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

RAFAELA ANTUNES COSTA AGUIAR

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA E DA DUREZA DE UM AÇO TRIP SUBMETIDO A DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO

BELO HORIZONTE 2016

RAFAELA ANTUNES COSTA AGUIAR

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA E DA DUREZA DE UM AÇO TRIP SUBMETIDO A DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO

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 2016

RAFAELA ANTUNES COSTA AGUIAR

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA E DA DUREZA DE UM AÇO TRIP SUBMETIDO A DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO

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 30/06/2016

BANCA EXAMINADORA

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

Eng. Cintia Braga – Coorientadora

Prof^a. Ma. Aline Silva Magalhães

Prof. Dr. Wellington Lopes

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus por ter permitido que eu tivesse uma experiência enriquecedora e determinante na minha vida e carreira.

À minha mãe e meu irmão por estarem sempre ao meu lado me dando todo apoio e motivação para conquistar meus sonhos.

Ao meu namorado por ter me incentivado a acreditar em mim mesma e que sempre esteve ao meu lado.

À minha orientadora Elaine Carballo pelo exemplo, conhecimento compartilhado, atenção, dedicação e apoio.

À minha coorientadora Cintia Braga pela dedicação, incentivo e conhecimento compartilhado. Às minhas amigas do Cefet que sempre estiveram comigo ao longo do curso deixando tudo mais divertido (mesmo em véspera de prova).

RESUMO

Neste estudo foi realizada a caracterização microestrutural e mecânica de um aço TRIP 800 quando submetido a diferentes rotas de tratamento térmico. Analisou-se o efeito do tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica, subsequente a um aquecimento em temperatura de austenitização, na microestrutura e dureza finais do aço TRIP. Como esta rota de processamento foge do proposto pela literatura, a critério de comparação, foi realizada também a rota proposta pela literatura. Nas duas rotas de processamento térmico empregadas, variou-se o tempo de permanência no tratamento isotérmico à temperatura de transformação bainítica. Por meio dos resultados encontrados, foi feita uma análise a respeito dos mecanismos de evolução microestrutural envolvidos na formação da bainita. Sendo realizado também, um estudo qualitativo a respeito da fração de austenita retida na microestrutura final com o tempo de tratamento isotérmico.

Palavras-chave: Aços TRIP, transformação bainítica, caracterização microestrutural, aços multifásicos.

ABSTRACT

In this study, the microstructural and mechanical characterization of TRIP 800 steel when submitted to different routes of heat treatment was conducted. It was analyzed the effect of bainitic isothermal transformation treatment, subsequent to a heating in the austenitizing temperature, on the final microstructure and hardness of the material. As this processing route is not the most common proposed in the literature, the route proposed by the literature was also carried out. In both thermal processing routes applied, it was varied the holding time in the isothermal bainitic transformation temperature. Through these results, an analysis was made about the microstructural evolution of the mechanisms involved in the formation of bainite. It was made a qualitative study about the austenite fraction in the final microstructure with the isothermal treatment time.

Keywords: TRIP Steels, bainitic transformation, microstructural characterization, multiphase steels.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Microestrutura típica de aços TRIP16
Figura 2 - Representação do término da reação bainítica quando o carbono da austenita se
aproxima do limite T0'17
Figura 3 – Relação entre tensão e deformação de aços com elevada e baixa fração volumétrica
de austenita retida (y _R)20
Figura 4 – Efeito da temperatura de ensaio na curva de fluxo de aços TRIP21
Figura 5 – Típica sequência de tratamento térmico de aços TRIP baixa liga22
Figura 6 - Representação da cinética global da transformação bainítica na presença do
fenômeno de estáse
Figura 7 - Influência da taxa de resfriamento na fração de austenita retida e no limite de
resistência para um aço TRIP 80026
Figura 8 – Fluxograma das etapas do trabalho27
Figura 9 – Corpo de prova do aço utilizado para realização dos tratamentos térmicos
Figura 10 – Representação esquemática das rotas de tratamento térmico empregadas30
Figura 11 – Microscópio óptico e computador utilizado para captura das imagens31
Figura 12 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)
Figura 13 – Difratômetro de raios-X (DRX)
Figura 14 – Medição de dureza Vickers das amostras
Figura 15 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento
isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 1
Figura 16 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização
seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 134
Figura 17 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento
isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 2
Figura 18 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização
seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 235
Figura 19 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento
isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 3

Figura 20 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização Figura 21 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento Figura 22 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização Figura 23 – Difratograma da amostra submetida à normalização seguida de tratamento Figura 24 – Difratograma da amostra submetida à normalização seguida de tratamento Figura 25 – Difratograma da amostra submetida à normalização seguida de tratamento Figura 26 – Difratograma do aço TRIP (Amostra 4) submetido à normalização seguido de Figura 27 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de Figura 28 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 5.40 Figura 29 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de Figura 30 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento Figura 31 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de Figura 32 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento Figura 33 – Microscopia óptica da amostra submetida tratamento intercrítico seguido de Figura 34 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento Figura 35 – Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de Figura 36 – Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de

Figura 3	37 –	Difratograma	da	amostra	submetida	ao	tratamento	intercrítico	seguido	de
tratamer	nto iso	otérmico a 420°	°C po	or 5 minu	tos – Amos	tra 7	⁷			.46
Figura 3	38 –	Difratograma	da	amostra	submetida	ao	tratamento	intercrítico	seguido	de
tratamer	nto iso	otérmico a 420°	°C po	or 8 minu	tos – Amos	tra 8	8		••••••	.46
Figura 3	9 – D	ureza Vickers	em f	unção do	tempo de tr	atan	nento isotéri	mico		.48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Especificação técnica do aço TRIP 800	28
Tabela 2 – Parâmetros de transformação isotérmica bainítica para as amostras de 1 a 4	29
Tabela 3 – Parâmetros de transformação isotérmica bainítica para as amostras de 5 a 8	29
Tabela 4 – Dureza média (HV2) das amostras após tratamentos térmicos.	47

1 INTRODUÇÃO12
2 OBJETIVOS
2.1 Objetivo geral
2.2 Objetivos específicos13
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA14
3.1 Transformação Martensítica14
3.2 Aços modernos assistidos pelo Efeito TRIP14
3.2.1 Evolução Microestrutural16
3.2.2 Influência dos elementos de liga17
3.2.3 Fatores que influenciam no desempenho mecânico19
3.2.3.2 Estabilidade da austenita retida 19
3.2.3.3 Parâmetros de Ensaio 21
3.2.3.4 Estado de tensão ou deformação21
3.3 Tratamento Térmico em Aços TRIP 22
3.3.1 Mecanismos Atômicos Associados à Transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha pr \acute{0}$ –
eutetoide23
3.3.2 Mecanismos Atômicos Associados à Transformação: $\gamma_{intercrítica} \rightarrow \alpha_{bainítica}$ 23
4 MATERIAIS E MÉTODOS27
4.1 Descrição do Trabalho27
4.2 Materiais
4.3 Tratamentos Térmicos
4.4 Caracterização Microestrutural
4.5 Ensaio de Dureza
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO
5.1 Caracterização dos Materiais após Tratamento Térmico
5.1.1 Amostras de 1 a 4

SUMÁRIO

5.1.2 Amostras de 5 a 8	
6 CONCLUSÃO	

1 INTRODUÇÃO

Dentre os chamados aços avançados de alta resistência, os aços com transformação martensítica induzida por deformação TRIP (*transformation induced plasticity*) oferecem uma relação atraente entre resistência e ductilidade, devido à sua microestrutura complexa, que associa ferrita, bainita e frações significativas de austenita retida, gerada ao final de um esquema de tratamento térmico específico (HASHIMOTO et al, 2008). O efeito TRIP é resultado da transformação da martensita induzida por deformação a partir da austenita metaestável. Esta transformação se apresenta como um mecanismo de endurecimento por deformação que atua evitando a ocorrência de deformações localizadas, aumentando dessa forma o alongamento uniforme e a taxa de encruamento (SOUZA, 2009). Nesse contexto, o entendimento do efeito TRIP como um mecanismo particular de deformação é o aspecto chave do processamento destes materiais.

Aços multifásicos são obtidos por meio da austenitização parcial, seguida de tratamento isotérmico na faixa de temperatura de transformação bainítica. No tratamento isotérmico, parte da austenita é transformada em bainita, enquanto outra parcela de austenita residual se transforma em martensita durante têmpera, podendo ainda apresentar austenita retida após o resfriamento. O tempo de permanência na faixa de transformação bainítica influencia na ductilidade à temperatura ambiente, assim como na distribuição de martensita, bainita e austenita retida dispersa na matriz ferrítica. A transformação bainítica, durante o processo isotérmico de obtenção de aços TRIP, permite o enriquecimento de carbono de parte substancial da austenita, possibilitando assim, que a austenita permaneça estável após resfriamento até a temperatura ambiente (JACQUES; LADRIÉRE; DELANNAY, 2001).

Nesse contexto, o presente trabalho envolve a análise da microestrutura e da dureza de um aço originalmente classificado como TRIP 800, portanto com potencial de apresentar a microestrutura multifásica típica desse tipo de aço, submetido a tratamentos isotérmicos com austenitização completa e parcial.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo geral do presente trabalho é analisar de maneira comparativa os efeitos dos tratamentos térmicos de tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica (método tradicional de tratamento térmico em aços TRIP) com a rota de austenitização completa seguida de tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do trabalho são:

- Avaliar os efeitos na microestrutura do aumento do tempo de permanência na faixa de temperaturas de transformação bainítica no tratamento isotérmico.
- b) Avaliar comparativamente a importância do tratamento intercrítico na formação da microestrutura final do aço.
- c) Analisar a influência das diferentes rotas de tratamento térmico na dureza do aço TRIP.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Transformação Martensítica

A transformação martensítica é uma transformação displaciva, ou seja, associada ao movimento cooperativo dos átomos, ocorrendo em temperaturas onde a difusão não é possível devido à escala de tempo do processo. A transformação se inicia apenas após o resfriamento a uma temperatura conhecida como temperatura de início da transformação martensítica (M_s) . A fração de martensita transformada aumenta com o super-resfriamento abaixo de M_s . A temperatura de fim da transformação martensítica (M_f) é usualmente definida como a temperatura onde 95% da austenita sofreu decomposição. Ao contrário de M_s , M_f não apresenta nenhum significado fundamental. No entanto, a martensita sofre deformação plástica (CHATTERJEE, 2006).

Em aço contendo austenita na faixa de temperatura entre M_s e M_d , a formação de martensita durante a deformação plástica atrasa a formação da estricção, resultando em elevada elongação uniforme (CHATTERJEE, 2006).

3.2 Aços Modernos Assistidos pelo Efeito TRIP

Aços TRIP apresentam uma microestrutura complexa multifásica contendo: ferrita (α), bainita (B), austenita retida (A_R) e martensita (M) (JACQUES et al, 2001). Para esses aços, a elevada dureza é resultado da transformação induzida pela deformação da austenita retida metaestável em martensita por meio da aplicação de tensão, o que caracteriza o efeito TRIP (*transformation induced plasticity*). O incremento na dureza é resultado da adição continua de martensita de elevada dureza na microestrutura junto à geração de discordâncias e de estresse interno nas fases presentes. Ocorre também uma contribuição na ductilidade total com o decorrer da transformação. A necessidade em se ter uma maior utilidade no efeito TRIP (o que pode depender com a sua aplicação) impulsionou um estudo ativo nos últimos 20 anos e muito têm sido discutido sobre os efeitos da presença e da estabilidade (térmica e mecânica) da A_R nas propriedades mecânicas dos aços TRIP. Trabalhos mostram que as melhores propriedades podem ser obtidas por meio do balanço entre a quantidade de A_R e o seu conteúdo de carbono, junto ao desenvolvimento de tratamentos térmicos apropriados (BLONDE et al, 2011). O que significa que, idealmente, a microestrutura inicial pode conter 5-10% em volume de A_R , tendo uma estabilidade mecânica que produz a transformação gradual de aproximadamente metade da A_R durante a deformação (JACQUES et al, 2001).

A estabilidade mecânica da A_R pode ser controlada por meio de quatro fatores principais:

• Tamanho de grão: tamanhos de grãos de A_R maiores de 1 µm são no geral instáveis e não contribuem de forma significativa no efeito TRIP. A estabilidade aumenta com a diminuição do tamanho de grão, possivelmente devido à elevação na densidade de sítios de nucleação de martensita. O tamanho de grão considerado adequado da A_R é na faixa 0,1 – 1,0 µm (TIMOKHINA; HODSON; PERELOMA, 2004).

• Forma do grão: a maior parte da A_R em aços TRIP apresenta-se na forma de "ilhas" equiaxiais. Mesmo quando a austenita original é submetida ao recozimento intercrítico esta é alongada, a A_R resultante, subsequente das transformações martensítica e bainítica, apresenta formato equiaxial. Nesses casos quando a A_R é um filme fino (predominantemente em microestruturas bainíticas) ela se apresenta extremamente estável mecanicamente (SUGIMOTO et al, 1993).

• Fase circundante: em microescala, a deformação do aço TRIP multifásico é um processo complexo. Em alguns casos, a ferrita α deforma primeiro plasticamente, transferindo a carga para a A_R. Quando a A_R deforma, ela sofre transformação martensítica e ocasiona um acréscimo na dureza do material (JACQUES et al, 2001). Em outros casos, a A_R é circundada por uma fase mais dura que a ferrita α , como a bainita. A bainita carrega maior tensão e a transformação da A_R ocorre de forma mais lenta (SUGIMOTO et al, 1993).

• Conteúdo de carbono: a concentração de carbono da A_R é tipicamente de 6-9 vezes da concentração nominal de carbono. Ela deve ser grande o suficiente para que a A_R seja termicamente estável, mas em um faixa apropriada para que se tenha estabilidade mecânica (BLONDE et al, 2011).

A microestrutura tradicional do aço TRIP consiste em ferrita, bainita e austenita retida, podendo ser alcançada por meio de processos de tratamentos térmicos, como: recozimento intercrítico e transformação bainítica isotérmica. Bons resultados de ductilidade podem ser justificados pela ductilidade da ferrita presente e também pelo efeito TRIP, enquanto a elevada dureza pode ser atribuída à presença de bainita e de martensita, essa última recémformada / induzida pela transformação da A_R metaestável em martensita (TIMOKHINA et al, 2014). A figura 1 apresenta uma microestrutura típica de aços TRIP.



Figura 1 - Microestrutura típica de aços TRIP.

(F) ferrita alotriomórfica, bainita livre de carboneto (B) e austenita retida (A) Fonte: CHATTERJEE, 2006.

A ferrita usualmente constitui a maior parte (cerca de 50%) da microestrutura típica dos aços TRIP. Ferrita é uma fase relativamente macia, com uma boa formabilidade e responsável, por exemplo, pela boa ductilidade dos aços livres de interstício (aços IF – *Intersticial free*) e aços bifásicos (DAVIES, 1972). Há poucas publicações a respeito do efeito da ferrita na ductilidade de aços TRIP multifásicos (JACQUES et al, 2001). Jacques et al (2001) demonstraram em um trabalho empregando difração de nêutrons que a ferrita deforma consideravelmente mais que as outras fases. Em outras palavras, a ferrita funciona como uma "fase macia" nos aços TRIP, desempenhando importante papel na ductilidade desses aços (ZHU et al, 2007).

3.2.1 Evolução microestrutural

A microestrutura do aço TRIP pode ser gerada por meio da laminação a quente e da laminação a frio. A laminação a quente geralmente ocorre em temperaturas elevadas onde o aço é completamente austenítico. Após a laminação o material é resfriado à temperatura ambiente. A taxa de resfriamento é controlada, e a austenita primeiro se transforma em ferrita alotriomórfica e depois em bainita. No entanto, em aços TRIP laminados a frio um recozimento em dois estágios é requerido para produzir a microestrutura desejada. O material é inicialmente aquecido na temperatura em que o campo de fases é uma mistura entre ferrita e austenita, ou seja, bifásico, o que subsequentemente decompõe em bainita em temperaturas mais baixas (CHATTERJEE, 2006).

A austenita é retida em aços TRIP devido à reação incompleta relacionada à transformação bainítica. O crescimento adifusional pode ser sustentado apenas em temperaturas abaixo de uma temperatura na qual a ferrita e a austenita apresentam a mesma composição química e a mesma energia livre (T_0). A reação bainítica livre da precipitação de carbonetos termina quando o conteúdo de carbono na austenita se iguala a de T_0' (considerando a energia armazenada pela bainita), conforme ilustrado na Figura 2 (BHADESHIA, 2005).

Figura 2 - Representação do término da reação bainítica quando o carbono da austenita se aproxima do limite T_0' .



T0': temperatura na qual a ferrita e a austenita possuem a mesma energia livre. x: massa de carbono no aço; Ae3': equilíbrio na fronteira entre as fases $(\alpha + \gamma) e \gamma$. Fonte: BHADESHIA, 2001.

A evolução microestrutural durante a transformação isotérmica da bainita é idêntica nos processos de laminação a frio e a quente em aços TRIP. A bainita nesses aços consiste em plaquetas adjacentes que envolvem os grãos austeníticos (CHATTERJEE, 2006).

3.2.2 Influência dos elementos de liga

Segundo Chatterjee (2006), solutos além do carbono são adicionados devido às seguintes razões:

- Para otimizar a fração de austenita retida;
- Para controlar a precipitação de cementita;
- Para aumentar a dureza da ferrita;
- Para aumentar a capacidade de endurecimento.

Como o carbono, o manganês também possui a função de estabilizar a austenita. Já o silício estabiliza a ferrita, ajudando a reter a austenita rica em carbono pela supressão da precipitação de austenita. O silício como solução sólida aumenta a resistência da ferrita e, por conseguinte, eleva a resistência do aço (CHATTERJEE, 2006).

Um aumento no teor de manganês pode compensar qualquer redução em silício (SHI, 2002). No entanto, isso desloca a curva T_0 para menores concentrações em carbono, assim limitando assim, a quantidade de bainita que pode ser formada (KIM, 2003).

3.2.2.2 Alumínio e fósforo

Tanto o alumínio quanto o fósforo podem inibir a precipitação de cementita e consequentemente podem substituir o silício (MINTZ, 2003). No entanto, diferentemente do silício, o alumínio não aumenta a resistência da ferrita. Aços nos quais o silício é substituído por alumínio podem ser menos resistentes (JACQUES et al, 1999). O fósforo, por sua vez, aumenta a resistência da ferrita (PICHLER, 1998). Um acréscimo em 0,1% (em peso) de fósforo leva a um aumento de 75 MPa na resistência da ferrita (PICKERING, 1978).

3.2.2.3 Nióbio e molibdênio

A presença de nióbio em solução gera um aumento na quantidade de austenita retida (PERELOMA, 2004). Precipitados finos de carbonetos de nióbio e do complexo NbMoC podem atuar aumentando a resistência da ferrita (HASHIMOTO et al, 2008).

A solução sólida de molibdênio aumenta a resistência da ferrita e retarda a formação de perlita. Em aços com baixa concentração de silício, a adição de molibdênio pode gerar propriedades mecânicas comparáveis a de aços com alta concentração de silício com resistência a tração acima de 1000 MPa com alongamento total em torno de 36% (BOUET, 1998).

3.2.2.4 Cobre

O cobre estabiliza a austenita deste modo, ele auxilia na retenção da mesma. A precipitação de E- Cu na ferrita pode atuar aumentando a resistência mecânica do material

(KIM, 2002). Com isso, o cobre pode ser utilizado de maneira a substituir o silício tanto na questão de retenção de austenita como no aumento da resistência da ferrita (CHARTTEJJE, 2006).

3.2.2.5 Boro

Pequenas concentrações de boro são conhecidas por proporcionar um aumento significativo na capacidade de encruamento. Em aços contendo boro, e com baixas concentrações de silício, foi verificada quantidade suficiente de austenita retida para proporcionar a ocorrência do efeito TRIP (SADHUKHAN, 2001).

3.2.3 Fatores que influenciam no desempenho mecânico

3.2.3.1 Proporção entre as fases

Aços TRIP são constituídos por ferrita alotriomórfica, ferrita bainítica e austenita retida com ou sem traços de martensita. Como relatado por Choi et al (2008), uma elevada fração volumétrica de austenita retida proporciona um maior alongamento e também aumenta a tensão limite de escoamento, como mostrado na figura 3. Observa-se maior tensão limite de escoamento e alongamento uniforme na amostra que contém maior fração volumétrica de austenita retida. No entanto, uma maior fração volumétrica de austenita retida implica em menos bainita, o que pode afetar de forma significativa a resistência mecânica do material. Similarmente, uma elevada fração de ferrita durante o recozimento intercrítico resulta em menos bainita, o que também leva a uma redução na resistência mecânica (IMAI, 1997).

3.2.3.2 Estabilidade da austenita retida

A taxa na qual a austenita se transforma durante a deformação aparenta ser um fator determinante em como as propriedades serão alteradas. A estabilidade da austenita deve ser suficiente para que ocorra a transformação progressiva durante a deformação, então o dano gerado pode ser acomodado em todos os estágios da deformação (CHATTERJEE, 2006).

Com o aumento no teor de carbono da austenita ocorre a diminuição na força motriz para que ocorra a transformação martensítica. É conhecido que após a transformação bainítica

isotérmica, a austenita retida não é homogeneamente enriquecida com carbono (WEVER, 1932).



Figura 3 – Relação entre tensão e deformação de aços com elevada e baixa fração volumétrica de austenita retida (γ_R).

Fonte: CHOI et al, 2002.

Regiões nas vizinhanças das ilhas de bainita apresentam filmes de austenita ricos em carbono (HEHEMANN, 1970). Áreas onde a austenita é pobre em carbono são transformadas primeiro durante a deformação, o que leva a concluir que com o aumento da deformação plástica, a austenita que não sofreu transformação pode ser observada como tendo um maior parâmetro de rede, devido ao seu maior teor de carbono (ITAMI et al, 1995).

Além do conteúdo de carbono, a estabilidade da austenita também pode ser relacionada com um tamanho de grão fino (CHATTERJEE, 2006). A alta estabilidade da austenita com o tamanho de grão fino dispersa na microestrutura ferrítica obtida após o recozimento intercrítico foi reportada por Rigsbee (1979). Isso ocorre devido à falta de subestruturas na austenita, como por exemplo, falhas de empilhamento ou outros defeitos, que podem gerar sítios de nucleação para a transformação martensítica (BASUKI; AERNOUDT, 1999). A austenita no aço TRIP se apresenta em duas formas, em grãos isolados de austenita na ferrita distantes da fase bainítica ou em filmes de austenita entre as plaquetas de ferrita na bainita. Essa última é apontada como a forma mais estável durante a deformação plástica (KOH et al,1998). Sendo assim, os grãos pequenos de austenita dispersos na ferrita são os que realmente contribuem no efeito TRIP (CHATTERJEE, 2006).

Por meio de modelagem micromecânica, Reisner et al. (1998) mostraram que a transformação induzida pela deformação depende da orientação dos grãos de austenita. Além disso, a estabilidade mecânica da austenita retida durante a deformação também depende da dureza das outras fases presentes (FURNEMONT et al, 2009).

3.2.3.3 Influência da temperatura na resistência mecânica do aço TRIP

O aumento da temperatura favorece o crescimento da estabilidade da austenita em relação à transformação martensítica devido à redução da força motriz para a transformação. A temperatura pode também exercer uma influência significante nas propriedades mecânicas (CHATTERJEE, 2006), como mostra a figura 4.



Figura 4 – Efeito da temperatura de ensaio na curva de fluxo de aços TRIP.

Fonte: SUGIMOTO et al., 1993.

As propriedades parecem melhorar apenas abaixo de uma determinada temperatura máxima (SUGIMOTO et al., 1993). Os aços TRIP apresentam uma microestrutura multifásica apenas 10-30% em volume corresponde à austenita. A resistência mecânica e o alongamento das fases individualmente também dependem muito da temperatura de ensaio (CHATTERJEE, 2006).

3.2.3.4 Estado de tensão ou deformação

Diferentemente da tensão uniaxial ou compressão, a transformação martensítica induzida pela deformação é conhecida por ser suprimida pela pressão hidrostática. A

estabilidade da austenita pode ser aprimorada pela aplicação de pressão hidrostática durante o ensaio de tração resultando em um maior alongamento uniforme (PYSHMINTSEY et al., 2002).

3.3 Tratamento Térmico em Aços TRIP

A dispersão da austenita retida na microestrutura é produzida por meio de um tratamento térmico de dois estágios, recozimento intercrítico e transformação bainítica isotérmica. O principal fator que influência no comportamento mecânico de aços TRIP baixa liga é a estabilidade da dispersão da austenita retida, que é afetada pela composição química, tamanho de grão e estado de tensões. Durante o estágio de aquecimento ocorrem os fenômenos de recristalização, precipitação de carboneto e dissolução de cementita. Durante o recozimento intercrítico, o metal é aquecido no intervalo de temperatura de 720 a 830 °C e permanece nesta temperatura por um determinado intervalo de tempo, com o propósito de controlar a fração volumétrica de ferrita próeutetóide, que precipita nos contornos de grão da austenita. Na transição isotérmica bainítica ocorre a formação de bainita com precipitação de cementita. No resfriamento até a temperatura ambiente, parte da austenita se transforma em martensita. A figura 5 apresenta a sequência de etapas do processamento térmico típico de aços TRIP (KATSAMAS; HAIDEMENOPOULOS; AMOUTSI, 2014).

Figura 5 - Típica sequência de tratamento térmico de aços TRIP baixa liga.



A: austenita; B: bainita; F: ferrita Fonte: KATSAMAS; HAIDEMENOPOULOS; KAMOUTSIS, 2014.

3.3.1 Mecanismos atômicos associados à transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha_{pró-eutetoide}$

É conhecido que o crescimento da ferrita ocorre de forma rápida com rejeição do carbono para a austenita durante o recozimento intercrítico. O início da transformação de $\gamma \rightarrow \alpha$ é relacionado à formação de ferrita poligonal, com nucleação alotriomórfica nos contornos de grãos austeníticos (SOUZA, 2009).

A variação da temperatura e do tempo de tratamento intercrítico tem sido estudada em aços multiconstituidos, na procura de um maior controle na precipitação de ferrita próeutetóide, principalmente no que se refere à sua fração volumétrica após o recozimento intercrítico (FERRER, 2007).

De acordo com Porter (1992), a ocorrência do equilíbrio local na interface α/γ parte do pressuposto que os átomos de carbono na austenita (CFC) e na ferrita (CCC) apresentam mobilidade atômica fora da interface, o que resulta no fluxo de massa na direção do interior dos grãos, caso a transformação de fase ocorresse sem tensão aplicada.

3.3.2 Mecanismos atômicos associados à transformação: $\gamma_{intercrítica} \rightarrow \alpha_{bainítica}$.

Segundo Wever (1932), a decomposição isotérmica da austenita em temperaturas abaixo da baía da curva TTT ocorre de forma rápida inicialmente, formando um produto isento de carbonetos (bainita superior sem carbonetos ou ferrita pró-bainítica), sendo esta decomposição interrompida quase completamente, e em seguida retoma como um agregado de ferrita e carbonetos após longos períodos de manutenção na temperatura de tratamento.

A diminuição quase total da decomposição da austenita é conhecida como fenômeno da transformação interrompida ou estáse da transformação bainítica, podendo estar associada à separação entre as curvas em C da bainita e da ferrita/perlita e à existência de uma baía na curva TTT destes materiais (GOLDENSTEIN, 2002).

De acordo com Goldenstein (2002), durante a formação da bainita, ela se apresenta com a mesma composição da austenita e ocorre a distribuição dos átomos de carbono para a austenita nas temperaturas da bainita superior; já para temperaturas mais baixas o excesso de carbono precipita na ferrita como carboneto. Com a partição do carbono, a concentração de carbono na austenita aumenta, provocando assim uma diminuição da energia livre que leva a interrupção da transformação.

Para Wiester (1944) o fenômeno de estáse (figura 6) ocorre devido à acumulação de energia de deformação relacionada à precipitação da bainita na austenita. Essa deformação se

acumula com o aumento da fração volumétrica de produtos até que a variação de energia livre volumétrica (o potencial termodinâmico), devido à transformação, não seja mais capaz de manter a reação.

Wiester (1944) propôs que os átomos de carbono se redistribuem de forma espontânea, na austenita formando regiões empobrecidas de carbono e outras enriquecidas por meio de mecanismo de natureza espinodal, na temperatura de transformação, sendo a extensão da transformação relacionada ao volume de regiões de baixo carbono.

Reynolds et al (1990) mostraram que a estáse não é um fenômeno geral da transformação bainítica, mas é uma característica de alguns elementos de liga, a partir de determinadas concentrações mínimas. A estáse é relacionada a uma diminuição da cinética de migração das interfaces ferrita/austenita em relação à velocidade calculada supondo equilíbrio (ou para-equilíbrio) na interface, o que provoca a separação das curvas em C e a baía. Os fenômenos de arraste de soluto associados à presença de elementos de liga provocam segregação na interface o que contribui para esta diminuição da velocidade (SOUZA, 2009).

Figura 6 - Representação da cinética global da transformação bainítica na presença do fenômeno de estáse.



Fonte: REYNOLDS, 1990.

Segundo Souza (2009), o maior super-resfriamento permite a nucleação sucessiva de sub-plaquetas sobre a própria interface, o que provoca o crescimento rápido de um produto com a morfologia degenerada e acicular, formado pela nucleação e crescimento sucessivo destas subunidades.

A partição de carbono para a austenita gera a diminuição no potencial termodinâmico, interrompendo a operação de nucleação, o que origina o platô da transformação. Quando é iniciada a precipitação de carbonetos, torna-se possível novamente a migração da interface (GOLDENSTEIN, 2002).

Durante o tratamento isotérmico, o processo de nucleação de bainita inicia-se com a formação de ripas de ferrita bainítica na interface γ/γ ou na interface α/γ (pressupondo a existência de certa quantidade de ferrita alotriomórfica formada no recozimento intercrítico) (SOUZA, 2009).

O crescimento bainítico dado pelo enriquecimento em carbono da austenita residual (antes intercrítica), o que pode levar a precipitação de cementita entre as subunidades de ferrita bainítica em maiores tempos de transformação bainítica. Com a formação de subunidades de ferrita bainítica, ocorre rejeição de carbono na interface α bainítica/ γ intercrítica. Nesse caso, o enriquecimento de carbono da austenita intercrítica é atribuído à baixa solubilidade de carbono das ripas de ferrita bainítica (SOUZA, 2009).

3.4 Comportamento Mecânico

Os aços TRIP oferecem melhores combinações de resistência e ductilidade quando comparados, por exemplo, aos aços *Dual Phase*, apesar das dificuldades relacionadas ao controle dos parâmetros de processamento para se atingir a microestrutura multifásica, (KANTOVISCKI, 2005).

Os aços TRIP também apresentam uma maior capacidade na absorção de energia em testes de impacto (*Crash Test*) quando comparada com aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) convencionais, devido à sua notável taxa de encruamento. A alta absorção de energia dos aços TRIP está relacionada à sua fração de austenita retida. A fração de austenita retida e sua distribuição, em geral, apresentam mais benefícios que a presença da martensita no processo de conformação, já que o alongamento uniforme aumenta com a elevação da fração de austenita na matriz (KANTOVISCKI, 2005).

De acordo com Pychmintsev et al (2002), toda a austenita residual se transforma em martensita já nos primeiros estágios de deformação antes da região de estricção. O diagrama da figura 7 mostra a influência da taxa de resfriamento na fração de austenita retida e no limite de resistência para um aço TRIP 800.

Alguns estudos indicam o efeito da presença de austenita em aços que originalmente não foram projetados para contê-la. Sendo verificada que se a relação entre limite de escoamento e limite de resistência for menor que 0,6, a presença da austenita retida atua de forma benéfica no comportamento mecânico do aço (NAKAOKA et al., 1999).

De acordo com Kantoviscki (2005), o elevado endurecimento por deformação junto a outros resultados promissores que este material vem apresentado, constituem interesses especiais para sua aplicação na indústria. No entanto, ainda existem muitas questões científicas pendentes referentes aos reais fenômenos microestruturais que regem o comportamento deste material, como por exemplo, um melhor entendimento a respeito dos fenômenos relacionados à transformação martensítica por deformação que acontece neste aço.

Figura 7 - Influência da taxa de resfriamento na fração de austenita retida e no limite de resistência para um aço TRIP 800.



Fonte: CORNETTE et al., 2001.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Descrição do Trabalho

A metodologia consistiu na análise microestrutural de um aço originalmente TRIP 800 após ser submetido a tratamentos térmicos considerando diferentes parâmetros. Inicialmente, todo o material foi normalizado, de forma a remover os efeitos de quaisquer operações realizadas anteriormente. Metade das amostras foi submetida ao aquecimento com austenitização completa seguida de tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica e a outra metade seguiu a rota proposta pela literatura: aquecimento até o campo de temperaturas intercrítico, resfriamento e tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica. Foram analisadas as diferenças em relação às fases formadas, bem como uma avaliação da dureza dessas amostras.



Figura 8 – Fluxograma das etapas do trabalho.

Fonte: Próprio autor.

Neste estudo foi utilizado um aço de baixo carbono e baixa liga com microestrutura e propriedades iniciais típicas do aço TRIP 800. O material foi adquirido como chapas laminadas a frio e galvanizadas, e suas especificações são apresentadas na tabela 1.

Tabela 1 –	Composição	química do	aco TRIP 80	0.
	Composição	quinnea uo	aço i Mii 00	

Elemento	C máx.	Mn máx.	Al mín.	Si máx.	P máx.	S máx.	Cu máx.	B máx.	
% em peso	0,30	2,50	0,010	2,20	0,090	0,015	0,20	-	

Fonte: Próprio autor.

Foram preparados oito corpos de prova do aço TRIP 800 para a realização dos tratamentos térmicos e posterior caracterização de microestrutura e de dureza. Os corpos de prova apresentavam um orifício que permitiu um melhor controle no manuseio durante os tratamentos, conforme mostrado na figura 9.

Figura 9 - Corpo de prova do aço utilizado para realização dos tratamentos térmicos.



a: Foto do corpo de prova; b: Desenho esquemático; medidas em milímetros. Fonte: Próprio autor.

4.3 Tratamentos Térmicos

Inicialmente as amostras foram normalizadas, sendo assim submetidas a uma temperatura de 860°C por um período de 30 minutos, com o objetivo de apagar os efeitos dos processamentos térmicos e mecânicos realizados anteriormente.

Logo após a normalização (temperatura de 860°C, tempo de permanência de 30 minutos e resfriamento ao ar), as amostras de 1 a 4 foram submetidas à austenitização completa, seguida de tratamento isotérmico no campo de transformação bainítica, que consistiu no resfriamento brusco em banho de sal até a temperatura de 420°C, sendo que cada amostra foi submetida a essa temperatura por tempos distintos, conforme descrito na tabela 2. Em seguida, as amostras foram submetidas ao resfriamento brusco em água.

Amostras	Tempo a 420°C
Amostra 1	2 minutos
Amostra 2	3 minutos
Amostra 3	5 minutos
Amostra 4	8 minutos

Tabela 2 - Parâmetros de transformação isotérmica bainítica para as amostras de 1 a 4.

Fonte: Próprio autor.

Já as amostras de 5 a 8, após a normalização (temperatura de 860°C, tempo de permanência de 30 minutos e resfriamento ao ar), foram submetidas a um aquecimento intercrítico à temperatura de 770°C, por um período de 30 minutos. Em seguida, foram também submetidas ao tratamento isotérmico no campo de transformação bainítica, seguindo o mesmo procedimento adotado pelas amostras de 1 a 4. O tempo no qual cada amostra foi submetida à temperatura de 420°C pode ser observado na tabela 3. As duas rotas de processamento térmico adotadas são apresentadas na figura 10.

Amostras	Tempo a 420°C
Amostra 5	2 minutos
Amostra 6	3 minutos
Amostra 7	5 minutos
Amostra 8	8 minutos

5 a 8.

Tabela 3 - Parâmetros de transformação isotérmica bainítica para as amostras de

Fonte: Próprio autor.

Após a realização de todos os tratamentos térmicos, as amostras foram cortadas em pequenas chapas com dimensões de aproximadamente 15 x 20 mm para a realização da caracterização microestrutural e a análise da dureza.



Figura 10 - Representação esquemática das rotas de tratamento térmico empregadas.

(a): rota de tratamento utilizada nas amostras 1 a 4; (b): rota de tratamento utilizadas nas amostras 5 a 8.
1: 2 minutos, 2: 3 minutos; 3: 5 minutos; 4: 8 minutos.
Fonte: Próprio autor.

4.4 Caracterização Microestrutural

A caracterização dos materiais foi conduzida por meio de análises metalográficas e difração de raios-X (DRX). Essa análise foi realizada com o objetivo de verificar a ocorrência de mudança microestrutural no material para diferentes parâmetros de tratamento térmico.

As amostras foram submetidas à decapagem por um período de 2h em ácido clorídrico P.A, para a remoção da camada galvanizada e de alguma impureza ou óxido aderido à superfície, conforme figura 13b.

No procedimento de preparação metalográfica, as amostras foram embutidas em acrílico autopolimerizante, lixadas em lixas # 600 e polidas com pasta de diamante com de 9 μ m e 3 μ m. As amostras sofreram o lixamento de forma "suave", a fim de evitar a formação de martensita.

Para a revelação da microestrutura, as amostras foram submetidas aos ataques com os reagentes Nital 3% e Le Pera. No ataque com Nital 3% as amostras foram mantidas em contato com a solução por cerca de 30 segundos. Para o ataque com Le Pera foram misturadas quantidades iguais das soluções metabisulfito de sódio (2 g) dissolvido em água destilada (100 ml) e ácido pícrico (4 g) dissolvido em álcool etílico (100 ml), sendo no ataque as amostras submetidas ao contato com algodão embebido com esta solução por cerca de 30 s.

Para a captura das imagens foi utilizada uma câmera digital acoplada à lente de um microscópio óptico, e conectada a um computador. O microscópio óptico utilizado, mostrado na figura 11, é da marca Kontrol, modelo IM 713.



Figura 11 - Microscópio óptico e computador utilizado para captura das imagens.

Fonte: Próprio autor.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi conduzida em um microscópio eletrônico Shimadzu, modelo SSX-150, com imagens obtidas por elétrons secundários, mostrado na figura 12. A difração de raios-X foi realizada com o auxílio de um difratômetro Shimadzu, modelo 700 (figura 13), com ângulo de varredura de 10° a 100°, passo 0,02 s⁻¹ e alvo metálico de cobre.



Figura 12 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Fonte: Próprio autor.

4.5 Ensaio de Dureza

Para avaliação da dureza das amostras, foi utilizado um microdurômetro Vickers da marca Shimadzu modelo HMV 2T E. As medições foram realizadas nas mesmas amostras preparadas para metalografia. A figura 14 mostra o microdurômetro utilizado e a impressão de dureza Vickers em uma das amostras.

Os ensaios foram feitos utilizando uma carga de 2 kgf no penetrador e um tempo de indentação de 15 s. A carga de 2 kgf permitiu uma impressão maior, abrangendo uma região que representa o material como um todo. Foram realizadas 10 medições em cada amostra, sendo excluídos os 2 valores extremos. Em seguida foram calculados os valores médios e o desvio padrão.

Figura 13 - Difratômetro de raios-X (DRX).





(b)

a: Imagem do porta amostras do Difratômetro Shimadzu; b: Decapagem das amostras. Fonte: Próprio autor.



Figura 14 - Medição de dureza Vickers das amostras.

(a) (b) a: microdurômetro utilizado nas medições; b: impressão de dureza Vickers. Fonte: Próprio autor.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização dos Materiais após Tratamento Térmico

Com o auxilio da técnica de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X, foi possível identificar a evolução microestrutural das amostras com o aumento do tempo de permanência na temperatura 420°C durante o tratamento isotérmico e, as diferenças microestruturais encontradas nas amostras que sofreram tratamento intercrítico com as não sofreram este tratamento.

5.1.1 Amostras de 1 a 4

Nas figuras 15 a 22 são mostradas as imagens obtidas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras submetidas à austenitização completa, tratamento isotérmico em campo de transformação bainítica com tempos distintos e resfriamento brusco em água.

Para o tempo de 2 min (figura 15), considerando inicialmente as imagens obtidas por MO, para o reagente Le Pera, verifica-se a presença predominante de ferrita (indicada com setas pretas nas imagens – regiões azuis esverdeadas) e ainda o que pode ser tanto austenita quanto martensita (setas azuis – regiões de coloração mais claras) e discretamente bainita (setas vermelhas – regiões marrons amareladas). Considerando o reagente Nital, as regiões/grãos mais claros podem ser ferrita ou austenita e os escuros podem ser tanto bainita como martensita. Dessa forma, ao confrontar as duas imagens, verifica-se predominância de estrutura ferrítica e austenítica. A observação das imagens obtidas por MEV (figura 16) não é conclusiva. Acredita-se que os grãos (regiões mais lisas) são de ferrita/austenita e as demais regiões seriam bainita e martensita.

Considerando o tempo de 3 min e MO (figura 17), verifica-se, ainda que qualitativamente, a elevação na proporção de bainita, tanto para a imagem obtida pelo reagente Le Pera quanto para aquela obtida com Nital, uma vez que nessa última as regiões escuras (que podem ser tanto martensita como bainita) aumentaram. As imagens de MEV (figura 18) corroboram essas informações, exibindo possivelmente grãos de ferrita, bainita e austenita retida no interior dessa última.

Com a elevação do tempo no tratamento isotérmico (figuras 19 a 22), a tendência observada foi a mesma, ou seja, elevação na proporção de bainita.

Figura 15 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 1.



(a): Ataque com reagente Le Pera; (b): Ataque com reagente Nital. Fonte: Próprio autor.

Figura 16 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 1.



(a) e (b): ampliações distintas Fonte: Próprio autor.

As figuras 23 a 26 apresentam os difratogramas das amostras 1 a 4. Os picos referentes à martensita ou ferrita estão sinalizados nos difratogramas com as letras "F/M" (esta análise não permite uma diferenciação dessas fases). Por meio da análise dos gráficos, foi possível identificar a presença da fase austenita para os quatro tempos analisados. No entanto, a presença de austenita é mais intensa para a amostra 1, ou seja, para um tempo de tratamento isotérmico de 2 min. Com a elevação do tempo de tratamento isotérmico, a intensidade dos picos de austenita retida reduz consideravelmente até valores similares aos ruídos gerados na análise. Tal fato pode ser justificado pela possibilidade da austenita ter recebido um maior

enriquecimento de carbono durante o tratamento isotérmico por 2 minutos. Isso normalmente ocorre quando o tratamento é interrompido no intervalo de tempo em que se constata o fenômeno da reação incompleta. No intervalo em que ocorre o fenômeno da estáse, a austenita enriquecida de carbono torna-se mais estável, possibilitando a diminuição da temperatura de início da transformação martensítica, o que contribui para a existência da austenita retida em baixas temperaturas (SOUZA, 2009).

35

Figura 17 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 2.



(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital. Fonte: Próprio autor.

Figura 18 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 2.



(a) (a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.

Figura 19 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 3.



(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital. Fonte: Próprio autor.

Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 3.



(a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.



Figura 21 – Microscopia óptica da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos – Amostra 4.

(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital. Fonte: Próprio autor.

Figura 22 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos – Amostra 4.



(a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.





Fonte: Próprio autor.

Figura 24 - Difratograma da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 2.



Fonte: Próprio autor.

Figura 25 - Difratograma da amostra submetida à normalização seguida de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 3.





Figura 26 - Difratograma do aço TRIP (Amostra 4) submetido à normalização seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos.





5.1.2 Amostras de 5 a 8

As micrografias, obtidas por MO e MEV, das amostras 5 a 8 são apresentadas nas figuras 27 a 34. Por meio de análise das micrografias obtidas em MO foi possível identificar a presença das fases austenita, bainita, ferrita e martensita. As fases foram indicadas com setas, seguindo o mesmo padrão de identificação das amostras 1 a 4. Verificou-se também um aumento na proporção de bainita, identificada pela coloração marrom amarelada nas amostras

atacadas com reagente Lê Pera (setas vermelhas), com o aumento do tempo de permanência à temperatura de 420°C durante o tratamento isotérmico. As imagens obtidas por ataque com reagente Nital apresentaram também, com o aumento do tempo de tratamento isotérmico, uma tendência de aumento nas regiões de coloração escura (que podem ser tanto martensita quanto bainita). Nas micrografias obtidas em MEV, observou-se também a presença de ferrita, bainita e austenita retida no interior dessa última. Percebe-se também por análise qualitativa, nas imagens obtidas em MEV, um aumento na proporção de bainita com o aumento no tempo de tratamento isotérmico.

Figura 27 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 5.



(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital; Fonte: Próprio autor.



Figura 28 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento

(a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.

40



Figura 29 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 6.

(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital; Fonte: Próprio autor.

Figura 30 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 6.





Figura 31 – Microscopia óptica da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 7.



(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital; Fonte: Próprio autor.

Figura 32 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 7.



(a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.



Figura 33 – Microscopia óptica da amostra submetida tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos – Amostra 8.

(a): Ataque com reagente Lê Pera; (b): Ataque com reagente Nital; Fonte: Próprio autor.

(a)

100 µm

Figura 34 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos – Amostra 8.



(a) e (b): ampliações distintas. Fonte: Próprio autor.

Pela análise das micrografias, as amostras 5 a 8 apresentaram maior proporção de bainita quando comparadas com as amostras 1 a 4. Como as amostras 1 a 4 não sofreram aquecimento intercrítico e sim austenitização completa seguida de tratamento isotérmico, sua microestrutura inicial no tratamento isotérmico era constituída apenas de austenita. Como não

100 µm

(b)

houve nucleação de ferrita no contorno de grão austenítico, pode-se inferir que a microestrutura resultante era relativamente grosseira quando comparada à microestrutura formada caso fosse seguida a rota tradicional.

De acordo com Porter (1992), o processo de nucleação de bainita inicia-se com a formação de ripas de ferrita bainítica na interface γ/γ ou na interface α/γ (pressupondo a existência de certa quantidade de ferrita alotriomórfica previamente formada). Como o processo de nucleação da bainita inicia-se preferencialmente nos contornos de grão, a menor proporção de contorno de grão na microestrutura inicial durante o tratamento isotérmico pode justificar, por meio de análise qualitativa, a menor população de bainita formada nas amostras.

As figuras 35 a 38 mostram os difratogramas referentes às amostras 5 a 8. Pelos resultados obtidos via DRX foi possível identificar, qualitativamente, uma redução na proporção de austenita retida no aço, com o aumento do tempo à temperatura de 420°C no tratamento isotérmico. A amostra 5 apresentou os picos de austenita com maiores intensidades. Conforme observado anteriormente, a amostra 1, que também foi submetida ao tempo de permanência de 2 minutos no tratamento isotérmico, foi dentre as amostras não submetidas ao tratamento intercrítico, a que apresentou picos de austenita retida de maior intensidade. Este resultado pode ser um fator que confirma que durante o período de tratamento isotérmico à temperatura de 420°C por 2 minutos ocorre o fenômeno de estáse de transformação bainítica.

Verifica-se ainda que as amostras submetidas ao tratamento intercrítico apresentaram mais picos de austenita retida, e com maior intensidade, do que as amostras austenitizadas completamente. Tal observação vai ao encontro das afirmações feitas por Sakuma et al (1991) sobre a influência do tratamento intercrítico na estabilização da austenita retida. Segundo os autores, a formação de 50% de ferrita na etapa intercrítica favorece o enriquecimento da fase austenítica com o carbono proveniente da ferrita recém formada. A austenita mais rica em carbono é mais estável e, com isso, esta permanece retida na microestrutura final.

Figura 35 - Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 2 minutos – Amostra 5.



Fonte: Próprio autor.

Figura 36 - Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 3 minutos – Amostra 6.



Fonte: Próprio autor.

Figura 37 - Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 5 minutos – Amostra 7.



Fonte: Próprio autor.

Figura 38 - Difratograma da amostra submetida ao tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico a 420°C por 8 minutos – Amostra 8.



Fonte: Próprio autor.

5.2 Análise de Dureza das amostras após Tratamento Térmico

A tabela 4 apresenta os valores médios de dureza Vickers das amostras 1 a 8, e o gráfico da figura 39 mostra a relação dureza x tempo de tratamento isotérmico. Por meio da análise do gráfico, foi possível identificar, nas amostras submetidas à austenitização completa

seguida de tratamento isotérmico (amostras 1 a 4), um comportamento de decréscimo de dureza com o aumento do tempo de permanência à temperatura de 420°C. Foi observada, também, uma queda acentuada na média de dureza das amostras 2, 3 e 4 em relação à amostra 1.

Esse resultado pode ser justificado pela possibilidade da austenita ter recebido um elevado enriquecimento de carbono no tratamento isotérmico, durante o fenômeno de estáse da reação bainítica, o que possibilitou a austenita um valor elevado de dureza. De acordo com Coelho (2008), a austenita pode apresentar valores de dureza muito próximos e até mesmo superiores aos da martensita. Essa similaridade entre os valores pode ser causada pelo fato da austenita estar enriquecida de carbono devido à partição do carbono entre martensita e austenita.

Nas amostras submetidas ao tratamento intercrítico (amostras 5 a 8) foi observado, pela análise do gráfico, um aumento na dureza com o aumento do tempo de permanência à temperatura de 420°C. Este aumento de dureza pode ser justificado pela possível precipitação de cementita entre as subunidades de ferrita bainítica com o aumento no tempo de reação bainítica.

Os maiores valores médios de dureza das amostras submetidas à austenitização completa, quando comparados às amostras submetidas ao tratamento intercrítico, se devem provavelmente ao fato de que, como a austenita não teve o maior enriquecimento de carbono na etapa de tratamento intercrítico, esta fase era menos termicamente estável nas amostras austenitizadas completamente do que nas amostras que sofreram tratamento intercrítico. Com isso, provavelmente houve transformação martensítica de parte dessa austenita na etapa de têmpera final, aumentando assim a dureza média das amostras.

T-L-L / D	······································	(\mathbf{TTT}_{7})	J			* :
1 abeia 4 – D	ureza media	$(\mathbf{H}\mathbf{V}\mathbf{Z})$	das amostras	abos tra	atamentos	termicos
		(· _/				

Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Amostra 6	Amostra 7	Amostra 8
283,5 ± 10	$267,7\pm8$	272,6 ± 13	$260,4 \pm 10$	206,8 ± 11	$207,5 \pm 11$	230,6 ± 5	$254,3 \pm 4$

Fonte: Próprio autor.



Figura 39 - Dureza Vickers em função do tempo de tratamento isotérmico.

Fonte: Próprio autor.

6 CONCLUSÃO

Constatou-se, durante o estudo das microestruturas finais das amostras, que o tratamento intercrítico durante a rota de tratamento térmico do aço TRIP apresenta-se como um fator facilitador do início do processo de transformação bainítica, sendo as amostras submetidas ao tratamento intercrítico as que apresentaram, por meio de análise qualitativa, uma maior presença de população de bainita em sua microestrutura.

Por meio do estudo dos diferentes tempos de tratamento isotérmico à temperatura de transformação de transformação bainítica, foi observado que a microestrutura final do aço está diretamente relacionada aos mecanismos envolvidos ao fenômeno de estáse da transformação bainítica. As amostras resfriadas à temperatura ambiente durante período de estáse aparentemente apresentaram maior proporção de austenita retida.

Considerando as amostras austenitizadas completamente, a que apresentou o maior valor de dureza foi a amostra 1, sendo que a mesma apresentou também picos de austenita retida com maior intensidade e não teve em sua rota de tratamento térmico o tratamento intercrítico. Constata-se, portanto, a relevância do enriquecimento de carbono pela austenita durante o fenômeno de estáse, o que permitiu a esta amostra uma dureza superior frente às amostras 2, 3 e 4.

Nas amostras submetidas ao tratamento intercrítico observou-se um comportamento oposto ao das amostras austenitizadas: a dureza média aumentou com o aumento do tempo de tratamento isotérmico. Isso é explicado pela provável precipitação de cementita entre as subunidades de ferrita bainítica com o aumento no tempo de reação bainítica.

Verifica-se ainda que a etapa de tratamento intercrítico reduz a dureza média do aço, uma vez que as amostras que foram submetidas a essa etapa apresentaram valores médios de dureza inferiores aos das amostras austenitizadas completamente. Isso é justificado pela menor estabilidade da austenita retida das amostras austenitizadas completamente, que se transforma em martensita na etapa de têmpera final, elevando a dureza média do material.

REFERÊNCIAS

BASUKI A.; AERNOUDT E. Influence of rolling of TRIP steel in the intercritical region on the stability of retained austenite, **Journal of Materials Processing Technology**, p. 89 – 90, 1999.

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

BHADESHIA H. K. D. H., **Hard bainite**, The Minerals, Metals & Materials Society, vol. 1, p. 469–484, 2005.

BLONDE R.; JIMENEZ-MELERO E.; VAN DIJK N.; BRÜCK E.; ZHAO L.; SIETSMA J., et al. High-energy X-ray diffraction study on the temperature-dependent mechanical stability of retained austenitein low-alloyed TRIP steels, **Acta Materialia**, 2011.

BOUET M.; ROOT J.; ESSADIQI E.; YUE S. The effect of Mo in Si-Mn Nb-bearin TRIP steels, **Materials Science Forum**, p. 284 – 286, 1998.

CHATTERJJE SOURABH. **Transformations in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties**. PhD. Thesis, University Of Cambridge, Cambridge, Reino Unido. 2006.

CHOI I.; BRUCE D.; MATLOCK D.; SPEER J. The high-speed deformation behavior of TRIP steels, **Metals and Materials International**, 2008.

COELHO D. Efeito da temperatura de austenitização no processo de têmpera e partição, tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica), PUC-RIO, 2008.

DAVIES B.; MAGGE C. Metallurgical and Materials Transactions, vol. 3, p. 307, 1972.

FERRER M. H.; HUPALO M. F. Aspectos metalúrgicos associados ao processamento termomecânico dos aços trip de alta resistência e baixa liga. **62º Congresso Anual da ABM**, Vitória – ES, 2007.

FURNEMONT Q.; JACQUES P.; MERTENS A.; DELANNAY F. On the sources of work hardening in multiphase steels assisted by transformation-induced plasticity, **Philosophical Magazine**, p. 1789-1812, 2009.

GOLDENSTEIN, H. Bainita nos aços. **Aços: Perspectivas para os próximos 10 anos**. 1a ed. Rio de janeiro: Ivani Bott, v. unico, p. 77-88, 2002.

HASHIMOTO T.; EILISES, C.; ABDALLA A.; PEREIRA M. Caracterização mecânica e microestrutural de um aço baixo carbono microligado com estrutura multifásica, **Revista Matéria**, p. 398-404, 2008.

HEHEMANN R. F. The Bainite Reaction, Phase Transformations, American Society for Metals, p. 397, 1970.

ITAMI A.; TAKAHASHI M.; USHIODA K. Plastic stability of retained austenite in the cold-rolled 0,14% C 1,9% Si, 1,7% Mn Sheet Steel, **IJIJ International**, p. 1121-1127, 1995.

IMAI N.; KOMATSUBARA N.; KUNISHIGE N. Effect of Cu and Ni on hot workability of hot-rolled mild steel, **ISIJ International**, p. 223-224, 1997.

JACQUES P.; GIRAULT E.; CATLIN T.; GEERLOFS N.; KOP T. VAN DER ZWAAG S.; DELANNAY F. Bainite transformation of low carbon Mn-Si TRIP-assisted multiphase steels: influence of silicon content on cementite precipitation and austenite retention, **Materials** Science and Engineering, v. 273-275, p. 475-479, 1999.

JACQUES P.; LADRIÉRE J.; DELANNAY F., On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation – induced plasticity multiphase steel, **Metallurgical and Materials Transactions**, p. 2759 – 2768, 2001.

KANTOVISCKI A. **Caracterização Mecânica e Microestrutural de aços alta resistência e baixa liga TRIP 800**, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2005.

KATSAMAS G.; HAIDEMENOPOULOS A.; KAMOUTSI H. Modeling the bainite transformation in advanced high-strength steels under paraequilibrium driving forces, **4th ICEAF Conference**, 2014.

KIM S.; CHANG G.; TAE-HO L.; CHANG-SEOK O. Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15 wt.% C TRIP-aided cold rolled steels, **Scripta Materialia**, p. 539-544, 2002.

KOH H.; LEE S.; PARK S.; CHOI S.; KWON S.; KIM N. Effect of Hot Rolling Conditions on the Microstructure and Mechanical Properties of Fe-C-Mn-Si Multiphase Steels, **Scripta Materialia**, p. 763-768, 1998.

MINTZ B. The Influence of Al on the Mechanical Properties of Hot Rolled Steel Plates, **Materials Science Forum**, vols. 426-432, p. 1219-1224, 2003.

NAKAOKA, N.; HOSOYA, Y.; OHMURA, N.; NISHIMOTO, A.; Reassessment of the Water- Quench Process as a Means of Producing Dual-Phase Formable Steel Sheets, **Structure and Properties of Dual-Phase Steels,** ed. RA Kot and JW Morris, p. 330-345, 1999.

PICHLER P.; STIASZNY P.; POTZINGER R.; TIKAL R.; WERNER E. TRIP steels with reduced Si content, **The Iron and Steel Society**, p. 259-274,1998.

PYCHMINTSEV I.; SAVRAI R.; COOMAN B.; MORIAU O. High strain rate behavior of TRIP-aided automotive steels, **Proceedings of the International Conference on TRIPaided high strength ferrous alloys**, 2002.

PICKERING F. Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers Ltd, 1978.

PERELOMA E.; HODGON P.; TIMOKHINA I. Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels, **Physical Metallurgy and Materials Science**, vol. 35, p. 2331-234, 2004.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase transformation in metals and alloys**, Chapman & Hall, 1992.

PYSHMINTSEV I.; MEYER M.; COOMAN B.; SAVRAY R.; SHVEYKIN V.; VERMEULEN M. The influence of the stress state on the plasticity of transformation induced plasticity-aided steel, **Metallurgical and Materials Transactions**, p. 1659-1667, 2002.

REISNER G.; FISCHER D. A criterion for the martensitic transformation of a microregion in an elasticplastic material. Acta Materialia, p. 2095-2102, 1998.

REYNOLDS W. T.; LI F. Z.; SHUI C. K.; AARONSIN H. I. The incomplete transformation phenomenon in Fe-C-Mo alloys. **Metallurgical Transaction**, v. 21, p. 1433–1463, 1990.

RIGSBEE J.; CRIBB W. Work-hardening Behavior and It's Relationships to the Microstructure and Mechanical Properties of Dual-Phase Steels", Structure and Properties of Dual-Phase Steels, p.91, 1979.

SADHUKHAN S.; DAS K.; BANDYOPADHAY R.; BANERJEE K. Journal of the Institution of Engineers, India, p. 65-82, 2001.

SAKUMA Y.; MATSUMARA O.; TAKECHI H. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite-transformed steel and their variation with Si and Mn additions, **Metallurgical Transactions**, v. 22, p. 489 – 498, 1991.

SHI W.; LI L.; ZHOU Y.; FU R.; WEI X.; DE COOMAN B. Effect of Mn content on the microstructures and mechanical properties of cold rolled 0,15C-0,6Si-Mn TRIP steels, **Proceedings of International Conference on TRIP – Aided High Strength Ferrous Alloys**, Belgium, 2002.

SOUZA E. Cinética e morfologia das transformações de fase em aços TRIP contendo teores varáveis de Se e Mn, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Instituto Superior Tupy, 2009.

SUGIMOTO K.; MISU M.; KOBAYASHI M.; SHIRASAWA H. Effects of 2nd phase morphology on retained austenite morphology and tensile properties in a TRIP-aided Dual-Phase steel sheet, **ISIJ international**, p. 775-782, 1993.

SUGIMOTO K,; HASHIMOTO S.; ITOH M.; HOJO T.; IKEDA S.; ARAI G.; Microstructure and Mechanical Properties of Ausformed Ultra High-Strength TRIP-Aided Steels, **Materials Science Forum**, vol. 539-543, p. 4309-4314, 2007.

TIMOKHINA I.; HODSON P.; PERELOMA E. Metallurgical and Materials Transactions, vol. 35, p. 2331-2341, 2004.

WEVER F.; LANGE H. Mitt Kaiser-Wihelm-Inst. Eisenforsch, p. 71, 1932.

WIESTER H. J. Structure of the Intermediate Range in Steel and Its Origin. Arch. Eisenhuttenwesen, vol. 18, p. 97, 1944.

ZHU C.; SELLARS C.; BHADESHIA H. Quantitative Metallography of Deformed Grains, Materials Science and Technology, vol. 23, p. 2309-2328, 2007.