CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

LETÍCIA DUTRA MOREIRA

EFEITO DOS PARÂMETROS DE AUSTÊMPERA NA MICROESTRUTURA E NA DUREZA DE UM AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP

BELO HORIZONTE 2017

LETÍCIA DUTRA MOREIRA

EFEITO DOS PARÂMETROS DE AUSTÊMPERA NA MICROESTRUTURA E NA DUREZA DE UM AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof^a. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa Coorientadora: Eng.Cintia Braga

BELO HORIZONTE 2017

LETÍCIA DUTRA MOREIRA

EFEITO DOS PARÂMETROS DE AUSTÊMPERA NA MICROESTRUTURA E NA DUREZA DE UM AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em 22/06/2017

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa - Orientadora

Eng. Cintia Braga – Coorientadora

Profº. Dr. André Guimarães Ferreira

Prof^o. Dr. Wellington Lopes

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha família pelo apoio e compreensão, nos momentos que precisei de companhia e do seu carinho.

Ao meu avô, José Alves Moreira, que mesmo não estando mais conosco, foi como um pai para mim e me mostrou desde pequena a importância dos estudos e da dedicação.

À minha mãe, por me ajudar em toda a minha caminhada ao longo dos anos de graduação, me dando apoio e incentivo.

À minha orientadora, Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa por transmitir o vasto conhecimento que possui para mim. Ser também alguém que admiro pelo seu carinho e preocupação comigo, e que tenho como exemplo.

À minha coorientadora, Eng. Cintia Braga por acreditar no meu potencial e me ajudar nas duvidas que surgiram ao longo desse trabalho. Além de ser alguém que admiro e tenho grande carinho.

À professora Dra. Ivete Pinheiro Peixoto Silva, por ter me auxiliado no projeto de pesquisa, e contribuído para o conhecimento que possuo atualmente sobre Metalografia.

Ao Breno Santos Moreira, meu namorado, por ter me ajudado nos momentos difíceis no Cefet, sempre me incentivando a fazer o meu melhor e dizendo o quanto sou capaz.

À Barbara Natasha Santos Formaggini e Giovana Bruno de Souza Costa, pela ajuda na parte experimental do trabalho e pelos momentos de descontração e conversas no laboratório.

RESUMO

Devido à microestrutura multifásica, à presença de austenita retida e à transformação martensítica induzida por deformação plástica, os aços assistidos pelo efeito TRIP apresentam ótimas combinações de resistência mecânica e ductilidade, bem como elevadas taxa de encruamento e bom alongamento uniforme. O processo de obtenção de aços TRIP consiste em um aquecimento intercrítico, seguido de tratamento isotérmico na região de transformação bainítica (austêmpera) e uma etapa final de têmpera até a temperatura ambiente. Nesse trabalho foi avaliada a influência da temperatura e do tempo de austêmpera na microestrutura e na dureza de aços TRIP. Foi utilizada uma temperatura intercrítica de 725°C, e posteriormente realizou-se um resfriamento brusco até a faixa de transformação bainítica, na qual foram utilizadas duas temperaturas distintas, 430°C e 370°C, com diferentes tempos de permanência: 2, 5 e 10 minutos. As análises foram realizadas por meio de microscopia óptica, difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura e testes de dureza Vickers. Observou-se redução nos valores médios de dureza Vickers com o aumento do tempo de austêmpera e os resultados de DRX revelaram que a austêmpera realizada na temperatura mais elevada proporcionou maiores frações de ausenita retida na microestrutura final.

Palavras-chaves: Aços TRIP, Austêmpera, Austenita retida.

ABSTRACT

Due to the multiphase microstructure, the presence of retained austenite and the martensitic transformation induced by plastic deformation, TRIP-assited steels presents excellent combinations of strength and ductility, as well as high strain hardening rate and good uniform elongation. TRIP steels is usually produced by a heat treatment consisting of an intercritical heating followed by isothermal treatment in the bainitic transformation range, and a final stage of quenching to room temperature. In this work the influence of isothermal bainitic transformation temperature and time on the microstructure and hardness of TRIP steels was evaluated. It was employed a temperature of 725°C, two different isothermal bainitic temperature range: 2,5 and 10 minutes. The analyzes were performed using optical microscopy, X-ray diffraction, scanning electron microscopy and Vickers hardness testing. It was observed the reduce of average Vickers hardness values with the increase of bainitic holding time and the results of XRD revealed that the isothermal bainitic transformation at the highest temperature provided greater fractions of retained austenite in the final microstructure.

Key words: TRIP steels, Austempering, Retained austenite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática da estrutura TCC da martensita12
Figura 2 – Representação deformação associada à formação da martensita
Figura 3 – Morfologias usuais da martensita: em ripas e em agulhas14
Figura 4 – Diagrama esquemático de transformação para têmpera e revenido15
Figura 5 – Mudança da nucleação da martensita assistida por tensão para induzida por
deformação17
Figura 6 – Micrografia do aço TRIP 69018
Figura 7 – Etapas de transformação da microestrutura durante o tratamento térmico de aços
TRIP20
Figura 8 – Representação esquemática da sequência de processamento térmico de aços TRIF
baseada no recozimento intercrítico seguido de austêmpera20
Figura 9 – Resfriamento controlado para os aços TRIP e Dual Phase
Figura 10 - Curva de valor de "n" diferencial (encruamento) versus deformação verdadeira
para aços TRIP, bifásico e ARBL com níveis similares de limite de escoamento24
Figura 11 – Curva de tensão versus deformação de aços TRIP, bifásico e ARBL25
Figura 12 – Fluxograma de atividades (metodologia) 2ϵ
Figura 13 – Dimensões dos corpos de prova27
Figura 14 – Ciclo de tratamentos térmicos realizados28
Figura 15 – Forno com banho de sal para o tratamento térmico
Figura 16 – Cortadora metalográfica Arotec utilizada para o corte das amostras29
Figura 17 – Amostras durante decapagem em ácido clorídrico concentrado
Figura 18 – Interior do Difratômetro de raios-X (DRX)
Figura 19 – Microscópio óptico utilizado para a capturada de imagens
Figura 20 – Microscópio eletrônico de varredura (MEV)
Figura 21 - Representação da análise semiquantitativa de constituintes pelo método da
contagem de pontos
Figura 22 – Microdurômetro Vickers utilizado para a medição da dureza das amostras33
Figura 23 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-2 após austêmpera35
Figura 24 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-5 após austêmpera
Figura 25 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-10 após austêmpera37
Figura 26 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-2 após austêmpera

Figura 27 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-5 após austêmpera
Figura 28 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-10 após austêmpera40
Figura 29 – Difratogramas dos aços para duas temperaturas distintas de austêmpera e tempos
de permanência de 2, 5 e 10 minutos43
Figura 30 - Fração volumétrica de austenita retida em função da elevação do tempo de
austêmpera43
Figura 31 - Teor de carbono na austenita retida em função da elevação do tempo de
austêmpera45
Figura 32 – Dureza Vickers em função do aumento do tempo de austêmpera
Figura 33 – Dureza Vickers em função do redução na temperatura de austêmpera46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - A dureza obtida em aços de diferentes teores de carbono e a	a temperatura de
aquecimento utilizada	16
Tabela 2 – Composições químicas de aços TRIP de baixa liga	
Tabela 3 – Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras	austemperadas a
430°C	41
Tabela 4 – Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras	austemperadas a
370°C	41

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	
2 OBJETIVOS	11
2.1 Objetivo geral	
2.2 Objetivos específicos	11
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
3.1 Transformação martensítica	
3.1.1 Transformação martensítica no tratamento térmico	14
3.1.2 Transformação martensítica por deformação plástica	16
3.2 Aços TRIP – Processamento e Microestrutura	
3.3 Aços TRIP – Propriedades Mecânicas	23
4. MATERIAL E MÉTODOS	
4.1 Descrição do Trabalho	
4.2 Materiais	
4.3 Tratamentos Térmicos	27
4.4 Caracterização Microestrutural	
4.4.1 Análise semiquantitativa dos constituintes	
4.5 Ensaio de Dureza	
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	
5.1 Caracterização microestrutural	
5.1.2 Difração de raios-X (DRX)	
5.1.3 Dureza	45
6 CONCLUSÕES	
REFERÊNCIAS	

1 INTRODUÇÃO

Os aços assistidos pelo efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) possuem uma estrutura multifásica, contendo martensita, bainita ferrita e austenita retida. Essa estrutura multifásica confere uma ótima combinação de resistência mecânica e ductilidade a estes aços, que apresentam também elevadas taxa de encruamento devido à transformação da austenita retida em martensita, que ocorre durante a deformação plástica do material (TJAHJANTO et al., 2007; NASCIMENTO, 2007).

A transformação martensítica é um mecanismo adifusional que ocorre com deformação na rede cristalina e em condições nas quais os átomos têm baixa mobilidade (CHATTERJEE, 2006; KRAUSS, 2015). Esse fenômeno pode ser induzido tanto pelo tratamento térmico, como por deformação plástica. No tratamento térmico, a martensita é produzida a partir da têmpera, que consiste no aquecimento do material a uma temperatura capaz de promover austenitização completa seguido de um super resfriamento (SAHA e BHADESHIA, 2010; CHIAVERINI, 2012; COLPAERT, 2008). A transformação martensítica induzida por deformação plástica, por sua vez, envolve a aplicação de uma solicitação externa que irá suprir a ausência de força motriz para a transformação em temperaturas que não sejam suficientemente baixas (CHATTERJEE, 2006; KRAUSS, 2015).

Para a obtenção das diferentes fases presentes nos aços assistidos pelo efeito TRIP é necessário realizar duas etapas de tratamento, que consistem em um recozimento intercrítico, seguido do tratamento isotérmico na região de transformação bainítica. Um dos objetivos desse processamento térmico é a estabilização térmica da austenita, para resistir à transformação durante as etapas de resfriamento, e também a estabilidade mecânica, para prorrogar a transformação da austenita retida até as últimas etapas da deformação. Essa estabilização se dá principalmente por mecanismos de enriquecimento da fase austenítica com carbono, durante as etapas do processamento térmico. Maiores teores de carbono na austenita favorecem tanto sua estabilidade térmica, como sua estabilidade mecânica (GORNI, 2009; ABBASI e RAINFORTH, 2016).

Neste contexto, no presente trabalho foi avaliada a influência da temperatura de transformação bainítica, bem como o tempo de permanência nessa temperatura, na microestrutura e na dureza de um aço assistido pelo efeito TRIP.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo geral do presente trabalho é avaliar os efeitos de parâmetros de tratamento térmico de recozimento intercrítico seguido de austêmpera na microestrutura e na dureza de um aço assistido pelo efeito TRIP.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do trabalho foram:

- a) Avaliar os efeitos da temperatura de transformação bainítica na microestrutura multifásica e na dureza de um aço com potencial de apresentar efeito TRIP;
- b) Avaliar os efeitos do tempo de permanência no campo de transformação bainítica, após aquecimento intercrítico, na formação da microestrutura multifásica do aço.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Transformação martensítica

A transformação martensítica é um mecanismo displacivo, ou seja, que ocorre sem difusão. A austenita é a fase a partir da qual a martensita se origina, e como não ocorre difusão de átomos de carbono, a composição química da martensita é a mesma da austenita parente (KRAUSS, 2015). Por se tratar de um mecanismo adifusional, a transformação martensítica acontece em condições nas quais os átomos têm baixa mobilidade, e a transformação se dá pelo movimento coordenado de átomos, envolvendo o mecanismo de deslizamento de planos atômicos e maclação (COLPAERT, 2008).

Quando a austenita com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) se transforma no resfriamento lento, ou seja, permitindo a difusão de átomos, a estrutura formada é a cúbica de corpo centrado (CCC), característica da ferrita. O carbono, entretanto, possui baixa solubilidade na estrutura CCC e, por meio de difusão, os átomos de carbono em excesso formam as lamelas de cementita características da perlita. Como na transformação martensítica a difusão é impossibilitada, geralmente pelo resfriamento rápido, os átomos de carbono não formam cementita e ferrita, mas, ao invés disso, ficam aprisionados nos sítios intersticiais octaédricos da estrutura CCC. O excesso de carbono provoca uma distorção nessa estrutura, que se transforma em tetragonal de corpo centrado (TCC) com o objetivo de acomodar estes átomos. Quanto maior o teor de carbono da martensita, mais sítios intersticiais serão preenchidos, elevando a tetragonalidade da estrutura. Na figura 1 é mostrado um desenho esquemático que representa a estrutura TCC da martensita (KRAUSS, 2015).



Figura 1 – Representação esquemática da estrutura TCC da martensita.

Fonte: Adaptado de Krauss (2015).

A martensita se forma após o resfriamento brusco até determinada temperatura (M_S – Temperatura de início da transformação martensítica), suficientemente baixa de maneira a impossibilitar a difusão dos átomos de carbono. A temperatura de término da transformação (M_f) é geralmente associada à decomposição de 95% da austenita (CHATTERJEE, 2006). O teor de carbono é um fator de influência importante na formação da martensita. Além de elevar a tetragonalidadeda estrutura, este influência também nas temperaturas de início e fim da transformação, que tendem a diminuir com o aumento da concentração do elemento (SILVA e MEI, 2010). Em alguns casos, quando o teor de carbono do aço é muito elevado, as temperaturas de início e fim da transformação martensítica podem atingir valores inferiores à temperatura ambiente, permitindo que frações de austenita retida permaneçam no material mesmo após o resfriamento rápido (KRAUSS, 2015).

É importante ressaltar que a transformação martensítica está associada a uma deformação na rede cristalina. Na figura 2 está representada esquematicamente a deformação que ocorre na estrutura na formação de uma placa de martensita e os mecanismos envolvidos (KRAUSS, 2015).



Figura 2 - Representação da deformação associada à formação da martensita.

Fonte: Adaptado de Krauss (2015).

Quanto à morfologia, a martensita pode se apresentar em formato de agulhas ou ripas de acordo com seu teor de carbono. Observa-se morfologia em ripas quando o teor de carbono da martensita é inferior a 0,6% e em agulhas ou placas quando o teor de carbono é maior que 1,0%. Nos casos em que o teor de carbono está entre 0,6 e 1,0% é possível observar os dois tipos de morfologias (ASM HANDBOOK, 2004). Pode ser observado na figura 3 estes dois tipos de morfologia que a estrutura martensítica pode apresentar.



Figura 3 – Morfologias usuais da martensita: em ripas e em agulhas.

3.1.1 Transformação martensítica no tratamento térmico

No tratamento térmico, a martensita é produzida a partir da têmpera, que consiste basicamente no aquecimento do material a uma temperatura capaz de promover austenitização completa seguido de um super resfriamento. O resfriamento pode ser realizado de diversas maneiras. Os meios de resfriamento mais comuns são água, salmoura, óleo e soluções poliméricas. A escolha do método de resfriamento mais adequado é feita de acordo com a dureza do aço e suas dimensões (CHIAVERINI, 2012). O objetivo principal do tratamento térmico de têmpera é a elevação da dureza, do limite de escoamento, da resistência à tração, à compressão e ao desgaste. Porém, gera a diminuição da resistência ao choque e da ductilidade, e por isso, após a têmpera, é comum o emprego de um reaquecimento que tem como objetivo principal devolver tenacidade ao material previamente temperado. Esta etapa de reaquecimento após a têmpera é chamada de revenimento ou revenido A temperatura empregada no revenimento possui uma ampla faixa, variando geralmente entre 150 a 600°C, de acordo com as propriedades mecânicas almejadas para o aço (FINNERN, 1972). O revenimento deve ser realizado em um curto período após a têmpera para reduzir a probabilidade de ocorrer trincas no material. Além disso, tempos curtos de revenimento promovem a melhoria das propriedades mecânicas, em virtude da transformação do reticulado instável para um reticulado cúbico centrado estável (SAHA e BHADESHIA, 2010; CHIAVERINI, 2012).

Na figura 4 é mostrado um diagrama que representa esquematicamente o ciclo de processamento térmico que compreende a têmpera e o revenimento (CHIAVERINI, 2012; COLPAERT, 2008).

A temperatura de austenitização utilizada é um fator importante a ser considerado uma vez que esta é influênciada pelo teor de carbono, quantidade de elementos de liga, estrutura anterior ao tratamento e condições de aquecimento. Em aços não ligados a temperatura é obtida com base no diagrama de equilíbrio metaestável Fe-Fe₃C (FINNERN, 1972).



Figura 4 – Diagrama esquemático de transformação para têmpera e revenido.

Fonte: CHIAVERINI (2012).

A etapa de aquecimento deve ser devidamente controlada na têmpera devido à possibilidade de ocorrer descarbonetação, oxidação e deformação do material, caso o aquecimento não seja realizado de maneira adequada. Um exemplo de processo que evita a oxidação é o banho de sal, que promove também um aquecimento mais homogêneo do que o realizado em fornos do tipo mufla. Aços que possuem teor de carbono acima de 0,9%, ao serem submetidos a temperaturas muito elevadas, apresentam dureza excessiva. Nesse contexto, é importante considerar o teor de carbono do aço ao escolher a temperatura de austenização ideal. Na tabela 1 são apresentadas algumas temperaturas de aquecimento para determinados teores de carbono. São mostrados também o meio de resfriamento e valores de dureza obtidos após o tratamento (COLPAERT, 2008).

Existem diversos fatores que influênciam a temperabilidade de um aço, como a presença de uma granulometria fina da austenita e inclusões não dissolvidas, as quais reduzem a profundidade da têmpera. Características como a homogeneidade, uma granulometria grosseira e a presença de elementos dissolvidos, exceto o cobalto, aumentam a temperabilidade (CHIAVERINI, 2012). O tempo de aquecimento é diretamente relacionado à profundidade de endurecimento e à formação de microfissuras. Dessa forma, quanto mais

reduzido esse tempo de aquecimento melhores são as características obtidas no tratamento térmico (ABBASI e RAINFORTH, 2016).

Teor de carbono (%)	Temperatura de aquecimento da têmpera (°C)	Meio de resfriamento	Dureza (RC)
0,30	900-975	Água	50
0,35	900	Água	52
0,40	870-900	Água	55
0,50	870	Água	58
0,60	850-875	Água	60

Tabela 1 – Dureza obtida em aços de diferentes teores de carbono e temperatura de aquecimento utilizada.

Fonte: Adaptado de CHIAVERINI (2012).

3.1.2 Transformação martensítica por deformação plástica

A força motriz para a transformação martensítica é o super resfriamento, ou seja, a transformação de austenita em martensita ocorre somente abaixo de uma temperatura (M_s), suficientemente baixa. Entretanto é possível que a martensita seja formada em temperaturas superiores a M_s , se submetida a uma solicitação externa, a qual irá contrabalancear a escassez da força motriz. Quanto mais alta a temperatura, maior o esforço externo requerido para a transformação. Além disso, a partir da solicitação de tensões sobre o material ocorre a elevação da concentração de imperfeições cristalinas na austenita e aumento na quantidade de discordâncias, gerando assim mais sítios para a transformação martensítica (CHATTERJEE, 2006; FERRER, 2003).

Quando a austenita se transforma em martensita devido à aplicação de um esforço externo, diz-se que a nucleação da martensita é assistida por tensão e ocorre a partir dos mesmos sítios de nucleação da martensita formada no tratamento térmico, como subestruturas de deformação e discordâncias. Esse comportamento é observado até uma temperatura denominada M_s^{σ} , definida como o ponto onde a tensão requerida para o início da transformação martensítica é igual ao limite de escoamento da austenita. A partir desse ponto a austenita é deformação e a nucleação da martensita é induzida por deformação plástica, e depende do surgimento de novos sítios, diferente dos citados anteriormente, como, por exemplo, as bandas de cisalhamento na austenita metaestável. Por fim, ocorre a estabilidade

mecânica da austenita, impedindo assim a transformação martensítica, quando é alcançada a temperatura M_d (CHATTERJEE, 2006; FERRER, 2003). A figura 5 representa esquematicamente a mudança da nucleação da martensita assistida por tensão para induzida por deformação (CHATTERJEE, 2006; FERRER, 2003).

Figura 5 – Mudança da nucleação da martensita assistida por tensão para induzida por deformação.



Fonte: FERRER (2003).

A transformação martensítica induzida por deformação plástica é responsável pelas elevadas taxas de encruamento que os aços TRIP apresentam, que retardam a estricção, garantindo assim maiores valores de alongamento uniforme (ABBASI e RAINFORTH, 2016; CHATERJEE, 2006; FERRER, 2003).

A plasticidade induzida por transformação resultante da transformação gradual de austenita em martensita é conhecida como efeito TRIP (SAHA e BHADESHIA, 2010). Este fenômeno foi observado inicialmente por Zackey e Parker nos anos 60, a partir do estudo de aços austeníticos que apresentavam elevada densidade de discordâncias e carbonetos finamente dispersos, bem como boas propriedades de resistência mecânica e ductilidade, devido à transformação da austenita em martensita induzida por deformação plástica (FIGUEIREDO et al., 2015).

3.2 Aços TRIP – Processamento e Microestrutura

Os aços assistidos pelo efeito TRIP possuem uma estrutura multifásica, contendo ferrita, martensita, bainita e austenita retida. Tais constituintes, agindo isoladamente ou associados, conferem ótimas combinações de propriedades mecânicas a estes aços, como ductilidade, resistência e tenacidade. Para a produção dos aços TRIP é realizado um tratamento térmico de duas etapas que consiste em um aquecimento intercrítico seguido do tratamento isotérmico na região de transformação bainítica (austêmpera). Um dos objetivos desse processamento é a estabilização da austenita que, posteriormente ao ser exposta a aplicação de uma solicitação mecânica, deformará plasticamente, e os grãos de austenita se transformarão em martensita, caracterizando o efeito TRIP (TJAHJANTO et al., 2007).

Em relação à constituição multifásica existe uma estimativa da concentração de cada fase presente, sendo de 50 a 60% de ferrita, 25 a 40% de bainita e 5 a 15% de austenita retida (quantidades maiores que 20% danificam a conformabilidade a frio). Os constituintes típicos de aços assistidos pelo efeito TRIP podem ser observados na micrografia da figura 6 (KELLER e KIMCHI, 2014).





F – Ferrita, B – Bainita, MA – Martensita +Austenita retida. Ataque químico com reagente Le Pera. Fonte: GIRAULT et al. (1998).

A ocorrência do efeito TRIP depende da presença de uma fração considerável de austenita retida na microestrutura do material, ou seja, a austenita precisa ter elevada

estabilidade térmica. Essa estabilidade térmica se refere à capacidade da fase austenítica de resistir à transformação durante as etapas de resfriamento do processamento térmico dos aços TRIP. Além disso, é também interessante que a austenita possua certa estabilidade mecânica, que está relacionada à capacidade de suportar a deformação plástica antes da transformação martensitica (KAMMOUNI et al., 2009). Quanto mais mecanicamente estável a austenita for, esta irá suportar maiores graus de deformação a frio. É possível, então, maximizar o efeito TRIP ao prorrogar a transformação da austenita retida até as últimas etapas da deformação, ou seja, é a estabilidade mecânica que determinará o grau de efeito TRIP alcançado (GORNI, 2009).

Muitos autores afirmam que o enriquecimento da fase austenítica com carbono favorece a estabilização dessa fase, à medida que quanto maior o teor de carbono na austenita, maior será sua estabilidade (TJAHJANTO et al., 2011; KAMMOUNI et al., 2009; ABBASI e RAINFORTH, 2016). Maiores teores de carbono na austenita favorecem tanto sua estabilidade térmica como sua estabilidade mecânica, sendo essa última relacionada também à morfologia da fase. Em geral, nos aços TRIP, a austenita se apresenta com morfologia em filmes ou em blocos. A morfologia em filmes favorece maior concentração de carbono, devido à redução da distância de penetração do carbono por difusão, e observa-se que a austenita que se apresenta em filmes é mais resistente à deformação plástica (ABBASI e RAINFORTH, 2016; KELLER e KIMCHI, 2014).

O desenvolvimento da microestrutura de aços assistidos pelo efeito TRIP pode ser observado no desenho esquemático da figura 7. Inicialmente os grãos de austenita estão circundados por ferrita, a qual é obtida a partir da perlita ou bainita anterior ao processo de aquecimento. Ao longo do aquecimento uma parcela da austenita se converte em ferrita. Posteriormente, na etapa de austêmpera, parte da austenita é transformada em ferrita bainítica e parte fica retida na microestrutura final (BLECK; FREHN; OHLERT, 2001).

Considerando a produção industrial de aços assistidos pelo efeito TRIP, o processamento pode ser realizado de duas maneiras: a partir da laminação de chapas a quente, por meio do resfriamento prolongado da bobina; ou por laminação a frio, baseado em um tratamento térmico de recozimento intercrítico seguido de um resfriamento na faixa de transformação bainítica. O recozimento intercrítico ocorre em temperaturas dentro do campo intercrítico, na qual as fases austenita e ferrita coexistem. Em geral são utilizadas temperaturas variando de 780 a 880°C. Estes valores podem variar dependendo da composição química do aço. Posteriormente é realizado um resfriamento rápido entre 350 a 500°C, na qual a maior parte da fração de austenita intercrítica é convertida em bainita.

Finalmente, no último estagio, é feito o resfriamento rápido até a temperatura ambiente, no qual parte da austenita que não foi suficientemente estabilizada poderá se transformar em martensita. Todas essas etapas estão representadas esquematicamente no diagrama da figura 8 (KELLER e KIMCHI, 2014; FERRER, 2003).

Figura 7 – Etapas de transformação da microestrutura durante o tratamento térmico de aços TRIP.



 α : ferrita; γ : austenita; α_{B} : ferritabainítica. Fonte: Adaptado de BLECK; FREHN; OHLERT (2001).





Fonte: FERRER (2003).

O processamento térmico do aço TRIP a partir da laminação a quente utilizando resfriamento contínuo pode ser relacionado à produção dos aços *Dual Phase*. A diferença é que na produção dos aços TRIP é necessária a utilização de uma taxa de resfriamento mais baixa do que a utilizada para os aços *Dual Phase*, devido ao fato da formação de ferrita ser um pouco mais lenta dada a presença de elementos de liga e maior teor de carbono. Na figura

9 é mostrado o esquema de resfriamento controlado empregado na produção de aços TRIP e *Dual Phase* (FERRER, 2003).



Figura 9 – Resfriamento controlado para os aços TRIP e Dual Phase.

Se a temperatura de transformação bainítica utilizada for muito elevada, poderá ocorrer a formação de perlita. A fração de perlita presente influência na quantidade de austenita retida, uma vez que esta se forma em uma faixa de temperatura entre a região intercrítica e a região da formação de bainita. Temperaturas elevadas contribuem, portanto para uma maior quantidade de perlita e consequentemente para a redução da fração de austenita retida, devido à diminuição da probabilidade do carbono se manter em solução sólida nos grãos de austenita, reduzindo assim sua estabilidade térmica. A presença de perlita na microestrutura de aços TRIP é, portanto, indesejável, uma vez que irá contribuir negativamente para a estabilidade da austenita retida (KAMMOUNI et al., 2009).

Os aços assistidos pelo efeito TRIP apresentam diversas composições químicas possíveis, de acordo com o objetivo e propriedades mecânicas almejadas. Na tabela 2 são apresentados exemplos de composições químicas típicas de aços TRIP (SOUZA, 2009).

A estabilidade da austenita retida é um fator de grande importância na produção de aços TRIP, e o carbono é um dos elementos químicos que mais influênciam a estabilização da austenita retida. Entretanto se forem utilizados teores muito elevados desse elemento poderá ocorrer o aumento excessivo da resistência à tração e uma redução significativa das propriedades de ductilidade e tenacidade, e, por consequência, a diminuição da resistência ao

Fonte: FERRER (2003).

impacto e a capacidade de alongamento do aço (SOUZA, 2009). Dessa forma, outros elementos de liga podem ser adicionados nos aços TRIP com o objetivo de melhorar essa estabilidade, como o manganês, níquel, fósforo, alumínio e silício, sendo que os três últimos promovem a estabilização da austenita por meio da prevenção de precipitação de carbonetos durante a etapa de austêmpera. Isso permite que a austenita seja enriquecida com carbono e apresente-se retida no material mesmo à temperatura ambiente (TJAHJANTO et al., 2007).

Grau	С	Mn	Si	Al	Р	Nb	V
Mn-Si	0,20	1,50	1,50	-	-	-	-
Mn-Al	0,20	1,50	0,10	1,80	-	-	-
Mn-S	0,15	2,00	-	0,03	-	-	-
Mn-Si-Al	0,30	1,50	0,30	1,20	-	-	-
Mn-Si-S	0,15	1,50	0,60	-	0,01	-	-
Mn-Si-Ni	0,20	1,50	1,50	-	-	0,04	-
Mn-Si-V	0,15	1,50	0,60	-	-	-	0,06

Tabela 2 – Composições químicas de aços TRIP de baixa liga.

Fonte: SOUZA (2009).

Um inconveniente do silício é que apresenta elevada probabilidade de ocorrência de oxidação, o que pode ser um sério problema durante a galvanização, etapa comum no processamento de chapas empregadas na indústria automobilística, possibilitando o surgimento de falhas na sua superfície. Por isso é realizada a substituição parcial do silício por outros elementos, como o alumínio. Porém a fração de austenita retida presente será menor ao se comparar com o aço contendo manganês e silício (NASCIMENTO, 2007; ANNIBAL et al., 2005).

Os elementos que apresentam alta afinidade pelo carbono, como o cromo, o molibdênio e o manganês são capazes de modificar a morfologia dos constituintes em desenvolvimento e sua cinética de transformação, assim como segregar na área de interação entre a ferrita e a austenita como carbonetos. No entanto, na incorporação de manganês ocorre a redução do desempenho do carbono na austenita, devido ao decréscimo da produção de perlita em resfriamentos lentos e a elevação da estabilidade da austenita durante a transformação bainítica, devido à maior facilidade de controle da velocidade dessa transformação. Como consequência, ocorre a melhoria das propriedades mecânicas, como a elevação da capacidade de encruamento do material (NASCIMENTO, 2007; ANNIBAL et

al., 2005). Com relação ao molibdênio, esse elemento consolida a solução de ferrita e reduz a velocidade de formação da austenita. Se presente em aços de baixa fração de silício é possível ocorrer elevação das propriedades mecânicas, gerando um material similar ao aço de alto teor de silício (CHATTERJEE, 2006).

3.3 Aços TRIP – Propriedades Mecânicas

Os aços assistidos pelo efeito TRIP apresentam mudanças dinâmicas nas suas características microestruturais ao longo da deformação a frio, e como principal vantagem apresentam uma ótima combinação de resistência mecânica e ductilidade, devido à elevação da taxa de encruamento e do alongamento uniforme durante as transformações de fase que ocorrem no material (NASCIMENTO, 2007; BLECK; FREHN; OHLERT, 2016; ANNIBAL et al., 2005).

O desempenho mecânico de aços TRIP está diretamente relacionado à estabilidade da austenita retida. Portanto, para se quantificar esse desempenho mecânico, é necessário identificar os fatores que influênciam na estabilidade da austenita, como: rigidez das fases adjacentes, concentração de carbono presente na austenita retida, quantidade em peso de austenita inicial, proporção das fases presentes e direção de orientação dos grãos quando submetidos a um esforço, entre outros (TJAHJANTO et al., 2007). Além da dependência das propriedades mecânicas dos aços TRIP com a estabilidade da austenita retida, existem razões adicionais que podem influênciar no desempenho destes aços, como a presença de fases distintas que apresentam diferentes níveis de resistência mecânica e ductilidade, e o surgimento de discordâncias no interior da martensita, bem como nas áreas vizinhas da ferrita e da austenita. A presença de uma maior fração de austenita retida amplia a taxa de encruamento, o alongamento uniforme, a resistência à tração e a capacidade de absorção de energia durante um esforço de impacto. Todavia, reduz a fração de bainita, bem como o limite de escoamento do aço. O mesmo comportamento é observado para aços TRIP com maiores quantidades de ferrita (CHATTERJEE, 2006; ANNIBAL et al., 2005). Apesar da melhoria de diversas propriedades mecânicas com a presença de austenita retida, é necessário respeitar um valor ótimo da fração deste constituinte, pois acima desse valor a resistência mecânica pode reduzir muito (TJAHJANTO et al., 2007).

Quando o aço apresenta uma fração adequada de austenita retida e a não ocorrência de deformação localizada nas regiões próximas aos contornos de grão, observa-se altas taxas de encruamento e valores elevados de alongamento uniforme. Como consequência disso o aço

poderá absorver maior quantidade de energia no ensaio de impacto (SOUZA, 2009; FERRER, 2003). Além disso, a taxa de encruamento possui grande influência sobre a propriedade de ductilidade do aço, o que é justificado por diversas razões, como a ocorrência de uma transformação progressiva da martensita à medida que ocorre a deformação, pela presença de discordâncias geradas pela transformação martensítica e a formação de placas ou ripas de martensita durante a deformação plástica. Este comportamento está representado na figura 10, no qual compara-se o comportamento de encruamento dos aços ARBL (Alta Resistência Baixa Liga), bifásico e TRIP. A presença de elevadas taxas de encruamento só são possíveis, se ocorrer a transformação martensítica total durante o período inicial de deformação a frio, o que está relacionado à estabilidade da austenita e à sua capacidade de transformação até que sejam atingidos os últimos estágios de deformação (GORNI, 2009; NASCIMENTO, 2007).

Figura 10 – Curva de valor de "n" diferencial (encruamento) versus deformação verdadeira para aços TRIP, bifásico e ARBL com níveis similares de limite de escoamento.



Fonte: GORNI (2009).

A possibilidade de ocorrência de deformação plástica depende da energia que é consumida por esse material durante a transformação, sendo que pode ser mensurada a partir da região inferior da curva tensão-deformação (KELLER e KIMCHI, 2014). Além disso, o seu comportamento mecânico, como ductilidade e resistência mecânica, são superiores a de outros aços, como pode ser observado na figura 11, na qual o aço TRIP é comparado aos aços bifásicos e ARBL em relação a tensão pela deformação dos aços (GORNI, 2009).



Figura 11 – Curva de tensão versus deformação de aços TRIP, bifásico e ARBL.

Fonte: GORNI (2009).

Existem diversas pesquisas relacionadas à melhoria das propriedades mecânicas de aços assistidos pelo efeito TRIP, por meio da alteração da morfologia das fases e da adição de determinados elementos de liga. Um exemplo desse tipo de estudo é a substituição da ferrita poligonal por ferrita acicular ou ferrita bainítica e a inserção de manganês em elevadas concentrações para estabilizar a austenita retida. Adições de nióbio, titânio e vanâdio favorecem uma microestrutura com elevada concentração de austenita retida com grãos finos, sendo que a adição do elemento nióbio gera também uma microestrutura com distribuição de constituintes mais uniforme (GRAJCAR; KUZIAK; ZALECKI, 2012). Segundo Bleck et al. (2016), a adição de nióbio é capaz ainda de elevar a resistência à tração dos aços TRIP sem comprometer a ductilidade.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Descrição do Trabalho

O trabalho compreende a análise do efeito da variação da temperatura e do tempo de transformação bainítica de uma chapa de aço galvanizada caracterizada como TRIP 800 no estado como recebida. Além disso, foram realizadas análises da microestrutura e da dureza do material, a partir de ensaios mecânicos e de técnicas de caracterização. Um fluxograma com a metodologia empregada nesse trabalho é representado na figura 12.



Figura 12 – Fluxograma de atividades (metodologia).

4.2 Materiais

A composição química do aço utilizado foi analisada por meio da técnica de espectrometria óptica e os resultados obtidos são apresentados na tabela 3.

Após a análise da composição química do aço, foram preparados 6 corpos de prova desse material. As amostras foram cortadas nas dimensões de 210 mm x 80 mm, conforme a figura 13 e, posteriormente foram submetidas ao tratamento térmico. Finalizado o tratamento, retirou-se amostras de pequenas dimensões dos corpos de prova para a realização das análises referentes à caracterização microestrutural.

Fonte: Próprio autor.

						-
C(%)	Fe (%)	Si(%)	Mn(%)	P(%)	S(%)	Cr(%)
0,29	95,4	2,04	1,92	0,0306	0,0233	0,0321
Mo(%)	Ni(%)	Al(%)	Cu(%)	Nb(%)	Ti(%)	W(%)
0,0119	0,0136	0,0672	0,0193	0,0124	0,0081	0,0529

Tabela 3 – Composição química feita por espectrometria óptica.

Fonte: Próprio autor.

Figura 13 – Dimensões dos corpos de prova.



Espessura: 1,5mm

Fonte: Próprio autor.

4.3 Tratamentos Térmicos

Antes da realização do tratamento térmico, as amostras foram submetidas a uma etapa anterior de normalização, com aquecimento a 870°C durante 30 minutos e resfriamento ao ar. Essa etapa foi conduzida com o objetivo de apagar os efeitos de quaisquer tratamentos térmicos ou mecânicos aos quais as amostras tenham sido submetidas anteriormente.

O tratamento térmico realizado nas amostras foi planejado com base no tratamento de recozimento intercrítico seguido de austêmpera, amplamente utilizado na produção de aços TRIP. A temperatura intercrítica escolhida foi de 725°C para todas as amostras. Posteriormente realizou-se um resfriamento brusco até a faixa de transformação bainítica (austêmpera), na qual foram utilizadas duas temperaturas distintas, 430°C e 370°C, com diferentes tempos de permanência: 2, 5 e 10 minutos. A última etapa do tratamento térmico corresponde a uma têmpera em água. A sequência dos procedimentos adotados no tratamento térmico está disposta no gráfico da figura 14.

O tratamento térmico foi realizado em fornos com banho de sais fundidos, no qual a amostra foi inserida no forno para aquecimento a temperatura intercrítica e após 30 minutos, removida e colocada em outro forno de banho de sais nas temperaturas de austêmperas, essa

operação foi realizada rapidamente, mas não foi possível controlar o tempo da rampa de resfriamento, mesmo esse enfluenciando na microestrutura que será obtida no aço, conforme representado nas imagens da figura 15. As amostras foram submetidas a um ciclo térmico, no qual tem-se duas temperaturas de transformação bainítica e três tempos distintos de permanência. Esses diferentes parâmetros foram empregados com o objetivo de analisar a influência destes na microestrutura e dureza do aço TRIP.



Figura 14 - Ciclo de tratamentos térmicos realizados.

Fonte: Próprio autor.

Figura 15 – Forno com banho de sal para o tratamento térmico.



(a): Forno com banho de sal fundido; (b): Termopar para controle da temperatura do banho. Fonte: Próprio autor.

Finalizada a etapa de tratamentos térmicos, as amostras foram cortadas utilizando uma cortadora metalografica de modelo COR 80/2 e marca Arotec, conforme figura 16. O corte das amostras foi realizado de maneira cautelosa, a fim de evitar seu aquecimento elevado.

Essas ações evitam a ocorrência da quebra do disco ou o corte de forma não perpendicular, e a modificação da região a ser analisada.



Figura 16 – Cortadora metalográfica Arotec utilizada para o corte das amostras.

Fonte: Próprio autor.

4.4 Caracterização Microestrutural

A caracterização dos materiais foi realizada por meio de difração de raios-X (DRX) e análises metalográficas. A análise da microestrutura tem como principal objetivo avaliar a influência das diferentes temperaturas de transformação bainítica e dos tempos de permanência sobre a distribuição dos constituites, a estabilidade da austenita retida e o enriquecimento da austenita com carbono no aço assistido pelo efeito TRIP.

Para o preparo das amostras foi realizada uma decapagem em banho de ácido clorídrico concentrado em um período de 2 horas, com o objetivo de remover a camada galvanizada e óxidos presentes na superfície das amostras após os tratamentos térmicos. Esse procedimento foi feito também com o objetivo de evitar que durante o lixamento ocorresse transformação da austenita retida em martensita. Na figura 17 são mostradas as amostras durante o processo de decapagem.

Após a decapagem parte das amostras foram separadas para as análises por difração de raios-X (DRX). A difração de raios-X consiste em uma técnica não destrutiva baseada na interação e mudança da direção da radiação eletromagnética na amostra analisada, na qual um feixe de elevado grau energético penetra no material e identifica as partículas presentes (ANTONIO, 2010; MACHADO et al., 2011). Foi utilizado um difratômetro da marca

Shimadzu, modelo 7000 (figura 18), radiação CuK α , tensão de 40kV, corrente de 30mA e o ângulo de varredura variando de 30° a 120°.



Figura 17 – Amostras durante decapagem em ácido clorídrico concentrado.

Fonte: Próprio autor.



Figura 18 – Interior do Difratômetro de raios-X (DRX)

Fonte: Próprio autor.

Para a caracterização por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) as amostras foram submetidas à preparação metalográfica. O embutimento em acrílicro autopolimerizante é a primeira etapa da preparação metalográfica, posteriormente foi realizado o lixamento em lixa de 600 *mesh*. Na última etapa, foi feito o polimento e ataque químico. O polimento foi realizado utilizando pasta de diamante com tamanhos de partículas de 9 μ m e 3 μ m, e o ataque químico foi executado com dois diferentes tipos de reagentes: Nital 5% e uma solução de reagente Bandoh contendo 2 mL de Tiossulfato de sódio 7% m/v, 2

mL de Picral 5%m/v e 0,5 mL de Nital 5%m/v. A solução de Bandoh é empregada na análise das amostras com o objetivo de melhorar a caracterização da microestrutura e morfologia, ao facilitar a diferenciação entre as microestruturas a partir da presença de uma cor específica para cada constituinte. A ferrita apresenta coloração azul, a martensita ou austenita retida tem coloração amarela, e a bainita é marrom (BANDOH; MATSUMURA; SAKUMA, 1988). As imagens da microestrutura das amostras foram capturadas utilizando um microscópio óptico da marca FORTEL e modelo IM 713, por meio de uma câmera digital, mostrado na figura 19.

Figura 19 – Microscópio óptico utilizado para a capturada de imagens.



Fonte: Próprio autor.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) consiste na utilização de um feixe de elétrons que incide sobre a superfície da amostra e gera imagens tridimensionais com elevada profundidade de campo e foco, as quais foram geradas por elétrons secundários, dessa forma é possível analisar a morfologia da superfície de maneira mais minunciosa (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Neste trabalho foi utilizado um MEV da marca Shimadzu e modelo SSX-150, conforme figura 20.



Figura 20 – Microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Fonte: Próprio autor.

4.4.1 Análise semiquantitativa dos constituintes

A partir das imagens de microscopia óptica foi realizada a análise semiquantitativa dos constituintes pelo método da contagem de pontos. Essa técnica é executada sobrepondo uma rede com um número de pontos conhecidos sobre determinada região da microestrutura. O cálculo do valor da fração volumétrica de cada constituinte é dado pelo número de pontos que incide sobre aquele constituinte dividido pelo número total de pontos da rede. Nos casos em que os pontos caem na interface entre dois constituintes, ou quando a região apresenta-se duvidosa conta-se como meio ponto (PADILHA, 2000; ASTM E 562, 2011). A medição foi realizada em diferentes regiões de cada amostra, totalizando 10 imagens para cada condição. Utilizou-se uma rede com 192 pontos em imagens com ampliação de 800x. Na figura 21 está representada a maneira na qual a contagem foi feita, onde os círculos completamente coloridos se referem a um nó da rede que incidiu sobre determinado constituinte e vale 1, e os círculos de duas cores se referem às regiões nas quais o nó incidiu sobre a interface entre dois constituintes ou regiões que eventualmente apresentavam-se duvidosas devido ao ataque químico ou resolução da imagem e valem 1/2 para cada constituinte. Ressalta-se que essa análise foi feita nas imagens atacadas com reagente Bandoh, uma vez que esse ataque químico é capaz de diferenciar os constituintes por cores.



Figura 21 – Representação da análise semiquantitativa de constituintes pelo método da contagem de pontos.

Fonte: Próprio autor

O cálculo da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida foi feito a partir dos dados obtidos no ensaio de difração de raios-X (DRX). Os difratogramas gerados foram refinados pela técnica de Rietveld utilizando o software livre GSAS II (TOBY e VON DREELE, 2013). No método de Rietveld de refinamento é realizado um ajuste no padrão de difração da estrutura cristalina. Por este método são refinados de forma simultânea parâmetros instrumentais (referentes ao difratograma utilizado) e estruturais (referentes ao material), conforme Antonio (2010). Após a execução da sequencia de refinamentos, o software fornece a fração volumétrica das fases e a variação no parâmetro de rede da austenita retida. De posse desse parâmetro de rede faz-se uso da equação 1 para calcular o teor de carbono.

$$a_{\gamma} = a_0 + 0,00467 \text{wt}\%\text{C} \tag{1}$$

Onde a_0 é o parâmetro de rede teórico da austenita retida à temperatura ambiente (ABBASI e RAINFORTH, 2016).

4.5 Ensaio de Dureza

A medição da dureza das amostras foi realizada por meio de um microdurômetro Vickers da marca Shimadzu e modelo HMV 2T E, representada na figura 22.

Figura 22 - Microdurômetro Vickers utilizado para a medição da dureza das amostras.



Fonte: Próprio autor.

As medições foram realizadas utilizando uma carga de 1 kgf no penetrador e um tempo de indentação de 15 segundos. O valor elevado de carga utilizado é justificado pela possibilidade de medir o material como um todo, por abrangir uma região maior de impressão. Foram feitas 10 impressões em cada amostra e, posteriormente, foram a média dos valores e o desvio padrão.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização microestrutural

As micrografias geradas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos aços TRIP estão dispostas da figura 23 a 28.



Figura 23 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-2 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital;
(b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV;
(d) – Aumento de 2000x em MEV.
Fonte: Próprio autor.

Analisando as micrografias, nota-se a presença de bainita, ferrita e constituinte MA (martensita + austenita retida) em todas as amostras. Nas imagens obtidas por ataque químico com reagente Bandoh, as regiões azuladas são identificadas como ferrita (α), as regiões de coloração marrom são identificadas como bainita (B) e as regiões de coloração amarela são identificadas como constituinte MA. Nas imagens obtidas por ataque químico com reagente Nital, as regiões claras são ferrita e as regiões escuras os demais constituintes, ou seja, martensita, austenita retida e bainita. Nas imagens obtidas por MEV, a ferrita é a região um

pouco mais escura, aparentemente no fundo. Estão identificados também as ripas de bainita e o constituinte MA (blocos de aparência difusa).



Figura 24 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-5 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital; (b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV; (d) – Aumento de 2000x em MEV.
Fonte: Próprio autor.



Figura 25 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-430-10 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital; (b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV; (d) – Aumento de 2000x em MEV.

Fonte: Próprio autor



Figura 26 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-2 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital; (b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV; (d) – Aumento de 2000x em MEV.
Fonte: Próprio autor



Figura 27 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-5 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital; (b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV; (d) – Aumento de 2000x em MEV.
Fonte: Próprio autor



Figura 28 – Micrografias (MO e MEV) da amostra AM-370-10 após austêmpera.

(a) – MO, ataque com Nital;
(b) – MO, ataque com Bandoh.
(c) – Aumento de 1000x em MEV;
(d) – Aumento de 2000x em MEV.
Fonte: Próprio autor

Comparando as imagens de MEV das amostras austemperadas a 430°C com as amostras austemperadas a 370°C, percebe-se que a espessura das ripas de bainita apresentamse menores para as amostras submetidas à menor temperatura de austêmpera.

Segundo Bhadeshia (2001), a variação da espessura das ripas de bainita pode ser relacionada à força motriz para a formação da bainita, ou seja, à possibilidade de nucleação da bainita. Essa força motriz disponível para a nucleação da bainita aumenta à medida que se aumenta o grau de super resfriamento. Isso promove o refinamento da microestrutura uma vez que a presença de maior número de núcleos impede que as ripas de bainita aumentem sua espessura. Esse fenômeno é denominado *impingement effect* (SINGH; BHADESHIA, 1998). Como o grau de super resfriamento é maior quando são utilizadas temperaturas de austêmpera mais baixas, isso explica porque a menor temperatura de transformação bainítica promoveu uma microestrutura mais refinada.

Quando analisada a influência do tempo de austêmpera, observa-se que a quantidade das ripas de bainita aumentam. Resultados similares foram obtidos no trabalho de Abbasi e Rainforth (2016), cujas análises em MEV e MET indicaram que o crescimento da bainita com morfologia em ripas domina em tempos de austêmpera mais elevados.

Nas tabelas 3 e 4 são apresentados os resultados da fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras obtidos pelo método da contagem de pontos.

a 450 C.						
Tempo de austêmpera	% Ferrita	% Bainita	% MA			
(min)						
2	$26,4 \pm 4,1$	39,6±6,5	34,0±3,8			
5	22,0±5,9	50,4±4,7	27,2±4,2			
10	27,5±5,7	39,8 ±6,0	32,7±6,4			

Tabela 3 – Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras austemperadas a 430°C.

Fonte: Próprio autor.

Tabela 4 – Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras austemperadas a 370°C.

Tempo de austêmpera	% Ferrita	% Bainita	% MA	•
(min)				
2	47,8±5,4	18,1±5,4	34,1±4,4	-
5	58,6±5,5	19,6±4,3	21,8±3,1	
10	59,6±4,6	13,7±3,3	26,8±5,4	

Fonte: Próprio autor.

Analisando a variação da fração de bainita com o tempo de austêmpera, observa-se que as alterações são muito pequenas e, portanto, não significativas. Esperava-se que, quanto maiores os tempos de austêmpera, maiores seriam as frações volumétricas de bainita das amostras. O fato da fração volumétrica de bainita não apresentar um aumento notável pode indicar que para o menor tempo a transformação bainítica já tenha ocorrido de maneira expressiva. O aumento do tempo de permanência naquela temperatura favoreceria apenas o enriquecimento da austenita com carbono. Acredita-se que a elevação no tempo de austêmpera, para as condições estudadas no presente trabalho, não favoreça a formação de maior quantidade de bainita, mas altera a morfologia da bainita formada, conforme resultados obtidos por Abbasi e Rainforth (2016), os quais mostraram que maiores tempos de austêmpera favorecem a formação de bainita com morfologia em ripas. As variações observadas na fração volumétrica de ferrita e MA em função do tempo de austêmpera não

apresentam um comportamento padrão, e são também muito pequenas e não significativas se considerarmos os desvios.

Quando se compara as frações volumétricas dos constituintes das amostras austemperadas a 430°C com as amostras austemperadas a 370°C, observamos que a fração de ferrita aumenta enquanto a fração de bainita reduz com a temperatura. Essas variações são inesperadas e foram associadas ao ataque químico que pode não diferenciar por cor a ferrita intercrítica da ferrita bainítica e, eventualmente, gerar resultados não confiáveis. Apesar desse tipo de ataque químico em geral revelar as estruturas bainíticas com coloração marrom, alguns autores afirmam que reagentes químicos similares podem revelar a ferrita bainítica tanto em tons azulados como em tons de marrom (SEOL et al., 2012), e de acordo com Zaefferer et al. (2008), a diferenciação entre a ferrita bainítica e a ferrita intercrítica não é possível utilizando ataque químico com diferentes cores, já que ambas as fases apresentam a mesma estrutura cristalográfica.

5.1.2 Difração de raios-X (DRX)

Na figura 29 são apresentados os difratogramas dos aços após a realização da austêmpera com as temperaturas distintas, 370°C e 430°C, e tempos de permanência de 2, 5 e 10 minutos.

Comparando os dois difratogramas, percebe-se que na temperatura de austêmpera de 370°C, os picos correspondentes à fase austenítica são menores do que os observados nas amostras submetidas ao tratamento térmico de austêmpera a 430°C. Essa observação sugere que com a elevação da temperatura de austêmpera ocorre um aumento da proporção de austenita retida nas amostras.

Na figura 30 observa-se a variação da fração volumétrica de austenita retida com o aumento do tempo de austêmpera, em duas condições distintas, uma com resfriamento brusco a 370°C e outra a 430°C. No resfriamento brusco a 370°C, a variação da fração de austenita apresenta valores inferiores quando comparados ao resfriamento a 430°C. Além disso, observa-se uma tendência ao aumento da fração de austenita com o aumento do tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica.

Figura 29 – Difratogramas dos aços para duas temperaturas distintas de austêmpera e tempos de permanência de 2, 5 e 10 minutos.



(a) - Amostra submetida aaustêmpera a 370°C; (b) - Amostra submetida a austêmpera a 430°C. α ': ferrita ou martensita; γ : austenita. Fonte: Próprio autor.

Figura 30 – Fração volumétrica de austenita retida em função da elevação do tempo de austêmpera.



O aumento na fração volumétrica de austenita retida com a elevação da temperatura de austêmpera pode ser explicado pelo menor grau de super resfriamento ao qual o aço é submetido quando maiores temperaturas de austêmpera são utilizadas. Isso irá reduzir a força motriz para a transformação bainítica, e como a formação de bainita favorece a estabilização da austenita adjacente devido ao maior enriquecimento desta com carbono, mais austenita ficará retida na microestrutura ao final do tratamento (ZHAO et al., 2014).

Quanto ao aumento da proporção de austenita retida com a elevação do tempo de austêmpera, isso ocorre porque à medida que a transformação bainítica avança, o teor de carbono da austenita aumenta, já que a formação de ferrita bainítica (bainita livre de carbonetos) leva à rejeição de carbono para a região vizinha (austenita não transformada), o que provoca o aumento da concentração de carbono desta região (ABBASI e RAINFORTH, 2016). Esse mecanismo de enriquecimento da austenita com carbono minimiza a transformação martensítica no resfriamento final e, portanto, maior fração de austenita fica retida na microestrutura.

Na figura 31 são apresentados os resultados do cálculo do teor de carbono na austenita retida em função do aumento do tempo de austêmpera, para as duas temperaturas de transformação bainítica empregadas. Observa-se que com o aumento do tempo de austêmpera existe uma tendência ao aumento do teor de carbono da austenita retida, sendo que esse aumento ocorre de forma mais acentuada nos estágios iniciais para a austêmpera a 370°C e nos estágios finais para a austêmpera a 430°C. Esse comportamento sugere que ocorre um atraso na transformação bainítica quando a austêmpera é realizada utilizando uma maior temperatura, o que é razoável já que o grau de super resfriamento é menor. Dessa forma, o enriquecimento com carbono, nesse caso, ocorre mais acentuadamente em estágios mais avançados (FONSTEIN, 2015; YI; CHEN; BHADESHIA, 2014).

Considerando o efeito da temperatura de austêmpera no teor de carbono da austenita retida, percebe-se que no tempo de 2 minutos o teor de carbono da γ_R é mais elevado para a amostra austemperada à maior temperatura, enquanto que para os tempos de austêmpera de 5 e 10 minutos, as amostras austemperadas à menor temperatura são as que apresentam teor de carbono da γ_R mais elevado. Nesse momento é importante ressaltar que a austenita pode apresentar morfologias diferentes na microestrutura final: em filmes ou em blocos. Sabe-se que a distância de penetração por difusão do carbono na austenita retida com morfologia em filmes é menor, sendo, portanto, mais fácil que a austenita com esse tipo de morfologia apresente maior teor de carbono. Como o cálculo do teor de carbono é feito para toda a fase austenítica presente na amostra, o resultado corresponde a uma média do teor de carbono da austenita com morfologia em filmes e daquela com morfologia em blocos. Dentro desse contexto, espera-se que as amostras cuja microestrutura bainítica é mais refinada (amostras austemperadas na temperatura mais baixa) apresente maior quantidade de austenita com morfologia em filmes, e consequentemente, com maior teor de carbono. As amostras austemperadas a 370°C deveriam possuir maior teor de austenita rica em carbono do que aquelas austemperadas a 430°C. Isso ocorre para as amostras austemperadas durante 5 e 10 minutos. O fato do comportamento ser contrário para as amostras austemperadas durante 2 minutos, porém, deve ser analisado com cuidado: como a amostra submetida à maior temperatura possui maior fração de austenita retida, ao pensarmos na média fica evidente que, de fato, a austenita retida presente na amostra que foi austemperada na menor temperatura apresenta em média maior teor de carbono (YI; CHEN; BHADESHIA, 2014).



Figura 31 – Teor de carbono na austenita retida em função da elevação do tempo de austêmpera.

Fonte: Próprio autor.

5.1.3 Dureza

Na figura 32 observa-se a variação da dureza Vickers em função do aumento do tempo de austêmpera para duas temperaturas de transformação bainítica, 370°C e 430°C. Na temperatura de 430°C, ocorre uma redução da dureza Vickers média a medida que se eleva o tempo de permanência, sendo que a diminuição mais significativa acontece de 2 para 5 minutos. Na temperatura de 370°C, também ocorre uma redução da dureza média a medida que se eleva o tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica.

Essa redução na dureza pode estar associada a um mecanismo de estabilização da austenita durante a permanência das amostras à temperatura de austêmpera. No início da etapa de austêmpera há uma quantidade considerável de austenita retida no aço TRIP, embora o teor de carbono nessa austenita não seja suficientemente elevado para que a temperatura M_i da fase fique abaixo da temperatura ambiente. Com isso, grande parte da austenita se transforma em

martensita na têmpera realizada ao final do tratamento, o que resultaria em valores de dureza mais elevados (FONSTEIN, 2015).



Figura 32 - Dureza Vickers em função do aumento do tempo de austêmpera.

Na figura 33 são mostrados os resultados de dureza Vickers em função da temperatura de austêmpera empregada. Observa-se que com a redução da temperatura de austêmpera de 430°C para 370°C ocorre um aumento da dureza média do material.



Figura 33 – Dureza Vickers em função do redução na temperatura de austêmpera.

Analisando o gráfico da figura 33, é possível perceber que os valores médios de dureza são menores nas amostras submetidas à maior temperatura de austêmpera, ou seja, a redução na temperatura de austêmpera aumenta a dureza média das amostras. Isso sugere que maiores temperaturas de transformação bainítica favorecem a estabilização da austenita, de forma que menos martensita seja formada na etapa final de têmpera. Este resultado está de acordo com a análise feita para o cálculo da fração volumétrica de austenita retida (figura 30), que mostrou que as amostras austemperadas na maior temperatura apresentavam maior proporção de austenita retida quando comparadas com as amostras austemperadas em uma temperatura inferior (ZHAO et al., 2014).

6 CONCLUSÕES

As amostras de aço TRIP submetidas a menor temperatura de austêmpera apresentaram ripas de bainita com espessura menor. Em relação ao método da contagem de pontos, o resultado esperado era o de aumento da fração volumétrica de bainita com o acréscimo do tempo de permanência, todavia, na temperatura adotada para avalização da austêmpera não foi significativa.

Os resultados de DRX revelaram que as amostras submetidas à temperatura de austêmpera de 370°C apresentaram picos de austenita retida menores quando comparados a austêmpera de 430°C, o que indica que quanto maior a temperatura de austêmpera maior a presença de austenita retida. Após o refinamento de Rietveld e análise quantitativa foram encontrados o mesmos resultados: a fração de austenita retida tende a aumentar com a elevação do tempo de austêmpera. O aumento do tempo de austêmpera favoreceu também a elevação da concentração de carbono na austenita retida.

Os aços assistidos pelo efeito TRIP possuem um comportamento de redução da dureza Vickers à medida que se aumenta o tempo de permanência nas duas temperaturas de austêmpera, 370°C e 430°C. Por fim, foi observado que com a redução da temperatura de austêmpera ocorre um aumento da dureza média das amostras, devido a transformação de austenita em martensita, assim na etapa final de têmpera a microestrutura terá maior proporção de martensita.

REFERÊNCIAS

ABBASI, E.; RAINFORTH, M. W. Microstructural evolution during bainite transformation in a vanadium microalloyed TRIP-assisted steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 651, p. 822 – 830, 2016.

ANNIBAL, G. E.; ROTELLI, M. R.; OLIVEIRA JUNIOR, G. E. J.; FERRER, H. M. Desenvolvimentos recentes em aços TRIP aplicáveis na indústria automobilística: uma revisão. In: Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica - ABCM, 2005, São Paulo. **Anais.** São Paulo: ABCM, 2005. p. 194 – 200.

ANTONIO, S. Aplicação da difração de raios X por policristais e do método de Rietveld de refinamento de estruturas cristalinas no estudo de polimorfismos cristalinos de fármacos. 2010. 161p. Tese (Doutorado) – Química, Universidade Estadual Paulista Campus de Araraquara, São Paulo, 2010.

ASM HANDBOOK. **Metallography and microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. 2733p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 562**: Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count. West Conshohocken, 2011.

BANDOH, S.; MATSUMURA, O.; SAKUMA, Y. An improved tint etching method for high strength. **Transactions ISIJ**, v. 28, p. 569-574, 1988.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in steels:** transformations, microstructure and properties. 2.ed. London: IOM Communications Ltd, 2001, 454p.

BLECK, W.; FREHN, A.; OHLERT, J. Niobium in dual phase and trip steels. **Research** Gate, 2001.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. **Ciências e engenharia de materiais:** uma introdução. 8. ed. São Paulo: LTC, 2012. 817p.

CHATTERJEE, S. Transformations in TRIP-assisted steels: microstructure and properties. 2006. 182p. Tese (Doutorado) – Darwin College, Universityof Cambridge, Cambridge, 2006.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2012. 599p.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4. ed. São Paulo: Blücher, 2008. 672p.

DEDAVID, B.; GOMES, C.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura:** aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. 1. ed. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60p.

FERRER, M. H. Estudo das transformações de fase de aços TRIP ao Si – Mn microligados com Nb. 2003. 195f. Tese (Doutorado) – Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2003.

FINNERN, B. Tratamentos térmicos de ferramentas e componentes de construção mecânica. São Paulo: Poligono, 1972. 181p.

FIGUEIREDO, R. B.; SICUPIRA, F. L.; MALHEIROS, L. R. C.; KAWASAKI, M.; SANTOS, D. B.; LANGDON, T. G. Formation of episilon martensite by high-pressure torsion in a TRIP steel. **Materials Science & Engineering A**, Belo Horizonte, v.625, p.114-118, 2015.

FONSTEIN, N. Advanced high strength sheet steels: physical metallurgy, design, processing, and properties. New York: Springer, 2015, 396p.

GIRAULT, E.; JACQUES, P.; HARLET, P.; MOLS, H.; VAN HUMBEECK, J.; DELANNAY, F. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP – assisted steels. **Materials Characterization**, Nova York, v.40, p.111 – 118, 1998.

GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. **Research Gate**, 2009.

GRAJCAR, A.; KUZIAK, R.; ZALECKI, W. Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry. **Sci Verse Science Direct**. Marseille Cedex, v. 12, p. 334 - 341, 2012.

KAMMOUNI, A.; SAIKALY, W.; DUMONT, M.; MARTEAU, C.; BANO, .; CHARAI, A. et al. Effect of the bainitic transformation temperature on retained austenite fraction and stability in Ti microalloyed TRIP steels. **Materials Science and Engineering A**. Marseille Cedex, v.518, p.89-96, 2009.

KELLER, S.; KIMCHI, M. Advanced high-strength steels - Application guidelines. **World Auto Steel**, versão 5.0, 2014.

KRAUSS, G. **Steels**: processing, structure, and performance. 2.ed. Ohio: ASM International, 2015, 682p.

MACHADO, A. S.; MEXIAS, A. S.; VILELA, A, C, F.; OSÓRIO, E. Quantificação por DRX dos componentes carbonosos presentes no pó de balão do alto-forno. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração,** v. 8, p. 254-260, 2011.

NASCIMENTO, M. V. C. Influência do ciclo térmico de austêmpera no comportamento mecânico do aço alto C-Si-Mn-Cr com efeito TRIP. 2007. 64f. Dissertação (mestrado) - Engenharia metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2007.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia**: microestrutura e propriedades. Curitiba: Hemus, 2000. 343p.

SAHA, P. S. A.; BHADESHIA, H. D. K. H. Thermal stability of austenite retained in bainitic steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 2121 – 2128, 2010.

SEOL, J. B.; RAABE, D.; CHOI, P. P.; IM, Y. R.; PARK, C. G. Atomic scale effects of alloying, partitioning, solute drag and austempering on the mechanical properties of high-carbon bainitic-austenitic TRIP steels. Acta Materialia, v.60, p.6183-6199, 2012.

SILVA, A. L.; MEI, S. P. R. Aços e ligas especiais. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2010. 648p.

SINGH, S. B.; BHADESHIA, H. K. D. H. Estimation of bainite plate-thickness in low-alloy steels. **Materials Science and Engineering A**, v.245, p.72-79, 1998.

SOUZA, E. Cinética e morfologia das transformações de fase em aços TRIP contendo teores variáveis de Si e Mn. 2009. 83 f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia Mecânica, Instituto Superior Tupy, Joinville. 2009.

TJAHJANTO, D. D.; SUIKER, A. S. J.; TURTELTAUB, S.; RIVERA P. E. J.; ZWAAG, S. Micromechanical predictions of TRIP steel behavior as a function of microstructural parameters. **Computational Materials Science**, v.41, p.107-116, 2007.

TOBY, B. H.; VON DREELE, R. B. GSAS-II: the genesis of a modern open-source all purpose crystallography software package. **Journal of Applied Crystallography**, v.46, n.2, p. 544-549, 2013.

YI, H. L.; CHEN, P.; BHADESHIA, H. K. D. H. Optimizing the morphology and stability of retained austenite in a δ -TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.45Ap.3512-3518, 2014.

ZAEFFERER, S.; ROMANO, P.; FRIEDEL, F. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels. **Journal of Microscopy**, v. 230, p.499-508, 2008.

ZHAO, Z. Z.; YIN, H. X.; ZHAO, A. M.; GONG, Z. Q.; HE, J. G.; TONG, T. T.; HU, H. J. The influence of the austempering temperature on the transformation behavior and properties of ultra-high-strength TRIP-aided bainitic-ferritic sheet steel. **Materials Science & Engineering A**, v.613, p.8-16, 2014.