elevadas reduz a temperabilidade do aço devido à redução do tamanho de grão austenítico promovendo o encruamento da microestrutura. A austenita deformada tem a sua energia livre aumentada promovendo o aumento das taxas de nucleação e crescimento da ferrita. Desta forma, quanto maior o nível de deformação aplicada menor o tempo necessário para ocorrer à transformação  $\gamma \Rightarrow \alpha + \text{Perlita}$ .

Shi et al (2012) em estudos realizados com aços C-Mn ligados ao boro afirmaram que baixas taxas de deformação aplicadas em elevadas temperaturas promovem a formação de uma estrutura totalmente martensítica, no entanto para deformações entre 30 a 50% foram evidenciadas a formação de perlita/ferrita e bainita/ferrita. A formação destas fases foram induzidas pela deformação aplicada que ocasionou uma redução da fração de martensita e conseqüentemente na redução da resistência. Os autores afirmam que quando a austenita é deformada a elevada temperatura ocorre à introdução de elevado número de discordâncias, aumentando assim a energia armazenada que irá inibir a nucleação da martensita, deste modo resultará em uma diminuição da temperatura Ms que por consequência reduzirá a fração de martensita ao final do processo.

#### **2.5.4 Efeito do processo de austenitização nas transformações do Revestimento Al-Si**

Conforme citado nos parágrafos anteriores, a microestrutura do revestimento Al-Si é definida pelas reações que ocorrem durante o processo contínuo de imersão a quente, produzindo uma microestrutura composta por duas principais zonas conforme descrita no item 2.4. As reações promovem a formação de duas fases ricas em Si, a fase  $\Gamma 5$  e o eutético ternário. Durante o processo de austenitização a microestrutura do revestimento é controlada principalmente pela difusão do Al e do Fe na interface substrato/revestimento.

Para baixas temperaturas e tempos de austenitização, a microestrutura formada na zona 1 (figura 2.31) apresenta predominância das fases  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  e  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ , que apresentam baixa resistência à fratura, promovendo assim a iniciação e propagação de fissuras na microestrutura do revestimento. O aumento da temperatura e do tempo de austenitização conduz a uma maior difusão do Al para o substrato resultando na formação de fases mais dúcteis do tipo  $\text{AlFe}_3$ , evitando assim a formação de trincas sobre o revestimento. As propriedades

mecânicas dos compostos intermetálicos  $Al_xFe_y$  foram investigados por Köster et al. (1993) e Kobayashi et al. (2002), que observaram que os compostos intermetálicos  $Al_xFe_y$  ricos em alumínio dos tipos  $Al_{13}Fe_4$  e  $Al_5Fe_2$  exibem baixa tenacidade à fratura e elevada dureza (900-1150 HV) quando comparados aos demais compostos  $Al_xFe_y$  formados.

A influência de Si sobre a formação de fases intermetálicas na interface substrato / alumínio também tem sido investigado em diferentes trabalhos, Eggeler et al. (1986) mostraram que o silício quando presente na rede do  $Al_3Fe_2$  inibe o seu crescimento formando novas fases. Cheng et al. (2011) e Windmann et al. (20013 e 2014) afirmam que a presença de silício inibe a formação de  $Al_{13}Fe_4$  e promove o crescimento de fases mais dúcteis como  $Al_3Fe_2Si_y$ . Estes autores têm estudado a formação das fases Al-Fe-Si durante a aplicação do revestimento bem como as modificações e a formação de novas fases que ocorrem ao longo do processo de austenitização e estampagem a quente. A tabela 2.2 apresenta de forma resumida algumas das fases estudadas bem como a sua formulação proposta.

Tabela 2.2 - Descrição das fases binárias e ternárias presentes no revestimento Al-Si antes e após estampagem a quente.

Fase	Fórmula Estequiométrica
$\Theta$	$Al_3Fe$
$\Pi$	$Al_5Fe_2$
B1	$AlFe_3$ $Al_{13}Fe_4$
$\Upsilon 5$	$Al_{12}Fe_3Si_2$ $Al_{20}Fe_5Si_2$ $Al_{17}Fe_2Si$
$\Upsilon 6$	$Al_9Fe_2Si_2$ $Al_8Fe_2Si$
$\Upsilon 2$	$Al_2FeSi$
$\Upsilon 1$	$Al_{13}Fe_3Si_2$ $Al_{12}Fe_2Si$

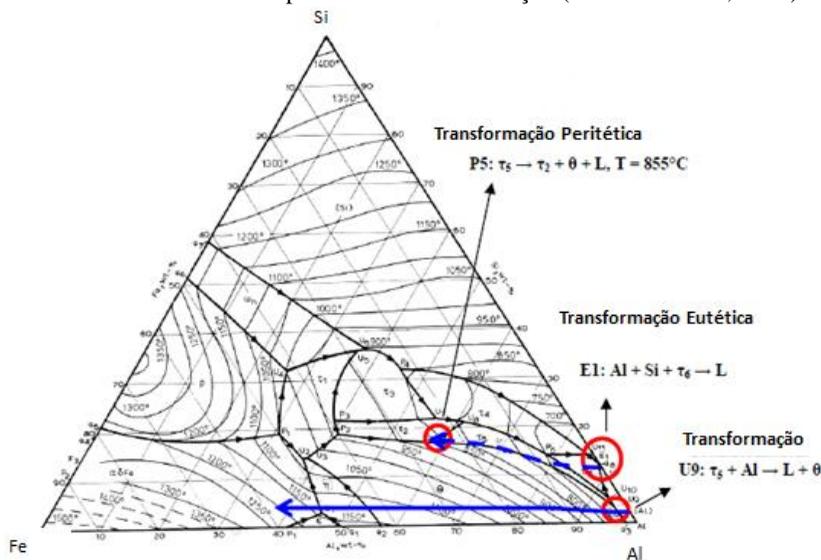
Grigorjeva (2011) descreve em seus estudos que as reações de transformações de fases na camada de revestimento durante o processo de austenitização assumem dois caminhos reacionais distintos no diagrama de fases ternário Al-Si-Fe:

- Áreas pobres em Si são representadas essencialmente pelas fases binárias Fe-Al onde o enriquecimento das fases pela difusão do ferro induz ao aumento do ponto de fusão.

Caminho de reação representado pela linha azul pontilhada na figura 2.46.

- As áreas compostas por fases ricas em Si crescem inicialmente por difusão no estado líquido. A existência destas fases ternária inicialmente ricas em Si se fundem em temperaturas inferiores a temperatura de austenitização (eutético ternário, T5) permitindo assim o enriquecimento local pelo Fe. O enriquecimento pelo Fe nestas fases irá ocorrer continuamente em temperaturas onde as fases ternárias  $\tau_5$ ,  $\tau_2$  e  $\tau_1$  ricas em Si encontram-se em equilíbrio com as fases binárias  $\text{FeAl}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , podendo deste modo ocorrer continuamente no estado sólido. Caminho de reação representado pela linha azul sólida na figura 2.46.

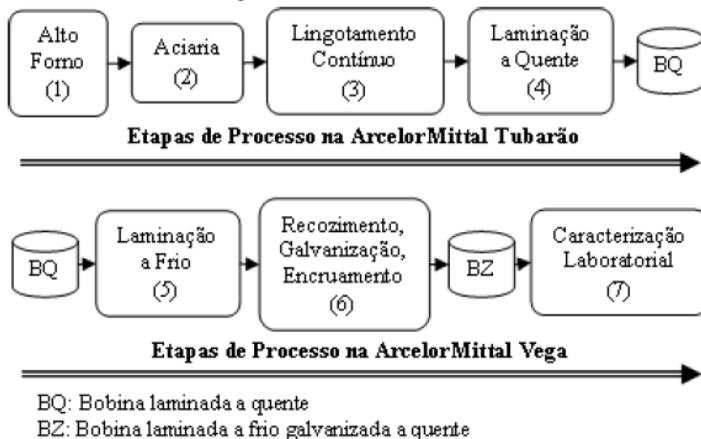
Figura 2.46 - Representação dos caminhos de reações do Al-Si em um diagrama ternário Al-Fe-Si durante o processo de austenitização (GRIGORIEVA, 2011).



### 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para a realização dos ensaios propostos neste trabalho foram utilizadas amostras do aço 22MnB5 produzidos pela ArcelorMittal. A rota metalúrgica empregada na fabricação deste aço é dividida em duas partes, a primeira referente à produção do aço até o processo de laminação a quente que é realizado na empresa AM Tubarão (localizada em Vitória ES) e a segunda parte que envolve os processos de laminação a frio, recozimento contínuo e galvanização realizados na AM Vega (localizada em São Francisco do Sul, SC). As etapas realizadas na ArcelorMittal Tubarão (Upstream) e ArcelorMittal Vega (Downstream) podem ser visualizados de forma esquemática na figura 3.1.

Figura 3.1 - Fluxo de Produção dos aços bifásicos nas plantas da ArcelorMittal Tubarão e ArcelorMittal Vega. (Drumond, 2012).



#### 3.1 MATERIAIS

Neste estudo foram avaliados os efeitos dos parâmetros de recozimento na produção de um aço 22MnB5 revestido com Al-Si destinado à estampagem quente. O aço empregado contém adição de elementos de liga como o B e Ti, conforme discutido no capítulo anterior, as concentrações dos elementos de liga são necessárias em função das propriedades mecânicas finais desejadas para este material. A composição química do aço estudado (22MnB5) é mostrada na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química do aço 22MnB5 utilizado neste trabalho (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	Al	Ti	P	B	Cr	V	Mo	N
%	0,240	1,800	0,276	0,050	0,038	0,019	0,005	0,190	0,003	0,002	0,002

### 3.2 CICLOS TÉRMICOS

Os aços bifásicos de alta resistência produzidos na linha de galvanização 2 da AM Vega são produzidos utilizando ciclos de recozimento intercrítico onde as temperaturas empregadas podem variar entre 750 e 830°C em função da composição química. Conforme discutido no capítulo anterior o processo de recozimento contínuo para a produção de aços bifásicos segue as seguintes etapas de processo: aquecimento até a temperatura intercrítica, encharque para permitir a nucleação e crescimento da austenita e resfriamento para transformar a austenita nas fases desejadas. A quantidade e a morfologia dos constituintes formados na microestrutura do aço dependem dos ciclos térmicos aplicados. Sendo a fração de ferrita primária e austenita formada dependentes da temperatura de aquecimento e encharque. A fração da ferrita/austenita em equilíbrio pode ser calculada aplicando a regra da alavanca no diagrama de fases no sistema Fe-C-M, onde M representa o efeito dos elementos de liga.

Para determinação das temperaturas a serem utilizadas nos ensaios de recozimento intercrítico foi necessário conhecer as temperaturas de transformação do material em estudo (Ac1 e Ac3). Para a determinação das temperaturas Ac1 e Ac3 foram realizadas ensaios dilatométricos e comparadas com as temperaturas calculadas, tendo como base equações existentes na literatura. As simulações por dilatometria foram realizadas em amostras obtidas em bobinas na condição de “Full Hard”, bobina somente como laminada a frio. As amostras foram cortadas em pequenos quadrados de aproximadamente 5 mm. Os ensaios foram realizados pelo laboratório de pesquisa da ArcelorMittal localizado na cidade de Maizières, França. O equipamento utilizado neste estudo foi um dilatômetro Bahrs DT 1000.

A temperatura de início da transformação martensítica (Ms) também foi obtida durante as simulações de resfriamento das amostras. Os valores de composição química apresentados anteriormente foram utilizados em cálculos das temperaturas de transformação através de das seguintes equações literárias:

⇒ Andrews (1965):

$$Ac1(Ar1)=723-10,7(\%Mn)-16,9(\%Ni)+29,1(\%Si)+16,9(\%Cr)+290(\%As)+6,38(\%W) \quad \text{Equação 3.1}$$

$$Ac3 \quad (Ar3)=910-203(\%Cl/2)-15,2(\%Ni)+44,7(\%Si)+104(\%V)+31,5(\%Mo)+13,1(\%W)-30(\%Mn)+11(\%Cr)+20(\%Cu)-700(\%P)-400(\%Al)-12(\%As)-400(Ti) \quad \text{Equação 3.2}$$

$$Ms = 539 - 423(\%Cm) - 30,4(\%Mn) - 17,7(\%Ni) - 12,1(\%Cr) - 7,5(\%Mo) \quad \text{Equação 3.3}$$

⇒ Stevens and Haynes

$$Ms = 561 - 474(\%Cm) - 33(\%Mn) - 17(\%Ni) - 17(\%Cr) - 21(\%Mo) \quad \text{Equação 3.4}$$

⇒ Sthulmann

$$Ms \text{ (}^\circ\text{C)} = 550-350(\%C) -40(\%Mn) -20(\%Cr) -10(\%Mo) -17(\%Ni) -8(\%W) -35(\%V) -10(\%Cu) +15(\%Co) +30(\%Al) \quad \text{Equação 3.5}$$

⇒ Honeycombe e Bhadeshia(1981)

$$Bs =830-270(\%C)-90(\%Mn)-37(\%Ni)-70(\%Cr)-83(\%Mo) \quad \text{Equação 3.6}$$

⇒ Li (1998)

$$Bs =637-58(\%C)-35(\%Mn)-15(\%Ni)-34(\%Cr)-41(\%Mo). \quad \text{Equação 3.7}$$

Outro ponto importante na definição dos ciclos térmicos a serem testados está baseado nas taxas de aquecimento e resfriamento da linha. As taxas de aquecimento e resfriamento possuem uma dependência com a velocidade de processo bem como do comprimento das zonas específicas sendo assim determinadas através de cálculos aproximados. A seguir são apresentadas as equações para o cálculo das taxas de aquecimento (TA) e resfriamento (TR) e os tempos de encharque (tEn) e equalização (tEq):

⇒ Taxa de aquecimento

$$TA \text{ (}^\circ\text{C/s)} = \frac{(TE - 30^\circ\text{C}) * V}{CA} \quad \text{Equação 3.8}$$

CA

Onde TE : Temperatura de equalização (°C), CA: Comprimento da zona de aquecimento (m) e V : Velocidade de processo (m/min)

⇒ Taxa de resfriamento

$$TR \text{ (}^\circ\text{C/s)} = \frac{(TE - 460^\circ\text{C}) * V}{CR} \quad \text{Equação 3.9}$$

Onde TE : Temperatura de equalização (°C), CR: Comprimento da zona de resfriamento (m) e V : Velocidade de processo (m/min)

⇒ Tempo de Encharque

$$t_{En} \text{ (s)} = \frac{C_{En}}{V} \quad \text{Equação 3.10}$$

Onde CEn : comprimento da zona de Encharque (m)

⇒ Tempo de Encharque

$$t_{Eq} \text{ (s)} = \frac{C_{Eq}}{V} \quad \text{Equação 3.11}$$

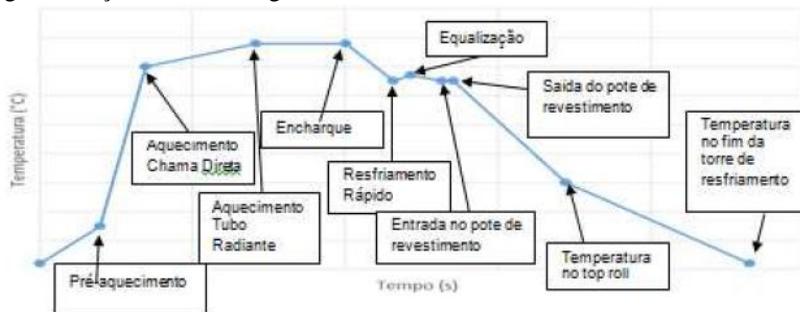
Onde CEn : comprimento da zona de Equalização (m)

O comprimento das principais zonas do forno de recozimento da linha 2 é apresentado na tabela 3.2. A figura 3.2 representa os principais pontos da linha 2 onde a temperatura é monitorada por meio de pirometria ótica.

Tabela 3.2 - Comprimentos das zonas térmicas da Linha de galvanização 2 da AM Vega.

Zonas	Comprimento aproximado (m)
Pré-aquecimento	20
Aquecimento chama direta	15
Aquecimento tubo radiante	36
Encharque	30
Resfriamento Rápido	15,4
Equalização	5,95
Tromba	10
Pote revestimento	4
Torre de resfriamento (até o top roll)	37
Torre de resfriamento (até tanque de resfriamento à água)	45

Figura 3.2 - Descrição das etapas do ciclo térmico utilizado na linha de galvanização 2 da AM Vega.



### 3.2.1 Efeito da Temperatura de recozimento

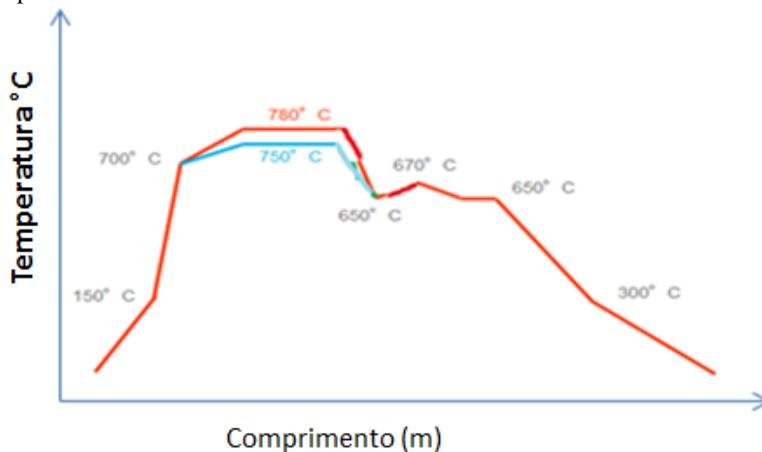
Para análise do efeito da temperatura de recozimento intercrítico nas propriedades mecânicas e microestruturais do aço 22MnB5 foi estipulado o uso de duas temperaturas, 750 e 780°C respectivamente. A velocidade de processo na qual a bobina percorre toda a linha de galvanização foi mantida a uma velocidade constante de 100 m/min. Os testes foram realizados tanto em laboratório por dilatomia quanto em escala industrial, conforme resumido na tabela 3.3. Utilizando o comprimento das seções da linha de galvanização e a velocidade de processo foi possível determinar o tempo de permanência em cada zona a ser simulado nos ensaios por dilatomia.

A figura 3.3 representa de forma esquemática o ciclo térmico empregado, sendo o eixo das abcissas indicando o comprimento da linha de galvanização e as ordenadas indicando a temperatura em °C. As temperaturas analisadas estão representadas pelas linhas nas cores vermelha (temperatura de 780°C) e azul (temperatura de 750°C).

Tabela 3.3 - Parâmetros de processo para avaliação do efeito da temperatura de recozimento de (simulação laboratorial e testes industriais).

Testes por Dilatomia		Testes Industriais	
Temperatura °C	Velocidade de processamento m/min	Temperatura °C	Velocidade de processamento m/min
750	100	750	100
780	100	780	100

Figura 3.3 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento para as temperaturas de 750 e 780°C.



### 3.2.2 Efeito da Velocidade de processo

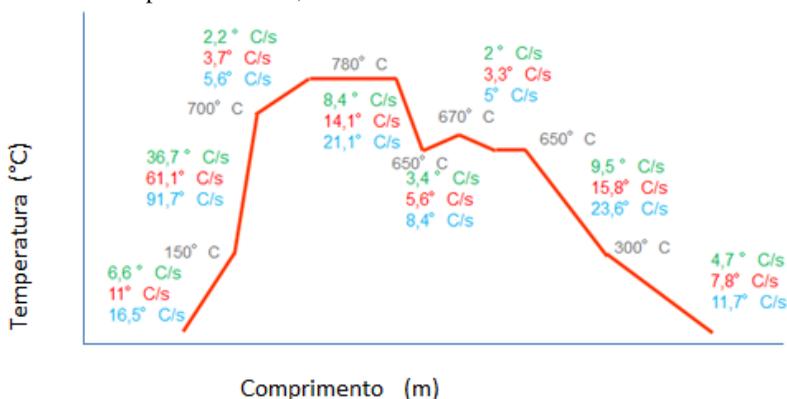
A velocidade de processo pode ser definida como sendo a velocidade na qual a bobina percorre toda a extensão da linha de galvanização durante um determinado tempo. A velocidade de processo máxima visada para uma produtividade adequada é limitada pela capacidade de aquecimento do forno de recozimento. Com o objetivo de avaliar a velocidade de processo adequada para garantir as propriedades desejadas e ao mesmo tempo uma maior produtividade, foi fixado a temperatura de recozimento de 780°C e variou-se a velocidade, 60, 100 e 150 m/mim, conforme tabela 3.4.

Baseado nas velocidades simuladas, temperaturas e comprimento das zonas do forno de galvanização foi possível determinar as taxas de aquecimento e resfriamento na qual as amostras foram submetidas. Na figura 3.4 é possível visualizar os valores das taxas de aquecimento e resfriamento durante o ciclo de recozimento para as três velocidades de 60, 100 e 150m/min representadas pelas cores azul, vermelha e verde respectivamente.

Tabela 3.4 - Parâmetros de processo para avaliação do efeito da velocidade (simulação laboratorial e testes industriais).

Testes por Dilatometria		Testes Industriais	
Temperatura °C	Velocidade de processamento m/min	Temperatura °C	Velocidade de processamento m/min
780	60	780	60
	100		100
	150		150

Figura 3.4 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento para as velocidades de processo de 60, 100 e 150m/min.



### 3.2.3 Efeito do perfil de resfriamento

Baseado nas limitações de comprimento da torre de resfriamento da linha 2 de galvanização da AMV e em estudos mencionados em capítulos anteriores, simulações foram realizadas tendo como base a utilização de um resfriamento forçado no início da zona de resfriamento por meio de ventiladores sendo o resfriamento nas demais zonas desligados. Tal modificação no perfil de resfriamento, “resfriamento curto”, tende a aumentar o comprimento da zona de equalização. Neste processo os demais ventiladores que compõe a zona de resfriamento são desligados, sendo o calor latente de transformação suficiente para garantir que a tira metálica entre no pote de resfriamento na temperatura ideal de processo.

As simulações foram realizadas utilizando como base a velocidade de 100m/min, onde foi comparado o efeito das temperaturas de recozimento intercrítico de 750 e 780°C em um ciclo de resfriamento

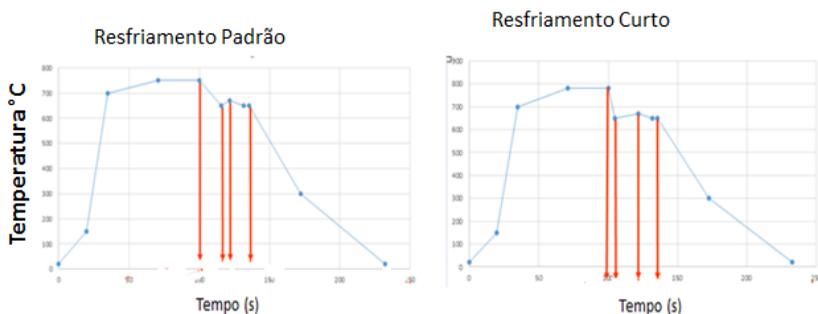
padrão e “novo” perfil de resfriamento, conforme tabela 3.6. Na nova condição de resfriamento testada à zona de resfriamento rápido passa a ser considerada com apenas 4,40 metros e a zona de equalização passa a possuir aproximadamente 16,95 metros. Diferente da configuração padrão que tem-se uma zona de resfriamento de 15,40 metros e equalização com 5,95 metros.

A figura 3.5 representa de forma esquemática o perfil térmico da linha de galvanização 2 da AMV considerando os dois perfis de resfriamento analisados. As setas em vermelho indicam as posições do ciclo térmico onde as amostras foram submetidas a um resfriamento rápido em água nas simulações por dilatometria.

Tabela 3.5 - Parâmetros de processo para avaliação do perfil térmico de resfriamento (simulação laboratorial e testes industriais).

Perfil Térmico	Testes por Dilatometria		Testes Industriais	
	Temperatura °C	Velocidade m/min	Temperatura °C	Velocidade m/min
Perfil Padrão	750	100	750	100
	780	100	780	100
Perfil Curto	750	100	750	100
	780	100	780	100

Figura 3.5 - Representação esquemática comparativa entre os perfis térmicos de resfriamento analisados



### 3.2.4 Efeito dos parâmetros de processo na formação da camada de revestimento

Conforme mencionado nos capítulos anteriores, para evitar a oxidação superficial nas chapas de aço durante o processo de aquecimento dos blanks no processo de estampagem a quente, uma camada protetora de revestimento Al-Si é comumente depositada. O efeito protetor deste revestimento é atribuído à formação de uma camada

fina de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Durante o processo de deposição do revestimento por meio de imersão ocorrem difusões na interface entre o substrato de aço e o revestimento de Al-Si, resultando na formação das fases Intermetálicas  $\text{AlxFe}_y$  que são fortemente influenciados pela composição química do banho metálico e da taxa de resfriamento empregada.

De acordo com a figura 3.4, para diferentes velocidades de processo testadas existem diferentes taxas de aquecimento e resfriamento na qual o aço esta submetido. A fim de avaliar a possível influência dos parâmetros de processo simulados na formação da camada de revestimento, principalmente na formação da camada intermetálica e da camada T5, foram obtidas amostras em todos os diferentes testes industriais realizados.

As amostras foram analisadas inicialmente por microscopia ótica, a fim de avaliar possíveis defeitos na formação das camadas de revestimento associados pelos parâmetros de processo testados.

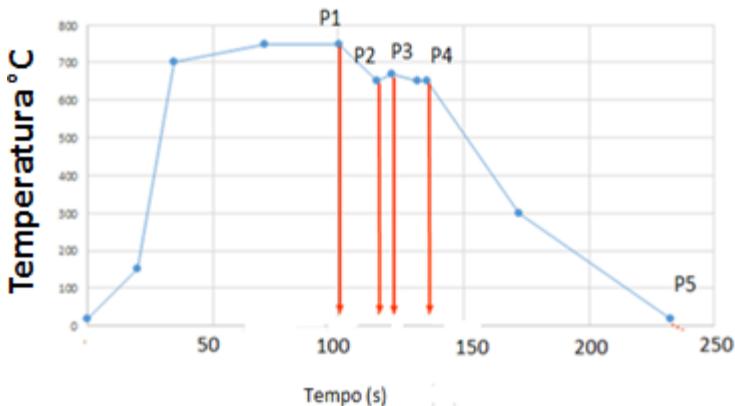
Após análises iniciais, as mostras foram submetidas a aquecimento na temperatura de  $900^\circ\text{C}$  em um forno mufla um tempo de encharque de 7 minutos, sendo resfriadas rapidamente em água. Os parâmetros utilizados neste teste referem-se aos parâmetros de processo utilizados em fornos de aquecimento e austenitização em estampagem a quente. Deste modo foi possível analisar a influência dos parâmetros de processo de recozimento contínuo, testados anteriormente, no crescimento da camada T5 durante a etapa de aquecimento e austenitização em estampagem a quente.

### 3.2.5 Caracterizações

#### - Caracterizações em amostras de Simulação por dilatométrica:

Para este estudo foram realizados ensaios mecânicos e metalográficos em cinco pontos definidos ao longo do ciclo de recozimento analisado sendo resfriadas em água, conforme representado de forma esquemática na figura 3.6 através das setas vermelhas de resfriamento.

Figura 3.6 - Representação esquemática do ciclo térmico de recozimento destacando os cinco pontos de amostragem por dilatometria.



Após o tratamento térmico, as amostras foram caracterizadas com relação às propriedades mecânicas através do ensaio de microdureza Vickers em um microdurômetro eletromecânico da marca Buehler Micromet 2100, com identador piramidal utilizando uma carga de 1Kg. Para cada amostra obtida foram realizadas cinco medições de microdureza, sendo considerado para análises comparativas e representado nas tabelas seguintes apenas o valor médio.

Da mesma forma, para cada etapa definida foram realizadas análises metalográficas por microscopia ótica e eletrônica de varredura. As amostras foram atacadas pelo reagente químico LePera para determinar a fração volumétrica de martensita. Desta forma foi possível estimar a porcentagem de austenita presente em cada etapa do ciclo térmico e consequentemente entender a sua transformação ao longo de todo o ciclo. Para caracterização microestrutural foi utilizado um microscópio ótico Zeiss AXIO (MO) e um microscópio eletrônico de varredura JEOL 6360 (MEV).

#### - Caracterizações em amostras de Testes industriais:

As amostras industriais foram coletadas somente após o recozimento completo e aplicação do revestimento Al-Si representado pelo ponto 5 na figura 3.6. O processo de amostragem foi realizado em três posições ao longo do comprimento da bobina, início ( Início), Meio e final (Final). Para as amostras obtidas, as regiões de borda de bobina (extremidades ao longo da largura) foram desconsideradas por tratar-se de regiões com possíveis heterogeneidades devido à utilização chama

direta nas primeiras zonas de aquecimento. Esta amostragem teve como objetivo avaliar o efeito dos parâmetros simulados na homogeneidade dos resultados (mecânicos/microestruturais) ao longo de toda a bobina.

As análises de microdureza e metalografia foram realizadas seguindo o mesmo procedimento adotado para dilatométrica. Sendo realizadas nas três posições amostradas e comparadas entre si através de tratamento estatístico utilizando método de comparação de médias com o software estatístico Minitab, adotando uma confiabilidade de 95%. Da mesma forma os valores obtidos na produção industrial (ponto 5) foram comparados aos valores obtidos por dilatométrica.

Análises de tração uniaxial foram realizadas para avaliar o efeito dos parâmetros de processo simulados e avaliação da homogeneidade ao longo da bobina. Foram avaliados os Limites de escoamento (LE) e de Resistência (LR) e Alongamento total (ALT). Os resultados encontrados foram comparados de forma estatística utilizando o mesmo método apresentado para os cálculos dos valores de microdureza. As análises de tração foram realizadas em uma máquina Universal Instron 5585 com carga máxima de 100KN, seguindo o padrão da norma DIN-EM 10002 no sentido longitudinal à direção de laminação em temperatura ambiente.

Para avaliação do efeito dos parâmetros de processo na formação da camada de revestimento Al-Si, as amostras foram coletadas de forma similar ao processo descrito anteriormente. As análises foram conduzidas por meio de microscopia ótica utilizando microscópio ótico Zeiss modelo Imager A1. As amostras foram preparadas segundo norma ASTM B487, sendo submetidas após lixamento ao polimento por pasta de diamante em granulometrias de 1 e 0,3 microns. Utilizou-se ataque químico de Nital 4% em um tempo de 6 segundos de imersão. Analisou-se a seção transversal do revestimento em cinco campos diferentes na mesma amostra, sendo considerada a média dos resultados encontrados.

As imagens foram adquiridas e tratadas através do sistema Axion Vision SE64 que é diretamente acoplado ao microscópio ótico. Em análises mais detalhadas, as amostras foram submetidas a uma limpeza eletrolítica por ultrassom em acetona P.A com grau de pureza de 99,8%. As análises foram realizadas através de microscopia eletrônica de varredura, sendo as análises químicas quantitativas realizadas por MEV/EDS (Microscópio Eletrônico de Varredura com Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios X) e por GDOS (Espectrometria de emissão óptica de descarga luminescente - Glow Discharge Optical Spectrometry).

As análises químicas da camada de revestimento foram realizadas por via úmida utilizando um espectrômetro de plasma –ICP (Inductely Coupled Plasma). O revestimento metálico foi removido através de uma solução decapante composta por ácido clorídrico e inibidor (evitar ataque químico ao ferro do substrato) a uma temperatura de 50°C.

A solução resultante foi aquecida até que o seu volume fosse reduzido para 50 ml, sendo em seguida adicionado 2 ml de ácido fluorídrico e 6 ml de ácido nítrico para completa solubilização da amostra. Após estas etapas, foram adicionados 2,0 gramas de ácido bórico para complexar o ácido fluorídrico residual. Adicionou-se água desmineralizada para completar um volume final de solução de 200 ml, sendo a solução final submetida à análise propriamente dita. Desta forma foi possível quantificar o teor total de Al, Si e Fe presentes na camada do revestimento nas amostras estudadas. As análises foram realizadas em triplicata sendo apresentado neste trabalho apenas o valor médio calculado.

Para avaliar o efeito da temperatura na difusão dos elementos Fe-Al-Si e o crescimento da camada intermetálica foram realizadas análises metalográficas segundo a norma ASTM B487 e procedimentos de preparação, limpeza e ataque conforme descrito anteriormente. Analisou-se a seção transversal do revestimento em cinco campos diferentes sobre a mesma amostra, sendo considerada a média dos resultados.



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados de simulação realizados em laboratório em amostras do aço 22MnB5 submetidos aos diferentes parâmetros de recozimento apresentados anteriormente. Na sequência serão apresentados os resultados dos testes industriais realizados na AM Vega bem como os resultados comparativos entre simulação e testes industriais.

### 4.1 EFEITO DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO

Os valores das temperaturas de transformação de fases obtidos por cálculos através das equações descritas no capítulo anterior (equações 3.1 a 3.7) mostram-se próximos aos valores reais obtidos por dilatometria. As principais divergências de resultados podem ser explicadas pela ausência de alguns elementos de liga presentes na composição química do aço utilizado e que não são considerados nas formulas empregadas. Os valores das temperaturas de transformação calculadas e obtidas através de ensaios de dilatometria podem ser visualizados na tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Valores das temperaturas de transformação calculadas e obtidas através de ensaios de dilatometria.

	<b>Equação</b>	<b>Temperatura calculada (°C)</b>	<b>Temperatura por Dilatometria (°C)</b>
Ac1 (°C)	Andrews – 3.1	722	735
Ac3 (°C)	Andrews - 3.2	834	855
Ms (°C)	Andrews - 3.3	399	400
Ms (°C)	Stevens – 3.4	405	400
Ms (°C)	Stuhlmann – 3.5	416	400
BS (°C)	Honeycombe – 3.6	645	-
BS (°C)	Li – 3.7	575	-

Para análise da influência da temperatura intercrítica sobre as propriedades mecânicas e microestruturais do aço 22MnB5 foram utilizadas as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C e uma velocidade fixa de processo de 100 m/min, conforme apresentado na figura 3.3.

Através das equações 3.8, 3.9, 3.10 e 3.11 e as dimensões da linha de galvanização 2 da AM Vega apresentados anteriormente, foi possível determinar os valores das taxas de aquecimento e resfriamento

nas diferentes zonas do forno de recozimento para as duas temperaturas analisadas, conforme apresentado na tabela 4.2.

Observa-se que para uma temperatura de recozimento de  $750^{\circ}\text{C}$  a taxa de resfriamento aplicada entre as zonas de encharque e resfriamento rápido foi de  $10,8^{\circ}\text{C/s}$ . Ao se elevar a temperatura de recozimento para  $780^{\circ}\text{C}$  a nova taxa de resfriamento sofreu um acréscimo para  $14,1^{\circ}\text{C/s}$ . As taxas de resfriamento calculadas a partir da zona de equalização não mais dependem da temperatura de recozimento, pois as temperaturas seguintes são determinadas em função da temperatura do banho de revestimento. Porém as taxas de resfriamento serão fortemente influenciadas pela variação da velocidade de processo.

A velocidade de processo foi fixada em  $100\text{ m/min}$  o tempo de permanência das amostras na zona de encharque foi o mesmo para ambas as temperaturas simuladas, aproximadamente  $17,8$  segundos.

Tabela 4.2 - Taxas de aquecimento/resfriamento calculadas para as diferentes zonas do forno de galvanização 2 da AMV para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°.

Zonas	Comprimento aproximado (m)	Temperatura no final da zona (°C)	Taxa de aquecimento (°C/s)	Taxa de resfriamento (°C/s)	Temperatura no final da zona (°C)	Taxa de aquecimento (°C/s)	Taxa de resfriamento (°C/s)
Pré-aquecimento	20	150	11,0	-	150	11,00	-
Aquecimento chama direta	15	700	61,1	-	700	61,10	-
Aquecimento tubo radiante	36	<b>750</b>	2,3	-	<b>780</b>	3,70	-
Encharque	30	<b>750</b>	-	-	<b>780</b>	-	-
Resfriamento Rápido	15,4	650	-	<b>10,8</b>	650	-	<b>14,10</b>
Equalização	5,95	670	5,6	-	670	5,60	
Snout	10	650	-	<b>3,3</b>	650	-	<b>3,30</b>
Pote revestimento	4	650	-	-	650	-	-
Torre de resfriamento (até o top roll)	37	300	-	<b>15,8</b>	300	--	<b>15,80</b>
Torre de resfriamento (até tanque de resfriamento à água)	45	90	-	<b>7,8</b>	90	-	<b>7,80</b>

Utilizando-se os valores calculados na tabela 4.2, as amostras foram submetidas à simulação de tratamento térmico com temperatura intermediária por dilatométrica. Para cada ponto analisado, conforme figura 3.6, foram realizados cinco medições de microdureza Vickers (HV1). Os valores médios de microdureza ( $\mu$  Dureza) e o desvio padrão ( $\sigma\mu$ Dureza ) encontrados estão indicados na tabela 4.3. Da mesma forma, para cada ponto analisado foram realizadas análises metalográficas por microscopia ótica e ataque químico LePera para determinar a fração volumétrica de martensita. Os valores da fração de austenita através da fração de martensita e o desvio padrão ( $\sigma$ austenita) medidos estão apresentados também na tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita em amostras tratadas por têmpera interrompida por dilatometria.

Pontos Analisados	Temp. °C	750°C - 100m/min				780°C - 100m/min			
		$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{\text{austenita}}$	$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{\text{austenita}}$
<b>Encharque (P1)</b>	750 /780	245,8	3,60	22,5	3,50	316,0	4,30	60,3	2,50
<b>Resfriamento Rápido (P2)</b>	650	237,6	3,40	19,7	2,20	279,2	3,20	37,4	4,20
<b>Início Zona Equalização (P3)</b>	670	226,8	1,50	9,1	1,90	246,6	2,60	29,6	3,60
<b>Pote Revestimento (P4)</b>	660	212,8	2,50	2,2	0,70	216,8	2,00	13,0	1,90
<b>Ciclo completo (P5)</b>	40	192,4	0,90	0	0,0	198,2	2,90	0	0,0

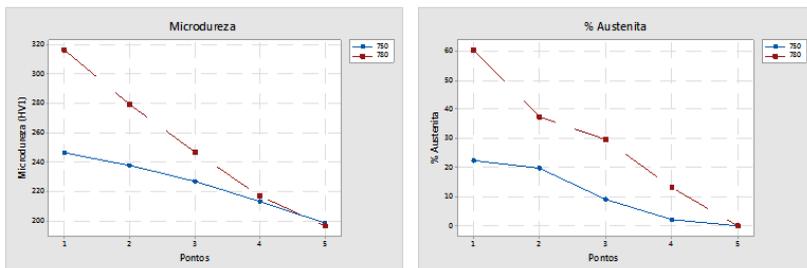
Análises realizadas no primeiro ponto, após as zonas de aquecimento e encharque (Ponto1), mostraram que na temperatura de 750°C ocorreu à transformação de aproximadamente 22,5% da matriz inicial em austenita. Um acréscimo de 30°C na temperatura de recozimento, 780°C, resultou no acréscimo da fração de austenita de 60,3 %.

Conforme Mohanty et al. (2011) temperaturas mais elevadas proporcionam a maior fração de austenita, sendo a formação da austenita governada pelo processo de transformação difusional que ocorre por nucleação e crescimento. Conseqüentemente o valor de microdureza encontrado para a temperatura de recozimento de 780°C foi aproximadamente 70HV<sub>1</sub> superior ao valor encontrado para 750°C (316,0 e 245,8 HV respectivamente). Os valores de microdureza e fração de austenita para os cinco pontos simulados em função das temperaturas de recozimento analisadas estão representados de forma gráfica na figura 4.1.

Ao se analisar o Ponto 2 (zona de resfriamento rápido) observou-se que as amostras recozidas a temperatura de 750°C apresentaram um diminuição em 12% da sua fração de austenita (martensita) inicial. Na temperatura intercrítica de 780°C, a fração de austenita (martensita) encontrada no Ponto 2 foi cerca de 40% menor que a sua fração inicial. A maior diferença encontrada para a temperatura de 780°C pode ser atribuída ao somatório dos efeitos temperatura de recozimento e taxa de resfriamento que as amostras foram submetidas (entre os a pontos P1 e P2).

As variações de microdureza ao longo dos pontos analisados são diretamente relacionadas com a fração de austenita presente. O possível efeito da recristalização e tamanho de grão após o encharque, bem como efeito dos carbonetos presentes não foram avaliados neste trabalho.

Figura 4.1 - Microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas por dilatometria para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C.



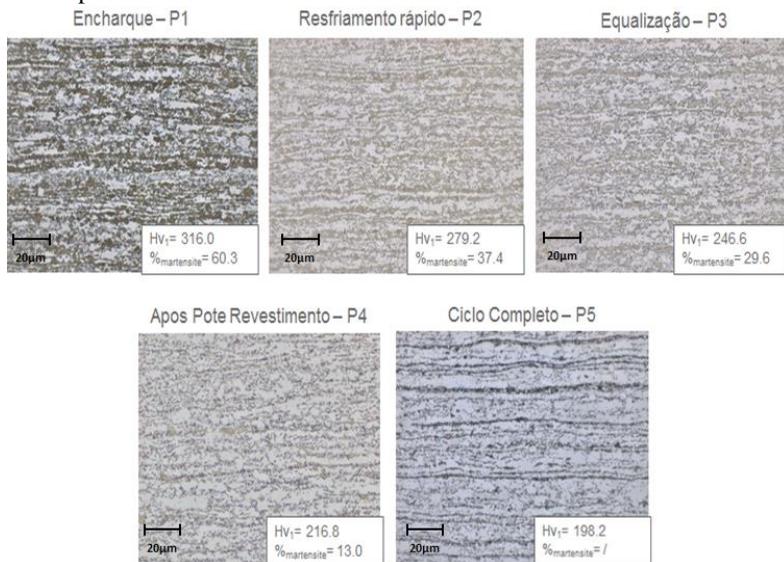
A partir dos pontos P4 e P5, região representada pela saída da tira metálica do banho de revestimento até o final da descida da torre de resfriamento, a diferença entre os valores de microdureza encontrados para as temperaturas de recozimento analisadas passa a ter uma menor significância. Ao final do processo, ponto P5, os valores de microdureza são relativamente similares para as duas temperaturas simuladas.

A similaridade de resultados de microdureza encontrados pode ser explicada pela ausência de constituintes microestruturais de maior resistência mecânica (martensita, bainita). Pois ao final do processo o material passa a ser constituído somente por ferrita e perlita. As microestruturas nos pontos P1 à P5 podem ser visualizadas na figura 4.2 para temperatura de 750°C e na figura 4.3 para temperatura de 780°C. As microestruturas referentes somente ao ponto P5 destaca-se a ausência de martensita após o ciclo completo de recozimento.

Figura 4.2 - Análise metalográfica das amostras simuladas por dilatometria com temperatura de recozimento de 750°C.



Figura 4.3 - Análise metalográfica das amostras simuladas por dilatometria com temperatura de recozimento de 780°C.



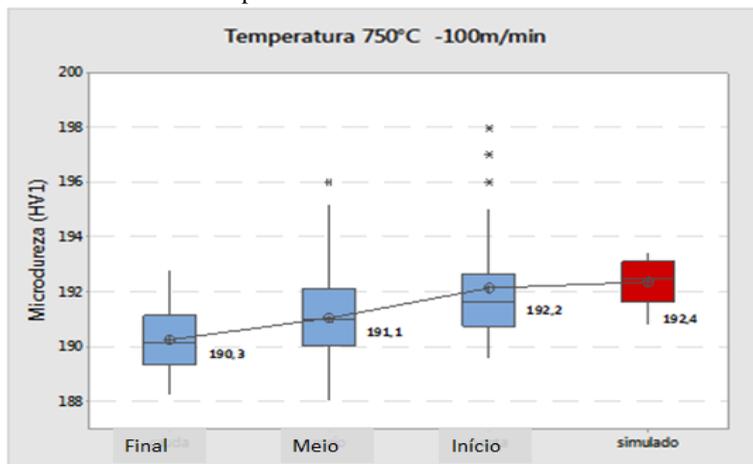
#### 4.1.1 Análises comparativas entre simulação e Teste industrial

##### A - Análises de Microdureza

Os resultados obtidos por simulação para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C mostram que ao final do ciclo de recozimento a microestrutura final obtida é composta somente por ferrita e perlita. As análises anteriores apresentaram a existência de uma diferença na fração de austenita formada para diferentes etapas simuladas, que são diretamente relacionadas à temperatura de recozimento empregada. Porém ao final do processo simulado, os valores de microdureza encontrados mostraram-se de certa forma similares.

Conforme descrito no capítulo anterior, para cada bobina produzida foram retiradas três amostras ao longo do comprimento, nas posições de Início, Meio e Final da bobina. Em cada posição foram retiradas 3 amostras para análise de microdureza, sendo que cada amostra foi submetida a análise em cinco pontos diferentes. Os valores médios de microdureza encontrados em cada posição analisada encontram-se representados de forma gráfica na figura 4.4, bem como o valor médio encontrado por simulação para o ponto 5 (Ciclo completo).

Figura 4.4 - Valores médios de microdureza em amostras industriais e simuladas recozidas a temperatura de 750°C.



Para validar os resultados experimentais simulados com os resultados industriais, foi empregado o método estatístico baseado na comparação das médias. Para análise entre as posições ao longo da bobina adotou-se o teste de diferença entre médias populacionais para dados pareados. As variâncias foram analisadas e constatou-se que existe uma diferentes entre si, desta forma assumiu-se nas análises estatísticas a não igualdade de variância, adotando-se o teste ANOVA, onde as seguintes hipóteses foram abordadas:

Ho: Todas as médias são iguais => Ho:  $\mu$  Início =  $\mu$  meio =  $\mu$  Final

H1: pelo menos uma das médias é diferente

Adotou-se um intervalo de confiança de 95%, conduzindo assim, através dos métodos estáticos empregados a avaliação dos valores calculados para o fator P-value (valor-P). Para que a hipótese Ho seja validada é necessário que o valor-P calculado seja superior a 0,05 (fator de significância).

De acordo com os resultados obtidos através do Minitab, representados na tabela 4.4, a hipótese Ho pode ser considerada nula. Deste modo pode-se afirmar que pelo menos um grupo de valores das médias de microdureza encontrados em uma das três posições analisadas é diferente das demais. De forma complementar, foram realizadas análises estatísticas comparativas somente entre duas medias. Adotou-se como nova hipótese chave que as médias de duas posições distintas

seriam iguais e conseqüentemente a hipótese alternativa afirma que as médias são diferentes. Os resultados encontrados estão representados na tabela 4.4.

Para todas as hipóteses testadas foi comprovado que a média dos resultados apresentados na posição Início é diferente para a posição Final. Os valores obtidos na posição Meio podem ser considerados semelhantes aos encontrados nas posições Início e Final de bobina. A diferença de valores entre a posição Início e Final pode estar, de certa forma, relacionada ao processo de laminação a quente, onde perfis térmicos de resfriamento diferenciados podem ocorrer entre o início e final da bobina.

Tabela 4.4 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a temperatura de 750°C.

<b>Análise ANOVA – Temperatura 750°C - Microdureza</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>Início</b>	192,13	2,350	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,000
<b>Meio</b>	191,05	1,063	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Meio	0,042
<b>Final</b>	190,25	1,386	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Final	0,000
			Ho: $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,051

Ao comparar os resultados médios industriais em cada posição e os resultados médios obtidos através de simulação, constatou-se a existência de similaridade entre as posições Início e Meio da bobina com os valores simulados. Conforme pode ser verificado pelo valor-P calculado apresentado na tabela 4.5.

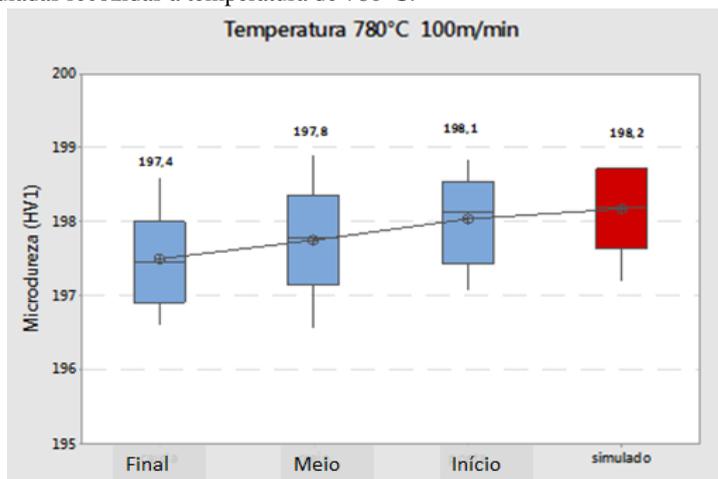
Tabela 4.5 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final e valores simulados para a temperatura de recozimento de 750°C.

<b>Análise ANOVA – Temperatura 750°C - Microdureza</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	192,13	2,35	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,799
<b>Meio</b>	191,05	1,06	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,128
<b>Final</b>	190,25	1,38	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,001
<b>Simulado</b>	192,38	2,90		

Da mesma forma, as análises comparativas foram realizadas para a temperatura de recozimento de 780°C. Os valores médios mensurados no teste industrial foram ligeiramente inferiores aos valores médios

encontrados em simulação, representado pelo ponto em vermelho na figura 4.5.

Figura 4.5 - Valores médios de microdureza em amostras industriais e simuladas recozidas a temperatura de 780°C.



Utilizando os mesmos métodos e hipóteses descritos anteriormente, analisou-se a relação de similaridade das médias obtidas em cada posição analisada, bem como um comparativo entre a média simulada por dilatometria. Os resultados encontrados pelos cálculos estatísticos estão apresentados nas tabelas 4.6 e 4.7. Conforme os resultados calculados, não existe uma igualdade entre as médias encontradas nas três posições analisadas e o resultado encontrado por dilatometria. O mesmo se aplica para relação de igualdade entre as posições Início x Meio e Início x Final, neste caso o valor de significância encontrado, valor-p, foi inferior a 0,05. Deste modo pode-se afirmar que apenas os resultados obtidos nas posições Meio e Final apresentaram igualdade, confirmando a hipótese chave.

Para comparações entre os resultados encontrados industrialmente com os valores de simulação, a hipótese de igualdade entre as médias é obedecida apenas para as posições Início e Meio. Para a posição Final a hipótese de igualdade entre as médias deve ser rejeitada, pois o valor-p calculado foi inferior a 0,05.

A diferença entre os resultados encontrados para as posições Início e Final obtidas anteriormente para a temperatura de 750°C se repete para a nova temperatura testada de 780°C. Maiores detalhes

relacionados a parâmetros de processo a quente sobre as bobinas analisadas não foram avaliadas neste trabalho, o que poderia ajudar a explicar a ligeira diferença de resultados obtidos para as posições citadas.

Tabela 4.6 - Análise estatística comparativa aplica sobre as médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C.

<b>Análise ANOVA – Temperatura 780°C - Microdureza</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipótese</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	197,44	1,25	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,006
<b>Meio</b>	197,76	3,35	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio	0,101
<b>Final</b>	198,13	2,36	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Final	0,001
			Ho: $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,126

Tabela 4.7 - Análise estatística comparativa das médias de microdureza nas posições de Início, Meio e Final e valores simulados para a temperatura de recozimento de 780°C.

<b>Análise ANOVA – Temperatura 780°C - Microdureza</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	197,44	1,25	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,633
<b>Meio</b>	197,76	3,35	Ho: $\mu$ meio = $\mu$ simulação	0,218
<b>Final</b>	198,13	2,36	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,025
<b>Simulado</b>	198,20	0,90		

## **B - Análises de Tração**

Para as análises da influência da temperatura de recozimento nas propriedades de tração finais em bobinas processadas na CGL2 foram realizadas tração uniaxial em corpos de retirados em 10 diferentes bobinas. As amostras foram retiradas em três posições ao longo do comprimento (Início, Meio e Final) na região central ao longo da largura. Os resultados encontrados foram comparados de forma estatística utilizando o mesmo método apresentado para os cálculos dos valores de microdureza, os valores representados na tabela 4.8 para a temperatura de recozimento de 750°C e na tabela 4.9 para a temperatura de 780°C. Foram avaliadas as propriedades de Limite de Escoamento (LE), Limite de Resistência (LR) e Alongamento Total (ALT).

Através dos cálculos estatísticos, verificou-se que os valores das propriedades mecânicas apresentaram-se de forma similar ao longo do

comprimento da bobina. O comportamento encontrado é válido para ambas as temperaturas testada sendo a hipótese verdadeira  $H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$  comprovada e aceita.

Tabela 4.8 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração uniaxial em bobinas recozidas a 750°C.

<b>Análise ANOVA - Temperatura 750°C</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>LE</b>	Início	484,9	12,51	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,791
	Meio	485,2	8,36		
	Final	480,3	10,51		
<b>LR</b>	Início	574,4	11,82	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,2
	Meio	574,4	13,40		
	Final	573,2	8,52		
<b>ALT</b>	Início	23,5	1,53	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,887
	Meio	23,6	1,34		
	Final	23,8	1,13		

Tabela 4.9 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração uniaxial em bobinas recozidas a 780°C.

<b>Análise ANOVA - Temperatura 780°C</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>LE</b>	Início	484,1	36,6	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,853
	Meio	486,1	33,9		
	Final	492,4	32,4		
<b>LR</b>	Início	611,5	10,57	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,213
	Meio	610,5	12,38		
	Final	602,7	12,63		
<b>ALT</b>	Início	21,9	1,66	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,904
	Meio	22,1	1,81		
	Final	21,7	2,62		

Ao se comparar os resultados encontrados foi possível observar um acréscimo nos valores de Limite de Escoamento e Resistência e por consequência uma redução nos valores de Alongamento Total ao se elevar a temperatura de recozimento de 750°C para 78°C, tabela 4.10. A variação de resultados encontrados foi maior para o LR, aproximadamente 40 MPa, do que para os valores de LE que não foram superiores a 10 MPa. Apesar de existir uma pequena variação entre os valores de Limite de Escoamento, ao serem comparados por meios

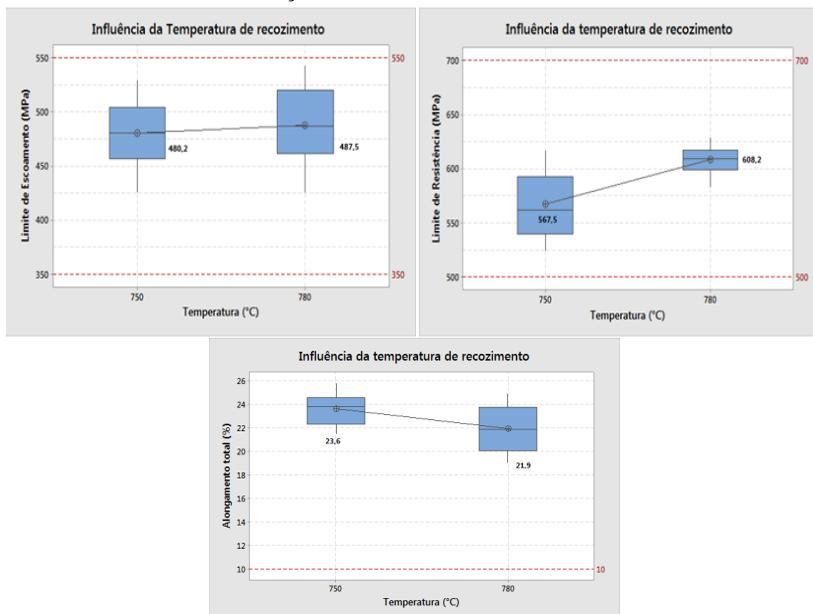
estatísticos, os valores médios encontrados apresentam similaridade entre eles. Pois os valores obtidos na temperatura de 750°C encontram-se dentro do campo de desvio dos resultados obtidos na temperatura de 780°C, desta forma as curvas de distribuição dos resultados são sobrepostas nas duas temperaturas.

Para os valores de Limite de Resistência e Alongamento total não foram constatadas similaridades entre os valores médios para temperatura de 750°C e 780°C. Os valores encontrados para o fator de significância (95% de confiabilidade) foram inferiores a 0,05 (valor- P). Os valores médios das propriedades mecânicas mensuradas encontram-se representados de forma gráfica na figura 4.6.

Tabela 4.10 - Análise estatística comparativa aplica entre as médias dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 750°C e 780°C.

<b>Análise ANOVA - Temperaturas</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>LE</b>	750	480,24	10,45	Ho: $\mu$ 750°C = $\mu$ 780°C	0,372
	780	487,55	16,6		
<b>LR</b>	750	567,46	9,04	Ho: $\mu$ 750°C = $\mu$ 780°C	0,000
	780	608,24	12,16		
<b>ALT</b>	750	23,657	1,35	Ho: $\mu$ 750°C = $\mu$ 780°C	0,000
	780	21,91	1,89		

Figura 4.6 - Representação gráfica da análise estatística comparativa dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 750°C e 780°C.

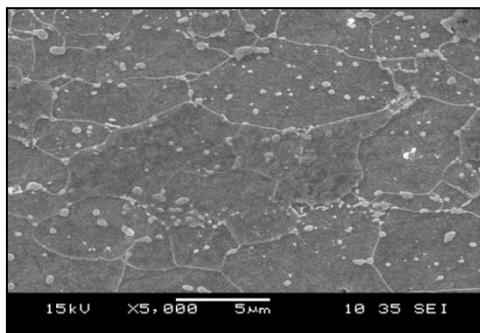


A diferença de propriedades mecânicas encontradas nas duas temperaturas testadas pode ser explicada através das análises metalográficas realizadas. Para os testes de simulação realizados anteriormente constatou-se que ao final do processo de recozimento intercrítico empregado a microestrutura final obtida apresentava apenas ferrita e perlita. Não sendo evidenciada a presença de nenhuma fase mais resistente proveniente da transformação da austenita formada durante a etapa de encharque. Porém a proporção e a morfologia da ferrita e perlita não haviam sido mensuradas em nenhuma das simulações realizadas.

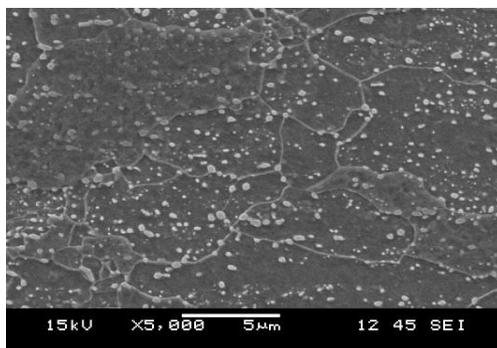
Ao analisar as amostras de bobinas produzidas na temperatura de 750°C constatou-se que a perlita presente na matriz ferrítica apresentou-se de forma mais grosseira, distribuída principalmente nos contornos de grão ferríticos quando comparado à temperatura de 780°C. Não foi evidenciada a presença de bainita nas regiões de maior concentração de perlita, conforme apresentado na figura 4.7. A diferença de morfologia encontrada nas amostras a 750°C pode explicar a diferença de comportamento mecânico encontrada. A maior presença de perlita mais grosseira tende a diminuir o valor de resistência do material, pois estaria

de certa forma menos rica em carbono e desta forma mais dúctil, conforme descrito por Naderi et al (2012). A presença de maior concentração de perlita fina na temperatura de 780°C está diretamente relacionada às taxas de resfriamento empregadas, principalmente durante o resfriamento rápido.

Figura 4.7 - Análises metalográficas por MEV das amostras recozidas a 750 e 780°C.



Temperatura de 750°C – 100m/min



Temperatura de 780°C – 100m/min

#### 4.2 EFEITO DA VELOCIDADE DE PROCESSO:

Conforme discutido anteriormente, visando avaliar a influência do ciclo térmico para as diferentes faixas de espessuras, simulações foram realizadas variando a velocidade de processo (60, 100 e 150 m/min) para a temperatura de recozimento de 780°C. Os valores calculados para as taxas de aquecimento e resfriamento para as três velocidades simuladas estão representados na tabela 4.11.

Tabela 4.11 - Valores de taxa de aquecimento/resfriamento calculados para as diferentes zonas do forno de galvanização 2 da AMV.

Zonas	Comprimento (m)	Temperatura final da zona (°C)	Taxa de aquecimento 60m/min (°C/s)	Taxa de resfriamento 60 m/min (°C/s)	Taxa de aquecimento 100m/min (°C/s)	Taxa de resfriamento 100m/min (°C/s)	Taxa de aquecimento 150m/min (°C/s)	Taxa de resfriamento 150m/min (°C/s)
Pré-aquecimento	20	150	6,60	-	11,00	-	16,50	-
Aquecimento chama direta	15	700	36,70	-	61,10	-	91,70	-
Aquecimento tubo radiante	36	<b>780</b>	2,20	-	3,70	-	5,60	-
Encharque	30	<b>780</b>	-	-	-	-	-	-
Resfriamento Rápido	15,4	650	-	8,40	-	14,10	-	21,10
Equalização	5,95	670	3,40	-	5,60	-	8,4	-
Snout	10	650	-	2,00	-	3,30	-	5,00
Pote revestimento	4	650	-	-	-	-	-	-
Torre de resfriamento (até o top roll)	37	300	-	9,50	-	15,80	-	23,60
Torre de resfriamento (até tanque de resfriamento à água)	45	90	-	4,70	-	7,80	-	11,70

Utilizando-se dos valores calculados acima, as amostras foram submetidas à simulação por dilatométrica a uma temperatura de 780°C sendo resfriadas por meio de têmpera intermediária, conforme figura 3.6. Em cada etapa (conforme metodologia utilizada anteriormente) foram realizadas análises de microdureza Vickers utilizando uma carga de 1Kg. Os valores médios de microdureza ( **$\mu$ Dureza**) e os desvios padrão ( **$\sigma_{\mu$ Dureza**) obtidos em cada etapa de tratamento são apresentados na tabela 4.12. Da mesma forma, para cada etapa foram realizadas análises microestruturais para determinar a fração volumétrica de martensita. As frações de austenita (martensita) e os desvios padrões ( **$\sigma_{austenita}$** ) mensurados são apresentadas na tabela 4.12.

Tabela 4.12 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em amostra simuladas por dilatométrica.

Zonas	Temp. °C	60 m/min				100m/min			
		$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{\text{austenita}}$	$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{\text{austenita}}$
Encharque (P1)	780	319,8	5,40	59,8	3,30	316,0	4,30	60,3	2,50
Resfriamento Rápido (P2)	650	276,2	5,20	40,0	3,10	279,2	3,20	37,4	4,20
Início Zona Equalização (P3)	670	259,4	3,00	33,7	2,10	246,6	2,60	29,6	3,60
Pote Revestimento (P4)	660	210,3	4,00	14,8	3,60	216,8	2,00	13,0	1,90
Ciclo complete (P5)	40	188,6	1,50	0,0	0,00	192,4	2,90	0,0	0,00
		150 m/min							
Zonas	Temp. °C	$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{\text{austenita}}$				
Encharque (P1)	780	332,0	4,10	67,3	1,70				
Resfriamento Rápido (P2)	650	282,0	4,80	39,6	4,00				
Início Zona Equalização (P3)	670	266,2	4,30	32,9	1,40				
Pote Revestimento (P4)	660	231,0	4,10	16,2	2,40				
Ciclo complete (P5)	40	213,2	2,80	0,0	0,00				

Os resultados obtidos apresentaram uma relação direta entre microdureza e a fração de austenita (martensita) presente, maior a quantidade de austenita, maior a microdureza. Esta relação é devida ao tratamento de têmpera realizado ao final de cada etapa, pois neste caso a austenita presente foi totalmente transformada em martensita, aumentando assim o valor da microdureza. A fração de austenita encontradas no ponto P1, final da zona de encharque, para as simulações realizadas na velocidade de 150 m/m tende a ser ligeiramente superior. Para as etapas seguintes (pontos 2, 3, 4 e 5) as frações de austenita observadas tendem a apresentar similaridade. Ao final do processo, ponto P5, independente da velocidade de processo simulada a presença de austenita não é mais identificada, conforme mostrado na Figura 4.8(A).

Com relação microdureza, a velocidade de 150m/min apresentou valores superiores às demais velocidades. Porém, as velocidades de 60 e 100m/min apresentaram menor dispersão de resultados, sendo os valores encontrados para estas duas velocidades considerados similares. A Figura 4.8(B) representa de forma gráfica os valores médios de microdureza encontrados para as três velocidades testadas em cada etapa do ciclo de recozimento. Apesar de apresentarem valores de fração austenítica similares ao final do processo, para a velocidade de 150m/min os valores de microdureza encontrados nos pontos P4 e P5 são ligeiramente superiores aos valores encontrados para as velocidades de 60 e 100m/min, conforme figura 4.9.

Este comportamento pode ser atribuído à diferença entre as porcentagens de ferrita e perlita formadas para as três velocidades testadas. Apesar das amostras testadas serem submetidas à mesma temperatura de processo, em função da velocidade estabelecida existe uma diferença na taxa de resfriamento empregada, promovendo assim uma diferença na formação das frações de ferrita e perlita ao final do processo.

Figura 4.8 - Representação gráfica dos valores de microdureza e fração volumétrica de austenita (martensita) simuladas para as velocidades de processo de 60, 100 e 150°C.

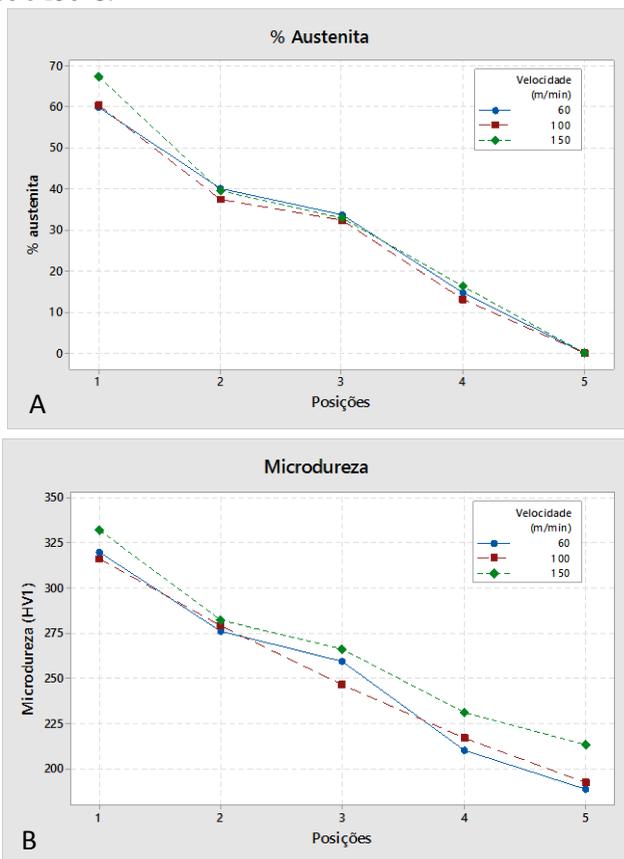
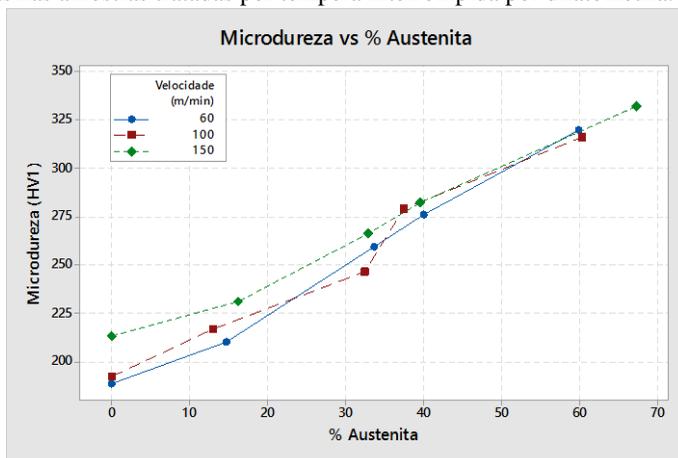


Figura 4.9 - Variação da microdureza em função fração volumétrica de austenita obtidas nas amostras tratadas por têmpera interrompida por dilatometria.



As figuras 4.10 a 4.12 apresentam as micrografias referentes aos pontos P1 a P5 para as velocidades simuladas de 60, 100 e 150m/min, respectivamente. As microestruturas referentes ao ponto P5, final de processo, estão explicitadas na figura 4.13, destacando a ausência da martensita na microestrutura final, após o ciclo completo de recozimento.

Figura 4.10 - Análise metalográfica da simulação por dilatométrica para temperatura de 780°C e velocidade de 60m/min.

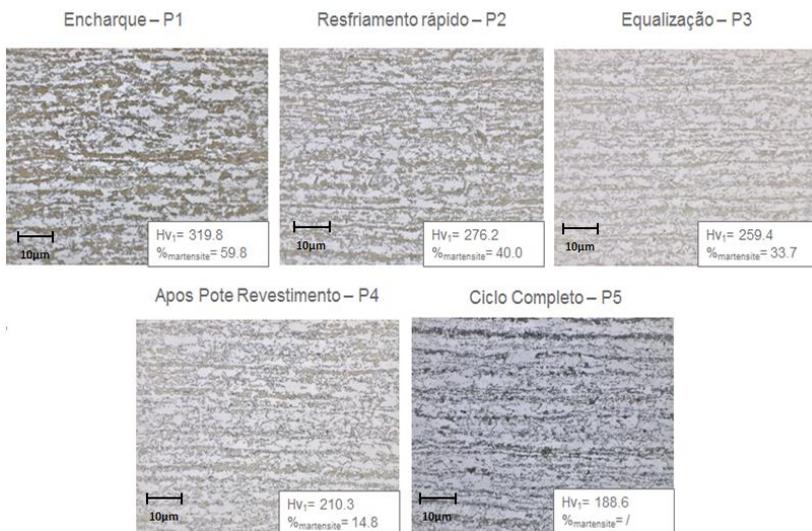


Figura 4.11 - Análise metalográfica da simulação por dilatométrica para temperatura de 780°C e velocidade de 100m/min.

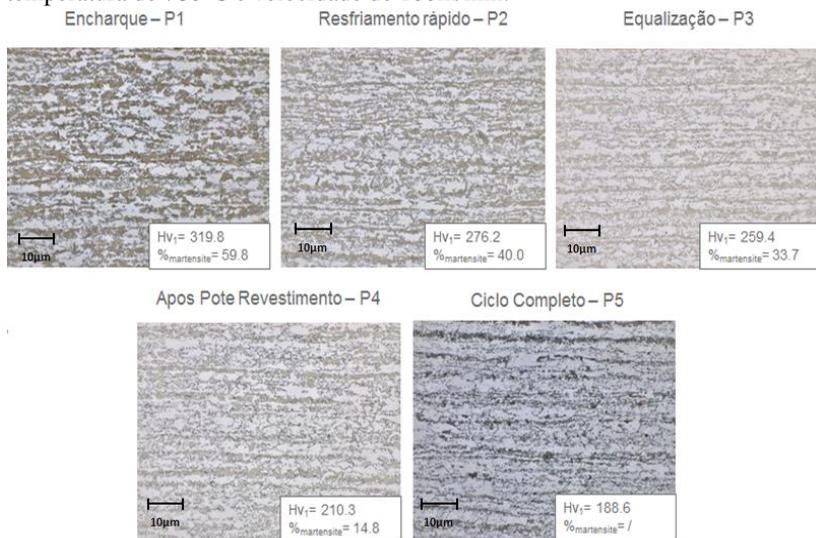
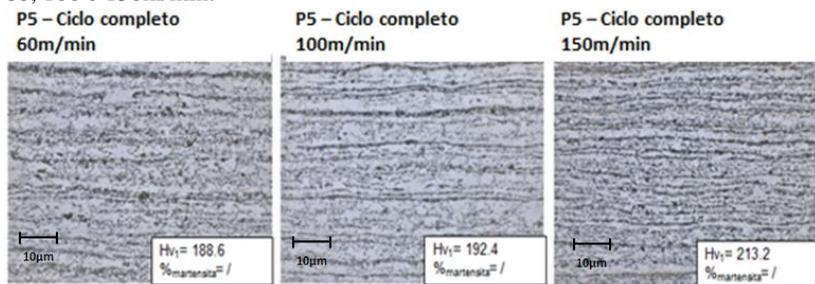


Figura 4.12 - Análise metalográfica da simulação por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidade de 150m/min.



Figura 4.13 - Análise metalográfica realizada após ciclo de recozimento completo simulado por dilatometria para temperatura de 780°C e velocidades de 60, 100 e 150m/min.



## 4.2.1 Análises comparativas entre simulação e Teste industrial

### A- Análise de Microdureza

Conforme apresentado anteriormente, as simulações realizadas a temperatura de recozimento de 780°C nas velocidades de 60, 100 e 150 m/min apresentaram ao final do ciclo completo uma microestrutura composta por ferrita e perlita. Entre os pontos analisados existe uma diferença de fração de austenita formada que é diretamente relacionada

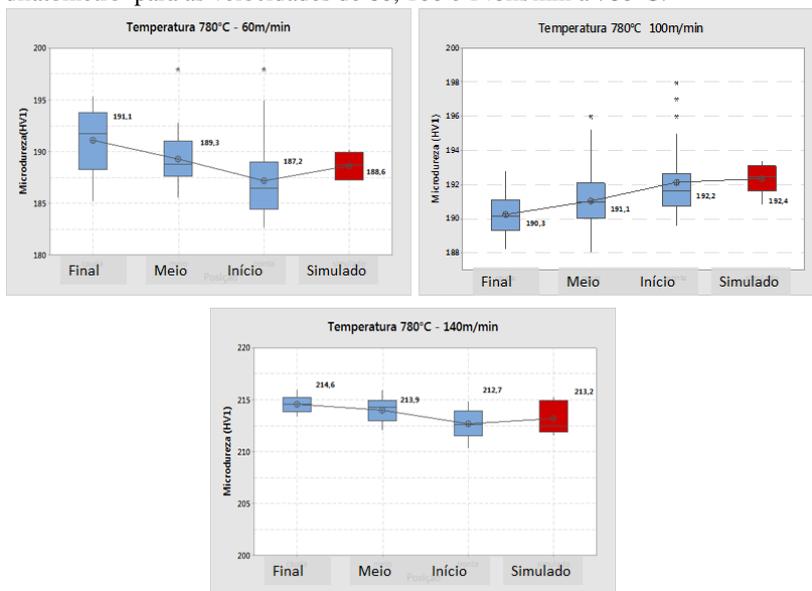
as taxa de resfriamento que por consequência são influenciadas pela velocidade de processo. Porém ao final do processo simulado, os valores de microdureza obtidos mostraram-se de certa forma similares.

Para validação dos resultados e avaliar a melhor velocidade de processo a ser utilizada durante o recozimento, foram produzidas bobinas industriais com espessura fixa de 1,2 mm nas velocidades de 60, 100 e 140m/min na temperatura de recozimento de 780°C. Devido às restrições operacionais do processo, a velocidade de 150m/min não foi possível de ser alcançada, sendo as bobinas neste caso submetidas a uma velocidade de 140m/min.

As amostras destinadas as análises das propriedades mecânicas e metalográficas foram retiradas ao longo da bobina de forma similar a empregada pelo teste de efeito da temperatura de recozimento apresentado nos parágrafos precedentes. Sendo realizadas três amostragens por bobina (Início, meio e Final) em duplicata em 10 bobinas produzidas em sequência. Para cada amostra foram realizadas cinco medidas para validação do valor médio.

Os valores médios obtidos nas três posições para as 10 bobinas analisadas foram comparados com o valor médio encontrado por simulação em um dilatômetro, apresentados na figura 4.14. É possível observar que para a velocidade de 60m/min os valores obtidos nas posições Meio e Final foram ligeiramente superiores aos valores da posição Início, bem como superiores ao valor médio obtido por simulação. Para a velocidade de 100m/min, conforme apresentado anteriormente, os valores de microdureza obtidos industrialmente foram inferiores aos valores de simulação. Para a velocidade de 140m/min os valores obtidos nos testes industriais mostram-se próximos aos valores obtidos por simulação por dilatometria

Figura 4.14 - Comparação entre os valores médios de microdureza nas posições Início, Meio e Final (bobinas industriais) e os obtidos por simulação em um dilatômetro para as velocidades de 60, 100 e 140m/min a 780°C.



Os resultados obtidos para as velocidades testadas foram comparados através dos métodos estáticos entre si para cada posição, bem como comparados com os obtidos por simulação por dilatometria. Para as hipóteses testadas,  $H_0$ : Todas as médias são iguais e  $H_1$ : pelo menos uma das médias é diferente, adotou-se um nível de confiança de 95%.

De acordo com os resultados apresentados na tabela 4.13 é possível verificar que:

- Para a velocidade de 60 m/min, os valores de Valor  $-P$  calculados pelas médias das posições são inferiores ao fator de significância (0,05). Desta forma a Hipótese  $H_0$  de que todas as médias são iguais pode ser descartada. Porém a se analisar de forma isolada apenas duas posições, constatou-se que as posições Início e Meio apresentam igualdade (Valor- $P > 0,05$ ). Om mesmo foi observado para as posições Meio e Final.
- Para a velocidade de 100m/min, pode-se afirmar que apenas nas análises de médias nas posições Meio e Final a hipótese  $H_0$  pode ser aprovada, ou seja, a média dos resultados pode

ser considerada igual. Nas demais posições este efeito de igualdade não foi evidenciado.

- Para a velocidade de 140m/min não foram evidenciadas similaridades entre as médias entre as posições analisadas, para todas as posições comparadas o valor-p foi inferior a 0,05.

Tabela 4.13 - Análise estatística dos resultados de microdureza nas posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 60, 100 e 140m/min.

Análise ANOVA					
Velocidade (m/min)	Posição	Médias $\mu$ Dureza (HV1)	Desvio padrão	Hipóteses	Valor -P
60	Início	187,20	3,743	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,000
	Meio	189,27	2,708	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio	0,017
	Final	191,10	3,019	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Final	0,000
				Ho: $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,016
					<b>Valor -P</b>
100	Início	192,13	2,152	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,000
	Meio	191,05	1,856	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio	0,042
	Final	190,25	1,822	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Final	0,000
				Ho: $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,051
					<b>Valor -P</b>
140	Início	212,70	1,356	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,000
	Meio	213,97	1,193	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio	0,000
	Final	214,54	0,745	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ Final	0,000
				Ho: $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,030

Porém ao se comparar os resultados médios de microdureza obtido em cada posição ao valor médio encontrado por simulação o valor-p obtido foi superior a 0,05 em quase todas as análises. Para a velocidade de 60m/min os valores médios para as três posições analisadas apresentaram correlação de igualdade com o valor simulado, aprovando a hipótese  $H_0$  testada. Para as demais velocidades, 100 e 140m/min, apenas a posição Final quando comparada ao valor simulado apresentou o valor-p inferior a 0,05. Para as demais posições analisadas a hipótese de similaridade foi comprovada, conforme apresentado na tabela 4.14.

Tabela 4.14 - Análise estatística comparativa de microdureza nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C a 60, 100 e 140m/min em comparação aos valores simulados por dilatométrica.

<b>Análise ANOVA</b>					
<b>Velocidade (m/min)</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias <math>\mu</math>Dureza (HV1)</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
60	Início	187,20	3,743	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,416
	Meio	189,27	2,708	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,602
	Final	191,10	3,019	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,082
	Simulado	188,60	1,501		
					<b>Valor -P</b>
100	Início	192,13	2,152	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,799
	Meio	191,05	1,856	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,128
	Final	190,25	1,822	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,001
	Simulado	192,38	2,891		
					<b>Valor -P</b>
140	Início	212,7	1,356	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,46
	Meio	213,97	1,193	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,209
	Final	214,54	0,745	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,004
	Simulado	213,20	2,792		
					<b>Valor -P</b>

## B - Análises de Tração

Com o objetivo de analisar o efeito da velocidade de processo de recozimento nas propriedades mecânicas finais em bobinas processadas na CGL2, foram realizadas análises de tração em corpos de prova planos conforme metodologia descrita anteriormente. Os resultados obtidos foram comparados de forma estatística utilizando o mesmo método apresentado para os cálculos dos valores de microdureza. Os valores obtidos são mostrados na tabela 4.15 para a temperatura de 780°C e velocidades de 60, 100 e 140m/min.

Observa-se que para as três velocidades analisadas a hipótese  $H_0$  que indica que as médias dos resultados obtidos nas três posições são similares entre si é confirmada. Desta forma pode-se afirmar que existe homogeneidade de propriedades mecânicas ao longo do comprimento das bobinas analisadas. Porém, ao comparar os resultados mecânicos obtidos nas três velocidades testadas ( $H_0: \mu_{60} = \mu_{100} = \mu_{140}$ ) conforme apresentado na tabela 4.16, foi possível notar que ao elevar a velocidade de processo existe um acréscimo nos valores de Limite de Escoamento e Resistência e por consequência uma redução nos valores de Alongamento total.

Apesar de existir uma variação de resultados para o Limite de Escoamento, ao se comparar por meios estatísticos os valores médios obtidos em cada velocidade é possível afirmar que existe igualdade entre eles. Para os valores de Limite de Resistência e Alongamento Total não foram constatadas igualdades entre os valores médios obtidos nas velocidades analisadas. Os valores médios das propriedades mecânicas mensuradas encontram-se representados na figura 4.15.

Tabela 4.15 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração axial nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.

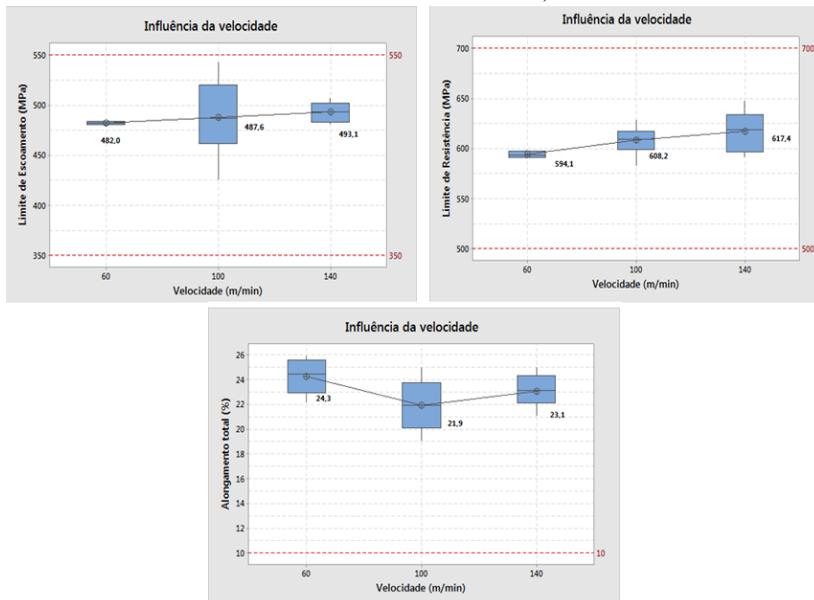
<b>Análise ANOVA - Temperatura 780°C - 60m/min</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE</b>	Início	485,6	19,64	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,867
	Meio	480,9	12,23		
	Final	482,0	10,73		
<b>LR</b>	Início	596,2	12,07	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,712
	Meio	595,9	9,61		
	Final	600,5	12,06		
<b>ALT</b>	Início	24,2	1,51	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,477
	Meio	23,9	1,32		
	Final	24,7	1,28		
<b>Análise ANOVA - Temperatura 780°C - 100m/min</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE</b>	Início	484,1	16,62	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,853
	Meio	486,2	13,91		
	Final	492,4	9,42		
<b>LR</b>	Início	611,5	10,57	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,213
	Meio	610,5	12,38		
	Final	602,7	12,63		
<b>ALT</b>	Início	21,9	1,66	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,904
	Meio	22,1	1,81		
	Final	21,7	2,62		

<b>Análise ANOVA - Temperatura 780°C - 140m/min</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE</b>	Início	492,1	12,52	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,274
	Meio	490,4	13,48		
	Final	496,8	14,60		
<b>LR</b>	Início	614,1	12,47	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,773
	Meio	617,5	8,33		
	Final	620,5	10,68		
<b>ALT</b>	Início	23,5	1,42	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ meio = $\mu$ Final	0,142
	Meio	22,5	1,18		
	Final	23,2	1,66		

Tabela 4.16 - Análise estatística comparativa dos resultados de tração axial nas posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.

<b>Propriedade</b>	<b>Velocidade</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE (MPa)</b>	60	482,0	12,08	Ho: $\mu_{60} = \mu_{100} = \mu_{140}$	0,125
	100	487,6	15,40		
	140	493,1	9,07		
<b>LR (MPa)</b>	60	594,1	8,20	Ho: $\mu_{60} = \mu_{100} = \mu_{140}$	0,00
	100	608,2	12,16		
	140	617,4	11,42		
<b>ALT (%)</b>	60	24,3	1,35	Ho: $\mu_{60} = \mu_{100} = \mu_{140}$	0,00
	100	21,9	1,87		
	140	23,1	1,20		

Figura 4.15 - Análise estatística comparativa dos resultados mecânicos de tração em bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 60,100 e 140m/min.



A figura 4.16 apresenta as microestruturas do aço 22MnB5 produzidos na três diferentes velocidades, 60, 100 e 140m/min. Analisando as imagens obtidas para as três velocidades é possível verificar a de perlita fina diluída em uma matriz ferrítica.

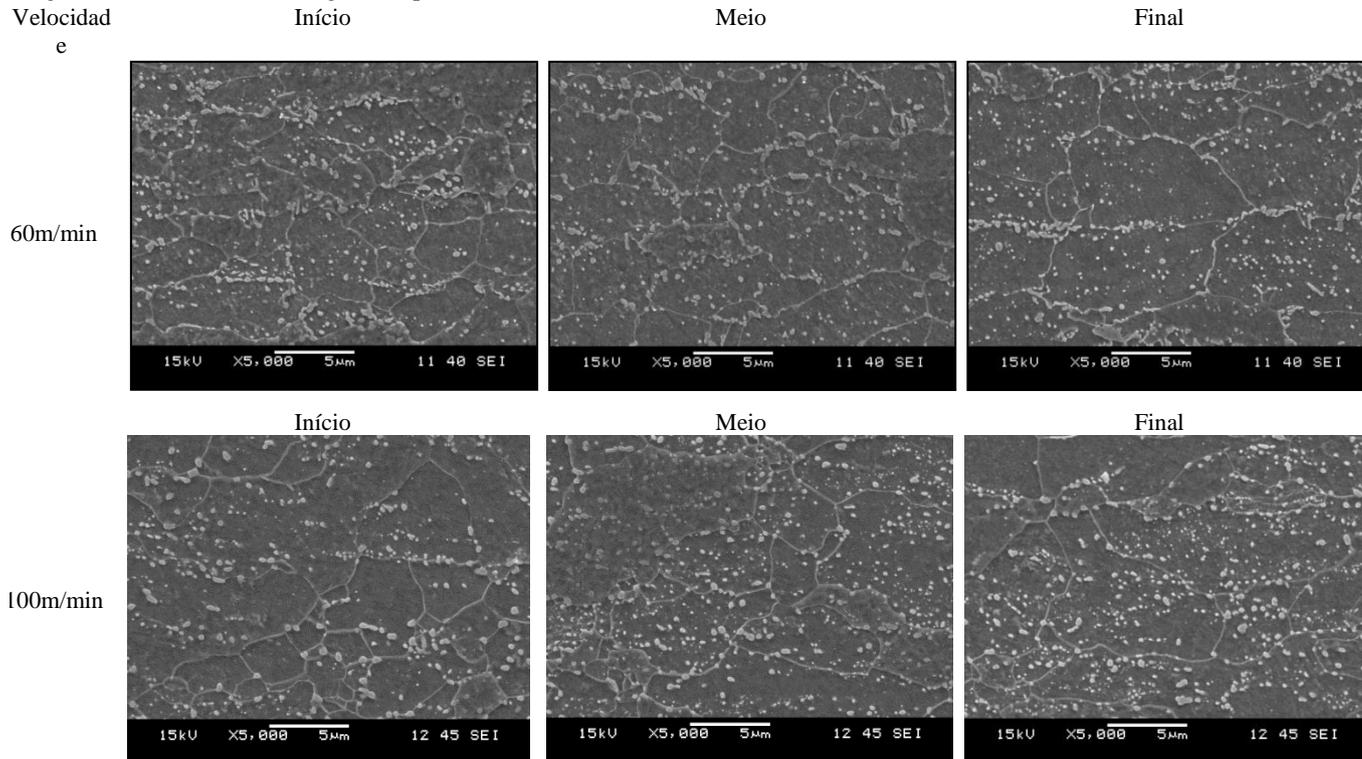
Quando comparadas as microestruturas obtidas à velocidade de 60/min e 100m/min é possível observar a existência de uma ligeira diferença na quantidade perlita, principalmente na posição de Final. Esta diferença entre a quantidade de perlita observada nas duas velocidades analisadas foi suficiente para elevar os valores de Limite de Escoamento e Resistência. Sendo o aumento no valor de Limite de Escoamento considerado não significativo, pois a média dos valores obtidos foi considerada igual pelas análises estatísticas. Para o Limite de Resistência o aumento causado pela porcentagem de perlita foi de aproximadamente 14 MPa.

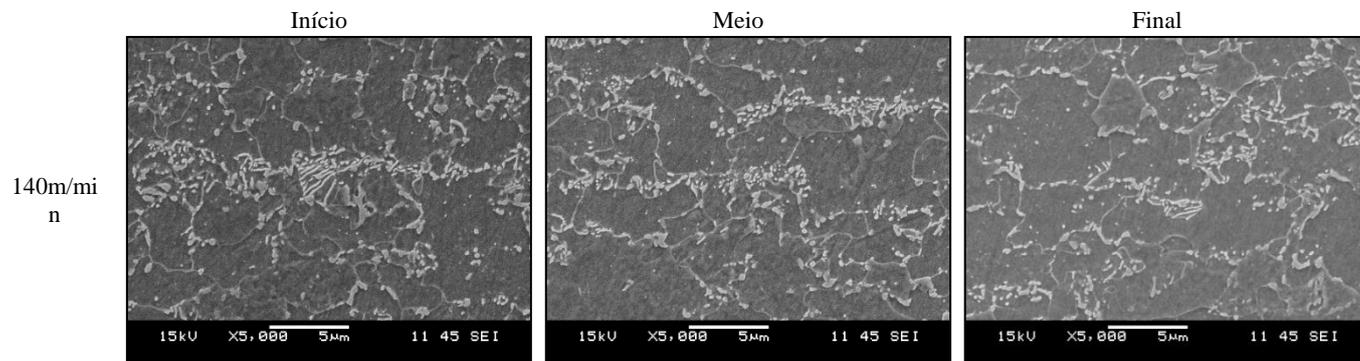
Para a velocidade de processo de 140m/min é possível verificar a presença de ilhas de bainita de forma isolada na matriz. A presença destas ilhas de bainita promoveu de certa forma um aumento nas propriedades mecânicas quando comparado com as velocidades de 60 e 100m/min conforme apresentado na tabela anterior. A presença de ilhas

de bainita deve-se a maior taxa de resfriamento empregada durante o processo de recozimento contínuo.

Para a velocidade 100m/min, considerada padrão para a espessura testada, a taxa de resfriamento rápido empregada foi de aproximadamente 14°C/s, ao se elevar a velocidade para 140m/min a taxa de resfriamento foi aumentada para 22°C/s, possibilitando assim a formação de bainita durante a transformação da austenita formada na temperatura de 780°C.

Figura 4.16 - Análises metalográficas por MEV sobre amostras recozidas a 780°C nas velocidades de 60, 100 e 140m/min.





### 4.3 EFEITO DO PERFIL DE RESFRIAMENTO

Através das simulações realizadas anteriormente foram verificados o efeito da temperatura de recozimento intercrítica e o efeito da velocidade de processo sobre a microestrutura final bem como no comportamento mecânico. Em todas as combinações de parâmetros analisados foi constatada a presença da fração de austenita superior a 10% no ponto P4, referente ao ponto após o pote de revestimento. Como consequência, a utilização dos ciclos padrões testados podem limitar a capacidade de resfriamento da torre devido ao calor latente de transformação.

Baseado nas limitações de comprimento da torre de resfriamento da linha 2 de galvanização da AMV e em estudos mencionados nos capítulos anteriores, novas simulações foram realizadas tendo como base a utilização de um resfriamento forçado no início da zona de resfriamento sendo os demais ventiladores desta zona mantidos desligados. Tal modificação no perfil de resfriamento, “resfriamento curto”, tende a aumentar o comprimento da zona de equalização.

Neste processo os demais ventiladores que compõe a zona de resfriamento são desligados, sendo o calor latente de transformação suficiente para garantir que a tira metálica entre no pote de revestimento na temperatura de processo.

As simulações foram realizadas conforme a metodologia empregada anteriormente, utilizando como base a velocidade de 100m/min, onde foram comparados os efeitos das temperaturas de 750 e 780°C em um ciclo de resfriamento padrão e em um novo ciclo de resfriamento conforme representados de forma esquemática na figura 3.5 (Procedimento experimental).

Na nova configuração testada à zona de resfriamento rápido passa a ser considerada com apenas 4,40 metros e a zona de equalização passa a possuir aproximadamente 16,95 metros. Diferente da configuração padrão que se tem uma zona de resfriamento de 15,40 metros e equalização com 5,95 metros. Deste modo a taxa de resfriamento aplicada para a nova configuração térmica passa a ser mais elevada, possibilitando assim a formação de uma maior fração de fases mais resistente ao final do resfriamento rápido.

Como esperado, as amostras submetidas ao novo perfil de resfriamento apresentaram um acréscimo na fração de austenita (martensita) ao final do resfriamento rápido (Ponto2). Porém, para as simulações de recozimento a temperatura de 750°C, os dois ciclos de

resfriamento testados apresentaram uma fração de austenita similar após pote de revestimento (ponto4).

Ao elevar-se a temperatura de recozimento para 780°C, o novo ciclo de resfriamento (“resfriamento curto”) apresentou uma fração de austenita inferior ao ciclo padrão para o mesmo ponto analisado. Esta observação é explicada pelo aumento da zona de equalização, pois mesmo possuindo uma maior fração de austenita (martensita) ao final do resfriamento, o aumento do comprimento da zona de equalização proporcionou um tempo maior para a ocorrência da transformação da austenita em ferrita e perlita.

As tabelas 4.17 e 4.18 apresentam os valores de microdureza ( $\mu$  Dureza) e desvio padrão ( $\sigma_{\mu\text{Dureza}}$ ) obtidos nos cinco pontos de análise para as temperaturas de 750 e 780°C respectivamente. A fração de austenita (martensita) e o desvio padrão ( $\sigma$  austenita) também podem ser observados nas tabelas citadas.

Tabela 4.17 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em simulações de perfis térmicos de resfriamentos para a temperatura de recozimento de 750°.

Zonas	Temp. °C	Ciclo padrão				Novo Perfil Térmico			
		$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{austenita}$	$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza	% Austenita	$\sigma_{austenita}$
Encharque (P1)	750	245,8	3,60	22,5	3,50	255,2	5,10	25,6	1,70
Resfriamento Rápido (P2)	650	237,6	3,40	19,7	2,20	244,8	0,40	23,8	2,20
Início Zona Equalização (P3)	670	226,8	1,50	9,1	1,90	222,4	3,60	7,1	2,40
Pote Revestimento (P4)	660	212,8	2,50	2,2	0,70	205,1	2,30	2,0	0,20
Ciclo completo (P5)	40	198,2	0,90	0,0	0,00	196,2	1,50	0,0	0,00

Tabela 4.18 - Resultados de microdureza e fração volumétrica de martensita obtidas em simulações de perfis térmicos de resfriamentos para a temperatura de recozimento de 780°.

Zonas	Temp . °C	Ciclo padrão				Novo Perfil Térmico			
		$\mu$ Dureza (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Dureza <sub>a</sub>	% Austenit <sub>a</sub>	$\sigma_{austenit}$ <sub>a</sub>	$\mu$ Durez <sub>a</sub> (HV <sub>1</sub> )	$\sigma_{\mu}$ Durez <sub>a</sub>	% Austenit <sub>a</sub>	$\sigma_{austenit}$ <sub>a</sub>
Encharque (P1)	780	316,0	4,30	60,3	2,50	323,2	1,50	61,1	1,80
Resfriamento Rápido (P2)	650	279,2	3,20	37,4	4,20	300,8	2,30	42,3	1,50
Início Zona Equalização (P3)	670	246,6	2,60	29,6	3,60	212,6	0,60	25,1	2,40
Pote Revestimento (P4)	660	216,8	2,00	13	1,90	199,2	1,20	4,6	0,50
Ciclo completo (P5)	40	192,4	2,90	0	0,00	190,4	0,40	0	0,00

As figuras 4.17 e 4.18 representam de forma gráfica os valores de fração volumétrica de austenita e microdureza obtidas nos pontos analisados para os dois perfis térmicos de resfriamento simulados por dilatometria, nas temperaturas de recozimento de 750 e 780°C. O novo perfil térmico de resfriamento analisado (Azul), “resfriamento curto”, não apresentou influência sobre a os valores de microdureza ao final do ciclo completo.

Figura 4.17 - Valores de microdureza e fração volumétrica de martensita para os dois perfis térmicos de resfriamento simulados por dilatometria na temperatura de recozimento de 750°C

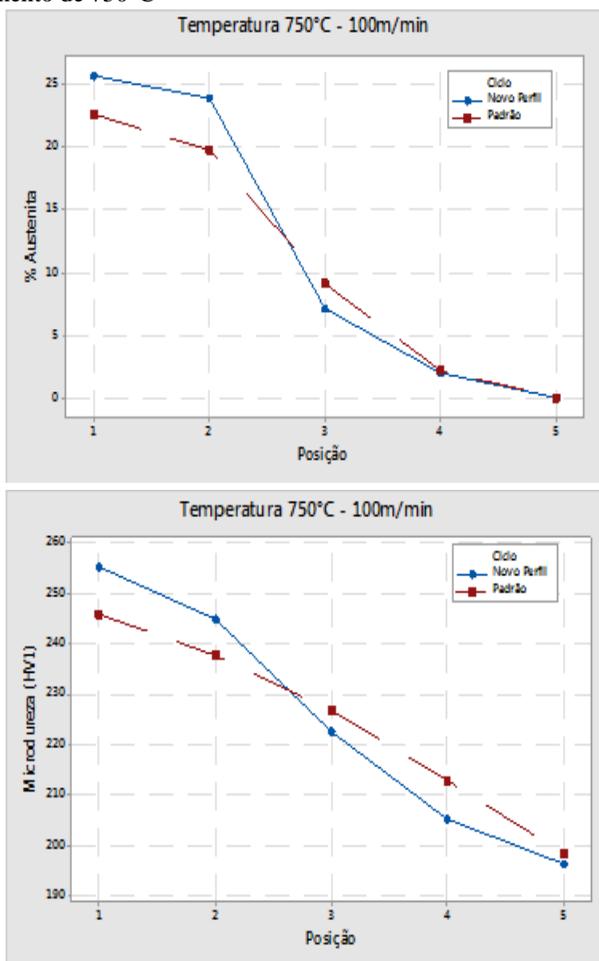
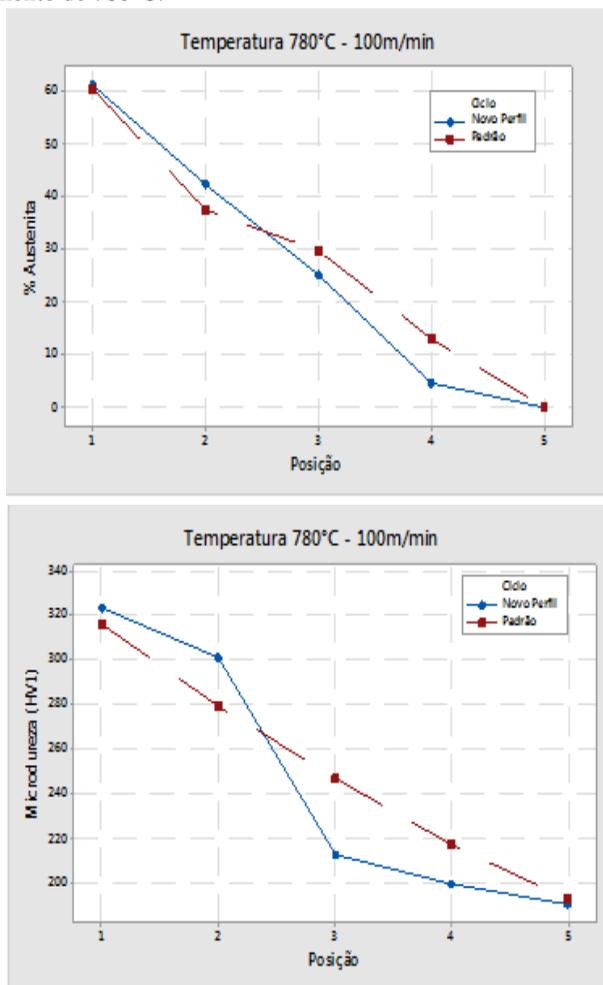


Figura 4.18 - Valores de microdureza e fração volumétrica de martensita para os dois perfis térmicos de resfriamento simulados por dilatometria na temperatura de recozimento de 780°C.



As microestruturas obtidas após análises metalográficas dos pontos P1 à P5 podem ser observadas nas figuras 4.19 a 4.22, sendo divididas conforme a temperatura de recozimento e o perfil térmico de resfriamento empregado. Os valores de microdureza obtidos para o ponto P5, não sofreram modificações. Análises mais refinada quanto a

modificações das frações de perlita e ferrita serão discutidas nos próximos tópicos.

Figura 4.19 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 750°C e perfil térmico de resfriamento “Padrão”.

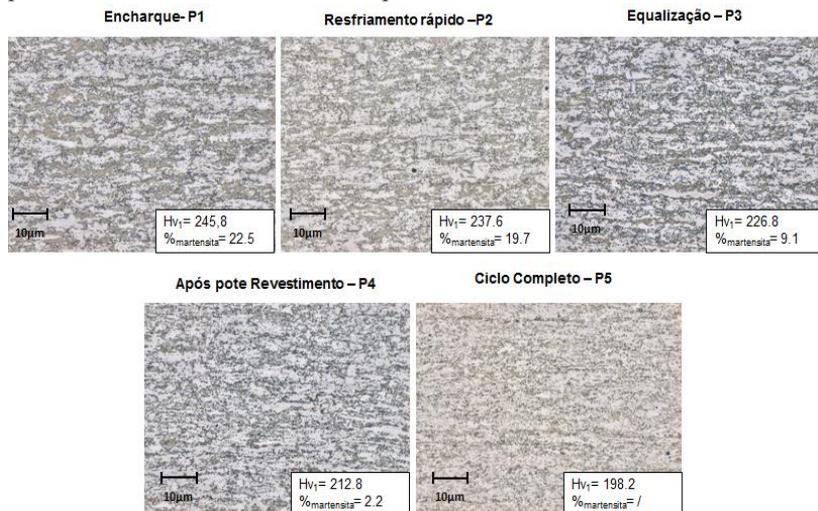


Figura 4.20 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatométrica para ciclo de recozimento a 750°C e perfil térmico de resfriamento “Curto”.

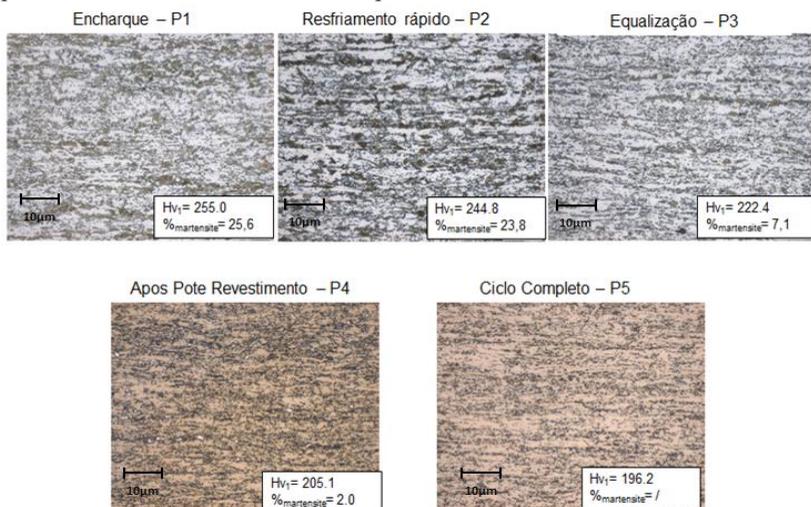


Figura 4.21 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatometria para ciclo de recozimento a 780°C e perfil térmico de resfriamento “Padrão”.

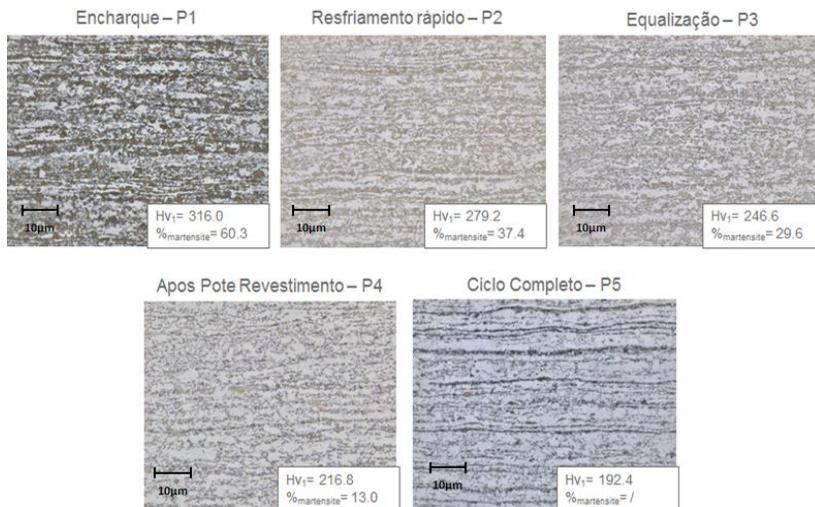
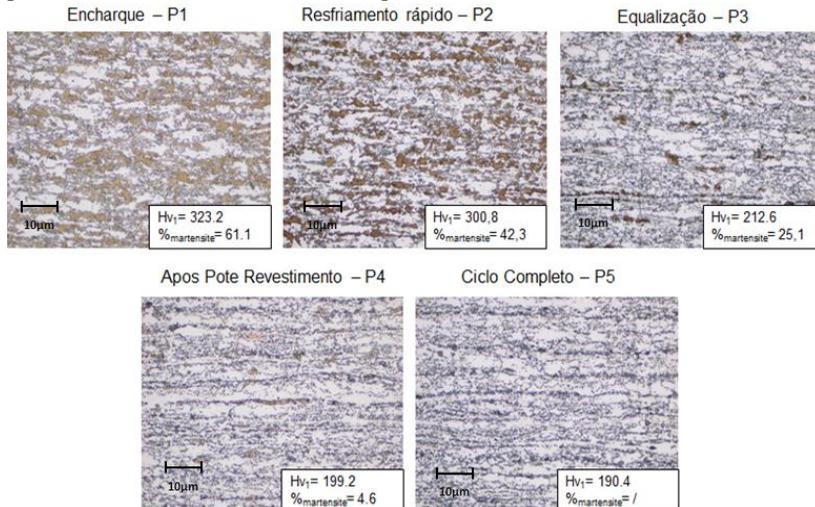


Figura 4.22 - Análises metalográficas obtidas por simulação por dilatometria para ciclo de recozimento a 780°C e perfil térmico de resfriamento “Curto”.



### 4.3.1 Análises comparativas entre Simulações por dilatométrica e Testes industriais para ciclos de resfriamento diferenciados

#### A – Análises de Microdureza

De acordo com os procedimentos descritos anteriormente às análises de microdureza foram realizados nas três posições, Início, Meio e Final ao longo do comprimento das bobinas selecionadas. As médias obtidas nas posições analisadas foram comparadas entre si para avaliação da hipótese de homogeneidade de resultados ao longo do comprimento das bobinas. Adotou-se em primeira análise a hipótese verdadeira sendo:

$$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$$

Conforme apresentado na tabela 4.19, os valores médios obtidos para as posições selecionadas quando comparados entre si não apresentam igualdade conforme mostra o resultado calculado para o fator de significância, valor  $-P$  menor que 0,05. Deste modo pode-se afirmar que a hipótese de igualdade entre as médias para as três posições analisadas não foi obedecida independente da temperatura de recozimento utilizada.

Porém ao se avaliar as médias entre apenas duas posições,  $H_0: \mu_{\text{posição}1} = \mu_{\text{posição}2}$ , constatou-se que para os valores encontrados para a posição Meio e Final, em ambas as temperaturas de recozimento, obedecem à hipótese de igualdade, pois o valor  $-P$  calculado é superior a 0,05.

Tabela 4.19 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis de resfriamento.

<b>Temperatura 750°C – Ciclo Novo</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	195,48	0,917	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$	0,000
<b>Meio</b>	196,85	1,44	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio}$	0,000
<b>Final</b>	197,17	0,569	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Final}$	0,000
			$H_0: \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$	<b>0,263</b>
<b>Temperatura 780°C – Ciclo Novo</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	189,32	1,423	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$	0,000
<b>Meio</b>	191,28	2,061	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio}$	0,002
<b>Final</b>	191,02	1,152	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Final}$	0,014
			$H_0: \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$	<b>0,739</b>

Ao comparar os valores médios de cada posição com o valor encontrado por simulação por dilatométrica nota-se que para a temperatura de recozimento de 750°C apenas a posição Final não apresenta o valor -P calculado acima de 0,05, não comprovando a hipótese de igualdade entre as médias do valor obtido industrialmente e o valor obtido por simulação. Para as demais posições, Início e Meio, a hipótese de igualdade é comprovada, tabela 4.20.

Para a temperatura de recozimento de 780°C os valores médios obtidos nas três posições no processo industrial quando comparados aos valores obtidos por simulação apresentam valor-p superior a 0,05. Deste modo pode-se afirmar que para a temperatura de 780°C as médias comparadas obedecem à hipótese de igualdade.

Tabela 4.20 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis de resfriamento comparados aos valores de simulação.

<b>Temperatura 750°C – Ciclo Novo</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	195,48	0,917	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,263
<b>Meio</b>	196,85	1,44	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,322
<b>Final</b>	197,17	0,569	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,020
<b>Simulado</b>	196,20			
<b>Temperatura 780°C – Ciclo Novo</b>				
<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	189,32	1,414	Ho: $\mu$ Início = $\mu$ simulação	0,119
<b>Meio</b>	191,21	2,068	Ho: $\mu$ Meio = $\mu$ simulação	0,464
<b>Final</b>	191,02	1,151	Ho: $\mu$ Final = $\mu$ simulação	0,35
<b>Simulado</b>	190,40			

Para avaliar a hipótese de  $H_0: \mu_{\text{Resfriamento Padrão}} = \mu_{\text{Resfriamento novo}}$ , os resultados de microdureza encontrados para os dois métodos de resfriamento testados foram comparados para as três posições amostradas ao longo das bobinas. Os valores encontrados para o fator de significância (Valor -p) para as duas temperaturas testadas estão representados na tabela 4.21.

Para a temperatura de recozimento de 750°C, os valores médios de microdureza obtidos para os dois métodos de resfriamento empregados não apresentam valor -p superior a 0,05 em nenhuma das posições analisadas, desta forma a hipótese de igualdade entre as médias não foi obedecida. Para a temperatura de 780°C, na posição Meio os

valores de microdureza encontrados nos dois métodos de resfriamento obedecem à hipótese de igualdade (Valor-p superior a 0,05), porém para as duas outras posições analisadas a hipótese verdadeira não foi comprovada, valor-p inferior a 0,05. Desta forma, através dos resultados analisados (tabela 4.21), foi possível afirmar que existe uma diferença de resultados entre os dois métodos de resfriamento empregados.

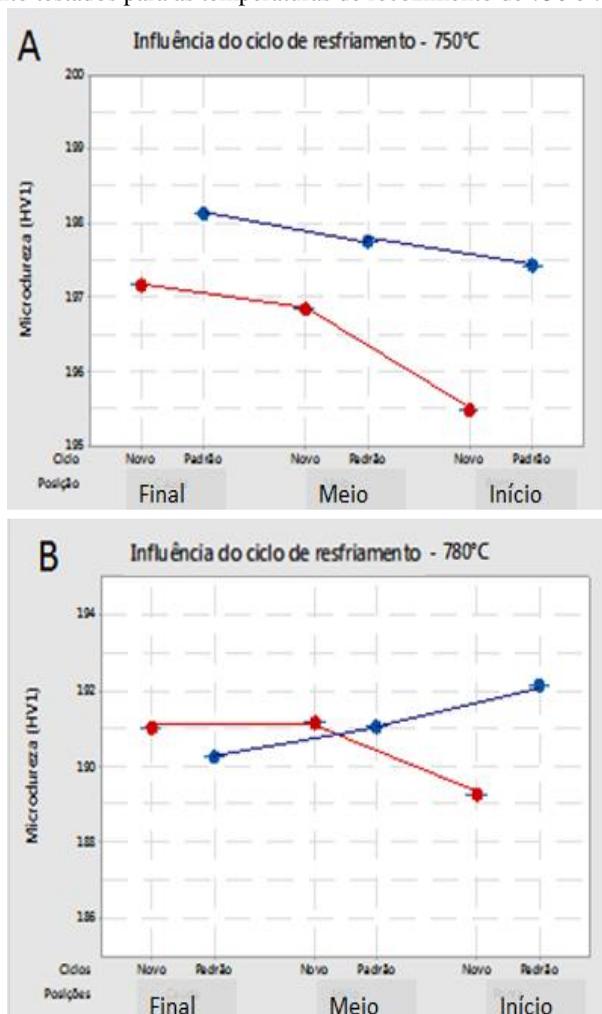
Quando comparados os valores de microdureza obtidos na temperatura de recozimento de 750°C, o resfriamento convencional (Padrão), curva em azul, apresentou resultados ligeiramente superiores quando comparado ao resfriamento “curto”, curva vermelho, conforme representado na figura 4.23 A,

Para a temperatura de recozimento de 780°C a diferença de valores obtidos para os dois resfriamentos analisados foram menores, onde os valores médios nas posições Início e Meio foram considerados iguais. Porém na posição Final os valores encontrados para o ciclo padrão foram superiores do resfriamento “Curto”, conforme pode ser visualizado na figura 4.23B.

Tabela 4.21 - Análise estatística comparativa de microdureza para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis térmicos de resfriamento.

<b>Temperatura 750°C – Comparação entre métodos de resfriamento- Microdureza</b>					
<b>Posição</b>	<b>Resfriamento</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	Padrão	197,44	1,250	Ho: $\mu$ Início <sub>padrão</sub> = $\mu$ Início <sub>Novo</sub>	0,000
	Novo	195,48	0,917		
<b>Meio</b>	Padrão	197,76	3,350	Ho: $\mu$ Meio <sub>padrão</sub> = $\mu$ Meio <sub>Novo</sub>	0,030
	Novo	196,85	1,440		
<b>Final</b>	Padrão	198,13	2,361	Ho: $\mu$ Final <sub>padrão</sub> = $\mu$ Final <sub>Novo</sub>	0,037
	Novo	197,17	0,569		
<b>Temperatura 780°C – Comparação entre métodos de resfriamento – Microdureza</b>					
<b>Posição</b>	<b>Resfriamento</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>Início</b>	Padrão	192,13	2,154	Ho: $\mu$ Início <sub>padrão</sub> = $\mu$ Início <sub>Novo</sub>	0,000
	Novo	189,28	1,402		
<b>Meio</b>	Padrão	191,05	1,846	Ho: $\mu$ Meio <sub>padrão</sub> = $\mu$ Meio <sub>Novo</sub>	0,120
	Novo	191,17	2,061		
<b>Final</b>	Padrão	190,25	1,182	Ho: $\mu$ Final <sub>padrão</sub> = $\mu$ Final <sub>Novo</sub>	0,013
	Novo	191,03	1,51		

Figura 4.23 - Resultados de microdureza obtidos para os dois perfis térmicos de resfriamento testados para as temperaturas de recozimento de 750 e 780°C.



### B - Análises de Tração

Os resultados mecânicos de Limite de Escoamento (LE) e Resistência (LR) e Alongamento total (ALT) foram analisados nas posições Início-Meio-Final para as bobinas produzidas conforme parâmetros de processo descritos anteriormente. Em primeira análise

avaliou-se apenas os resultados encontrados para o perfil de resfriamento “Curto”. As análises estatísticas comparativas foram realizadas entre cada posição analisada para avaliação da homogeneidade ao longo do comprimento das bobinas, adotando a hipótese verdadeira:  $H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ Meio} = \mu \text{ Final}$ .

Conforme apresentado na tabela 4.22, os valores médios para as propriedades mecânicas analisadas nas três posições selecionadas, quando comparados entre si, obedeceram à hipótese de igualdade. O valor-p calculado foi superior ao valor de significância adotado (0,05) comprovando homogeneidade de propriedades mecânicas ao longo do comprimento para as bobinas analisadas. A hipótese de igualdade para as posições analisadas foi aceita para as duas temperaturas de recozimento testadas.

Tabela 4.22 - Análise estatística comparativa para as posições de Início, Meio e Final em bobinas recozidas a 750 e 780°C, perfil de resfriamento “Curto”.

<b>Temperatura 750°C – Resfriamento “Curto” – Tração</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>LE</b>	Início	481,4	10,29	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,706
	Meio	484,6	8,39		
	Final	484,2	8,94		
<b>LR</b>	Início	574,5	4,70	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,234
	Meio	578,1	4,98		
	Final	576,7	4,44		
<b>ALT</b>	Início	24,1	1,26	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,477
	Meio	23,9	1,35		
	Final	24,6	1,58		
<b>Temperatura 780°C – Resfriamento “Curto” – Tração</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Posição</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor - P</b>
<b>LE</b>	Início	485,6	15,30	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,861
	Meio	489,9	13,23		
	Final	487,9	12,25		
<b>LR</b>	Início	596,2	15,21	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,422
	Meio	599,9	12,69		
	Final	605,3	12,07		
<b>ALT</b>	Início	23,5	2,25	$H_0: \mu \text{ Início} = \mu \text{ meio} = \mu \text{ Final}$	0,939
	Meio	23,2	1,85		
	Final	23,4	2,87		

Para a comparação entre os dois resfriamentos testados, foi adotado o valor médio do Limite de escoamento como sendo o valor

médio dos valores obtidos para as três posições analisadas, pois conforme apresentado na tabela 4.22, existe uma homogeneidade entre as posições Início-Meio-Final. O mesmo procedimento foi adotado para os valores de Limite de Resistência e Alongamento total.

Ao se comparar os resultados obtidos para os dois resfriamentos, verificou-se que independente da temperatura de recozimento utilizada, os valores de propriedades mecânicas obtidos obedecem a hipótese de igualdade,  $H_0: \mu X_{\text{novo}} = \mu X_{\text{padrão}}$  (onde X representa a propriedade mecânica em análise), conforme apresentado na tabela 4.23. Deste modo pode-se afirmar que a modificação do perfil de resfriamento nas duas primeiras zonas não interferiu nos resultados mecânicos ao final do processo de recozimento e galvanização.

Conforme apresentado anteriormente, ao se aplicar o método de resfriamento “Curto” a fração de austenita presente ao final da zona de resfriamento rápido é ligeiramente maior quando comparada ao ciclo de resfriamento padrão. Porém ao longo das demais etapas do ciclo de recozimento esta diferença não influencia na formação de fases mais resistentes de maneira a afetar os valores de propriedades mecânicas ao final de todo o processo.

Tabela 4.23 - Análise estatística comparativa entre os resultados de tração em bobinas recozidas a 750 e 780°C para os dois perfis térmicos de resfriamento.

<b>Temperatura 750°C – Comparação entre os perfis de resfriamento – Tração</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Ciclo</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE</b>	Novo	483,4	9,03	$H_0: \mu LE_{\text{novo}} = \mu LE_{\text{padrão}}$	0,571
	Padrão	480,2	19,20		
<b>LR</b>	Novo	576,5	4,78	$H_0: \mu LR_{\text{novo}} = \mu LR_{\text{padrão}}$	0,109
	Padrão	567,5	10,35		
<b>ALT</b>	Novo	24,3	1,35	$H_0: \mu ALT_{\text{novo}} = \mu ALT_{\text{padrão}}$	0,091
	Padrão	23,7	1,36		
<b>Temperatura 780°C – Comparação entre os perfis de resfriamento – Tração</b>					
<b>Propriedade</b>	<b>Ciclo</b>	<b>Médias</b>	<b>Desvio</b>	<b>Hipóteses</b>	<b>Valor -P</b>
<b>LE</b>	Novo	487,6	17,11	$H_0: \mu LE_{\text{novo}} = \mu LE_{\text{padrão}}$	0,099
	Padrão	487,5	10,25		
<b>LR</b>	Novo	600,5	15,32	$H_0: \mu LR_{\text{novo}} = \mu LR_{\text{padrão}}$	0,064
	Padrão	608,2	12,16		
<b>ALT</b>	Novo	23,4	2,07	$H_0: \mu ALT_{\text{novo}} = \mu ALT_{\text{padrão}}$	0,05
	Padrão	21,9	1,87		

Os resultados médios dos ensaios mecânicos obtidos para os dois métodos de resfriamento podem ser observados de forma comparativa através da figura 4.24, para o Limite de Escoamento e na figura 4.25

para Limite de Resistência e Alongamento Total. Todos os valores de propriedades mecânicas obtidos, independente da temperatura de recozimento e resfriamento empregados, encontram-se dentro da faixa especificada por normas.

Figura 4.24 - Influência do perfil térmico de resfriamento no Limite de Escoamento em temperaturas de recozimento de 750 e 780°C.

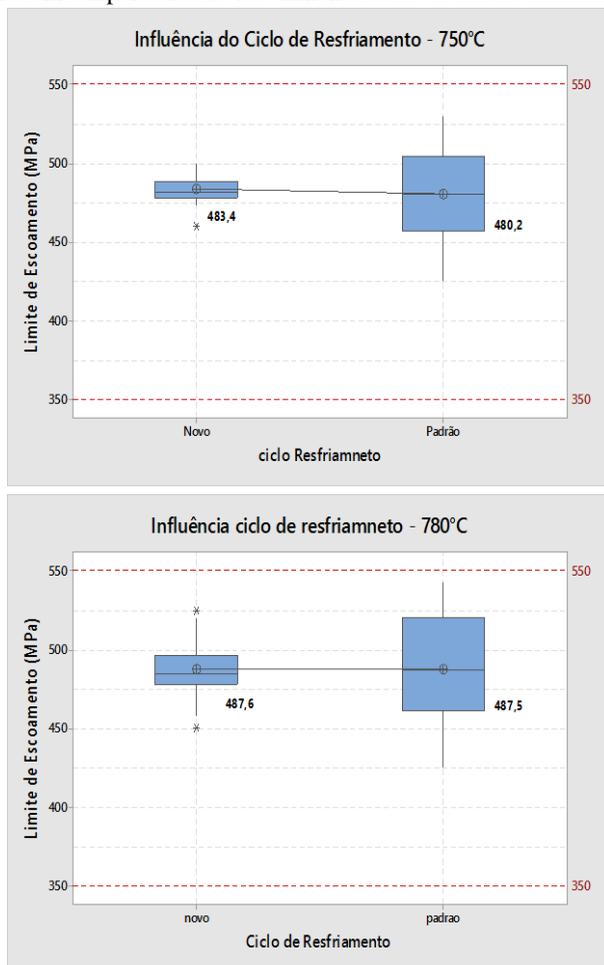
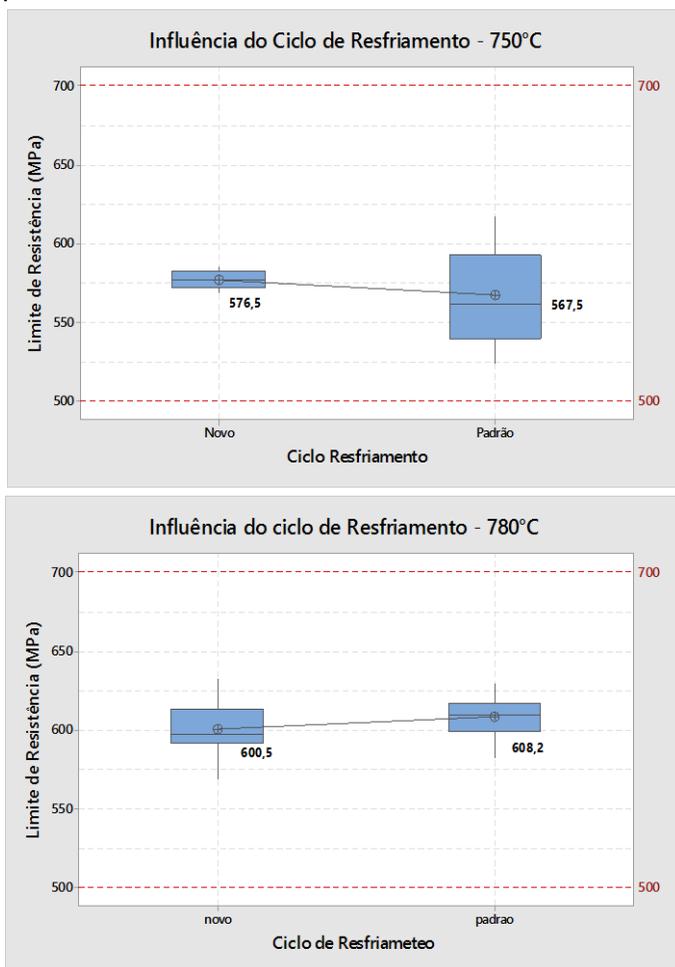
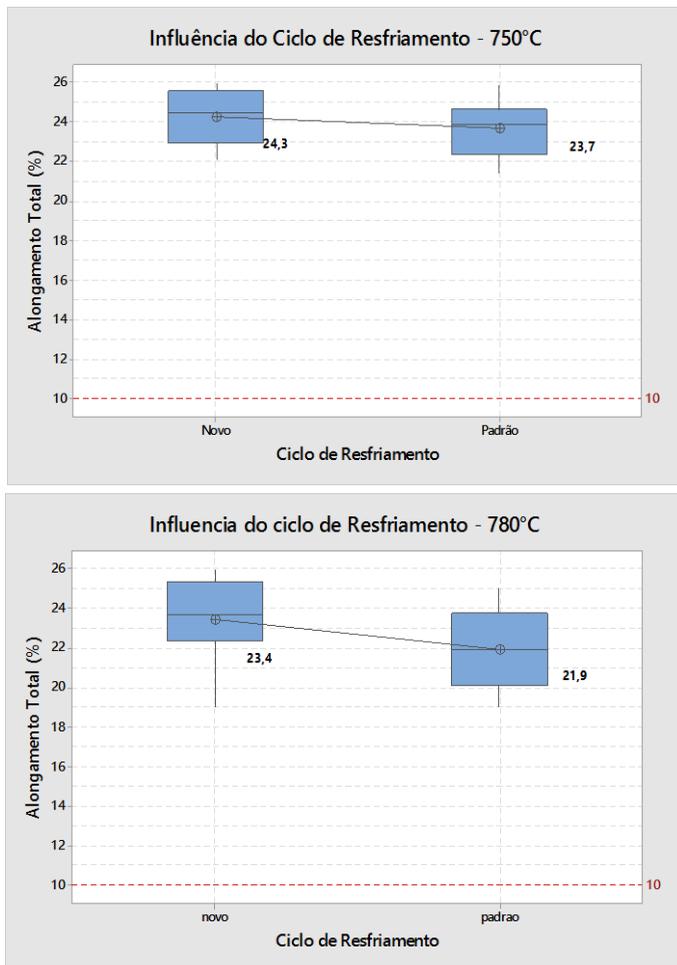


Figura 4. 25 - Influência do perfil térmico de resfriamento no de Limite de Resistência e Alongamento Total nas temperaturas de recozimento de 750 e 780°C.





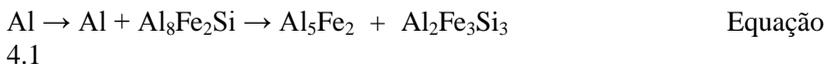
As análises metalográficas foram realizadas somente em amostras de bobinas ao final do ciclo de recozimento na tentativa de evidenciar possíveis variações na fração dos constituintes presentes. As análises realizadas em amostras de bobinas processadas na temperatura de 750°C apresentaram menor fração de perlita quando comparadas as bobinas processadas na temperatura de 780°C. Ao se avaliar a influência do resfriamento empregado, não foi evidenciado um aumento significativo na fração de perlita em ambas as temperaturas de recozimento, conforme mostrado na figura 4.26.



intermetálicas  $Al_xFe_y$  que são fortemente influenciadas pela composição química do banho metálico e da taxa de resfriamento empregada.

Windman et al.(2013) estudaram a evolução da formação das fases intermetálicas durante o processo de resfriamento após a deposição do revestimento por imersão a quente, onde mencionam a formação de fases em várias camadas com a sequência  $Al_5Fe_2$  -  $Al_{13}Fe_4$  -  $Al_8Fe_2Si$ , que se formaram diretamente na interface aço /revestimento. Também foram encontradas evidências da formação de pequenos precipitados do tipo  $Al_2Fe_3Si_3$  no interior da fase  $Al_5Fe_2$ . Devido às técnicas empregadas neste estudo (MEV-EDS) foi possível detectar apenas a presença de  $Al_5Fe_2$  que de certa forma esta de acordo com os resultados encontrados pelos autores.

Cheng et al. (2011) determinaram em seu trabalho que a formação da camada intermetálica na interface do substrato/revestimento durante o processo de imersão e resfriamento pode ser descrita esquematicamente pela equação 4.1:



Durante o processo industrial de estampagem a quente ocorre a difusão do ferro, presente na camada intermetálica em direção a superfície do revestimento. Do mesmo modo, o Alumínio e o silício presentes na camada de revestimento tendem a difundir em direção a camada intermetálica formando assim diferentes fases ternárias ao longo da espessura do revestimento. A difusão destes elementos ao longo do processo de austenitização é dependente principalmente da espessura do revestimento empregado, bem como pelo tempo de permanência e a temperatura de austenitização antes da estampagem.

Durante a austenitização, a espessura do revestimento tende a aumentar devido ao enriquecimento da camada pela presença de ferro, levando assim à formação e crescimento de demais fases intermetálicas presentes na camada total do revestimento. Ao mesmo tempo, concentrações mais elevadas de alumínio e silício são identificadas próximas da interface aço / revestimento, sendo a microestrutura do revestimento constituída por fases intermetálicas  $Al_xFe_ySi_z$  com diferentes concentrações de Al, Fe e Si.

A fim de avaliar a possível influência dos parâmetros de processo empregados durante o recozimento e galvanização na formação da camada de revestimento Al-Si (principalmente na formação da camada intermetálica e T5) foram coletadas amostras em todos os diferentes

testes industriais realizados. As amostras foram avaliadas em inicialmente por microscopia ótica.

#### 4.4.1 Influência da temperatura de recozimento:

Conforme descrito anteriormente, foram coletadas amostras metalográficas em bobinas produzidas nas temperaturas de recozimento de 750 e 780°C em uma velocidade de processo de 100m/min. Nas análises realizadas por microscopia ótica, a formação da camada intermetálica e da camada  $\gamma_5$  não foram afetadas pela diferença de temperatura de recozimento. Não foram evidenciadas irregularidades quanto à homogeneidade das duas camadas citadas.

As amostras foram submetidas ao aquecimento na temperatura de austenitização de 900°C durante 7 minutos, sendo resfriadas rapidamente em água. Deste modo foi possível avaliar a formação de uma camada de revestimento compacta e regular rica em Fe e Al próxima a interface com o substrato (camada interdifusional). Esta camada é responsável pela não propagação de trincas do revestimento para o substrato, que podem ocorrer de acordo com as deformações realizadas durante a estampagem a quente.

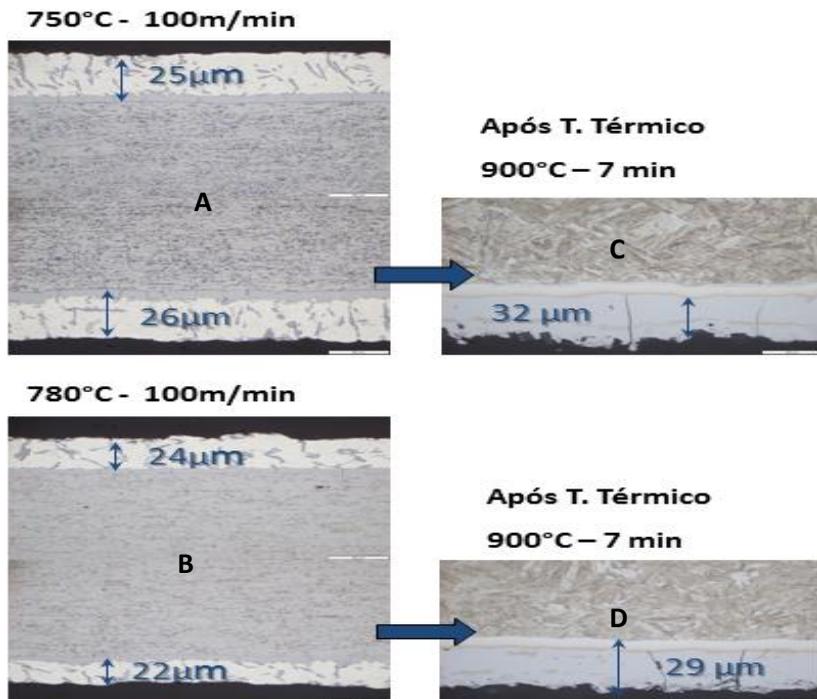
Na tabela 4.24, é apresentado o valor da espessura total do revestimento e a espessura da camada intermetálica,  $Fe_2Al_5 + FeAl_3$ , presentes nas amostras analisadas nas temperaturas de 750 e 780°C. A camada total de revestimento é representada pela soma das duas zonas apresentadas nos capítulos anteriores. A ligeira diferença na espessura final do revestimento encontrada entre as duas amostras analisadas pode ser atribuída à dispersão normal de produção industrial, pois todos os valores obtidos estão de acordo com a variação permitida por norma.

A figura 4.27 representa as espessuras da camada total de revestimento, obtidas após recozimento a 750°C (A) e 780°C (C) antes e após tratamento térmico a 900°C durante 7 minutos e resfriadas em água respectivamente (C e D).

Tabela 4.24 - Análise da espessura de revestimento Al-Si para as amostras de bobinas recozidas a 750 e 780°C.

Espessura das camadas ( $\mu\text{m}$ )				
Temperatura de recozimento	$Fe_2Al_5 + FeAl_3$		Espessura total	
	Face Sup	Face Inf	Face Sup	Face Inf
750°C	0,35	0,30	25,2	26,3
780°C	0,32	0,29	24,7	22,1

Figura 4.27 - Espessura da camada de revestimento Al-Si das amostras obtidas antes e após tratamento térmico a 900°C e resfriadas em água.



A similaridade entre os resultados obtidos para a formação da camada intermetálica e  $\tau_5$  nos testes citados acima podem ser explicadas pelo efeito da taxa de resfriamento empregada. Em processos industriais de deposição do revestimento por imersão a quente os parâmetros de processo como velocidade e temperatura de imersão são responsáveis pela determinação da composição da camada intermetálica formada entre o revestimento e o substrato metálico (GRIGORIEVA, 2011).

Sendo a taxa de resfriamento o parâmetro mais importante no processo de difusão e formação da camada intermetálica e a taxa de resfriamento é diretamente dependente da velocidade de processo.

As temperaturas de imersão no banho metálico e a temperatura final que o material deve possuir ao tocar os rolos no topo da torre de resfriamento são definidas e não sofrem grandes modificações durante o processo. Desde modo a taxa de resfriamento passa a ser controlada diretamente pela velocidade de processo que por sua vez influenciará na

cinética de formação e crescimento das fases  $Al_xFe_y$  presentes na camada intermetálica.

#### 4.4.2 Influência da velocidade de processo

De acordo com a tabela 4.25, nota-se que para as três velocidades de processo testadas a taxa de resfriamento após a imersão no banho metálico é modificada de acordo com a velocidade utilizada. A temperatura de recozimento utilizada foi de  $780^{\circ}\text{C}$ , sendo a temperatura do banho metálico de  $650^{\circ}\text{C}$  e a temperatura medida ao final da torre de resfriamento de aproximadamente  $300^{\circ}\text{C}$ .

Tabela 4.25 - Taxa de resfriamento calculado entre o pote de revestimento e o topo da torre de resfriamento para as três velocidades de processo simuladas.

Zonas	Temperatura no final da zona ( $^{\circ}\text{C}$ )	Taxa de Resfriamento 60m/min ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	Taxa de Resfriamento 100m/min ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	Taxa de Resfriamento 150m/min ( $^{\circ}\text{C/s}$ )
Pote revestimento	650	-	-	-
Torre de resfriamento (até o top roll)	300	9,50	15,80	23,60

Conforme apresentado anteriormente, para uma velocidade de processo de 100 m/min, a taxa de resfriamento foi de aproximadamente  $15,8^{\circ}\text{C/segundo}$ . Nestas condições de processo não foram evidenciadas irregularidades na formação das camadas intermetálica e  $\Upsilon 5$ .

Ao se analisar amostras de bobinas submetidas à velocidade de processo de 60m/min e taxa de resfriamento de aproximadamente  $9,5^{\circ}\text{C/s}$  constatou-se que a morfologia e espessura da camada intermetálica formada foi similar à encontrada para as amostras submetidas à velocidade de 100m/min, conforme apresentado na tabela 4.26.

Era esperado que amostras submetidas a taxas de resfriamento menores apresentassem uma espessura de camada intermetálica superior. Pois a combinação entre tempo e temperatura presentes favorece a cinética de difusão do Fe, promovendo assim uma maior combinação com o Al e Si provenientes do revestimento. Desta forma diferentes fases poderiam estar presentes na camada intermetálica proporcionando assim uma maior espessura. Através de EDS não foi possível evidenciar a presença de fases intermetálicas diferentes das

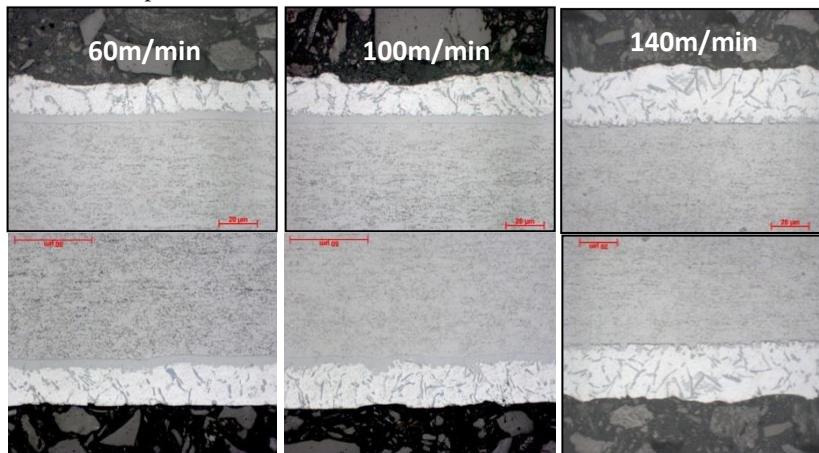
fases  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  e  $\text{FeAl}_3$  como evidenciadas por Windman, Rottger e Theisen (2013).

Tabela 4.26 - Espessura das camadas de revestimento obtidas para amostras de recozidas a  $780^\circ\text{C}$  nas velocidades de 60,100 e 140m/min.

Espessura das Fases ( $\mu\text{m}$ )				
Temperatura recozimento $780^\circ\text{C}$	$\text{Fe}_2\text{Al}_5 + \text{FeAl}_3$		Espessura total	
Velocidade processo (m/min)	Face Sup	Face Inf	Face Sup	Face Inf
60	0,33	0,36	25,63	23,12
100	0,33	0,32	24,01	26,42
140	0,34	0,30	29,89	30,32

Para a velocidade de 140m/min, a taxa de resfriamento foi de aproximadamente  $24^\circ\text{C/s}$ , cerca de 2,6 vezes maior que a taxa de resfriamento aplicada a uma velocidade de processo de 60m/min. Mesmo com uma maior taxa de resfriamento a espessura média da camada intermetálica formada foi similar a apresentada para as demais velocidades de processo testadas. A ligeira diferença na espessura final do revestimento obtida entre as amostras analisadas pode ser atribuída à dispersão normal de produção industrial. As camadas de revestimento obtidas para as três velocidades de processo testadas são mostradas na figura 4.28.

Figura 4.28 - Análises metalográficas da camada de revestimento Al-Si formada durante o recozimento na temperatura de  $780^\circ\text{C}$  e velocidades de 60,100 e 140m/min respectivamente.

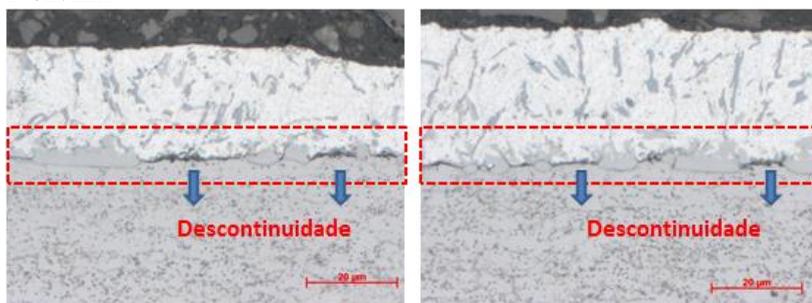


Ao se analisar a homogeneidade da camada intermetálica para as três velocidades de processo testadas, foi evidenciado a existência de pontos de descontinuidade ao longo da camada de  $\Gamma_5$  para amostras de velocidade de processo de 140m/min, conforme destacado na figura 4.29.

Uma primeira análise sobre a presença de descontinuidade na camada  $\Gamma_5$  pode ser atribuída à formação de uma possível oxidação seletiva na superfície do substrato. Evitando assim a formação da camada intermetálica e desta forma comprometendo a aderência do revestimento. Porém, as análises realizadas nas regiões de descontinuidade mostraram a existência de uma fina camada intermetálica, formada principalmente pela fase  $Fe_2Al_5$ , responsável pela aderência da camada de revestimento Al-Si no substrato, descartando assim a hipótese de um filme de óxido sobre a superfície do substrato.

A formação desta fina camada intermetálica de alguma forma inibiu o crescimento da fase  $\Gamma_5$ , sendo atribuída à influência de altas taxa de resfriamento aplicado. Que de certa forma contribui para uma redução, de forma localizada, na difusão do ferro proveniente do substrato, causando assim uma redução na formação de fases Al-Fe. Porém análises mais detalhadas tornam-se necessárias para melhor entendimento e possível comprovação da hipótese sugerida acima.

Figura 4.29 - Descontinuidade na formação da camada  $\Gamma_5$  em amostras coletadas em bobinas produzidas na temperatura de 780°C e velocidade de 140m/min.



#### 4.4.3 Influência do perfil de resfriamento

Os perfis térmicos analisados neste trabalho foram diretamente relacionados a etapas anteriores a aplicação do revestimento por imersão a quente. Deste modo, os resultados encontrados nas análises do revestimento foram similares aos apresentados acima. Pois em ambos os

testes, a taxa de resfriamento empregada durante a solidificação do revestimento foram as mesmas, não influenciando na formação e crescimento da camada intermetálica e a camada  $\Gamma_5$ .

#### 4.5 ANÁLISE DA DIFUSÃO DE FERRO DURANTE O PROCESSO DE AUSTENITIZAÇÃO

Conforme apresentado nos parágrafos anteriores, ao se analisar amostras das bobinas recozidas a temperatura de 780°C com velocidade de 140m/min foi possível detectar a presença de descontinuidades na formação da camada  $\Gamma_5$  ao longo das seções analisadas. Com o objetivo de avaliar a influência da descontinuidade da camada  $\Gamma_5$  na difusão do ferro ao longo do revestimento durante a austenitização para a simulação de estampagem a quente, amostras foram submetidas a um tratamento térmico em forno mufla em diferentes temperaturas. Deste modo foi possível avaliar o crescimento da camada intermetálica pela difusão do ferro.

Os parâmetros de tratamento térmico simulados neste trabalho foram baseadas nos resultados encontrados em estudos realizados por Gupta (2002), Maitra, e Gupta (2003), onde foram observados a formação e crescimentos da diversas fases ternárias Al-Si-Fe na camada de revestimento. Porém, neste trabalho objetivou-se avaliar o crescimento da camada intermetálica e camada  $\Gamma_5$ , deste modo as fases Al-Si-Fe formadas e descritas nos trabalhos utilizados como referência não foram identificadas nem quantificadas.

Todas as amostras analisadas foram coletadas de bobinas produzidas a temperatura de recozimento de 780°C, sendo que amostras de bobinas produzidas a velocidade de 100m/min foram identificadas com a letra “N” (amostra com camada de revestimento regular). As amostras coletadas de bobinas processadas a velocidade de 140m/min foram identificadas com a letra “I” (amostras com camada de revestimento irregular). As mostras foram tratadas termicamente em temperaturas entre 500 e 900°C durante um tempo de equalização de 3 minutos, sendo resfriada posteriormente em um tanque de água a temperatura ambiente. Os conjuntos amostragem e temperatura estão representados na tabela 4.26, onde as amostras “N0” e “I0” referem-se a amostras que não foram tratadas termicamente, sendo consideradas como amostras de referência.

As amostras tratadas foram submetidas à análise química por via úmida onde apenas a camada de revestimento foi removida e analisada por ICP (Inductely Coupled Plasma), espectrômetro de plasma. Desta

forma foi possível quantificar o teor de Alumínio, Silício e principalmente Ferro presentes na camada de revestimento ao longo dos tratamentos térmicos simulados, conforme apresentado na tabela 4.27.

Tabela 4.27 - análise química do revestimento Al-Si para amostras de bobinas recozidas a 780°C na velocidade de 100 (N) e 140m/min (I) tratadas termicamente.

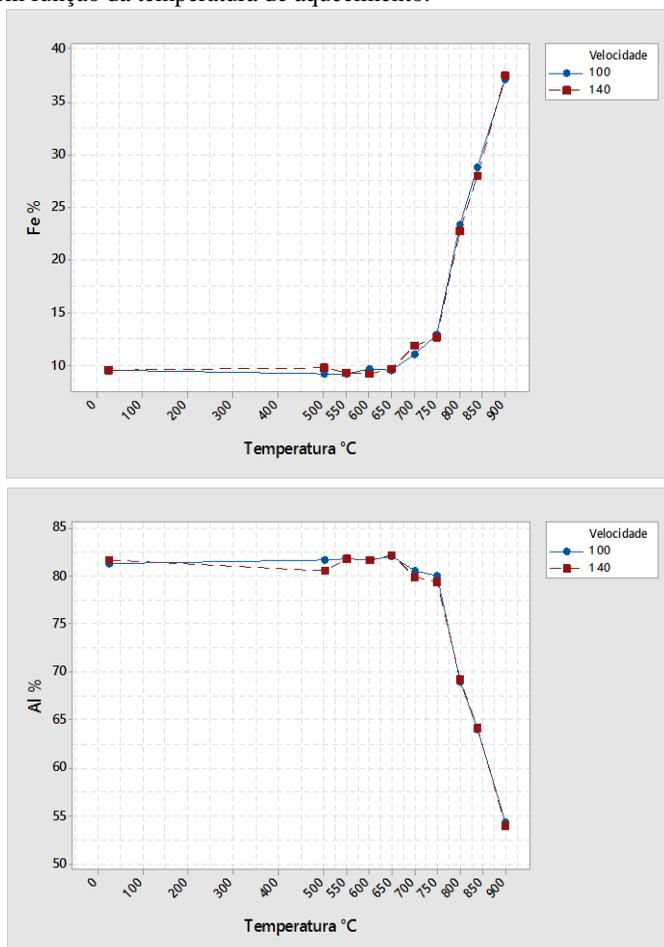
<b>Identificação</b>	<b>Temperatura de Aquecimento (°C)</b>	<b>Fe %</b>	<b>Al %</b>	<b>Si %</b>
N 0	Temp. ambiente - 25	9,52	81,3	9,18
N 500	500	9,19	81,59	9,22
N 550	550	9,15	81,77	9,08
N 600	600	9,65	81,64	9,71
N 650	650	9,48	82,06	8,81
N 700	700	11,07	80,49	8,45
N 750	750	12,87	80,02	7,1
N 800	800	23,36	68,95	7,68
N 840	850	28,8	63,98	7,22
N 900	<b>900</b>	<b>37,21</b>	<b>54,32</b>	<b>8,47</b>
<b>Identificação</b>	<b>Temperatura de Aquecimento (°C)</b>	<b>Fe %</b>	<b>Al %</b>	<b>Si %</b>
I 0	Temp. ambiente - 25	9,48	81,6	8,92
I 500	500	9,81	80,52	9,66
I 550	550	9,25	81,74	9,01
I 600	600	9,22	81,69	9,09
I 650	650	9,65	82,2	8,75
I 700	700	11,9	79,85	8,25
I 750	750	12,62	79,31	8,07
I 800	800	22,84	69,21	7,95
I 840	850	28,02	64,2	7,78
I 900	<b>900</b>	<b>37,58</b>	<b>53,98</b>	<b>8,43</b>

De acordo com os resultados obtidos, de forma geral, foi possível verificar a existência de uma similaridade na fração de Fe-Al-Si entre as amostras testadas. Apesar de constatada a heterogeneidade da camada formada por  $\tau_5$  (velocidade 140m/min) a difusão do ferro do substrato não foi afetada durante o processo aquecimento no conjunto temperatura/tempo simulado. Deste modo pode-se afirmar que a irregularidade de formação da camada  $\tau_5$ , não apresentou influência direta quanto a difusão de ferro e formação das camadas ternárias Fe-Al-Si.

Para as amostras submetidas ao tratamento térmico de 500 até 650°C não foi possível observar modificações significativas nos teores

de Fe-Al-Si analisados. A partir da temperatura de 700°C variações nos teores dos elementos analisados foram notadas com maior intensidade, apresentando assim uma forte dependência da temperatura. Conforme mostrado na figura 4.30, com o aumento da temperatura a porcentagem de ferro presente na camada de revestimento aumenta, desta forma a porcentagem do de alumínio presente é reduzida.

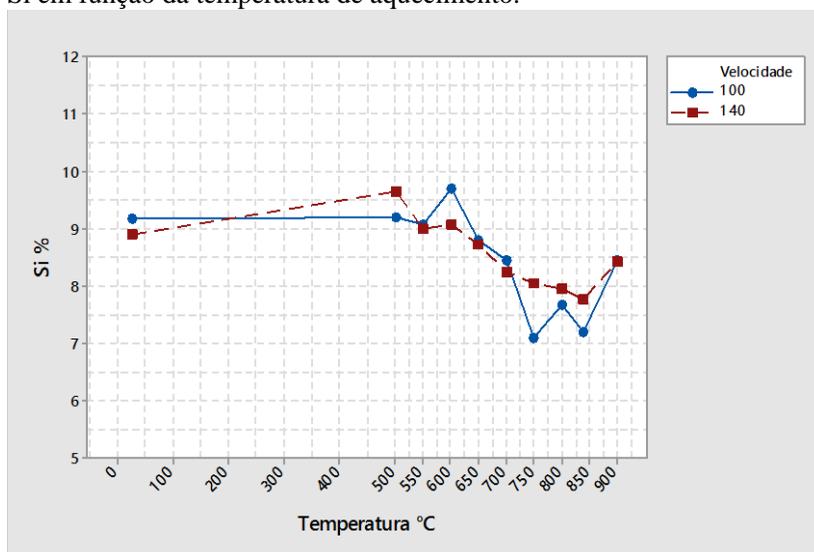
Figura 4.30 - Variação do teor de ferro e alumínio na camada de revestimento Al-Si em função da temperatura de aquecimento.



Para o silício, a variação do teor em função das temperaturas simuladas foi observada com menor intensidade, sendo a sua

concentração reduzida de forma mais gradativa a partir da temperatura de 700°C. Esta observação está de acordo com os estudos realizados por Maitra and Gupta (2003) que afirmam que a solubilidade do Si na fase intermetálica de  $Fe_2Al_5$  é fortemente influenciada pela temperatura, sendo que as formações de fases ternárias ou binárias em combinação com o Fe e ou Al ocorre em sua maior parte em temperaturas elevadas. Eggeler et al (1986) afirmam que o silício exerce uma grande influência na formação de fases ricas em ferro e alumínio inibindo o crescimento da fase  $Al_5Fe_2$ . A variação da fração de silício em função da temperatura de aquecimento é apresentada na figura 4.31.

Figura 4.31 - Variação do teor de silício na camada de revestimento Al-Si em função da temperatura de aquecimento.



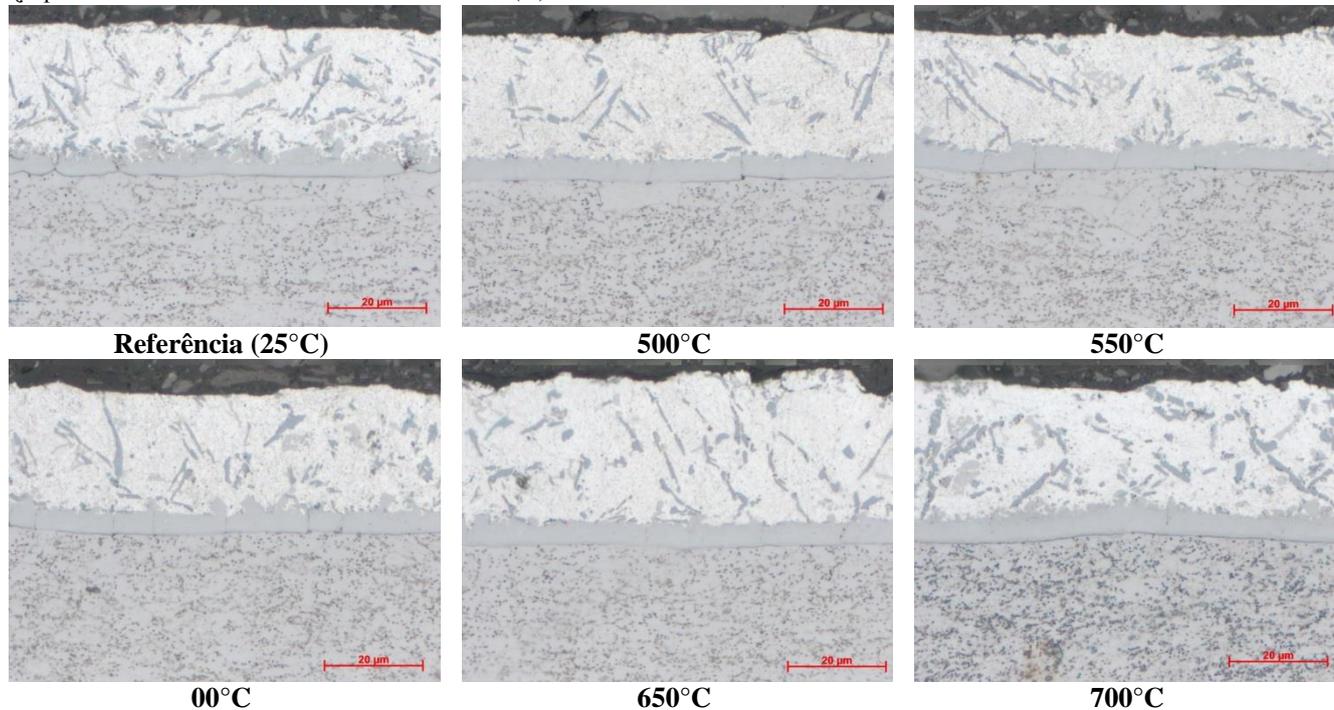
Com o objetivo de evidenciar o efeito da temperatura do tratamento térmico na formação e crescimento da camada intermetálica, as amostras tratadas anteriormente foram analisadas através de microscopia ótica. Desta forma foi possível mensurar a espessura das camadas intermetálica e  $\tau_5$ , bem como a camada total de revestimento para as diferentes temperaturas simuladas. A influência da temperatura de aquecimento durante a estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e  $\tau_5$  ao longo do revestimento pela difusão do ferro pode ser observada nas figuras 4.32 e 4.33 para as velocidades de 100m/min (N) e 140m/min (I) respectivamente.

O crescimento das camadas intermetálica e  $\gamma_5$ , bem como o crescimento da camada total do revestimento acontece de forma gradativa com o aumento da temperatura de aquecimento utilizada. Para aquecimento até  $700^\circ\text{C}$ , o crescimento das camadas de revestimento acontece em menor intensidade, sendo acelerado a partir de  $800^\circ\text{C}$ . O crescimento das camadas foi observado de forma similar para os dois conjuntos de amostras analisadas, (N-  $100\text{m}/\text{min}$  e I-  $140\text{m}/\text{min}$ ), conforme apresentado na tabela 4.28 e nas figuras 4.34 A (camada intermetálica +  $\gamma_5$ ) e 4.34 B (camada total de revestimento).

Tabela 4.28 - Análise da espessura da camada de revestimento para bobinas recozidas a 780°C em velocidade de 100 e 140 m/min tratadas termicamente em temperaturas de 500 a 900°C.

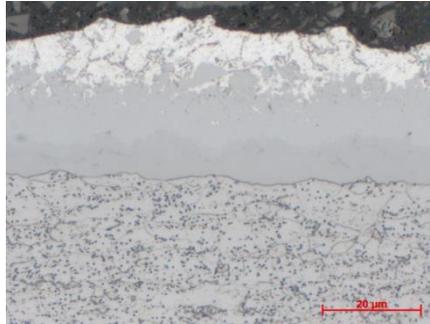
Temperatura de aquecimento °C	Velocidade processo 100m/min			Velocidade processo 140m/min		
	Identificação	Intermetálica + T5 (µm)	Camada Total (µm)	Identificação	Intermetálica + T5 (µm)	Camada Total (µm)
Ambiente -25	N0	4,0	27,4	I0	3,4	26,4
500	N500	4,3	27,8	I500	4,4	27,2
550	N550	4,9	28,2	I550	4,5	28,3
600	N600	4,8	28,9	I600	4,6	29,2
650	N650	5,0	32,8	I650	5,3	32,7
700	N700	6,2	33,6	I700	5,9	33,2
750	N750	7,5	33,8	I750	7,1	33,7
800	N800	20,2	34,6	I800	19,1	34,2
850	N850	20,3	34,8	I850	21,2	34,8
900	N900	34,1	41,2	I900	32,9	40,9

Figura 4.32 - Influência da temperatura de aquecimento durante estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e  $\gamma_5$  para amostras recozidas a 780°C e 100m/min (N).

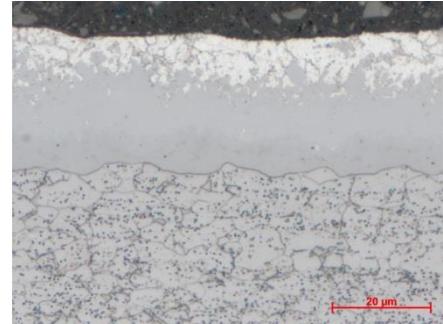




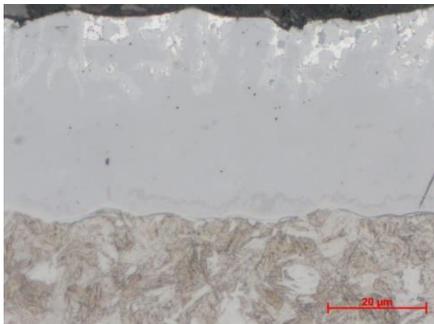
750°C



800°C

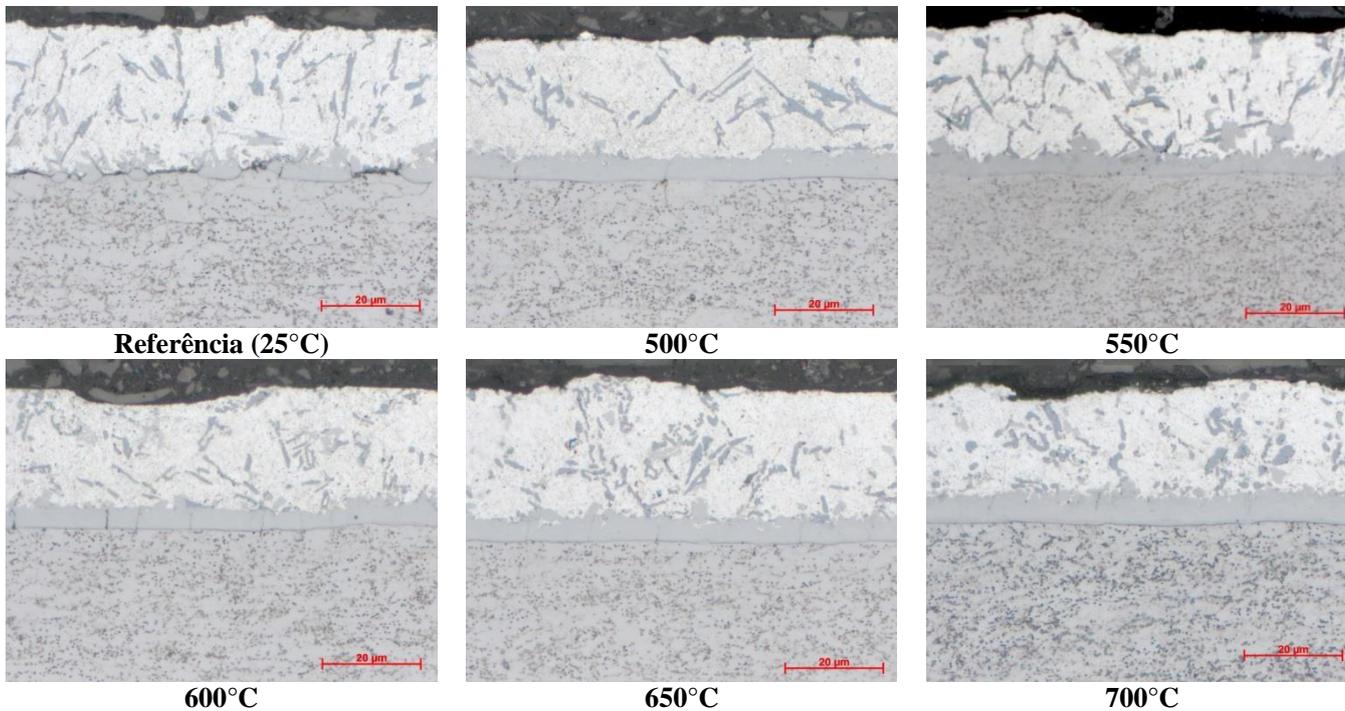


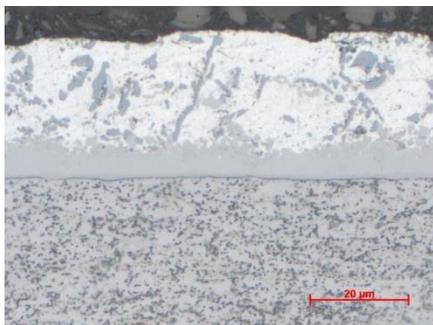
850°C



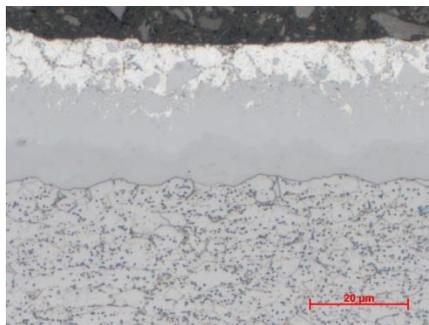
900°C

Figura 4.33 - Influência da temperatura de aquecimento durante estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e  $\tau_5$  para amostras recozidas a 780°C e 140m/min (I).

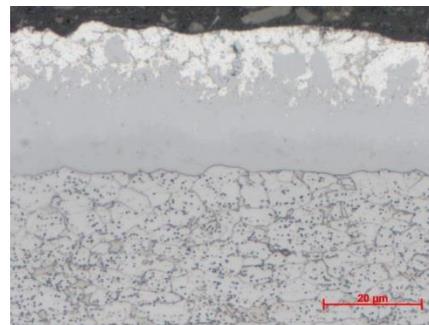




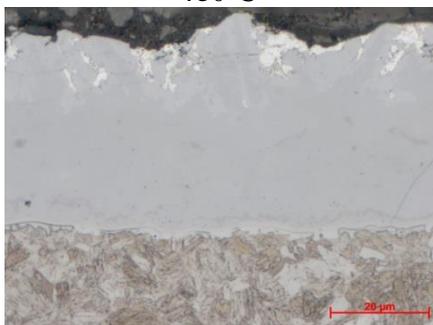
**750°C**



**800°C**

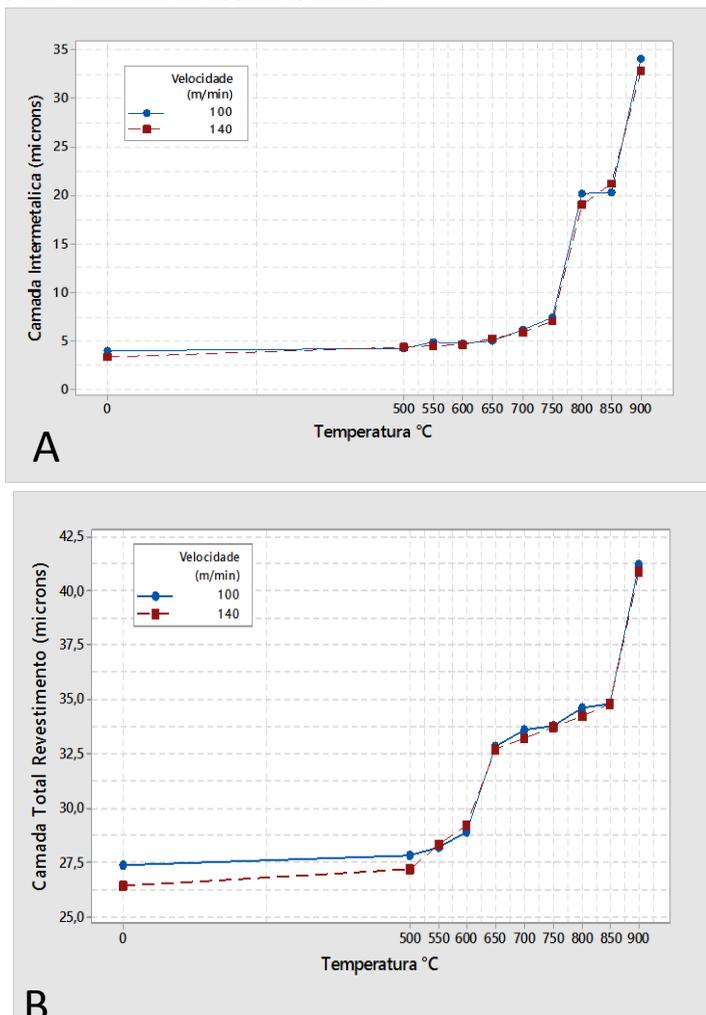


**850°C**



**900°C**

Figura 4.34 - Influência da temperatura de aquecimento durante a estampagem a quente no crescimento das camadas intermetálica e  $\Gamma_5$  (A) e crescimento da camada total do revestimento Al-Si (B) em amostras de bobinas recozidas a 780°C em velocidade de 100 e 140 m/min.

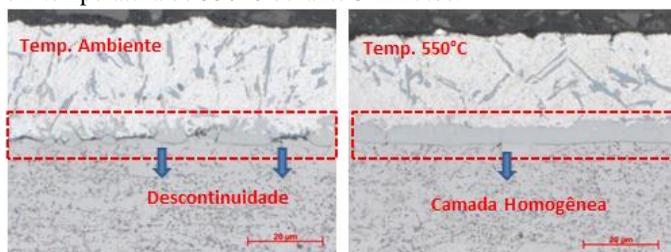


Para a velocidade de processo de 140m/min foi observado que a camada  $\Gamma_5$  apresentava descontinuidade ao longo do comprimento em amostras coletadas na saída da linha de galvanização (amostra referência).

Conforme explicado anteriormente, esta descontinuidade de formação foi atribuída à taxa de resfriamento elevada que inibiu o crescimento de forma homogênea. Porém ao submeter às amostras a diferentes temperaturas, simulando a etapa de aquecimento durante a estampagem a quente, constatou-se que a camada  $\Gamma_5$  anteriormente composta por regiões descontínuas passou a possuir uma forma compacta e homogênea. Mesmo para temperaturas baixas como 500°C, conforme figura 4.35.

Este efeito pode ser atribuído à aceleração da difusão do ferro ao longo das regiões anteriormente falhas, pois devido a sua menor espessura o ferro tende a difundir de forma mais rápida para o interior da camada do revestimento Al-Si do que o seu crescimento propriamente dito. Conforme estudado por Windman et al. (2013), o crescimento da camada  $Al_xFe_y$  depende principalmente do potencial químico de alumínio e silício presente nos revestimento bem como dos coeficientes de difusão desses elementos nas fases já transformadas próximas a interface substrato/revestimento. Deste modo a formação da fase  $Al_5Fe_2$  pode ser acelerada quando se diminui os caminhos de difusão do ferro. O crescimento da camada de revestimento é atribuído principalmente a difusão do ferro em direção ao revestimento ao mesmo tempo em que tem-se a difusão do alumínio em direção ao substrato, formando assim ligas binárias ou ternárias com o silício aumentando assim o seu volume.

Figura 4.35 - Crescimento homogêneo da camada  $\Gamma_5$  após tratamento térmico em temperatura de 550°C durante 3 minutos.

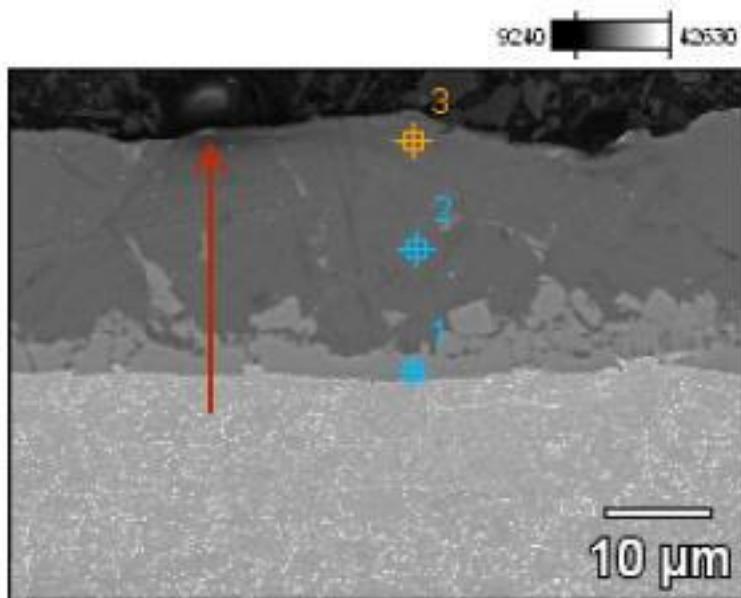


#### 4.6 ANÁLISE DO TEOR DE FERRO AO LONGO DA ESPESSURA DA CAMADA DE REVESTIMENTO

Análises por EDS determinaram de forma qualitativa a presença de ferro ao longo da camada de revestimento para as temperaturas de aquecimento simuladas. Foram determinados três pontos ao longo da espessura da camada de revestimento, ponto 1 concentrado na fase  $\Gamma_5$ ,

fase esta inicialmente rica em ferro. Ponto 2 localizado em uma região central do revestimento, região rica em Al. E o ponto 3 situado na extremidade do revestimento, conforme representado na figura 4.36, onde o caminho de difusão do ferro é representado por uma seta vermelha.

Figura 4.36 - Pontos de análise por MEV-EDS para determinação do teor de ferro na camada de revestimento Al-Si.



Os resultados obtidos mostraram que o teor de ferro presente nas camadas intermetálicas e  $\tau_5$  (ponto 1) aumenta de forma gradativa com o aumento da temperatura de aquecimento, sendo mais pronunciado para temperaturas mais elevadas. Observou-se que o crescimento do teor de ferro na camada intermetálica (ponto1) apresenta um crescimento uniforme entre as temperaturas de 500°C a 800°C, tendo crescimento mais significativo para as temperaturas de 850 e 900°C.

Porém na faixa central da camada de revestimento Al-Si (ponto 2), o teor de ferro presente não apresentou modificações significativas entre o intervalo de temperatura analisado:

- Entre 25 e 500°C: A concentração de Fe passa de valores inferiores a 1% para aproximadamente 35%.

- Entre 500 e 850°C: A concentração de Fe é praticamente mantida em valores próximos a 35%.
- A 900°C: Ocorre um ligeiro aumento na concentração de Fe, o valor encontrado é de aproximadamente 40%.

Ao se analisar o ponto 3, superfície do revestimento, observou-se que somente na temperatura de 900°C foi possível evidenciar a presença de Fe.

Conforme esperado, devido à formação irregular da camada intermetálica e  $\Upsilon_5$  para amostras da bobina produzida a 140m/min, o teor de ferro obtido foi ligeiramente inferior ao valor observado para as amostras de 100m/min, conforme apresentado nas figuras 4.37 e 4.38.

Figura 4.37 - Variação do teor de ferro (ponto1) em função da temperatura de aquecimento para amostras de bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 100 e 140m/min.

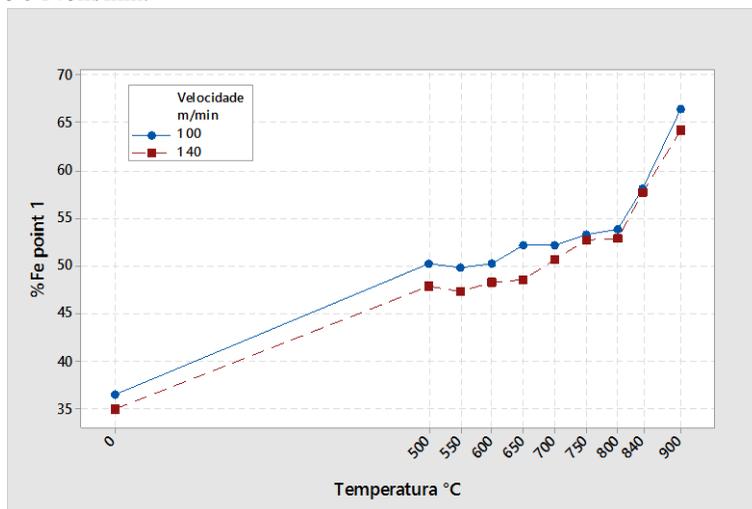
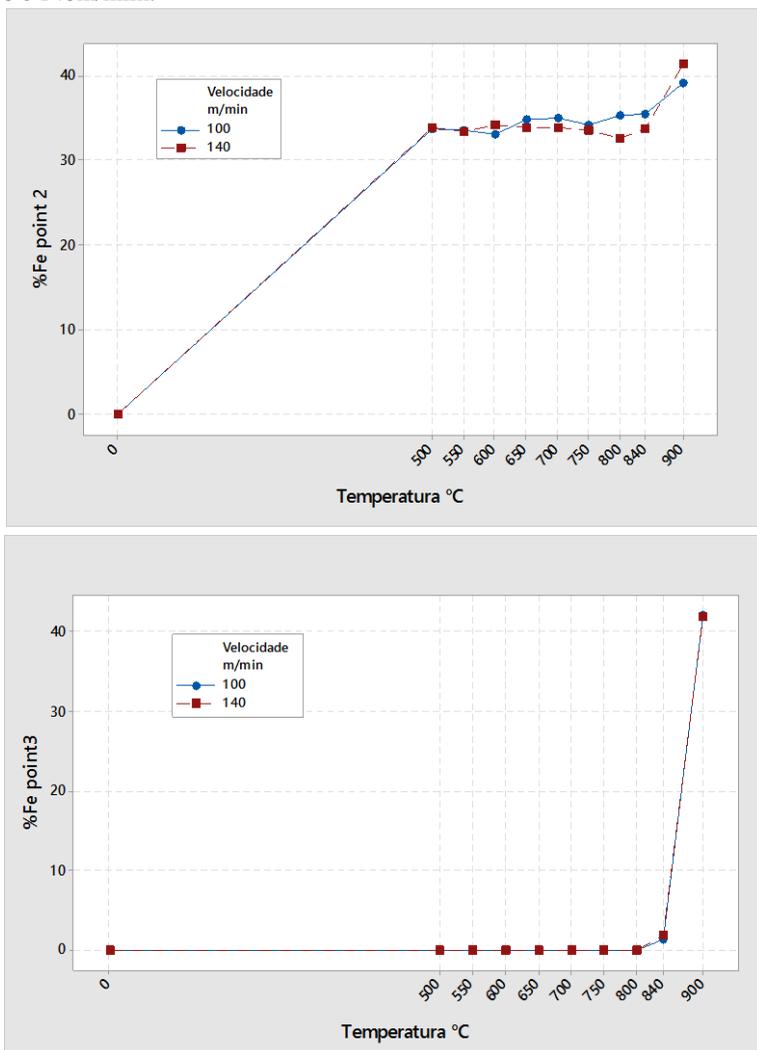


Figura 4.38 - Variação do teor de ferro (ponto2 e 3) em função da temperatura de aquecimento para amostras de bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 100 e 140m/mim.



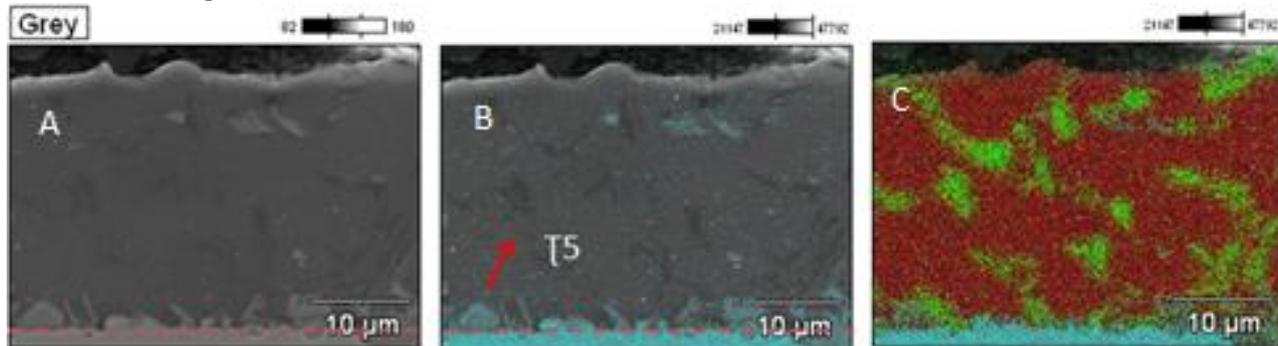
Segundo Windmann et al (2014) o enriquecimento de ferro ao longo do aquecimento e austenitização pode ser explicado pela difusão do ferro em direção a superfície da camada de revestimento. Sendo fases do tipo Al-Fe formadas principalmente na camada intermetálica devido

à interface com o substrato, crescendo em direção ao revestimento. Fases do tipo Al-Fe são formadas a partir de  $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$  presente no centro da camada de revestimento. A transformação da fase  $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$  em Al-Fe pode ser atribuída à diminuição do teor de silício que difunde em direção à superfície do revestimento para a formação de óxidos ricos em silício.

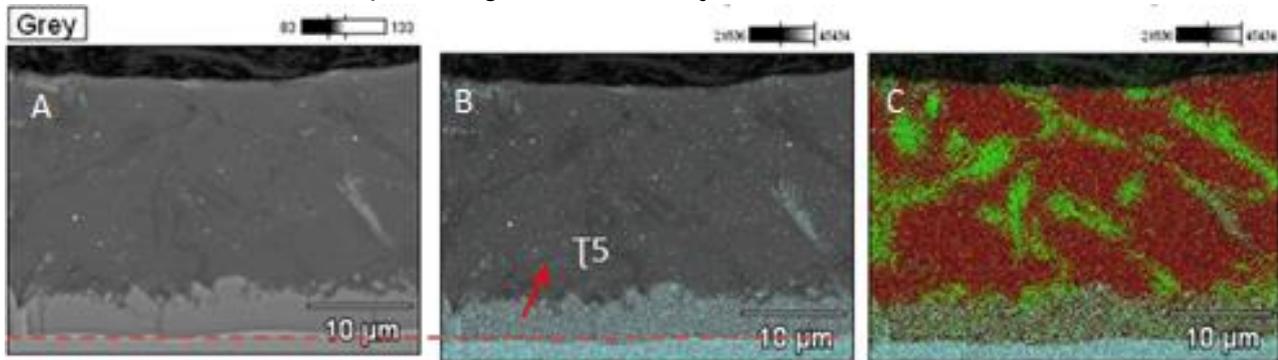
Através de análises complementares como mapeamento por EDS, foi possível observar a distribuição e difusão de ferro ao longo da camada de revestimento para as temperaturas de aquecimento simuladas. Conforme discutido anteriormente, para as amostras de bobinas produzidas na velocidade de 140m/min, a camada  $\tau_5$  cresceu irregularmente. Na figura 4.39 é possível observar a formação irregular da camada  $\tau_5$  para a velocidade 140m/min (I) e uma formação homogênea para a velocidade de 100m/min (II) respectivamente, através das imagens obtidas por MEV (A). As imagens B e C presentes na figura 4.39 são referentes às análises realizadas por EDS para evidenciar a presença de ferro (cor azul), alumínio (vermelho) e silício (verde) presentes na camada de revestimento. A linha pontilhada em vermelho refere-se à separação entre a camada de revestimento e o substrato.

Ao analisar o revestimento Al-Si após tratamento térmico a 500°C foi observado que o crescimento da camada  $\tau_5$  para as duas amostras (velocidade de 100 e 140m/min) apresentaram crescimento similar, figura 4.40 . Conforme discutido anteriormente, este efeito é devido à difusão do ferro na formação da fase  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  (WINDMAN et al., 2013).

Figura 4.39 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por MEV (A) e EDS evidenciando a presença de ferro (B) e de alumínio e silício (C) para amostras de Referência. Bobinas recozidas a 780°C nas velocidades de 140 (I) e 100 m/min (II).

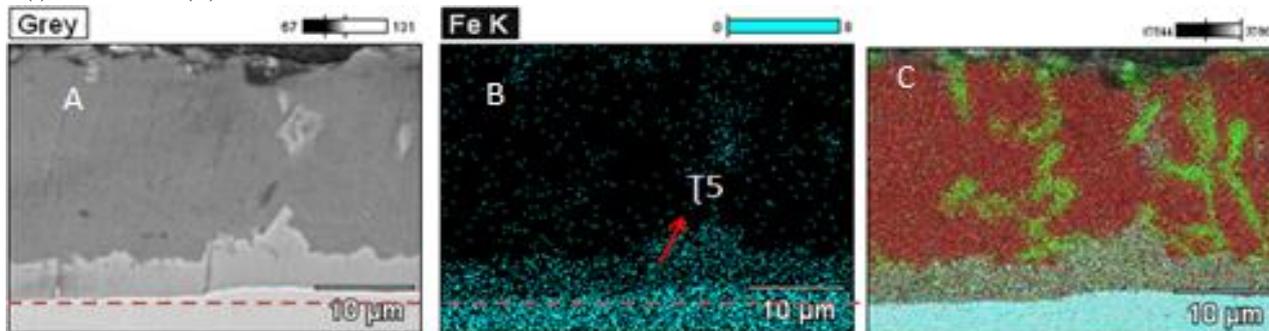


I - Velocidade 140m/min – Formação heterogênea da camada  $\tau_5$ . Amostra referência

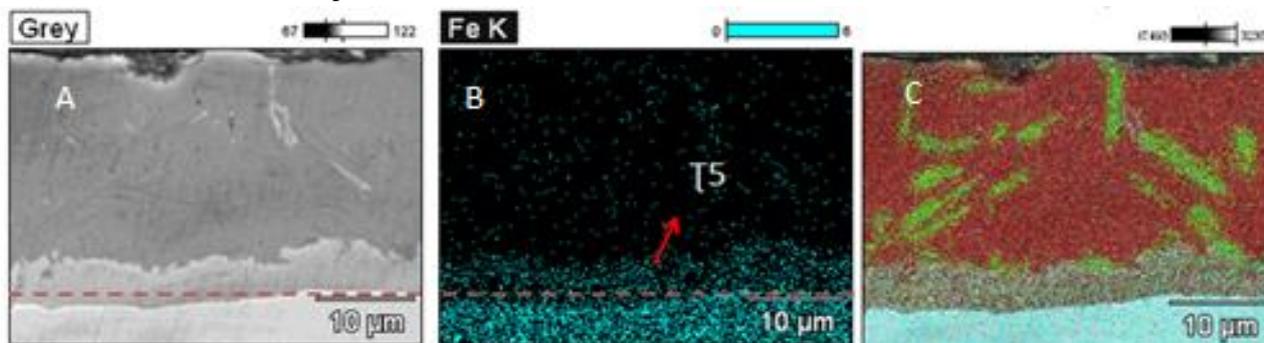


II - Velocidade 100m/min – Formação Homogênea da camada  $\tau_5$ . Amostra referência

Figura 4.40 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por MEV (A) e EDS evidenciando a presença de ferro (B) e de alumínio e silício (C) para amostras tratadas termicamente a 500°C. Bobinas recozidas a temperatura de 780°C nas velocidades de 140 (I) e 100m/min (II).



I - Velocidade 140m/min - Temperatura 500°C



II - Velocidade 100m/min – Temperatura 500°C

Conforme os resultados apresentados na tabela 4.27, para as temperaturas utilizadas de 500 a 750°C o crescimento das camadas intermetálicas e  $\Gamma_5$  ocorreu de forma gradativa, e a partir da temperatura de 800°C o crescimento foi acelerado. Os resultados obtidos por mapeamento por EDS para as temperaturas de 750, 800, 850 e 900°C são apresentados nas figuras 4.41 e 4.42 para as velocidades de 100m/min e 140m/min, respectivamente.

As análises evidenciaram o crescimento das camadas ricas em ferro ao longo da espessura de revestimento. Esse crescimento foi devido a difusão do ferro (representado pela cor azul) do substrato e das camadas intermetálicas e  $\Gamma_5$ . Houve ainda a formação de novas fases associadas com o Alumínio (vermelho) e o Silício (verde) presentes na camada de revestimento. Para a temperatura de 900°C foi possível observar a presença de ferro em quase toda a camada de revestimento, bem como a sua presença na superfície do revestimento.

As imagens A até D representam a difusão de ferro e formação de fases ternárias Al-Fe-Si para amostras tratadas termicamente de 750 á 900°C analisadas por EDS. As imagens E a H evidenciam apenas a difusão de ferro ao longo da camada de revestimento.

Figura 4.41 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por EDS para amostras de bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100m/min tratadas termicamente a 750, 800, 850 e 900°C.

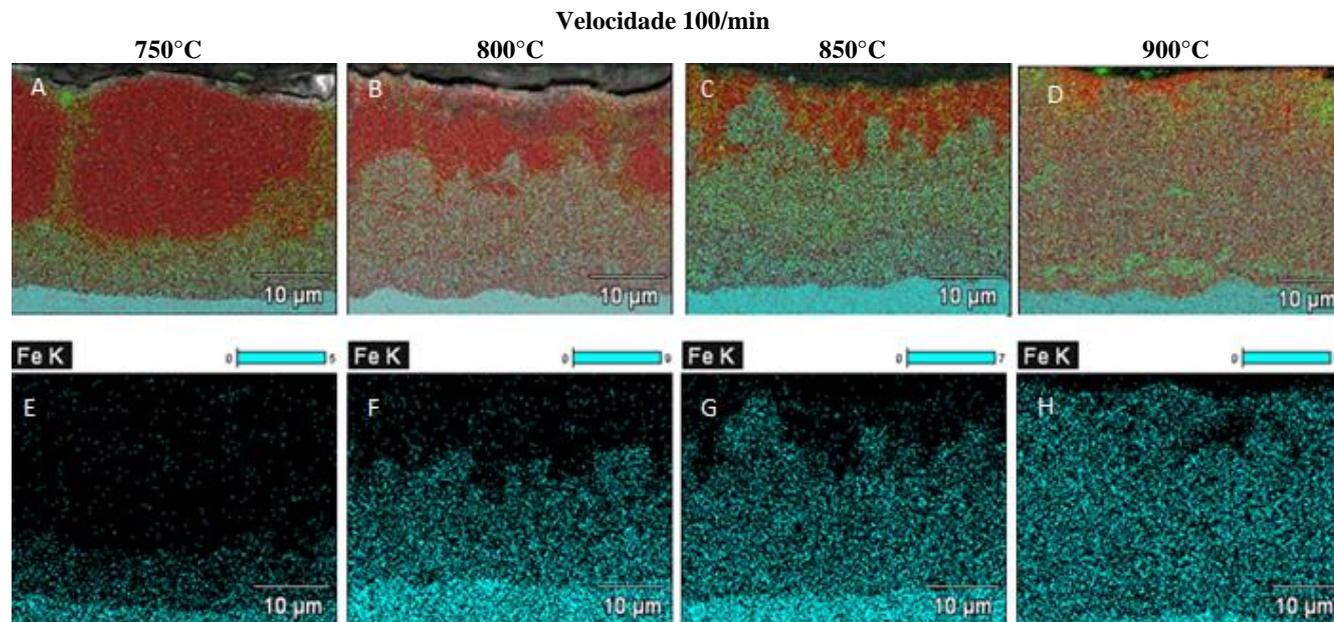
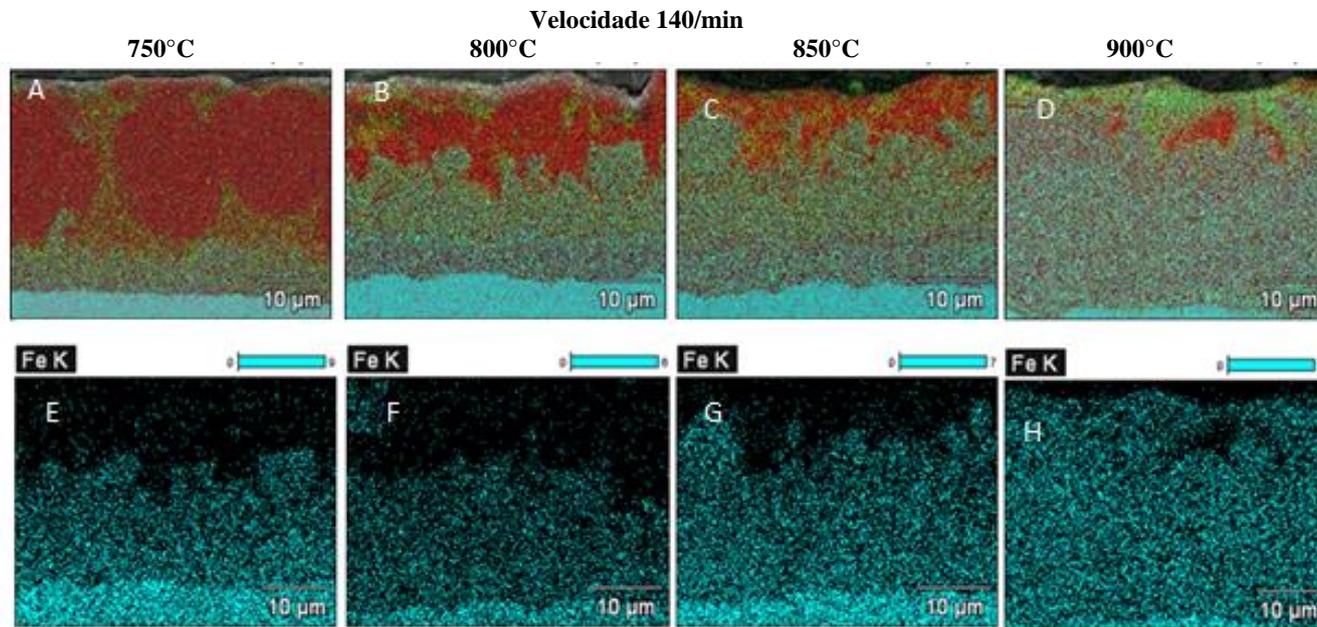


Figura 4.42 - Mapeamento da camada de revestimento Al-Si por EDS para amostras de bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140m/min tratadas termicamente a 750, 800, 850 e 900°C.



De forma complementar, foram realizadas análises por EDS e GDOS para as duas velocidades de processo testadas (100 e 140m/min). As análises foram realizadas para as amostras sem tratamento térmico (referência) e após tratamento nas temperaturas de 500, 750, 800, 850 e 900°C, figuras 4.43 a 4.46. As imagens A-B-C referem às curvas dos elementos Fe, Al e Si obtidas por GDOS, evidenciando, de forma qualitativa, o aumento do teor de ferro através das camadas de revestimento até as regiões mais próximas a superfície, bem como a diminuição da concentração de alumínio. para as amostras submetidas ao tratamento térmico. Os elementos Al, Si e Fe estão representados pelas curvas nas cores laranja, verde e vermelha respectivamente.

Na amostra referência (sem tratamento térmico), a maior concentração de ferro é observada na região próxima ao substrato delimitada pelas linhas tracejadas em vermelho e laranja. As linhas tracejadas em vermelho correspondem à separação entre o substrato e a camada de revestimento Al-Si e as linhas em laranja correspondem à separação entre as zona2 (rica em ferro) e a zona1 (rica em Al). Com o aumento da temperatura é possível notar um distanciamento entre as linhas tracejadas, representando assim a difusão do ferro entre as camadas do revestimento Al-Si.

Conforme discutido anteriormente, a difusão do ferro é observada de forma mais acentuada para temperaturas acima de 800°C. A 900°C o ferro é observado em quase totalidade da camada do revestimento, bem como em sua superfície. O crescimento da camada de  $Al_xFe_y$  apresenta uma forte dependência do potencial químico de alumínio e silício presente nos revestimentos, bem como sobre os coeficientes de difusão desses elementos nas fases já transformadas próximas a interface substrato/revestimento .

O crescimento da espessura da camada de revestimento ao longo dos tratamentos térmicos empregados também foi evidenciado nas análises por GDOS. Este crescimento está de acordo com as análises realizadas por microscopia ótica anteriormente. O crescimento da camada de revestimento é atribuído principalmente à difusão do ferro no sentido substrato – revestimento ao mesmo tempo em que ocorre a difusão do alumínio em direção ao substrato. A formação de ligas binárias ou ternárias ricas em Fe ou Al em combinação com o silício promovem o aumento do volume da camada de revestimento.

Figura 4.43 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras de referência e tratadas termicamente nas temperaturas de 500 e 750°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100 m/min.

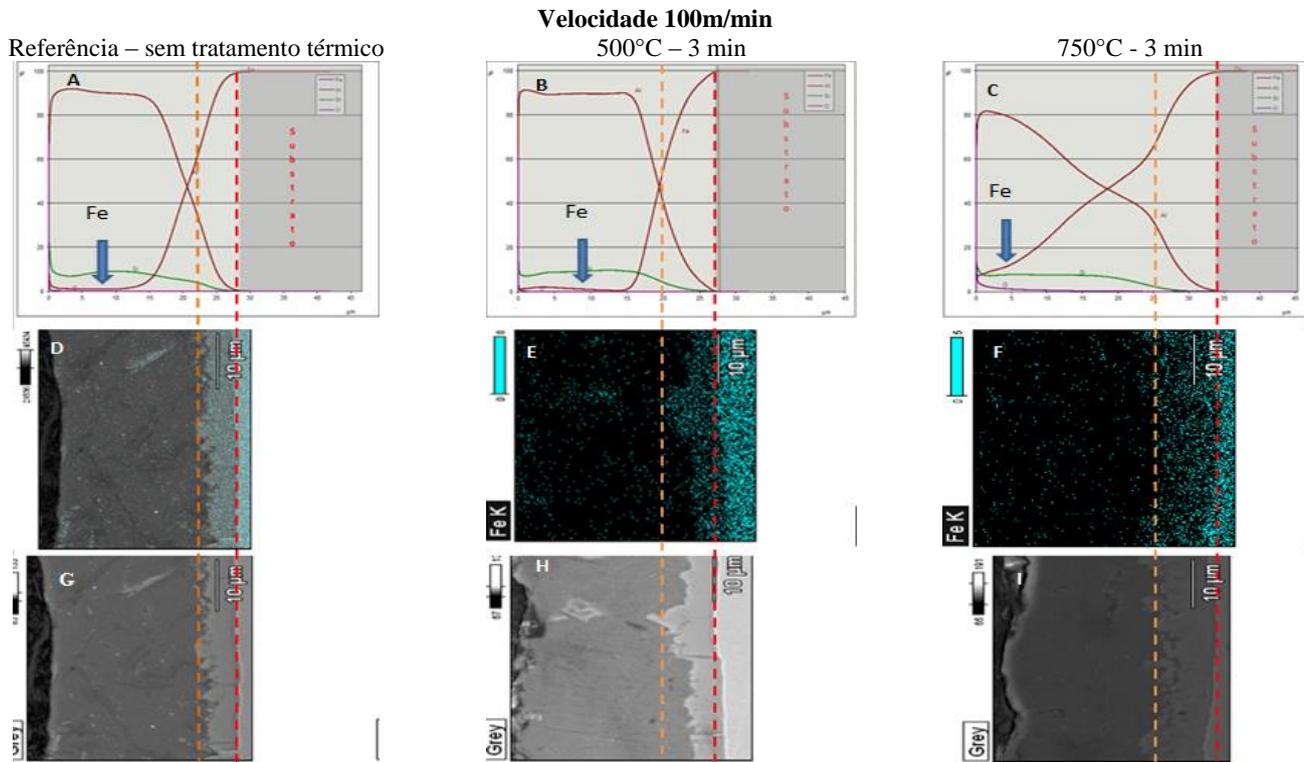


Figura 4.44 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 850 e 900°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 100 m/min.

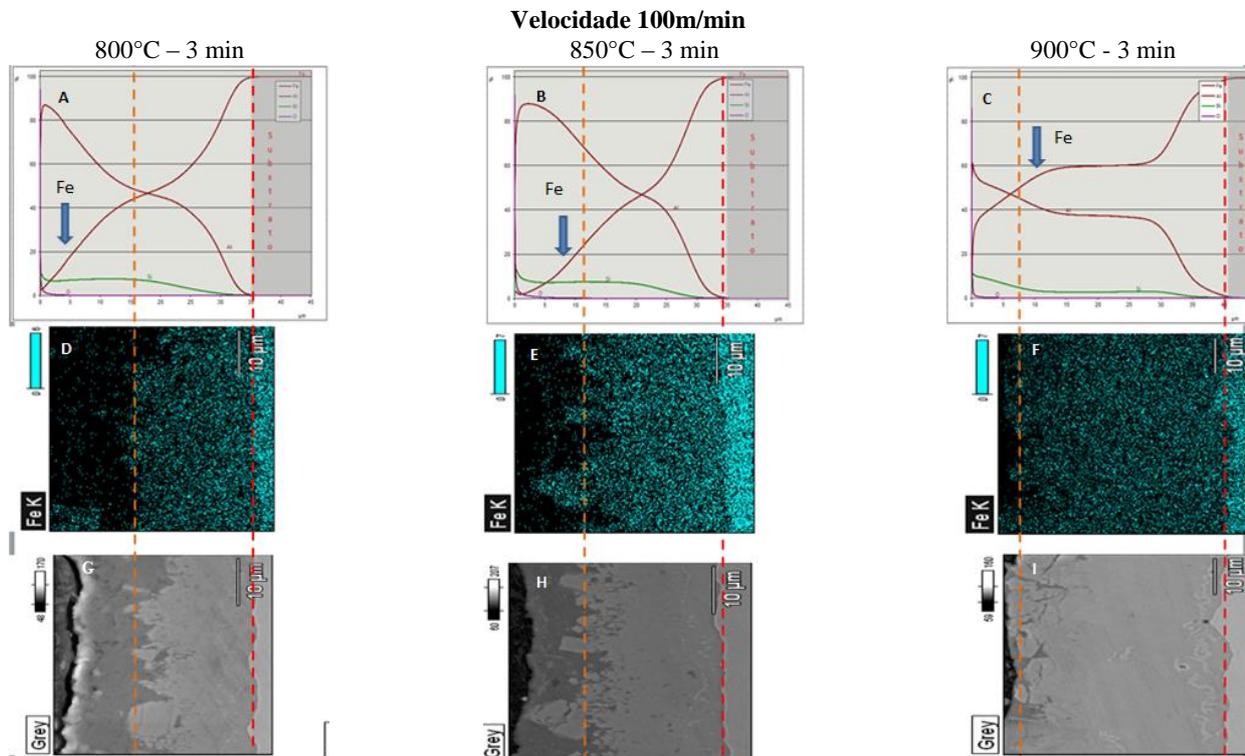


Figura 4.45 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras de referência e tratadas termicamente nas temperaturas de 500 e 750°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140 m/min.

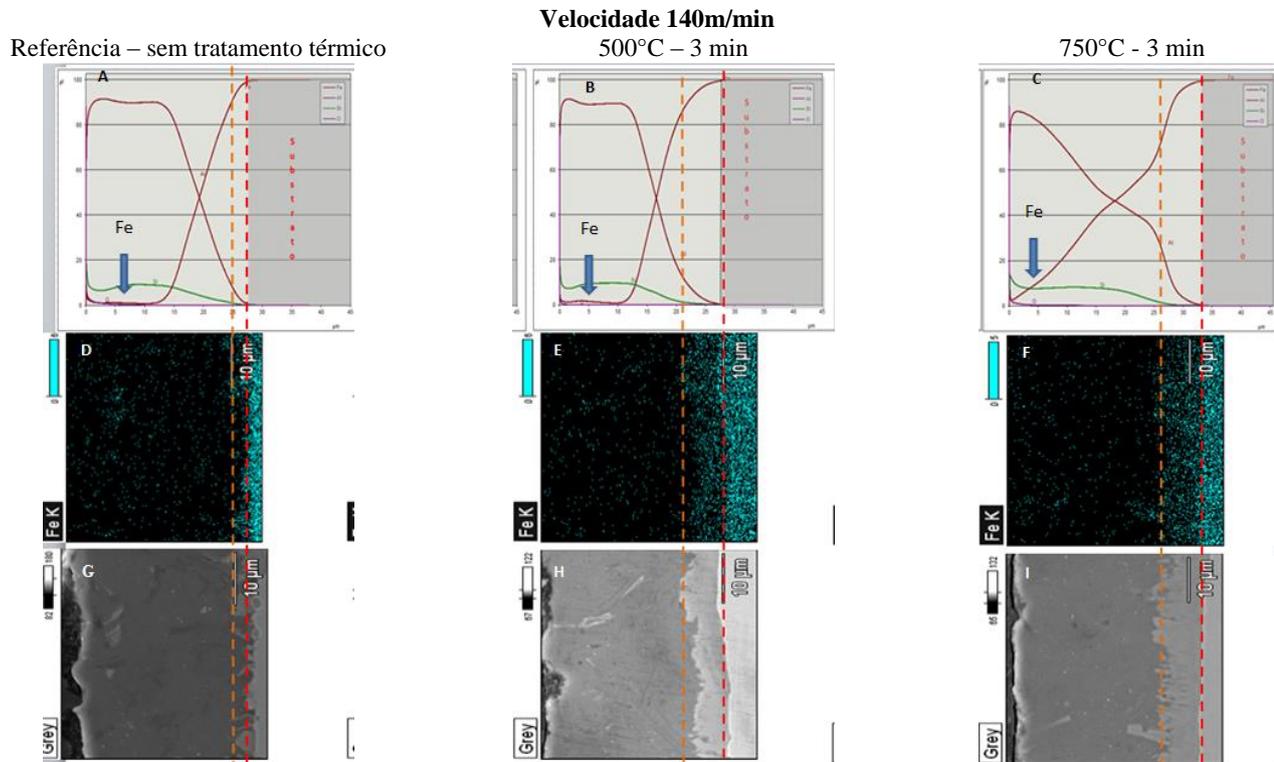
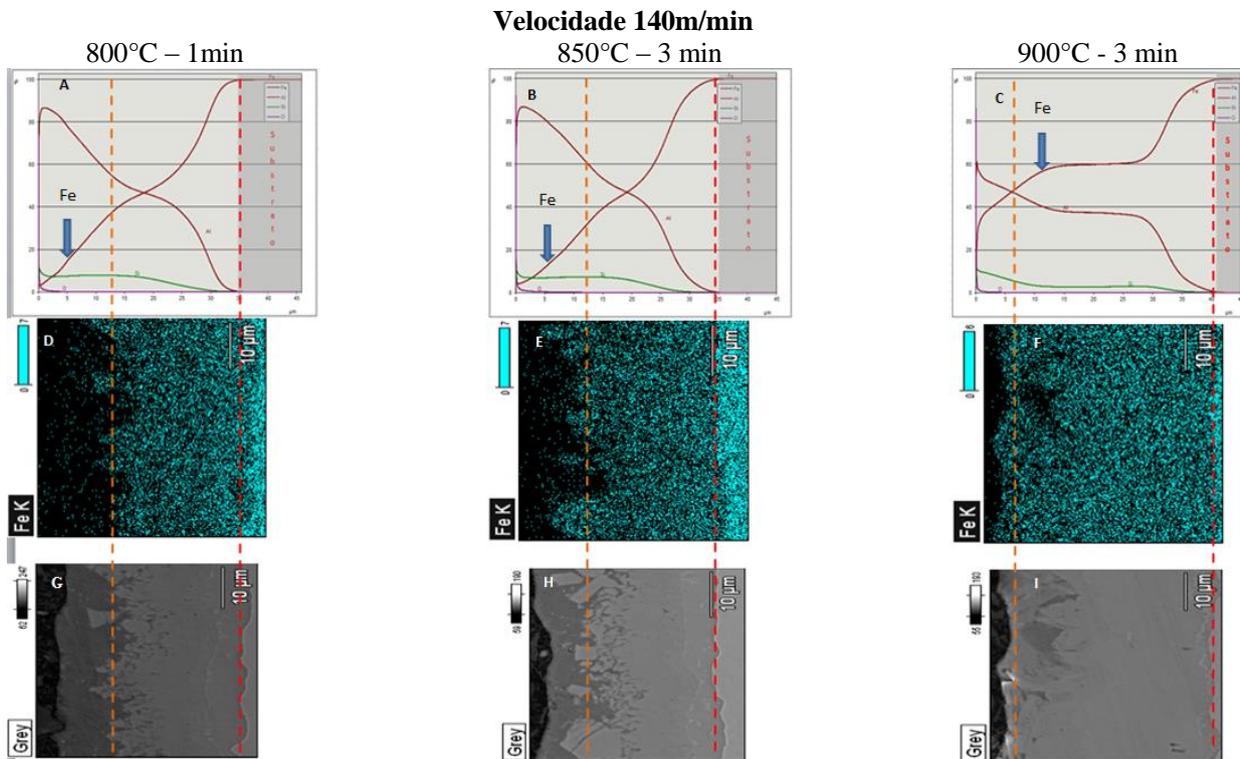


Figura 4.46 - Mapeamento por GDOS (A-B-C), EDS do elemento Fe (D- E- F) e análises metalográficas por MEV (G-H-I) das amostras tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 850 e 900°C. Bobinas recozidas a 780°C com velocidade de 140 m/min.





## 5. CONCLUSÃO

Os valores das temperaturas de transformação para o aço 22MnB5 obtidas por simulação por dilatométrica apresentaram-se próximos aos valores calculados pelas equações utilizadas neste estudo. Da mesma forma, os valores de microdureza encontrados por dilatométrica tanto para análise do efeito da temperatura de recozimento quanto para efeito da velocidade de processo foram consideradas similares (através de análises estatísticas).

Os resultados de propriedades mecânicas obtidos para as duas temperaturas de recozimento testadas (750 e 780°C a velocidade de 100m/min) mostraram que existe uma homogeneidade de comportamento mecânico ao longo do comprimento das bobinas analisadas. Para bobinas recozidas na temperatura de 780°C as propriedades mecânicas mais elevadas do que as obtidas para bobinas recozidas na temperatura de 750°C. A variação de resultados está diretamente ligada à presença de perlita mais refinada para amostras recozidas a 780°C.

As análises realizadas na camada de revestimento mostraram que, independente das temperaturas de recozimento praticadas, não ocorreram alterações quanto a sua morfologia e crescimento.

Os valores de propriedades mecânicas obtidas para os dois perfis térmicos de resfriamento testados foram similares, independente da temperatura de recozimento utilizada. Não foram observadas modificações na microestrutura ou nas fases presentes nas amostras após serem submetidas aos dois diferentes perfis de resfriamento, nem alterações na morfologia da camada de revestimento empregada.

Ao se comparar os resultados obtidos entre as três velocidades de processo testadas para a temperatura de recozimento de 780°C, identificou-se que bobinas produzidas a velocidade de 140m/min apresentaram os valores de propriedades mecânicas ligeiramente superiores aos valores obtidos para as velocidades de 60 e 100m/min. A diferença encontrada foi relacionada à presença de bainita na microestrutura das amostras produzidas na velocidade de 140m/min. Efeito causado pela taxa de resfriamento mais elevada, quando comparada as demais.

As bobinas produzidas a 140m/min apresentaram camada de revestimento irregular quanto à formação da camada  $\tau_5$ , camada intermediária entre a camada intermetálica e o revestimento rica em Alumínio e Silício. A não homogeneidade no crescimento da camada  $\tau_5$  foi atribuída à taxa de resfriamento mais elevada na qual o revestimento

foi submetido, reduzindo assim a difusão de ferro e a formação de uma camada compacta de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5 + \text{FeAl}$ . Porém após tratamentos térmicos realizados em diferentes temperaturas constatou-se que a camada T5, rica em ferro foi formada normalmente, não afetando assim as características finais do revestimento Al-Si empregado.

Para todos os testes industriais realizados os valores de propriedades mecânicas obtidos estão de acordo com as exigências de especificações técnicas e comerciais relacionadas ao Usibor.

De forma geral pode-se afirmar que para todos os ciclos de recozimento e estratégias de resfriamento analisados obteve-se em uma microestrutura composta por ferrita e perlita ao final do processo industrial. Porém, na velocidade de 140m/min foi observada a presença de fração volumétrica de fases mais resistentes, bainita, na microestrutura final.

Deste modo, a estratégia de resfriamento e ciclo de recozimento que deve ser adotada é o resfriamento padrão com temperatura de recozimento de 750°C. Sendo a velocidade de processo limitada ao máximo de 140m/min. Pois, mesmo em velocidade de 140m/min, a fração volumétrica de austenita ao final da zona de resfriamento se manteve em porcentagens baixas. A presença de bainita na microestrutura final, após recozimento e deposição de revestimento pode ser considerada como dentro de variações aceitáveis no processo.

## **6. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS**

Realizar simulações térmicas variando o tempo de equalização em diferentes temperaturas de aquecimento e austenitização, visando compreender e descrever o comportamento do revestimento e a formação das fases intermetálicas ternárias e binárias ao longo do processo de estampagem a quente.

Utilizar técnicas mais sofisticadas de caracterização, como Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) a fim de identificar as fases binárias e ternárias formadas principalmente pela difusão do ferro e alumínio ao longo do tempo de equalização em temperaturas de aquecimento e austenitização.



## REFERÊNCIAS

- ÅKERSTRÖM, P.; OLDENBURG. M. **Austenite decomposition during press hardening of a boron steel** – Computer simulation and test. Journal of Materials Processing Technology, v.174, p.399-406, 2006.
- ASGARI, S. A.; PEREIRA, M.; ROLFE, B. F.; DINGLE, M.; HODGSON, P. D., **Statistical analysis of finite element modeling in sheet metal forming and springback analysis**. Journal of Materials Processing Technology, 203., p. 129-136, 2008.
- ASM METALS HANDBOOK. **Welding Brazing and Soldering**. ASM International, vol. 6, 1993.
- BIAN, Jian; MOHRBACHER, Hardy. **Novel alloying for press hardening steels with better crash performance**. International Symposium on New Developments in Advanced High-Strength Sheet Steels, AIST, 2013.
- CALCAGNOTTO. M. et al., **On the Effect of Manganese on Grain Size Stability and Hardenability in Ultrafine-Grained Ferrite/Martensite Dual-Phase Steels**. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 43 (1) p.37 -46 , 2012
- CHANG, Y. et al. **Influence of hot press forming techniques on properties of vehicle high strength steels**. Journal of iron and steel research, International, v.18(5), p.59-63, 2011.
- CHENG, W.J., WANG, C.J., Appl. Surf. Sci. 257 (2011) 4637–4642.
- CHENG, W.J., WANG, C.J., Surf. Coat. Technol. 205 (2011) 4726–4731.
- CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos** .Associação Brasileira de Metais,1996
- DRILLET, P.; GRIGORIEVA, R. LEUILLIER, G. **Study of Cracks Propagation Inside the Steel on Press Hardening Steel Zinc Based Coatings**. Galvatech'11 Conference, 2011.
- EGGELER, G., AUER, W., KAESCHE, H, J. Mater. Sci. 21 (1986) 3348–3350.
- ERHARDT, R. ; BOKE, J. **Industrial application of hot sheet metal forming of high-Performance steel**, Kassel, Germany, p.83-88 , 2008.

**EUROCARBODY, 14th Global Car Body Benchmarking Conference in Bad Nauheim, Germany, 2012.**

FOUNTIN, R.W. ; CHIPMAN, J. **Solubility and precipitation of boron nitride in iron-Boron alloys**. The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, p. 2224-2232, 1962.

GARCIA-ARANDA, L. **Etude thermo-mécanique et modélisation numérique de l'emboutissage à chaud de l'USIBOR 1500P®**. Tese de doutorado. École des Mines de Paris, Paris, 191 p., 2004.

George, R., Bardelcik, A., Worswick, M.,. **Localized die temperature control for tailored properties in hot forming of boron steels — numerical study**. IDDRG, Golden, CO, USA, p.131–139. 2009

GORNI, A. A. **Engenharia Microestrutural das Chapas de Aços de Alta Resistência**. In: Conferência Nacional de Conformação de Chapas, 11., Outubro 2008,

GORNI, A. A. **Novas Tendências para o Processo de Estampagem a Quente**. Corte e Conformação de Metais, Junho 2010, 62-77.

GORNI, A. A.; XAVIER, M. D.; CHIVITES, B. D.; CAMPOS JR., M. D. **Desenvolvimento de Aços Microligados com Alta Resistência e Boa Ductilidade**. In: Congresso Anual da ABM. Anais... Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Vitória, p. 3269-3272, Julho 2007.

GRANCEE, R.A ; MITCHELL, J.B. Trans. Am. Soc. Met, (1961). Pag 53-157

GRIGORIEVA, R. ; DRILLET, P. **Study of phase transformation in the Al-Si coating during the austenitization step**. Relatório Interno. ArcelorMittal R&D, 2011.

GUPTA, S. P.; **Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system: Part1**, Materials characterization Vol. 49, p.269-291, 2003

HAN, F. et al., **Effect of molybdenum and chromium on hardenability of low carbon boron-added steels**, Metals and Materials International, 2008, Vol.14, N° 6, pp. 667-672.

HARA, T. et al., **Role of combined addition of niobium and boron and of molybdenum and boron on hardenability in Low Carbon Steels**, ISIJ International, 2004, Vol. 44, N° 8, pp 1431-1440.

HE ,X.L. ;CHU ,Y.Y. ;JONAS ,J.J. Acta Metall 37(1). P.147-16, 1989.

HE, L. et al. **Research on mechanical properties 22MnB5 steel quenching in a steel die.** Journal Shanghai Jiaotong University (Sci.), v.16, n.2, p.129-132, 2011.

HIRONAKA S.; TANAKA H.; MATSUMOTO T. **Effect of Si on Mechanical Property of Galvannealed Dual Phase Steel.** THERMEC 2009, Materials Science Forum, vol. 638-642, p. 3260-3265, 2010.

HUANG J.; POOLE W.J.; MILITZER M. **Austenite Formation during Intercritical Annealing.** Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 35A, p. 3363-3375, 2004.

HUMPREYS, F. J. and HATHERLY, M., **Recrystallization and related annealing phenomena**, Pergamon, 1995.

HUMPREYS, F. J., **A unified theory of recovery, Recrystallization and grain growth based on the stability and growth of cellular microstructures -The basic model.** Acta Materialia, 45(10), pp4231-4240, 1997

IWAMA T.; KITANO F.; NAGATAKI Y.; MATSUDA H.; TANAKA Y.; HOSOYA Y. **Development of Galvannealed Dual-Phase Ultra-High Strength Steel Sheets with Superior Formability and Spot-Weldability.** Galvatech'04 Conference Proceedings, p. 539-545, April 2004.

JARVINEN, H. ,ISKOV, M. et al . **The effect of initial microstructure on the final properties of press hardened 22MnB5 steels.** Materials Science and Engineering, Vol.676 p.109-120, 2016

KAMADA, Y., KUARAYASUS , H. and WANATABE, S.. Proceedings of Thermec-88 ; Tokyo, 1998

KAPADIA, B.M. **Hardenability concepts with applications to Steel,** AIME, warrendale, Pennsylvania, 1978 p448.

KARBASIAN, H.; TEKKAYA, A.E. **A review on hot stamping;** Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 2103–2118

KOBAYASHI, S. , YAKOU, T.; Mater. Sci. Eng. A338 (2002) 44–53.

KOLLECK, R. et al. **Investigation induction-heating for stamping of boron alloyed steels.** CIRP Annals - Manufacturing Technology, v.58, p.275-278, 2009.

KOSTER, U., LIU, W. **Non-Cryst. Solids** 153/154 (1993) p446–452.

LANZILLOTTO C.A.N.; PICKERING F.B. **Structure-Property Relationships in Dual-Phase Steels**. Metal Science, vol. 16, p. 371-382, August 1982.

LEE, C.H. et al.; **Liquid-metal-induced embrittlement of Zn-Coated hot stamping steel**. Metallurgical and Materials Transactions A, v.43A, p.5122-5127, December, 2012.

LEE, M. et al. **Application of hot press forming process to manufacture an automotive part and its finite element analysis considering phase transformation plasticity**. International Journal of Mechanical Sciences, v.51, p.888-898, 2009.

LIN, D.; ZHANG, Y. **A theoretical investigation on non-equilibrium grain boundary segregation**, Materials Science and Engineering A256, 1998, p.39–50.

LIN, H.R.; CHENG, G.H. **Hardenability effect of boron on carbon steels**. Materials Science and Technology, v.3, 1987, p.855-859.

LLEWELLYN, D. T., HILLIS, D. J. **Dual Phase Steels - Review**. Ironmaking and Steelmaking, vol. 23, n.º 6, 1996, p.471-478.

LLEWELLYN, D.T, **Steels: Metallurgy and applications**. Butterworth Heinemann, 1992

LUNDSTROEM, E. ; **30 Years Experience in Press hardening- Hot stamping congress**, 2011

MAITRA, T.; GUPTA, S. P. **Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system: Part 2**, Materials characterization Vol. 49, p.293-311, 2003.

MELO, T. M. F., COSTA, F. S., CASTRO, I. **Microstructure Formation at the Initial Steps of the Continuous Annealing of a Dual Phase Steel**. In: International conference on New Developments in Advanced High strength Sheets Steels. Orlando. Association for Iron & Steel Technology. p.115-124, 2008

MOHANTY, R.R; GIRINA O.A.; FONSTEIN, N.M. **Effect of Heating Rate on the Austenite Formation in Low-Carbon High-Strength Steels Annealed in the Intercritical Region**, The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, Volume 42A, p. 3680-3690, 2011.

MOULIN, A.; LAPOINTE, J.L. **Laboratory Study Development of a Hot Dip Galvanized DP600**. Relatório Interno. ArcelorMittal R&D, 2001.

MRUGAIAYN, A. et al., **Phase transformations in two C-Mn-Si-Cr dual phase steels**, ISIJ International, 2006, Vol. 46, No. 10, pp. 1489-1494.

MUNIRAJULU, M. et al., **Phase transformation modelling to characterize carbon diffusivity in steel in the presence of Cr**, Scripta Materialia, 1997, Vol. 37, No. 11, pp. 1693-1699

NADERI, M. et al. **Analysis of microstructure and mechanical properties of different boron and non-boron alloyed steels after being hot stamped**. Science Direct. Procedia Engineering, v.10, p.460-465, 2011a.

NADERI, M. et al. **Analysis of microstructure and mechanical properties of different high strength carbon steels after hot stamping**. Journal of Materials Processing Technology, v.211, p.1117-1125, 2011b.

NADERI, M. et al. **Semi-hot stamping as an improved process of hot stamping**. Science Direct - Journal Materials & Science Technology, v.27, n.4, p.369-376, 2011c.

NADERI, M. **Hot Stamping of Ultra High Strength Steels**. Master of Science Thesis, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, 2007.

NADERI, M.; ABBASI, M. SAEED-AKBARI, A. **Enhanced mechanical properties of a hot-stamped advanced High strength steel via tempering treatment**. Metallurgical and Materials Transactions. Nov., 2012

NAGANATHAN, A. **Hot Stamping of manganese boron steel**. Thesis for Degree Master of Science: Graduate Program in Mechanical Engineering, School of the Ohio University, 2010.

NAGATA, M. , SPEER, J., MATLOCKD, D., **Effect of deformation on Cementite precipitation during overaging of low-carbon sheet steel**. Scripta Materialia, 44(6), pp. 899- 903, 2001

NOURI A.; SAGHAFIAN H.; KHEIRANDISH Sh. **Effects of Silicon Content and Inter-critical Annealing on Manganese Partitioning in**

**Dual Phase Steels.** Journal of Iron and Steel Research International, vol. 17 (5), p. 44-50, 2010.

NOURI A.; SAGHAFIAN H.; KHEIRANDISH Sh. **Effects of Silicon Content and Intercritical Annealing on Manganese Partitioning in Dual Phase Steels.** Journal of Iron and Steel Research International, vol. 17 (5), p. 44-50, 2010.

NOVIKOV, ILIA. **Teoria dos Tratamentos Térmicos dos Metais.** Rio de Janeiro. Editora UFRJ, 1994.

ODQVIST. J et al., **Effect of alloying elements on the  $\gamma$  to  $\alpha$  transformation in steel.** I, Acta Materialia, 2002, vol. 50, pp 3211-3225.

OLIVEIRA, Fernando et al. **Nova linha de galvanização para aços planos – ArcelorMittal Vega (galvanizado e galvalume).** São Francisco do Sul: ABM, 2012.

ORSUND, R. , NESS, E. **Recrystallization and Related annealing Phenomena,** Scripta Metall, 1989

PAJU, M. **Effects of Boron protection methods on properties of steels.** Ironmaking and Steelmaking, v.19, n.10, 1992, p.495-500.

PAJU, M.; GRABKE, H.J.; HOUGARDY, H.P. **Effects of Boron alloying on properties of a low carbon low alloyed steel. Part 2: Austenite decomposition.** Scandinavian Journal of Metallurgy, v.20, n.2, 1991, p.135-140.

Ph. GUESDON, “**Synthèse sur la métallurgie et les mécanismes de formation des revêtements aluminés**” rapport interne Sollac, GEN93-CED5, 1997.

REED-HILL R.E. **Physical Metallurgy Principles.** D. Van Nostrand Company, New York, 2nd Edition, p. 710-715, 1973.

SALEH M.H.; PRIESTNER R. **Retained Austenite in Dual-Phase Silicon Steels and its Effect on Mechanical Properties.** Journal of Materials Processing Technology, 113, p. 587-593, 2001.

SASHA-PODDER, A. et al.. **Phase transformation behaviour in two C-Mn-Si based steels under different cooling rates,** Ironmaking and steelmaking, 2007, Vol. 34, No 1, pp83-88

SHAIMI, A. **Effects du chrome, du molybdène et du silicium sur les transformations de phases au refroidissement des aciers** .

ArcelorMittal University document , 2009

SHI, Z. et al. **Effect of non-isothermal deformation of austenite on phase transformation and microstructure of 22Mn2TiB steel.**

Materials Science and Engineering A, v.535, p.290-296, 2012.

SHI, Z., et al. **Thermo-mechanical properties of ultra-strength steel 22SiMn2TiB at elevate temperature.** Materials Science and

Engineering A, v.528, p.3681-3688, 2011.

SILVA, H. R. da. **Efeito do tamanho de grão ultrafino nas propriedades mecânicas do aço Nb-Ti laminado a morno seguido de recozimento intercrítico e subcrítico.** Dissertação de mestrado,

Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, mar., 2007.

SIMIELLI E.A.; YUE S.; JONAS J.J. **Recrystallization Kinetics of Microalloyed Steels Deformed in the Intercritical Region.**

Metallurgical Transactions A, vol. 23A, p. 597-608, 1992.

SOJKA,G.J. ; KRISHNADEV,M.R. e BANERRJI ,S.K ; **Boron in steel**, conf. Proc., Warrendale, TMS-AIME, 1980, p.165

SONG, T. et al. **On the processing of martensitic steels in continuous galvanizing lines: Part II.** Metallurgical and Materials Transaction,

v.43A, p.263-280, Jan., 2012.

SOUZA, F. B. P. de; SANTOS, D. B. **Modelagem da cinética de transformação de fases na estampagem a quente de aço Usibor**

**1500.** 67 ABM International Congress, Rio de Janeiro, RJ, 2012.

SPEICH, G.R. **Physical Metallurgy of Dual-Phase Steels.** In:

Fundamentals of dual phase steels. The Metallurgical Society of AIME, p.3-45 , 1981

STÖHR, T.; MERKLEIN, J.; LECHLER, J. **Investigations on different strategies for influencing the microstructural properties with**

**respect to partial hot stamping.** 2nd International Conference on Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel, Luleå, Sweden(2009),

pp. 273-281

SUSKI, C. A. **Relação Microestrutura e propriedades de aços ao boro tratados termicamente,** Tese Doutorado, 2011.

**TURETTA, A. Investigation of thermal, mechanical and microstructural properties of quenchenable high strength steels in hot stamping operations.** Tese de doutorado, Univesita' Degli Studi di Padova. 2008a.

**VIERSTRAETE, R.; EHLING, W. et al. Development of laser decoating process for fully functional Al-Si coated press hardened steel laser welded blank solutions.** Proceedings of the Fifth International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, 2009.

**WINDMANN, M.; ROTTGER, A.; THEISEN, W. Formation of intermetallic phases in Al-coated hot-stamped 22MnB5 sheets in terms of coating thickness and Si content.** Surface & Coatings Technology v246, p.17-25, 2014

**WINDMANN, M.; ROTTGER, A.; THEISEN, W. Phase transformation at the interface between a boron alloyed steel substrate and an Al-rich coating.** Surface & Coatings Technology .v226, p.130-139, 2013

**YAKUBOVSKY O.; FONSTEIN N.; CHENG C.; BHATTACHARYA D. Effect of Alloying Elements on Mechanical Properties and Coatability of Multi Phase Steels with Ferrite-Bainite and Ferrite-Bainite plus Retained Austenite Microstructure.** Galvatech'04 Conference Proceedings, p. 547-558, April 2004.