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

CLAUDEIR CARVALHO SILVEIRA

EFEITO DE REVESTIMENTOS GALVANIZADOS NA ESTAMPAGEM DE UM AÇO BIFÁSICO DESTINADO A INDÚSTRIA AUTOMOTIVA

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

Florianópolis 2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Silveira, Claudeir Carvalho EFEITO DE REVESTIMENTOS GALVANIZADOS NA ESTAMPAGEM DE UM AÇO BIFÁSICO DESTINADO A INDÚSTRIA AUTOMOTIVA / Claudeir Carvalho Silveira ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira - Florianópolis, SC, 2015. 107 p. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Inclui referências 1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Ciência e Engenharia dos Materiais. 3. Aços Bifásicos. 4. Revestimento Galvanizado com Zn-Puro e Zn-Fe. 5. Conformação Mecânica. I. de Oliveira, Carlos Augusto Silva . II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

CLAUDEIR CARVALHO SILVEIRA

EFEITO DE REVESTIMENTOS GALVANIZADOS NA ESTAMPAGEM DE UM AÇO BIFÁSICO DESTINADO A INDÚSTRIA AUTOMOTIVA

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, 07 de Abril de 2015.

Prof. Dr. Ing. Antônio Pedro Novaes de Oliveira Coordenador do Curso

Banca Examinadora:

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

Prof. Dr. Eng. Pedro Amedeo Nannetti Bernardini Universidade Federal de Santa Catarina

Dr. Ing. Lirio Schaeffer Universidade Federal do Rio Grande do Sul

> D. Sc. Fabiano José Fabri Miranda ArcelorMittal Vega

A Deus pelo Dom da vida e oportunidade de, com meu trabalho e exemplo, melhorar o futuro.

A minha esposa e sua família que sempre me apoiaram nos momentos difíceis.

À meu pai e minha mãe (in memoriam) que hoje intercedem por mim lá do céu.

Ao meu irmão Edson e sua esposa Juliana que mesmo longe rezam pela união da nossa família.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente Deus, pela saúde, força e discernimento nestes anos de mestrado.

ArcelorMittal Vega por possibilitar a oportunidade de adquirir grande conhecimento técnico e pessoal.

Ao Professor Carlos Augusto Silva de Oliveira pelo apoio e orientação na realização do trabalho.

Ao Fabiano Miranda, amigo e Gerente de Metalurgia por me oferecer a oportunidade de adquirir embasamento técnico, conciliá-lo com a prática, e por acreditar no meu potencial.

Ao amigo José Francisco da Silva Filho pela orientação, acompanhamento, sugestões e críticas.

Aos pesquisadores Alain Col, Jean-Michel Mataigne, Jorge Goncalves e Henri Bour do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da ArcelorMittal Maizières-lès-Metz na França pela realização dos ensaios e discussões sobre o assunto.

Aos amigos da Gerência de Metalurgia e do Laboratório pelo ensino, auxílio nas análises e discussões.

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.

A UDESC-SC pela disponibilização dos seus laboratórios e realização dos ensaios.

"Sucesso e genialidade, são 10 por cento de inspiração e 90 por cento de transpiração." (Albert Einstein)

RESUMO

O processo de galvanização por imersão a quente é atualmente um dos métodos de proteção superficial mais utilizados no mundo com o objetivo de proteção contra processos corrosivos em chapas laminadas a frio. Aliado ao crescimento da tecnologia de galvanização verifica-se também, grande esforço no desenvolvimento de novos aços objetivando a produção de carrocerias automotivas mais leves, com menor custo e que atendam às imposições internacionais de redução de emissão de poluentes e de segurança (*crash test*). Para atendimento a necessidade de produção de aços de alta resistência galvanizados as tecnologias de galvanização foram adaptadas visando à produção de aços resistentes à corrosão, alta resistência e boa conformabilidade que pudessem ser aplicados em projetos de automotivos. Desta forma tornou importante o estudo em laboratório das características dos revestimentos galvanizados e seu efeito no coeficiente de atrito, limites de estampabilidade e na evolução da microestrutura do revestimento após deformação.

Assim a presente dissertação de Mestrado objetivou avaliar a estampabilidade do Aço Bifásico (DP600) e o efeito dos caminhos de deformação Uniaxial, Deformação Plana e Estiramento Biaxial Simétrico na evolução das trincas dos revestimentos com Zinco-puro (Galvanized-GI) e Zinco-Ferro (Galvannealed-GA) e sua conectividade com o aço base. A avaliação da evolução das trincas dos revestimentos foi desenvolvida a partir de estudo prático de conformabilidade (CLC) e caracterização utilizando técnicas microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Além da quantificação e caracterização das trincas do revestimento (Seção e Superficie), foi realizada também a caracterização do aço base e do revestimento (MO-MEV-EDS), Microdureza do revestimento, ensaio de propriedades mecânicas (tração), caracterização da perda de massa por Embutimento e caracterização do coeficiente de atrito.

Com o estudo pode-se afirmar que os revestimentos GI e GA aplicados ao aço bifásico (DP600) influenciaram da mesma maneira nos limites de estampabilidade (CLC) mesmo apresentando diferença tribologica proporcionada pela microestrutura do revestimento entre a ferramenta e o aço base. Porem, conforme identificado nos estudos realizados Damoulis et al (2003) e Shih et al (2008) o nível de influência pode ocorrer em função do caminho de deformação ao qual o material foi submetido, da geometria da peça, propriedades do material e das condições de processo de estamparia. Com relação às trincas do revestimento foi verificado que ocorre o aumento da área composta por trincas com o aumento do nível de deformação para todos os caminhos de deformação estudados. O estiramento biaxial simétrico foi o caminho de deformação que mais influenciou no aumento da área com trincas da superfície do revestimento e da conexão das trincas de seção do revestimento com o aço base. Isso ocorreu em função do estado de tensão de tração-tração impostas à superfície e seção dos revestimentos.

Mesmo sendo observadas trincas de revestimento com conectividade com o aço base em todos os caminhos e níveis de deformação estudados, não foi verificado visualmente desplacamento do revestimento após o ensaio de perda de massa por embutimento.

Palavras-chave: Aços Bifásicos; Galvanized (GI); Galvannealed (GA); Caminhos de Deformação.

ABSTRACT

The galvanizing hot-dip process is currently the methods most used to protection the substrate in the world with the purpose of protection against corrosive processes.

Allied to growth of galvanizing technology can also be seen, great effort in development of new steels grades aiming the production of lighter automotive body, with low cost, attending the international emission reduction of pollutants and safety requirement's (crash test). To attend the production the hot dip galvanized coating on high strength steels, the galvanizing technologies were adapted aiming the production of material of corrosion resistant, high strength and good formability that could be applied at automotive projects. Thus become important to study the characteristics of galvanized coatings and their effect on the coefficient of friction as limits of formability and the evolution of the microstructure of the coating.

Thus, the present Master's thesis aimed to evaluate the formability of Dual -Phase Steel (DP600) and the effect of Uniaxial Deformation, Plane strain and Symmetrical Biaxial Stretching in the evolution of cracks of the coatings with pure Zinc (Galvanized-GI) and Zinc-Iron (galvannealed-GA) and its connectivity to the base steel. The evaluation of the development of cracks of the coatings was developed from practical formability study (FLD) and using techniques of characterization as scanning electron microscopy (SEM).

In addition, was performed the substrate and coating characterization (OM-SEM-EDS), Micro hardness of coating, mechanical properties (traction test), characterization of coating weight loss and characterization of the friction coefficient.

With the study is possible to affirm that the GI and GA coatings applied on Dual-Phase steel (DP600) influenced in the same way the limits of formability (CLC) when deformed until rupture, even with tribological difference caused by the coating microstructure between the tool and the substrate. However the level of influence occurs in front of type of deformation path, tools geometry, mechanical properties of steel and stamping process conditions.

Regarding the cracks of coating, was found that the area composed by cracks increase as increasing strain level. The symmetrical biaxial stretch was the deformation path that most influenced at increase of the area with cracks at the surface and the connection of cracks of coating at steel base This was due to the state of stress and strain imposed on the surface and cross section of coating by deformation paths. Even observing coating cracks with connectivity to the substrate for all deformation paths, was not observed coating defects as powdering and faking.

Keywords: Dual Phase Steel; Galvanized (GI); Galvannealed (GA); Deformation Paths.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 - Acos convencionais de alta resistência e 1ª e 2ª Geração dos e oportunidades futuras de desenvolvimento acos AHSS Figura 2-2 - Microestrutura de Aço Bifásico obtido por microscopia Figura 2-3 – (a) Curvas tensão-deformação de engenharia esquemática para aços ao carbono comum, Microligados (HSLA), bifásicos e (b) relação de resistência mecânica e ductilidade de Aços Bifásicos comparados aos acos ao carbono e microligados (RASHID, 1981).....31 Figura 2-4 - Aplicações dos Aços Bifásicos em automóveis Figura 2-5 – Áreas de Alto e Baixo Relevo em (a) para HDG-GI e em Figura 2-6 - Esquema de linha de galvanização por imersão a quente.. 36 Figura 2-7 - Efeito da Temperatura de recozimento intercrítico no LE, LR e Al total do aço Bifásico (GA) (BHATTACHARYA, 2006). 37 Figura 2-8 - Efeito da temperatura de galvannealing nas propriedades Figura 2-9 - (a) Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ferro-Zinco proposto por Kubaschewski [1985] e (b) Detalhe do diagrama ferro-Figura 2-10 - (a) Microestrutura da camada de revestimento do aço galvanizado por imersão a quente, com indicação das fases intermetálicas: (1) fase gama (Γ), (2) fase delta (δ), (3) fase zeta (ζ) e em (b) a representação esquemática de um revestimento mostrando as diversas fases Fe-Zn que o compõem (MARDER, 2000) (JORDAN et Figura 2-11 - Microestrutura típica do revestimento GI em um aço de qualidade comercial. (a) seção transversal mostrando a fase eta (n) e (b) Figura 2-12 – Em (a) e (b) microestrutura típica de superfície e de seção do revestimento e em (c) a mudança da quantidade de ferro em (%) a partir da interface aço/revestimento a 500 °C e 3 tempos de tratamento térmico do revestimento (MARDER, 2000) (JORDAN et al, 1997) Figura 2-13 – Classificação dos Estados de tensões em (a) com os modos de deformação em (b). Em (c) mostra a relação entre força de prensa chapa e valor de ßmax e a influência da redução do coeficiente

de atrito no aumento da janela de conformação (USIMINAS, 1999)
(DAMOULIS, et al, 2003)
Figura 2-14 - Variação do Coeficiente de Atrito com o aumento do
contato de pressão (SHIH ET AL. 2004)
Figura 2-15 - Efeito do teor de ferro do revestimento no coeficiente de
atrito (GARZA, 2007).
Figura 2-16 – Modos de Acomodação dos Estados de Tensões do Zinco
(SHAFFER, 1990) (DEITS, 1990). 54
Figura 2-17 - Microestrutura de secão obtida por MEV do revestimento
GA indicando as áreas de trincas em aco IF-Ti-Nb (HERTVELDT et al.
1999)
Figura 2-18 – Microestrutura de superfície do aco bifásico com Zn-Puro
(GI). Verifica-se micro trincas e vazios situados ao logo dos contornos
de grão do zinco (SONG et al 2011) 58
Figura 2-19 – Trincas do revestimento após 5% de deformação uniaxial
(a) Superfície do revestimento mostrando trincas do revestimento ao
longo do contorno de grão: (b) Trincas na secão do revestimento
mostrando conexão com o aco base (SONG et al 2011) 59
Figura 2-20 - Microestrutura obtida por MEV indicando em (a) quebras
no revestimento de zinco após deformação de 9% e em (b) quebras no
revestimento de zinco após deformação de 28% (SONG et al 2011) 61
Figura 3-1 - Descrição dos experimentos realizados nesta dissertação de
mestrado 64
Figura 3-2 – Modelo da medição de áreas com trinças na superfície do
revestimento do DPGA 67
Figura 3-3- Áreas de Alto (AR) e Baixo Relevo (BR) para (a) DPGL e
(h) para o DPGA 69
Figura 3-4 - Sequência de ensaio das amostras no ensaio de aderência
nor nerda de massa 71
Figura 3-5 - Esquema de realização do ensajo de Coeficiente de Atrito72
Figura 3-6 - Caminhos e níveis de deformação avaliados (ISO-FDIS
12004-1 e ISO-FDIS 12004-2 2008) 74
Figura 3-7 - Figura esquemática das alturas de deformação obtidas pela
simulação dos caminhos de deformação 74
Figura 4-1 - Microestrutura de seção do substrato (a) DPGL e (b) DPGA
obtidas por MO e (c) e (d) por MEV respectivamente 78
Figura $4-2$ – Aspecto microestrutural de superfície (a) e seção e locais
avaliados por EDS na superfície (b) e em (c) análise EDS realizada para
o DPGI no ponto 01
Figura 4-3 – Aspecto microestrutural de superfície em (a) e de secão em
(b) do DPGA

Figura 4-4 – Regiões analisadas por EDS na superfície (a), em (b) na seção do revestimento e em (c) análise EDS realizada no ponto 01 da Figura 4-5 - Resultados de Microdureza para o DPGI e DPGA para as Figura 4-6 - Resultados de perda de massa para o DPGI e DPGA. 85 Figura 4-7 - Variação do coeficiente de atrito para o DPGI e DPGA com Figura 4-8 - Diagrama Limite de Conformação para os aços DPGI e Figura 4-9 - (a) Variação de área com trincas de Revestimento na superfície e em (b) microestruturas da superfície do revestimento do DPGA para os níveis de deformação de 0%, 50% e 100%......91 Figura 4-10 - (a) Avaliação de conectividade de trincas do Revestimento com aço base - DPGA e em (b) Microestruturas de seção do revestimento do DPGA para os níveis de deformação de 0%, 50% e Figura 4-11 - Morfologia da trinca do DPGI na seção transversal obtida para o caminho de Deformação Plana com 50% de deformação..........95 Figura 4-12 - Morfologia da trinca do DPGI na superfície (a) e na seção transversal do revestimento (b) obtida para o caminho de Deformação

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 - Projetos iniciados objetivando redução de peso do
veículo
Tabela 2-2 Propriedades mecânicas dos aços bifásicos normatizados
pela ASTM A1079-12. (*)
Tabela 2-3 - Propriedades mecânicas típicas de aços bifásicos
Galvanized(GI) e Galvannealed (GA)
Tabela 2-4 - Principais características e propriedades das fases
intermetálicas do sistema Zn-Fe 42
Tabela 2-5 - Força de Adesão das Interfaces / Revestimento de
Zinco/Aço base a 298 K (J m- ²) 56
Tabela 3-1 - Composição química do material utilizado
Tabela 4-1 – Resultados de Propriedades Mecânicas
Tabela 1 – Resultados deformações principais (ε1 e ε2) 107
Tabela 2 – Amostras CLC após ensaio 108

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

-DP = Sigla utilizada para denominar os aços bifásicos (Dual Phase)

-HDGI ou GI = Revestimento Zinco-Puro ou Galvanizing

-HDGA ou GA=Revestimento com Liga de Zinco-Ferro ou Galvannealed

GA-Phos = Revestimento GA + pós-tratamento de fosfato

-EG = Revestimento produzido por Eletrogalvanização

-EGA = Eletrogalvanizado com Liga de Zn-Fe (EGA)

-Tratamento Galvannealing - Tratamento térmico do Zn.

-Fase Gama (Γ) = Fase intermetálica do GA de composição química Fe₃Zn₁₀ e teor de ferro entre 23,5 a 28,0%.

-Fase Gama 1 (Γ 1) = Fase intermetálica do GA de composição química Fe₅Zn₂₁ e teor de ferro entre 17 e 19,5%

-Fase Delta (δ) = Fase intermetálica do GA de composição química FeZn₁₀, e teor de ferro entre 7,0 a 11,5%

-Fase Zeta (ζ) = Fase intermetálica do GA de composição química FeZn₁₃ e teor de ferro entre 6,0 a 7%.

5-6% de ferro.

-LE = Limite de escoamento obtido no ensaio de tração

-LR = Limite de resistência obtido no ensaio de tração

-ALO = Alongamento total obtido no ensaio de tração

-Valor n = Coeficiente de encruamento

-HSLA = Aços da classe *High Strength Low Alloy*

-LDR = Razão Limite de Estampagem

- MO = Microscopia Ótica

-MEV = Microscopia eletrônicas de Varredura

-EDS = Espectrômetro de Energia Dispersiva

-CLC = Curva Limite Conformação

-FLD = Formability Limit Diagram

SUMARIO

1. INTRODUÇÃO	25
1.1 OBJETIVOS	26
1.1.1 Objetivo Geral	26
1.1.2 Objetivos Específicos	26
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1 AÇOS AVANÇADOS DE ALTA RESISTÊNCIA	27
2.2 AÇOS BIFÁSICOS GALVANIZADOS	28
2.2.1 Galvanização de Aços Bifásicos	34
2.2.1.1 Efeito das condições de processo nas proprie	dades
mecânicas	37
2.2.2 Revestimentos a Base de Zinco	39
2.2.2.1 Revestimento com Zinco-Puro (GI)	44
2.2.2.2 Revestimento com Zinco-Ferro (GA)	45
2.3 EFEITO DO REVESTIMENTO NA ESTAMPAGEM	48
2.3.1 Efeito do Revestimento no Coeficiente de Atrito	51
2.3.2 Deformação e Fratura dos Revestimentos	53
2.3.3 Vazios e Trincas de Revestimento em Aços Bifásico	s 57
3. METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTA	18 63
3.1 METODOLOGIA	63
3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	63 (5
3.2.1 Waterlais	63 65
5.2.2 Caracterização Microestrutural	03
5.2.5 Microdureza do Revestimento	68 70
5.2.4 Propriedades Mecanicas	/U 70
5.2.5 Perda de Massa do Revestimento	/0
5.2.0 Coefficiente de Atrito	ו / רד
3.2. 7 Simulação dos Caminnos de Deformação	12
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	77
4 1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	77
4 2 MICRODUREZA DO REVESTIMENTO	/ /
4 3 PROPRIEDADES MECÂNICAS	84
4.4 PERDA DE MASSA	
4.5 COEFICIENTE DE ATRITO	
4.6 EVOLUÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS DEFORMAC	Ã088
4.6.1 Evolução de Trincas na superfície do Revestimento	anós
Deformação	
,	

4.6.2 Conectividade das Trincas no Revestimento Base) com Aço 92
5. CONCLUSÕES	
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101
ANEXOS	107
ANEXO A:	107
ANEXO B	108

1. INTRODUÇÃO

A partir da década de 70 grande esforço tem sido realizado para o desenvolvimento de aços objetivando redução de peso das carrocerias e consequente redução no consumo de combustível. Paralelamente, na linha tecnológica de proteção contra corrosão, foram aprimorados os processos de galvanização por imersão a quente para atendimento às demandas da indústria automotiva. A partir do crescimento da utilização destas duas linhas tecnológicas, as tecnologias de galvanização existentes foram adaptadas à produção dos aços avançados de alta resistência anteriormente fornecidos somente como laminados a frio. Diante da alta resistência dos aços e da necessidade de atendimento a designs arrojados, aparecerem grandes desafios para o entendimento do comportamento dos revestimentos durante os processos de estampagem necessitando assim de maior dispêndio de recursos de pesquisa.

Entre os acos de alta resistência mais utilizados estão os acos bifásicos aue tem uma matriz ferrítica com dispersão de aproximadamente 10 a 20% de martensita e bainita. Estes aços não têm patamar de escoamento e apresentam baixo limite de escoamento a 0.2%, alta taxa de encruamento, alto limite de resistência, alto alongamento uniforme total e efeito Bake Hardening. Devido a sua alta taxa de encruamento combinada ao alto alongamento uniforme, estes acos conferem boa conformabilidade para aplicações que requerem grandes deformações.

Atualmente, os principais revestimentos utilizados na indústria automotiva são o Zinco-Puro (GI ou Galvanized) e o Zinco-Ferro (GA ou Galvannealed) que tem métodos particulares de produção e características distintas que influenciam na estampagem.

As condições do processo de estampagem e o tipo de revestimento usado, podem alterar a capacidade de estampagem do aço ocasionando problemas de ruptura da peça ou até mesmo desplacamento dos revestimentos. A microestrutura dos revestimentos utilizados nos acos de alta resistência podem afetar o seu comportamento na estampagem, alterando o coeficiente de atrito e a conformabilidade do aço base em função das propriedades anisotrópicas do zinco. Portanto, a caracterização da microestrutura e das fases intermetálicas presentes no revestimento são aspectos importantes para se entender 0 comportamento do revestimento na conformação mecânica de aços de alta resistência (LAZIK, 1995).

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar o efeito do revestimento de Zn-Puro (GI) e Zn-Fe (GA) e dos caminhos de deformação: Uniaxial, Plana e Estiramento Biaxial Simétrico, na estampabilidade e na evolução das trincas dos revestimentos e a sua conectividade com aço base (aço bifásico DP600).

1.1.2 Objetivos Específicos

Este trabalho tem como objetivos específicos:

- Avaliar o aço bifásico (DP600) e os revestimentos, como recebido, com relação às propriedades microestuturais e mecânicas (Tração, Microdureza, MO, MEV e EDS);
- Avaliar o efeito dos aços revestidos na CLC (Nakajima), no Coeficiente de Atrito (tribômetro de ferramenta plana) e na Perda de Massa do revestimento (Embutimento Erichsen).
- Avaliar o efeito do caminho e do nível de deformação na evolução das trincas na superfície dos revestimentos e sua conectividade com o aço base (MO e MEV).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS AVANÇADOS DE ALTA RESISTÊNCIA

Até a década de 70 aços convencionais tais como aços de baixa resistência e aços livres de intersticiais (IF) já tinham histórico de fornecimento e de aplicação no mercado automotivo. Em função das altas espessuras dos aços utilizadas nas carrocerias dos automóveis e dos elevados preços dos combustíveis devido à crise do petróleo ocorrida na década de 70, foi desenvolvida a primeira família de "Aços de Alta Resistência Convencionais" composta pelos aços Bake Hardening (BH), aços Intersticial Free com alto limite de resistência (IFHS), aços isotrópicos (IS) e aços Microligados (HSLA). A partir dos anos 90 foi identificada novamente a necessidade de redução de consumo de combustíveis fósseis devido ao impacto ambiental ocasionado (BHATTACHARYA, 2006).

Como plano de ação, a indústria deveria sugerir opções para redução de peso do veículo e melhorias na eficiência dos motores e componentes. Com estas imposições o aço começou a perder mercado, sendo substituído em algumas aplicações pelo uso de alumínio, magnésio e compósitos.

Assim, para evitar maiores perdas de mercado as industrias siderúrgicas constituíram um consórcio com trinta e cinco empresas de todo o mundo para desenvolver, produzir e testar novos aços. Os principais programas iniciados neste período são mostrados na Tabela 2-1.

Projeto	Objetivo			
ULSAB (Ultra Light Steel Auto	Concepção de estudo de carrocerias			
Body)	mais leves.			
ULSAC (Ultra Light Steel Auto Closures)	Concepção de habitáculos mais leves e resistentes que propiciassem maior segurança.			
ULSAS (Ultra Light Steel Auto Suspensions)	Concepção de suspensões mais leves.			
ULSAB-AVC (Advanced Vehicle Concepts)	Identificação de novas concepções na produção do veiculo.			
	* ·			

Tabela 2-1 - Projetos iniciados objetivando redução de peso do veículo

Fonte: TAISS (2011)

Uma das contribuições da iniciativa foi à concepção da nova família de aços chamada de Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS - Advanced High Strength Steels). A primeira geração dos aços avançados de alta resistência desenvolvidos foram os Aços Bifásicos (Dual Phase), TRIP (Transformation Induced Plasticity), CP (Complex Phase), e aços Martensíticos. Na segunda geração foi concebido os aços ao manganês e silício (L-IP) e os aços TWIP (Twinning Induced Plasticity). Na terceira geração espera-se o desenvolvimento dos aços com melhoria das propriedades mecânicas, dos requisitos de soldabilidade e com redução de custo de produção (TAISS, 2011).

A Figura 2-1 mostra a relação entre alongamento e limite de resistência para os aços convencionais, aços de alta resistência e para 1^a e 2^a geração dos aços avançados de alta resistência. Mostra também uma região em desenvolvimento denominada atualmente de 3^a Geração dos aços de alta resistência.

Figura 2-1 - Aços convencionais de alta resistência e 1^a e 2^a Geração dos aços AHSS e oportunidades futuras de desenvolvimento (TAISS, 2011).



2.2 AÇOS BIFÁSICOS GALVANIZADOS

Aços Bifásicos ou Dual Phase são uma classe de aços de alta resistência baixa liga caracterizada por uma microestrutura consistindo de uma matriz dúctil ferrítica com dispersão de aproximadamente 10 a 20% de ilhas de martensita. O termo Dual Phase se refere à presença essencialmente de duas fases, ferrita e martensita na microestrutura,

embora pequenas quantidades de bainita, perlita e austenita retida possam ser encontradas.

Estes aços apresentam ausência de patamar de escoamento, baixo limite de escoamento a 0,2%, alta taxa de encruamento, alto limite de resistência, alto alongamento uniforme total e efeito Bake Hardening. Devido a sua alta taxa de encruamento combinada ao alto alongamento uniforme, estes aços conferem a conformabilidade desejada para aplicações que requerem grandes deformações na indústria. Como resultado estes aços podem ser utilizados na redução de peso em diversas aplicações automotivas (SPEICH, 1981).

A concepção dos aços bifásicos foi realizada na década de 40 quando foi protocolada a patente da produção de material contendo 0,25% de carbono produzido a partir de resfriamento da região intecrítica (Entre A₁ e A₃) a uma taxa de resfriamento suficientemente rápida para transformar a austenita em martensita. A partir deste momento, várias patentes foram registradas resultando em seu desenvolvimento e produção em escala comercial a partir da década de 70 (Hansen, 1982). A Figura 2-2 mostra a microestrutura de um aço bifásico contendo aproximadamente 20% de martensita. Observa-se a presença de ilhas de martensita (cinza claro) em uma matriz ferrítica (cinza escuro).

Figura 2-2 - Microestrutura de Aço Bifásico obtido por microscopia eletrônica de varredura (RASHID, 1981).



Na Figura 2-3 (a) é possível observar uma comparação entre a curva tensão e deformação de engenharia para aços bifásicos (GM

980X), aços microligados (SAE950 / SAE980X) e aços ao carbono comum. Os Aços SAE950X e SAE 980X são aços microligados baixa liga (HSLA), enquanto o aço GM 980X é um aço bifásico desenvolvido para aplicações na General Motors. Verifica-se que o aço GM 980X é mais dúctil que o SAE 980X apesar de terem níveis de resistência similares.

A curva de tração dos aços bifásicos tem comportamento diferente dos aços microligados e dos aços ao carbono. Geralmente os metais exibem comportamento elástico (relação linear tensãodeformação) a baixas deformações e comportamento plástico a altas deformações (relação não linear entre tensão e deformação). A transição da região elástica para a região plástica é contínua para os aços bifásicos.

Conforme Davies (1972) a inexistência do patamar de escoamento continuo é em função da quantidade de discordâncias móveis geradas nas interfaces ferrita/martensita para acomodar a expansão do volume durante a transformação da estrutura cubica de face centrada (CFC) para cúbica de corpo centrado (CCC) ou tetragonal. Com isso não apresentam patamar de escoamento continuo devido à matriz do aço bifásico já estar submetida a uma pré-tensão proveniente das discordâncias móveis quando tracionado.

A Figura 2-3 (b) mostra a relação entre resistência mecânica e alongamento uniforme (ductilidade) para os aços Bifásicos, Microligados e Aço Carbono Comum. Observa-se que mesmo com valores de limite de resistência similares, o aço bifásico apresenta maior ductilidade se comparado ao aço Microligado para uma mesma faixa de limite de resistência. Figura 2-3 – (a) Curvas tensão-deformação de engenharia esquemática para aços ao carbono comum, Microligados (HSLA), bifásicos e (b) relação de resistência mecânica e ductilidade de Aços Bifásicos comparados aos aços ao carbono e microligados (RASHID, 1981).



A composição química e a taxa de resfriamento tem grande importância na produção dos aços bifásicos, em particular na obtenção da microestrutura e na formação da martensita. Enquanto, o carbono e o manganês são os principais elementos de ligas, outros elementos, como: silício, cromo, molibdênio e titânio podem ser adicionados para auxiliar na obtenção da resistência necessária (LIEWELLYN, 1996).

O carbono, em especial, é um elemento fortemente endurecedor que controla a dureza e a morfologia da martensita. Nos aços bifásicos, o carbono da austenita é controlado não somente pela sua porcentagem no aço base, mas também pela temperatura intercrítica do processamento. O volume de martensita na microestrutura influência diretamente no limite de resistência e na ductilidade final (RASHID, 1981).

Assim os aços bifásicos podem ser produzidos obtendo excelentes propriedades mecânicas para diversas aplicações na indústria automotiva, construção mecânica e de linha branca. Na Tabela 2-2 são apresentadas as propriedades mecânicas de cinco classes de aços bifásicos normatizadas pela norma ASTM A1079-13.

F · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	()				
Qualidade	LE (MPa)	LR (MPa)	Al (%)	n ₀	BH (MPa)
	Min	Min	Min	Min	Min
DP - 450T/250Y	250	450	27	0,16	30
DP - 490T/290Y	290	490	25	0,15	30
DP - 590T/340Y	340	590	21	0,14	30
DP - 780T/420Y	420	780	14	0,11	30
DP - 980T/550Y	550	980	8	-	30

Tabela 2-2 Propriedades mecânicas dos aços bifásicos normatizados pela ASTM A1079-12. (*)

LE-Limite de Escoamento, LR-Limite de Resistência, Al-Alongamento total, n0 – Coeficiente de encruamento no sentido longitudinal e BH-Valor de Bake Hardening.

(*) Valores de propriedades mecânicas no sentido longitudinal e Base de Medida 50mm.

Fonte: (ASTM A1079-12).

Os aços bifásicos podem ser utilizados em zonas de gerenciamento de energia e em áreas anti-intrusão. As zonas de gerenciamento de energia ou zonas de deformação progressiva da carroceria são áreas localizadas na parte dianteira e traseira dos automóveis capazes de absorver ao máximo a força da colisão. Após o impacto, qualquer energia ainda existente é dissipada pela estrutura da carroçaria, assim a estrutura contribui para a preservação da integridade do habitáculo onde fica o condutor e os passageiros. Nestas áreas estão contidas peças internas de reforço, para-choques, grades frontais e reforços de porta.

A célula de segurança dos passageiros ou habitáculo é projetada para garantir a segurança evitando a intrusão de corpos externos e maior proteção dos passageiros. Devem proporcionar boa absorção em caso de impacto de modo a reduzir lesões aos seus ocupantes. Nestas áreas estão contidas peças de reforço, colunas de sustentação e pilares.

Na Figura 2-4 são mostradas algumas aplicações dos aços bifásicos na indústria automotiva e os principais objetivos do aumento da utilização dos aços avançados de alta resistência (AHSS).





2.2.1 Galvanização de Aços Bifásicos

Os processos de galvanização utilizados para a produção de chapas destinadas a indústria automotiva são: o de Eletrogalvanização e o de Galvanização por Imersão a Quente. Neste trabalho será abordado somente o processo de Galvanização por Imersão a Quente e destacando os revestimentos com Zn-Puro (GI ou Galvanized) e com Zn-Fe (GA ou Galvannealed).

As chapas galvanizadas por imersão a quente são produzidas nas linhas de Galvanização Contínua (Continuous Galvanizing Line - CGL), sendo a matéria prima bobinas sem recozimento ou "Full Hard". Antes de iniciar o processo, as bobinas passam por processo de preparação das pontas das chapas e a soldagem objetivando a união da chapa da bobina que esta finalizando o processo com a próxima. Após, a chapa passa por um processo de limpeza superficial antes do processo de recozimento contínuo. O forno de recozimento contínuo é constituído das seções de preaquecimento, aquecimento, encharque e resfriamento onde são aplicados ciclos térmicos para atendimento às propriedades mecânicas desejadas. Após o forno de recozimento a chapa é imersa no pote de zinco fundido (460±20°C) para obtenção do revestimento.

Na saída do pote de zinco o material passa por um conjunto de navalhas de ar objetivando a remoção do excesso de zinco e controle da espessura do revestimento. Em seguida, o material já galvanizado passa por um conjunto de resfriadores permitindo a solidificação completa do revestimento. Na mesma linha de produção, o material ainda passa por um laminador de encruamento para ajuste da planicidade, rugosidade e propriedades mecânicas. Após o laminador de encruamento o material passa por processo de apara de bordas objetivando a adequação da largura à solicitada pelo cliente, inspeção superficial e aplicação de oleamento.

Para a produção do revestimento GA, ocorre a necessidade de tratamento térmico da camada de zinco para obter o revestimento com uma liga Zn-Fe. Para obtenção desta liga, um forno de aquecimento por indução é disposto em linha para conversão do revestimento de zinco puro em uma liga Zn-Fe.

A atuação do laminador de encruamento na superfície dos materiais galvanizados promove o ajuste da planicidade, das propriedades mecânicas e da rugosidade superfícial do material. Com isso é possível observar que a superfície do revestimento galvanizado é composta de áreas de Alto (AR) e Baixo relevo (BR). A Figura 2-5 mostra as microestruturas de superfície do revestimento com Zn-Puro (GI) e Zn-

Fe (GA) com a identificação das áreas de alto e baixo relevo após o processo de laminação de encruamento.





A Figura 2-6 mostra um esquema típico de linha de galvanização por imersão a quente. Os principais equipamentos da linha de galvanização por imersão a quente são: desenroladeira, tesoura de pontas, máquina de solda, acumuladores (entrada e saída), desengraxe, forno de recozimento, pote de zinco, forno de indução (galvannealing), conjunto de resfriadores, laminador de encruamento (Skin Pass), tesoura de bordas, oleadeira e enroladeira.


2.2.1.1 Efeito das condições de processo nas propriedades mecânicas

Conforme Speich et al (1981) e Bhattacharya (2006) os parâmetros de temperatura de recozimento e temperatura de galvannealing tem efeito significativo nas propriedades mecânicas dos aços bifásicos e podem ser modificados objetivando o atendimento à diversas aplicações.

A Figura 2-7 mostra o efeito da temperatura de recozimento no limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e alongamento total (Al) de um aço bifásico GA. Em função do aumento da temperatura de recozimento observa-se que ocorre a redução do limite de escoamento, do limite de resistência e o aumento do alongamento total.

Figura 2-7 - Efeito da Temperatura de recozimento intercrítico no LE, LR e Al total do aço Bifásico (GA) (BHATTACHARYA, 2006).



Conforme Speich et al (1981) e Bhattacharya (2006), a redução dos limites de escoamento, de resistência e o aumento do alongamento ocorrem devido ao aumento da quantidade de ferrita e da formação da bainita após o processo de galvannealing. A ferrita formada neste caso se divide em ferrita proveniente da laminação a frio (*old ferrite*) e uma nova ferrita (*new ferrite*) proveniente da decomposição da austenita no recozimento intercrítico. A bainita é formada pela decomposição da

austenita durante a imersão no pote de zinco $(460\pm20^{\circ}C)$ e durante o tratamento galvannealing à temperaturas superiores a 500°C antes da transformação da martensita durante o resfriamento. Outro ponto mencionado por Speich et al (1981) é que quanto maior a temperatura de recozimento intercrítico maior será a quantidade austenita formada e menor a temperabilidade desta austenita. Desta maneira será favorecida a formação de bainita durante o processo de galvannealing.

A Figura 2-8 mostra os efeitos da temperatura do tratamento de galvannealing nas propriedades mecânicas do aço para um aço bifásico. Observa-se que quanto maior a temperatura de galvannealing utilizada maior o limite de escoamento e menor o limite de resistência.

Figura 2-8 - Efeito da temperatura de galvannealing nas propriedades mecânicas do aço bifásico (GA) (BHATTACHARYA, 2006).



A redução do limite de resistência e o aumento do limite de escoamento também podem ser atribuídos à utilização de altas temperaturas de galvannealing (>500°C) que proporcionam maiores chances de decomposição do restante da austenita em bainita antes da transformação da martensita durante resfriamento. A temperatura do tratamento galvannealing deve ser adequada para assegurar a qualidade

do revestimento e o atendimento às propriedades mecânicas desejadas pelo cliente (BHATTACHARYA, 2006).

A Tabela 2-3 mostra as propriedades mecânicas de limite de escoamento, limite de resistência e alongamento para aços bifásicos GI e GA obtidas em estudos realizados por Bhattacharya (2006). Com relação ao limite de Escoamento e alongamento total observa-se que não existe diferença significativa. Isso não se verifica no limite de resistência onde se observa redução de 30 MPa do aço bifásico GI para o GA. A redução do limite de resistência ocorre devido à decomposição da austenita em bainita antes da transformação da martensita durante resfriamento.

Tabela 2-3 - Propriedades mecânicas típicas de aços bifásicos Galvanized(GI) e Galvannealed (GA)

Produto	LE (MPa)	LR (MPa)	Al (%)
DP600GI	360	650	26
DP600GA	355	620	26

Fonte: BHATTACHARYA (2006).

2.2.2 Revestimentos a Base de Zinco

Os revestimentos a base de zinco são utilizados para melhorar a resistência à corrosão dos aços pelos mecanismos de proteção de barreira e proteção galvânica. Na proteção de barreira, a camada de zinco que separa o aço se corrói antes do ambiente corrosivo alcançar o aço base. No caso da proteção galvânica o zinco age como anodo de sacrifício em caso de formação de trincas, aranhões ou danos ao revestimento protegendo o aço revestido e aumentando a vida de trabalho do material. As reações de galvanização ocorridas em chapas se iniciam no momento a imersão das chapas de aço no zinco líquido e determinam a estrutura e a composição do revestimento (MARDER, 1990).

A Figura 2-9 mostra o diagrama de equilíbrio de zinco-ferro segundo Kubaschewski (1986) e detalhe do mesmo diagrama de ferrozinco para a região acima de 70% de zinco conforme Marder (2000). As fases formadas durante longo tempo de imersão ou processadas com a utilização do tratamento galvannealing são: Zeta (ζ), Delta (δ), Gama₁ (Γ_1) e gama (Γ). A fase eta (η) no diagrama também pode se formar. Ela é uma solução sólida de ferro e zinco com solubilidade de ferro de 0,03%. Apesar de diagramas de equilíbrio mais antigos mostrarem a existência das fases delta (δ) e delta₁ (δ_1), análises de raiosX realizados por Bastin et al. (1977) mostram a existência de apenas uma fase delta até a temperatura de 670° C.

Figura 2-9 - (a) Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ferro-Zinco proposto por Kubaschewski [1985] e (b) Detalhe do diagrama ferro-zinco para região acima de 70% de zinco (MARDER, 2000).



De acordo com o diagrama de fase Fe-Zn, quando a chapa de aço é imersa no banho de zinco à temperatura de galvanização (460±20°C) formam-se a partir da superfície do aço base as fases Gama (Γ), Gama₁ (Γ ₁), delta (δ), zeta (ζ).

A fase Gama (Γ) de composição química Fe₃Zn₁₀, possui estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) com teores de ferro de 23,5 a 28,0% à temperatura de 450°C. Na solidificação é formada pela reação peritética entre o ferro da chapa e o zinco líquido abaixo de 782°C. A fase Gama₁, de composição química Fe₅Zn₂₁, tem estrutura cúbica de face centrada (CFC) com teores de ferro entre 17 e 19,5% a temperatura de 450°C. Após o pote zinco, ou seja, na solidificação do revestimento, ocorre sua formação como resultado de reação peritetóide entre a fase gama (Γ) e a fase delta (δ) a 550°C. Assim a fase Gama₁ (Γ_1) surge como uma camada contínua entre as fases gama (Γ) e delta (δ). A principal diferença entre estas fases Γ e Γ_1 é sua estrutura cristalina. A fase Γ_1 é cúbica de face centrada (CFC) enquanto que Γ é cúbico de corpo centrado (CCC). Pela dificuldade de caracterização destas duas fases separadamente muitas vezes é considerada como uma única fase denominada de Gama (Γ) (MARDER, 2000).

A Fase delta (δ), de composição química FeZn₁₀, possui teor de ferro entre 7,0 e 11,5%. Na solidificação é formada por reação peritética entre a fase gama (Γ) e o líquido à 665°C (MARDER, 2000).

A fase ζ de composição química FeZn₁₃, contém aproximadamente 5-6% de ferro (Marder, 2000). Entretanto, Culcasi *et al.*(1999) apresentam teores de Fe entre 6 e 7% e Melhem (1979) apresentam valores entre 5,8 e 6,2% . A fase ζ é formada pela solidificação através de reação peritética entre a fase δ e o zinco líquido à temperatura de aproximadamente 530±10°C.

A fase eta (η), é constituída de zinco puro possuindo estrutura cristalina hexagonal compacta. Possui também teores de ferro abaixo de 0,03% e dureza entre 41 e 52HV. As principais características das fases intermetálicas do sistema Zn-Fe, são apresentadas na Tabela 2-4.

Fases	Denominação	Sistema Cristalino	Teor de Fe (%) a 450°C	Fórmula Química	Dureza (Hv) 25mg	Dureza (Hv) 25g
η	Eta	Hexagonal	<0,03	Zn	52	41
ζ	Zeta	Monoclínico	5-6	FeZn ₁₃	208	118
δ	Delta	Hexagonal	7 – 11,5	FeZn ₁₀	358	273
Г1	Gama 1	CFC	17 - 19,5	Fe ₅ Zn ₂₁	505	-
Г	Gama	CCC	23,5 - 28	Fe ₃ Zn ₁₀	326	-
α	Ferrita	CCC	> 95	Fe	104	86
-	ALLERE A					

Tabela 2-4 - Principais características e propriedades das fases intermetálicas do sistema Zn-Fe

Fonte: MARDER (1990)

A Figura 2-10 mostra em (a) a microestrutura de um revestimento aplicado em um aço galvanizado por imersão a quente com a indicação das fases intermetálicas: (1) fase gama (Γ), (2) fase delta (δ), (3) fase zeta (ζ). Em (b), pode-se observar a representação esquemática das diversas fases Fe-Zn que compõem o revestimento a partir do aço base ou Fe α .

Figura 2-10 – (a) Microestrutura da camada de revestimento do aço galvanizado por imersão a quente, com indicação das fases intermetálicas: (1) fase gama (Γ), (2) fase delta (δ), (3) fase zeta (ζ) e em (b) a representação esquemática de um revestimento mostrando as diversas fases Fe-Zn que o compõem (MARDER, 2000) (JORDAN et al, 1997) (KATO et al, 1998).



(a)



2.2.2.1 Revestimento com Zinco-Puro (GI)

O alumínio, além do zinco, é possivelmente um dos elementos mais importantes adicionados aos banhos de galvanização. Para produção do revestimento GI teores de alumínio entre 0,15 e 0,30% são adicionados ao pote de zinco para auxiliar na formação de uma camada intermetálica entre o aço base e o revestimento. A camada intermetálica atua também na proteção contra oxidação da superfície da chapa além de controlar o crescimento das fases intermetálicas frágeis de Fe-Zn.

No contato do aço base com o banho de zinco ocorre inicialmente a difusão do ferro para o banho e o alumínio presente no banho reage com o ferro do aço base formando uma camada inibidora de composição química Fe_2Al_5 reduzindo a difusão do ferro do aço base para banho de zinco. Portanto, o revestimento será composto de camada intermetálica (Fe_2Al_5) e da fase eta (η).

Em caso de ruptura da camada inibidora (Fe₂Al₅) ocorrerá reação entre o zinco do banho e o ferro do aço base, formando a fase delta (δ) preferencialmente no contorno dos grãos. No revestimento Galvanized a formação da fase delta (δ) deve ser evitada, devido ao possível desplacamento de zinco.

A Figura 2-11 mostra microestruturas típicas do revestimento GI em um aço acalmado ao alumínio. Nota-se que o revestimento é composto basicamente de fase η .

Figura 2-11 - Microestrutura típica do revestimento GI em um aço de qualidade comercial. (a) seção transversal mostrando a fase eta (η) e (b) superfície do revestimento (MIRANDA, 2003).



Pesos de revestimentos de Zn-Puro (GI) geralmente fornecidos à indústria automotiva para melhoria da proteção contra corrosão estão entre 80 (11,2 μ m) e 140g/m² (19 μ m) em ambas as faces.

2.2.2.2 Revestimento com Zinco-Ferro (GA)

Existem duas principais diferenças de produção entre o revestimento GI e GA. A primeira, no caso do GI, são os teores de alumínio mais elevados (0,15 a 0,30%) e no GA (0,11 a 0,135). A segunda é a necessária utilização, no caso do GA, de um forno de recozimento para tratamento térmico da camada de zinco a uma temperatura de aproximadamente $500\pm30^{\circ}$ C. Ocorre assim a interdifusão entre átomos de ferro da chapa e o zinco do banho, formando compostos intermetálicos de Fe-Zn.

O controle do processo é requerido para obtenção de boas propriedades do revestimento final de modo a evitar possível desplacamento de zinco. Além das condições de processo, citadas anteriormente, a composição química do banho e do aço base contribuem para a microestrutura final do revestimento.

Para Marder (2000), a formação do revestimento com liga de Zn-Fe é realizada em seis estágios, como mostrado a seguir:

t0 – Desenvolve-se uma camada interfacial no aço base de Fe-Al durante a galvanização. A formação desta camada interfacial depende da quantidade de alumínio adicionado ao banho.

t1 – A camada inibidora Fe₂Al₅ se quebra durante o tratamento térmico do revestimento causando a nucleação e o crescimento da fase δ na interface entre o revestimento e o aço base. Formação de arborescências (outburst) na interface do aço base e revestimento e preferencialmente no contorno do grão podem ocorrer devido ao crescimento acelerado das fases de Fe-Zn.

t2 – Na sequência do tratamento térmico do revestimento ocorre o crescimento da fase δ com morfologia colunar e a fase ζ anteriormente nucleada se transforma em fase δ . Adicionalmente ζ poderá nuclear devido à supersaturação de ferro no zinco líquido formando a fase Γ entre o aço base e o revestimento.

t3 – Esgotamento do Zn ocorre com a exposição à temperatura de tratamento térmico do revestimento, resultando no completo consumo de fase eta (η) na superfície do revestimento. A concentração de Fe aumenta no revestimento e a fase delta (δ) continua a se formar,

proporcionando o aparecimento da fase zeta (ζ) na superfície. A espessura da fase Γ se mantém constante em aproximadamente 1 μ m.

t4 – A fase δ cresce e consome a fase ζ , alcançando a superfície do revestimento, enquanto a fase Γ permanece constante com a espessura de l $\mu m.$

t5 – A fase δ alcança a superfície e ocorre a continuação do crescimento da fase gama Γ . Quebras no revestimento podem ocorrer ao longo da fase δ devido a planos basais mais frágeis paralelos ao revestimento existente

A Figura 2-12 mostra em (a) e (b) estrutura típica de superfície e de seção do revestimento GA obtida por MEV e em (c) a mudança da quantidade de ferro em (%) a partir da interface aço/revestimento a 500° C e 3 tempos de tratamento térmico do revestimento. A fase $\Gamma e \Gamma_1$,

por conter maior teor de ferro forma-se junto ao substrato. A seguir, é formada a fase delta (δ) e a fase zeta (ζ) (Rowland, 1948). A fase Γ (Γ + Γ 1) que se forma na interface com o substrato possui alta dureza como observado na Tabela 2-4 (KANAMARU, 1995). Figura 2-12 – Em (a) e (b) microestrutura típica de superfície e de seção do revestimento e em (c) a mudança da quantidade de ferro em (%) a partir da interface aço/revestimento a 500 °C e 3 tempos de tratamento térmico do revestimento (MARDER, 2000) (JORDAN et al, 1997) (KATO et al, 1998).



Conforme Koga et al. (1979), o máximo de dissolução de ferro e o crescimento das fases intermetálicas, ocorre dentro da faixa de temperatura de 490°C a 530°C. Na faixa de temperatura entre 530°C e 720°C também pode ocorre crescimento controlado por difusão e através dos intermetálicos formados.

A fase η é a fonte de zinco no início do processo de *galvannealed* e durante o tratamento térmico é gradualmente substituída pelas fases ricas em ferro, até ser completamente consumida. Conforme Nakamori *et al* (1988), a fase η desaparece completamente para teores de ferro no revestimento acima de 5%.

Em função do processo de conformação mecânica e da composição do revestimento composta por fases frágeis e duras podem

ocorrer pós de zinco quando submetidas a tensões de compressão. Objetivando bom desempenho nos processos de conformação é possível padronizar boas características do revestimento GA. Uma opção e a limitação da espessura do revestimento e o seu teor de ferro. Assim, é possível reduzir o gradiente de tensão e a dureza da camada de zinco, respectivamente.

O revestimento de Zn-Fe (GA) com boas características de conformabilidade geralmente é fornecido à indústria automotiva para melhoria da proteção contra corrosão e da soldabilidade entre $70g/m^2$ (9,8µm) e 120 g/m² (16,8µm) em ambas as faces. O teor de ferro do revestimento requerido deve ficar abaixo de 12 %.

2.3 EFEITO DO REVESTIMENTO NA ESTAMPAGEM

Conforme Sadagopan (2003) a conformabilidade dos aços bifásicos pode ser afetado pelas propriedades do material e pelas condições de processo utilizadas na prensa de estampagem. Propriedades mecânicas tais como limite de escoamento, limite de resistência, alongamento total, anisotropia e coeficiente de encruamento são características da chapa de aço utilizadas na definição das condições de estampagem. Além das características do material, condições de estampagem tais como dimensional do blank, atrito entre o material e a ferramenta e a velocidade de estampagem tem efeito significativo na "janela" de estampagem.

A Figura 2-13 mostra em (a) os estados de tensão e em (b) os estados de deformação ao qual o aço revestido pode ser submetido durante a estampagem (USIMINAS, 1999). Conforme Keller (1965), no lado direito do diagrama mostrado em (b), observa-se deformações positivas e do lado esquerdo segundo Goodwin (1971), as deformações maiores são positivas e as deformações menores negativas. Desta maneira e conforme mencionado por Gilapa (2011), o diagrama de CLC é divido em três áreas, de acordo com a deformação verdadeira menor (ϵ_2):

• Região de Estiramento (ϵ_2 >0). Ambas as deformações são positivas, e a estricção antes da falha tende a ser difusa.

• Região de Deformação Plana ($\epsilon_2=0$). Ocorrendo um afinamento do material, ocasionando antes da ruptura, uma estricção localizada.

• Região de Embutimento e Deformação Uniaxial ($\epsilon_2 < 0$). Existe certa compensação entre as duas deformações, ocorrendo pequena variação na espessura.

Comparando os diagramas (a) e (b) mostrados na Figura 2-13, verifica-se que para o Estiramento Biaxial Simétrico ocorre tensões de tração/tração ($\sigma_1=\sigma_2$) em todas as direções do plano do revestimento resultando em deformações $\epsilon_1=\epsilon_2$. Conforme Marciniac (2002), ocorre rapidamente redução de espessura devido à deformação na espessura ($\epsilon_3=-2\epsilon_1$).

No caso da Deformação Plana ocorrem tensões de tração em uma direção sendo em outra direção tensão nula ($\sigma_2=0$). Assim, tem-se $\varepsilon_2=0$. Em peças como túneis de automóveis a Deformação Plana pode ser observada nas paredes destas peças.

Para a Deformação de Tração Uniaxial observa-se tensões de tração e compressão (σ_1 =-2 σ_2), ocasionando deformações ϵ_1 =-2 ϵ_2 . (USIMINAS, 1999) (MARCINIAC ,2002) (LOBÃO, 2003)).

A Figura 2-13 (c) mostra a relação entre força de prensa chapa e valor de β max e a influência da redução do coeficiente de atrito no aumento da janela de conformação. Com a redução do coeficiente de atrito ocorre o aumento da janela de estampagem (β max) caracterizada pela razão limite de estampagem, que neste caso, é identificada pela relação entre o diâmetro do blank e diâmetro do punção máximo que se pode obter sem falha para as mesmas condições de estampagem.

Figura 2-13 – Classificação dos Estados de tensões em (a) com os modos de deformação em (b). Em (c) mostra a relação entre força de prensa chapa e valor de β max e a influência da redução do coeficiente de atrito no aumento da janela de conformação (USIMINAS, 1999) (DAMOULIS, et al, 2003).



Além das propriedades mecânicas e das condições de processo de estampagem, outra importante características a ser considerada é o efeito dos revestimentos galvanizados na estampagem. Os revestimentos galvanizados alteram as condições de atrito entre a ferramenta de estampagem e a chapa de aço proporcionando a necessidade de ajuste do ferramental de estampagem para o material. O coeficiente de atrito

dos materiais galvanizados por imersão a quente dependerá da microestrutura e espessura do revestimento e da pressão de contato ao qual é submetido. Parâmetros tais como velocidade de estampagem e temperatura também pode influenciar.

2.3.1 Efeito do Revestimento no Coeficiente de Atrito

Shih et al (2008) mencionam que o atrito e a lubrificação na estampagem são características importantes pois afetam a força requerida na conformação de chapas auxiliando no controle de rupturas de peças e na redução do efeito springback (retorno elástico). Adicionalmente, os revestimentos galvanizados aliados à aplicação de pós-tratamento superficiais também podem contribuir positivamente no controle do processo de estampagem e na redução do coeficiente de atrito.

A Figura 2-14 mostra a variação do coeficiente de atrito com o aumento da pressão de contato em ensaios utilizando tribômetro com ferramenta plana para os materiais EGA, EG, GA, GI e GA-Phos. Conforme Shih et al (2008), para os revestimentos EG e EGA o coeficiente de atrito aumenta com o aumento da pressão de contato, entre 0 e 15 MPa, devido ao nivelamento do revestimento proporcionado pela ferramenta. À medida que ocorre o aumento da pressão de contato observa-se a redução do coeficiente de atrito devido à rugosidade da superfície. Para o HDGA, HDGA/Phos. e HDGI, o coeficiente de atrito aumenta como o aumento de pressão de contato devido ao nivelamento do revestimento proporcionado pela ferramenta.

Além da abordagem de Shih et al (2008), onde se considerou apenas o ferramental e rugosidade da superfície do aço revestido, Marder (1990) e Garza (2007) observaram que o menor coeficiente de atrito do HDGI, se comparado aos outros materiais, pode ser atribuído principalmente à microestrutura do revestimento composta de zinco puro (η), microdureza de 52 (Hv_{25mg}) e com menor resistência à abrasão.

Conforme Szabadi et al (2011) e Garza (2007) os maiores coeficientes de atrito verificados para o EGA e o HDGA se comparados ao HDGI são atribuídos à microestrutura do revestimento composta de fases intermetálicas de Fe-Zn na superfície do aço que proporcionam maior resistência a abrasão.

Figura 2-14 - Variação do Coeficiente de Atrito com o aumento do contato de pressão (SHIH ET AL, 2004).



Para revestimentos com menor resistência abrasão, tais como o GI, é possível a identificação do fenômeno *Stick Slip* que é a resistência ao deslizamento entre a matriz e a peça estampada, a partir da aplicação de certa pressão de contato, ou força. Com a presença deste fenômeno existe o potencial de ocorrência de desgaste por abrasão. O fenômeno pode ser identificado a partir do monitoramento de emissões acústicas no tribômetro e pela avaliação da evolução da curva de atrito com a variação da pressão de contato (JAYAKUMAR, 2005).

Garza (2007) avaliou o coeficiente de atrito do GA utilizando ensaios de desgaste com ferramentas planas e observou a existência de diferentes comportamentos do coeficiente de atrito em função das fases presentes no revestimento, em especial a influência da fase zeta (ζ) e do teor de ferro do revestimento.

A Figura 2 15 mostra o efeito do teor de ferro do revestimento GA na formação da fase zeta (ζ) e consequentemente na evolução do coeficiente de atrito. Revestimentos com maiores porcentagens de fase zeta (ζ) na superfície possuem maiores coeficientes de atrito quando comparados com revestimentos com reduzidas porcentagens. Entretanto, o aumento do teor de ferro do revestimento ocasiona o incremento da perda de massa do revestimento, a geração de pós de ferro durante a estampagem ou o defeito de Powdering e a redução do coeficiente de atrito. O Defeito de Powdering será explicado com mais detalhes no item 2.3.2.

Figura 2-15 - Efeito do teor de ferro do revestimento no coeficiente de atrito (GARZA, 2007).



No revestimento com grandes quantidades de fase zeta (ζ) , observa-se microestrutura característica de cristais em forma de hastes que apresentam nos processos de estampagem boa resistência à formação de pós (Powdering), mas ocorre o aumento do coeficiente de atrito. Nos revestimentos com baixas porcentagens de fase zeta (ζ) , não são observados cristais em forma de hastes e sim uma morfologia de pequenos cristais ou sua inexistência. A resistência à geração de pós ou Powdering é reduzida em função da presença da fase delta (δ) com maiores teores de ferro, entre 7 e 12%, enquanto a fase zeta (ζ) possui valores entre 5 e 6% (MATAIGNE, 2007).

2.3.2 Deformação e Fratura dos Revestimentos

Além dos aspectos positivos da utilização de revestimento de zinco para redução do coeficiente de atrito entre as superfícies (chapa/ferramenta), Shaffer (1990) e Lazik (1995) também comentam que esta mesma estampagem pode provocar danos ao revestimento. Estes "danos" podem comprometer a aderência e a resistência à corrosão do revestimento.

A Figura 2 16 mostra que os modos de acomodação dos estados e tensões gerados com a deformação do zinco são escorregamento, maclação e trincas. O escorregamento ocorre no plano basal (0001) e ao longo da direção <1120> e a maclação nos planos (1012) e nas direções <1011>. As "quebras" podem ocorrer por formação de trincas intergranulares e intragranulares. As trincas intragranulares ocorrem por clivagem e geralmente em planos e direções similares a do escorregamento. As trincas intergranulares podem ocorrer em função de segregação de elementos residuais tais como Mn, Si, P e Al para os contornos de grãos (LAZIK, 1995).

Figura 2-16 – Modos de Acomodação dos Estados de Tensões do Zinco (SHAFFER, 1990) (DEITS, 1990).



No revestimento com zinco puro (GI), Shaffer (1990), Deits (1990) e Nakamori et al (1995) mencionam que as trincas podem ocorrer de forma intergranular e intragranular, mas também comentam que este revestimento, exibe boa adesão e a trinca com conexão com o aço base geralmente não ocorre. Isso pode ser atribuído à ductilidade do revestimento (η) e a formação da camada intermetálica entre o revestimento e o substrato. Quando ocorre baixa adesão do revestimento ao aço base, geralmente esta associada à formação de óxidos na

superfície da chapa antes do processo de galvanização. A incidência de trincas quando em conexão com o aço base pode reduzir a resistência à corrosão do material.

A Figura 2-17 mostra conforme Herteveldt (1999) o posicionamento de uma trinca de seção do revestimento GA obtida por MEV em um aço IF-Ti-Nb. Foi observado que as trincas formadas podem acomodar as tensões geradas pela deformação do revestimento de zinco, tem início na superfície e percorrem da superfície até o aço base.

Pode ocorrer também o defeito chamado de esfoliação que provoca o arrancamento de grão ferrítico juntamente com o revestimento. Assim as trincas do revestimento podem se iniciar na superfície e se conectar ao aço base.

Figura 2-17 - Microestrutura de seção obtida por MEV do revestimento GA indicando as áreas de trincas em aço IF-Ti-Nb (HERTVELDT et al, 1999).



Conforme Song (2011), diante dos esforços de tração e compressão durante a estampagem a concentração de tensão na interface o aço base/revestimento de zinco aumenta ocasionando o desplacamento parcial o total do revestimento. Esta tensão na interface é chamada de Força Motriz Critica ou *Critical Driving Force* (σ_c).

Song (2012) também menciona que para o caso de revestimentos de zinco compostos por fases intermetálicas, tais como o GA, existe também a ação de forças entre as interfaces de Zn-Fe do revestimento, ou seja, entre ζ/δ , δ/Γ ou Γ/a co base. Estas forças são chamadas de Forças de Adesão ou *Work of Adhesion (W_{Ad})* e expressam a força requerida para separar uma interface de Zn-Fe de outra.

Interfaces das fases de Zn-Fe tais como Γ/δ tem maior probabilidade de nuclear e propagar trincas devido à menor força interfacial se comparada com a fase Γ e o aço base. Grandes trincas geralmente ocorrem na superfície do aço base no contorno de grão ferrítico e dentro do revestimento.

A Tabela 2-5 mostra as forças de adesão (W_{Ad}) calculadas para as interfaces do revestimento conforme Song (2012). Observa-se que, a interface entre a camada inibidora (η -Fe₂Al₅- $_xZn_x$) e o aço base possui maior força de adesão se comparado às outras interfaces existentes do revestimento. A menor força de adesão observada é a da interface ζ -FeZn₁₃ / η -Zn.

Tabela 2-5 – Força de Adesão das Interfaces / Revestimento de Zinco/Aço base a 298 K (J m-²)

,	
Interfaces	Força de Adesão
η -Zn / η -Fe ₂ Al ₅ - _x Zn _x	2,03
ζ-FeZn ₁₃ / η-Zn	1,66
ζ -FeZn ₁₃ / η -Fe ₂ Al ₅ - _x Zn _x	2,12
η -Fe ₂ Al ₅ - _x Zn _x / Aço Base	3,54

Fonte: SONG (2012)

A resistência à propagação de trincas pode ser obtida pelo fortalecimento da ligação da interface entre do aço base e fase Γ e a redução da intensidade da tensão de cisalhamento mediante a introdução de uma interface mais fraca. Neste caso é possível utilizar oleamento ou um tipo de pós tratamento de superfície antes do processo de estampagem (HERTVELDT ET AL, 1999).

O'Dell (2002) porem afirma que as trincas do revestimento de Zn-Fe (GA), até certo nível, auxiliam na redução do defeito Powdering pela inibição de propagação de novas trincas ao longo da interface entre o aço base e a fase Γ . Quando sob tensões de tração e compressão o revestimento falha ocorrendo a geração de trincas. Estas trincas aliviam novas tensões compressivas e trativas evitando o seu desplacamento.

Após a conformação da chapa revestida com zinco, a trinca aumenta com o aumento da tensão de tração. Trincas de revestimento perpendiculares à direção de tração podem levar ao desplacamento do revestimento. Além disso, quanto menor a distância entre as trincas, menor será a área com desprendimento de zinco. Assim a distância entre as trincas do revestimento é proporcional à tensão aplicada (NAKAMORI, 1995). Conforme Marder (2000), as trincas dos revestimentos podem ocasionar defeitos de aderência. A seguir são mostrados estes defeitos:

A - Powdering – Formação de partícula por quebras entre o revestimento e o aço base com dimensões menores que a espessura do revestimento. Também são denominados de pós de zinco e ocorrem na fase Γ (gama) quando a chapa de aço é submetida à forças de tração e compressão, tais como dobramento, resultando na formação de pós durante as operações de estampagem.

B - Flaking - Formação de partículas planas, ou lascas, pela separação do revestimento entre o aço base e a camada. O desplacamento ocorre quando as forças de atrito na superfície do material excedem a força de adesão entre a interface do aço base e revestimento

C – Esfoliação - Dano á superfície do revestimento resultado da aderência de partículas do revestimento à superfície da ferramenta de estampagem.

D - Quebras - Fratura do revestimento sem aderência de partículas oriundas do aço base.

2.3.3 Vazios e Trincas de Revestimento em Aços Bifásicos

A Figura 2-18 mostra pequenas trincas e vazios formados devido à solidificação do revestimento em aços bifásicos com Zn-Puro (GI). O aparecimento destas pequenas trincas é atribuído às tensões térmicas residuais provocadas pela solidificação do revestimento a partir do ponto de fusão do zinco de 419°C até a temperatura ambiente. Pequenos vazios também são observados e atribuídos a grande contração durante a solidificação do zinco. Figura 2-18 – Microestrutura de superfície do aço bifásico com Zn-Puro (GI). Verifica-se micro trincas e vazios situados ao logo dos contornos de grão do zinco (SONG et al, 2011).



Após a realização de ensaios de tração uniaxial Song et al (2011), verificaram-se que as trincas de revestimento inicialmente ocorrem no contorno do grão de zinco, e se conectam com outras trincas ao longo do contorno de grão vizinho.

A Figura 2-19 mostra em (a) trincas na superfície do revestimento com a aplicação de deformação uniaxial de 5%. O aumento da tensão de deformação provoca também o aumento da largura das trincas. Verificase em (b) que a trincas formadas na superfície do revestimento com o aumento da tensão de deformação aplicada se conectam ao substrato devido à concentração da tensão na interface entre o revestimento de zinco e o aço base. Na condição apresentada acima a tensão aplicada ultrapassa a resistência da interface (revestimento/aço base) provocando o desplacamento parcial do revestimento.

A Figura 2-19 ainda mostra em (b) a análise detalhada da seção transversal do desplacamento do revestimento, a conexão com o aço base e revela que as trincas que ultrapassam a interface do revestimento de zinco/camada inibidora e ζ -FeAl₁₃/Camada inibidora ocorrem com maior facilidade se comparada à interfaces de camada inibidora/aço

base. Isso ocorre devido às Forças de Adesão (W_{Ad}) das interfaces entre revestimento de zinco e o aço base conforme mostrado na Tabela 2-5.

Figura 2-19 – Trincas do revestimento após 5% de deformação uniaxial. (a) Superfície do revestimento mostrando trincas do revestimento ao longo do contorno de grão; (b) Trincas na seção do revestimento mostrando conexão com o aço base. (SONG et al, 2011).



A Figura 2-20 mostra a evolução das trincas do aço bifásico GI quando submetidas a deformações uniaxiais de 9 e 28%. Foi utilizado técnicas de medição da variação das distâncias entre pontos na superfície do revestimento. É possível verificar que com o aumento da tensão uniaxial aplicada ocorre o aumento da largura da trinca ocorrendo o crescimento das distâncias medidas. As distâncias relativas estão identificadas pelos algarismos "a". Observa-se também o crescimento das maclas de revestimento com o aumento da tensão uniaxial de 9 para 28%.

As bandas de maclação estão identificadas por A, B e C. Esta evidência confirma também que a maclação é um dos Modos de Acomodação dos Estados de Tensões do Zinco.

Figura 2-20 - Microestrutura obtida por MEV indicando em (a) quebras no revestimento de zinco após deformação de 9% e em (b) quebras no revestimento de zinco após deformação de 28% (SONG et al, 2011).



(a)



(b)

3. METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 METODOLOGIA

A presente dissertação de Mestrado objetivou avaliar o efeito do revestimento de Zn-Puro (GI) e Zn-Fe (GA) e dos caminhos de deformação: Uniaxial, Plana e Estiramento Biaxial Simétrico, na estampabilidade e na evolução das trincas dos revestimentos e a sua conectividade com o aço base (aço bifásico DP600).

Foi realizada também a caracterização do aço base e do revestimento como recebido (MO-MEV-EDS), ensaio de propriedades mecânicas (Tração), a perda de massa por Embutimento e o coeficiente de atrito.

Os caminhos de deformação utilizados foram obtidos através de ensaios com ferramental Nakajima para determinação da curva limite de conformação. As análises da evolução das trincas do revestimento e a conectividade com o aço base foram realizadas em amostras não deformadas, com deformações intermediárias e deformações próximas ao ponto de fratura.

Os aços utilizados no projeto foram produzidos em escala industrial na ArcelorMittal Tubarão (Vitória-ES) e na ArcelorMittal Vega (São Francisco do Sul-SC). Na ArcelorMittal Tubarão foram realizadas as etapas referentes a Aciaria, Lingotamento Contínuo e Laminação a quente. Posteriormente as bobinas laminadas a quente foram encaminhadas a unidade da ArcelorMittal Vega para complementação da produção, sendo realizadas as etapas de Decapagem e Laminação a Frio e Galvanização por imersão a quente. Após a galvanização os aços bifásicos revestidos com Zn-Puro e Zn-Fe foram submetidos ao laminador de encruamento.

A Figura 3-1 apresenta os experimentos realizados no projeto.



MEV - Microscopia eletrônica de varredura

Dentro do escopo do projeto, a seguir é apresentada a descrição dos materiais e métodos utilizados para atendimento dos objetivos propostos.

3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.2.1 Materiais

Os aços bifásicos (DP600) estudados foram produzidos utilizando temperatura de reaquecimento de placas de 1250°C (+/- 40°C), temperatura de acabamento de 880°C (+/- 30°C) e temperatura de bobinamento de 650°C (+/- 50°C). Na laminação a frio foram realizadas reduções entre 65 e 68%, resultando em espessura final de 1,50mm para a bobina sem recozimento (Full Hard). Na linha de galvanização os aços bifásicos foram processados obtendo gramaturas de revestimento para o revestimento Zn-puro de 53g/m² (7,5µm) e de 50g/m² (7,0µm) para o Zn-Fe. Foi utilizada temperatura de tratamento do revestimento (galvannealing) superiores a 530°C e 1% (+/-0,5%) de alongamento ou redução no laminador de encruamento.

Os aços bifásicos revestidos com Zn-Puro e com Zn-Fe serão referidos daqui em diante como DPGI e DPGA respectivamente. A composição química dos materiais utilizados é mostrada na Tabela 3-1.

14001401 00	mpoor y ao qa	mmea ao m		Euuo	
Qualidada	%				
Qualidade	С	Mn	Р	Cr	Si
DPGI DPGA	0,12	1,83	0,016	0,346	0,225

Tabela 3-1 - Composição química do material utilizado

Segundo Vermeulen et al (1996) e Li et al (2010), as temperaturas de início de formação de Martensita (Ms) e início de formação a Bainita (Bs) para os materiais estudados são de 429° C e 554° C, respectivamente.

Para atingir os objetivos propostos neste estudo, algumas etapas tornam-se necessárias, conforme descrita abaixo:

3.2.2 Caracterização Microestrutural

Foram analisadas as microestruturas dos aços base utilizando microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Também foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS) para avaliação da microestrutura e composição química dos revestimentos. A microestrutura do aço base e dos revestimentos como recebido foi analisada na seção transversal. A superfície do revestimento como recebido e sem preparação foi avaliada utilizando o MEV, não sendo realizado embutimento, polimento ou ataque. Para o DPGA também foi feita a quantificação da fase zeta (ζ) na superfície do revestimento utilizando método interno ArcelorMittal.

Para a identificação das fases presentes no aço base inicialmente as amostras foram cortadas no sentido de laminação, embutidas, lixadas utilizando lixa de granulometria 120, 320, 800 e 1200 e polidas com pastas de diamante de 2 e $\frac{1}{2}$ Micra. Posteriormente, estas amostras foram atacadas com solução de Lepera (Solução aquosa de 1% de metabissulfito de sódio-Na₂S₂O₅ misturada com uma solução de Picral 4%, na proporção de 1:1). A análise metalográfica foi realizada em um Microscópio Ótico (Zeiss-A1m) com software analisador de imagens (Axio Vision).

Para quantificação da martensita presente no aço base as amostras foram atacadas com solução de Nital 4% e obtidas imagens com Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL, Modelo JSM 6360). A quantificação da martensita foi realizada com a utilização de uma grade contendo 1488 pontos (48x31) sobreposta nas imagens obtidas no MEV. A análise foi realizada utilizando-se um software analisador de imagens (Axio Vision). Para esta determinação foram utilizados quatro campos a ¹/₄ da espessura de cada aço. Os resultados obtidos são uma média de quatro medidas realizadas. A fração volumétrica foi calculada como sendo a razão entre o número de pontos sobrepostos às ilhas de martensita/bainita e o número total de pontos da grade.

Para análise da seção dos revestimentos as amostras foram lixadas (lixas de 120, 320 e 1200 microns), polidas utilizando pasta de diamante ($\frac{1}{2}$ e 2 Micra) e atacadas quimicamente com solução de Nital a 1%. Para medição da espessura da camada intermetálica do DPGI e da espessura da fase gama (Γ) para o DPGA, foi avaliado um campo da seção do revestimento, para cada material, obtido por MEV (JEOL-JSM 6360) com ampliação de 2500X e avaliadas pelo software Axio Vision Rel 4.6. No campo avaliado a espessura da camada intermetálica e da fase gama (Γ) foram medidas em 10 pontos ao longo da seção transversal. O valor final apresentado é uma média dessas dez medições. O mapeamento da composição química da superfície e da seção do revestimento foi realizado por EDS acoplado em MEV. O aumento da área com trincas na superfície do revestimento e a conectividade da trinca do revestimento com o aço base foi avaliada com amostras obtidas após a simulação dos caminhos de deformação para o DPGA considerando 0%, 50% e 100% de deformação. Para avaliação do nível de deformação de 0% foi utilizada a amostra como recebida.

A Figura 3-2 mostra esquema de medição da área com trincas na superfície do revestimento do DPGA. Amostras da superfície do revestimento de tamanho 10x10mm foram avaliadas no MEV sem ataque químico ou polimento. A medição da área com trincas foi realizada utilizando software analisador de imagens (Axio Vision) em dois campos com ampliação de 2500x para cada nível e caminho de deformação estudado.

Será considerado o somatório dos dois campos escolhidos na avaliação da área total com trincas e o seu percentual com relação à área total do revestimento.

Figura 3-2 – Modelo da medição de áreas com trincas na superfície do revestimento do DPGA



Para avaliação da conectividade das trincas de revestimento com o aço base foram utilizados seis campos com ampliação de 1000X obtidos na seção do revestimento por MEV. As amostras foram preparadas conforme procedimento de avaliação de seção de revestimento sem deformação já apresentado. A conectividade das trincas de revestimento com o aço base foi determinada através do software analisador de imagens (Axio Vision).

Assim, foi avaliada a área total revestimento (μ m²), área total do revestimento com trincas (μ m²), a quantidade de trincas com e sem conexão ao aço base e sua percentagem com relação à área total de revestimento estudado.

As ampliações de 2500x e 1000x foram utilizadas devido a apresentarem melhores resoluções para medição das trincas de seção e superfície. A medição não foi realizada para o DPGI devido à dificuldade de identificação de trincas na superfície e na seção do revestimento.

3.2.3 Microdureza do Revestimento

Objetivando avaliar a diferença de resistência do revestimento entre as áreas de alto relevo (AR) e baixo relevo (BR) para os dois materiais, como descritas abaixo, foi realizada a medição da microdureza do revestimento para o DPGI e DPGA no material como recebido.

A Figura 3-3 mostra o esquema de identificação das áreas de alto e baixo relevo para o DPGI e DPGA sendo as áreas de Alto Relevo consideradas como áreas visivelmente submetidas ao laminador de encruamento da linha de galvanização. Na identificação das áreas foi utilizado microscópio ótico acoplado ao microdurômetro. Na medição foi utilizando um Microdurômetro Vickers, marca SHIMADZU (mod. HMV), com carga de 2,94N por um tempo mínimo igual à 10 segundos e indentador de base piramidal. O ensaio foi realizado conforme a norma (ASTM A370-12a). Cada valor apresentado é a média de cinco medidas.



Figura 3-3- Áreas de Alto (AR) e Baixo Relevo (BR) para (a) DPGI e (b) para o DPGA

3.2.4 Propriedades Mecânicas

As características de limite de escoamento ($LE_{0,2\%}$), limite de resistência (LR), alongamento (Al), Anisotropia (valor r) e expoente de encruamento (n) nas três direções foram medidas através de ensaio de tração. Eles foram realizados utilizando uma máquina universal, de marca Instron, modelo 5585, com carga máxima de 100KN.

O ensaio foi realizado de acordo com a norma DIN EN10002/01. Foram confeccionados três corpos-de-prova para cada direção estudada, sendo retirados corpos de prova paralelos à direção de laminação (0°) , diagonal ao sentido de laminação (45°) e perpendicular ao sentido de laminação (90°) . A base de medida utilizada foi de 80 mm. O limite de escoamento foi medido a 0,2% de deformação e o coeficiente de encruamento foi medido de 10% de deformação até a deformação homogênea máxima.

3.2.5 Perda de Massa do Revestimento

O ensaio de perda de massa foi realizado nos dois materiais, para avaliar a capacidade de aderência do revestimento quando submetidos a solicitações de compressão e tração durante o ensaio de Embutimento Erichsen.

Foi retirada cinco amostras circulares com 60 mm de diâmetro para cada material. Antes do processo de Embutimento as amostras foram limpas por ultrassom, modelo VR Ultrsonics, durante 10 minutos com solução de acetona. Na sequência as amostras foram lavadas em álcool sendo posteriormente secas e pesadas em uma balança de precisão Ohaus Adventurer. A conformação foi realizada em uma Máquina de Embutimento Erichsen, modelo 102 utilizando força de punção de 90kN (+/- 2kN).

Para lubrificação na conformação foi utilizado filme plástico. Após a conformação as amostras foram novamente limpas por ultrasom, secas e pesadas. A perda de massa foi considerada como a diferença entre o peso da amostra inicial e a final. Cada valor apresentado foi resultado da média de cinco ensaios realizados.

A Figura 3-4 mostra a sequência de ensaio das amostras utilizando Máquina Embutimento Erichsen.

Figura 3-4 - Sequência de ensaio das amostras no ensaio de aderência por perda de massa.



3.2.6 Coeficiente de Atrito

O coeficiente de atrito cinético para os dois revestimentos foi determinado utilizando-se um tribômetro de marca QUIRI com célula de carga de 10.000N, e curso máximo de 150 mm. Foi utilizada matriz plana de carboneto de tungstênio de área de contato de 100 mm² (10x10mm). Inicialmente os corpos de prova de 35 mm (cortados no sentido transversal ao de laminação) por 400mm e as ferramentas do tribômetro foram limpas utilizando ultrassom, solução de solvente Haku 1025 ASR e spray de éter de petróleo.

O ensaio consistiu em tracionar uma das extremidades da chapa enquanto blocos idênticos são simetricamente postos nas duas faces da chapa. Um bloco é fixo enquanto o outro possui força controlada. Os corpos de prova foram lubrificados com óleo de estampagem Quaker 6130. O ensaio foi realizado a velocidade constante de deslizamento de 0,10m/min a temperatura ambiente.

A Figura 3-5 mostra esquematicamente o ensaio de coeficiente de atrito realizado.



Fa - Força de Aperto / VT - Velocidade de Tração / FT - Força de Tração

O Coeficiente de Atrito Cinético, μ , foi definido a partir da obtenção das medidas das forças de aperto (Fa) e tração (Ft). A equação utilizada é mostrada a seguir:

$$\mu = \frac{F_T}{2F_A}$$
Equação 3-1

Onde: F_T é a Força de Tração e F_A é a força de aperto. O algarismo 2 que multiplica F_A significa os duas faces da amostra entre o ferramental da máquina do ensaio. A avaliação do fenômeno *Stick Slip*, que significa a resistência ao deslizamento entre a matriz e a peça estampada a partir da aplicação de certa pressão de contato ou força, foi realizada para ambos os materiais a partir de emissões acústicas obtidas durante o ensaio e pela avaliação da curva de atrito.

3.2.7 Simulação dos Caminhos de Deformação

Na a simulação dos caminhos de deformação foi utilizado o ferramental Nakajima para obtenção da curva limite de conformação (CLC).

Para cada material foi preparada 2 amostras por caminho de deformação, sendo uma ensaiada com 50% de deformação e a outra amostra com 100% de deformação. No total foram preparadas 12 amostras sendo 6 de DPGI e 6 de DPGA. As dimensões de corpo de prova utilizadas para simulação dos caminhos Deformação Uniaxial, Deformação Plana, e Estiramento Biaxial Simétrico foram de 30x300mm, 100x300mm, 300x300mm, respectivamente. As duas
amostras referentes a Deformação Uniaxial (30x300mm) foram submetidas a processo de corte a laser para confecção de um raio lateral de 20 mm conforme recomendada pelas normas ISO-FDIS 12004-1 e ISO-FDIS 12004-2 (2008).

Na sequência foi realizada a gravação de uma malha quadrada de 2 mm de aresta na superfície da chapa por processo eletroquímico. Após marcação eletroquímica os corpos de prova foram lubrificados com óleo Quaker 6130 e estampados em uma máquina Zwick / Roell BUP 600.

No primeiro ensaio de simulação de cada caminho de deformação, a estricção foi o critério de avaliação utilizado para verificar o término do ensaio. O ensaio foi finalizado automaticamente em função da detecção do início da estricção. Após a estampagem, os corpos-de-prova foram avaliados com relação ao posicionamento da estricção e então realizadas as medidas das deformações. Foi realizada a medição de deformação de um quadrado impresso adjacente à estricção para cada caminho de deformação estudado. A partir das medidas dos quadrados deformados, foram calculadas as deformações principais, ϵ_1 e ϵ_2 . Assim foi possível identificar as deformações máximas para os dois materiais antes na estricção. A medição das deformações principais foi realizada automaticamente pelo software ASAME Target v4.1 Software \mathbb{R} acoplado a Máquina a Zwick / Roell BUP 600 e utilizando Câmera Nikon D40.

Na sequência foi realizada nova conformação para os materiais objetivando 50% da deformação encontrada no primeiro ensaio. A medição dos quadrados deformados foi realizada conforme a primeira medição realizada para os materiais deformados até a estricção.

A Figura 3-6 mostra os caminhos de deformação utilizados no experimento e as deformações principais maiores (ε_1) e menores (ε_2) no plano da chapa. Os algarismos 1, 3 e 5 representam as deformações realizadas até a ruptura (100% de deformação) e os algarismos 2, 4 e 6 representam as deformações intermediárias (50% de deformação).

Figura 3-6 - Caminhos e níveis de deformação avaliados (ISO-FDIS 12004-1 e ISO-FDIS 12004-2, 2008)



A Figura 3-7 mostra o esquema das alturas de deformação utilizadas. As amostras submetidas à conformação até a estricção foram chamadas de "100% de deformação" e as amostras submetidas à conformação intermediária foram chamadas de "50% de deformação".

Figura 3-7 - Figura esquemática das alturas de deformação obtidas pela simulação dos caminhos de deformação



Após as medições das deformações $\varepsilon_1 e \varepsilon_2$, foi utilizado modelo de predição de Curva Limite Conformação desenvolvida pela ArcelorMittal Maizières para identificar a curva limite de conformação teórica para os dois materiais estudados. A predição da Curva Limite Conformação foi obtida com base nas propriedades mecânicas de alongamento uniforme (Al_u), limite de resistência (LR), espessura real e valor de anisotropia obtida na direção transversal ao sentido de laminação (r90) (CAYSSIALS, 2005).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O capítulo de resultados e discussão foi dividido em seis partes. Inicialmente é a mostrada caracterização microestrutural do aço base e do revestimento e os resultados de microdureza do revestimento. Na sequência o texto apresentará a caracterização mecânica das chapas metálicas, a avaliação da aderência por perda de massa e o comportamento do material diante da avaliação tribologica do coeficiente de atrito.

Finalmente, o texto apresentará os resultados da avaliação do aumento da área com trincas e da conectividade destas trincas com o aço base em função do nível e do caminho de deformação estudado.

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Na Figura 4-1 são apresentadas as microestruturas dos aços DPGI e DPGA na condição inicial, obtidas por microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Nas microestruturas obtidas por MO observa-se a matriz constituída de ferrita (cor cinza) e a presença de martensita, em branco. Nas microestruturas obtidas por MEV a matriz constituída de ferrita é observada na cor cinza escura e a presença de martensita na cor cinza clara. As porcentagens de martensita obtidas foram de 11% (+/-1%) e 10 (+/-2%) para os aços DPGI e DPGA, respectivamente.

Figura 4-1 - Microestrutura de seção do substrato (a) DPGI e (b) DPGA obtidas por MO e (c) e (d) por MEV, respectivamente.



No DPGI e DPGA a microestrutura ferrita-martensita é obtida através de um recozimento intercrítico seguido de resfriamento até a temperatura de 460°C (temperatura do pote de zinco). No caso do DPGA, em particular, deve ocorrer a formação da bainita com a utilização do tratamento térmico do revestimento.

Apesar de não ter sido observada a bainita neste trabalho, pode-se dizer que devido à utilização da temperatura de tratamento térmico do revestimento superiores à 500°C e da temperatura de inicio de formação da bainita de 554°C conforme calculada por Li et al (2010), sugere-se afirmar a sua presença. Com relação à temperatura do pote de zinco, neste caso de 460°C, não influencia na formação de bainita devido a estar abaixo da temperatura de formação da bainita para os aços bifásicos.

Na Figura 4-2 são apresentadas em (a) a microestrutura da superfície, em (b) a microestrutura de seção do revestimento com a identificação dos locais de avaliação de composição química por EDS e em (c) a análise de EDS para o DPGI como recebido. A espessura total

de revestimento em ambas as faces foi de $15,1\mu m$ e a média da espessura da camada intermetálica foi de $0,35\mu m$ (+/- $0,01\mu m$).

Não foram observados defeitos ou trincas no revestimento e na camada intermetálica ao longo da seção e na superfície do material não deformado. Na análise por EDS foi observado revestimento composto de aproximadamente 100% de zinco indicando a predominância da fase η .

Na análise da composição química da região identificada como ponto 1, Figura 4-2 (b) e (c), observou-se teor de alumínio de 0,99%, 4,53% de ferro e 94,48% de zinco. Nos pontos 2 e 3 foi observado composição de 100% de zinco.

No ponto 1 foi observada a presença de Fe devido a presença da camada intermetálica entre o aço base e o revestimento. Isso ocorre devido ao enriquecimento de ferro na camada intermetálica em função da sua difusão para o revestimento durante o processo de galvanização.

Figura 4-2 – Aspecto microestrutural de superfície (a) e seção e locais avaliados por EDS na superfície (b) e em (c) análise EDS realizada para o DPGI no ponto 01.



Na Figura 4-3 são apresentadas em (a) as microestruturas da superfície e em (b) da seção do revestimento avaliado para o DPGA. Foi observado aspecto típico de morfologia de revestimento com fases intermetálicas de Fe-Zn (Γ , Γ 1, $\zeta e \delta$) conforme encontrados por Hertveldt et al (1999).

A espessura total do revestimento em ambas as faces foi de 14,2µm e foi observada fina camada intermetálica entre o revestimento e o aço base chamada de gama (Γ). A Γ é associada à formação de uma fase de Fe-Zn com maior teor de ferro, entre 23,5 e 28%, se comparado a Γ_1 , δ e ζ . O enriquecimento de ferro em Γ ocorre em função da difusão do ferro do aço base durante o processo de galvanização e tratamento térmico do revestimento (MARDER, 1990).

A espessura média da fase gama (Γ) foi de 0,73 μ m (+/- 0,03 μ m), sendo observadas também quantidades inferiores a 1,0% de fase zeta (ζ) na superfície do revestimento DPGA. Revestimento com maiores porcentagens de fase zeta (ζ) na superfície possuem maiores coeficientes de atrito quando comparados a revestimentos com reduzidas porcentagens e reduzem a estampabilidade (MARDER, 1990 E MATAIGNE, 2007).

No material recebido não foi observado a formação de trincas na superfície e na seção de revestimento do DPGA.

Figura 4-3 – Aspecto microestrutural de superfície em (a) e de seção em (b) do DPGA.



Na Figura 4-4 são apresentadas em (a) e (b) as microestruturas de superfície e de seção do revestimento para o DPGA, respectivamente, com a identificação dos locais de avaliação de composição química por EDS. Em (c) é apresentado análise EDS realizada no ponto 01 da seção transversal do material como recebido.

Nos oito locais indicados como 1 a 8 na superfície do DPGA foi observado teores de alumínio entre 0,38 e 0,72%, de ferro entre 10 e 11% e de zinco entre 87 e 89%. Na análise da seção, observa-se teores de ferro entre 10 e 13% e zinco entre 87 e 89% para os pontos 1 e 2, indicando a presença da fase δ . No ponto 03, situado mais próximo à interface do substrato com o revestimento, observa-se teores de ferro de 26% e 74% de zinco indicando composição química típica da fase Γ (teor de Fe de 23,5-28%), conforme Marder (1990).

Figura 4-4 – Regiões analisadas por EDS na superfície (a), em (b) na seção do revestimento e em (c) análise EDS realizada no ponto 01 da seção transversal do DPGA.



Os revestimentos GI e GA caracterizados encontram-se dentro dos padrões de fornecimento de gramatura de revestimento geralmente solicitados pela indústria automotiva.

4.2 MICRODUREZA DO REVESTIMENTO

A Figura 4-5 mostra os resultados de microdureza do revestimento obtidas para o DPGI e DPGA e considerando áreas de baixo (BR) e alto relevo (AR).

Para o DPGI, de composição química de aproximadamente 99% de zinco e composto basicamente de fase eta (η), não foi observada diferença significativa de microdureza entre as áreas de baixo e alto relevo. A diferença foi de apenas 1HV. No DPGA, entretanto, observouse comportamento diferente se comparado ao DPGI entre as áreas de baixo e alto relevo. Foi verificado aumento médio de 217HV.

O aumento significativo da microdureza entre a área de baixo relevo e de alto relevo do DPGA, esta associado a duas características, uma morfológica do revestimento e outra de processo. A primeira é quanto a morfologia da superfície do revestimento que se apresenta em forma de cristais de fase δ com elevada dureza. A segunda ocorre com a utilização do laminador de encruamento que, além de proporcionar o nivelamento da superfície do revestimento provoca maior encruamento localizado nos locais denominados como alto relevo (AR), indicando esta diferença.

A diferença entre os valores de microdureza da literatura e os medidos experimentalmente é justificada pela utilização de cargas inferiores a 2,94N pela literatura conforme Tabela 2-4.



Figura 4-5 - Resultados de Microdureza para o DPGI e DPGA para as áreas de Alto (AR) e Baixo (BR) Relevo

4.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

A Tabela 4-1 mostra os resultados de propriedades mecânicas para os materiais DPGI e DPGA utilizados no experimento. Inicialmente, observa-se que os valores das propriedades mecânicas do DPGI e DPGA atendem aos requisitos da norma internacional ASTM A1079 – 12 para o Grau DP600. Observa-se também que o limite de escoamento, alongamento total e anisotropia não apresentaram grandes diferenças entre os dois materiais se considerado a mesma direção de ensaio. Isso não se observa para o limite de resistência e para o coeficiente de encruamento. No DPGA, verifica-se redução do limite de resistência de 25MPa (656 para 631MPa) e do coeficiente de encruamento de 0,03 (0,176 para 0,146) considerando o sentido transversal ao de laminação se comparado ao DPGI.

Amostra	Direção do Ensaio	LE (MPa)	LR (MPa)	Al (80) %	Valor "r"	Valor "n"
DPGI	Transversal	388	656	24	1,13	0,176
		(±4)	(± 2)	(± 2)	$(\pm 0,02)$	$(\pm 0,020)$
	Diagonal	392	660	26	0,88	0,179
		(±2)	(± 3)	(±2)	$(\pm 0,03)$	$(\pm 0,014)$
	Longitudinal	382	653	26	0,89	0,184
		(± 1)	(±2)	(± 3)	$(\pm 0,02)$	$(\pm 0,012)$
DPGA	Transversal	398	631	24	1,01	0,146
		(± 3)	(±1)	(±1)	$(\pm 0,01)$	$(\pm 0,004)$
	Diagonal	400	630	23	0,82	0,147
		(±2)	(±2)	(±2)	$(\pm 0,02)$	$(\pm 0,004)$
	L on aitu din al	392	626	26	0,84	0,147
	Longitudilla	(± 4)	(± 3)	(±2)	$(\pm 0,03)$	$(\pm 0,003)$
Norma ASTM A1079 – 12						
Garantia no sentido Longitudinal		> 340	> 590	> 21	-	> 0,14

Tabela 4-1 – Resultados de Propriedades Mecânicas

A redução do limite de resistência e do coeficiente de encruamento, conforme mostrado por Bhattacharya (2006), pode ser atribuída à utilização de altas temperaturas de galvannealing (>500°C) que proporcionam maiores possibilidades de decomposição da austenita em bainita antes da transformação da martensita durante resfriamento.

4.4 PERDA DE MASSA

A Figura 4-6 mostra os resultados de perda de massa do revestimento após ensaio de embutimento para os aços DPGI e DPGA. O DPGI apresenta perda de massa média igual a 0,7 g/m² enquanto o DPGA de 7,7 g/m². Apesar da perda de massa, não foi constado visualmente, desplacamento do revestimento para nenhum dos revestimentos.

A diferença de perda de massa entre os dois materiais pode ser explicada pela microestrutura do revestimento. O DPGI apresenta uma microestrutura dúctil composta de aproximadamente 100% de zinco e não existe outra fase intermetálica que possibilite uma diferença de força de interface entre estas fases. A perda de massa também é relativamente baixa diante das solicitações de tração e compressão.

No DPGA a microestrutura é composta por fases intermetálicas $(\Gamma, \Gamma_1, \delta, \zeta)$ que possuem forças de interfaces diferentes umas das outras conforme mencionado por Marder (1990) e Hertveldt et al (1999).



Figura 4-6 - Resultados de perda de massa para o DPGI e DPGA.

4.5 COEFICIENTE DE ATRITO

A Figura 4-7 apresenta o comportamento tribológico do DPGI e DPGA quando submetidos ao aumento de pressão em um tribômetro de matriz plana. Para o DPGI e DPGA verifica-se que com pressões de contato de 3MPa o coeficiente de atrito de ambos os materiais é de 0,13. Abaixo de 3MPa não existe variação do coeficiente de atrito devido ao fechamento do ferramental e a preparação para início do ensaio. Com pressões de contato acima de 3MPa observa-se comportamentos diferentes entre o DPGI e DPGA.

Para o DPGI foi observado coeficiente de atrito médio de 0,13 (+/- 0,01) com pressão de contato entre 3 e 45MPa. Com pressões de contato de 45 a 80MPa, observou-se que o coeficiente de atrito passou para 0,14 (+/- 0,01). Ocorreu também o fenômeno *Stick Slip* a partir de 60MPa caracterizado pela resistência ao deslizamento entre a matriz e a peça estampada, a partir da aplicação de determinada pressão de contato, ou força.

Para o DPGA foi observado coeficiente de atrito médio de 0,14 (+/- 0,01) com pressão de contato entre 3 e 45MPa. Com pressões de contato de 45 a 80MPa, observou-se que o coeficiente de atrito passou para 0,15 (+/- 0,01). Não foi identificado o fenômeno *Stick Slip* para o material.

Com relação às diferenças de coeficiente de atrito observadas entre o DPGI e DPGA, estas podem ser atribuídas principalmente à resistência mecânica da microestrutura do revestimento, principalmente na sua superfície conforme já observado no item 4.4. Como o DPGI possui microestrutura composta basicamente por zinco puro (fase-ŋ), possui menor coeficiente de atrito se comparado ao DPGA.

No caso do DPGA, de microestrutura composta das fases intermetálicas Γ , $\delta \in \zeta$ e conforme indicado por Marder (1990), foi observado valores superiores de coeficiente de atrito diante do aumento da pressão de contato se comparado ao DPGI. Para o DPGA não foi identificado o *Stick Slip* devido a maior resistência das fases intermetálicas.

Além das fases intermetálicas que compõem o revestimento GI e GA, e que indicaram o comportamento do coeficiente de atrito para os dois materiais, outro ponto interessante foi a identificação de quantidades menores que 1,0% de ζ na superfície do DPGA.

Conforme Garza (2007) e Mataigne (2007), pequenas quantidades de ζ na superfície do revestimento atuam positivamente na redução do coeficiente de atrito durante processos de estampagem devido à morfologia dos cristais na superfície do revestimento. Desta forma, caso fosse encontrado percentagens de ζ maiores que 1% no DPGA estudado, os valores de coeficiente de atrito seriam maiores dos encontrados.

Figura 4-7 - Variação do coeficiente de atrito para o DPGI e DPGA com o aumento da pressão de contato do tribômetro.



4.6 EVOLUÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS DEFORMAÇÃO

A avaliação da evolução das trincas do revestimento do DPGA foi realizada em amostras obtidas após simulação dos caminhos Deformação Uniaxial, Deformação Plana e Estiramento Biaxial Simétrico utilizando ferramental Nakajima. Foi utilizada amostras sem deformação (0%), com deformações intermediárias (50%) e até a estricção (100%).

A Figura 4-8 mostra o diagrama de limite conformação com as deformações maiores (ϵ_1) e menores (ϵ_2) medidas experimentalmente, curva limite conformação teórica em vermelho para o DPGI e em verde para o DPGA obtidas com o modelo de predição de Curva Limite Conformação desenvolvida pela Arcelor Mittal Maizières.

Com relação aos limites de estampabilidade do material quando submetido a 100% de deformação, observou-se que mesmo considerando as diferenças de propriedades mecânicas (LE, LR e valor n) obtidas no ensaio de tração e do comportamento tribológico dos materiais, os resultados experimentais obtidos são similares para os dois materiais e com a curva teórica obtida pelo modelo matemático da Arcelor Mittal Maizières.

Com deformações de 50% também não foi verificada diferenças significativas entre os resultados dos materiais estudados. Assim é possível afirmar dois aspectos com relação aos resultados. O primeiro, é a boa relação entre os resultados do modelo matemático utilizado para predição dos limites de estampabilidade dos aços bifásicos e os resultados experimentais. O segundo foi à identificação, de que neste caso, os revestimentos estudados (Zn-Puro e Zn-Fe) influenciaram da mesma maneira os limites de estampabilidade obtidos.



Figura 4-8 - Diagrama Limite de Conformação para os aços DPGI e DPGA

Os valores das deformações principais $\varepsilon_1 e \varepsilon_2$ em função do nível e dos caminhos de deformação estudados para ambos os materiais, bem como as imagens das amostras após ensaio Nakajima, são apresentados nos ANEXOS A e B, respectivamente.

4.6.1 Evolução das Trincas na superfície do Revestimento após Deformação

As trincas nos revestimentos são formadas inicialmente na solidificação do revestimento após o processo de galvanização e aumentam com o aumento da tensão e das deformações geradas por estas tensões durante o processo de estampagem. Podem ocorrer de forma intergranular e intragranular afetando o comportamento do material nos processos de estampagem.

Como benefício, às trincas de revestimento submetidas até certos níveis de deformação aliviam novas tensões compressivas evitando o desplacamento do revestimento e diminuindo defeitos tais como Powdering e Flaking pela inibição da propagação de novas trincas ao longo da interface entre o aço base e a fase Γ (NAKAMORI at 1995). Como ponto negativo, pode ocorrer a redução da resistência a corrosão com o desplacamento parcial ou total do revestimento.

A Figura 4-9 mostra em (a) a variação de área com trincas de revestimento na superfície do DPGA e em (b) as microestruturas da superfície do revestimento do DPGA para os níveis de deformação de 0%, 50% e 100%.

Foi observado que ocorre o aumento da área de trincas com o aumento do nível de deformação para todos os caminhos de deformação estudados. O estiramento biaxial simétrico foi o caminho de deformação que mais aumentou o tamanho da área com trincas seguido da Deformação Plana e Deformação Uniaxial. O Estiramento Biaxial Simétrico promoveu aumento de área com trincas de 39% (1306 μ m²) com níveis de deformação de 100%, enquanto a deformação plana obteve 24% (797 μ m²) e a deformação uniaxial obteve 19,7% (651 μ m²).

Figura 4-9 – (a) Variação de área com trincas de Revestimento na superfície e em (b) microestruturas da superfície do revestimento do DPGA para os níveis de deformação de 0%, 50% e 100%.







(b)

O estiramento biaxial simétrico afetou mais o aumento da área com trincas se comparado aos demais caminhos de deformação devido à direção das tensões exercidas sobre a superfície do revestimento e as deformações resultantes destas tensões. O estiramento biaxial simétrico promoveu tensões de tração/tração ($\sigma_1=\sigma_2$) em todo o plano da superfície do revestimento e em todas as direções resultando em deformações $\epsilon_1=\epsilon_2$.

A Deformação plana promoveu tensões de tração em uma direção sendo em outra direção tensão nula ($\sigma_2=0$). Assim, possivelmente não existe crescimento da trinca em uma direção obtendo $\varepsilon_2=0$. No caso da deformação uniaxial observou-se tensões de tração e compressão de $\sigma_1=-2\sigma_2$, ocasionando deformações $\varepsilon_1=-2\varepsilon_2$.

Não foi possível determinar a evolução das trincas superficiais do revestimento DPGI formadas durante a solidificação e identificar as maclas do revestimento. A utilização do laminador de encruamento durante o processamento na linha de galvanização promoveu a uniformização da superfície do revestimento zinco impossibilitando a identificação e a medição.

Nos estudos apresentados por Song et al (2011), a avaliação da área com trincas e a identificação das maclas do revestimento foi possível devido ao aço bifásico com revestimento GI ter sido produzido em ambiente laboratorial utilizando simulador de galvanização (*Rhesca Hot Dip Simulator*) e sem a utilização de nenhum método de uniformização da superfície do revestimento como a laminação de encruamento utilizado nos materiais estudados.

4.6.2 Conectividade das Trincas do Revestimento com Aço Base

Para altos níveis de deformação aliadas às geometrias das peças na estampagem, a conectividade das trincas do revestimento com o aço base podem ocasionar o desplacamento parcial ou total do revestimento e a redução da resistência à corrosão (NAKAMORI at 1995 e O'DELL, 2002).

A Figura 4-10 mostra em (a) a avaliação da quantidade e do percentual de trincas de seção do revestimento do DPGA que se conectam ao aço base para níveis de deformação de 0%, 50% e 100%, e em (b) as microestruturas da seção do revestimento avaliadas.

Como observado para as trincas de superfície mostradas na Figura 4-9, o aumento da quantidade de trincas com conexão com o aço base ocorre com o aumento do nível de deformação para todos os caminhos de deformação estudados, sendo maior com 100% de deformação. O estiramento biaxial simétrico também foi o caminho de deformação que mais influenciou no aumento da conectividade das trincas da seção do revestimento com o aço base com 88% das trincas avaliadas com conexão. O segundo foi a Deformação Uniaxial com 73% e o terceiro foi a Deformação Plana com 61%.

Diferentemente do observado na avaliação do aumento das trincas de superfície do revestimento, conforme item 4.6.1, onde a deformação plana foi mais severa quando comparada à deformação uniaxial, foi observado que no caso da conectividade da trinca de revestimento ocorre o inverso. Para este caso existem dois aspectos a serem considerados na análise e que podem explicar a diferença de comportamento com relação a superfície.

O primeiro é a atuação das tensões de compressão e tração ocasionadas pela Deformação Uniaxial (σ_1 =-2 σ_2) à seção do revestimento DPGA que podem promover a falha do revestimento (O'DELL et al, 2002).

O segundo aspecto são as energias chamadas de Força Motriz Critica ou *Critical Driving Force* (σ_c) e Forças de Adesão ou *Work of Adhesion* (W_{Ad}), que atuam no revestimento e nas fases intermetálicas do revestimento (ζ , $\delta \in \Gamma$) conforme citadas por Song (2010) e Inagaki (2000).

Visto também que, como na superfície do revestimento observam-se quantidades de fase zeta (ζ) menores que 1%, conforme caracterizado no capitulo 4.1, esta é formada basicamente de fase delta (δ) não sendo vistas diferentes forças de interface na superfície. Porem na medida em que a trinca percorre a seção transversal do revestimento até o aço base é possível constatar que em função da existência das interfaces δ/Γ e $\Gamma/aço$ -base ocorre diferença de comportamento.

Desta forma observa-se que as tensões compressivas e tratativas dos caminhos de deformação estudados afetam de forma diferente a superfície e a seção do revestimento com relação ao aumento de trincas e a sua conectividade com o aço base. Figura 4-10 – (a) Avaliação de conectividade de trincas do Revestimento com aço base – DPGA e em (b) Microestruturas de seção do revestimento do DPGA para os níveis de deformação de 0%, 50% e 100%.







As trincas formadas na seção transversal do revestimento do DPGI mostraram uma morfologia em forma de sulcos heterogêneos a partir da superfície até a proximidade com a camada inibidora, conforme às encontradas por Song (2011). A Figura 4-11 mostra a morfologia da trinca do revestimento do DPGI na seção transversal obtida para o caminho de Deformação Plana com 50% de deformação. A seta branca indica o sentido das tensões impostas durante o ensaio de CLC.

Figura 4-11 - Morfologia da trinca do DPGI na seção transversal obtida para o caminho de Deformação Plana com 50% de deformação.



Também não foi possível medir a conectividade das trincas de seção do revestimento do DPGI em função da dificuldade de identificação e da medição devido à morfologia apresentada pela trinca. A Figura 4-12 mostra em (a) a morfologia da trinca do DPGI na superfície do revestimento e em (b) a seção transversal do revestimento das amostras obtidas após simulação de Deformação Uniaxial com 100% de deformação. As linhas brancas 1 e 2 nas figuras (a) e (b) indicam morfologia heterogênea da trinca ao longo da superfície até o aço base e indicam o inicio e o final da trinca de revestimento.

Figura 4-12 - Morfologia da trinca do DPGI na superfície (a) e na seção transversal do revestimento (b) obtida para o caminho de Deformação uniaxial no local "Topo".



5. CONCLUSÕES

Nesta dissertação de mestrado, a estampabilidade do aço bifásico revestido foi avaliada. Estudos de evolução das trincas do revestimento foram realizados em aços bifásicos (Dual Phase 600) revestidos com liga de Zn-puro (GI) e Zn-Fe (GA) utilizando o ferramental Nakajima, após deformações intermediárias (50%) e até a ruptura (100%) em corpos de prova, com larguras variáveis. Ambos os materiais foram avaliados também através de caracterização do aço base e revestimento como recebido, Microdureza do Revestimento, Ensaio de Tração Uniaxial, Coeficiente de atrito e Perda de Massa. Baseado nos resultados, as seguintes conclusões podem ser observadas:

- Os aços revestidos DPGI e DPGA apresentaram microestrutura constituída de uma matriz ferrítica com aproximadamente 11% de martensita para os dois revestimentos. Foi visto também microestrutura típica do revestimento GI e GA em ambos os materiais;

- Com relação à microdureza do revestimento do DPGA, foi verificada que existe diferença entre as áreas de alto (AR) e baixo relevo (BR). A diferença possivelmente ocorreu em função da microestrutura do revestimento que é composto por fases intermetálicas de Zn-Fe de alta dureza se comparado ao DPGI, aliada à utilização do laminador de encruamento da linha de galvanização. As diferenças entre as áreas de baixo e alto relevo não foram verificados no DPGI devido a ductilidade da fase eta (η) que compõem o revestimento de zinco puro.

- Considerando a mesma direção de ensaio, não ocorreram diferenças significativas ao Alongamento Total, e Anisotropia para os dois materiais. Isso não se verifica no LE, LR e valor n, onde ocorre aumento de 10MPa (388 para 398MPa) para o LE, redução de 25MPa (656 para 631MPa) para o LR e redução de 0,03 (0,176 para 0,146) no coeficiente de encruamento do DPGI para o DPGA. As diferenças de LE, LR e n podem ser atribuídos à utilização de altas temperaturas de galvannealing (>500°C) que proporcionam maiores chances de formação de bainita.

- Foi observada diferença de 10 vezes na perda de massa entre o DPGI $(0,7g/m^2)$ e o DPGA $(7,7g/m^2)$. A diferença ocorre em função da microestrutura do revestimento do DPGI e DPGA. Apesar da diferença de perda de massa entre os materiais não foram observadas os defeitos

de desplacamento de revestimento como Powdering ou Flaking na amostra conformada.

- Foi observado menores valores de coeficiente de atrito para o DPGI se comparado ao DPGA com o aumento de pressão de contato. Somente foi observado o *Stick Slip* para o DPGI a partir de 60MPa. A diferença de comportamento tribológico entre o DPGI e DPGA é devido às diferenças de microestrutura do revestimento anteriormente mencionadas.

- O estiramento biaxial simétrico foi o caminho de deformação que mais aumentou a área com trincas da superfície e o que provocou percentualmente maior conexão de trincas de seção do revestimento com o aço base. Isso ocorreu em função do estado de tensão e das deformações impostas à superfície e a seção dos revestimentos por este caminho de deformação.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos neste trabalho sugere-se o desenvolvimento dos seguintes trabalhos de pesquisa:

- Ampliar o presente estudo e avaliar a influência dos caminhos de deformação na resistência a corrosão em peças não pintadas uma vez que, como visto neste trabalho, a formação e o aumento das trincas de revestimento é influenciada pelo caminho e pelo nível de deformação.

- Avaliar a evolução da textura cristalográfica do revestimento com os caminhos de deformação utilizando as técnicas de EBSD. O objetivo do estudo será a correlação de caminho de deformação com a textura do revestimento uma vez que a formação e o aumento das trincas de revestimento são influenciados pelo caminho de deformação.

- Ampliar o presente estudo para os aços revestidos com Al-Si para aplicação em estampagem a quente objetivando a avaliação do comportamento da fratura do revestimento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM A370-12a Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, 2012

ASTM 1079 – 12 – Stardartd Specification for Steel sheet, complex phase (CP) Dual Phase (DP) and transformation induced Plasticity (TRIP), Zinc coated (Galvanized) or zinc-iron Alloy-Coated (Galvannealed) by the hot dip process. September. 2012.

BASTIN GF., VAN LOO FJJ., RIECK GD. A New Compound in the Iron Zinc System. Z Metallkde 1977; 68:359.

BHATTACHARYA, D., **Developments in Advanced High Strength Steels, Inner conference**. Research and Development Center, Mittal Steel, East Chicago, Indiana, U.S.A, 2006.

BUTLER. J. F. et al. **Production and Properties of Dual Phase Steels and Cold Pressing Steels**, VANITEC Conference on the, Berlin, October 1978, pp. 3-12.

CAYSSIALS F, LEMOINE X.; **Predictive model of FLC (Arcelor Model) upgraded to UHSS**, IDDRG 2005, June 20-22, 2005; Besançon, France.

CONFORMAÇAO NA PRENSA - **Fascículo de Informação Técnica** Nº 06 - USIMINAS - 1999

CULCASI J.D. et al. **Relationship between texture and corrosion** resistance in hot-dip galvanized steel sheets. Surface and Coatings **Technology**, pg 122(2-3):143-149, 1999.

DAMOULIS, G.; GOMES E,; BATALHA, G.; Análise de processos de conformação de chapas metalicas usando o diagrama limite de conformação (FLD) através de simulação computacional integrada no desenvolvimento de carrocerias automotivas. COBEF 2003.

DAMOULIS, G.; BATALHA, G.F.; Development of Industrial Sheet Metal Forming Process Using Computer Simulation as Integrated Tool in the Car Body Development; COBEF 2003 DAVIES R.G. Influence of Martensite Composition and Content on the Properties of Dual Phase Steels. Metallurgical Transactions A, vol. 9A, p. 671-679, May 1978.

DEITS, S. H. Mechanisms of Coating Failures During Deep Drawing of Coated Sheet Steels. Master of Science Thesis, MT-SRC-090-008, Colorado School of Mines, Golden, Colorado 80401, 1990.

DIN EN 10002/01 - Metallic materials - Tensile Testing. 2001.

DIN EN ISO 20482 – Metallic materials - Sheet and strip - Erichsen cupping test. (2013)

GARZA L.G, VAN TYNE C.J. Friction and formability of galvannealed interstitial free sheet steel. Journal of Materials Processing Technology, Volume 187-188, p. 164-168, 2007.

GILAPA, L.C.M,. Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabilidade e na transformação da martensita induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos, Tese de Doutorado, USFC, 2011, Universidade Federal de Santa Catarina.

GODWIN, G.M. Application of Strain Analysis to Sheet Metal Forming Problems in the Press Shop, Society of Automotive Engineers, 1968, technical paper no. 680093.

GONCALVES, J. Limit Drawing Ratio of DP600 for automotive industry, Global Research & Development Maizières Automotive Products - França, 2010.

HANSEN. S.S. **The Formability of dual phase**. American Society for metals, vol 2, 1982.

HERTVELDT, B.C et al: **The Shear Strength of Galvannealed Coatings on IF Steels**; ISIJ International, Vol. 39 (1999), No. 12; 1999; S. 1280–1288

HORVATH D.; CANNON M. **Future Material Opportunities and Direction for Lightweighting Automotive Body Structures.** USCAR Offices -Southfield, Michigan, February 9, 2012. INAGAKI J., ALPAS A.T.; **Effect of microstructure on Fracture Mechanisms in Galvannelead Coatings**; ISIJ International, Vol 40 (2000), No 2; 2000; S 172-181.

ISO/FDIS 12004-1 - Metallic materials — Sheet and strip - Part 1: Measurement and application of forming limit diagrams in the press shop. INTERNATIONAL STANDARD. 2008

ISO/FDIS 12004-2 - Metallic materials — Sheet and strip - Part 2: Determination of forming-limit curves in the laboratory. INTERNATIONAL STANDARD. 2008

JAYAKUMAR T., MUKHOPADHYAY C.K., VENUGOPAL S., MANNAN S.L., RAJ B., **A review of the application of acoustic emission techniques for monitoring forming and grinding processes**, Journal of Materials Processing Technology N.159, 48–61, (2005)

JORDAN, C. E.; MARDER, A. R. A model for galvanneal morphology development, The Physical Metallurgy of Zinc Coating Steel, ed A. R. Marder, TMS, p.197-219, 1993.

KANAMARU T.; NAKAYAMA. M. **Alloying Reaction Control in Production of Galvannealed Steel**. Materials science research international, Vol. 1, No 3, pp. 150-156, 1995.

KATO, C.; KOUMURA, H.; UESUGI, Y.; MACHIZUKI, K. **Influence** of phase composition on formability of galvannealed steel sheet, The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel, ed. The Minerals, Metals & Materials Society, p.241-249, 1993.

KOGA, H.; UCHIYAMA, Y.; AKI, T. **Transactions JIM**, vol.: 20, pp.: 290, 1979.

KUBASCHEWSKI O.; MASSALSKI T, **Binary alloy phase diagrams**. Metals Park, OH: ASM, p. 1128, 1986.

LAZIK, S.; ESLING C.; WEGRIA J. Cracking in Zinc Layers on Continuous Galvanized Sheets A Review, Vol. 23, pp. 131-147, 1995. LOBÃO, M. C. **Determinação de curvas limite de conformação por procedimentos experimentais e simulação numérica do processo de estampagem.** 2003, dissertação de mestrado em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

LI, H., X. LU. "Bainitic transformation during the two-step quenching and partitioning process in a medium carbon steel containing silicon." Materials Science and Engineering, 2010, A527(23): 6255-6259.

LIEWELLYN D.T.; HILLIS D. J. **Dual Phase steels – Review**, Ironmaking and steel making, Vol 23, 1996.

MARDER, A. R. **The metallurgy of zinc-coated steel**, Progress in Materials Science, 191-271, 2000.

MARDER, A. R.; MATLOCK D.; KRAUSS G. Microstructural Characterization of Zinc Coatings'', Zinc Based Steel Coating Systems. TMS, 1990.

MARCINIACK, Z., DUNCAN, J. L., HU, S. J. Mechanics of sheet metal forming. Butherwort Heinemann, Elsevier Science, 2 Ed. 2002.

MATAIGNE. J.M. **Key mechanisms in galvanization of steel sheets** . Galvatech'07, p. 333-338, 2007.

MELHEM, D. Manual of Galvanizing. 1° ed., 1979.

MIRANDA, F. J. Galvanização a Quente, Mecanismo, processo e produto. Relatório Técnico, 2003, p.37.

NAKAMORI T., ADACHI Y., ARAI M., SHIBUYA A.: **Coating adhesion and interface structure of galvannealed steel**; ISIJ International, Vol. 35, No. 12; 1995; S. 1494–1501

O'DELL, S. P., CHARLES J.: **The Formation of Craters Within the Galvanneal Coating and their Effects on Processing Properties**; 44th MWSP Conference Proceedings, Vol. XL; 2002; S. 1299–1307

PROSKURKIN, E. V.; PETROV, E. V.; ZHURAVLEV, A. Y.; IVANOV, O. V.; SUKLHOMLIN, D. A. Analysis of Zinc Coating on

the Basis of the Iron – Zinc Phase Diagram. Steel in Translation. V.42. 2012, p. 600-605.

ROWLAND, D. H. **Metallography of Hot Dipped Galvanized Coatings**. Transactions of The A.S.M. v.40, p.983-1111, 1948.

RASHID M. S. **Dual Phase Steels**. Annual Reviews Inc. Mater. Sci, 245-266, 1981.

SADAGOPAN S. Formability Characterization of a New Generation of High Strength Steels - Final Report, U.S. Department of Energy and American Iron and Steel Institute Technology Roadmap Program Office. 2003.

SHAFFER, S.J et al. Textural Characterization and its Applications on Zinc Electrogalvanized. LBL-29185, p. 1-17, 1990.

SHIH H. C.; BELANGER P.; MILITISKY M. Effects of Coating and Forming Condition on Friction, Automotive Center, United States Steel Corporation. New King Court Troy, DaimlerChrysler Corporation. Sheet Metal & Corrosion Materials Engineering, 2008.

SILVEIRA C. C. Caracterização do Revestimento Galvannealed em um Aço Baixo Carbono Al-K. Relatório de Trabalho de Conclusão de Curso, SOCIESC, 2005.

SONG G. M.; SLOOF, W.G; Characterization of the failure behavior of zinc coating on dual phase steel under tensile deformation. Materials Science and Engineering A 528 - 6432–643, 2011.

SONG G.M. et al - Relation Between Microstructure and Adhesion of Hot Dip Galvanized Zinc Coatings on Dual Phase Steel. Acta Materialia, 2973–2981, 2012

SPEICH, G. R. **Physical Metallurgy of Dual Phase steels,** United States Steel Corportarion, Monroeville, PA. 1981.

SZABADI L., KALÁCSKAG., PÉK L., PÁLINKÁS I. Abrasive Wear of Different Hot-Dip Galvanized Multilayers, Institute for Mechanical Engineering Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Szent István, Sustainable Construction and Design, 2011. TAISS, E. **Future Steel Vehicle e a Nova Geração de Aços AHSS -Advanced High Strength Steel**. 42nd Steelmaking Seminar -International - Salvador Bahia – Brasil, 2011.

VERMEULEN W. G., MORRIS P. F., WEIJER A. P, VAN DER ZWAAG S. **Prediction of maternsite start tempertature using articial neural networks**, Ironmaking and Steelmaking, vol 23:433– 437, 1996

ANEXOS

ANEXO A:

A Tabela 1 mostra os resultados das deformações principais ($\epsilon_1 e \epsilon_2$) experimentais obtidas em função dos caminhos de deformação para o DPGI e DPGA. São mostradas as deformações principais obtidas para cada caminho e nível de deformação estudado.

		50%		100%		
Material	Caminho de Deformação	Def. Maior (ɛ1)	Def. Menor (ɛ2)	Def. Maior (ɛ1)	Def. Menor (ɛ2)	
DPGI	Deformação Uniaxial	0,47	-0,14	0,24	-0,07	
	Deformação Plana	0,23	0,01	0,12	0,02	
	Estiramento Biaxial Simétrico	0,45	0,42	0,20	0,20	
DPGA	Deformação Uniaxial	0,47	-0,14	0,26	-0,07	
	Deformação Plana	0,22	0,01	0,13	0,02	
	Estiramento Biaxial Simétrico	0,44	0,41	0,23	0,24	

Tabela 1 – Resultados deformações principais ($\varepsilon 1 \ \varepsilon 2$)

ANEXO B

A Tabela 2 mostra as figuras das amostras após ensaio experimental de CLC para cada caminho e nível de deformação estudado.

TT 1 1	•	A <i>i</i>	OT O	,	•
Tahela	2 _	Amostras	(1 ()	anog	enca10
1 autora	4	1 mosti as	CLC	apos	chisalo

Caminho de Deformação	Deformação	DPGI	DPGA		
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	zorornayao	Amostra Estampada			
	50%	to Survey Survey	ALL AND ALL AN		
	100%				
DEFORMAÇÃO PLANA	50%	Crar Av 70× G	tourse-set- out 6a		
	100%	Garage Garage A rank to	4) 15 60 45		
	50%	2	SP Gool & restant		
ESTIGAMENTO BIAXIAL SIMETRICO	100%		STILL MARK		