

CRISTINA DE CARVALHO ARES ELISEI

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE
UM AÇO DE BAIXO CARBONO

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia
do Campus de Guaratinguetá, Universidade
Estadual Paulista, para a obtenção do título
de Doutor em Engenharia Mecânica na área
de Projetos e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Guaratinguetá
2008

E431c	Elisei, Cristina de Carvalho Ares Caracterização mecânica e microestrutural de um aço de baixo carbono. / Cristina de Carvalho Ares Elisei.- Guaratinguetá : [s.n.], 2008. 188f.: il. Bibliografia: f. 182-188 Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2008. Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira 1. Estrutura multifásica 2. Estrutura bifásica 3. Estrutura bainítica 4. Aço de baixo carbono I. Título CDU 669.14
-------	---

DADOS CURRICULARES

CRISTINA DE CARVALHO ARES ELISEI

NASCIMENTO 20.05.1968 – CRUZEIRO / SP

FILIAÇÃO Laudelino Ares Diñeiro
 Onira de Carvalho Ares

1989/1994 Curso de Graduação
Engenharia Mecânica, na Faculdade de Engenharia do
Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual
Paulista.

2001/2004 Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica,
nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do
Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual
Paulista.

***Dedico este trabalho ao meu Marido e
aos meus Filhos***

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha inteligência, minha família e meus amigos.

Ao meu amigo e orientador, *Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira*, que jamais deixou de me incentivar. Sem a sua orientação, amizade e auxílio, o estudo aqui apresentado seria praticamente impossível.

Às Funcionárias da Biblioteca, em especial à Ana Maria, do Campus de Guaratinguetá, pela dedicação, presteza e principalmente pela vontade de ajudar.

Às Secretárias da pós-graduação, Regina, Elisa, Cristina e ao Secretário Sidney pela dedicação e alegria no atendimento.

Aos Funcionários e Técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP, pela amizade, apoio e colaboração.

A todos os Professores, do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP, pela amizade, apoio e colaboração.

Ao CTA/IAE/AMR, por intermédio de Dr. Dalcy Roberto dos Santos e do Engenheiro Rogério Duque Gonçalves, pela realização das microscopias eletrônicas de varredura.

Ao DEMAR/EEL / USP, por intermédio de Prof. Dr. Carlos Antônio Reis Baptista e ao Técnico Francisco Paiva, pela disponibilização do Laboratório de Ensaio Mecânicos para a realização dos ensaios de tração.

Ao IEAV/CTA/ITA, pelo Físico Dr. Walter Miyakawa, pela realização das microscopias de força atômica.

À Amsted – Maxion, pelo Eng. Marco Antônio Baptistella, pela realização da análise de composição química.

À Proterm, pelo Eng. Luciano Micheletto, pela realização dos tratamentos térmicos em banho de sal.

Ao amigo Prof. Dr. Antônio Jorge Abdalla, pela amizade e por toda a ajuda dispensada com tanta disposição e entusiasmo.

Aos alunos de iniciação científica, Douglas, Ana Paula, Rafael e Priscila que ajudaram na preparação das amostras e nas análises metalográficas.

Aos amigos da sala da Pós-Graduação, em especial à Gisélia, Cândida, Alúcio Gabriela e Rogério.

Este trabalho contou com apoio da CAPES

A Ciência produziu gigantes no mundo físico, mas
meninos no território da emoção.

Augusto Cury

ELISEI, C. C. A. **Caracterização Mecânica e Microestrutural de um Aço de Baixo Carbono**. 2008, Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

RESUMO

As necessidades do mercado por materiais mais resistentes e econômicos resultaram na pesquisa e desenvolvimento de novos aços. Neste contexto surgiram os aços de alta resistência e baixa liga que podem ter microconstituintes diferenciados dependendo do processamento térmico ou termomecânico aplicado. Por meio desses processamentos, a formação de estruturas multifásicas, bainíticas ou bifásicas tem sido conseguida.

Este trabalho tem como objetivo caracterizar o efeito de diferentes tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas obtidas do ensaio de tração e impacto e microestruturais de um aço microligado com baixo teor de carbono e silício. Para isto, foi realizado um tratamento de austenitização a partir de 950°C, seguido de tratamento isotérmico a 500°C para a obtenção do constituinte bainítico. Para a obtenção da estrutura multifásica foram realizados dois tratamentos de recozimento intercrítico (760°C e 800°C) seguidos de tratamento isotérmico a 500°C por dois tempos de permanência (3 e 10 minutos), foram também realizados dois tratamentos de têmpera intercrítica (760°C e 800°C) para obtenção da estrutura bifásica foram realizados.

Para a caracterização microestrutural foram utilizadas a microscopia óptica, eletrônica de varredura e de força atômica. Foram necessárias a utilização de diferentes reagentes químicos (Nital a 2%, metabissulfito de sódio, LePera e a técnica de *Heat tinting*), para a identificação das fases por microscopia óptica. O nital foi utilizado para realçar os contornos de grão tanto para a realização da microscopia eletrônica de varredura, microscopia de força atômica, assim como para a realização das medidas de tamanho e grão ferrítico.

Pelos resultados obtidos pode-se verificar a obtenção das estruturas desejadas de cada tratamento, principalmente de austenita retida partindo-se de um aço com baixo teor de silício e alumínio e que pequenas variações nos microconstituintes podem afetar as propriedades mecânicas do material. Pode-se também observar e identificar as fases obtidas nos tratamentos térmicos com o auxílio das técnicas de microscopia utilizadas.

ELISEI, C. C. A. **Mechanical and Microstructural Characterization of a Low Carbon Steel**. 2008, Thesis (Doctorate in Mechanical Engineering) – College of Engineering, Campus of Guaratinguetá, São Paulo State University, Guaratinguetá, 2008.

ABSTRACT

The needs of the industries by more strength and economic materials have been generated research and development of new steels. In this context came the high-strength and low alloy steels that may have different constituents depending on the heat processing or thermomechanical applied. Through these processes the formation of multiphase, bainitics or dual-phases structures have been achieved.

This study aimed to characterize the effect of different treatments on the mechanical properties obtained from the testing of tensile and impact of a steel and microstructural microalloy low carbon and silicon. For this was done a treatment of austempering to 950°C followed by isothermal treatment to 500°C to obtain the bainitic constituent. To obtain the structure of multiphase two intercritical treatments (760°C and 800°C) followed by isothermal treatment to 500°C for two times (3 and 10 minutes) were made. And two quenching treatments (760°C and 800°C) to obtain the dual phase structure were made.

For the microstructural characterization were used optical microscopy, electronic scanning and atomic force. As required the use of different chemical etchants (nitric acid to 2%, sodium metabisulphite, LePera and the heat tinting technique) to identify the phases through optical microscopy, and the nitric acid was used to highlight the grain for both attainment of scanning electron microscopy, atomic force microscope, as well as to carry out the measures of grain size and ferritic.

Through the results can be the achievement of desired structures of each treatment mainly the verification of obtaining retained austenite on steel with low silicon and aluminum and that small variations in microconstituents can affect the mechanical properties of the material . You can also observe and identify the phases obtained in the heat treatments with the aid of microscopy techniques already mentioned.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1	Painéis de cobertura desenvolvidos no projeto ULSAC.	29
FIGURA 1.2	Porta produzida no projeto ULSAC.	30
FIGURA 1.3	Exemplos de utilização de tubulações de aço, em: (a) detalhe do transporte e colocação dos tubos, (b) linhas percorrendo longas distâncias e (c) tubulação sendo utilizada para extração de petróleo em alto mar.	33
FIGURA 3.1	Comparação entre um aço bifásico com dois aços de alta resistência baixa liga (GUIMARÃES, PAPALÉO, 1981).	36
FIGURA 3.2	Comparação entre resistência à tração e alongamento para vários tipos de aços (AUTO / STEEL PARTNERSHIP, 2000).	37
FIGURA 3.3	Comparação entre limite de escoamento e alongamento de vários tipos de aços utilizados no projeto ULSAB-AVC (ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).	38
FIGURA 3.4	Curva característica do ensaio de impacto de Charpy (FINN, 1990).	44
FIGURA 3.5	Inclusões de sulfeto de manganês (MnS) e resultado obtido por EDS (SILVA, 2004).	50
FIGURA 3.6	Representação esquemática das características microestruturais da formação da bainita (HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995).	52
FIGURA 3.7	Representação da transformação bainítica para um aço 0,4%C – 1% Cr, a partir de uma austenização total, em três temperaturas diferentes (HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995).	53
FIGURA 3.8	Evolução da fração volumétrica de bainita, a partir dos resultados de dilatométrica para os aços 0,16%C-0,38%Si-1,30%Mn e 0,29%C-1,40%Si-1,50%Mn. (FIGURAS 3.6 a e 3.6 b, respectivamente) (JACQUES E GIRAULT, 1999).	54

FIGURA 3.9 Representação esquemática do diagrama CTT apresentando a formação de bainita granular (caminho I), bainita superior (caminho II) e bainita inferior (caminho III) (BRAMFITT E SPEER, 1999).	55
FIGURA 3.10 Representação esquemática do gradiente de concentração de carbono na fronteira ferrita-austenita durante o crescimento da bainita (BRAMFITT E SPEER, 1990).	56
FIGURA 3.11 Representação esquemática das faixas de temperaturas em que aparecem os três tipos de bainita para um aço Ni-Cr-Mo-V durante resfriamento contínuo (OHMORI, KUNITAKE, 1971).	57
FIGURA 3.12 Representação esquemática das faixas de temperatura em que aparecem os três tipos de bainita em um aço Ni-Cr-Mo-V durante tratamento isotérmico. (OHMORI E KUNITAKE, 1971).	57
FIGURA 3.13 Utilização do reagente de LePera para caracterização microestrutural por meio de microscopia óptica (GIRAULT e colaboradores, 1998).	60
FIGURA 3.14 Utilização da técnica de <i>heat tinting</i> para revelar estrutura de um aço (TIMOKHINA, HODGSON E PERELOMA, 2004).	61
FIGURA 3.15 Efeito da temperatura na tenacidade (página CIMM, Internet, 2007).	64
FIGURA 3.16 Critérios de temperatura de transição obtidos por ensaio Charpy (página CIMM, Internet, 2007).	65
FIGURA 3.17 Representação da fratura obtida após ensaio Charpy (ORTEGA, 2006).	67
FIGURA 3.18 Inclusão localizada no centro da fratura (HAUSILD e colaboradores, 2002).	69
FIGURA 3.19 Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos corpos-de-prova de tração rompidos, de um aço com 0,097%C: (a) fratura totalmente dúctil com poucas áreas de clivagem, (b) fratura completamente dúctil marcada por <i>dimples</i> , (c) fratura totalmente frágil marcada por clivagem (BAYRAM, 1999).	71
FIGURA 3.20 Representação esquemática dos tratamentos térmicos	

realizados nas amostras de tração (BAYRAM, 1999).	72
FIGURA 3.21 Esquema de um microscópio de luz refletida. No detalhe a prensa usada para alinhar as amostras (GOLDESTEIN, página Internet, 2007).	75
FIGURA 3.22 Origem de alguns sinais e volume de interação (MALISKA, página Internet, 2007).	77
FIGURA 3.23 Informações sobre a superfície e estrutura do aço API 5L X80, sendo que em: (a) com aumento de 5000 X tem-se regiões de ferrita e carbonetos (bainita ou perlita fina) e constituinte MA; (b) detalhe do microconstituente MA com aumento de 25000 X. (c) o mesmo constituinte MA com aumento de 65000vezes (RAMÍREZ, 2007).	78
FIGURA 3.24 Microscopia de força atômica de um aço multifásico de baixo carbono (YÁÑEZ, 2001).	82
FIGURA 3.25 Deflexão do <i>cantilever</i> operando em não-contato e em contato	82
FIGURA 3.26 Regimes de operação (ZANETTE, 1997)	83
FIGURA 3.27 Imagem topográfica tridimensional obtida pela técnica de AFM (ALVES et al., 2005).	84
FIGURA 3.28 Indentação deixada na microestrutura do aço (FURNÉMONT et al., 2001).	84
FIGURA 4.1 Espectrômetro de Emissão Óptica, fabricado pela ARL modelo 3460 de 30 canais.	86
FIGURA 4.2 Amostras padronizadas.	87
FIGURA 4.3 Marcas deixadas pelo queimador na amostra.	88
FIGURA 4.4 Representação esquemática do corpo-de-prova para ensaio em tração.	89
FIGURA 4.5 Dimensões dos corpos-de-prova para o ensaio de impacto.	91
FIGURA 4.6 Amostras amarradas para tratamento térmico: sendo a amostra	

da esquerda para o ensaio de impacto e a da direita para o ensaio de tração.	93
FIGURA 4.7: Forno de pré-aquecimento e de banho de sal, respectivamente.	95
FIGURA 4.8 Forno utilizado para tratamento térmico na UNESP.	95
FIGURA 4.9 Rota de tratamento para obtenção da estrutura bifásica.	96
FIGURA 4.10 Rota de tratamento térmico para a obtenção da estrutura (a) multifásica e (b) bainítica.	97
FIGURA 4.11 Máquina de tração MTS 81023M.	101
FIGURA 4.12 Máquina para ensaio de impacto do tipo Charpy.	102
FIGURA 4.13 (a) Dispositivo de criogenia sendo abastecido com nitrogênio líquido e (b) detalhe do dispositivo.	103
FIGURA 4.14 Microscópio eletrônico de varredura Léo 435 VPi.	104
FIGURA 4.15 Microscópio óptico.	109
FIGURA 4.16 Microscópio eletrônico de varredura	111
FIGURA 4.17 Microscópio de força atômica.	112
FIGURA 5.1 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 500X. Ataque químico: Nital 2%.	117
FIGURA 5.2 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: Nital 2%.	118
FIGURA 5.3 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 1000X. Ataque químico: metabissulfito de sódio 10%	119
FIGURA 5.4 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: metabissulfito de sódio 10%.	120
FIGURA 5.5 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na	

condição Mult 800 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: LePera.	123
FIGURA 5.6 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Bain. Ampliação de 500X. Ataque químico: LePera.	123
FIGURA 5.7 Fotomicrografia obtida por MO do material Forn. Ampliação de 500X. Ataque químico: LePera.	124
FIGURA 5.8 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 1000X. Ataque químico: LePera.	125
FIGURA 5.9 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: LePera.	126
FIGURA 5.10 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: <i>heat tinting</i> .	126
FIGURA 5.11 Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 10. Ampliação de 1000X. Ataque químico: <i>heat tinting</i> .	127
FIGURA 5.12 Fotomicrografia da condição 760°C com tempo de permanência na temperatura isotérmica de 10 minutos, onde é evidenciado o fato da formação de carbonetos e/ou sulfetos.	130
FIGURA 5.13 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 5940X. Ataque químico: Nital 2%.	134
FIGURA 5.14 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 8000X. Ataque químico: Nital 2%.	134
FIGURA 5.15 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição 760 10. Ampliação de 4440X. Ataque químico: Nital 2%.	135
FIGURA 5.16 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 15000X. Ataque químico: Nital 2%	135
FIGURA 5.17 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Bain. Ampliação de 2520X. Ataque químico: Nital 2%.	136
FIGURA 5.18 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 5220X. Ataque químico: Nital 2%.	137
FIGURA 5.19 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na	

condição Bif 760. Ampliação de 3060X. Ataque químico: Nital 2%.	138
FIGURA 5.20 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Bif 800. Ampliação de 5220X. Ataque químico: Nital 2%.	139
FIGURA 5.21 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 10580X. Ataque químico: Nital 2%.	139
FIGURA 5.22 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 800 3 . Ampliação de 3680X. Ataque químico: Nital 2%.	140
FIGURA 5.23 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 4230X. Ataque químico: Nital 2%.	141
FIGURA 5.24 Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 2260X. Ataque químico: Nital 2%.	142
FIGURA 5.25 Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 4230X. Ataque químico: Nital 2%.	142
FIGURA 5.26 Comparação dos resultados do ensaio de Charpy.	155
FIGURA 5.27 Mudança nas propriedades do ensaio de Charpy com o teor de carbono (Adaptado de YOUNG e colaboradores, 2001).	156
FIGURA 5.28 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 760 3.	159
FIGURA 5.29 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 760 10.	160
FIGURA 5.30 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 760 10.	160
FIGURA 5.31 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bain.	161
FIGURA 5.32 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bain.	162
FIGURA 5.33 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bif 760.	163

FIGURA 5.34 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bif 760.	163
FIGURA 5.35 Fratura mista (SARWAR, 2007).	164
FIGURA 5.36 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Forn.	165
FIGURA 5.37 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 800 10.	166
FIGURA 5.38 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 800 10.	166
FIGURA 5.39 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 800 3.	167
FIGURA 5.40 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Mult 800 3.	168
FIGURA 5.41 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bif 800.	169
FIGURA 5.42 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Bif 800.	169
FIGURA 5.43: Inclusões não-metálicas e grãos de martensita na parte superior dos dimples (PRAHL et al, 2007).	170
FIGURA 5.44: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Bifásica 800°C.	172
FIGURA 5.45: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Bifásica 800°C.	172
FIGURA 5.46: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica.	173
FIGURA 5.47: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Bainítico.	174
FIGURA 5.48: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Bainítico.	174

FIGURA 5.49: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica. **175**

FIGURA 5.50: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Mult 760 3. **176**

FIGURA 5.51: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Mult 760 3. **177**

FIGURA 5.52: Fotomicrografia obtida por MFA. **177**

FIGURA 5.53: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica. **178**

LISTA DE TABELAS

TABELA 1.1 Materiais do projeto ULSAB.	31
TABELA 3.1 Resultados obtidos por meio de ensaio de tração das amostras de aços bifásicos de um aço carbono SAE 1045 (YAZICI, 2003).	41
TABELA 3.2 Efeito da temperatura do recozimento intercrítico sobre o tamanho do grão (YAZICI, 2003).	42
TABELA 4.1 Composição química.	85
TABELA 5.1 Análise de composição química.	113
TABELA 5.2 Frações volumétricas da ferrita, da bainita e do constituinte MA obtidas dos diferentes tratamentos térmicos.	128
TABELA 5.3 Propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração	144
TABELA 5.4: Composição química e propriedades mecânicas dos aços API 5L (HIPPERT, 2004).	150
TABELA 5.5: Resultados dos ensaios de impacto	154

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

Resumo

Abstract

1 INTRODUÇÃO	25
2. OBJETIVOS	34
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	35
3.1 Aços Bifásicos	35
3.2 Aços TRIP de Baixa Liga	46
3.2.1 Estabilidade da Austenita Retida	50
3.3 Aços Bainíticos	52
3.3.1 Bainita Formada por Resfriamento Contínuo	55
3.4 Ataques Químicos	59
3.5 Propriedades Mecânicas	63
3.5.1 Ensaio de Impacto	63
3.5.2 Critérios para Determinação da Temperatura de Transição	65
3.5.3 Ensaio de Tração	71
3.6 Microscopia	75
3.6.1 Microscopia Óptica	75
3.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	77
3.6.3 Microscopia de Força Atômica	80
4 MATERIAIS E MÉTODOS	86
4.1 Materiais	86
4.2 Análise da Composição Química	87
4.3 Corpos-de-Prova	90
4.3.1 Confecção dos Corpos-de-Prova para o Ensaio de Tração	90
4.3.2 Confecção dos Corpos-de-Prova para o Ensaio de Impacto	91
4.4 Tratamentos Térmicos	93

4.5 A Fórmula de Andrews	99
4.6 Ensaio Mecânico de Tração	102
4.7 Ensaio Mecânico de Impacto Charpy V-Notch (CVN)	103
4.8 Análise de Fratura	105
4.9 Exames Metalográficos	106
4.9.1 Preparação das Amostras	106
4.9.2 Ataques Químicos	108
4.9.3 Técnicas de Caracterização Microestrutural	110
4.9.3.1 Microscopia Óptica	110
4.9.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	113
4.9.3.3 Microscopia de Força Atômica	112
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	113
5.1 Análise da Composição Química	111
5.2 Caracterização Microestrutural	115
5.2.1 Análise Qualitativa	115
5.2.1.1 Microscopia Óptica	116
Nital	116
Metabissulfito de sódio	118
LePera	120
<i>Heat Tinting</i>	124
5.2.1.2 Análise Quantitativa	127
5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	133
5.3 Propriedades Mecânicas	143
5.3.1 Ensaio de Tração	143
5.3.2 Ensaio de Impacto de Charpy	154
5.4 Fractografia	159
5.5 Análise por Microscopia de Força Atômica	171
6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	179
6.1 Conclusões	179

6.2 Sugestões para trabalhos futuros	180
REFERÊNCIAS	182

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

O grande uso do aço pode ser atribuído às suas notáveis propriedades, à abundância das matérias-primas necessárias à sua produção e ao seu preço competitivo. O aço pode ser produzido com uma enorme variedade de características que podem ser bem controladas, de modo a atender um certo uso específico. O produto final pode ser algo como um bisturi cirúrgico, um arranha-céu, uma ponte gigantesca ou um petroleiro, um reator nuclear ou um fogão.

O aço é uma liga de natureza complexa e sua definição não é simples, visto que os aços comerciais não são simplesmente ligas binárias e podem, em função de adições de elementos de liga aliados ou não a processamentos termomecânicos e/ou térmicos adequados, assumir formas diferentes, tais como ARBL (Aços Alta Resistência Baixa Liga) que ainda podem conter alto ou baixo teor de carbono, os multifásicos, os aços com ultra-baixo teor de carbono com interstícios livres (*Interstitial - Free Steels – IF*). De fato, apesar dos seus principais elementos de liga serem o ferro e o carbono, eles contêm sempre outros elementos secundários, presentes devido aos processos de fabricação. Nestas condições, pode-se definir o aço como sendo uma liga de Ferro-Carbono, contendo geralmente de 0,008% até aproximadamente 2,11% de carbono, além de certos elementos secundários, como silício, manganês, fósforo e enxofre, presentes devido aos processos de fabricação, sendo que na indústria são chamados de elementos residuais.

As vantagens dos aços ligas, sobre os aços carbono são: maior temperabilidade, menor distorção, menor granulação, maior tensão de escoamento e maior resistência mecânica em baixas e altas temperaturas. As maiores desvantagens

são o maior custo, maior dificuldade de tratamentos térmicos em alguns casos, tendência à formação de austenita retida e possível fragilização do material.

Aços microligados são desenvolvidos a partir de aços de baixo carbono, com pequenas adições de elementos de liga. Estes aços apresentam como principais características uma alta resistência mecânica em relação aos aços de uso geral, resistência à corrosão atmosférica, ao choque e à fadiga, além de apresentarem uma maior relação entre limite de escoamento e limite de resistência à tração sem perda apreciável da ductilidade. São de fácil produção por deformação a frio ou a quente e, posteriormente, ainda podem ser trabalhados por deformação, dobramento, corte, solda, etc. De modo geral, estes aços proporcionam uma grande economia de material na estrutura, pois são mais leves, a um custo muito reduzido.

Os principais fatores que afetam as propriedades mecânicas são: a composição química, tamanho de grão, histórico termomecânico do material, estado triaxial de tensões e velocidade de deformação da estrutura durante tratamento termomecânico.

Quando se trata do tamanho de grão na microestrutura do aço, nota-se sua influência nas propriedades mecânicas, tais como a resistência, tenacidade e a ductilidade. Quanto menor o tamanho de grão, maior é o número de obstáculos, devido aos contornos, portanto, mais resistente o aço se torna (JACOBS, 1996). Nos aços ARBL, os grãos finos, são obtidos através do endurecimento por precipitação de carbonetos de vanádio, nióbio ou titânio, que acontecem durante os tratamentos térmicos, proporcionando um maior limite de escoamento (BORDIGNON, et al, 1995).

O sentido de laminação das chapas tem fundamental importância, pois, devido à deformação de laminação, ocorre o acúmulo de discordâncias nos

contornos de grão produzindo uma estrutura irregular que dificulta a movimentação das discordâncias. As descontinuidades dos contornos de grãos são desviadas dos seus planos e direções de crescimento em função do alinhamento e inclusões resultando em valores de tenacidade diferenciados.

Os elementos de liga de um aço podem modificar as suas características, tanto no processo de obtenção da liga, ainda na aciaria das siderúrgicas, obtendo-se, por exemplo, boa resistência mecânica e dureza combinada com ductilidade e tenacidade, como podem alterar a microestrutura durante uma transformação de fase, em tratamentos térmicos ou isotérmicos. Alguns elementos entram na solução substituindo o ferro no reticulado cristalino, ou seja, solução sólida substitucional, onde o ferro é substituído por um dos elementos, silício, níquel, alumínio, zircônio, fósforo e cobre. Ou ainda por solução sólida intersticial, isto é, entram na solução ficando nos interstícios da estrutura cristalina, como carbono, nitrogênio, oxigênio, boro e hidrogênio. Os elementos intersticiais causam problemas nos aços de baixo carbono, que serão deformados em temperaturas em torno de 250 – 300°C. Nessas temperaturas, o carbono e o nitrogênio aumentam o limite de escoamento do aço e diminuem a tenacidade, devido ao fenômeno da fragilidade ao azul. Os elementos de liga que são formadores de carbonetos e nitretos podem eliminar este fenômeno.

Há mais de um século são realizadas pesquisas em metalurgia física dos aços e ainda assim existem pontos obscuros sobre a física dos processos e propriedades desses materiais. As diferentes formas alotrópicas do ferro e os múltiplos mecanismos de transformação de fase conferem ao aço uma enorme versatilidade, exibindo uma variedade muito rica de microconstituintes e uma ampla gama de propriedades que podem ser exploradas industrialmente.

Os aços bifásicos são obtidos por meio de tratamentos térmicos intercríticos. Suas propriedades, tais como, alta resistência mecânica, alta ductilidade e boa

conformabilidade, tornaram estes aços um atrativo para as indústrias, que poderiam utilizá-los em vários setores. Os aços bifásicos formados essencialmente por ferrita e martensita podendo possuir pequenas frações de outros constituintes.

Em 1994, após análise de estudos estatísticos sobre o avanço do uso de materiais alternativos que substituiriam o aço na construção de veículos, a indústria do aço organizou um consórcio denominado projeto ULSAB – *Ultra Light Steel Auto Body*, e comissionou a *Porche Engineering Services, Inc. (PES)* para conduzir um estudo a fim de determinar se uma carroceria substancialmente leve, feita exclusivamente de novos aços, poderia ser projetada. O resultado foi surpreendente. Em relação à média dos dez mais importantes carros da classe *sedan* 4 portas, tomados como referência, chegou-se a uma redução de peso da ordem de 25%. Somou-se a esse resultado um elevado aumento da segurança dado pelos coeficientes de rigidez em torção (80%) e dobramento (52%), assim como do conforto (www.usiminas.com.br/share/imagem/0/115/115.gif, acesso 30/10/2007).

O principal objetivo do setor automobilístico, nos últimos anos, é a redução do peso dos veículos de modo a reduzir o consumo de combustível e também a emissão de gases que contribuem para o efeito estufa. A segurança e resistência ao impacto são requisitos que fazem parte do novo conceito de veículo a ser desenvolvido nos próximos anos (ANDRADE et al, 2002).

Em continuação ao Programa ULSAB, e, objetivando estender seus resultados na produção de painéis automotivos de cobertura, foi criado um novo projeto, nos mesmos moldes que o anterior, para desenvolver exclusivamente painéis de cobertura, como os da Figura 1.1 que, além de mais leves, fossem estruturalmente otimizados e passíveis de fabricação a custos competitivos, dando origem ao Projeto ULSAC – *Ultra Light Steel Auto Closures*. Para este novo projeto foi proposta a utilização dos aços HSLA, os “aços de última geração de alta

resistência” – AHSS entre os quais encontram-se os *Dual Phase* – DP, de *Transformation Induced Plasticity* – TRIP, *Complex Phase* – CP e os Martensíticos – MART. Os AHSS são aços multifásicos que podem conter em sua microestrutura ferrita, martensita, bainita e/ou austenita retida, em função dos elementos de liga e do processo de fabricação pelo qual foram obtidos (ANDRADE et al, 2002).

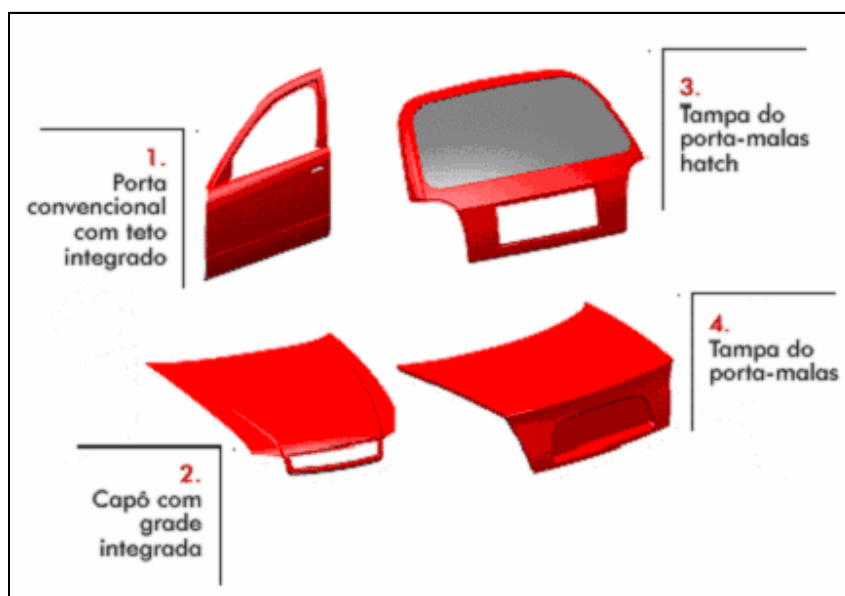


Figura 1.1: Painéis de cobertura desenvolvidos no projeto ULSAC (adaptada de ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

O ULSAC, em sua fase inicial, desenvolveu projetos conceituais para portas, capôs e tampas traseiras (convencional e *hatches*) que foram até 32% mais leves que a média das peças tomadas como referência, e 10% mais leves que a melhor do grupo, mantendo ainda as restritivas metas de desempenho estrutural.

Esses excelentes resultados também foram conseguidos com o uso de aços de alta e ultra-alta resistência, combinados com tecnologias como *tailored welded blanks* e hidroconformação.

Na segunda fase do projeto foi feita a validação de uma das portas, do tipo sem moldura (*frameless*), avaliada na fase conceitual. Essa porta foi escolhida por ser um dos exemplos representativos dos painéis de cobertura para o qual foram desenvolvidos estudos conceituais.

Na validação, essa porta mostrou-se 22% mais leve que a melhor porta convencional avaliada; 33% mais leve que a média das portas avaliadas e 42% mais leve que a média de sua categoria (portas sem moldura) como representado na Figura 1.2. Esses resultados foram conseguidos sem comprometer a segurança ou desempenho estrutural e sem aumento de custos.



Figura 1.2: Porta produzida no projeto ULSAC para demonstração dos conceitos desenvolvidos (adaptada de ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

O desafio maior do programa ULSAB surgiu quando foi criado o projeto ULSAB-AVC (*Advanced Vehicle Concepts*), onde estão presentes todos os conceitos desenvolvidos nos projetos ULSAB e ULSAC, no desenvolvimento de uma nova arquitetura de veículos. O ULSAB-AVC procurou desenvolver os conceitos de uma família de veículos que, além do uso intensivo do aço e de técnicas modernas de fabricação, também incorporou as restritivas exigências de emissão de

poluentes e de segurança (americana e européia) do ano de 2004 (página CIMM, Internet, 2007).

Para que as metas ambiciosas do projeto ULSAB-AVC fossem atendidas, além de um projeto envolvendo as mais modernas técnicas de fabricação de automóveis, deveria ser adotado o uso intensivo de aços de alta e ultra-alta resistência, numa proporção bastante superior à do projeto ULSAB original, e jamais utilizada em veículos comerciais, conforme ilustrado na Tabela 1.1.

Tabela 1.1: Materiais utilizados no projeto ULSAB e previstos no ULSAB-AVC.

LE (MPa)	ULSAB (1998)	ULSAB-AVC (2004)
< 200	15%	13%
200 ~ 300	36%	25%
300 ~ 400	43%	17%
400 ~ 500	0	0
500 ~ 600	2%	30%
> 600	4%	15%

O Programa ULSAB tem se firmado como um divisor de águas no cenário automotivo internacional. Como uma consequência do Programa, desenhou-se um novo relacionamento envolvendo montadoras e a indústria do aço. As montadoras têm, cada vez mais, interagido com seus fornecedores para desenvolver soluções baseadas no aço, como um material que continuará a oferecer rotas economicamente equilibradas para a redução de peso sem comprometer a segurança, desempenho e manufatura.

Assim como a indústria automobilística faz grande uso dos aços, a indústria de tubulação para a indústria de petróleo também o faz. Esses aços são classificados segundo a API (*American Petroleum Institute*) em função de sua composição química e resistência mecânica.

Os aços utilizados especificamente na fabricação de tubos para linhas de transmissão seguem a classificação API 5L (*Specification for Line Pipe Steel*) (HIPPERT, 2004). Por exemplo, no aço API 5L X80, os dois últimos dígitos após a letra X especificam o limite de escoamento mínimo do material igual a 80ksi (550 MPa).

Observar-se na Figura 1.3, os dutos utilizados para transportar óleo, petróleo e gás natural por longas distâncias, sendo exposto às vezes a altas pressões necessitando para isto alta tenacidade e resistência à tração. Isto levou a um aumento na demanda por aços estruturais de alta resistência e boa tenacidade a baixas temperaturas, tais como os aços ARBL de classificação API (SILVA, 1986). Esses materiais são aços microligados que apresentam (em sua forma original mais simples) microestrutura típica de ferrita-perlita. Sua composição é similar a de um aço baixo carbono, mas com micro-adições de elementos de liga de aproximadamente 0,1% Ni, Ti ou V para garantir propriedades mecânicas superiores (HIPPERT, 2004).

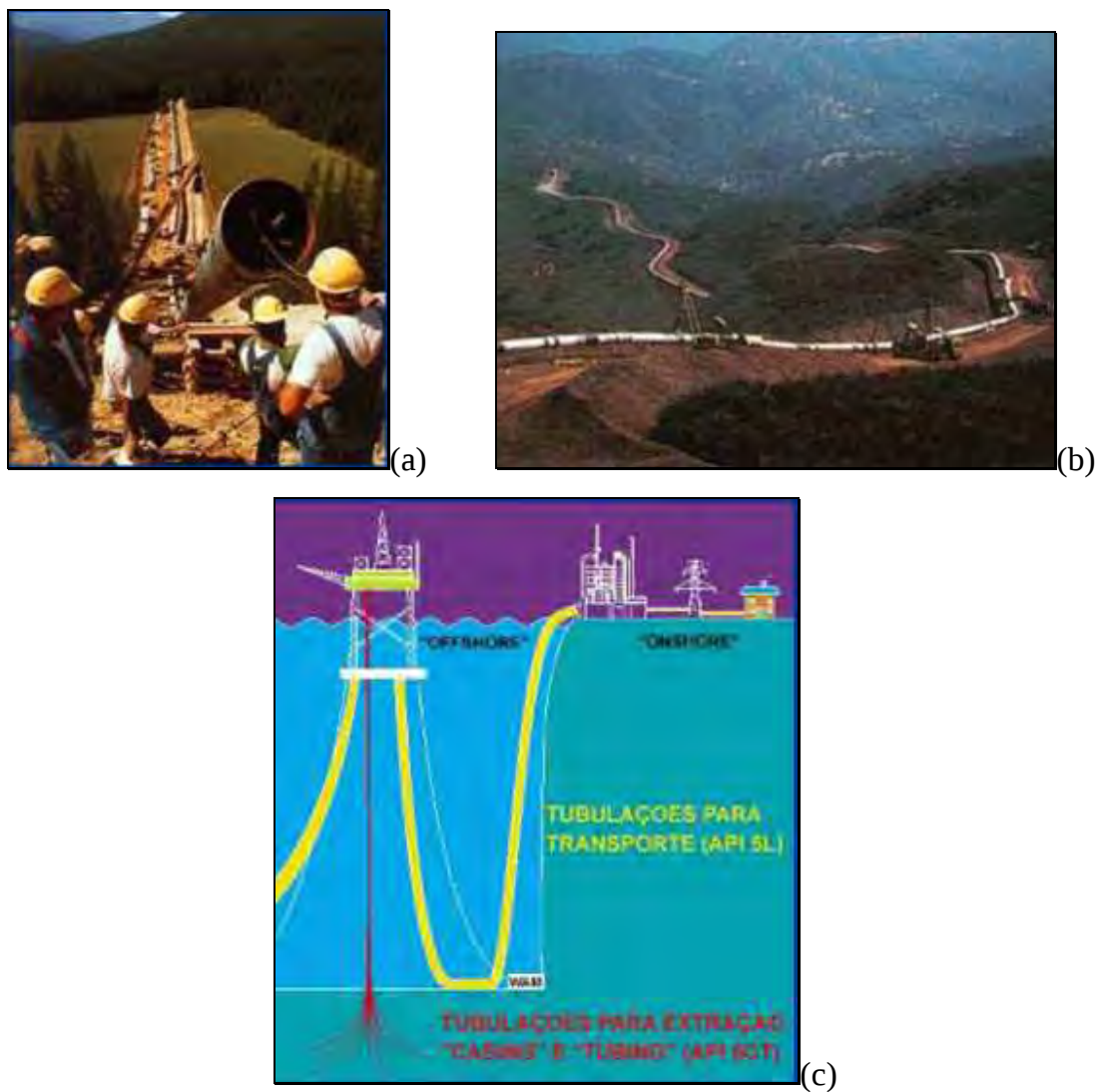


Figura 1.3: Exemplos de utilização de tubulações de aço, em (a) detalhe do transporte e colocação dos tubos, (b) linhas percorrendo longas distâncias e (c) tubulação sendo utilizada para extração de petróleo em alto mar.

CAPÍTULO 2

OBJETIVOS

- Definir rotas de tratamentos térmicos para obtenção de estruturas bainíticas, bifásicas e multifásicas, a partir de um aço microligado de baixo teor de carbono e silício;
- Caracterização mecânica através de ensaios de tração e impacto;
- Caracterização microestrutural através de microscopia óptica, eletrônica de varredura e de força atômica;
- Utilização dos reagentes químicos nital, metabissulfito de sódio, Le Pera e a técnica de *heat tinting*, para a identificação e quantificação das fases presentes após os tratamentos térmicos.

CAPÍTULO 3

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇOS BIFÁSICOS

A partir do conceito empregado em materiais compostos ou conjugados desenvolveram-se os aços bifásicos (CAIRMS e CHARLES, 1967), através da coexistência das fases ferrítica e martensítica em ligas Fe-C. Apesar de possuírem composição química similar aos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), a microestrutura é formada por duas fases, sendo uma matriz ferrítica, que é responsável pela ductilidade do material e a outra formada por ilhas de martensita, responsável pela resistência mecânica do material. Porém, Magnabosco (2002) constatou que outros constituintes também estão presentes nesta estrutura, tais como bainita, austenita retida e perlita.

Observando-se as curvas de tensão-deformação da Figura 3.1, em que é realizada uma comparação entre um aço bifásico com dois aços ARBL, nota-se que o aço bifásico atinge níveis de resistência mecânica compatíveis aos de um aço ARBL com tensão de escoamento de 650 MPa, possuindo também valores de escoamento e alongamento semelhantes aos do aço ARBL com limite de escoamento de 350 MPa. Pode-se notar também que o escoamento descontínuo está ausente no gráfico do aço bifásico, sendo esta uma das características deste material, em função da presença do constituinte martensítico.

Os aços bifásicos apresentam escoamento contínuo em função da presença de alta densidade de discordâncias móveis, introduzidas na ferrita por deformação plástica pelo crescimento da martensita. Essas discordâncias são capazes de mover-

se sobre baixas tensões aplicadas e aumentam em função das zonas de escoamento preferenciais, promovendo o escoamento contínuo.

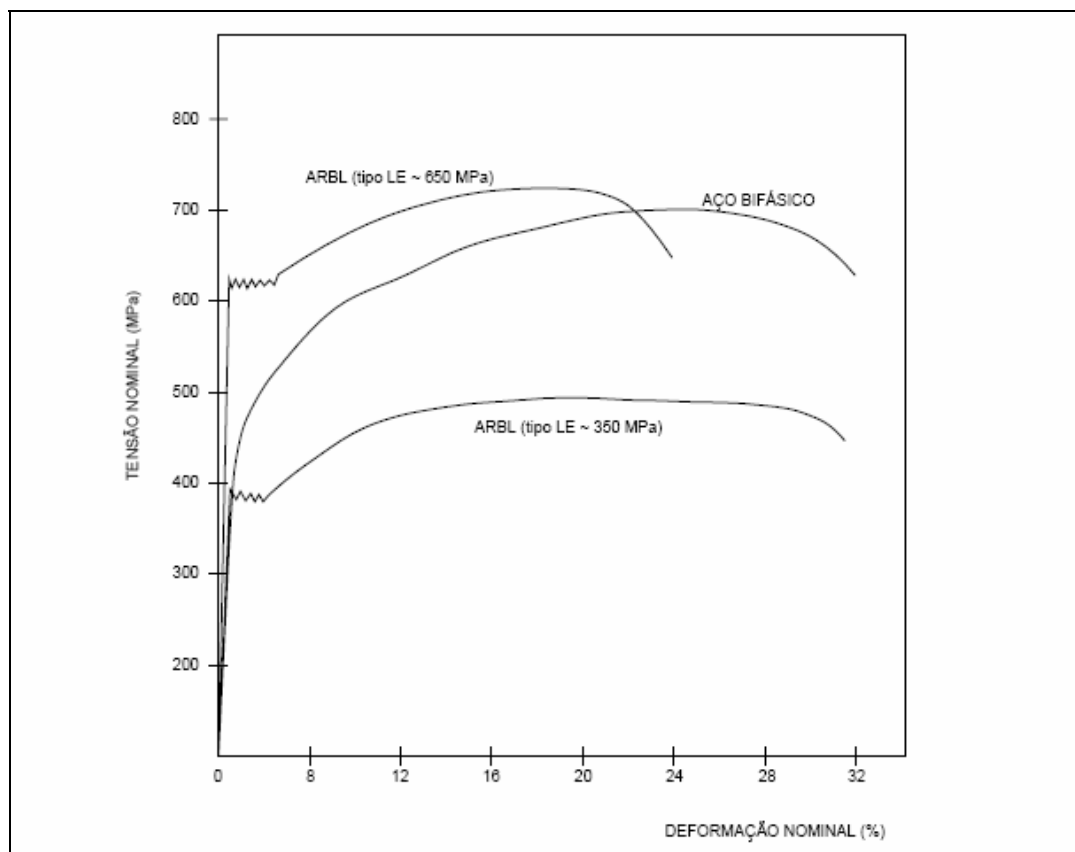


Figura 3.1: Comparação entre um aço bifásico com dois aços de alta resistência baixa liga (adaptada de GUIMARÃES, PAPALÉO, 1981).

Como os aços bifásicos apresentam grande utilização na indústria automobilística, podem-se comparar pelas Figuras 3.2 e 3.3, suas características às de outros aços que também têm grande utilização no setor.

Comparando-se os aços bifásicos aos aços IF, na Figura 3.2, nota-se que a alta taxa de alongamento dos aços IF é seguida por uma baixa resistência à tração, enquanto os aços bifásicos apresentam uma boa relação entre limite de resistência à tração e alongamento, sendo esta uma boa característica para materiais que serão utilizados na indústria automobilística. Conseqüentemente, o limite de escoamento

dos aços bifásicos são superiores aos aços IF mantendo ainda uma taxa de alongamento muito boa. Além disso, os aços endurecidos por tratamento térmico apresentam níveis de resistência à tração elevados, porém com baixos níveis de alongamento, se comparados aos aços bifásicos.

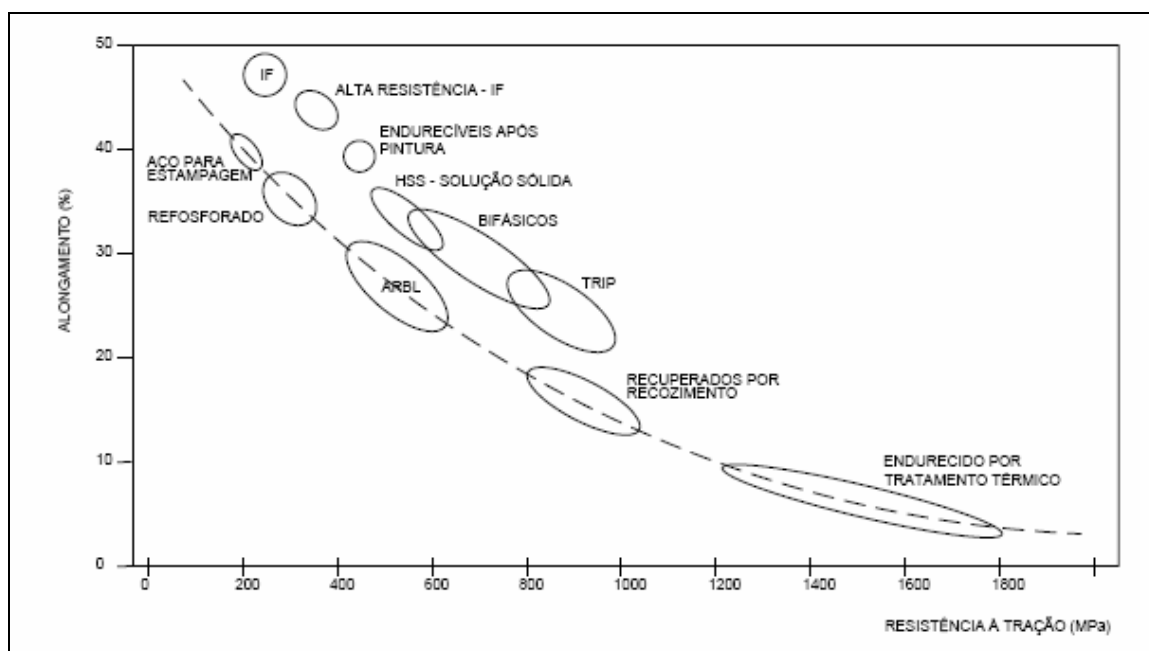


Figura 3.2: Comparação entre resistência à tração e alongamento para vários tipos de aço (adaptada de AUTO / STEEL PARTNERSHIP, 2000).

Uma classificação utilizada para definir os aços utilizados no projeto ULSAB é definir a linha que separa os aços de baixa resistência e os aços de alta resistência pelo limite de escoamento $LE \leq 210$ MPa para aços de baixa resistência enquanto que aços de ultra alta resistência apresentam valores de $LE \geq 550$ MPa como pode ser observado na Figura 3.3.

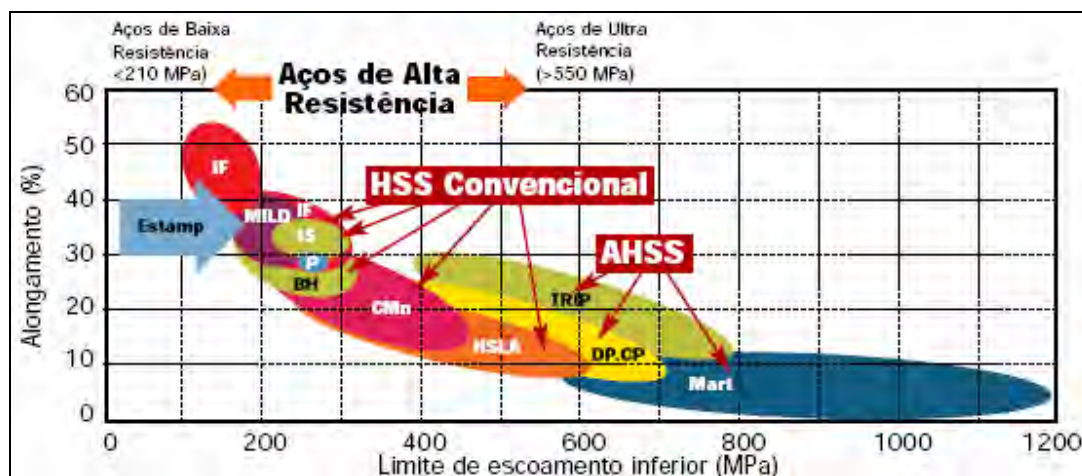


Figura 3.3: Comparação entre limite de escoamento e alongamento de vários tipos de aços utilizados no projeto ULSAB-AVC (adaptada de ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

As chapas utilizadas pela indústria automobilística são geralmente produzidas por laminação controlada e diferentes rotas de recozimento. Aquecimentos rápidos elevam a temperatura das chapas para uma temperatura de recozimento acima de A_{c1} na região intercrítica, em que coexistem austenita e ferrita, região na qual a estrutura se torna uma mistura de ferrita e austenita. As chapas são levadas à temperatura de recozimento intercrítico e então temperadas. A faixa de temperaturas para a têmpera é escolhida de acordo com o nível de resistência desejado para o produto final. Altas temperaturas de recozimento levam a uma grande quantidade de austenita que se transforma em martensita durante o resfriamento rápido. Manganês, cromo e molibdênio são adicionados como elementos de liga para assegurar dureza suficiente durante o resfriamento rápido no qual a austenita se transforma em martensita. A taxa de resfriamento e a quantidade de austenita que foi formada no recozimento é que determinam a fração volumétrica de ilhas de austenita que se transformam em martensita (OLIVER, 2006).

O grande impulso no desenvolvimento tecnológico dos aços bifásicos ocorreu quando pesquisadores japoneses, europeus e norte-americanos enfatizaram as suas

principais propriedades mecânicas. Foi demonstrado que o tratamento térmico intercrítico reduz o limite de escoamento do aço e aumenta a ductilidade, sem ocasionar diminuições nos níveis de resistência mecânica (HAYAMI, FURUKAWA, 1977; RASHID, 1976; PEREIRA, 2004).

Para a obtenção de aços bifásicos com microestruturas diferentes, têm sido aplicados dois tipos de tratamentos térmicos em aços de baixo teor de carbono, o recozimento intercrítico e a tempêra em degrau (YAZICI e colaboradores, 2003).

O recozimento intercrítico consiste no aquecimento do aço, a partir da temperatura ambiente, até as temperaturas na região $\gamma + \alpha$ do diagrama Fe-C, seguido de resfriamento do aço a partir da região intercrítica, em que coexistem a estrutura de ferrita e austenita coexistem, em uma taxa de resfriamento suficientemente alta para a transformação da austenita em martensita.

Além disso, adicionando-se silício e manganês a esses aços obtém-se altos valores de coeficiente de encruamento, ductilidade e resistência à fadiga. Akisue e Usuda (1993) verificaram que esse tipo de material é perfeitamente aplicado na fabricação de rodas e em partes automotivas que necessitem de conformabilidade aliada à resistência à fadiga.

Baixa resistência à deformação e alta resistência à tração, em relação aos aços de baixo carbono convencional, maior vida em fadiga, diminuição de fratura frágil, são características dos aços bifásicos. Possuem, também, altas taxas de encruamento nos primeiros estágios da deformação plástica e boa ductilidade durante a conformação mecânica, resistindo às condições de estampagem. Em consequência, os aços bifásicos mostram-se com importantes vantagens para a redução de peso de componentes automotivos, e conseqüentemente um aumento na eficiência do

consumo do combustível, melhores acelerações e frenagens devido a uma menor inércia (SARWAR, 1999).

Sarwar e colaboradores (2007) trabalharam com um aço bifásico de baixo carbono composto de uma matriz ferrítica dútil e uma fase dura de martensita com fração volumétrica em torno de 20-30%. Este tipo de aço e esta proporção microestrutural são responsáveis por uma combinação peculiar e particular entre ductilidade e resistência que o torna uma opção promissora para a indústria automobilista.

Tayanç e colaboradores (2007) estudaram várias temperaturas de recozimento intercrítico para determinar o efeito fração volumétrica da fase de martensita nas propriedades de fadiga de aços bifásicos com 0,08%C, 0,36%C e 0,38%C. Concluíram que como resultado do tratamento térmico, esses aços apresentaram martensita equiaxial ao redor dos grãos de ferrita, e que a fração volumétrica da martensita aumenta com o aumento da temperatura de recozimento. Porém, a resistência à fadiga não apresenta um aumento linear com o aumento da fração volumétrica de martensita para o estudo em questão a maior resistência à fratura foi observada para recozimento a 760°C.

Yazici (2003) estudou as propriedades de resistência à tração dos aços bifásicos, resultados obtidos estão na Tabela 3.1. Os aços fornecidos receberam tratamentos térmicos para obtenção da estrutura bifásica em condições diferenciadas, e assim classificados em aços TI (Recozimento Intercrítico), TD (Têmpera em Degrau) e TIR (Temperado Intercriticamente e Revenido). Estes aços exibem alta plasticidade e resistência mecânica, quando comparados ao material como fornecido.

TABELA 3.1: Resultados obtidos por meio de ensaio de tração das amostras de aços bifásicos de um aço carbono SAE 1045 (YAZICI, 2003).

Tratamento térmico		Tensão de escoamento [MPa]	Resistência a Tração [MPa]	Relação LE/RT	Alongamento [%]
	Normalizado	388,9	443,7	0,87	22,4
TI	1) 760°C / 40 min	446,3	682,3	0,65	9,8
	2) 790°C / 40 min	407,5	613,9	0,66	15,7
	3) 820°C / 40 min	390,1	555,8	0,7	19,3
	4) 760°C / 60 min	435,9	671,8	0,64	10,7
	5) 790°C / 60 min	395,4	580,6	0,68	20,7
	6) 820°C / 60 min	387,6	553,2	0,7	21,2
TD	1) 760°C / 40 min	408,5	589	0,69	13,2
	2) 790°C / 40 min	457,4	745,1	0,61	11,2
	3) 820°C / 40 min	510,6	784,4	0,65	8,4
TIR	1) 760°C / 40 min	403,3	513,7	0,78	20,8
	2) 790°C / 40 min	434,4	593,2	0,73	17,7
	3) 820°C / 40 min	470,9	558,6	0,84	19,4
TIR	4) 760°C / 40 min	395,6	519,6	0,76	21,01
	5) 790°C / 40 min	415,1	556,1	0,74	22,06
	6) 820°C / 40 min	438,7	573,4	0,76	23,1

Pela análise dos dados obtidos na Tabela 3.1, verifica-se que o mais alto valor de resistência à tração alcançado na condição TI ocorreu na temperatura intercrítica de 760°C, sendo esta a temperatura mais baixa para esta condição. Este fato está diretamente relacionado com o tamanho de grão do material. Elevando-se a temperatura de têmpera intercrítica provoca-se um aumento no tamanho médio do grão de ferrita (Tabela 3.2), passando de 4,21µm para 7,43µm, em tempo de manutenção de 40 minutos. Outro fator importante neste aspecto é que, quanto menor a temperatura do tratamento realizado, menor a quantidade de austenita, e, conseqüentemente, menor quantidade de martensita. Porém, essa martensita resultante apresenta elevado teor de carbono e menor dureza.

TABELA 3.2: Efeito da temperatura do recozimento intercrítico sobre o tamanho do grão ferrítico (YAZICI, 2003).

TRATAMENTO TÉRMICO		Tamanho do grão (μm)
TI	1) 760°C / 40 min	4,21
	2) 790°C / 40 min	7,43
	3) 820°C / 40 min	8,32
	4) 760°C / 60 min	5,43
	5) 790°C / 60 min	8,16
	6) 820°C / 60 min	9,87

Jiang et al. (1993) apresentam um estudo no qual verificaram que a elasticidade dos materiais decresce com o aumento do tamanho de grão. Bag et al. (2003) explicam que estruturas grosseiras de martensita causam um decréscimo na resistência dos aços bifásicos, mesmo com o aumento da fração volumétrica da martensita. Por outro lado, o alongamento dos corpos-de-prova na condição TI aumenta dependendo da fração volumétrica e do tamanho do grão da martensita, e alcança o maior valor por volta de $0,5\mu\text{m}$. Estas observações, não são verdadeiras para aços da condição TD, pois com o aumento da fração volumétrica da martensita, o alongamento desses materiais decresce (YAZICI, 2003).

O escoamento contínuo é observado nos aços das condições TI e TD, sendo esta uma característica dos aços bifásicos. A deformação plástica contínua nesses tipos de aços ocorre em virtude da:

- a) Transformação da austenita em martensita introduzir uma alta densidade de discordâncias na matriz de ferrita adjacente; e
- b) Tensão residual na martensita.

Porém, Cimenoglu e Kayali (1990) observam que o limite de escoamento é descontínuo em aços bifásicos seguido de alívio da tensão e da taxa de deformação. Este efeito é atribuído à tensão de deformação agindo sobre o material.

Al Abbasi e Nemes (2006) investigaram, para um aço com 0,09%C, 1,5%Mn, 0,9%Si, 0,06%Cr, 0,08%Ni, 0,005%S, 0,01%P, 0,004%Mo, 0,005%N, 0,04%Cu, com estrutura bifásica, a influência da fração volumétrica da fase dura na resistência à tração. Observam que, com o aumento da fração volumétrica da fase dura, há um aumento tanto no limite de resistência quanto no limite de escoamento. Assim, como Bag et al. (1999), Byun e Kim (1993) e Shen et al. (1986) estudaram este comportamento e verificaram que, aumentando a fração volumétrica de martensita, há um aumento na resistência à tração, porém até um determinado limite, quando o valor de resistência começa a cair.

Para materiais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), o comportamento da fratura muda de dútil para frágil de acordo com as mudanças de altas para baixas temperaturas. Este comportamento do modo de fratura é evidenciado pela capacidade que o material tem de absorver energia durante a fratura. O teste de Charpy é um método padronizado do ensaio de impacto realizado com um corpo-de-prova com entalhe em V. A norma que o regulamenta é a ASTM E-23. Os resultados são geralmente dispostos em gráficos em que as coordenadas são energia absorvida no impacto versus temperatura como pode ser visto na Figura 3.4. No gráfico identificam-se três regiões distintas: um patamar inferior, uma região de transição e um patamar superior. O modo de fratura no patamar inferior é tipicamente frágil caracterizada por clivagem, enquanto a fratura no patamar superior é dútil, caracterizada por crescimento de alvéolos. Ainda no gráfico do teste de impacto, a região entre a fratura dútil e frágil é denominada região de transição dútil-frágil. Assim, um material que tenha uma alta temperatura de transição dútil-frágil, é mais propenso a fraturar a uma dada temperatura do que um

material que tenha uma baixa temperatura de transição dúctil-frágil. Para um dado metal com estrutura CCC, espera-se que apresente fratura frágil (por exemplo, baixa energia de impacto) quando a temperatura está próxima ou abaixo de sua temperatura de transição. Alguns materiais desenvolvidos para aplicações estruturais, como aços bifásicos para construção de automóveis, devem exibir uma baixa temperatura de transição dúctil-frágil (CHAO et al., 2005).

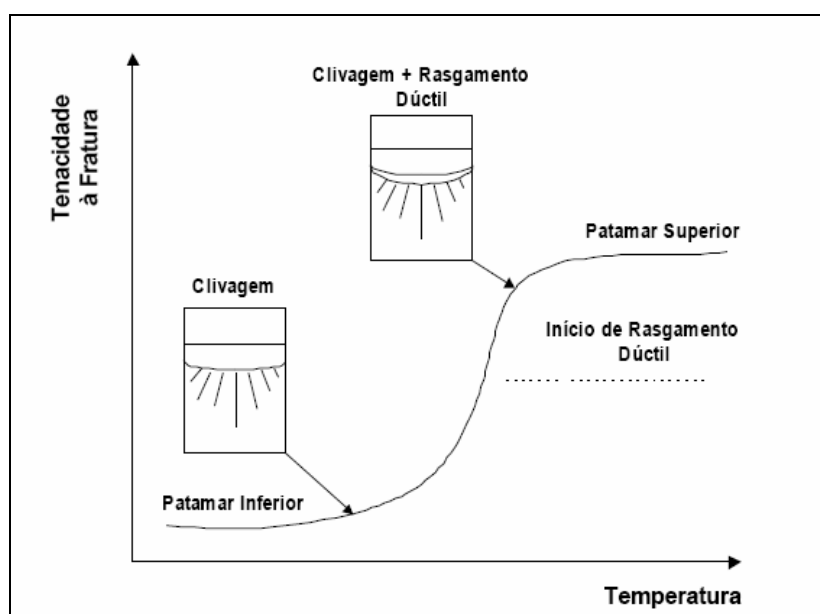


Figura 3.4: Curva característica do ensaio de impacto de Charpy (adaptada de FINN, 1990).

Koo e Thomas (1979) pesquisaram as propriedades de impacto de aços bifásicos com diferentes composições (0,06C, 0,5Cr, 0,07C-0,5Si e 0,07C-2,0Si), utilizando corpos-de-prova entalhados para ensaio de impacto do tipo Charpy. Os resultados obtidos com o aço 0,06C-0,5Cr indicam que a energia de impacto aumenta com o crescimento da fração de martensita, ou seja, com 90% de fração volumétrica de martensita, a energia de impacto é maior que no aço com 35% de fração volumétrica de martensita. Goel (1984) descobriu um aumento na ductilidade a baixas temperaturas em aços bifásicos microligados.

3.2 AÇOS TRIP DE BAIXA LIGA.

O estudo dos aços bifásicos e a utilização do efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação) levaram ao desenvolvimento de uma nova geração de aços em que a presença da austenita retida é fundamental. Os aços TRIP possuem uma estrutura multifásica constituída das fases ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Por este motivo também são denominados como aços multifásicos. Esses novos aços possuem as boas características dos aços bifásicos, por exemplo, a resistência mecânica obtida pela presença de ferrita e martensita, e também são adicionadas as propriedades de boa ductilidade e conformabilidade (PEREIRA, 2004).

Wasserman, apud Modesto (2003), no Instituto de Metalurgia Kaiser-Wilhelm, em Berlim no ano de 1937, observou o aumento inesperado da conformabilidade de um aço como consequência da transformação da austenita em martensita. Foi observado, em ensaios mecânicos de tração que o valor do alongamento era superior para ligas Fe – 50%Ni em relação às ligas que não apresentavam tão elevado teor de níquel.

Zackay et al. (1967) descrevem esse aumento de ductilidade em consequência da transformação da austenita retida em martensita como efeito TRIP – “Plasticidade Induzida por Transformação”. Em 1999, Eberle e colaboradores constataram que a austenita retida é mais facilmente obtida quando usados elementos de liga como silício ou alumínio.

A transformação da austenita retida em martensita acontece pela ativação mecânica na região plástica ou elástica, dependendo de sua estabilidade termodinâmica. A temperatura de início de transformação martensítica M_s , que

indica a estabilidade termodinâmica da austenita retida, pode ser prevista pelas fórmulas de Andrews (% em peso).

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo$$

Como se pode observar desta fórmula, a estabilização da austenita também pode ser obtida pelo enriquecimento com manganês. Da mesma forma que o teor de carbono, o teor de manganês tem que estar presente nestes aços em altas concentrações.

Eberle (1999) também cita como Haidemonopaelos mostrou, para um aço Fe-C-Mn-Si, que a transformação martensítica é influenciada pela composição química, tamanho das partículas, localização da austenita retida na microestrutura assim como a resistência da matriz que a envolve. Determinou que a estabilidade depende de vários fatores, equacionados na expressão a seguir:

$$M_s^\sigma = (6,7891 - 33,45 X_c)^{-1} [A + 5712,6 - 78224 X_c - 21542 X_{Mn} + 18876 X_c X_{Mn} + B]$$

Em que:

$$A = \frac{2\alpha \gamma_s / \rho}{\ln[-\ln(1-f)] N_v V_p} \quad \text{e} \quad B = \sigma_y (0,715 + 0,3206 \sigma_h / \sigma)$$

Em que M_s^σ : temperatura de transformação da martensita; X_c : fração volumétrica de carbono na austenita; X_{Mn} : fração molar de manganês na austenita; σ_y : o campo de tensão (limite elástico); σ_h / σ : razão entre a tensão hidrostática e a tensão equivalente, α uma constante; γ_s : energia específica de nucleação da

martensita; ρ : densidade dos átomos no plano “*close-packed*”; f : fração de partículas transformadas; N_v : número total de pontos de nucleação; e V_p : volume médio das partículas de austenita. Nesta fórmula, verifica-se como a austenita retida pode ser estabilizada pela redução do tamanho das partículas.

Nos aços TRIP, a fase de austenita retida deve estar presente em frações volumétricas superiores a 5% (*ULSAB – AVC OVERVIEW REPORT*, 2002).

A temperatura de transformação martensítica destes aços é baixa, geralmente inferior à temperatura ambiente. Nestas condições, a austenita é considerada estável; porém, ela é instável em relação à deformação plástica, o que faz com que se transforme quando deformada. Este fenômeno da transformação da austenita em martensita é o que causa o endurecimento progressivo do material.

Matsumura e colaboradores (1987) realizaram um estudo onde foi observada a relação entre ductilidade e resistência causada pelo efeito TRIP, em um aço com 0,39%C – 1,49%Si – 0,83%Mn, que foi submetido a um tratamento térmico de recozimento entre A_{R3} e A_{R1} , seguido de um tratamento isotérmico na temperatura de obtenção da bainita. Pelos resultados obtidos, concluíram que para obter os valores mais altos de alongamento é necessário o incremento da fração volumétrica de austenita retida bem como da sua estabilidade. Este estudo serviu de base para vários outros pesquisadores, como Sugimoto e colaboradores (1993), Hanzaki e colaboradores (1997), Girault e colaboradores (1999) e Bleck (2002), que verificaram o efeito TRIP a partir da metaestabilidade da austenita retida em aços multifásicos de baixa liga.

Silva e colaboradores (2005) fizeram também um estudo correlacionando resistência à tração e ductilidade em aços multifásicos. Pela variação da fração volumétrica de martensita e bainita presente em um aço, podem-se obter diferentes

limites de resistência à tração, porém, com perda em ductilidade. Os diferentes ciclos de tratamentos térmicos aplicados beneficiarão uma ou outra propriedade, por exemplo, um aço com 600 MPa de limite de resistência à tração tem de 80 a 90 % de ferrita e o restante martensita. Por ciclos de tratamentos térmicos (aquecimento à temperatura de austenitização de 750°C por 1 hora e resfriamento para as temperaturas isotérmicas de 400, 600, 650 e 700°C, para obtenção da estrutura multifásica), este aço, com a composição química (0,08%C, 1,91%Mn, 0,04%Si, 0,018%P, 0,006%S, 0,035%Al, 0,005%N), poderá alcançar limites de resistência de 700 a 900 MPa com diminuição em alongamento para 15 a 24 %.

Sakuma e colaboradores (1992) observaram que, com aumento das frações volumétricas de bainita em conjunto com aumento de fração volumétrica de austenita retida, houve um aumento do limite de escoamento.

Elisei (2004) constatou que, para tempos maiores na temperatura de transformação isotérmica, há um aumento na fração volumétrica de bainita, em conjunto com a estabilização da austenita retida, contribuindo para o aumento do limite de escoamento.

A elevada estabilidade da austenita retida nos aços TRIP de baixa liga é consequência da sua elevada concentração de carbono. Isso é possível por meio de um tratamento de recozimento intercrítico, de modo a obter uma estrutura bifásica composta por ferrita pró-eutetóide e austenita, seguido de um tratamento isotérmico na faixa de temperatura da bainita superior, em que a austenita intercrítica se transforma em ferrita bainítica entremeada de filmes e/ou ilhas de austenita retida. Em ambas reações ferríticas (pró-eutetóide e bainítica), o enriquecimento da austenita retida dá-se por partição de carbono, chegando a alcançar concentração acima de 1,5%, o que desloca o ponto de início da transformação martensítica (M_s) para um valor abaixo da temperatura ambiente.

3.2.1. Estabilidade da Austenita Retida

A obtenção de melhores propriedades mecânicas, pelo efeito TRIP é conseguida com a estabilidade da austenita retida, sendo que esta estabilidade depende de diversos fatores, como:

- O carbono é um elemento de liga que tem um forte impacto na estabilidade da austenita retida e o aumento da porcentagem de carbono torna possível sua presença na temperatura ambiente.

- O manganês é estabilizador da austenita retida diminuindo a temperatura de início de transformação A_{R3} . É também responsável pelo enriquecimento de carbono na fase austenita (SAKUMA e colaboradores, 1992).

- O manganês pode substituir o ferro na formação de precipitados do tipo $(Fe, Mn)_3C$, que podem dar origem a uma austenita rica em Mn que necessitará de uma concentração menor de carbono para ser estabilizada à temperatura ambiente (BLECK, 2002). O manganês também atua retardando a formação da ferrita durante o resfriamento, uma vez que este diminui o enriquecimento de carbono desta fase (BLECK, 2002).

Silva (2004) ao estudar um aço multifásico de baixo carbono chegou à conclusão que grande parte das inclusões observadas em seu trabalho eram devidas às altas concentrações de enxofre e manganês medidas através da espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS), como apresentado na Figura 3.5.

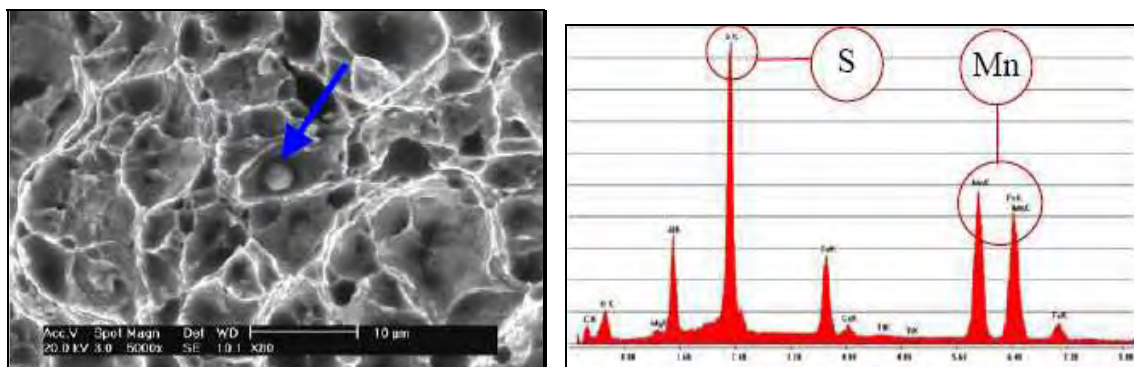


Figura 3.5: Inclusões de sulfeto de manganês (MnS) e resultado obtido por EDS (adaptada de SILVA, 2004).

- O silício é um elemento pouco solúvel na cementita. Conseqüentemente, a precipitação de carbonetos é retardada ou inibida durante a formação da bainita, facilitando a segregação dos átomos de carbono da ferrita para a austenita remanescente. Quando se encontra em concentrações superiores a 2%, nos aços TRIP, a formação de carbonetos é completamente inibida e apenas parte da austenita consegue transforma-se em bainita. Esta reação é denominada reação incompleta, e é abordada posteriormente.

Speer e colaboradores (2002) notaram que o silício pode ser oxidado durante o recozimento, tornando baixa a qualidade superficial de produtos planos laminados a quente e comprometendo também a qualidade do revestimento de aços laminados a frio. Em contrapartida constataram que o alumínio seria uma alternativa para a substituição do silício.

Mangonon (1976) demonstrou que o molibdênio promove tanto a estabilização da austenita retida como a formação de grandes quantidades de martensita, inclusive às taxas de resfriamento de até 400°C/s.

O nióbio atua como refinador de grãos, por ser um elemento com alto poder de formação de carbonetos. Quando em solução sólida promove o enriquecimento

de carbono da austenita, causando sua estabilização (BLECK e colaboradores, 1998).

3.3 AÇOS BAINÍTICOS

Quando se deseja uma combinação entre alta resistência mecânica e tenacidade, a introdução do microconstituente bainita é uma das opções mais promissoras do mercado. Estes aços podem ter estrutura inteiramente bainítica ou conter outras fases como a ferrita, martensita ou austenita retida (ABDALLA e colaboradores, 2006).

A transformação bainítica pode ocorrer isotermicamente ou durante resfriamento contínuo. As estruturas obtidas desses processos são diferentes, e dependendo do tipo de bainita desejado é escolhido e aplicado o processo.

A bainita é formada geralmente entre as temperaturas abaixo da formação perlítica e acima da formação martensítica (HEHEMANM, 1972).

A velocidade de transformação bainítica é considerada um fator caracterizador das etapas de formação bainítica. Primeiramente, nucleada uma sub-unidade no contorno de grão austenítico, que cresce longitudinalmente com uma certa velocidade, até que seu desenvolvimento é retido pela deformação plástica da austenita. Então, são nucleadas novas sub-unidades a partir da primeira sub-unidade nucleada, desenvolvendo-se assim uma estrutura de feixe, conforme o processo continua.

A Figura 3.6 (HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995) representa um esquema das etapas de formação do microconstituente bainítico. Neste caso, os

carbonetos encontram-se entre as ripas de ferrita, o que caracteriza a formação da chamada bainita superior.

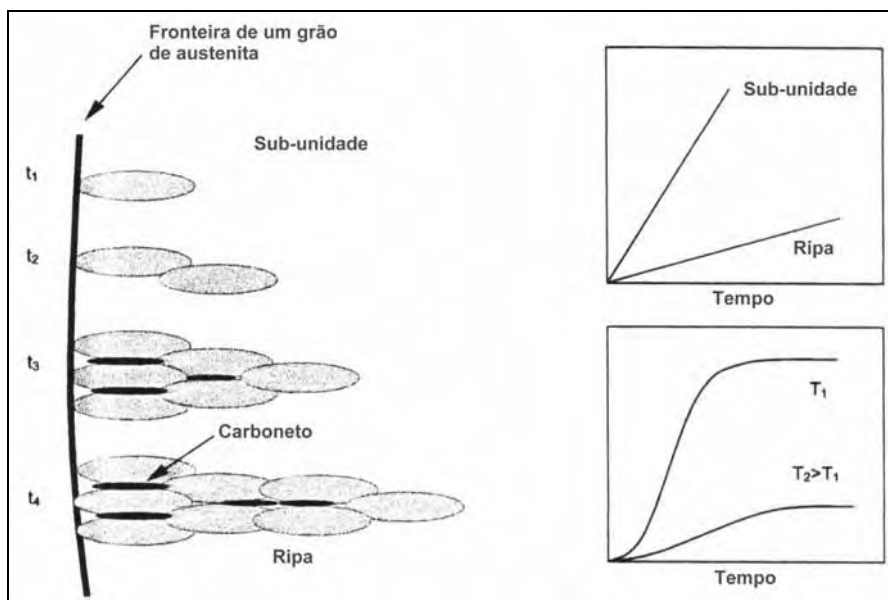


Figura 3.6: Representação esquemática das características microestruturais da formação da bainita (adaptada de HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995).

A reação bainítica é caracterizada como um processo de nucleação e crescimento. Esta reação durante uma transformação isotérmica, começa com um período de incubação no qual não se observa nenhuma transformação. Depois desse período, aumenta-se bruscamente a velocidade de transformação até o final. Este processo está representado na Figura 3.7, para um aço 0,4%C-1%Cr, em que se apresenta a evolução da transformação bainítica para três temperaturas isotérmicas diferentes.

Na temperatura de 510°C a reação está completa depois de uma hora, ficando a austenita estável nesta temperatura por bastante tempo (HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995). Existem muitas divergências bibliográficas com relação aos resultados obtidos em austenitizações. Nos trabalhos desenvolvidos por Girault e colaboradores (1998) são mostradas essas diferenças. Na Figura 3.8.a e 3.8.b, são representadas as curvas de evolução da transformação bainítica depois de um

tratamento térmico intercrítico em dois aços diferentes com 0,16%C-0,38%Si – 1,30%Mg e 0,29%C – 1,40%Si – 1,50%Mn, respectivamente.

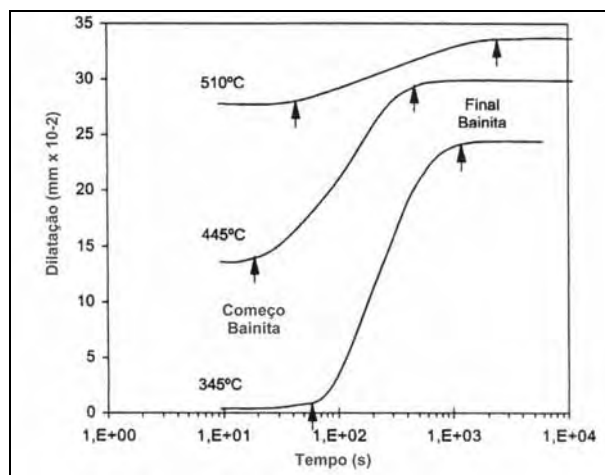


Figura 3.7: Representação da transformação bainítica para um aço 0,4% C – 1% Cr, a partir de uma austenização total, em três temperaturas diferentes (adaptada de HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995).

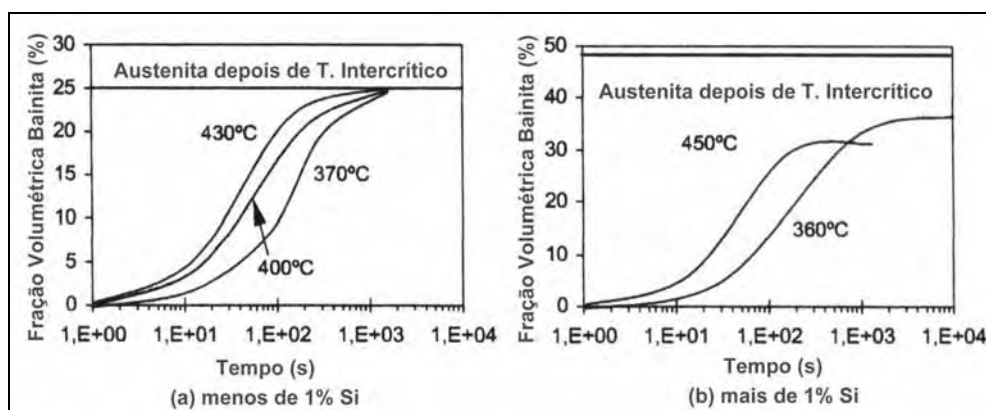


Figura 3.8: Evolução da fração volumétrica de bainita, a partir dos resultados de dilatometria para os aços 0,16%C-0,38%Si-1,30%Mn e 0,29%C-1,40%Si-1,50%Mn, Figura 3.6 a e 3.6 b respectivamente (adaptada de JACQUES E GIRAULT, 1999).

3.3.1 Bainita Formada por Resfriamento Contínuo

Desde que Davenport e Bain (1930) caracterizaram a bainita, as reações bainíticas em aços alto e médio carbono são objeto de estudo de muitos metalúrgicos que tentam aplicar os resultados para transformações isotérmicas em condições de resfriamento contínuo. A faixa de temperaturas para a transformação bainítica se estabelece por vários métodos, um deles é a dilatometria. Pelos diagramas CCT (Transformação por Resfriamento Contínuo) chega-se à conclusão que a estrutura bainítica é obtida em amplas faixas de temperaturas e taxas de resfriamento. Observam-se diversas morfologias de bainita que aparecem após o processo térmico. Para taxas de resfriamento rápido, observa-se estrutura bainítica do tipo “acicular” enquanto que para taxas de resfriamento lento a estrutura obtida é do tipo granular (BRAMFITT E SPEER, 1990).

Freqüentemente, o termo bainita granular é usado para descrever a bainita que aparece durante o resfriamento contínuo com baixa taxa de resfriamento. A indústria utilizou largamente este termo, onde a maioria dos tratamentos térmicos não é de natureza isotérmica. A bainita granular é chamada assim por ter a forma de “grãos”. A principal característica da bainita granular é a ausência de carbonetos. Ao invés de se produzir a precipitação de carbonetos, o carbono que é segregado da ferrita bainítica estabiliza a austenita residual, por isso a microestrutura final contém austenita retida e martensita com alto teor de carbono em adição à ferrita bainítica (HONEYCOMBE E BHADESHIA, 1995).

As microestruturas que aparecem durante resfriamento contínuo, na região de formação de bainita, consistem em uma fase de ferrita acicular associada com carbonetos, martensita, austenita ou perlita, dependendo da difusão e saturação de carbono na austenita.

Diversos trabalhos vêm sendo realizados na tentativa de esclarecer os mecanismos de formação e morfologias de bainitas formadas por resfriamento contínuo. Durante o resfriamento contínuo obtém-se ilhas de austenita retida em uma matriz de ferrita acicular, estrutura semelhante à que Habraken, em 1967, denominou bainita granular. Habraken e Economopoulos (1967) encontraram em seus experimentos estruturas parecidas as denominadas bainita superior e inferior, porém misturadas com o que chamaram bainita granular. Na Figura 3.9 é apresentado como: com baixas taxas de resfriamento se forma bainita granular (Resfr. I), com taxas intermediárias se forma a bainita superior (Resfr. II) e para se obter a bainita inferior é necessário manter-se a uma temperatura isotérmica acima de M_s (Resfr.III).

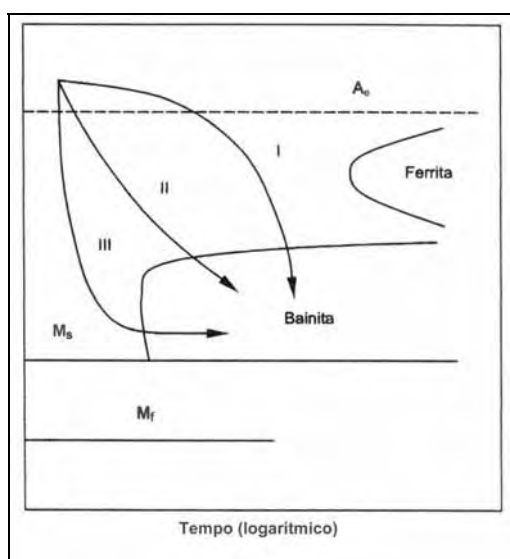


Figura 3.9: Representação esquemática do diagrama CTT apresentando a formação de bainita granular (caminho I), bainita superior (caminho II) e bainita inferior (caminho III) (adaptada de BRAMFITT E SPEER, 1999).

Devido à alta temperatura necessária para a formação da bainita granular, a difusão do carbono na fronteira ferrita-austenita é alta, evitando a precipitação de carbonetos ou cementita. Com altas taxas de resfriamento, aparece um grande

gradiente de concentração de carbono na fronteira ferrita-austenita. Em consequência a essa saturação de carbono, produz-se uma bainita semelhante à bainita superior devido à precipitação de cementita durante o processo de crescimento. Para baixas taxas de resfriamento, o gradiente de concentração de carbono diminui, reduzindo a concentração na fronteira ferrita-austenita, formando-se a bainita granular (isenta de carbonetos). Estes gradientes podem ser observados na representação esquemática na Figura 3.10.

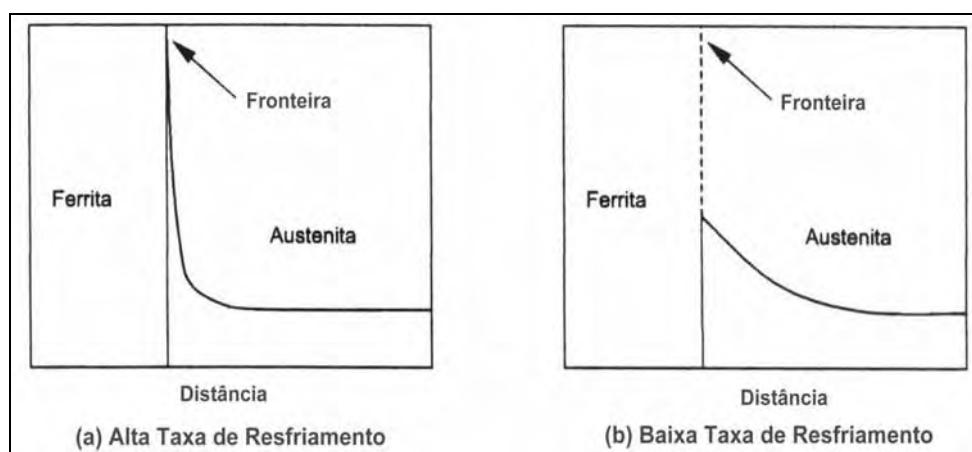


Figura 3.10: Representação esquemática do gradiente de concentração de carbono na fronteira ferrita-austenita durante o crescimento da bainita (adaptada de BRAMFITT E SPEER, 1990).

Nas Figuras 3.11 e 3.12 estão representados os diagramas TTT e CTT para um aço Cu-Ni-Cr-Mo-V, em que estão especificados os três tipos de bainita formadas.

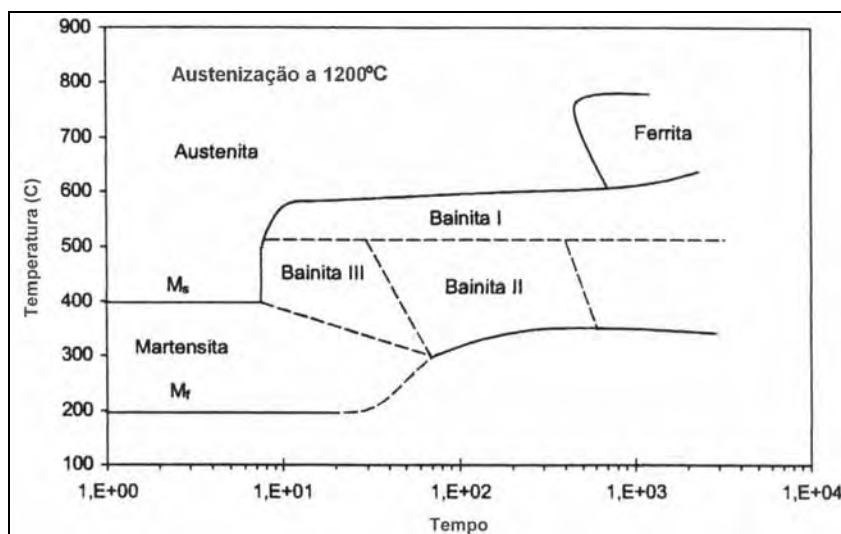


Figura 3.11: Representação esquemática das faixas de temperaturas em que aparecem os três tipos de bainita para um aço Ni-Cr-Mo-V durante resfriamento contínuo (adaptada de OHMORI, KUNITAKE, 1971).

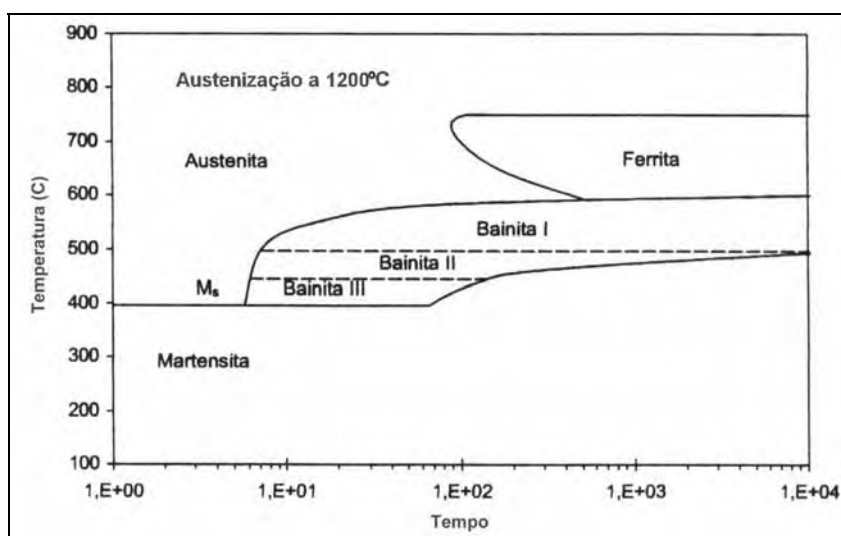


Figura 3.12: Representação esquemática das faixas de temperatura em que aparecem os três tipos de bainita em um aço Ni-Cr-Mo-V durante tratamento isotérmico. (adaptada de OHMORI, KUNITAKE, 1971).

3.4 ATAQUES QUÍMICOS

Os drásticos efeitos nas propriedades mecânicas dos aços multifásicos tornaram o exame metalográfico uma necessidade para se compreender as relações microestruturais com as suas propriedades. Para revelar características de microestruturas específicas, têm sido desenvolvidos numerosos métodos de ataque, dos quais os ataques químicos são os mais amplamente utilizados. Esta técnica utiliza o processo de corrosão controlada, dirigida pelas diferenças eletroquímicas de potencial de oxidação entre áreas de superfície com heterogeneidades químicas e físicas (VANDER VOORT, 1984). O ataque induz a dissolução seletiva ou descoloração ordenada das fases presentes.

Geralmente, os ataques em aço são feitos com Nital (solução de ácido nítrico em álcool etílico), que esboça contorno de grão de ferrita, ferrita-cementita e martensita ou bainita. Quando aços com dispersão muito fina de partículas de martensita incrustadas em uma matriz ferrítica são examinados com microscópio óptico, o ataque com Nital dificilmente apresenta contraste visível. Isto levou ao desenvolvimento de novas e mais adequadas técnicas de coloração de ataques, que permitissem a fácil distinção das fases, colorindo uma ou ambas as fases.

Quando se observam microestruturas através de microscópio eletrônico de varredura (MEV), fazendo uso de elétrons secundários, é necessária a criação de um contraste topográfico entre as diferentes fases através do ataque químico. Nesta situação, o Nital é geralmente utilizado, pois ele ataca preferencialmente a ferrita deixando a austenita e a cementita pouco atacadas. As fases com presença de ferrita como bainita, ferrita e perlita-ferrita são dissolvidas e exibem uma morfologia típica que geralmente permitem seu reconhecimento. A situação torna-se mais complexa

quando a microestrutura apresenta simultaneamente austenita e martensita como fases secundárias. Neste caso, o leve ataque químico conseguido com o Nital, não é seletivo o suficiente para permitir a distinção entre as duas fases. Na pesquisa de aços bifásicos, esta limitação não é crítica, pois a austenita não é considerada a fase principal da microestrutura (YÁÑEZ, 2001).

Com o surgimento do aço de alta resistência e com microestrutura multifásica complexa somente o ataque químico com Nital não é suficiente para revelar distintamente todas fases que são encontradas neste tipo de estrutura.

Behara (1980) trabalhou no melhoramento de contrastes utilizando vários ataques, sendo que o que lhe forneceu melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfito de sódio, chegando assim a uma mistura, que forneceu ótimos resultados, composta por 3g de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$) e 10g de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) diluído em 100ml água destilada. Com este ataque, a martensita aparece branca, a bainita aparece preta e a ferrita aparece marrom. Em muitos casos, os contornos de grão não são fortemente delineados (LEPERA, 1980).

Neste ataque verifica-se que a composição química do material e teve forte influência sobre a estrutura que será revelada e os contornos de grão não ficam sempre bem evidentes; este último problema resolve-se com um pré-ataque de Nital a 2%.

Para aços TRIP, que geralmente apresentam quatro fases, têm sido feitas adaptações dos ataques já utilizados para aços bifásicos, com sucesso. Para uma análise através de microscópio eletrônico de varredura a melhor opção ainda é o Nital. Para diferenciação das fases através de microscópio óptico o ataque que vem sendo empregado com maior sucesso é o reagente denominado LePera (1979) e

LePera Modificado (1980). Este é composto de duas soluções: o reagente I e o reagente II. Utilizam-se 30 ± 2 ml do reagente I (1% de metabissulfito de sódio em água) e 30 ± 2 ml do reagente II (4g ácido pícrico em 100ml de etanol), que são misturados no momento do ataque. O tempo de ataque pode variar de 10 a 20 segundos, dependendo da composição química do aço. O ataque é interrompido com álcool etílico seguido de um jato de ar frio para a secagem da amostra. A amostra é pré-atacada com Nital para delinear os contornos de grãos. Neste ataque, como pode-se observar na Figura 3.13, a ferrita aparece azul-esverdeada, a bainita é marrom e a austenita e a martensita aparecem brancas (LEPERA, 1980). Dependendo da composição química do material essas tonalidades podem variar.

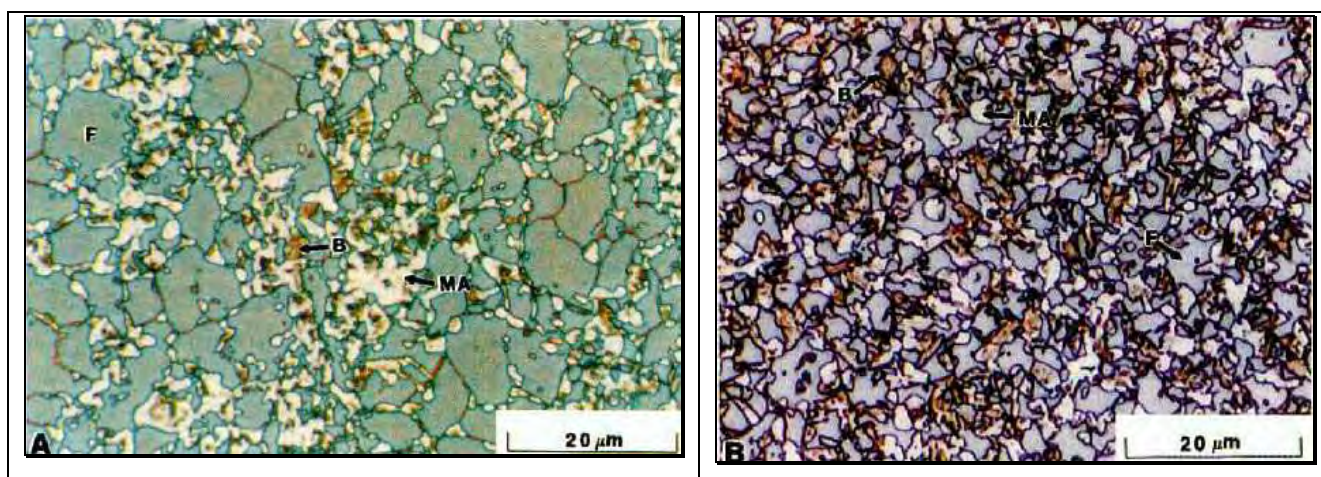


Figura 3.13: Utilização do reagente de LePera para caracterização microestrutural através de microscopia óptica (adaptada de GIRAULT e colaboradores, 1999).

Timokhina, Hodgson e Pereloma (2004) avaliaram a microestrutura de um aço TRIP utilizando nital 2% seguido de ataque químico a quente (*heat tinting*). A microestrutura do aço ilustra a ferrita e a bainita em tons de marrom claro, a austenita, em roxo e a martensita, em azul escuro. Este processo tem como limitação a necessidade de tratamentos térmicos adicionais para caracterização da microestrutura como pode ser observado na Figura 3.14.

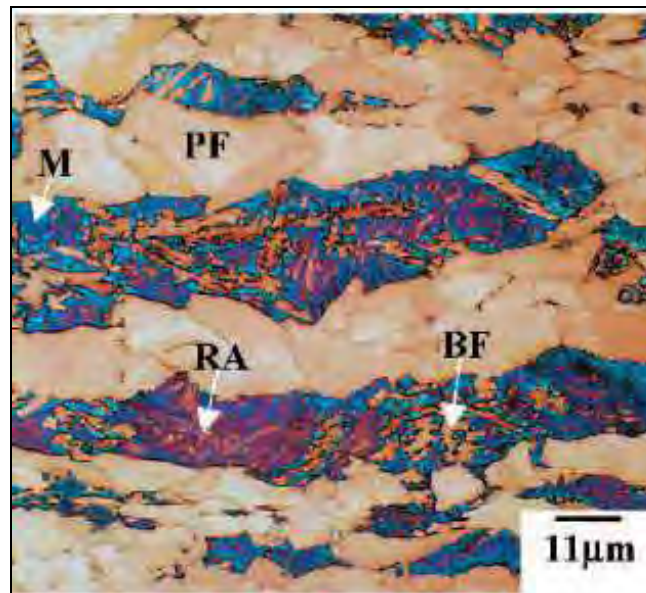


Figura 3.14: Utilização da técnica de *heat tinting* para revelar estrutura de um aço (adaptada de TIMOKHINA, HODGSON E PERELOMA, 2004).

3.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

3.5.1 Ensaio de Impacto

O interesse pelo tipo de fratura foi intensificado durante a Segunda Guerra Mundial quando alguns navios apresentaram fraturas catastróficas, tanto em alto mar quanto no cais. Esses eventos ocorreram mais intensamente nos meses de inverno, mostrando que o aço doce, utilizado nas estruturas, tornava-se frágil em condições especiais. A possibilidade de falha nas soldas foi aventada também como causa possível dos colapsos. O problema gerou várias pesquisas que resultaram no desenvolvimento de testes e métodos de manufatura mais adequados para as condições de serviço. Assim foi desenvolvido o teste de impacto, um dos mais antigos entre os ensaios.

Os dois principais métodos de ensaio de impacto são o Charpy e o Izod. Ambos usam o mesmo aparato para o ensaio.

Para os testes com pêndulo do tipo Charpy e Izod a energia potencial da elevação do martelo transforma-se em energia cinética na descida. Parte desta energia é transformada para o corpo-de-prova, provocando sua ruptura. A energia residual eleva o martelo no movimento de oscilação do pêndulo.

Para cada metal específico, existe uma temperatura crítica, abaixo da qual a fratura é frágil. O campo de transição define a passagem do comportamento frágil para o dúctil. O conhecimento do comportamento de cada material é essencial para objetivos de projeto. A temperatura de transição, em termos simples, é a temperatura abaixo da qual a fratura do material é considerada frágil.

Existem certos conceitos básicos e abordagens que são descritas, para melhor entendimento da questão da temperatura de transição.

Pode-se dividir o comportamento da temperatura de transição dos materiais em três grupos básicos, (Figura 3.15):

- os metais com estrutura cfc de baixa e média resistência e a maioria dos que possuem estrutura hexagonal compacta, cuja tenacidade ao entalhe é alta e, portanto, não apresentam fratura frágil.

- materiais de elevada resistência, como aços de alta resistência e ligas de alumínio e titânio, que possuem baixa tenacidade ao entalhe e, portanto, podem ter fratura frágil dentro do regime elástico em qualquer temperatura e taxa de deformação. Em baixas temperaturas a fratura ocorre por clivagem. Em altas temperaturas a fratura é do tipo ruptura de baixa energia.

- materiais com estrutura ccc de baixa e média resistências e materiais cerâmicos, que apresentam grande dependência da temperatura. Em baixas temperaturas a fratura é frágil. Em altas temperaturas a ruptura é dúctil. Existe, portanto uma transição no comportamento da fratura de frágil para dúctil com o aumento de temperatura. Genericamente pode ser dito que para os metais a transição ocorre para valores entre 10 e 20% da temperatura absoluta de fusão. Para materiais cerâmicos este valor fica entre 50 e 70% (página CIMM, Internet, 2007).

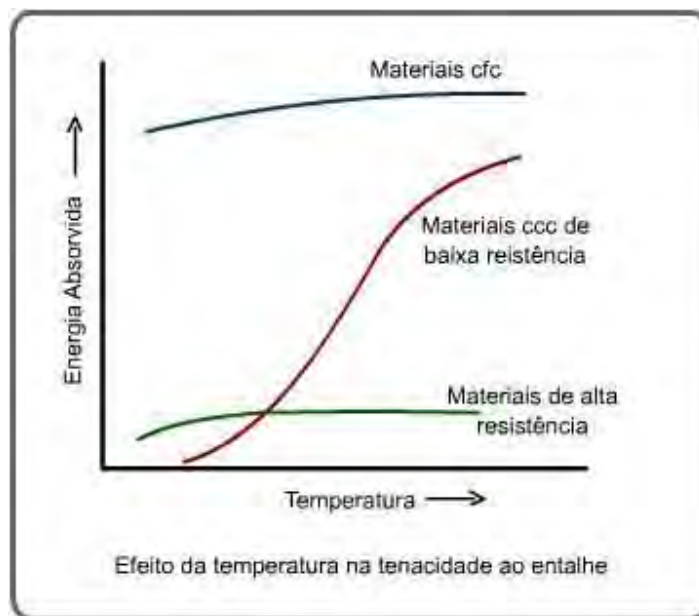


Figura 3.15: Efeito da temperatura na tenacidade (adaptada da página CIMM, Internet, 2007).

3.5.2 Critérios para Determinação da Temperatura de Transição

Para efeito prático de projeto, o conhecimento da temperatura de transição é essencial, pois a partir dela pode-se planejar as condições de serviço de forma a não ocorrer fratura frágil do componente projetado, por exemplo, a determinação da temperatura de transição para a tubulação que irá transportar óleo e gás natural sob altas pressões por grandes distâncias requer ensaio de Charpy (SHIN, 2006).

Existem vários critérios para estabelecer a temperatura de transição para um material. O critério mais simples e mais seguro é estabelecer a temperatura do patamar superior da curva de energia, com 100% de fratura fibrosa (ausência de clivagem). Este é o ponto representado por **T1** na Figura 3.16. O critério é denominado **FTP** (*Fracture Transition Plastic*) ou transição para fratura plástica. Este critério usa uma larga margem de segurança o que o torna impraticável para muitas aplicações (página CIMM, Internet, 2007).

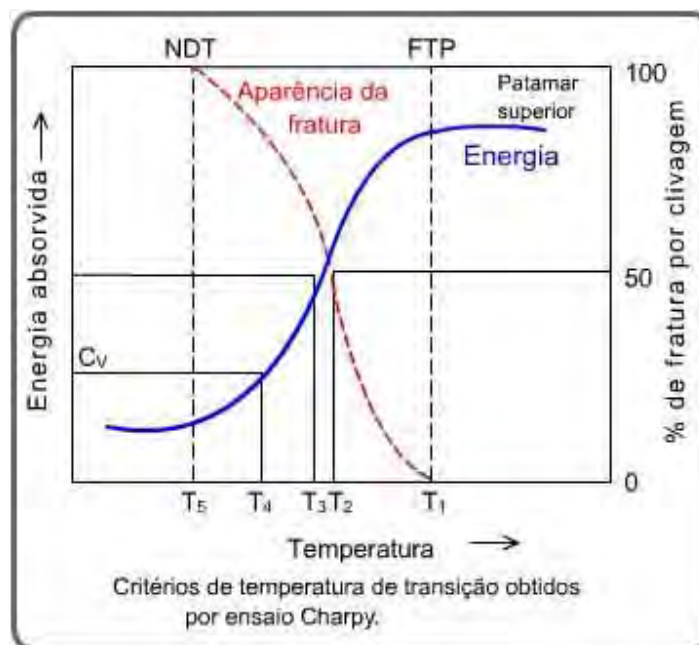


Figura 3.16: Critérios de temperatura de transição obtidos por ensaio Charpy (adaptada de SOUZA, 1982).

Um critério menos rígido define a temperatura de transição, **T2**, para 50% de fratura dúctil (ou frágil). A temperatura T2 é denominada temperatura de transição de aparência de fratura **FATT** (*Fracture Appearance Transition Temperature*). Observações têm mostrado que para níveis de fratura por clivagem menores que 70%, a probabilidade da falha ocorrer em temperaturas iguais ou superiores a FATT é muito pequena, para tensões não superiores à metade do valor de escoamento (SOUZA, 1982).

Uma outra aproximação para a temperatura de transição **T3** é a média entre os valores do patamar superior e inferior (SOUZA, 1982).

Outro critério é a temperatura de transição de ductilidade **T₄** associada com um valor arbitrário de energia absorvida C_v (ver Figura 3.16), estabelecido com base na experiência de ensaios Charpy. Por exemplo, este valor de energia foi fixado em 2,1 kgf.m para aços de baixa resistência, com base em inúmeros testes realizados com chapas para navios durante a Segunda Guerra. Isto significava que a fratura frágil não começaria se a energia absorvida tivesse o citado valor, na temperatura de ensaio. A temperatura de transição correspondente é um critério aceitável, entretanto o valor da energia especificado no exemplo não tem significado para outros materiais (SOUZA, 1982).

Por último, um critério mais acurado é fixar a temperatura de transição, **T₅**, como sendo aquela na qual a fratura ocorre 100% por clivagem. Esta referência é conhecida como a temperatura de ductilidade nula NDT (*Nil Ductility Temperature*). Este ponto corresponde ao início de fratura praticamente sem nenhuma deformação plástica prévia. A probabilidade de fratura dúctil abaixo desta temperatura é zero (SOUZA, 1982).

Apesar de vários fatores influenciarem o modo de fratura dos materiais, a temperatura é um dos fatores que têm grande influência. Para materiais puros, a transição dúctil-frágil deve ocorrer a uma temperatura determinada. Porém para muitos materiais essa transição ocorre em uma ampla faixa de temperaturas e depende da composição específica de cada material.

O comportamento dúctil dos materiais vem acompanhado de deformação plástica e absorção de energia. A capacidade de absorver energia durante a deformação depende de sua estrutura interna. No caso dos materiais metálicos e suas ligas, o fluxo plástico que possibilita sua deformação é consequência do movimento das discordâncias. Este movimento por sua vez está relacionado com o número de sistemas de escorregamento que se encontram ativos a uma dada temperatura. É por

isso que a combinação temperatura – tipo de estrutura cristalina, determina a faixa de temperaturas que poderá ocorrer a transição dúctil-frágil. A Figura 3.17 mostra que a fratura é dúctil nas bordas e frágil no centro (ORTEGA, 2006).

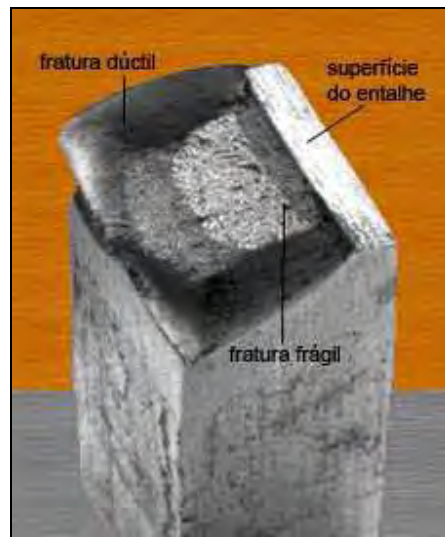


Figura 3.17: Representação da fratura obtida após ensaio de Charpy (adaptada de ORTEGA, 2006).

O ensaio de impacto é bastante utilizado pela indústria naval e bélica, e principalmente nas estruturas que deverão suportar baixas temperaturas.

Três fatores contribuem para o surgimento da fratura frágil em materiais que são normalmente dúcteis à temperatura ambiente:

- Alta concentração de tensões (estado triaxial de tensões);
- baixa temperatura e
- velocidade de deformação elevada.

Esses três fatores não precisam atuar necessariamente ao mesmo tempo para produzir fratura frágil. Seu estado triaxial de tensão que ocorre em trincas, entalhes, fendas internas ou grande variação de geometria juntamente com baixas

temperaturas foram responsáveis por muitas situações de fratura frágil em serviço. Portanto, aços com alta temperatura de transição são mais prováveis de se comportarem como frágeis durante a fabricação ou em serviço. Desta forma, os aços com baixa temperatura de transição são mais prováveis de se comportarem como dúcteis. Este é o motivo pelo qual os aços de baixa temperatura de transição são preferidos para serviços que envolvam severas concentrações de tensões, carregamento de impacto, baixas temperaturas ou a combinação das três (HERTZBERG, 1989, apud SANTANA, 2004).

Landes (1995) afirma que para o projeto de estruturas e componentes é conveniente trabalhar no patamar superior, em que o comportamento do material será totalmente dúctil e assim pode-se aceitar a existência de trincas. Na maioria das vezes a falha da estrutura dá-se não por um evento frágil, mas sim por evento dúctil, precedido de crescimento estável das trincas existentes.

Hausild (2002) constatou em seus experimentos que a forma de fratura por clivagem é observada macroscopicamente nos tipos de fratura frágil, levando a baixos valores de tenacidade e/ou energia de impacto, tendo pouca evidência de deformação plástica. Porém, microscopicamente esta fratura é induzida por carbonetos duros, ou por algum mecanismo de discordância, e por esta razão a deformação plástica ocorre somente localmente através de um gatilho de clivagem. Por outro lado, a fratura por “dimples” é comumente assumida em fraturas dúcteis, levando a altos valores de tenacidade e/ou energia de impacto, e uma grande deformação. A deformação plástica é necessária para ambos para o crescimento dos grãos e coalescimento dos alvéolos criados pela fratura por “dimples”, mas a deformação plástica pode estar localmente confinada e uma pequena manifestação de ductilidade aparece em escala macroscópica. Isto mostra que macroscópica e microscopicamente as fraturas são semelhantes, mas não necessariamente idênticas.

Pode-se observar na Figura 3.18 que a fratura teve início em uma pequena inclusão no centro da fotomicrografia.

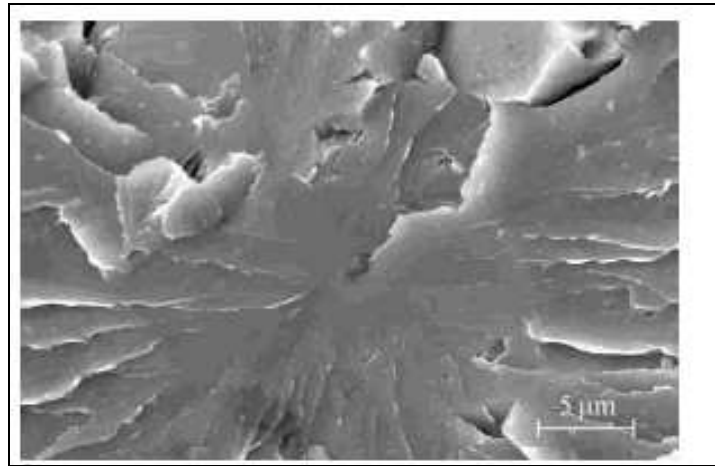


Figura 3.18: Inclusão localizada no centro da fratura (adaptada de HAUSILD e colaboradores, 2002).

3.5.3 Ensaio de Tração

A curva tensão-deformação é uma descrição gráfica do comportamento de deformação de um material sob carga de tração uniaxial. A curva é obtida no chamado ensaio de tração. O ensaio consiste em carregar um corpo-de-prova, submetendo-o a uma carga de tração que aumenta gradativamente. Os valores de carga e deslocamento são medidos continuamente ao longo do ensaio e com os mesmos são traçadas as curvas de comportamento.

Máquinas e equipamentos convencionais utilizados no ensaio de tração podem ser combinadas com equipamentos auxiliares que geram a curva de comportamento, tomando os valores de engenharia tanto para a tensão como para a deformação. Existem duas possibilidades de curvas para este tipo de ensaio: a curva proveniente de materiais dúcteis e de materiais frágeis, que infere sobre o tipo de fratura que acontecerá após o rompimento do corpo-de-prova.

Pode-se observar que para um mesmo aço com modificações apenas nos tratamentos térmicos as propriedades são diferentes, modificando os micromecanismos de fratura, como pode-se observar na Figura 3.19. Os tratamentos sofridos pelas amostras estão representados esquematicamente na Figura 3.20.

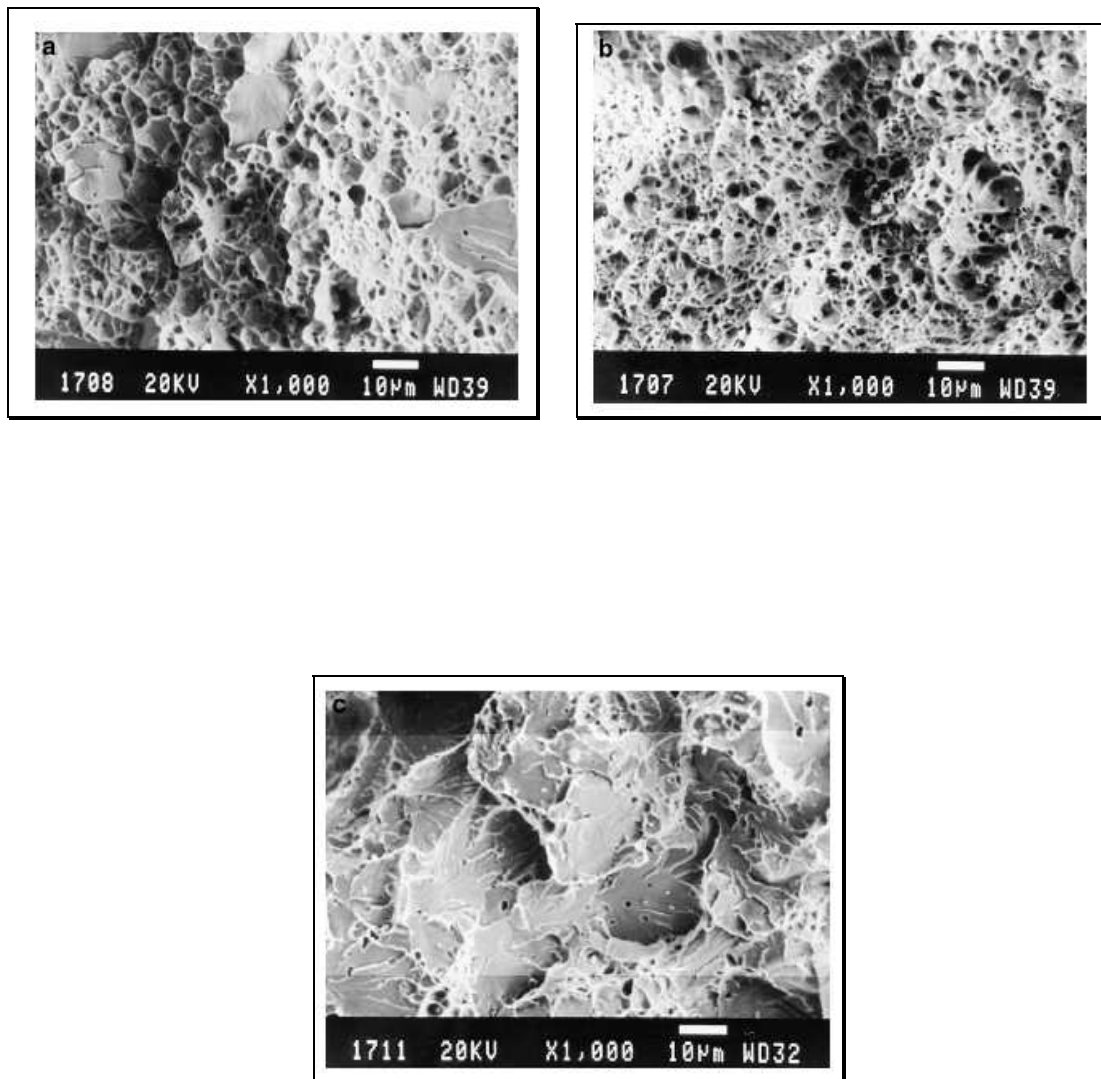


Figura 3.19: Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos corpos-de-prova de tração rompidos, de um aço com 0,097%. (a) fratura totalmente dúctil com poucas áreas de clivagem; (b) fratura completamente dúctil marcada por *dimples*; (c) fratura totalmente frágil marcada por clivagem (adaptada de BAYRAM, 1999).

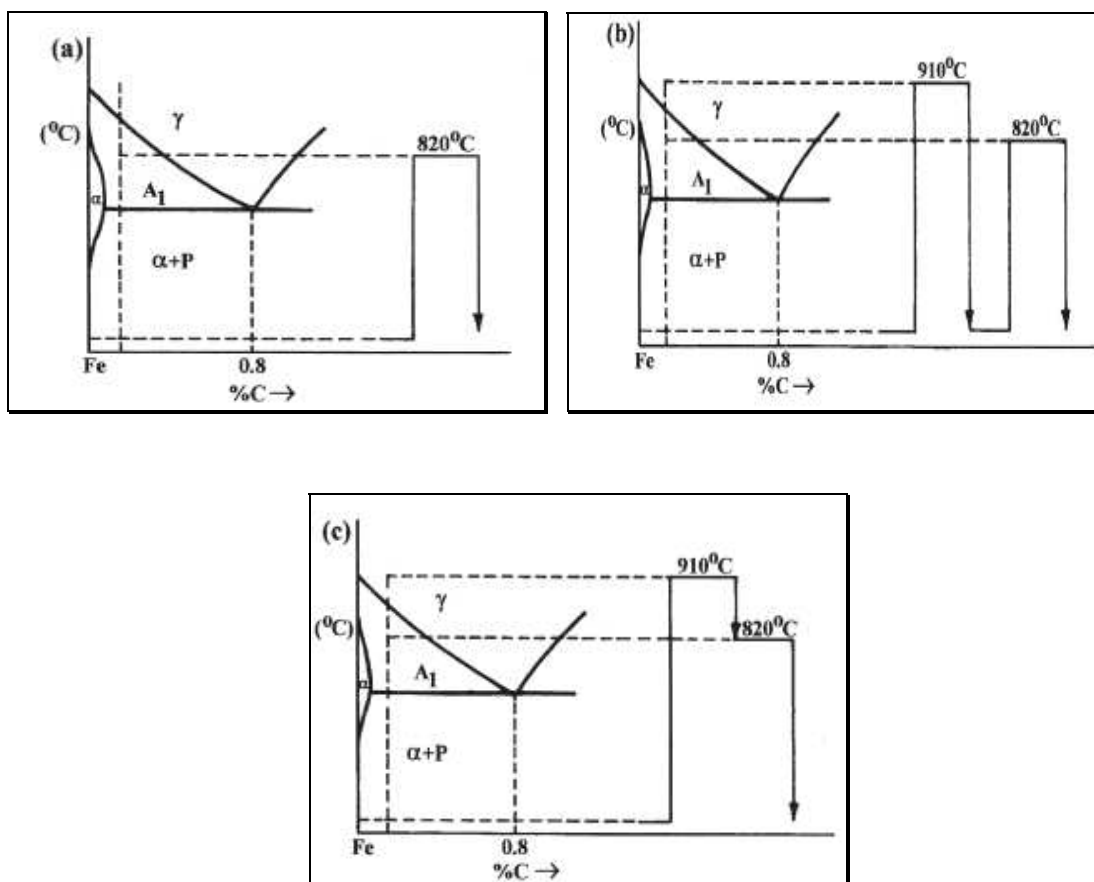


Figura 3.20: Representação esquemática dos tratamentos térmicos realizados nas amostras de tração, em (a) normalização, (b) têmpera intercrítica e em (c) têmpera em degrau (adaptada de BAYRAM, 1999).

Hosseini e colaboradores (2004) desenvolveram uma “rede neural artificial” para conseguir a microestrutura e as propriedades mecânicas obtidas de um tratamento térmico para um aço TRIP de baixo carbono e baixo silício. Ou seja, sabendo quais propriedades são importantes para o desenvolvimento de determinado produto o sistema desenvolvido dará a rota de tratamento térmico ideal para a obtenção dessas propriedades. Após o treinamento da rede neural artificial, foi possível alimentar o sistema com informações para a realização dos tratamentos térmicos. Foram realizados ensaios de tração para verificação das propriedades desejadas e os resultados ficaram muito próximos do esperado.

Para os aços, a uniformidade da deformação termina no momento em que é atingida a carga máxima suportada pelo material. Após isso, começa a aparecer o fenômeno da estricção ou diminuição da seção do corpo-de-prova. A ruptura sempre ocorre na região estrita do material a menos que exista um defeito interno no material fora dessa região, e que este promova a ruptura do mesmo (NICOLETTI, 2004).

O ensaio de tração é amplamente utilizado devido a sua simplicidade e ao grande número de informações obtidas. Existem várias normas que o regulamentam, tornando-o ainda mais confiável.

3.6 MICROSCOPIA

A observação das estruturas encontradas na natureza puderam ser melhor entendidas quando desenvolveu-se o microscópio óptico. Desde 1863 quando Sorby apresentou à *Royal Society* suas observações sobre as estruturas dos aços, a microscopia óptica esteve sempre presente no conjunto das tecnologias e de campos da ciência que se juntaram no que é conhecido hoje como Ciência e Engenharia dos Materiais.

Durante a fase de produção ou análise de materiais, inúmeras vezes faz-se necessário analisar sua microestrutura. Esta análise microestrutural é muito importante, pois permite entender as correlações microestrutura – defeitos – propriedades, assim como prever as propriedades do material quando estas correlações são estabelecidas.

As técnicas mais usadas são microscopia óptica e eletrônica. Ambas são descritas a seguir.

3.6.1 Microscopia Óptica

Na microscopia óptica o contraste da imagem é o resultado da diferença de refletividade da luz nas diversas regiões da microestrutura, uma vez que o sistema é constituído basicamente pela fonte de iluminação e do sistema de lentes. Para materiais opacos à luz visível, como é o caso dos metais, da maioria dos cerâmicos e polímeros, somente a superfície pode ser observada, sendo necessária sua prévia

preparação de modo a revelar detalhes da microestrutura como pode ser observado no esquema da Figura 3.21.

Uma limitação da microscopia óptica é o aumento máximo conseguido que fica em torno de 2000 vezes. Conseqüentemente, pequenos detalhes estruturais não são detectados por essa técnica.

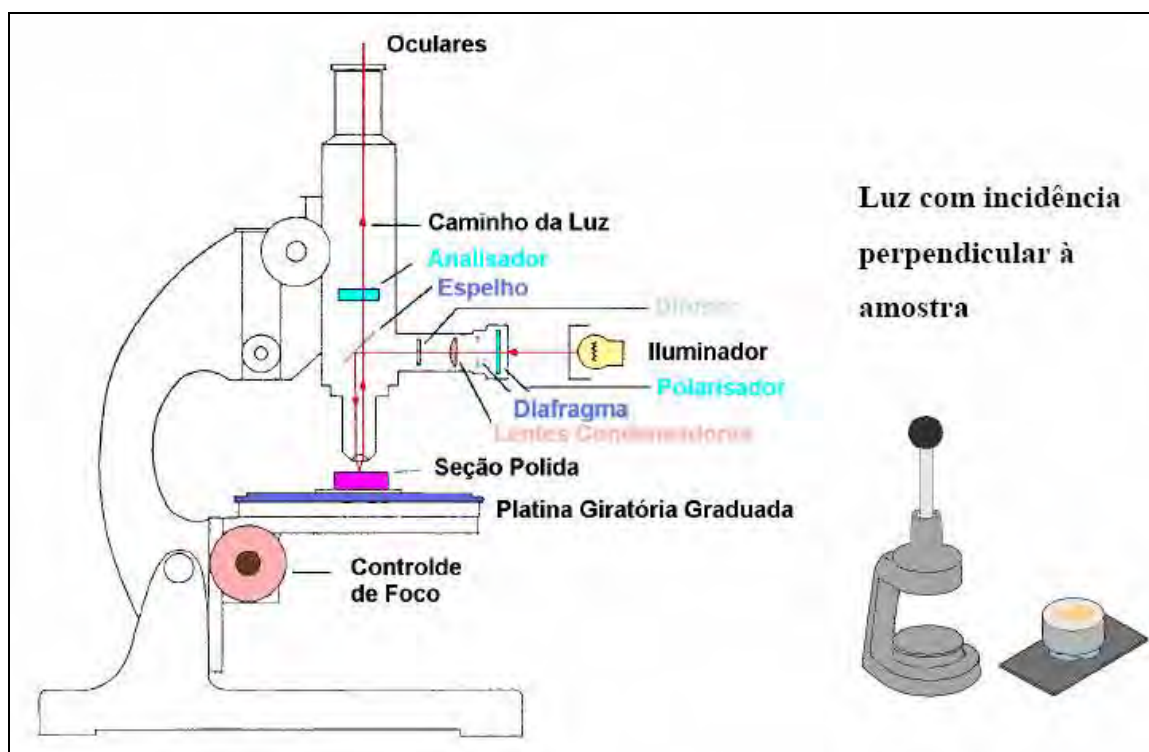


Figura 3.21: Esquema de um microscópio de luz refletida. No detalhe a prensa usada para alinhar as amostras (adaptada de GOLDENSTEIN, página Internet, 2007).

3.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Com os avanços tecnológicos, pesquisadores e cientistas têm necessidade de observar, analisar e explicar corretamente os fenômenos que ocorrem na escala micrométrica e até submicrométrica. Surgiu então a microscopia eletrônica de varredura como a técnica mais adequada para estes casos, pois permite alcançar aumentos muito superiores ao da microscopia óptica. Dependendo do material pode-se atingir até 900.000 vezes; porém, para a análise de materiais normalmente utiliza-se um aumento de até 10000 vezes.

No caso do microscópio eletrônico de varredura a área a ser analisada é irradiada por um feixe de elétrons ao invés da radiação da luz, como na microscopia óptica. Como resultado da interação do feixe de elétrons com a superfície da amostra, é emitida uma série de radiações como: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X característicos, elétrons Auger, como observado na Figura 3.22. Estas radiações captadas corretamente fornecerão as informações de topografia da superfície, composição, cristalografia, (Figura 3.23).

Na microscopia eletrônica de varredura os sinais de maior interesse para a formação da imagem são os elétrons secundários e os retroespalhados como na Figura 3.24. À medida que o feixe de elétrons primários vai varrendo a amostra estes sinais vão sofrendo modificações de acordo com as variações da superfície. Os elétrons secundários fornecem imagem de topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os retroespalhados fornecem imagem características de variação de composição.

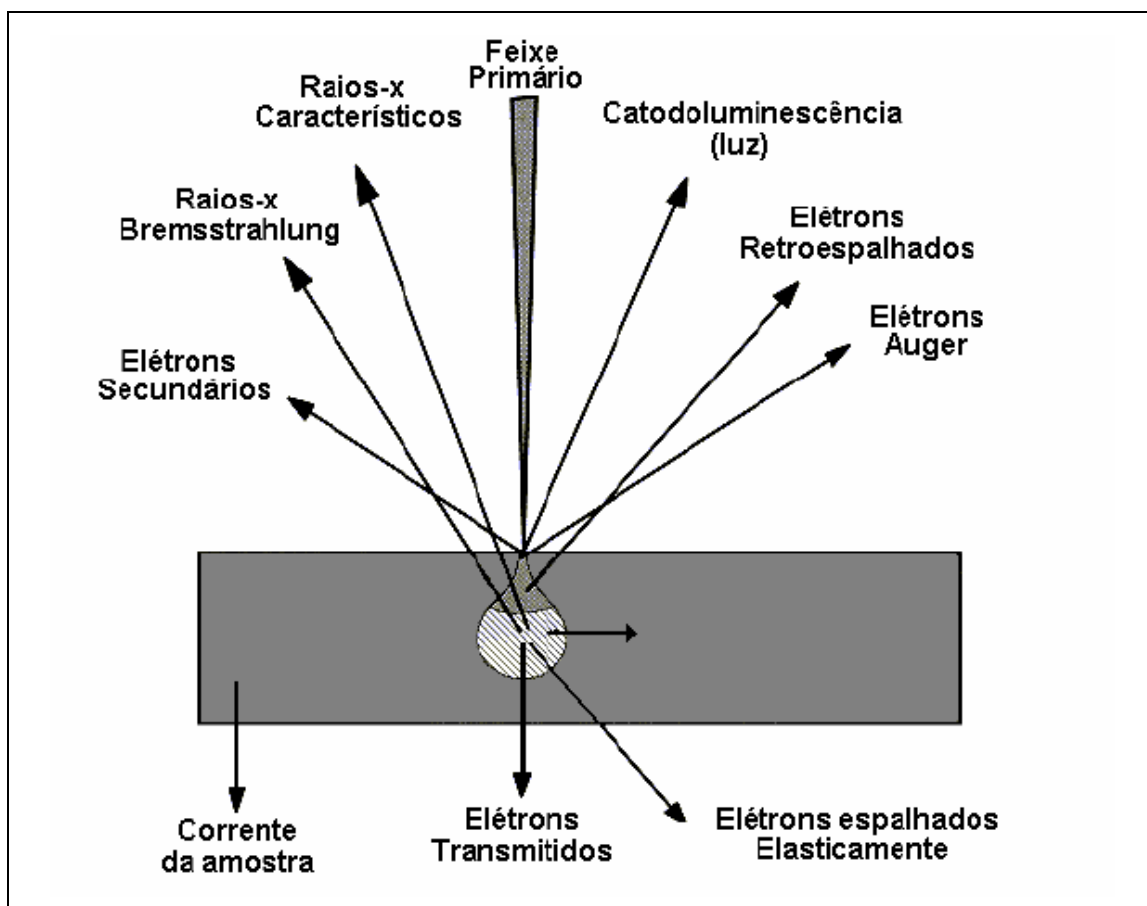


Figura 3.22: Origem de alguns sinais e volume de interação (adaptada de MALISKA, página Internet, 2007).

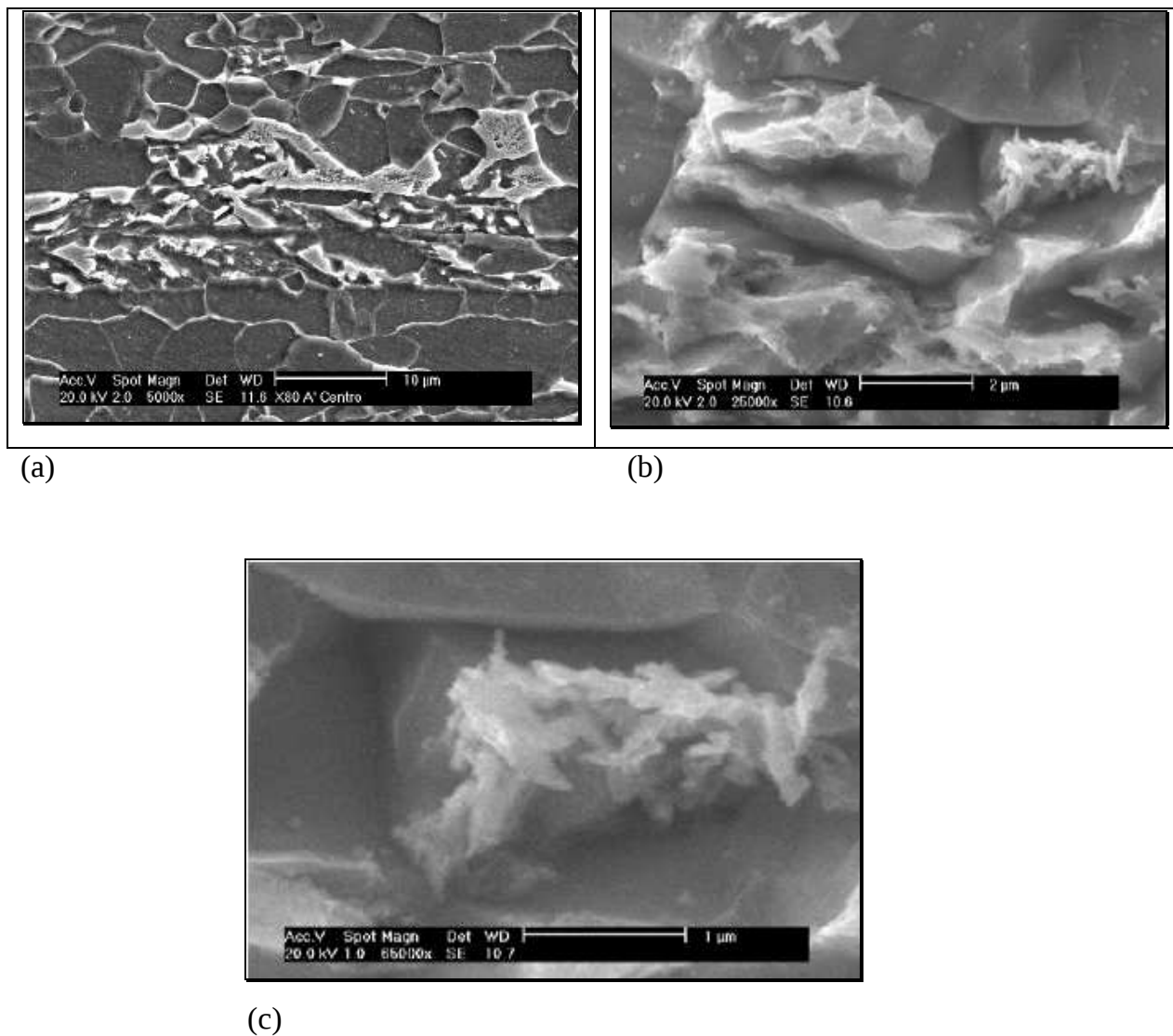


Figura 3.23: Informações sobre a superfície e estrutura do aço API 5L X80, (a) com aumento de 5000 vezes tem-se regiões de ferrita e carbonetos (bainita ou perlita fina) e constituinte MA. (b) detalhe do microconstituente MA com aumento de 25000x. (c) o mesmo constituinte MA com aumento de 65000x (adaptada de RAMÍREZ, 2007).

Como resultado das interações elásticas e inelásticas pode-se tornar um elétron retroespalhado, com energia máxima igual à energia do elétron primário. Também há ocorrência de ionização com a produção de elétrons em todo o volume de interação (Figura 3.22). Os elétrons produzidos deixam o material com uma

energia média de 2 a 5 eV. Esses elétrons são chamados elétrons secundários e são provenientes de uma região de pequena profundidade, cerca de 1 nm para metais e 10 nm para o carbono (MALISKA, página Internet, 2007).

Elétrons secundários são elétrons ejetados de átomos da amostra devido a interações inelásticas dos elétrons energéticos do feixe primário com elétrons pouco energéticos da banda de condução nos metais ou de valência nos semicondutores e isolantes. Por definição, os elétrons que são emitidos da amostra com energia inferior a 50 eV são chamados de elétrons secundários. Portanto, os elétrons secundários são definidos somente com base na sua energia cinemática. Dentro desta faixa de energia sempre existirão alguns elétrons retroespalhados que perderam quase toda a sua energia, mas como a sua contribuição é pequena eles podem ser ignorados.

3.6.3 Microscopia de Força Atômica

A microscopia de força atômica faz parte de uma família de técnicas usadas para medir propriedades de superfícies de sólidos e filmes finos. A principal destas propriedades é a topografia, embora muitas outras possam ser medidas. A técnica de microscopia de força atômica derivou da invenção do Microscópio de Tunelamento (STM – *Scanning Tunneling Microscope*) que possui como característica principal a proximidade entre uma ponta de prova e a superfície que está sendo analisada, proximidade que é alguns nanômetros.

O AFM, ou microscópio de força atômica, ou ainda, SFM (*Scanning Force Microscope*), pode ser operado de diversos modos. Entretanto, seu princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte (de 100 a 200 μm de

comprimento) em cuja extremidade livre está montada a sonda. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra. As diferentes técnicas fornecem diversas possibilidades para fazer imagens de diferentes tipos de amostras e para gerar uma ampla gama de informações. Os modos de obter as imagens, também chamados modos de varredura ou de operação, referem-se fundamentalmente à distância mantida entre a sonda (que se denomina ponteira) e a amostra, no momento da varredura, e às formas de movimentar a ponteira sobre a superfície a ser estudada. A detecção da superfície realiza-se visando a criação de sua imagem. Existem vários modos possíveis de fazer imagens, devido às diferentes interações em função da distância entre a ponteira e a amostra, assim como ao esquema de detecção utilizado. A escolha do modo apropriado depende da aplicação específica que se deseja fazer.

O AFM opera medindo as forças entre a ponteira e a amostra que dependem de diversos fatores, por exemplo, dos materiais que compõem a amostra e a ponteira, da distância entre elas, da geometria da ponteira e de qualquer tipo de contaminação que houver sobre a superfície da amostra.

Quando a ponteira se aproxima da amostra, é primeiramente atraída pela superfície, devido a uma ampla gama de forças atrativas existentes na região, como as forças de *Van der Waals*. Esta atração aumenta até que, quando a ponteira aproxima-se muito da amostra, os átomos de ambas estão tão próximos que seus orbitais eletrônicos começam a se repelir. Esta repulsão eletrostática enfraquece a força atrativa à medida que a distância diminui. A força anula-se quando a distância entre os átomos é da ordem de alguns nanômetros (da ordem da distância característica de uma união química). Quando as forças se tornam positivas, pode-se dizer que os átomos da ponteira e da amostra estão em contato e as forças repulsivas acabam por dominar.

A ponteira é apoiada num suporte chamado *cantilever* que pode ter forma de **V** ou de haste, em geral retangular. A força que a amostra exerce sobre a ponteira é determinada pela deflexão do *cantilever*, dada pela lei de Hooke $F = -k x$, sendo x o deslocamento do *cantilever* e k a sua constante de mola própria, determinada pelas características de construção. O *cantilever* possui duas propriedades importantes: a constante de mola e sua frequência de ressonância. A primeira determina a força entre a ponteira e a amostra quando estão próximas e é determinada pela geometria e pelo material utilizado na construção do *cantilever*.

Os modos de obter imagens podem ser classificados em dois tipos – operação em contato ou em não-contato – dependendo das forças líquidas entre a ponteira e a amostra. Quando o aparelho é operado na região atrativa, o método chama-se não-contato. Nesta região, o *cantilever* de AFM enverga-se na direção da amostra. A operação na região repulsiva chama-se contato e o *cantilever* dobra-se, afastando-se da amostra. Na Figura 3.25 é representada a deflexão do *cantilever* em ambos modos. No modo de não-contato ele é atraído pelas forças de capilaridade da camada de contaminação ou pelas forças de Van der Waals, quando a amostra é limpa. No modo de contato, vê-se como a deflexão do *cantilever* é na direção oposta à da amostra. Na Figura 3.24 pode-se observar uma imagem obtida pelo modo de operação de contato.

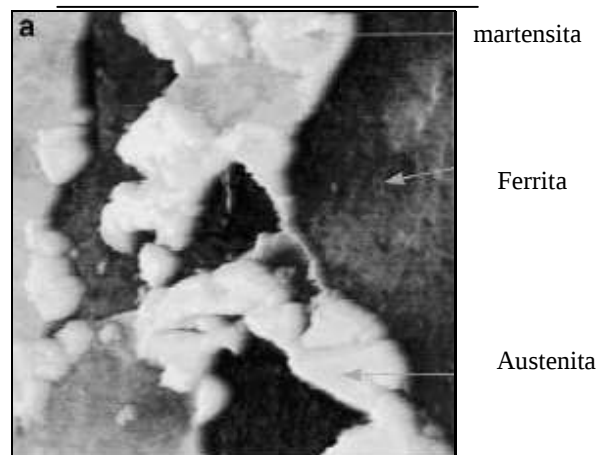


Figura 3.24: Microscopia de força atômica de um aço multifásico de baixo carbono (adaptada de YÁÑEZ, 2001).

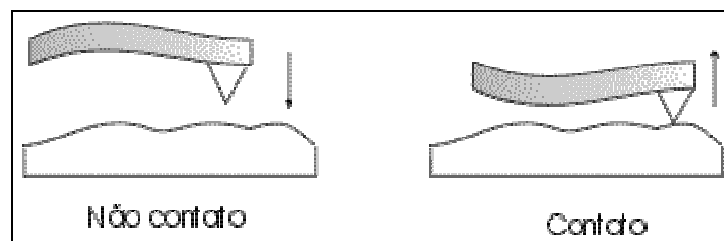


Figura 3.25: Deflexão do cantilever operando em não-contato e em contato (adaptada de ZANETTE, 1997).

Na Figura 3.26 estão representadas as duas regiões que determinam os modos de operação do AFM.

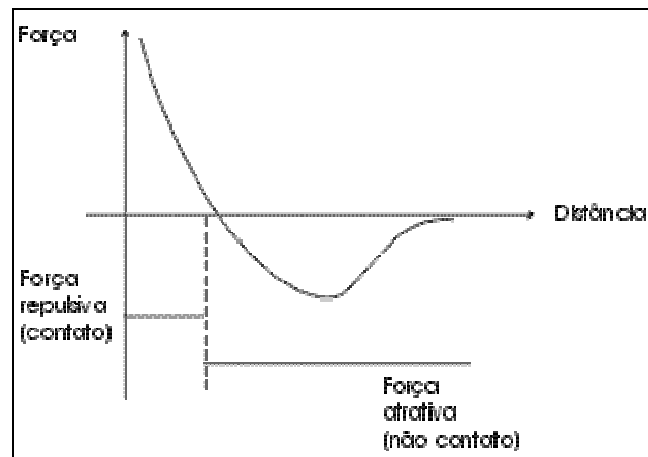


Figura 3.26: Regimes de operação (adaptada de ZANETTE, 1997).

Alves e colaboradores (2005) utilizaram uma das ferramentas da microscopia de força atômica, e observaram a topografia tridimensional das lamelas da estrutura de perlita localizadas no centro da Figura 3.27. Para a criação da topografia é necessário um ataque químico que, no caso dos aços, é muito usado o Nital.

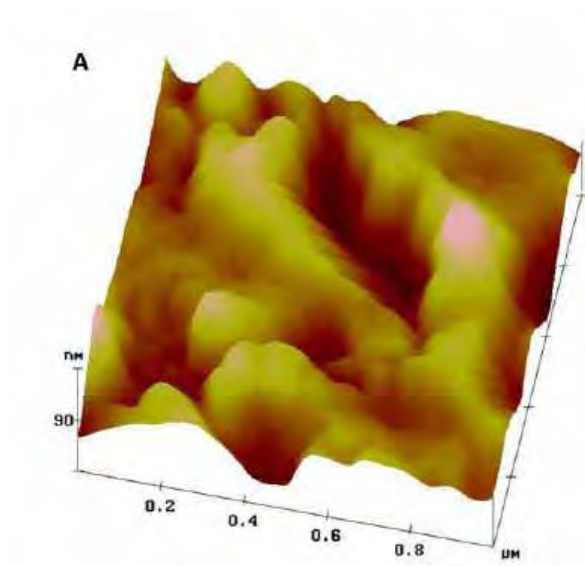


Figura 3.27: Imagem topográfica tridimensional obtida através de AFM (adaptada de ALVES et al., 2005).

Furnémont et al. (2002) utilizaram a microscopia de força atômica para diferenciar as fases de ferrita e austenita pela nanodureza das fases. Para isto foi usado um transdutor adaptado ao microscópio de força atômica para controlar os movimentos no eixo Z e ainda controlar a intensidade da força aplicada durante a indentação. Os triângulos localizados nas regiões indicadas pelas letras A (austenita) e F (ferrita) na Figura 3.28 são as marcas que ficam no material após a retirada da força.

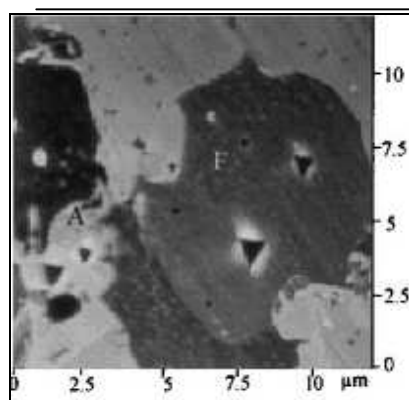


Figura 3.28: Indentação deixada na microestrutura do aço (adaptada de FURNÉMONT et al., 2002).

CAPÍTULO 4 MATERIAIS E MÉTODOS

4. 1 MATERIAIS

O material utilizado neste trabalho foi fornecido pela Confab Tubos S. A. ao Departamento de Materiais e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista “ Júlio de Mesquita Filho “ – UNESP. O material pode ser definido como um aço microligado com baixo teor de carbono. O aço foi produzido pela USIMINAS – Usina Siderúrgica de Minas Gerais S.A, e sua composição química é dada pela Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Composição química do fornecedor.

C (%)	Si (%)	P (%)	Ti (%)	Mn (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Al (%)	V (%)	Cu (%)	Nb (%)
0,038	0,29	0,011	0,003	1,35	0,04	0,04	0,01	0,028	0,07	0,02	0,045

4.2 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A composição química do material foi verificada no Laboratório Metalúrgico da Empresa Amsted-Maxion, no equipamento Espectrômetro de Emissão Óptica, fabricado pela ARL, modelo 3460, de 30 canais, como representado na Figura 4.1.



Figura 4.1: Espectrômetro de Emissão Óptica, fabricado pela ARL modelo 3460 de 30 canais.

As amostras são padronizadas para este procedimento, pois o porta-amostras não é muito grande. Então, torna-se necessário manter um padrão para a calibração do equipamento (Figura 4.2).



Figura 4.2: Amostras padronizadas.

A amostra deve estar com a superfície livre de oxidação, trincas e umidade para a análise (queima). Para o preparo da superfície pode-se utilizar uma lixadeira com grana #40 ou #60. Em aplicações em que o nitrogênio deve ser detectado, as amostras devem ser preparadas por meio de retífica.

A amostra é colocada em uma câmara com vácuo purgada com argônio, em que está localizado um queimador a laser que é usado para queimar a amostra localmente, (Figura 4.3). A partir desta atmosfera o software acoplado à máquina obtém a análise química do material.

Durante a queima cada elemento emite um comprimento de onda que é captado e comparado com um comprimento de onda padrão, gerado por uma lâmpada padrão dentro do equipamento. Por sua vez, este padrão que é gerado para os elementos de liga também é comparado a uma curva-padrão. Cada vez que uma queima é realizada há a emissão de onda de cada elemento de liga presente no material, e esta comparação é feita para verificar a composição em questão. Para cada amostra são realizadas duas queimas e trabalha-se com a média dos valores obtidos.

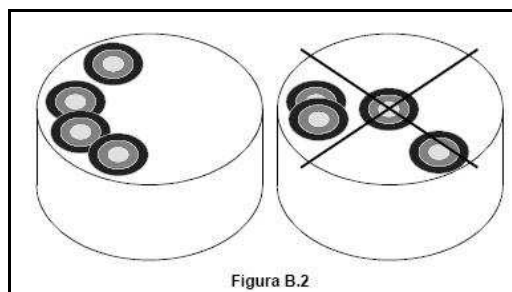


Figura 4.3: Marcas deixadas pelo queimador na amostra.

4.3 CORPOS-DE-PROVA

4.3.1 Confeção dos Corpos-de-prova para Ensaio de Tração.

O material foi fornecido em forma de anéis, nas seguintes dimensões nominais:

- a) Espessura: 15,85 mm.
- b) Diâmetro interno: 6800 mm.
- c) Diâmetro externo: 7150mm.

No total foram usinados 24 corpos-de-prova para ensaio de tração, no Laboratório de Usinagem do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia – Campus de Guaratinguetá – UNESP, utilizando-se uma fresadora, marca Bridgeport, com comando numérico computacional, extraídos no sentido de laminação do aço.

As dimensões dos corpos-de-prova, segundo a norma ASTM E8M, estão representadas na Figura 4.4.

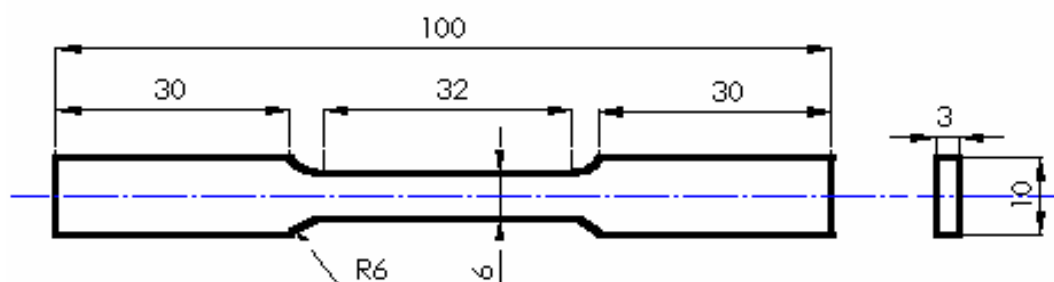


Figura 4.4: Representação esquemática do corpo-de-prova para ensaio em tração (dimensões em milímetros).

Todos os corpos-de-prova, anteriormente à realização dos ensaios, foram lixados para a remoção da camada de óxidos, formados pela oxidação do ferro em contato com a atmosfera. Obtém-se assim, uma amostra de melhor acabamento superficial com menores níveis de concentrações de tensão e, conseqüentemente, menos susceptível a nucleações de trincas em pontos indesejáveis, o que poderiam causar distorções nos resultados dos ensaios. As seqüências das lixas utilizadas foram de granulometria 100 até 600. De cada condição dos corpos-de-prova manufaturados para o ensaio de tração foram retiradas amostras a serem utilizadas na análise metalográfica.

4.3.2 Confeção dos Corpos-de-prova para Ensaio de Impacto.

No total foram usinados 250 corpos-de-prova no Laboratório de Usinagem do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia – Campus de Guaratinguetá – UNESP, seguindo as dimensões normalizadas para o ensaio. Os corpos-de-prova foram usinados em uma fresadora ferramenteira, de marca Bridgeport, com comando numérico computacional, e o entalhe aberto por eletroerosão. Este procedimento é de extrema importância visto que, com a usinagem do entalhe por eletroerosão, consegue-se um acabamento adequado, sem rebarbas ou encruamento de uma região específica. Obtém-se, assim, uma geometria perfeita a 45°, favorecendo a concentração de tensões e a nucleação da fratura no vértice da região eletroerodida, ou seja, com o controle da região do corpo-de-prova a ser fraturado.

As dimensões dos corpos-de-prova, segundo a norma ASTM A370, estão representadas na Figura 4.5.

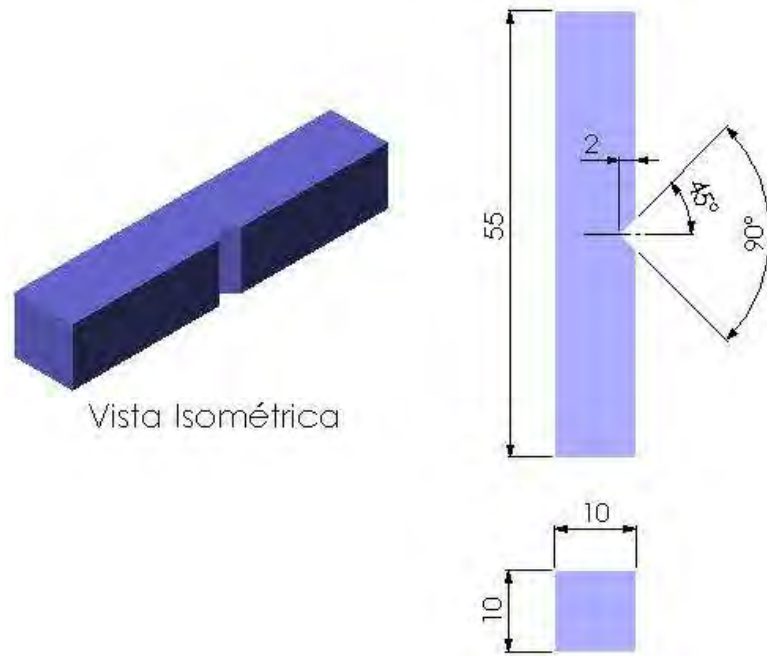


Figura 4.5: Dimensões dos corpos-de-prova para o ensaio de Impacto (dimensões em milímetros)..

4.4 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos realizaram-se nas instalações da *PROTERM Fábrica de Tratamentos Térmicos*, localizada em São José dos Campos, e nos *Laboratório de Tratamentos Térmicos na Faculdade de Engenharia – Campus Guaratinguetá – UNESP*. Para a realização dos tratamentos térmicos na *PROTERM* foram utilizados 2 fornos:

- O 1º forno utilizado é do tipo banho de sal. Este forno foi utilizado para a realização do aquecimento dos corpos-de-prova até a região intercrítica ($\alpha + \gamma$).
- O 2º forno utilizado é do tipo banho de sal. Neste forno, para se adequar a temperatura necessária ao forno existente na fábrica foi adaptado um cadinho com o SAL DUFER, para a realização dos tratamentos.

Para os tratamentos realizados nos Laboratório de Tratamentos Térmicos na Faculdade de Engenharia – Campus Guaratinguetá – UNESP, utilizou-se um forno elétrico, com controle digital, sem atmosfera controlada. Trata-se de um forno tipo Mufla, fabricado pela Quimis Aparelhos Científicos Ltda., modelo Q.318.24.D, potência 4000W, com temperatura máxima de 1200°C e dimensões da câmara: 150 mm (largura) x 150 mm (altura) x 250 mm (profundidade).

Os corpos-de-prova foram divididos em 8 lotes, sendo que em cada lote foram amarrados 25 corpos-de-prova para ensaio de impacto do tipo Charpy e 3 corpos-de-prova para o ensaio de tração, como na Figura 4.6. Para facilitar a explicação da realização dos tratamentos térmicos, eles foram classificados por rotas. Apenas 1 lote não sofreu tratamento térmico permanecendo na condição como fornecido.



Figura 4.6: Amostras amarradas para tratamento térmico: a amostra da esquerda para o ensaio de impacto e a da direita para o ensaio de tração.

Rota 1: (Mult 760 3) austenitização a 760°C por 30 minutos, em forno de banho de sal, seguido de tratamento isotérmico a 500°C por 3 minutos, em cadinho dentro do forno de banho de sal, seguido de resfriamento em água (*PROTERM*).

Rota 1a: (Mult 760 10) austenitização a 760°C por 30 minutos, em forno de banho de sal, seguido de tratamento isotérmico a 500°C por 10 minutos, em cadinho dentro do forno de banho de sal, seguido de resfriamento em água (*PROTERM*).

Rota 2: (Mult 800 3) austenitização a 800°C por 30 minutos, em forno de banho de sal, seguido de tratamento isotérmico a 500°C por 3 minutos, em cadinho dentro do forno de banho de sal, seguido de resfriamento em água (*PROTERM*).

Rota 2a: (Mult 800 10) austenitização a 800°C por 30 minutos, em forno de banho de sal, seguido de tratamento isotérmico a 500°C por 10 minutos, em cadinho dentro do forno de banho de sal, seguido de resfriamento em água (*PROTERM*).

Rota 3: (Bif 760) aquecimento em forno convencional até a temperatura de 760°C por 30 minutos, seguido de resfriamento em água (*FEG*).

Rota 3a: (Bif 800) aquecimento em forno convencional até a temperatura de 800°C por 30 minutos, seguido de resfriamento em água (*FEG*).

Rota 4: (Bain) austenitização a 950°C por 30 minutos, em forno de banho de sal, seguido de tratamento isotérmico a 500°C por 10 minutos, em cadinho dentro do forno de banho de sal , seguido de resfriamento em água (*PROTERM*).

A nomenclatura em negrito, especificando cada tratamento térmico, é utilizada durante todo o trabalho, inclusive na discussão dos resultados.

Na Figura 4.7 pode-se observar os fornos de banho de sal utilizados para as rotas de tratamentos térmicos isotérmicos.



Figura 4.7: – Forno de pré-aquecimento e de banho de sal, respectivamente.



Figura 4.8: Forno utilizado para tratamento térmico na UNESP.

Na Figura 4.9, pode-se observar com auxílio do diagrama Fe–C uma representação esquemática do tratamento térmico recebido pelos corpos-de-prova, com posterior resfriamento em água, correspondentes às rotas 3 e 3a.

Na Figura 4.10, pode-se observar com auxílio do diagrama Fe–C uma representação esquemática do tratamento térmico recebido pelos corpos-de-prova, com posterior resfriamento em água, correspondentes às demais rotas.

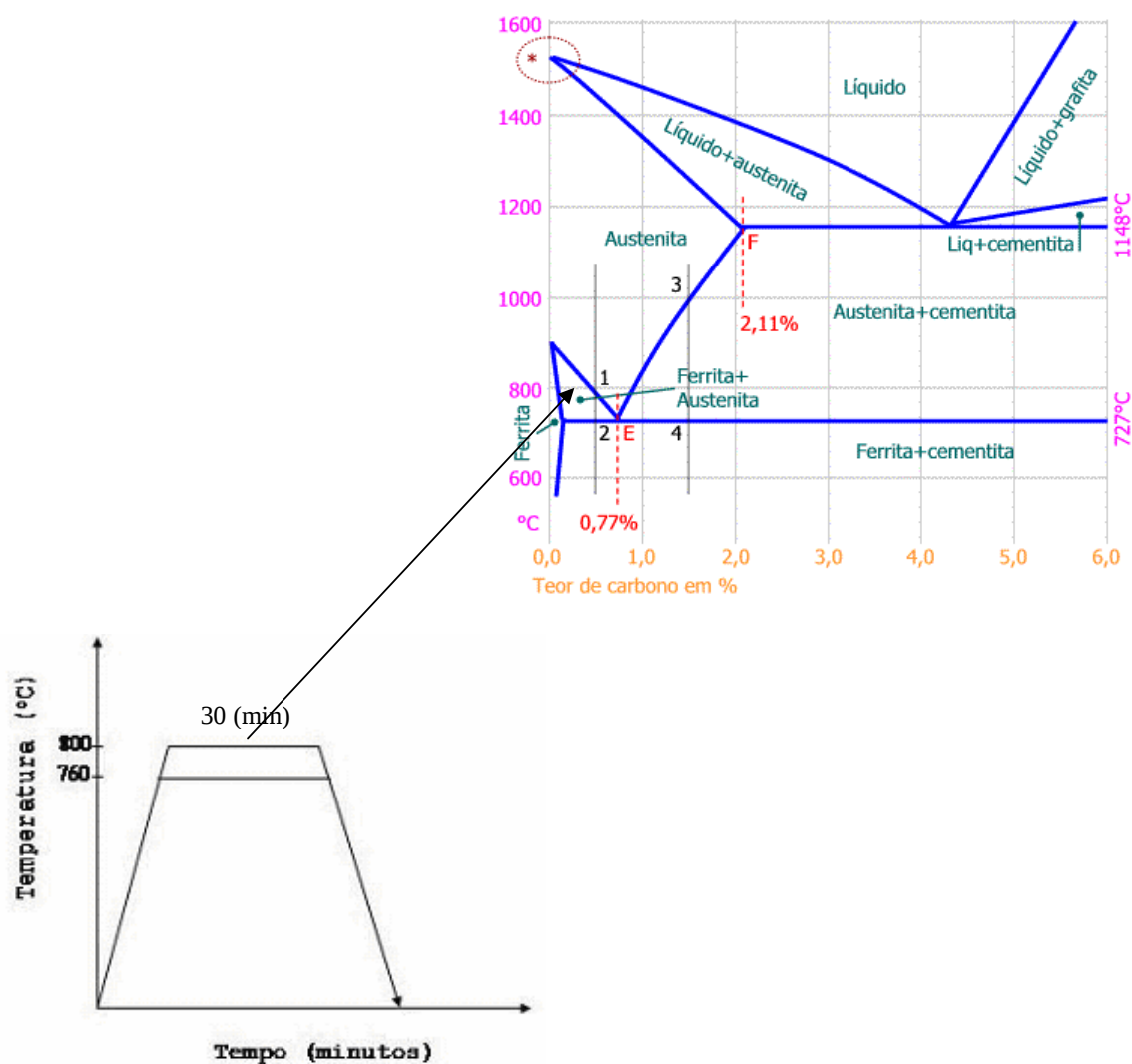


Figura 4.9: Rota de tratamento para obtenção da estrutura bifásica.

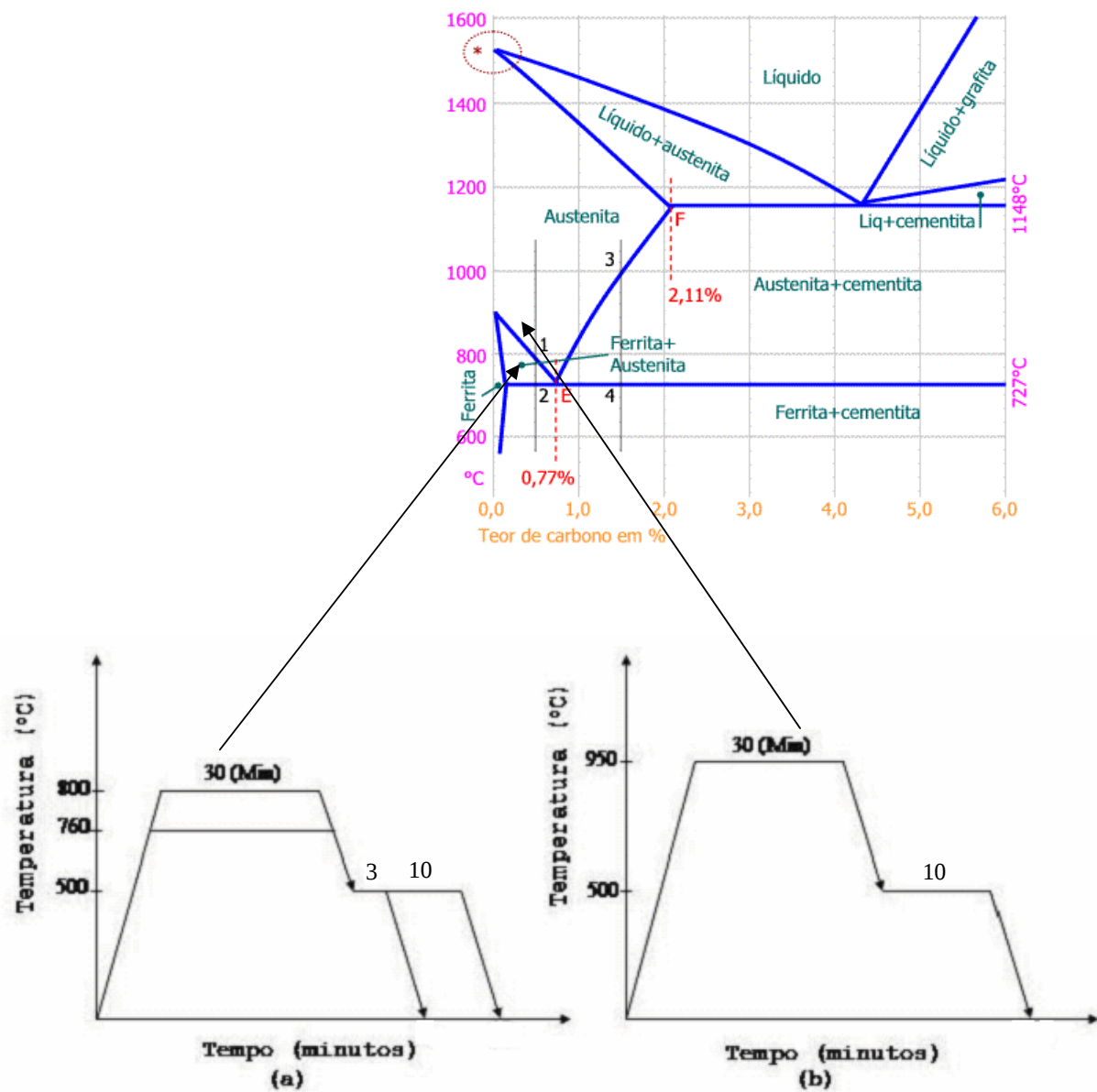


Figura 4.10: Rota de tratamento térmico para a obtenção da estrutura (a) multifásica e (b) bainítica.

4.5 A FÓRMULA DE ANDREWS

As fórmulas de Andrews são utilizadas para a determinação das temperaturas de austenização e as temperaturas isotérmicas para a obtenção da estrutura bainítica. Estas foram utilizadas neste trabalho de acordo com a composição química do material estudado.

As temperaturas Ac_3 ou Ae_3 representam a temperatura mínima de austenização ou limite superior de um intervalo crítico. As temperaturas Ac_1 ou Ac_3 representam o início do intervalo de transformação ou a temperatura eutetóide. (ANDREWS, 1965).

A temperatura de austenização é calculada a partir de Ac_3 ou Ae_3 , sendo diferenciadas somente pela quantidade de elementos químicos utilizados e pela quantidade de aços testados. O mesmo procedimento é utilizado para Ac_1 e Ac_3 .

M_s representa a temperatura onde ocorre o início da transformação martensítica. Logo, a transformação bainítica deverá acontecer acima dessa temperatura.

Aplicando-se os percentuais do aço deste trabalho nas fórmulas de Andrews (1965), obtêm-se:

$$Ac_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W; \quad (\text{Eq.4.1})$$

$$Ac_1 = 723 - 10,7 (1,33) - 16,9 (0,03) + 29,1 (0,32) + 16,9 (0,050)$$

$$Ac_1 = 718,4^\circ\text{C}.$$

$$\begin{aligned}
 A_{c_3} &= 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - \\
 &(+ 30Mn + 11Cr + 20Cu - 700P - 400Al - 120As - 400Ti); \quad \textbf{(Eq.4.2)} \\
 A_{c_3} &= 910 - 203\sqrt{0,037} - 15,2 (0,03) + 44,7 (0,32) + 104 (0,07) + \\
 &+ 31,5 (0,010) - 30 (1,33) + 11 (0,05) + 20 (0,02) - 700 (0,011) - 400 (0,032) \\
 &- 400 (0,004) \\
 \mathbf{A_{c_3} = 832,25^\circ C.}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 M_s (^\circ C) &= 539 - 453C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr; \quad \textbf{(Eq.4.3)} \\
 M_s (^\circ C) &= 539 - 423 (0,037) - 30,4 (1,33) - 17,7 (0,03) - 12,1 (0,05); \\
 \mathbf{M_s (^\circ C) = 481,78^\circ C.}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 A_s &= 723 - 13,9Mn - 14,4Ni + 22,2Si + 23,3Cr \quad \textbf{(Eq.4.4)} \\
 A_s &= 723 - 13,9 (1,33) - 14,4 (0,03) + 22,2 (0,32) + \\
 &+ 23,3 (0,05) \\
 \mathbf{A_s = 712,35^\circ C.}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 B_s &= 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo; \quad \textbf{(Eq.4.5)} \\
 B_s &= 830 - 270 (0,037) - 90 (1,33) - 37 (0,03) - 70 (0,05) - \\
 &+ 83 (0,01) \\
 \mathbf{B_s = 694,87^\circ C.}
 \end{aligned}$$

Pelo desenvolvimento das fórmulas de Andrews determinaram-se as linhas A_{c_1} , A_{c_3} e A_s , que são os limites mínimos das linhas do diagrama Fe-C que delimitam a região de austenitização. Sendo assim, as temperaturas de 760°C, 800°C e 950°C foram escolhidas para a austenitização das amostras usadas neste trabalho.

Para obtenção da estrutura bifásica foram utilizadas duas temperaturas, 760°C e 800°C, já que a região intercrítica para este material fica entre 718°C e 832°C.

Para a obtenção da estrutura bainítica a temperatura de transformação isotérmica escolhida foi de 500°C.

4.6 ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração foram realizados no *Laboratório de Ensaios Mecânicos do DEMAR EEL / USP*. O equipamento utilizado, Figura 4.11, foi uma máquina de tração MTS 81023M, servo-hidráulica, com capacidade para 250kN. A velocidade do deslocamento do cabeçote foi de 0,5 mm/min, com aquisição de dados pelo programa do próprio equipamento. Foi colocado um extensômetro para a leitura das medidas de deformação durante todo o ensaio. Os valores obtidos foram importados para a planilha Origin 5.0 para traçagem das curvas Tensão versus Deformação.



Figura 4.11: Máquina de tração MTS 81023M.

4.7 ENSAIO MECÂNICO DE IMPACTO CHARPY V-NOTCH (CVN)

Os ensaios de impacto foram realizados de acordo com a norma ASTM A370, no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia – Campus de Guaratinguetá – UNESP. O equipamento utilizado foi uma máquina de ensaio de Impacto Charpy, modelo Mohr & Federhaff AC, TIPO PWS 30/15, Figura 4.12.



Figura 4.12: Máquina para ensaio de impacto do tipo Charpy.

Foram ensaiados 5 corpos-de-prova do aço nas condições estudadas, e como fornecido. Dentro de cada situação estudada, para a determinação da curva de transição, os corpos-de-prova foram submetidos a seis temperaturas diferentes. Essas temperaturas foram escolhidas com base em literaturas pesquisadas. Shin e colaboradores (2006), em estudos sobre análise de fratura na temperatura de

transição em tubulações em aços do tipo API X70 usaram temperaturas que variavam de -196°C até a temperatura ambiente. O aço em estudo tem composição química semelhante aos aços da categoria API X70. Por este motivo as temperaturas de ensaio escolhidas foram as seguintes: $[-175, -150, -140, -80, \text{ e } 20]^{\circ}\text{C}$. Para a obtenção destas temperaturas foi utilizado um dispositivo de controle com câmara de nitrogênio líquido, conforme ilustrado na Figura 4.13, pertencente ao Departamento de Materiais e Tecnologia.

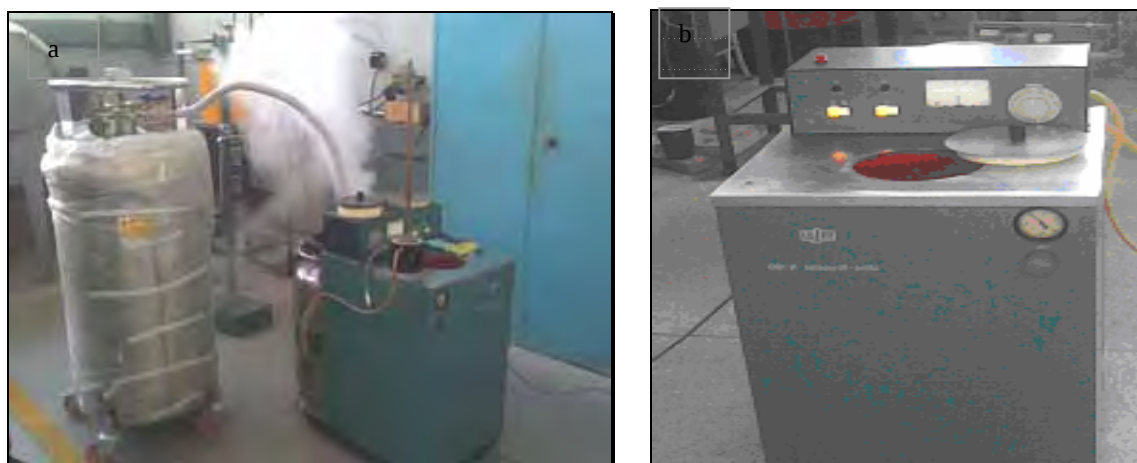


Figura 4.13: (a) Dispositivo de criogenia sendo abastecido com nitrogênio líquido e (b) detalhe do dispositivo.

4.8 ANÁLISE DE FRATURA

Após o rompimento dos corpos-de-prova de tração a superfície de fratura foi protegida utilizando-se verniz para evitar a oxidação.

A análise foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura – Subdivisão de Ensaios da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Comando Geral de Tecnologia Aeroespacial (AMR/IAE/CTA), através do microscópio eletrônico de varredura Leo 435 VPi, com tensão de 1500V (Figura 4.14).

Pela análise de fratura pode-se, juntamente com a análise de frações volumétricas, entender os mecanismos de fratura do material.



Figura 4.14: Microscópio eletrônico de varredura Leo 435 VPi .

4.9 EXAMES METALOGRAFICOS

4.9.1 Preparação das Amostras

As amostras foram cortadas das extremidades dos corpos-de-prova de tração, embutidas no equipamento TEMPOPRESS – STRUERS, do Laboratório de Metalografia do DMT/FEG/UNESP, utilizando resina Multifast Brown – STRUERS.

Foram utilizadas no processo de lixamento lixas de diferentes granulometrias: #150, #220, #320, #400, #600, #1.000, #1.200, #1.500 e #2.000, sucessivamente.

O polimento foi realizado na POLITRIZ AP10, Panambra, nas rotações de 1500 RPM, polida com OP-U - Sílica Coloidal (0,25 μm) STRUERS, lavadas com água destilada e álcool etílico e secas com jato de ar frio.

Foram realizados três diferentes ataques químicos (Nital, Le Pera e Metabissulfito) para as amostras embutidas, que foram retiradas dos corpos-de-prova de tração. Para cada ataque químico realizaram-se análises de imagens e quantificação das fases pelos programas *Materials Pro* e *Materials Pro Plus* a partir de 30 fotomicrografias.

Apenas para a realização do ataque químico de *heat tinting* foi utilizada uma nova amostra, sem embutimento, pois esta técnica envolve aquecimento. Esta amostra também foi retirada do corpo-de-prova de tração, porém com uma área maior do que as amostras que foram embutidas.

Percebeu-se que as amostras polidas e prontas para ataque químico, embora tivessem sido secas e envolvidas em papel absorvente, após oito horas, formavam uma película praticamente invisível de óxido, que impedia o reagente de atacar a amostra, elevando o tempo de ataque em até seis vezes, quando comparado ao tempo para ataque, imediatamente após polimento e secagem. O ataque químico foi realizado imediatamente após o polimento e secagem. Na impossibilidade, executou-se novo polimento com OP-U *Suspension* por um tempo de três minutos, o que permitiu uma maior eficiência do ataque químico.

4.9.2 Ataques Químicos

REATIVO DE NITAL (2% de ácido nítrico diluídos em 98% de álcool etílico).

Foi utilizado o tempo de 7 segundos para o ataque com este reagente, sendo suficiente para revelar a microestrutura do material. Para a interrupção do reagente químico foi utilizada água destilada. A aplicação do Nital foi por fricção, ou seja, esfregando-se o reagente sobre a amostra, com o auxílio de um chumaço de algodão.

SOLUÇÃO AQUOSA DE METABISSULFITO DE SÓDIO (10g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 100ml água destilada).

Foi usado o tempo de 10 segundos de exposição para este ataque químico.

Foram utilizados para o metabissulfito de sódio os mesmos procedimentos de lavagem utilizados para o Nital.

REATIVO DE LePERA 1:1 (Solução aquosa de metabissulfito de sódio + solução de ácido pícrico em álcool etílico).

Solução 1: 1ml de Metabissulfito de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) + 99ml de água destilada

Solução 2: 4ml de Ácido Pícrico ($C_6H_2(NO_2)OH$) + 96ml CH_3CH_2OH de álcool etílico.

O reagente de LePera foi mantido em geladeira durante todo o processo de ataque químico. Utilizou-se pré-ataque com Nital para garantir o delineamento dos contornos de grão por um tempo médio de exposição 20 segundos. Depois da amostra ser lavada e seca passou-se ao ataque com reagente de LePera.

Foram executados vários ataques em tempos diferentes de exposição, sendo que o tempo médio de 30 segundos de exposição ao ataque foi o que melhor resultado apresentou para o aço em estudo. Neste caso, após ataque químico, as amostras foram lavadas em água e depois em álcool etílico, secas com jato de ar frio, para interromper o ataque com o reagente de LePera.

TÉCNICA DE “HEAT TINTING” (2ml HNO_3 e 98ml de Álcool Etílico + aquecimento).

As amostras passam primeiramente pelo ataque de Nital para que a microestrutura apresente um bom contraste. Em seguida, as amostras são levadas ao forno para serem aquecidas a $220^{\circ}C$ por 2,5 horas. Depois deste tempo as amostras são resfriadas ao ar até temperatura ambiente.

4.9.3 Técnicas de Caracterização Microestrutural

Para a caracterização das fases presentes no material utilizaram-se os resultados desta parte dos experimentos. Por meio do programa *Materials Pro* foi realizada a contagem da fração volumétrica dessas fases, a partir de 30 fotos de cada condição com aumento de 500x.

4.9.3.1 Microscopia Óptica

Para a obtenção das fotomicrografias por microscopia óptica foi utilizado um microscópio NIKON APOPHOT, como mostrado na Figura 4.15.

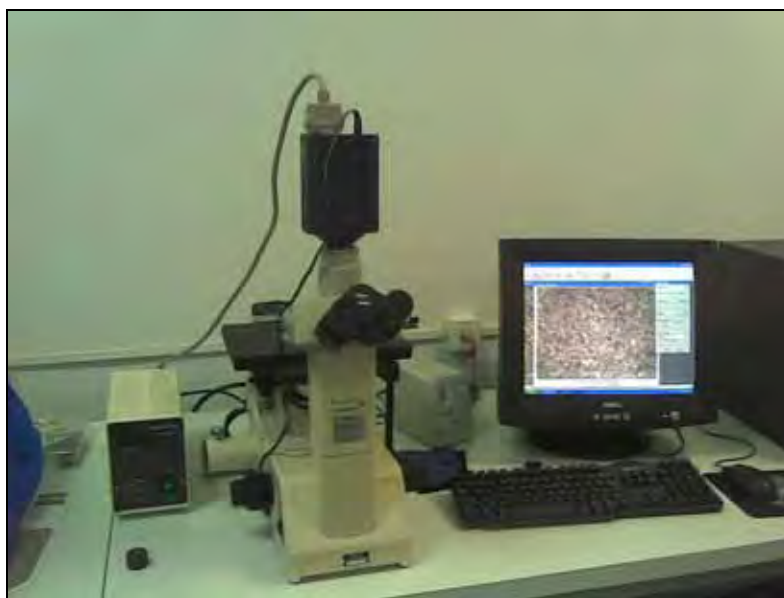


Figura 4.15: Microscópio óptico.

Para a análise microestrutural foram seguidos os procedimentos citados no item 4.9.1, e que devem ser executados para garantir a confiabilidade da mesma.

4.9.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Utilizando-se o equipamento Leo 435 VPi., Figura 4.16, a microscopia eletrônica foi utilizada para a análise fractográfica como já citado e para análise microestrutural.

Para a análise microestrutural foi utilizado ataque com Nital para criar uma topografia na microestrutura. A observação foi realizada com diversos aumentos e para isto foi utilizada tensão entre 15 e 20kV com elétrons secundários. Para agilizar a realização do vácuo dentro da câmara do próprio equipamento, as amostras ficaram em uma câmara por alguns minutos para a criação do vácuo, sendo transferidas posteriormente para a câmara do microscópio.

Para a análise fractográfica foi utilizada a amostra sem nenhum ataque químico e voltagem de 15 kV. Foram realizadas micrografias com diversos aumentos, para destacar detalhes relevantes da microestrutura.



Figura 4.16: Microscópio eletrônico de varredura.

4.9.3.3 Microscopia de Força Atômica

A microscopia de Força Atômica foi realizada em um equipamento da Shimadzu, modelo SPM 9500 J3, como mostrado na Figura 4.17. A microscopia de força atômica foi utilizada para a caracterização das fases presentes no material, fornecendo informações de detalhes microestruturais importantes como a morfologia e altura das fases presentes.

Para esta prática é necessária a criação de uma topografia ou relevo e para este fim o reagente utilizado é o Nital 2%.



Figura 4.17: Microscópio de força atômica.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÃO.

No presente capítulo discutem-se os resultados obtidos na caracterização microestrutural e nos ensaios mecânicos realizados neste projeto de pesquisa, visando estabelecer uma correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas em um aço com baixo teor de carbono (0,03%) e de silício (0,29%), aplicado à indústria de tubulações e automobilística, submetido a tratamentos de austenitização intercríticos e isotérmicos para formação de estruturas bainíticas, bifásicas e multifásicas.

5.1 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Para a análise da composição química do material em estudo utilizou-se o espectrômetro de emissão ótica. Os resultados estão dispostos na Tabela 5.1.

Tabela 5.1: Análise de composição química (% em peso).

Elemento	Análise	Fornecido
C	0,037	0,038
Si	0,32	0,29
Mn	1,33	1,35
P	0,011	0,011
S	0,0005	0,0004
Al	0,032	0,028
B	0,0002	0,0001
Cr	0,05	0,04
Cu	0,02	0,02
Mo	0,01	0,01
N	0,0049	0,004
Nb	0,047	0,045
Ni	0,03	0,04
Ti	0,004	0,003
V	0,07	0,07

Como apresentado em vermelho na Tabela 5.1, pelos resultados da análise química, pode-se verificar que existem pequenas diferenças entre a composição especificada pelo fabricante e a realizada nos Laboratórios da Amsted-Maxion.

Dos elementos de liga utilizados na fabricação de um aço depende a formação de seus microconstituintes. Como consequência, para evitar-se a precipitação de carbonetos na austenita durante o estágio de transformação bainítica, os aços são usualmente ligados com elementos de liga como, Si, Al e Mn. Porém, os teores desses elementos, necessários para evitar a formação da cementita, (tipicamente superior a 1,5%) são freqüentemente altos para a prática industrial (COCK e colaboradores, apud MERTENS, 2006). Justifica-se, com isso, uma das principais contribuições deste estudo, que é a obtenção da austenita retida para aços com baixos teores de Si/Al, a partir de uma composição química pré-determinada, por intermédio de diferentes rotas de tratamentos térmicos.

5.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Nesta etapa são analisados e discutidos aspectos qualitativos e quantitativos da microestrutura obtida para os vários tipos de tratamentos térmicos realizados. Para este fim foram utilizados os reagentes de Nital a 2%, metabissulfito de sódio em solução aquosa, LePera e a técnica *heat tinting*.

5.2.1 Análise Qualitativa

Através da análise qualitativa são apresentados e discutidos os resultados obtidos da microestrutura do material, ou seja, na observação da estrutura para identificação das fases presentes, por diferentes reagentes químicos utilizados.

Também é realizada uma discussão a respeito do processo de preparação de amostras e de realização dos ataques químicos, visando contribuir para a reprodutividade destes procedimentos. Verificou-se que diversas literaturas consultadas não descrevem com detalhes estas metodologias, e por consequência são inconsistentes quanto aos procedimentos realizados para análise metalográfica de microestruturas de aços multifásicos. Este fato dificulta ou, em alguns casos, impossibilita a reprodução dos experimentos em outros laboratórios.

5.2.1.1 Microscopia Óptica

Foram extraídas amostras das várias condições de tratamentos térmicos, com a finalidade de realizar as análises metalográficas. A seguir, são apresentadas as discussões sobre os procedimentos metalográficos realizados.

Nital 2%

Pelo reagente químico Nital 2% foi possível delinear os contornos de grão da estrutura. Este reagente possibilita a visualização de duas tonalidades uma mais clara e pontos escuros. A mais clara corresponde à ferrita e austenita retida, enquanto a mais escura, corresponde a martensita, bainita e perlita (Figuras 5.1 e 5.2), não sendo possível dizer qual é realmente a estrutura delineada. Nota-se que se trata de uma estrutura complexa e que as fases aparecem simultaneamente, podendo ser caracterizada como uma estrutura multifásica. Para melhor visualização das fases foi aplicado um filtro azul, melhorando assim o contraste.

A baixa concentração de ácido nítrico facilita o controle visual do ataque químico, evitando-se pouca ou exagerada exposição da amostra. A utilização de concentrações de 3 a 5% de ácido nítrico diminui significativamente o tempo de exposição do material ao reagente, para que se atinja o contraste necessário para visualização da estrutura, porém impede um controle mais apurado da ação química na superfície da amostra.

O tempo adequado para exposição do aço de baixo teor de carbono com estrutura multifásica, independente da condição de processamento térmico realizado, variou de 12 a 15 segundos. Para a estrutura bainítica o tempo variou de 10 a 12 segundos. Da mesma forma para a visualização da estrutura bifásica, a variação foi entre 10 e 12 segundos. Este tempo de exposição para cada condição foi suficiente

para que a microestrutura do material ficasse com contraste adequado para observação das fases presentes, por meio de microscopia óptica. A forma de contato mais adequada para realização deste ataque químico, ou seja, com o reagente Nital 2%, foi obtida com um chumaço de algodão, embebido na solução, e friccionado contra a superfície da amostra, em temperatura ambiente. A solução de ácido nítrico e álcool etílico foram sempre preparados alguns minutos antes da realização do ataque químico.

Para a interrupção do ataque químico utilizou-se água corrente. Em seguida, borrifaram-se alguns jatos de álcool etílico, para a limpeza e secagem da amostra. A umidade restante na superfície foi eliminada utilizando-se um secador com ar frio.



Figura 5.1: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 500X. Ataque químico: Nital 2%.

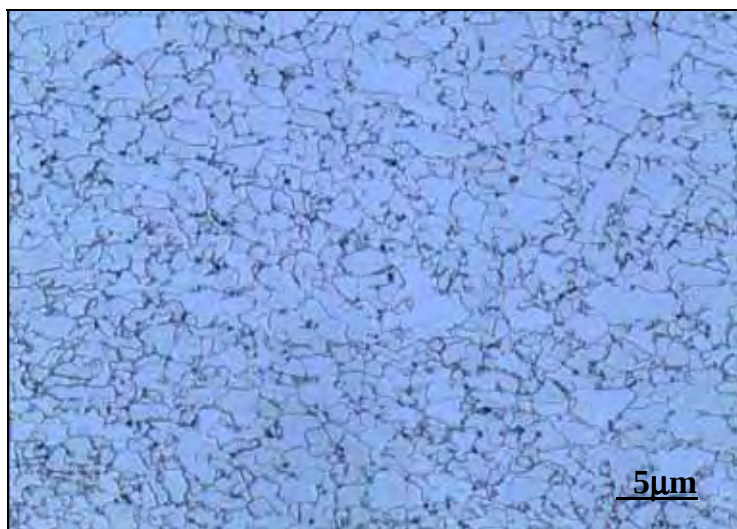


Figura 5.2: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 500X com aplicação de filtro. Ataque químico: Nital 2%.

Metabissulfito de Sódio

Este ataque químico de metabissulfito de sódio em solução aquosa a 10% foi realizado para observação da austenita retida. O reagente não ataca a austenita retida mantendo-a branca enquanto o resto da estrutura adquire uma coloração escura (azul, cinza ou marrom).

O ataque químico à base de metabissulfito de sódio foi realizado por técnica de imersão, onde se realizou uma movimentação suave da amostra, durante um tempo que variou de 10 a 12s, dependendo do tipo de estrutura formada. Após este procedimento, as amostras foram novamente limpas com álcool, de forma abundante, e secas com ar frio.

Em função do ataque químico à base de metabissulfito de sódio gerar uma estrutura levemente colorida, devido ao aparecimento da ferrita em uma tonalidade

que varia do marrom ao azul esverdeado, foi necessária a utilização de imagens em tons de cinza, para realização da avaliação qualitativa, assim como no procedimento realizado com o reagente LePera. Um ataque químico excessivo da amostra fazia com que a superfície aparecesse excessivamente azulada.

Apesar da literatura consultada acredita-se que, em função da baixa porcentagem de elementos ligantes assim como de carbono, a coloração verificada para as amostras adquiriram tonalidades diferentes. Especificamente, como se observa nas Figuras 5.3 e 5.4, a matriz ferrítica apresentou-se branca, enquanto a austenita retida apresentou-se em azul claro e outros constituintes em cor escura.

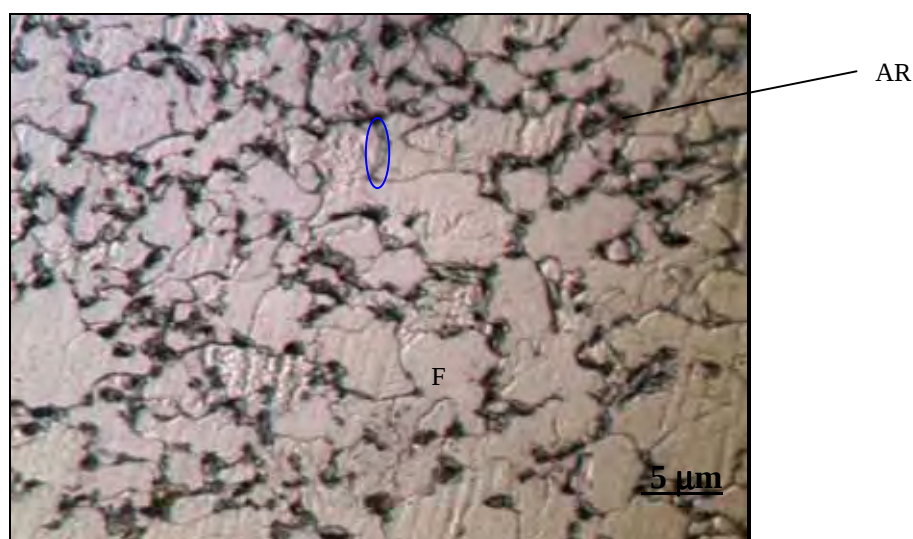


Figura 5.3: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 1000X. Ataque químico: metabissulfito de sódio 10%.

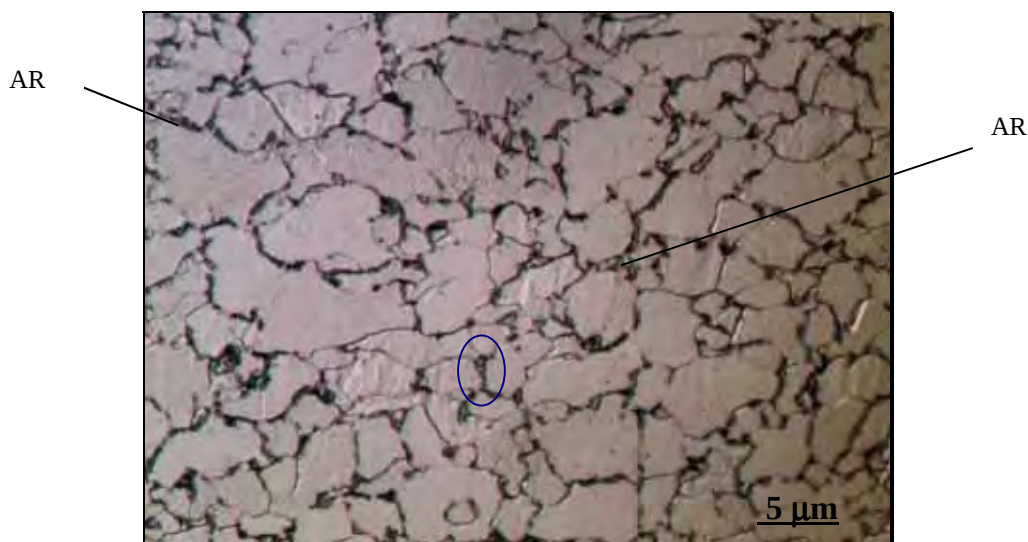


Figura 5.4: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: metabissulfito de sódio 10%.

LePera

Este reagente à base de metabissulfito de sódio e ácido pícrico é ideal para realçar a estrutura bainítica (B) que aparece na tonalidade marrom escura. A martensita e austenita retida (MA) não podem ser diferenciadas, pois aparecem em tom de branco a palha enquanto a ferrita (F) surge em tons de verde a azul, ou ainda marrom claro.

A aplicação deste reagente deve ser precedida de um pré-ataque com Nital 2%, realizado com os objetivos de delinear os contornos de grão da estrutura e possibilitar que o ataque posterior, com o reagente LePera, realce os microconstituintes presentes com maior contraste. O tempo médio de pré-ataque com Nital 2% variou entre 7 e 10s. Tempos superiores a 10s, fizeram com que o pré-ataque químico ficasse muito intenso, prejudicando, o ataque químico posterior. Além disso, o pré-ataque deve ser realizado logo após a conclusão da etapa de preparação metalográfica, ou seja, imediatamente após o polimento final, visto que,

transcorrido algum tempo, inicia-se um processo de corrosão da amostra, o que pode prejudicar o resultado final das fotomicrografias.

Em relação à aplicação do reagente LePera, foram realizadas diversas tentativas experimentais para a obtenção do tempo ideal de exposição da amostra, pois trata-se de um ataque químico muito influenciado pelas características do material, bem como pelas condições de sua realização. Os principais parâmetros avaliados foram a temperatura de aplicação do reagente e a proporção entre as soluções que compõe o reagente LePera.

A temperatura ideal para realização do ataque foi de, aproximadamente, zero grau. O reagente foi mantido em um recipiente imerso em gelo picado, com temperatura controlada com o auxílio de um termômetro. A principal observação a ser feita, em função deste parâmetro do ataque químico, foi a necessidade de manutenção da mesma temperatura para todas as condições pesquisadas. A realização de análises metalográficas em dias e horários diferentes, e, conseqüentemente, condições de temperatura ambiente diversas, provocaram diferenciações no contraste das imagens da microestrutura multiconstituída, e em alguns casos dificultando a observação de determinadas fases. A manutenção do reagente em temperaturas próximas a zero evitou estas variações, homogeneizando a temperatura do ataque químico.

Também foram testadas algumas variações na proporção das soluções que compõe o reagente LePera, buscando um melhor contraste entre as fases presentes, especialmente destacando a martensita e austenita retida, a partir do momento em que a proporção deixou de ser 1:1 (soluções de metabissulfito de sódio e ácido pícrico) o reagente passou a ser denominado LePera modificado. Apesar dos testes metalográficos realizados, a melhor proporção entre as soluções, determinada neste trabalho, foi de 1 parte da solução à base de metabissulfito de sódio para 1 parte da

solução à base de ácido pícrico, pois permitiu um melhor contraste final para identificação e quantificação das fases presentes no aço multifásico, bifásico e bainítico.

As soluções à base de metabissulfito de sódio e à base de ácido pícrico foram preparadas no dia da realização do ataque químico, e a mistura das soluções foi realizada no momento da exposição da amostras. Qualquer anomalia percebida no ataque químico seja por impossibilidade de visualização da microestrutura ou por falta de contraste entre os microconstituintes, resultou no descarte do reagente, que foi utilizado uma única vez nos procedimentos realizados.

O tempo médio ideal, para que se pudesse distinguir as diferentes fases presentes nos aços multifásicos, bainítico e bifásico, pelo reagente LePera, foi de 20s. Tempos de exposição superiores faziam com que a fotomicrografia da amostra adquirisse uma tonalidade marrom escura por toda a região visualizada. O ataque químico foi interrompido com álcool etílico.

Finalmente, recomenda-se a realização das etapas de polimento, limpeza, pré-ataque, ataque químico e captura das imagens das amostras em seqüência, sem que haja um intervalo significativo entre as etapas, minimizando qualquer processo de corrosão. Outro cuidado importante está relacionado com a secagem das amostras, que deve ser realizada com ar frio. A utilização de ar quente também influenciou no processo corrosivo, prejudicando as imagens obtidas da estrutura.

Nas Figuras 5.5, 5.6 podem-se observar as estruturas obtidas nas condições Mult 800 3 e Bain, respectivamente. Na Figura 5.7 é apresentada a estrutura do material como fornecido.

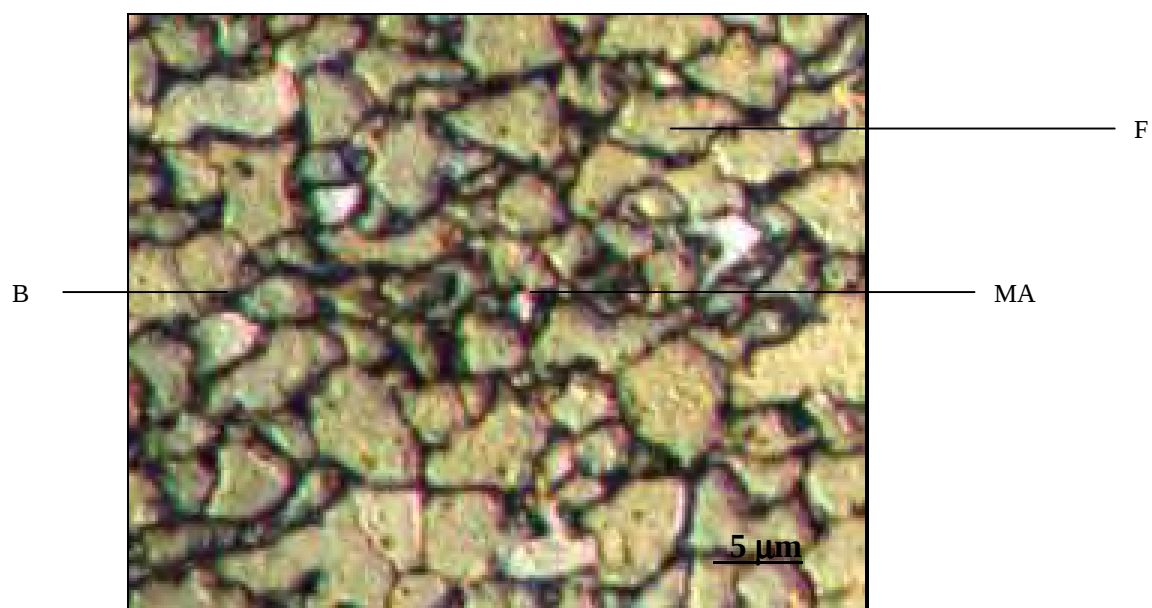


Figura 5.5: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 1000X. Ataque químico: LePera.

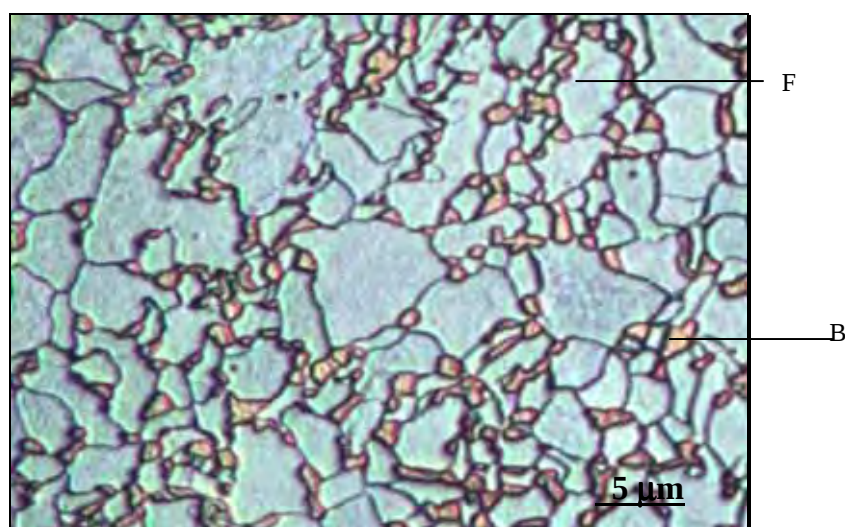


Figura 5.6: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Bain. Ampliação de 1000X. Ataque químico: LePera.

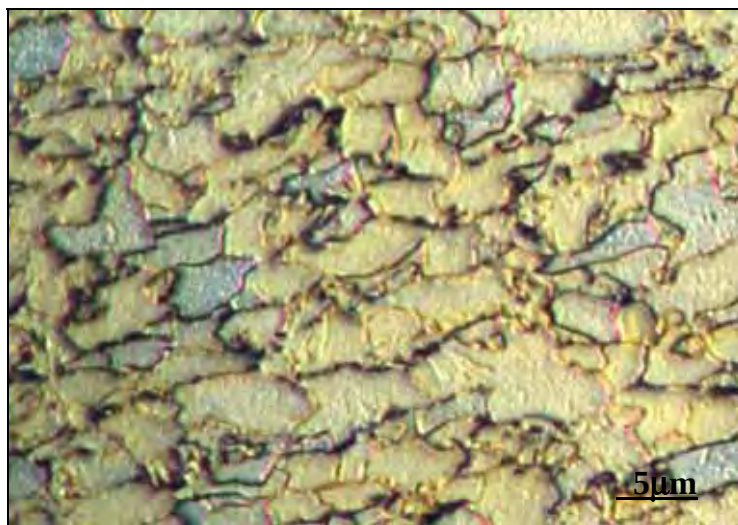


Figura 5.7: Fotomicrografia obtida por MO do material fornecido. Ampliação de 1000X. Ataque químico: LePera.

Spim (2007) afirmou que no tratamento térmico deve-se observar o rigoroso controle das taxas de aquecimento e resfriamento das amostras, o tempo de permanência em temperaturas constantes e principalmente o ambiente de aquecimento, objetivando os melhores resultados de qualquer tratamento. Pelas fotomicrografias pode-se afirmar que os tratamentos realizados obtiveram êxito, visto que as estruturas principais estão presentes, tais como: para a condição Multifásica foram observadas as estruturas de bainita, martensita, austenita retida na matriz ferrítica; para a condição Bifásica tanto o constituinte MA (austenita + martensita) como a matriz ferrítica também foram observadas; e para a condição Bainítica destacou-se a presença de bainita.

Heat Tinting

Pelo procedimento metalográfico, denominado “*heat tinting*”, ou seja, pré-ataque de Nital 2% seguido de aquecimento em forno, pode-se distinguir a austenita

retida na estrutura, sendo esta colorida em um tom de rosa como ilustram as Figuras 5.8, 5.9, 5.10 e 5.11.

Neste trabalho, após o pré-ataque, as amostras foram inicialmente levadas ao forno pré-aquecido a 260°C e mantidas nesta atmosfera por 9000s, como realizado por Timokhina e colaboradores (2004). Após este tempo, as amostras foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente. Porém, ao observarem-se os resultados ao microscópio óptico, notou-se que as imagens não eram nítidas e bem definidas. Optou-se por uma diminuição no tempo de permanência no forno, o que também revelou-se inadequado, pois não houve tempo suficiente para que as estruturas ficassem realçadas. O procedimento seguinte foi reduzir a temperatura do forno para 220°C, e mantendo-se por 9000s, quando se obteve o melhor contraste.

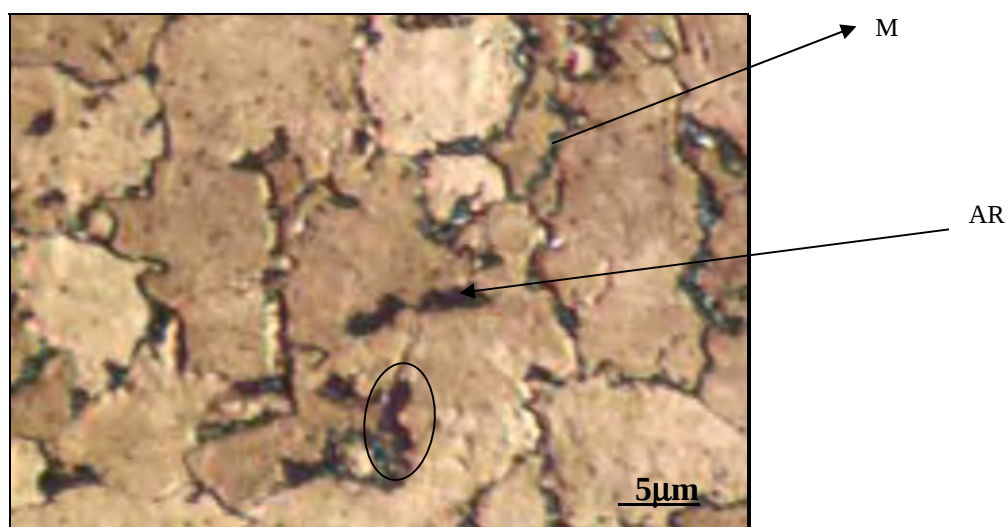


Figura 5.8: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 1000X. Ataque químico: *heat tinting*.

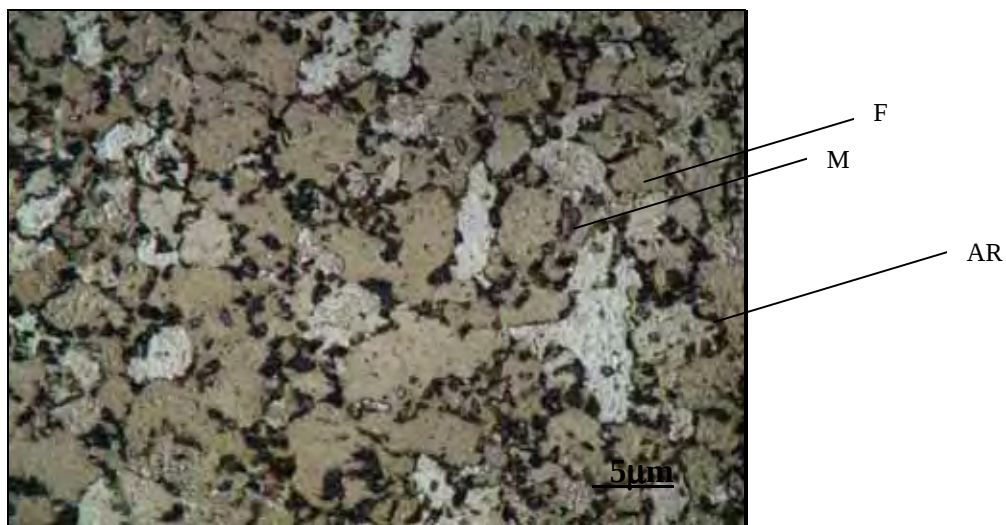


Figura 5.9: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: *heat tinting*.

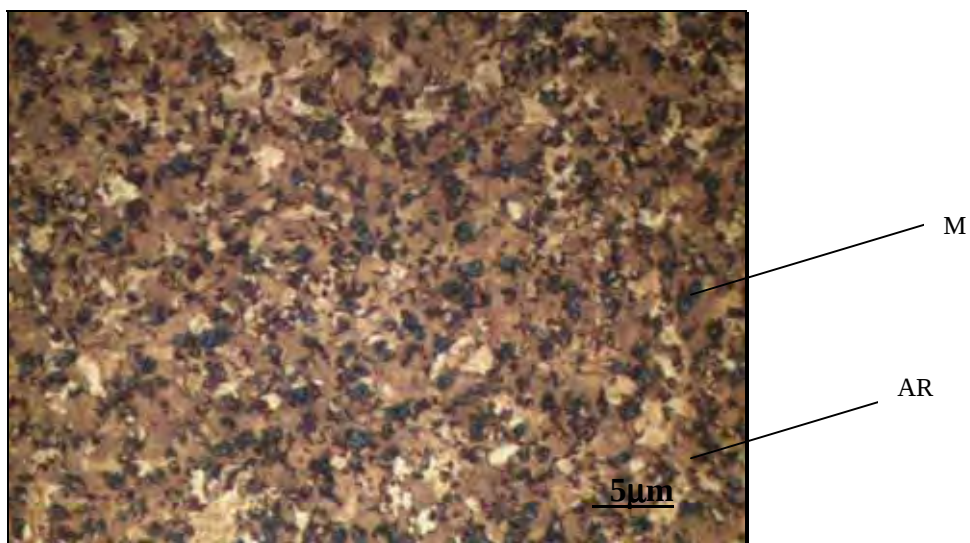


Figura 5.10: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 500X. Ataque químico: *heat tinting*.

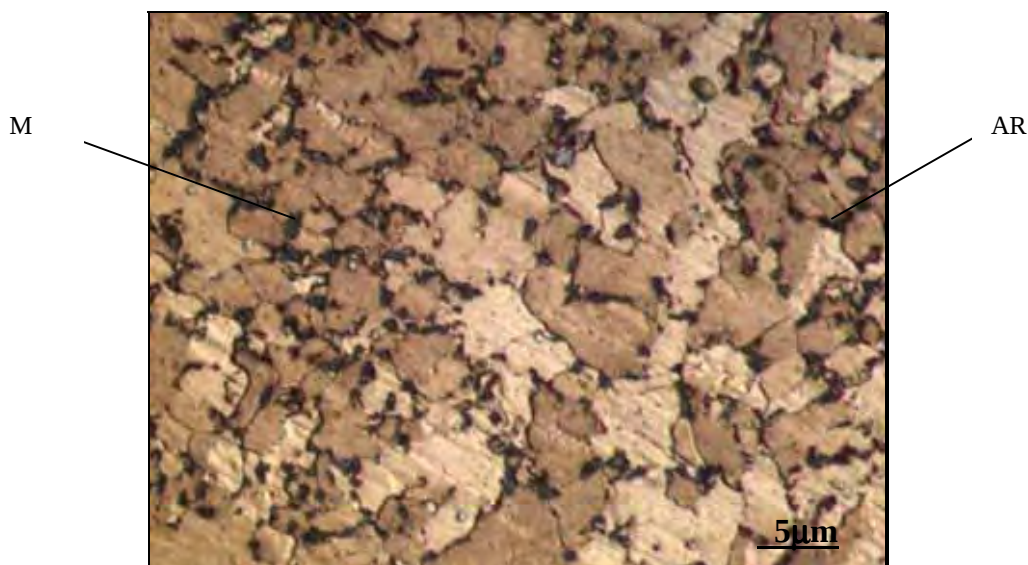


Figura 5.11: Fotomicrografia obtida por MO do material tratado na condição Mult 760 10. Ampliação de 1000X. Ataque químico: *heat tinting*.

Após a visualização das fases pelos diversos reagentes químicos pode-se concluir que os tratamentos térmicos foram realmente eficazes na produção dos constituintes, sendo que a fase em maior proporção é sempre a fase ferrítica em função da pequena quantidade de carbono que o material base apresenta. Nas fotomicrografias com estrutura multifásica pode-se observar que estão presentes, além da matriz ferrítica, outros constituintes tais como bainita, martensita e austenita retida. No tratamento para obtenção da estrutura bainítica, ficou constatada a presença do constituinte bainítico nos contornos de grão da matriz ferrítica.

5.2.1.2 Análise Quantitativa

A análise quantitativa foi efetuada objetivando a determinação da fração volumétrica dos microconstituintes presentes no aço tratado termicamente, conseqüentemente, estabelecer uma correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas, especialmente em função da manutenção do aço nos diferentes tratamentos térmicos realizados.

Na Tabela 5.2 estão representadas as frações volumétricas de ferrita, bainita, martensita e austenita retida, denominados como na literatura por constituinte MA, para os ataques químicos realizados com LePera, obtidas após o processamento das imagens, correspondentes às diferentes condições de tratamento térmico.

Para determinar as frações volumétricas dos constituintes, martensita e austenita retida, separadamente, utilizou-se o reagente químico *heat tinting*.

Tabela 5.2 Frações volumétricas(em porcentagem) da ferrita, da bainita e do constituinte MA obtidas dos diferentes tratamentos térmicos.

Condição	Ferrita	M.A.	Austenita retida	Martensita	Bainita	Perlita
Fornecido	91,6±1,2	-	-	-	-	8,4±1,2
Mult 760 3	92,7±0,6	6,3±1,3	4,2±0,9	2,1±1,6	1,0±0,3	
Mult 760 10	93,1±1,3	1,8±0,3	1,7±0,5	0,1±0,7	5,1±0,5	
Mult 800 3	90,6±0,2	6,7±0,9	3,4±1,3	3,3±1,6	2,7±0,6	
Mult 800 10	89,2±0,9	1,4±0,7	1,1±0,2	0,3±0,7	9,4±1,0	
Bif 760	92,5±0,8	7,5±0,8				
Bif 800	90,1±1,1	9,9±1,1				
Bain	80,3±3,3				19,7±3,0	

Analisando a Tabela 5.2, pode-se afirmar que, após os tratamentos intercríticos e a manutenção do aço em diferentes tempos de permanência na temperatura de transformação bainítica, a quantidade de ferrita formada é praticamente constante. Avaliando-se as condições de tratamento térmico de têmpera intercrítica as frações volumétricas de ferrita são maiores do que as obtidas do tratamento isotérmico, porém praticamente constante entre as diferentes temperaturas. Considerando possíveis variações em função dos respectivos desvios-padrão, percebe-se que a fração volumétrica da fase ferrítica mantém-se entre 90,1% e 92,5% para a condição de tratamento isotérmico, e entre 89,2% e 93,1% para a têmpera intercrítica. Somente para o tratamento de austêmpera obteve-se a menor fração volumétrica de

ferrita 80,3% o que é explicado pelo fato de se obter uma maior fração volumétrica de bainita em consequência do tratamento aplicado na região austenítica.

O tempo para transformação isotérmica foi escolhido com base em estudo anteriormente realizado (ELISEI, 2004) onde se observou que para tempos superiores a 600s há um aumento na fração volumétrica do constituinte MA, com posterior diminuição e estabilização para tempos maiores; como a porcentagem de austenita retida está diretamente ligada à formação bainita e enriquecimento de carbono, uma vez que se estabiliza a quantidade de austenita retida também estará estabilizada a formação de bainita.

Através do aquecimento do aço de baixo carbono (0,03%) e silício (0,29%) até a temperatura intercrítica (760°C e 800°C), estavam presentes no material duas fases: a ferrita (α) e a austenita (γ). O processo de nucleação da fase austenítica na estrutura multifásica, especificamente na região $\alpha + \gamma$ do diagrama ferro-carbono, é o mesmo que rege a formação dos aços bifásicos, que também são estudados neste trabalho. A austenita nucleia e cresce inicialmente nos contornos de grão da fase ferrítica (PEREIRA, 2004). A ferrita com estrutura CCC dissolve pouco carbono e, portanto não se transformará após o resfriamento. Porém, a austenita rica em carbono deverá ser o constituinte responsável pela transformação em bainita (ferrita + cementita), austenita retida e martensita. Para este último constituinte a transformação não depende exclusivamente do tempo, mas principalmente da velocidade de resfriamento, fato verificado por Jacques, Cornet e colaboradores (1998) em estruturas multifásicas.

Comparando-se a fração volumétrica de austenita retida da condição de temperatura intercrítica de 760°C com 800°C, nota-se que foram obtidos resultados superiores para a condição de 760°C, principalmente para o menor tempo de permanência nessa temperatura. Para tempos maiores a fração volumétrica de

austenita retida cai dando lugar à formação de carbonetos e sulfetos. Observa-se, na fotomicrografia da Figura 5.12, na superfície de fratura do material, a presença de carbonetos e/ou sulfetos fora e no interior dos alvéolos.

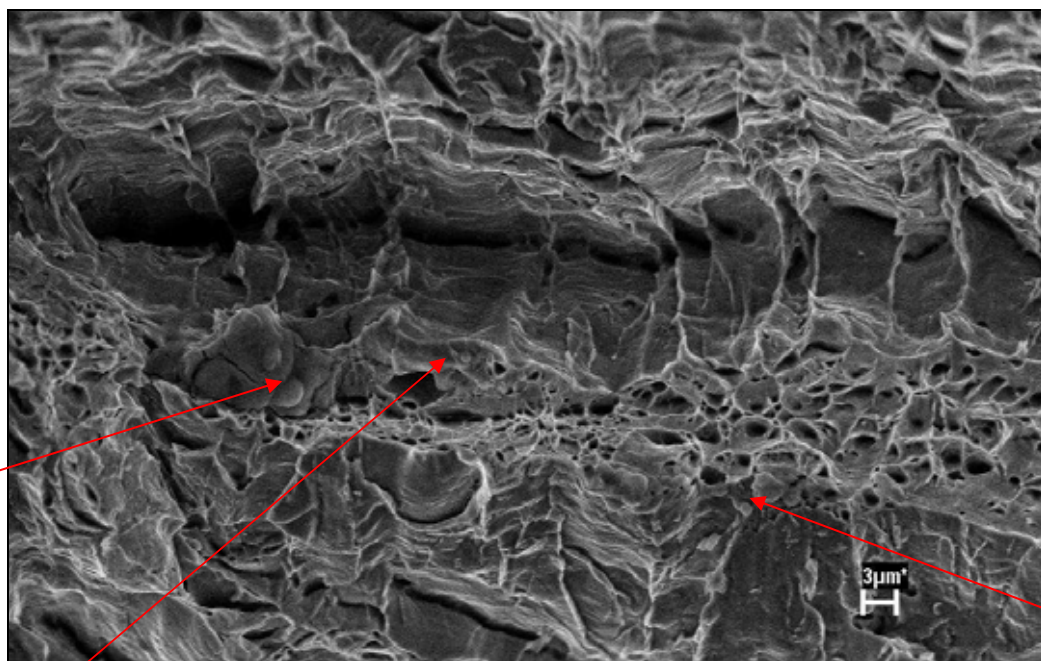


Figura 5.12: Fotomicrografia da condição Mult 760 10, onde é evidenciado o fato da formação de carbonetos e/ou sulfetos.

A quantidade de austenita retida, medida na temperatura ambiente, é dependente de dois fenômenos: a transformação isotérmica da austenita em bainita, em função do tempo de permanência na temperatura, e da transformação por cisalhamento da austenita em martensita, no resfriamento subsequente à transformação isotérmica. Pela análise metalográfica, feita através do *heat tinting*, percebe-se que a fração volumétrica da austenita retida apresentou um pico e formação de 4,9% (760°C) e 3,4% (800°C).

Já a análise da fração volumétrica de bainita e constituinte MA evidenciam claramente que a proporção de bainita aumenta quando o tempo de permanência na temperatura isotérmica aumenta, tanto na temperatura intercrítica de 760°C como na

de 800°C. Para a primeira condição, a fração volumétrica de bainita elevou-se de 1,0 para 5,1, enquanto que, para a condição de 800°C, a fração volumétrica aumentou de 2,7 para 9,4%.

A quantidade de bainita presente em um aço com estrutura multifásica tende a estabilizar quando cessa a transformação da austenita em bainita, permanecendo a estrutura com quantidade considerável de austenita retida. Na realidade esta transformação é interrompida no momento em que a austenita retida atinge seu equilíbrio, ou seja, no instante em que ocorre um enriquecimento de carbono suficiente na fase austenítica gerado pela rejeição de carbono da ferrita bainítica (ferrita que se encontra presente no microconstituente bainítico). Este “fenômeno da reação incompleta” da bainita, identificado por Bhadeshia (1992) e por Honeycombe e Bhadeshia (1995), não foi percebido neste trabalho.

A martensita desaparece progressivamente da microestrutura final, à temperatura ambiente, quando o tempo de permanência na temperatura de transformação isotérmica aumenta. Não se pode definir precisamente em que tempo de permanência ocorre o final da transformação da austenita em martensita. Porém, sabe-se que a transformação bainítica é acompanhada por uma redução significativa da temperatura M_s , causada com o aumento da quantidade de carbono na austenita retida, o que deixa esta fase suficientemente estabilizada para não se transformar em martensita durante o resfriamento brusco. Portanto, tanto para a condição do tratamento multifásico a 760°C, como para a condição a 800°C, observa-se esta situação claramente.

Para o tratamento isotérmico para a obtenção da estrutura bainítica obteve-se o menor percentual de ferrita, porém obteve-se o maior percentual de bainita, tornando claro o sucesso do tratamento realizado. Isto pode ser constatado

observando-se a fotomicrografia da Figura 5.6, obtida por microscopia óptica, em que só se observa a matriz ferrítica e o constituinte bainítico.

A têmpera intercrítica também obteve sucesso, pois a formação do constituinte martensítico em aços de baixo carbono é difícil. Neste caso, a fração volumétrica variou de 2,1% a 3,3%, estando este resultado coerente com a regra da alavanca aplicada ao diagrama ferro-carbono. Para a maior temperatura deve-se ter menor fração de ferrita (90,6%) e maior de martensita (3,3%); e para a temperatura inferior o fenômeno contrário: maior fração de ferrita (92,7%) e menor fração de martensita (2,1%).

Comparando o aço bifásico ao aço fornecido, pode-se observar que houve uma alteração com relação à fração volumétrica da ferrita. A ferrita, ao ser aquecida à região intercrítica, tem sua composição alterada para cúbica de face centrada, transformando-se em austenita. Quando o aço é resfriado bruscamente, toda essa austenita sofre transformação, dando lugar a uma nova composição, e a estrutura do material fica composta de ferrita e constituinte MA (martensita + austenita retida), como se pode observar pela análise quantitativa das amostras dos aços bifásicos. Reitera-se que a matriz para todos os aços utilizados é a mesma, e que com uma única modificação no tipo de tratamento térmico utilizado, altera-se a estrutura e propriedades mecânicas.

5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada objetivando comparar os resultados obtidos na análise metalográfica desenvolvida por microscopia óptica. Trata-se de uma técnica recente e com pouca utilização na caracterização de estruturas bainíticas, bifásicas e multifásicas.

Para obtenção de um maior contraste, as amostras observadas por MEV foram atacadas com Nital 2%.

Na Figura 5.13, com aumento de 5940 vezes, pode-se observar o fundo ferrítico, estrutura que é mais atacada pelo Nital (COLPAERT, 1974), uma estrutura bem lisa e branca que se atribui à austenita retida e à martensita a estrutura rugosa. Com esta ampliação não foi possível a visualização da estrutura bainítica e por este motivo optou-se por um aumento maior como pode ser visto na Figura 5.14. Com aumento de 8000 vezes nesta fotomicrografia as regiões circundadas de verde estão em consonância com as estruturas observadas por Ramírez (2007), que foram consideradas como sendo a estrutura de bainita. É uma estrutura desorganizada formada por lâminas paralelas.

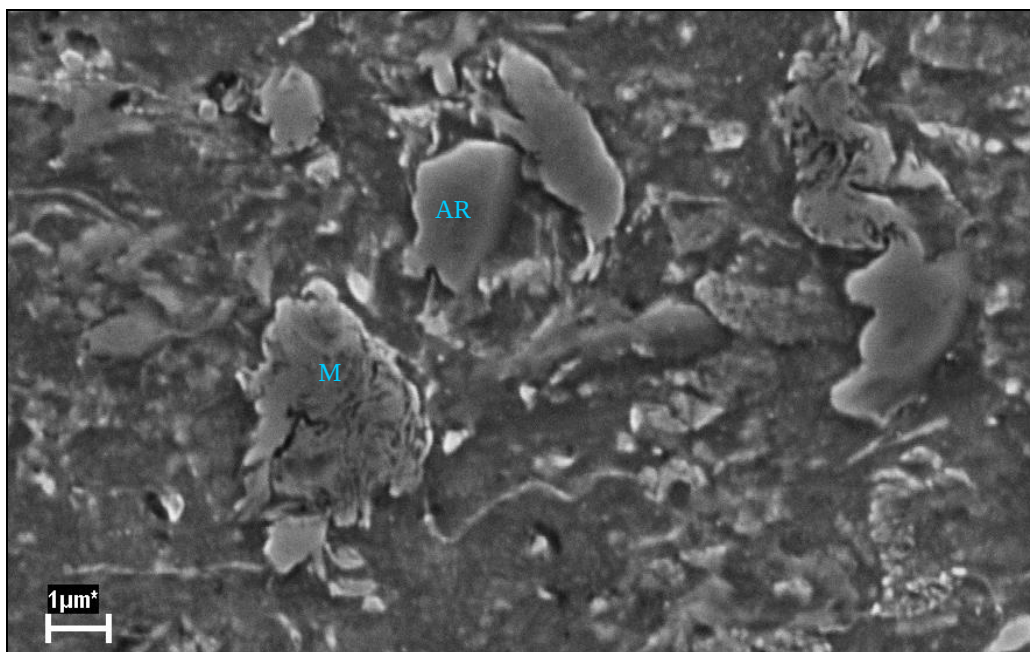


Figura 5.13: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 760 3. Ampliação de 5940X. Ataque químico: Nital 2%.

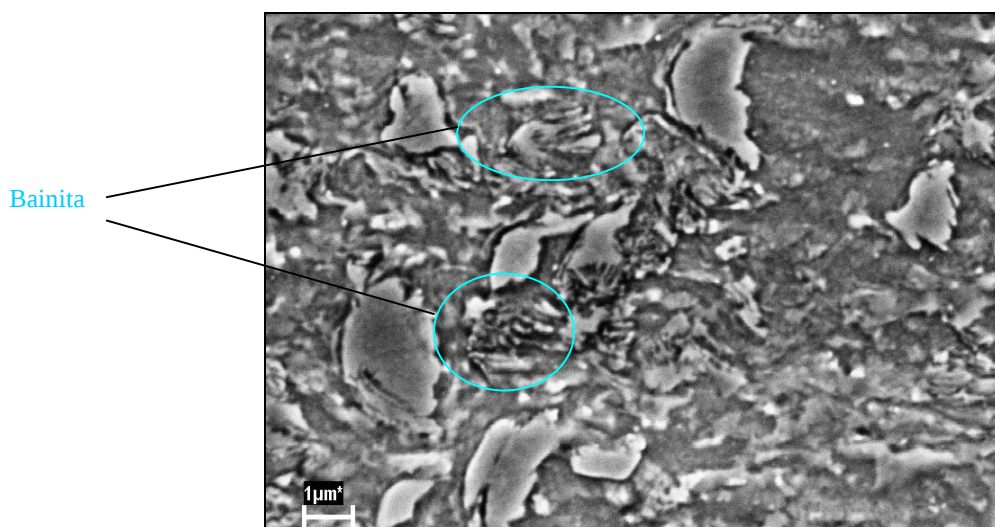


Figura 5.14: Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 8000X. Ataque químico: Nital 2%.

Para o tratamento Mult 760 10, pode-se observar todas as estruturas (Figura 5.15), e na Figura 5.16 com ampliação maior pode-se ver claramente a região demarcada pelo constituinte martensítico (M).

Em comparação ao mesmo tratamento com tempo de permanência na temperatura isotérmica menor, nota-se que para o maior tempo as estruturas estão mais bem definidas.

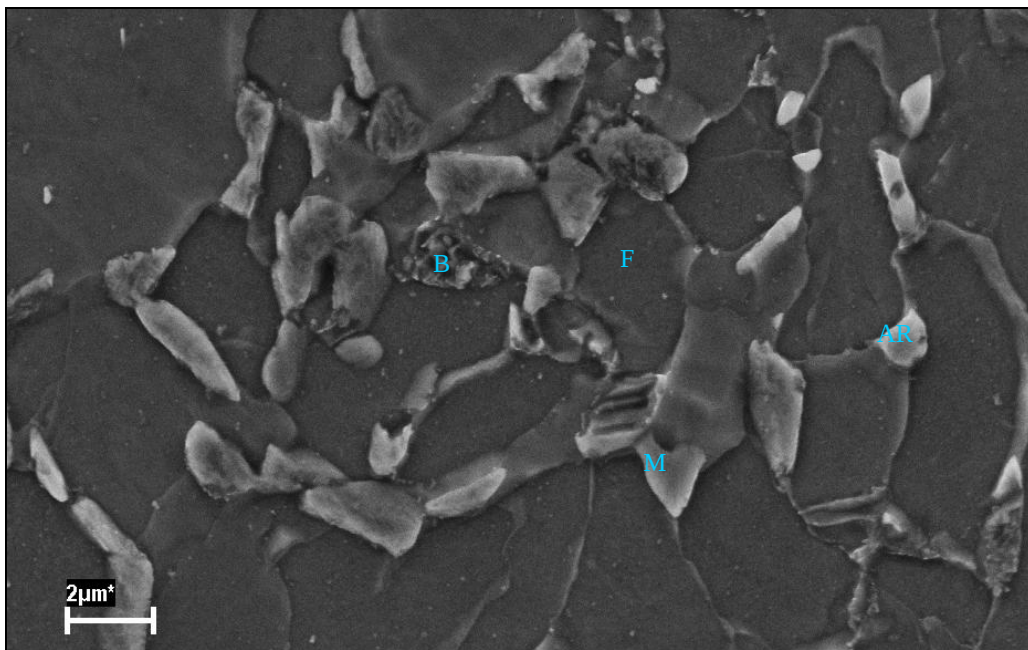


Figura 5.15: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 760 10. Ampliação de 4440X. Ataque químico: Nital 2%.

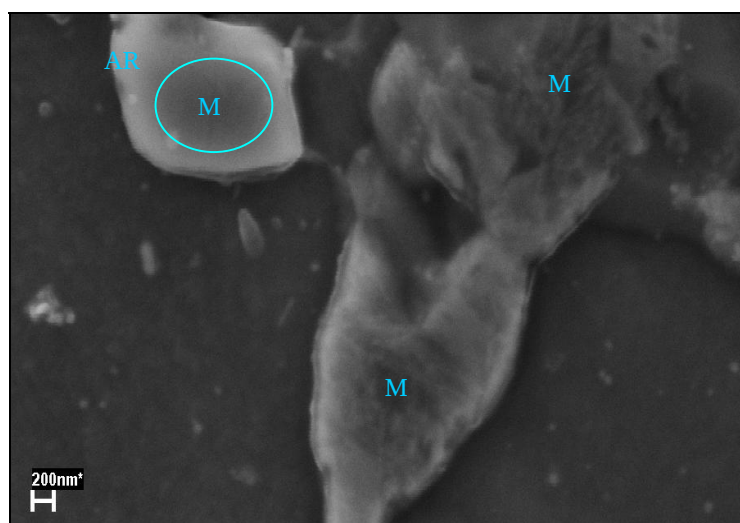


Figura 5.16: Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 15000X. Ataque químico: Nital 2%.

Para o material tratado na condição Bain, do qual é esperada a estrutura bainítica em sua maioria, pode-se observar na Figura 5.17 que a estrutura bainítica é bem definida, e o detalhe na Figura 5.18 com uma ampliação de 5220 vezes. A matriz de ferrita lisa está ao fundo e a estrutura irregular é a bainita. Este resultado está em consonância com o que foi observado pela microscopia óptica na Figura 5.6, onde a amostra foi atacada com o reagente de LePera. As estruturas demarcadas pelo filme formado foram a ferrita (em azul), e a bainita (em marrom escuro).

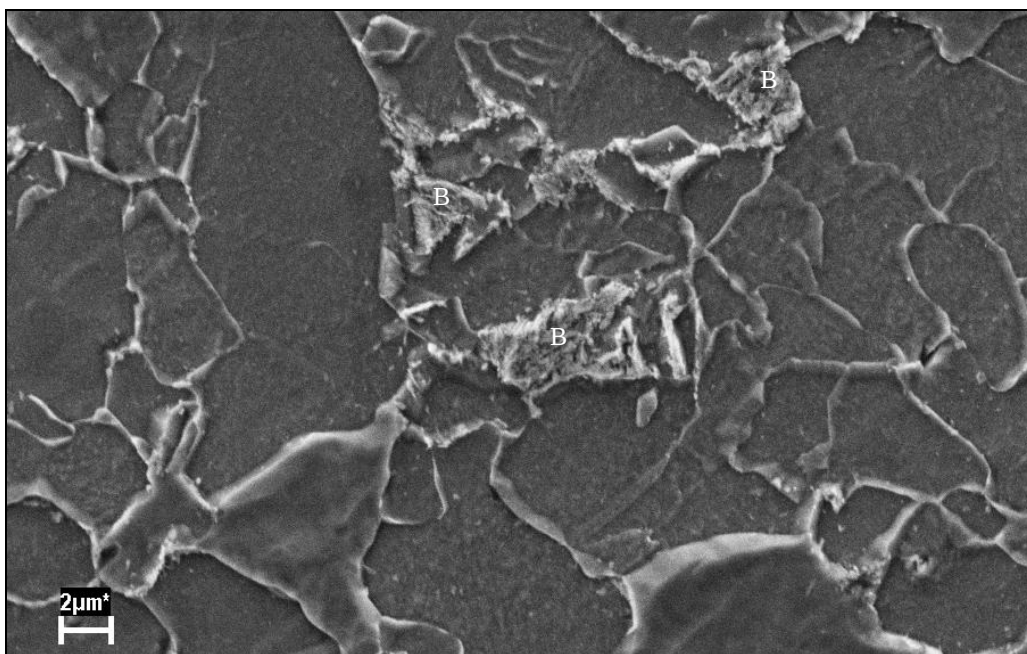


Figura 5.17: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Bain. Ampliação de 2520X. Ataque químico: Nital 2%.

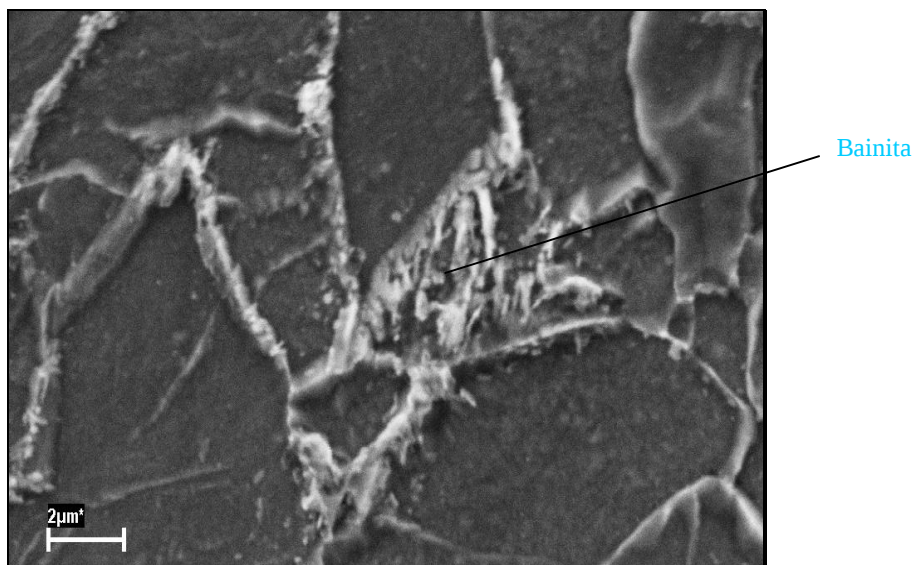


Figura 5.18: Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 5220X. Ataque químico: Nital 2%.

Para a situação da Figura 5.19, em que o tratamento aplicado objetivou a obtenção da estrutura bifásica, nota-se que o menor tempo de permanência na temperatura intercrítica teve grande influência na formação dos microconstituintes. Porém, se comparada à microestrutura da Figura 5.20 pode-se afirmar que a estrutura obtida nesta rota de tratamento térmico não resultou em estrutura bainítica.

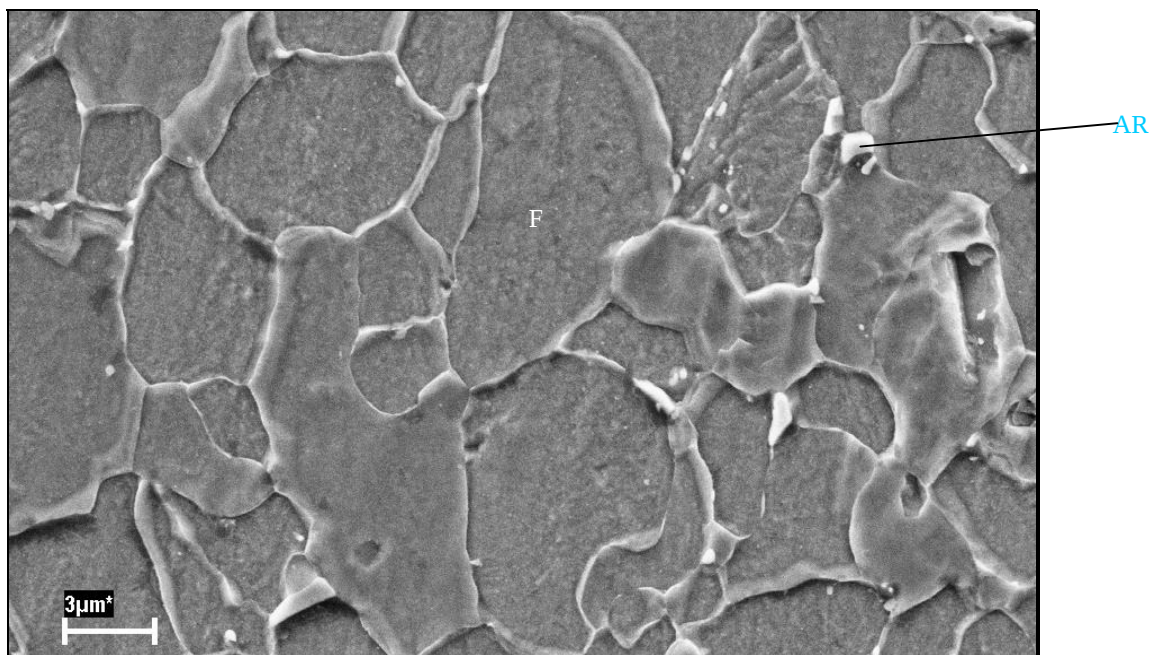


Figura 5.19: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Bif 760. Ampliação de 3060X. Ataque químico: Nital 2%.

Para a mesma situação, porém com temperatura intercrítica maior as estruturas estão bem definidas, podendo-se até perceber a existência da estrutura bainítica e martensítica e matriz ferrítica. Entre os contornos de grão, pode-se notar uma estrutura definida como austenita retida, (Figura 5.20 e Figura 5.21).

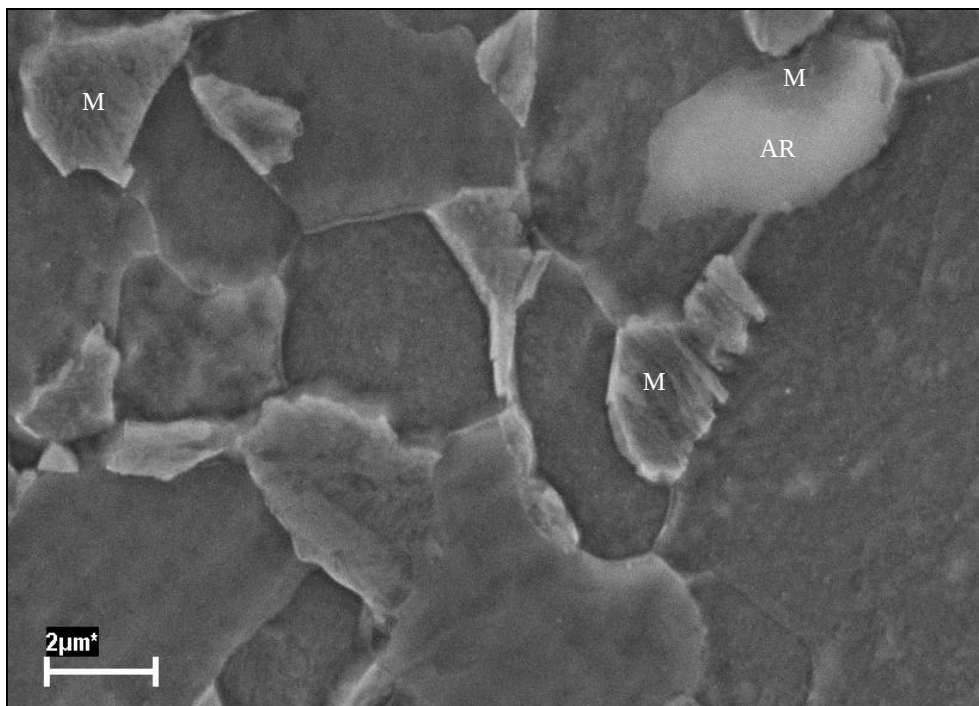


Figura 5.20: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Bif 800. Ampliação de 5220X. Ataque químico: Nital 2%.

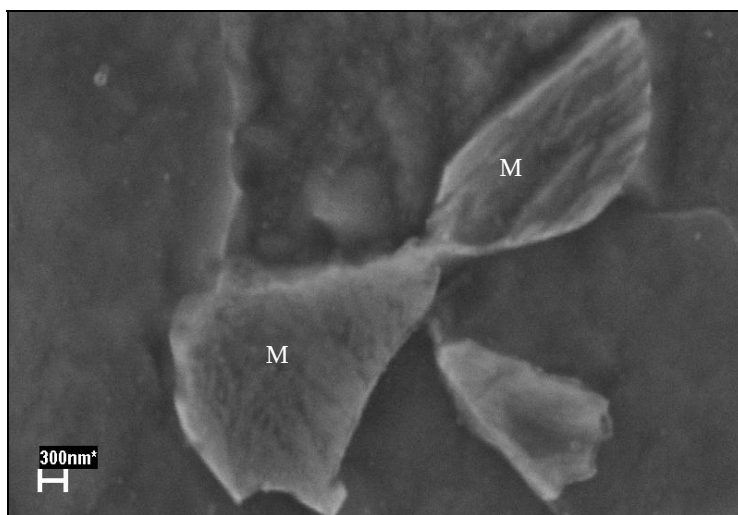


Figura 5.21: Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 10580X. Ataque químico: Nital 2%.

Com três minutos de permanência na temperatura intercrítica maior (800°C), os constituintes obtidos estão claros, porém os constituintes obtidos com o mesmo tratamento com temperatura inferior (760°C) estão mais bem distribuídos e morfologicamente melhor identificáveis como pode ser observado nas Figuras 5.22 e 5.23. Destaca-se a matriz ferrítica acompanhada da estrutura martensítica atribuída aos grãos de maior rugosidade. Os pequenos constituintes lisos entre os grãos da matriz são de austenita retida não estando bem clara a presença, da bainita para esta fotomicrografia.

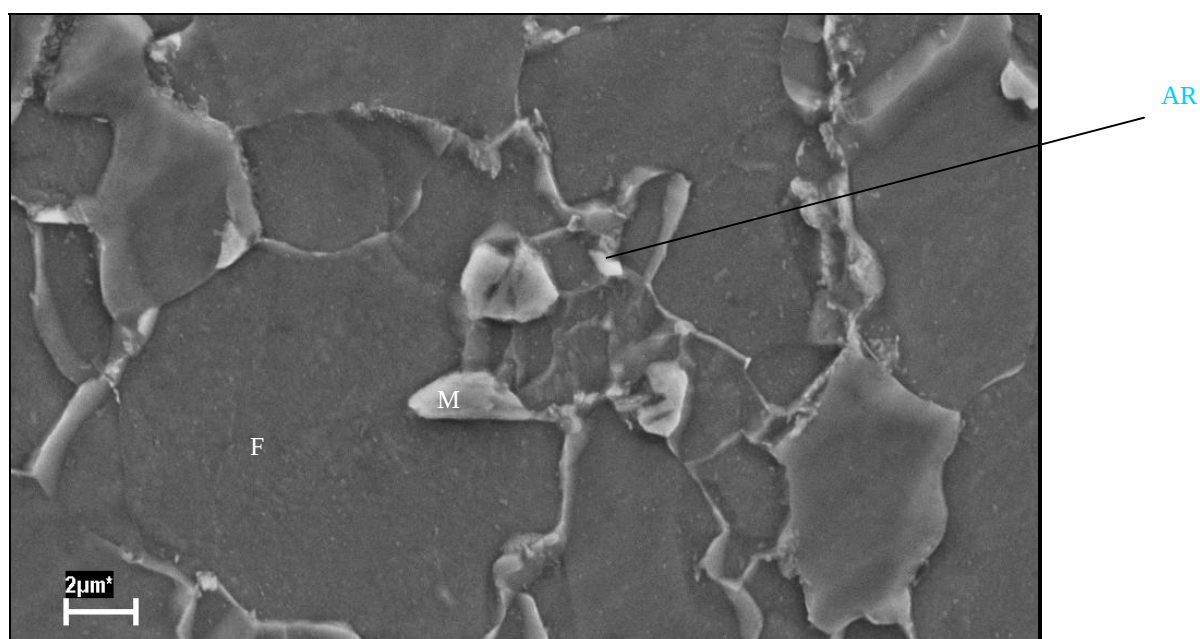


Figura 5.22: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 800 3. Ampliação de 3680X. Ataque químico: Nital 2%.

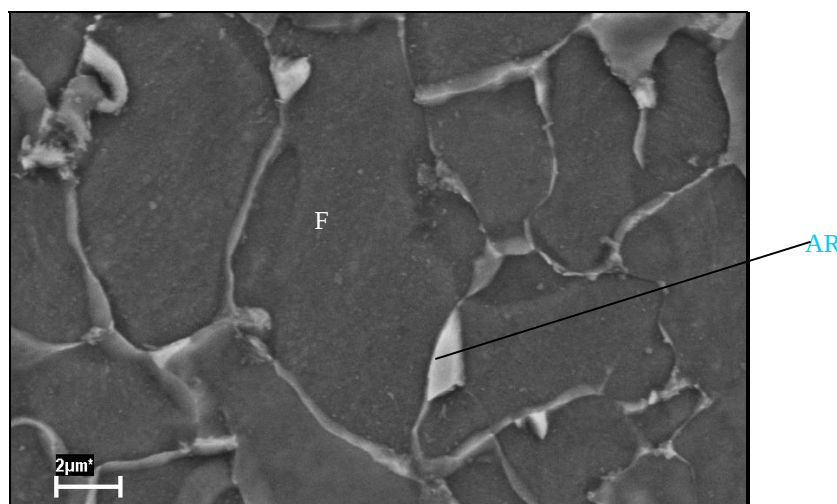


Figura 5.23: Fotomicrografia obtida por MEV. Ampliação de 4230X. Ataque químico: Nital 2%.

Para o caso das Figuras 5.24 e 5.25, com o mesmo tratamento da Figura 5.22 e Figura 5.23 anteriormente discutidas, porém com tempo de permanência maior na temperatura isotérmica, as estruturas estão mais claramente formadas. Contudo, as estruturas para os tratamentos com temperatura de 760°C foram mais bem definidas pelo tratamento e as estruturas estão mais organizadas. Este fato está também evidenciado no caso onde se analisou a fração volumétrica dos constituintes, já que as maiores frações foram obtidas para a o mesmo tratamento partindo da temperatura de 760°C.

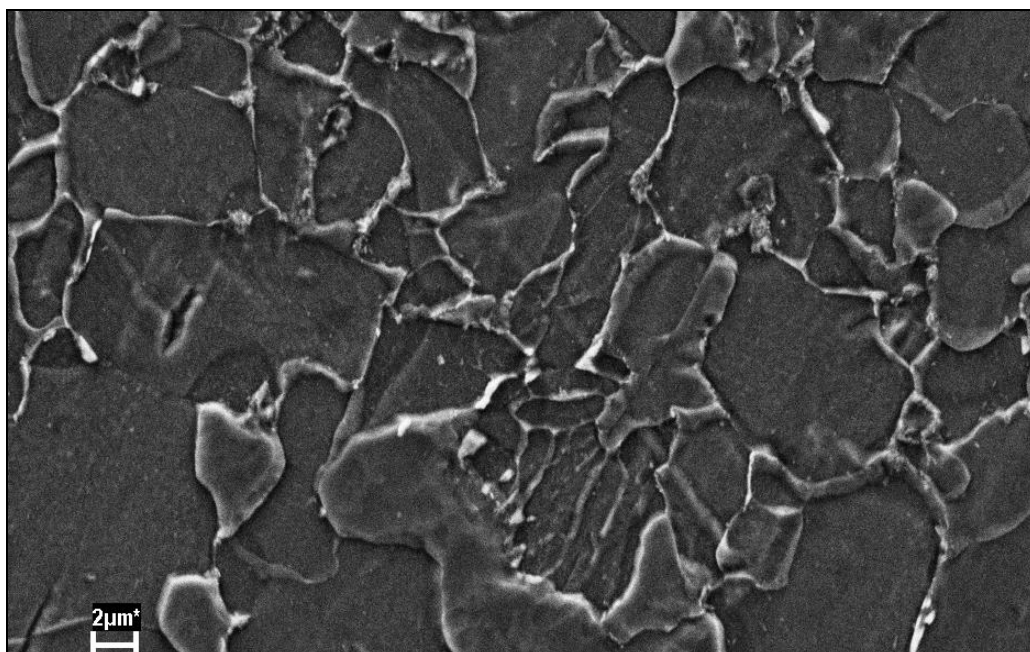


Figura 5.24: Fotomicrografia obtida por MEV do material tratado na condição Mult 800 10. Ampliação de 2260X. Ataque químico: Nital 2%.

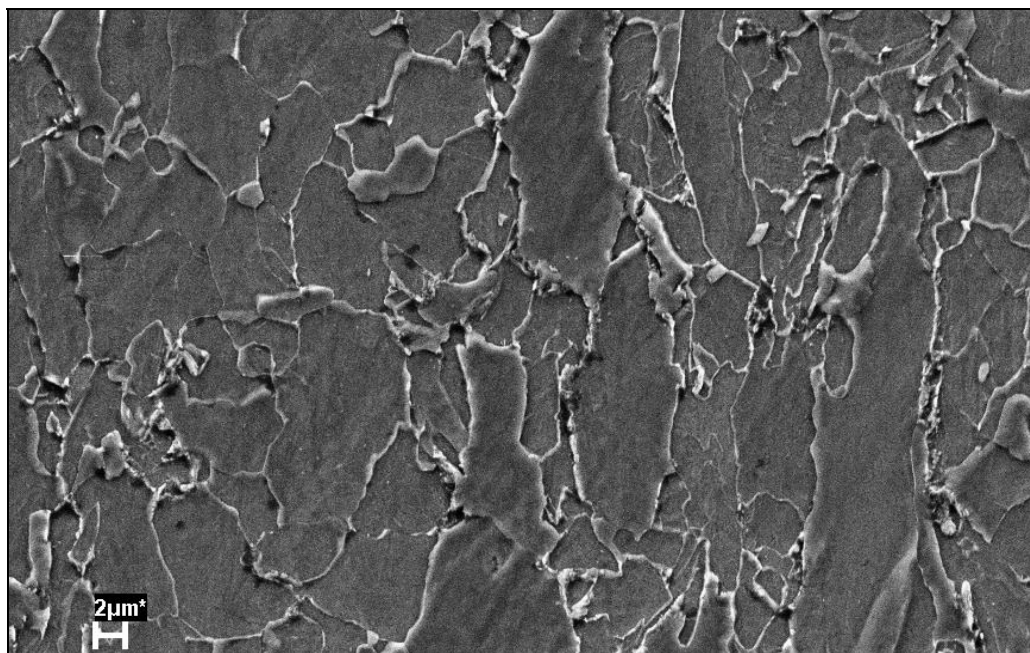


Figura 5.25: Fotomicrografia obtida por MEV do material fornecido. Ampliação de 1430X. Ataque químico: Nital 2%.

5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

5.3.1 Ensaio de Tração

Da realização do ensaio de tração, foram obtidos os resultados relativos às seguintes propriedades mecânicas: limite de resistência à tração, alongamento e limite de escoamento. O alongamento foi obtido do próprio ensaio com a colocação de um extensômetro no corpo-de-prova para medir sua deformação. Já o limite de resistência à tração não foi medido diretamente no ensaio, pois o programa utilizado capta força versus deformação. Para o cálculo desta propriedade utilizou-se o programa ORIGIN 6.0, e o cálculo da área da seção transversal do corpo-de-prova. A medida do limite de escoamento foi realizada pelo método *off set* 0,2%. As propriedades obtidas nos ensaios de tração, nas condições após os tratamentos térmicos e da condição como fornecida, estão dispostas na Tabela 5.3.

Tabela 5. 3: Propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração.

Condição	Alongamento	Limite de Resistência à Tração	Limite de Escoamento
	Médio(%)	Média(MPa)	Médio(MPa)
fornecido	25,2±1,9	525,6 ±0,1	469,0 ±15,6
Mult 760 3	29,8 ±0,3	529,4 ±1,2	334,6 ±1,6
Mult 760 10	27,6 ± 1,4	520,6 ± 6,5	362,0 ± 3,0
Mult 800 3	29,9 ±0,4	499,8±9,4	328,2 ±6,5
Mult 800 10	31,4 ±1,3	481,8 ±7,0	328,2 ±9,2
Bif 760	12,7 ±1,4	570,8 ±4,0	397,1 ±4,2
Bif 800	28,3 ±2,9	598,5 ±10,7	340,4 ±11,7
Bain	25,8 ±0,4	528,9 ±5,9	436,5 ±5,1

Os resultados obtidos para o material fornecido em algumas situações, como pode ser observado na Tabela 5.3, são melhores do que o encontrado para o material após tratamento térmico. Porém, este fato ocorre devido ao material ser fornecido em aros cortados de tubos, ou seja, o material passou pelo processo de conformação e suas propriedades mecânicas, tanto de limite de resistência à tração como de limite de escoamento e alongamento, são afetadas devido ao encruamento sofrido durante o processo de fabricação.

Correlacionar os resultados das propriedades mecânicas obtidas com as frações volumétricas dos constituintes obtidos após os tratamentos térmicos pode esclarecer alguns pontos.

Comparando-se a condição Mult 760 3 com Mult 760 10 percebe-se que houve um ganho no limite de escoamento para a condição com maior tempo de permanência na temperatura de transformação isotérmica (10 minutos). O baixo valor inicial no limite de escoamento é resultado das tensões residuais e das discordâncias móveis causadas pela transformação martensítica na fase ferrítica.

Observa-se que, para a condição Mult 760 10, o limite de escoamento teve um aumento percentual de 8,2% com relação à condição Mult 760 3. Associa-se este fato ao aumento da quantidade de bainita de 1,0% para 5,1%, pelo aumento do tempo de manutenção do material em transformação isotérmica, e reforçado pelas reduções na formação de martensita. Além desses fatores, a estabilização da austenita retida também contribui para o aumento do limite de escoamento (SAKUMA e colaboradores, 1991).

O alongamento da condição Mult 760 3 alcançou um ganho percentual de 7,9% com relação ao maior tempo na temperatura de transformação isotérmica (10 minutos), isto se deve ao fato que, para os menores tempos, existir uma maior fração volumétrica de austenita retida. Para os maiores tempos, na temperatura de transformação isotérmica, a austenita retida dá lugar a uma maior formação de bainita e martensita sendo este fator determinante do menor alongamento.

Os níveis de resistência à tração diminuem com o aumento do tempo de permanência na temperatura de transformação isotérmica. Esses altos níveis nos menores tempos (3 minutos) de permanência na condição isotérmica, tanto para 760°C como para 800°C, estão relacionados com as maiores frações volumétricas dos constituintes austenita retida e martensita. Jacques e colaboradores (2001) propuseram uma correlação diretamente proporcional entre a quantidade de austenita formada e o limite de resistência à tração, valorizando a presença da fase austenítica nas condições de tratamentos térmicos, em que ocorrem os mais elevados níveis de resistência à tração.

Comparando-se os resultados da condição Mult 760 3 e 10 ao material fornecido verifica-se, que para o tempo de 3 minutos, tanto o valor do alongamento como o limite de resistência à tração foram superiores. Somente o limite de escoamento não superou o valor do material fornecido, porém sabe-se que um

material com baixo limite de escoamento apresenta melhor formabilidade, sendo uma boa opção para fabricação de tubos e componentes de automóveis.

Analisando-se as condições Mult 800 3 e Mult 800 10 nota-se que os níveis de resistência à tração diminuem com o aumento do tempo de permanência na temperatura de transformação isotérmica. Esses altos níveis de resistência para os menores tempos (3 minutos) estão relacionados com as maiores frações volumétricas de austenita retida e martensita.

Pode-se observar que para a condição Mult 800 não ocorreu elevação no limite de escoamento. Deve-se levar em consideração que para esta condição a fração volumétrica de austenita retida foi menor tanto para a condição de 10 minutos como para 3 minutos, quando comparada à condição Mult 760. A austenita presente na condição Mult 800 10 é mais instável e por esta razão houve uma maior formação de bainita, decorrendo em redução na resistência mecânica para esta condição.

Comparando-se o alongamento da condição Mult 800 3 com Mut 800 10, nota-se que o maior alongamento foi verificado para o maior tempo de permanência (10 minutos). Para este tempo ocorreu a maior fração volumétrica de bainita e a menor fração volumétrica de martensita, podendo-se então afirmar que a combinação das proporções desses dois constituintes gerou uma melhora no alongamento entre os diferentes tempos.

Ao comparar as propriedades mecânicas obtidas pelos tratamentos Mult 800 3 e Mult 800 10 com o material fornecido, percebe-se que houve um ganho no alongamento para os dois tempos de permanência. Para o maior tempo (10 minutos) houve o maior ganho percentual representando 24,6% com relação ao fornecido.

Pela comparação das condições Mult 760 com Mult 800, percebe-se que aconteceu uma diminuição no limite de resistência à tração e no limite de escoamento. Este fato ocorreu devido à formação de uma ferrita mais dúctil devido à redução do teor de carbono na própria fase.

Cock e colaboradores (2006) verificaram que maiores temperaturas intercríticas geram frações volumétricas de austenita retida de baixa estabilidade, o que se traduz em diminuição nos níveis de resistência à tração e escoamento, como também verificado neste trabalho.

Comparando-se os tratamentos intercríticos, que partiram da região onde $\alpha + \gamma$ coexistem seguido de resfriamento brusco, observa-se que para a condição de 760°C ocorreu um fato anômalo. Houve uma diminuição drástica no valor do alongamento, que não foi observado em nenhuma outra condição. Esta redução pode ser atribuída ao fato dos grãos de ferrita rodeados pela martensita levar o material a fraturar de maneira frágil antes da martensita fraturar durante a estrição. Este fenômeno é causado pela alta tensão interna na proximidade da interface ferrita / martensita como resultado dos grãos de ferrita circundados de martensita durante a deformação plástica. Na Figura 5.46 fica claro que os grãos de ferrita estão na parte mais baixa e rodeada pelos grãos mais grosseiros de martensita. Essas observações estão em concordância com outros autores Thomas (1985), Cai e colaboradores (1985), Bayram e colaboradores (1999). A geometria grosseira e mais conectada da martensita causa deformações plásticas não homogêneas mais severas e restringe o escoamento plástico a uma pequena fração do volume total da matriz ferrítica. Também evita que ocorra o crescimento de vazios com menor deformação plástica quando a martensita é mais interligada. Conseqüentemente, a ductilidade será menor em todo o volume do material (BAYRAM e colaboradores, 1999).

Ao serem comparados os valores do limite de resistência à tração da condição Bif 760 de 570,8 MPa com 525,6 MPa do material fornecido, nota-se que houve um ganho de 8,6% nesta propriedade. Em termos de fração volumétrica dos constituintes ocorreu o esperado, pois partindo-se da região intercrítica, pela aplicação da “regra da alavanca” era esperado que, para a condição de 760°C, fosse formada uma maior fração volumétrica de ferrita (92,5%) e menor fração volumétrica de constituinte MA (7,5%) em comparação com a condição de 800°C onde se esperava uma menor fração volumétrica de ferrita (90,1%) e maior fração volumétrica de constituinte MA (9,9%).

Ao analisar a condição de 800°C percebe-se que o alongamento teve um ganho com relação à condição de 760°C e também com relação ao fornecido representando um aumento de 12,3%. O limite de resistência à tração teve um ganho passando de 525,6 MPa do fornecido para 598,5 MPa para a condição de 800°C.

Para as duas condições era esperada uma diminuição do limite de escoamento, pois este tratamento gera maiores tensões internas no material. Também era esperado um escoamento contínuo, pois a transformação da austenita em martensita introduz uma alta densidade de discordâncias móveis na matriz ferrítica. Além disso, os grãos de martensita, devido à expansão de volume, geram tensões residuais nos grãos de ferrita adjacentes.

Os aços bainíticos caracterizam-se por possuírem boa resistência mecânica aliada à boa tenacidade, isto devido à introdução do constituinte bainítico, pela morfologia e tamanho de grão desse constituinte. Comparando-se a condição Bain ao material fornecido nota-se que houve similaridade nos níveis de resistência à tração e de alongamento, e redução do limite de escoamento. Comparando-se aos tratamentos para obtenção da estrutura multifásica, os níveis de resistência à tração foram praticamente os mesmos quando comparado à condição Mult 760 e superiores

comparados à condição Mult 800, sendo o melhor resultado de limite de escoamento entre todos os tratamentos aplicados.

Neste trabalho utilizou-se um aço de baixo carbono e pôde-se perceber que pequenas alterações nas frações volumétricas dos constituintes são suficientes para provocar diferentes propriedades mecânicas.

Na revisão bibliográfica discutiu-se sobre a aplicabilidade deste tipo de material tanto na indústria automobilística como na indústria de tubulações e foram realizadas comparações com os resultados obtidos para as duas situações.

Os aços do projeto ULSAB são classificados como mostrado nos gráficos das Figuras 3.2 e 3.3.

A classificação para fabricação de tubulações é dada na Tabela 5.4.

Tabela 5.4: Composição química e propriedades mecânicas dos aços API 5L (adaptada de HIPPERT, 2004).

Grau	C	Mn	P	S	Outros	L.E. (MPa)	L.R. (MPa)
	%max	%max	%max	%max		min	min
Tubos sem costura							
A25-I	0,21	0,60	0,030	0,030	-	172	310
A25-II	0,21	0,60	0,045-0,080	0,030	-		
A	0,22	0,90	0,030	0,030	-	207	331
B	0,28	1,20	0,030	0,030	Nb +V +Ti < 0,15%	241	414
X42	0,28	1,30	0,030	0,030		290	414
X46	0,28	1,40	0,030	0,030		317	434
X52	0,28	1,40	0,030	0,030		359	455
X56	0,28	1,40	0,030	0,030		386	490
X60	0,28	1,40	0,030	0,030		414	517
X65	0,28	1,40	0,030	0,030		448	531
X70	0,28	1,40	0,030	0,030		483	565
Tubos com costura							
A25-I	0,21	0,60	0,030	0,030	-	172	310
A25-II	0,21	0,60	0,045-0,080	0,030	-		
A	0,22	0,90	0,030	0,030	-	207	331
B	0,26	1,20	0,030	0,030	Nb +V +Ti < 0,15%	241	414
X42	0,26	1,30	0,030	0,030		290	414
X46	0,26	1,40	0,030	0,030		317	434
X52	0,26	1,40	0,030	0,030		359	455
X56	0,26	1,40	0,030	0,030		386	490
X60	0,26	1,40	0,030	0,030		414	517
X65	0,26	1,45	0,030	0,030		448	531
X70	0,26	1,65	0,030	0,030		483	565

As classificações foram dispostas novamente para facilitar as comparações.

Utilizando-se a tabela de classificação de materiais segundo a norma API nota-se que, após tratamento, este material (Mult 760 10) seria classificado como um

aço API X52, sob as condições de resistência à tração de 521 MPa e limite de escoamento de 362 MPa.

Porém fazendo-se a comparação da situação de Mult 760 3 com Mult 760 10, têm-se resultados muito parecidos com uma pequena perda de alongamento para a situação analisada. Comparando-se com o tratamento Mult 800 10 nota-se claramente que esta condição é melhor tanto em resistência como em escoamento.

Utilizando-se a classificação usada para a classificação dos aços usados no Projeto ULSAB, este aço, depois de tratado termicamente, enquadrar-se-ia entre um aço de alta e de ultra-resistência.

Pela classificação da norma API o material resultante deste tratamento térmico Mult 760 3 seria um aço API 5L X46, em função de seu limite de escoamento 335 MPa e limite de resistência à tração de 529 MPa. Comparando-se com o material como fornecido, ocorreu um aumento do limite de resistência à tração e diminuição do limite de escoamento, porém com um ganho de 5% no alongamento total. Obtém-se o valor de 529 MPa para a resistência à tração, e este material seria classificado pelas normas do Projeto ULSAB em um aço de alta resistência e até mesmo quase ultra resistência.

O material que passou pelo tratamento Bain, pela norma API seria classificado como um aço API 5L X60, pois alcançou um limite de resistência à tração de 529 MPa com limite de escoamento de 437 MPa. Pela classificação do Projeto ULSAB seria classificado como um aço de alta resistência. Ainda pelo valor de limite de escoamento alcançado e com um alongamento de 26%, estaria no mesmo nível dos aços *dual phase* e *complex phase* e dos aços de última geração de alta resistência “AHSS”. Isto pode ser visualizado na Figura 3.3.

Comparando-se as propriedades mecânicas do aço que passou pelo tratamento Bif 800 com os aços usados no projeto ULSAB, este seria semelhante aos aços IF, IS, BH, ou seja, um aço aplicável em processos de estampagem, uma das propriedades desejadas para os que se prestam para tubos e indústria automobilística.

O tratamento Bif 760 levou a um limite de resistência à tração de 571 MPa e um limite de escoamento de 397 MPa, com um alongamento de 12%. Portanto, segundo a classificação do projeto ULSAB, seria um aço de alta resistência compatível aos aços IF, IS e BH com boas propriedades de estampabilidade.

As propriedades de resistência à tração dos aços bifásicos de baixo teor de carbono também foram estudadas por Yazici (2003), e receberam tratamentos térmicos diferenciados para obtenção de estrutura bifásica em condições diferenciadas. Yazici (2003) notou que esses aços com estruturas bifásicas apresentavam alta plasticidade e resistência mecânica em comparação ao aço fornecido.

Pela norma API o material resultante do tratamento térmico Mult 800 10, em que a estrutura pretendida é a multifásica, seria classificado como um aço API 5L X46, com limite de resistência à tração de 479MPa e limite de escoamento de 328MPa. Quando comparado com o material como fornecido houve um ganho em alongamento de 6,5%. Comparando-se com o tratamento de 760°C por um tempo de permanência de 10 minutos houve um aumento no alongamento de 4,3%. Usando a norma do projeto ULSAB seria classificado como um aço de alta resistência com limite de resistência de 479 MPa e com um alongamento de 32%. Com estes dados, no gráfico da Figura 3.2, tem-se um aço como o ARBL.

Do tratamento Mult 800 3 foi obtido um aço com limite de resistência de 500MPa e limite de escoamento de 328 MPa. Comparando-se estes resultados aos resultados obtidos no tratamento de 800°C por um tempo de permanência de 10 minutos observa-se um ganho nessas propriedades, com alongamento praticamente constante para as duas situações. Se classificado como os aços do Projeto ULSAB seria um aço de alta resistência mecânica; pela norma API seria um aço API 5L X42.

5.3.2 Ensaio de Impacto de Charpy

Os resultados obtidos do ensaio de impacto de Charpy estão representados na Tabela 5.5 sob a forma de energia absorvida. Para a elaboração desta Tabela foi calculada a média dos cinco valores obtidos do ensaio e o desvio padrão, em planilha Excel.

Tabela 5.5: Resultados dos Ensaio de Impacto

Temperatura (°C)	Forn. (J)	Mult 760 3 (J)	Mult 760 10 (J)	Mult 800 3 (J)	Mult 800 10 (J)	Bif 760 (J)	Bif 800 (J)	Bain. (J)
-175	53±12	90±0	87±15	67±12	87±12	107±29	77±15	77±25
-150	75±13	177±6	78±14	93±12	100±0	117±15	83±15	130±10
-140	57±5	170±17	90±17	140±20	117±6	100±20	120±20	210±17
-80	296±0	299±0	299±0	299±1	297±0	299±0	299±0	299±1
20	296±0	299±0	299±0	299±0	296±0	299±0	299±0	299±0

Na Figura 5.26 estão representados, de forma gráfica os resultados obtidos do ensaio de Charpy.

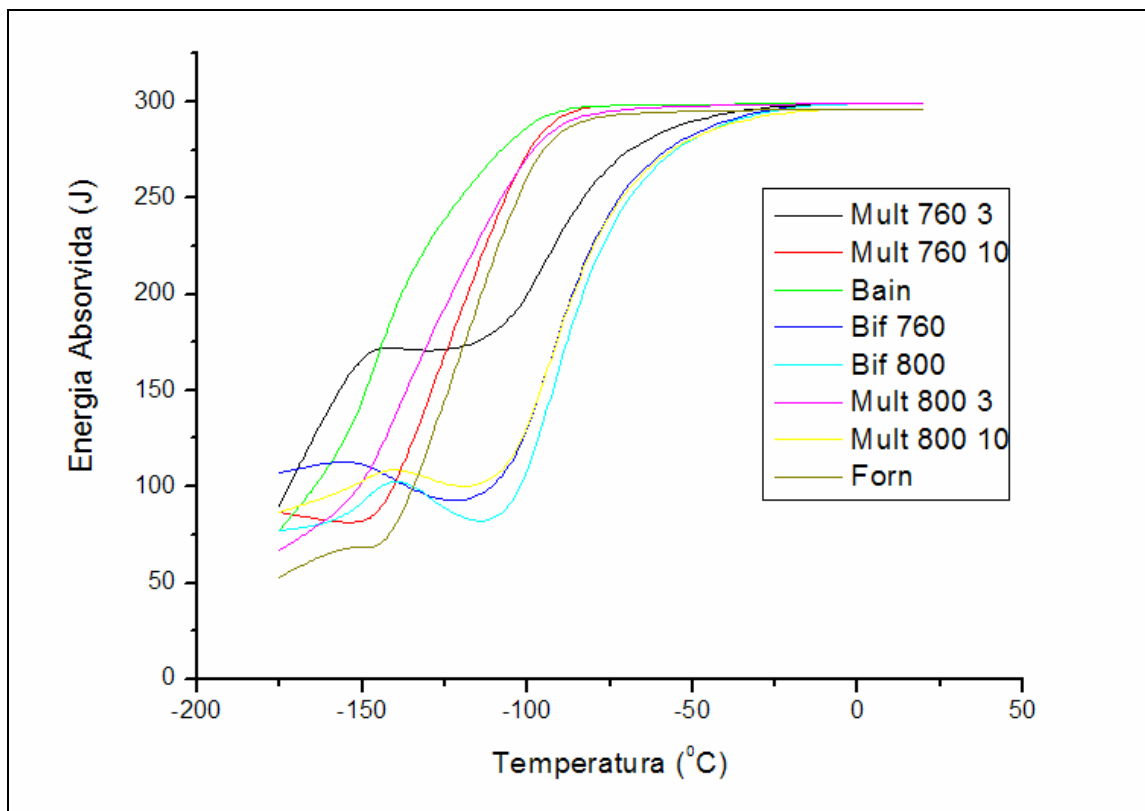


Figura 5.26: Comparação dos resultados do ensaio de Charpy.

Comparando-se os resultados obtidos pode-se observar que alguns grupos de linha têm as mesmas tendências: Mult 760 10, Mult 800 3, Forn e Bain e depois Mult 800 10, Bif 760 e Bif 800, sendo única a situação de Mult 760 3.

Para as temperaturas mais elevadas nota-se, para todas as situações, uma certa homogeneidade nos resultados, apresentando uma energia de impacto relativamente alta sendo compatível com o modo dúctil de fratura. À medida que a temperatura diminui, a energia de impacto cai.

Young e colaboradores (2001) estudaram quatro aços com diferentes teores de carbono e molibdênio com a finalidade de verificar a influencia destes elementos na energia absorvida durante o ensaio de impacto de Charpy. Mostraram que a porcentagem de carbono é um elemento de liga que influencia na energia absorvida.

Fica bem claro, pelo gráfico da Figura 5.27, que com a diminuição do teor de carbono a energia absorvida aumenta. Essa mudança na tenacidade do material é atribuída à dissolução do carbono na matriz de ferrita. Sabendo-se que o aço possui maior capacidade de dissolução do carbono a altas temperaturas é de se esperar que, nos tratamentos térmicos com menor tempo de permanência na temperatura de transformação, a tenacidade seja maior pela maior porcentagem de ferrita, em que o carbono tem uma menor dissolução. Como a porcentagem de martensita também influencia a energia de impacto, aumentando-se a porcentagem deste constituinte há uma diminuição na energia de impacto.

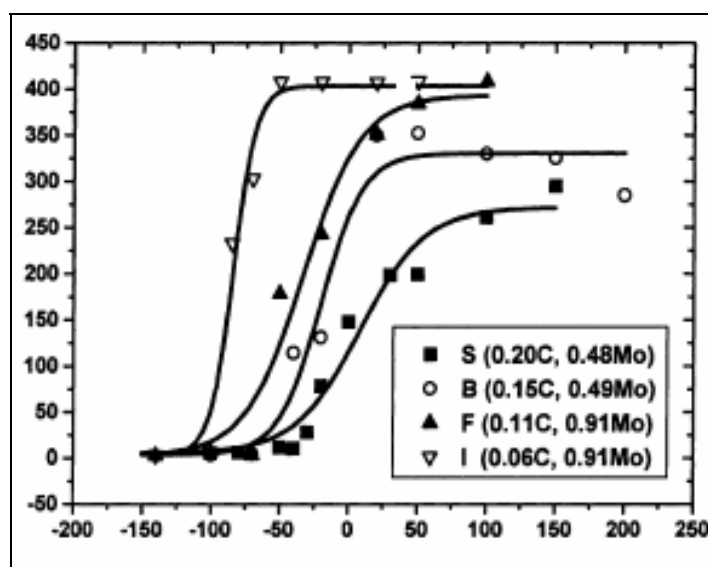


Figura 5.27: Mudança nas propriedades do ensaio de Charpy com o teor de carbono (Adaptado de YOUNG e colaboradores, 2001).

A influência do molibdênio foi evidenciada pelo fato deste elemento ser formador do carboneto M_2C responsável pelo aumento da resistência à tração dos aços temperados. Porém, para os aços de baixo carbono (0,1 a 0,05%C) com o aumento na porcentagem deste elemento, há uma diminuição na tenacidade do material e um abaixamento na temperatura de transição (YOUNG e colaboradores, 2001).

Shin e colaboradores (2006) estudaram a temperatura de transição de um aço API X70 e observaram, que para uma mesma composição química, mudando-se apenas a região de aquecimento para o tratamento térmico, existe uma modificação da temperatura de transição, ou seja, para uma amostra austenitizada na região onde só existe a austenita, a temperatura de transformação fica em torno de -59°C a -109°C , e para uma amostra austenitizada na região onde ferrita e austenita coexistem a temperatura de transformação fica entre -72°C e -113°C . O aço tratado na região austenítica alcançou a mais alta absorção de energia e a mais baixa temperatura de transição comparando-se ao material da região intercrítica. Isto se deve à baixa fração volumétrica da martensita. Para as condições Bif 760 e Bif 800, estudadas neste trabalho, observou-se a menor temperatura de transição, sendo que foram tratadas na região intercrítica.

Analisando as curvas obtidas do ensaio de impacto pode-se observar que os tratamentos térmicos e conseqüentemente a fração volumétrica dos constituintes obtidos influenciam as propriedades mecânicas do material.

Observando as condições bifásicas pode-se estabelecer uma relação do quanto a porcentagem de martensita influencia na redução ou aumento da tenacidade, pois as porcentagens do constituinte MA (martensita + austenita) aumentam com o aumento da temperatura intercrítica, passando de 7,5% para 9,9%, verifica-se, assim, que para a menor fração volumétrica de MA obtém-se a maior energia de impacto (760°C).

A estrutura do material como fornecido a baixas temperaturas (-140°C , -150°C e -175°C) apresenta a menor tenacidade dentre os materiais tratados termicamente. Comparando-se com os materiais da condição bifásica, pode-se fazer uma correlação com a fração volumétrica do constituinte MA, composto por martensita e austenita, ou seja, o material fornecido (8,4% perlita), o material da

condição Bif 760 (7,5%MA) e o material da condição Bif 800 (9,9%MA), para a mais baixa temperatura (-175°C). Note que a maior energia absorvida é obtida pela condição Bif 760 onde se espera a menor fração volumétrica de martensita, seguido da condição Bif 800. Sendo o material como fornecido o material de menor energia pode-se deduzir então que dentre os constituintes a maior percentagem é de perlita que possui maior concentração de carbono. Portanto, fica evidente que o carbono é um fragilizador do material. O mesmo raciocínio aplica-se à condição Mult 800 10.

O segundo grupo de curvas (Mult 760 10, Bain, Mult 800 3 e Forn) apresentam um aumento na tenacidade do material, maior do que em outras condições. Observar que a condição bainítica apresenta a maior energia de impacto na temperatura -140°C, sendo este fato uma das características já discutidas deste tipo de material, alta resistência mecânica aliada à alta tenacidade.

A condição Mult 760 3 apresentou em todas as temperaturas uma alta absorção de energia o que pode ser atribuído ao fato desta condição apresentar um alto valor percentual de ferrita, fase mais dúctil.

5.4 FRACTOGRAFIA

Na Figura 5.28, em que o tratamento térmico foi realizado para a obtenção da estrutura multifásica por uma austenitização a 760°C por meia hora seguida de resfriamento para a temperatura de 500°C e tempo de permanência de três minutos posteriormente sendo resfriado em água, nota-se que a aparência da fratura é bastante dúctil com formação de *dimples* bastante alongados. Os *dimples* vão se formando e se unindo aos vizinhos até levar o material à fratura. Este tipo de fratura deve-se em parte à constituição obtida após o tratamento térmico, que resultou em 91,2% ferrita, 2,6% martensita, 4,2% austenita retida e 2,5% bainita.

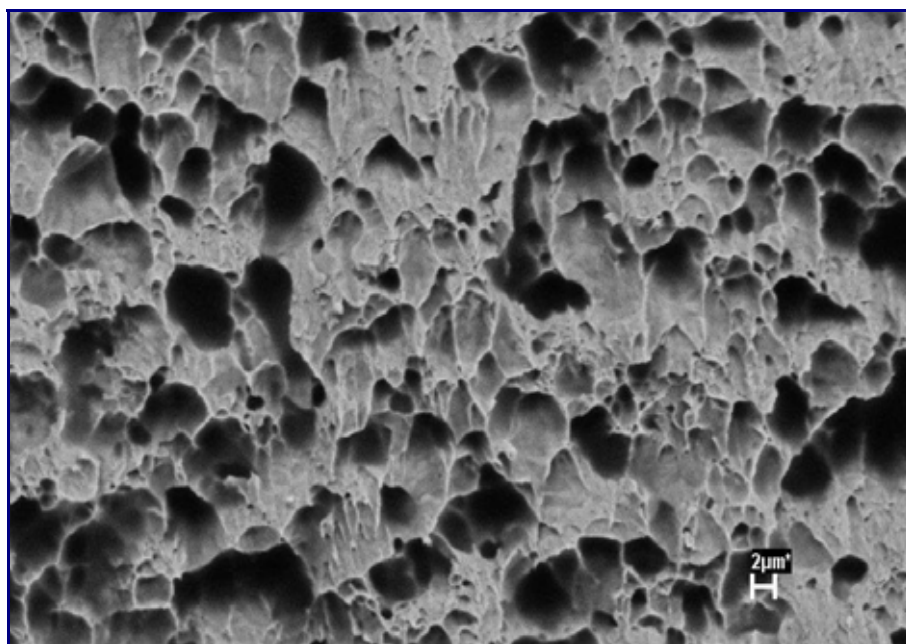


Figura 5.28: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 760 3.

Já na Figura 5.29, que sofreu o mesmo tratamento térmico anterior, porém com tempo de permanência na temperatura de obtenção bainítica por um tempo de dez minutos, ocorreu uma fratura com grande estricção e uma fratura mista onde se observam algumas facetas de clivagem e poucos *dimples*. Ainda a aparência da fratura em degraus é uma característica encontrada em estruturas com a presença do

constituente bainítico. Para este tratamento foi obtida uma fração volumétrica de 5,6% bainita o que vem a confirmar os mecanismos de fratura. Na Figura 5.30, com um aumento de 1500 X da estrutura observada anteriormente, pode-se analisar com maiores detalhes a fratura mista.

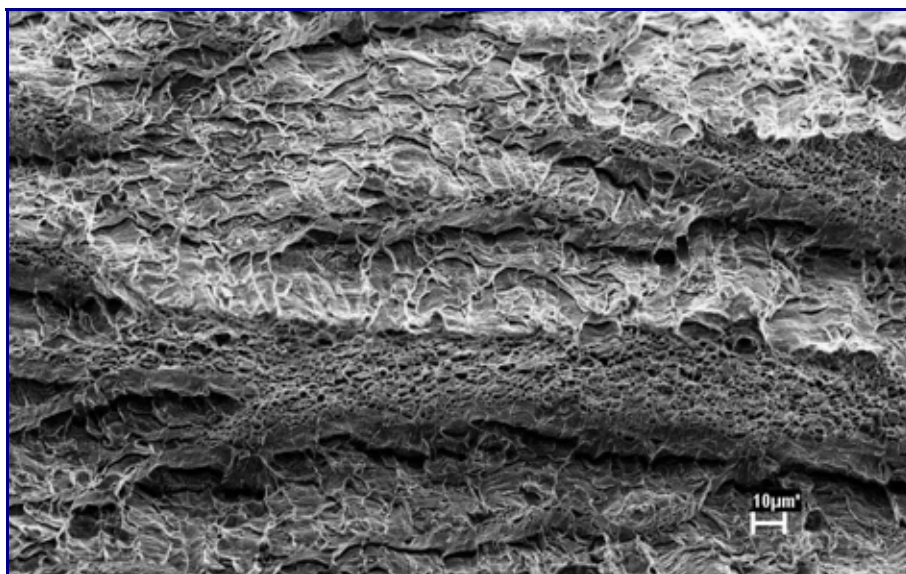


Figura 5.29: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 760 10.

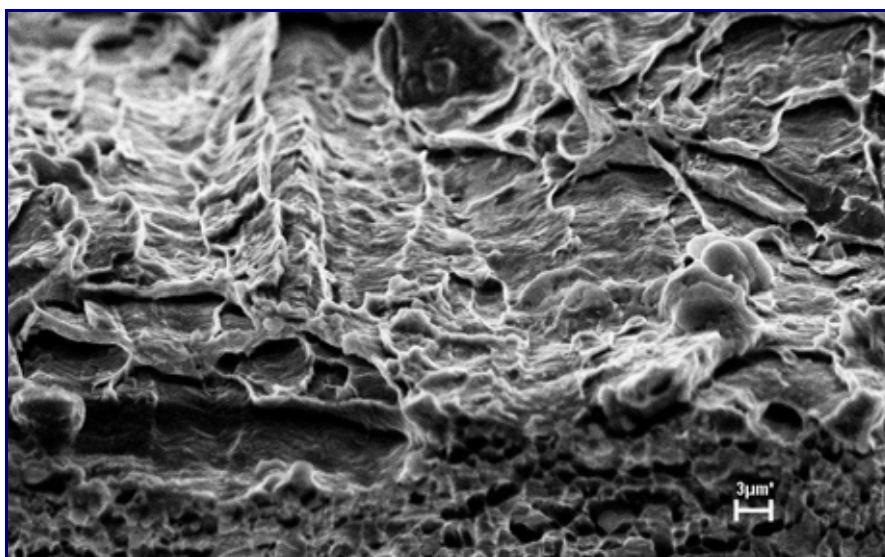


Figura 5.30: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 760 10.

Na Figura 5.31 o tratamento térmico aplicado foi de austenitização a 950°C por meia hora e resfriamento para 500°C, permanecendo nesta temperatura por dez minutos para a obtenção da estrutura bainítica. Verifica-se uma grande quantidade de precipitados no interior dos *dimples*, que são possivelmente oriundos do tratamento térmico aplicado, dando indícios de que estes precipitados se desprenderam da estrutura durante a deformação no ensaio de tração. Na figura 5.32, com um aumento de 3680 X notam-se *dimples* com precipitados e outros, vazios.

Neste ponto é conveniente salientar a importância da realização do MEV. Ao se levar em consideração apenas a microscopia óptica, esta não seria suficiente para detectar estes pequenos constituintes.

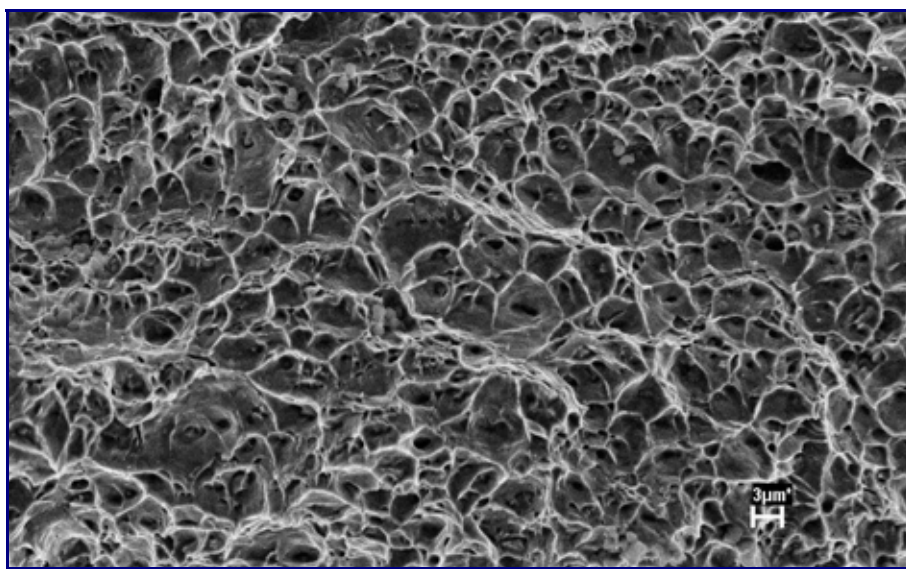


Figura 5.31: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bain.

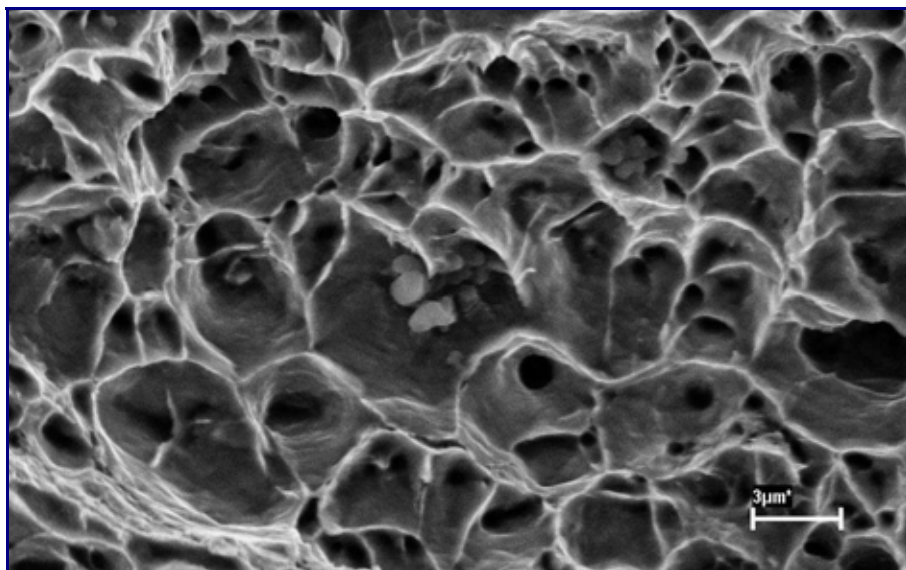


Figura 5.32: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bain.

As Figuras 5.33 e 5.34 resultam do tratamento térmico para obtenção da estrutura bifásica na temperatura de 760°C por meia hora e posterior resfriamento em água agitada. Pela análise da superfície notam-se algumas facetas de clivagem em meio a *dimples*, caracterizando-se como uma fratura mista. A cavidade maior observada pode ser atribuída a uma fase dura que foi arrancada em bloco naquela região. Como se trata de estrutura bifásica, esta estrutura dura pode ser a martensita.

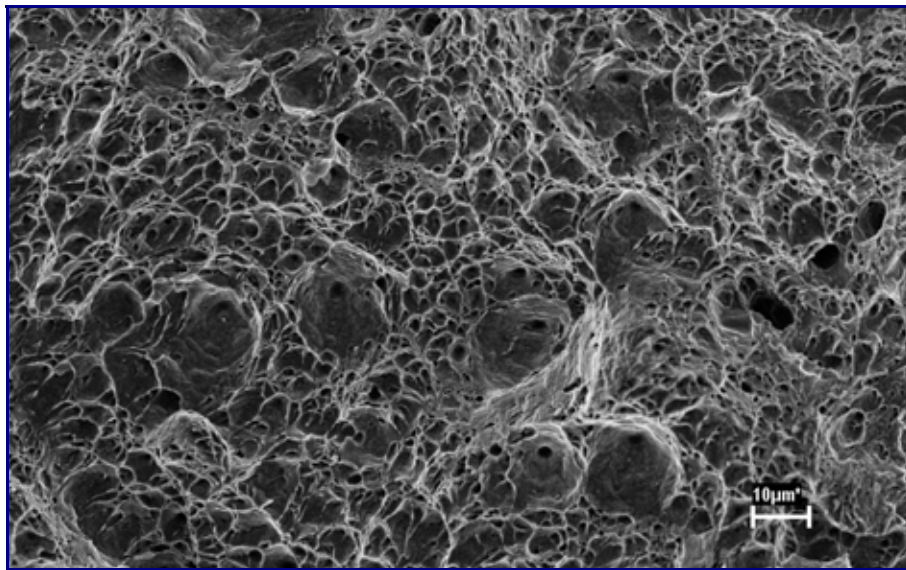


Figura 5.33: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bif 760.

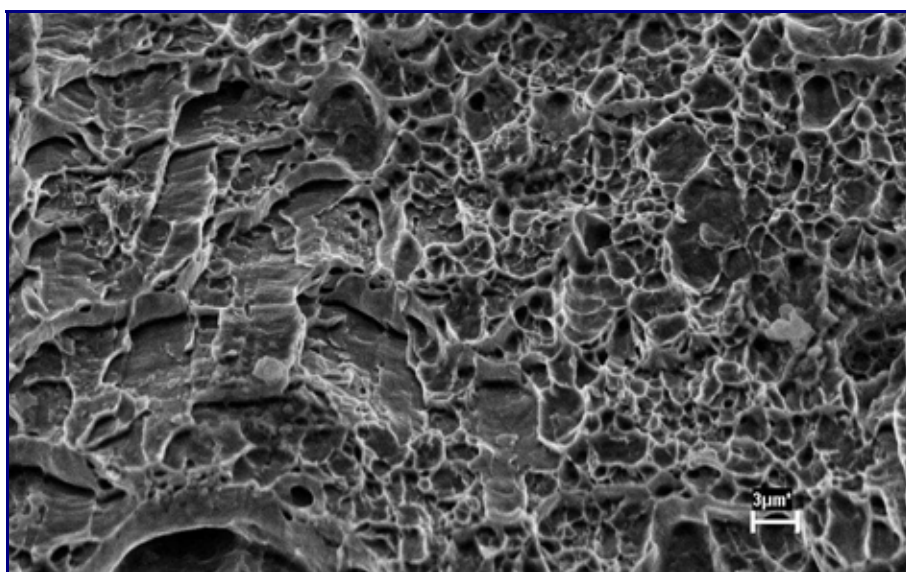


Figura 5.34: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bif 760.

Sarwar et al. (2007) observaram que após tratamento térmico para obtenção da estrutura bifásica, o tipo de fratura observada na Figura 5.35 é semelhante ao deste trabalho. Observaram também que a fratura se inicia nos grãos de ferrita e param nos grãos de martensita.

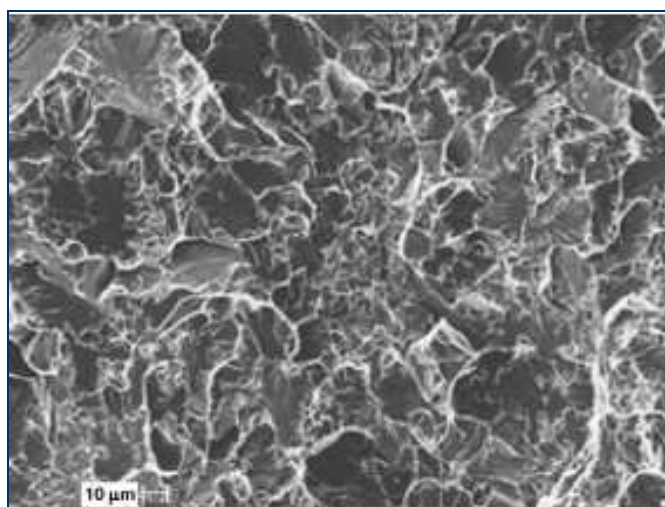


Figura 5.35: Fratura mista (adaptada de SARWAR, 2007).

Na Figura 5.36 observa-se a ruptura do material como fornecido, sem nenhum tratamento térmico, e percebe-se uma quantidade menor de precipitados do que nas peças que sofreram tratamento térmico; porém, a fratura é dúctil marcada por *dimples*. Esta imagem é visualizada com um aumento de 2390 X.

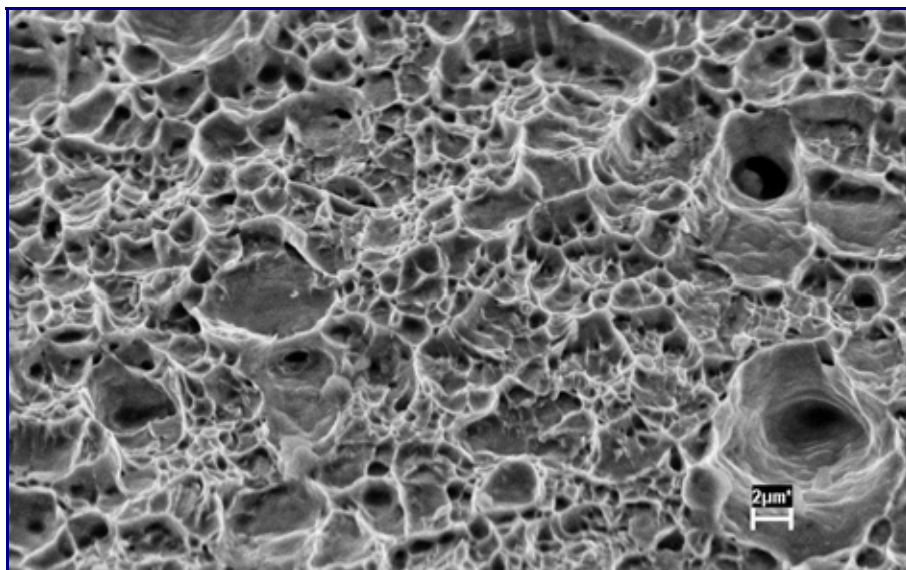


Figura 5.36: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Forn.

As Figuras 5.37 e 5.38 sofreram tratamento térmico para a obtenção da estrutura multifásica através de uma austenitização a 800°C por meia hora, seguida de resfriamento para a temperatura de 500°C e tempo de permanência de dez minutos posteriormente sendo resfriado em água. Observando-se a Figura 5.37 pode-se separar esta fratura em três partes: o lado esquerdo da amostra apresenta um aspecto pouco dúctil, com ausência de *dimples*; a região central apresenta uma fratura plana com planos de clivagem; e o lado direito apresenta micromecanismos um pouco mais dúcteis. Esta fratura mista começa na parte interna e caminha para o exterior. Com uma ampliação de 2990 X pode-se observar, com maiores detalhes na Figura 5.38, a região central da amostra e sua fratura plana.

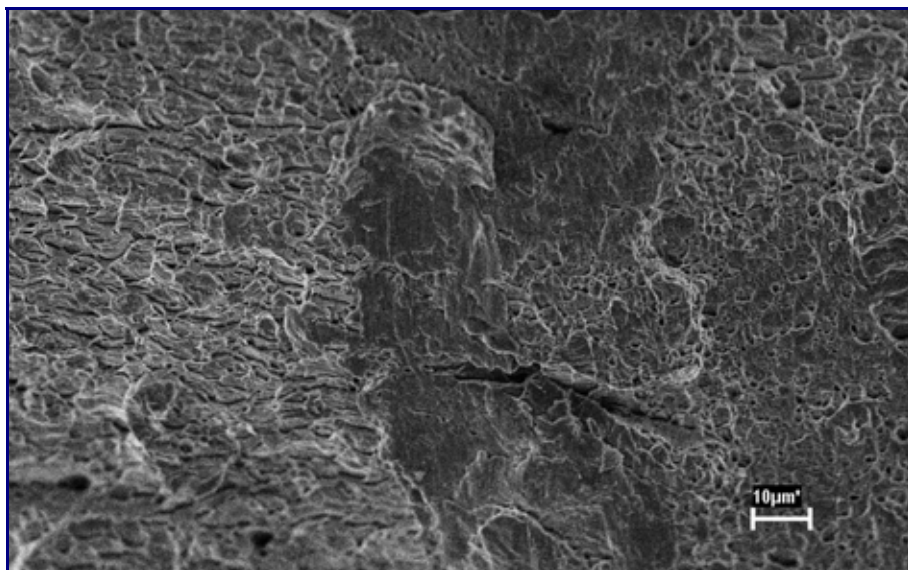


Figura 5.37: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 800 10.

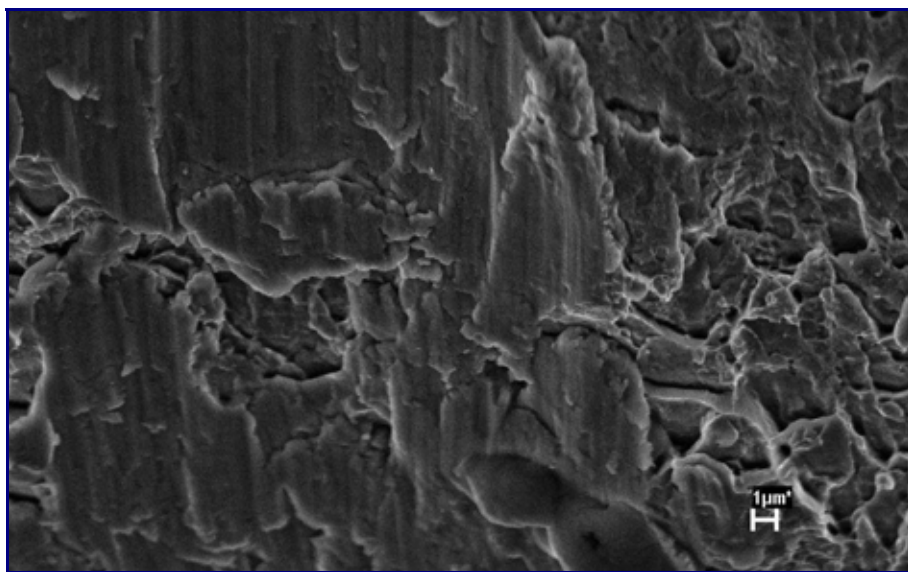


Figura 5.38: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 800 10.

As Figuras 5.39 e 5.40 sofreram tratamento térmico para a obtenção da estrutura multifásica através de uma austenitização a 800°C por meia hora, seguida de resfriamento para a temperatura de 500°C e tempo de permanência de três minutos, posteriormente sendo resfriado em água. Como observado para tratamento semelhante, a fratura ocorre em três partes distintas da amostra, porém com menor intensidade, em decorrência de uma menor fração do constituinte martensítico e bainítico, que são, para este aço, os constituintes que aumentam as regiões de discordâncias decorrendo em um maior encruamento.

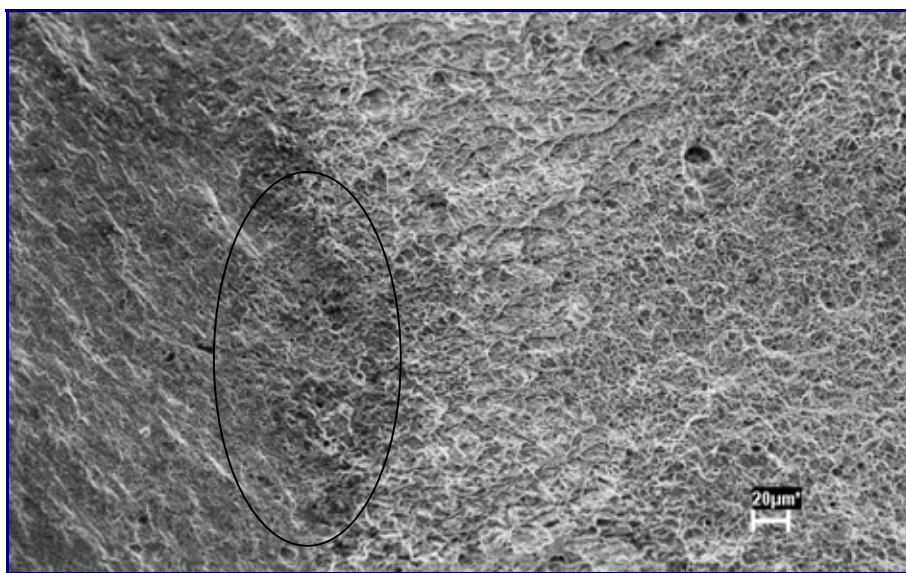


Figura 5.39: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 800 3.

A região demarcada na Figura 5.39 é uma região de transição para fratura final, tendo um aumento na velocidade de ruptura e levando a um aspecto de fratura frágil.

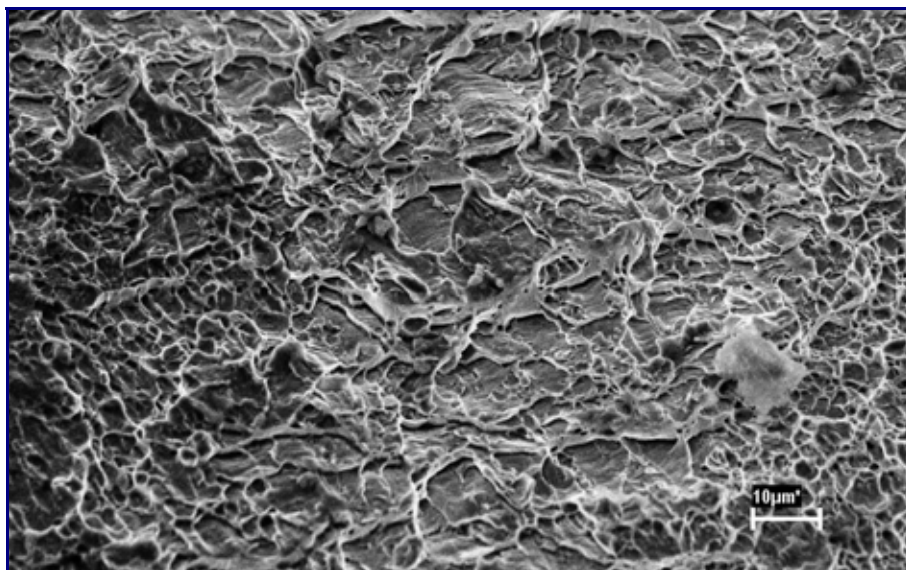


Figura 5.40: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Mult 800 3.

As Figuras 5.39 e 5.40 resultam do tratamento térmico para obtenção da estrutura bifásica na temperatura de 800°C por meia hora e posterior resfriamento em água agitada, bastante semelhante à fratura observada na Figura 5.41, com muitos *dimples* e alguns precipitados. No detalhe visualizam-se *dimples* com interiores vazios e outros com precipitados ainda em seu interior, (Figura 5.42).

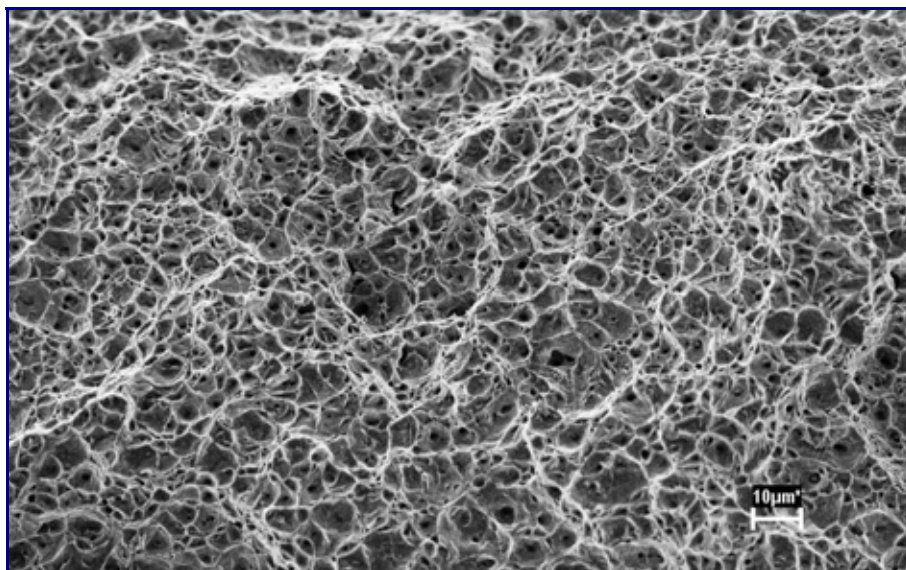


Figura 5.41: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bif 800.

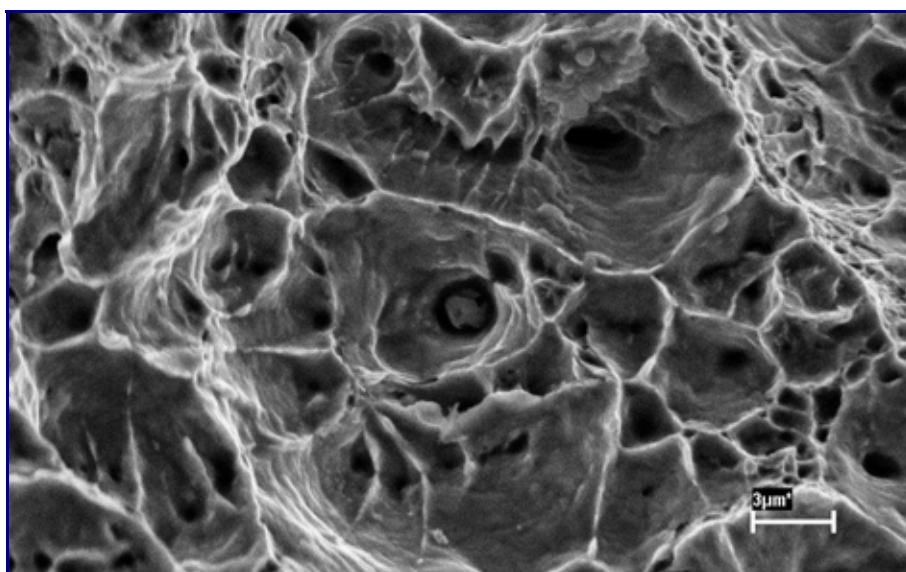


Figura 5.42: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura das amostras do ensaio de tração. Condição Bif 800.

Prahl e colaboradores (2007) identificaram na superfície de fratura inclusões não-metálicas na parte mais alta dos *dimples*. O material que estudaram passou por uma austenitização a 850°C por 20 minutos, seguido de tratamento isotérmico a 400°C por 120 minutos (Figura 5.43).

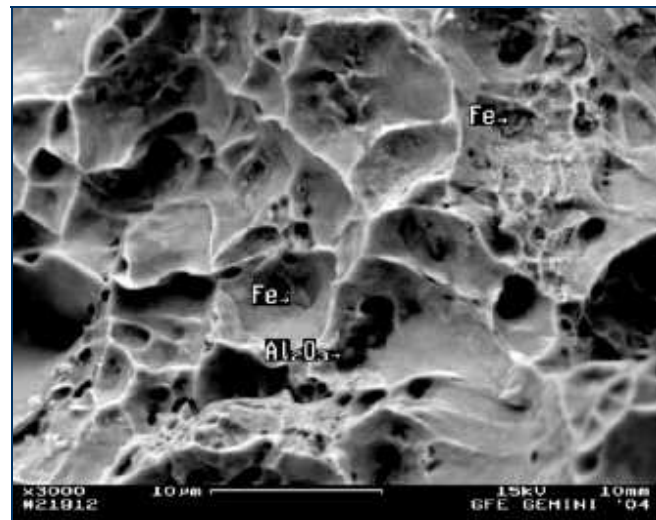


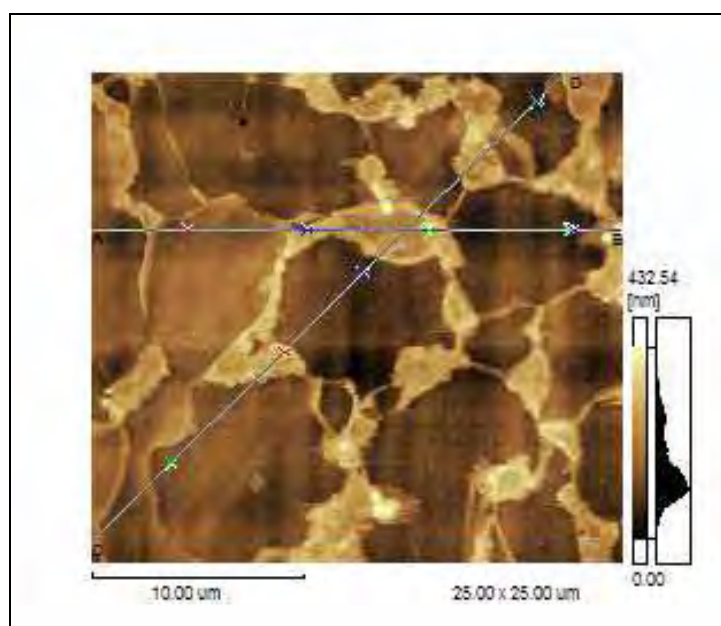
Figura 5.43: Inclusões não-metálicas e grãos de martensita na parte superior dos *dimples* (adaptada de PRAHL et al, 2007).

5.5 ANÁLISE POR MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA (MFA)

As observações microestruturais dos aços são geralmente realizadas por meio de microscopia óptica, eletrônica de varredura, difração de raios-X e técnicas metalográficas coloridas. O uso de MFA pode fornecer bons resultados desfazendo ambigüidades na identificação das fases.

Através do método de contato entre o *cantilever* e a amostra resulta uma imagem correspondente à topografia da amostra analisada. Para definir os contornos de grãos utilizou-se o reagente químico de Nital 2%.

O recurso que pode ser observado nas Figuras 5.44 e 5.45 é bastante interessante, pois permite determinar as fases presentes, pelas alturas (efeito do ataque químico). A amostra em análise corresponde ao tratamento de têmpera intercrítica a 800°C. As regiões em marrom escuro representam a maioria da estrutura, correspondendo à estrutura ferrítica. Que atingem uma altura de até 122nm. As regiões mais claras são atribuídas ao constituinte martensítico que, pela análise, fica em torno de 350nm, tendo alguns picos que ultrapassam 400nm. A partir destes resultados fica claro que existem variações no relevo da amostra, não sendo possível determinar valores exatos para cada fase, mas faixas de valores de altura para cada fase. Foi verificado o mesmo fenômeno para a ferrita, ou seja, a faixa de variação da topografia deste microconstituente varia em uma faixa entre 0 e 122nm.



AB

	Height (nm)
—	121,74
—	349,73
—	264,59

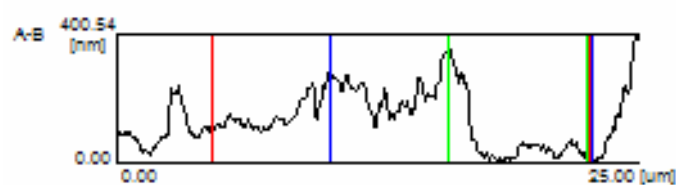


Figura 5.44: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Bifásica 800°C.

CD

	Height (nm)
—	312,21
—	111,54
—	41,43

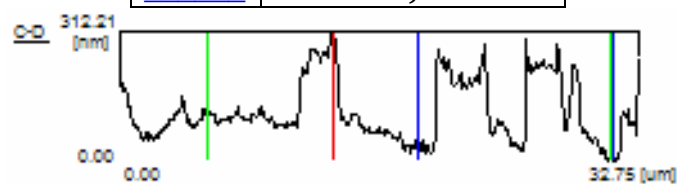


Figura 5.45: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Bifásica 800°C.

A Figura 5.46 apresenta a imagem tridimensional com área de varredura de $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$, onde se pode observar a microestrutura bifásica, com ilhas de ferrita circundada da fase martensítica. Nota-se também que a morfologia é não uniforme, o que torna realmente conveniente a utilização de faixas de alturas para cada constituinte.

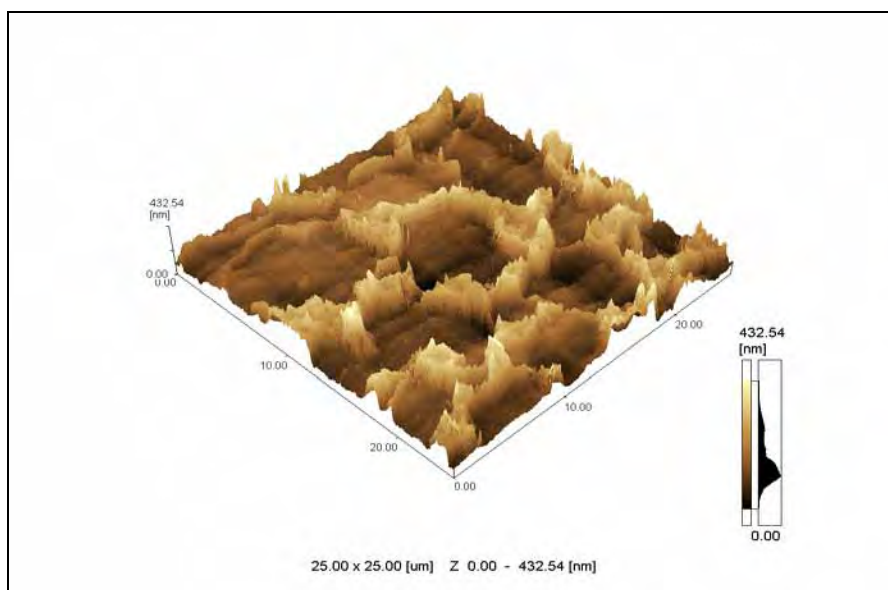
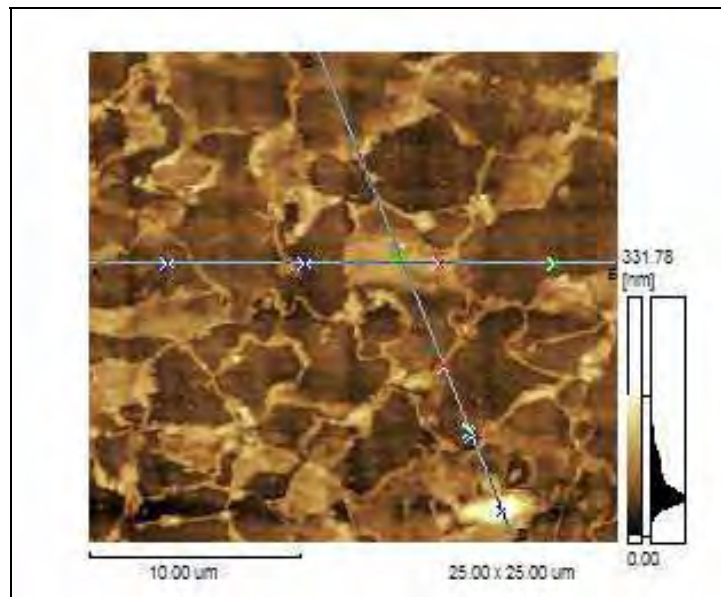


Figura 5.46: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica.

Na Figura 5.47 pelo recurso de medir as alturas das fases presentes, verifica-se uma nova faixa de valores entre 166nm e 195nm que é pertinente ao tratamento aplicado (tratamento isotérmico a 950°C). Nesta faixa topográfica encontra-se o constituinte bainítico. Nota-se também que houve uma redução na faixa de valores da ferrita, comparando-se ao tratamento anteriormente estudado, o que sugere um refinamento da microestrutura. Porém, o que surpreende neste caso é o surgimento da faixa de topografia do constituinte martensítico, visto que na micrografia realizada por microscopia óptica este não havia aparecido, como pode ser observada na Figura 5.6. Porém, da análise da Figura 5.17, pode-se dizer que realmente foi formada uma nova fase, em pequena quantidade. Pela faixa topográfica pode-se dizer que o constituinte martensítico também está presente, numa faixa acima de

195nm até 450nm. É possível notar claramente o constituinte martensítico no segmento CD, para a linha azul.



AB

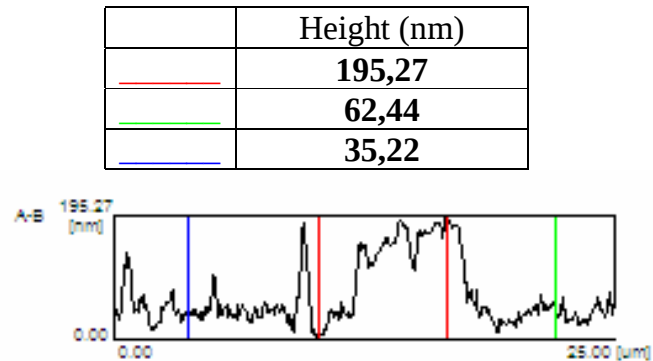


Figura 5.47: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Bainítico.

CD

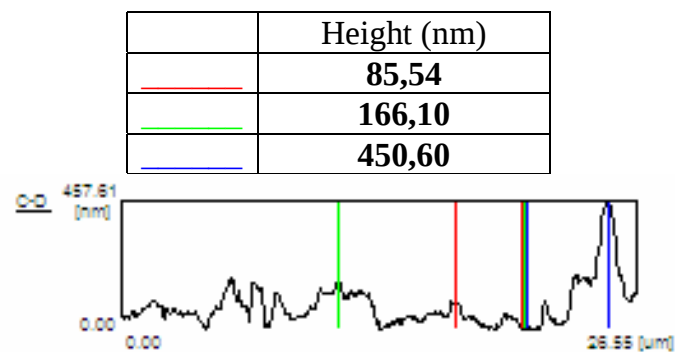


Figura 5.48: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Bainítico.

Com a substituição da fase martensítica por uma microestrutura composta em sua maior parte de bainita, nota-se, da Figura 5.49, que há uma redução na altura dos picos topográficos e uma diminuição da fase ferrítica o que já foi comprovado quando da análise da fração volumétrica dos constituintes. Ressalta-se que para este tratamento foi verificada a menor fração volumétrica de ferrita (80,3%).

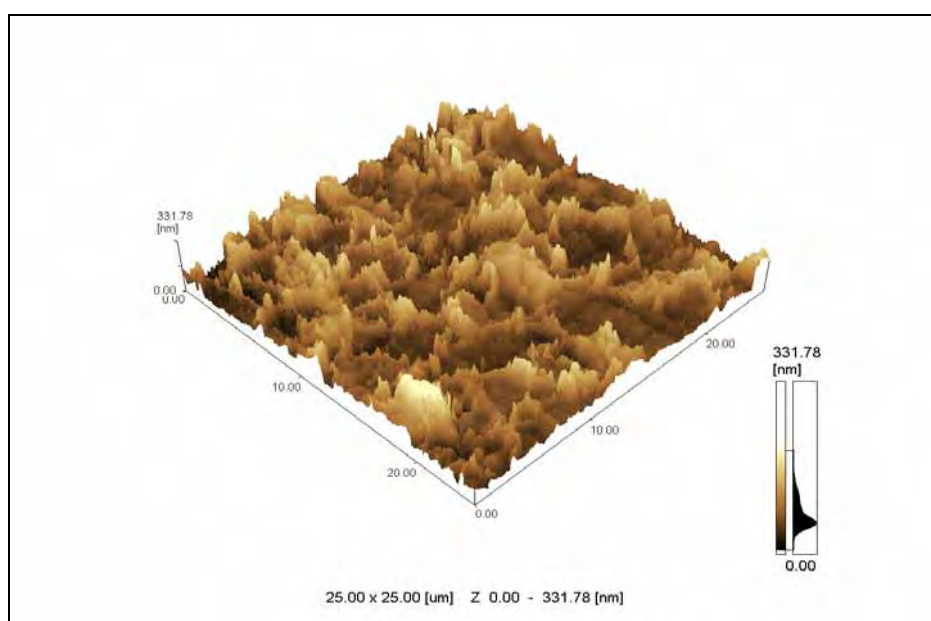
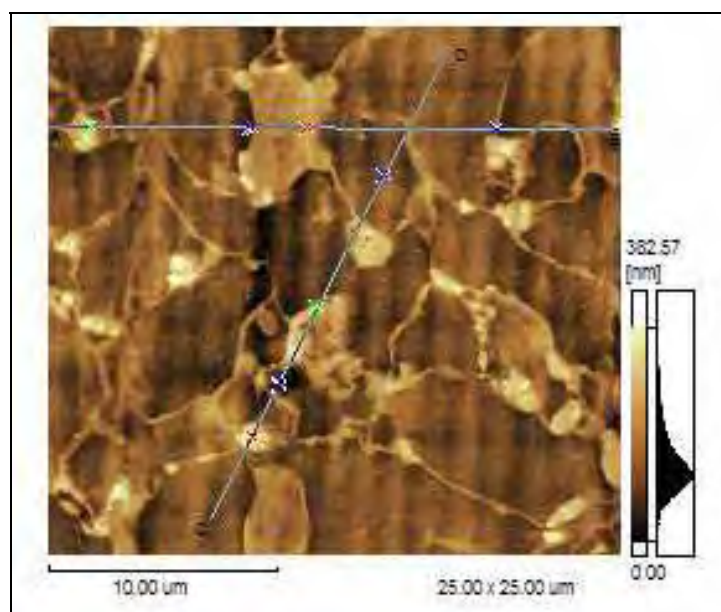


Figura 5.49: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica.

Nas Figuras 5.50 e 5.51 observam-se as três fases características dos aços multifásicos: ferrita com topografia numa faixa de 111nm a 126nm; bainita 207nm a 249nm; e a martensita, com valores em torno de 298nm a 333nm. Para todos os casos analisados pode-se notar que existem picos, evidenciando que a topografia do material não é homogêneo.

Neste ponto foi necessária a utilização de uma nova fotomicrografia que pode ser observada na Figura 5.52, pois para uma área de 25X25nm não é possível a visualização do fenômeno que ocorreu para este tratamento. A segunda fase,

martensita e bainita, ficou isolada em pequenos blocos, ou seja, esta não se formou em quantidade suficiente para contornar a ferrita. A fase de ferrita aparece em porções contíguas maiores, dando a impressão de ter grãos maiores. Esta fotomicrografia confirma o que foi visualizado em microscopia óptica na Figura 5.3, em que foi empregado o reagente de metabissulfito de sódio para a visualização das fases. Pode-se notar que os constituintes formados estão juntos e que realmente não circundaram a ferrita. Na Figura 5.11, na qual foi empregada a técnica de *heat tinting* nota-se o mesmo fenômeno.



AB

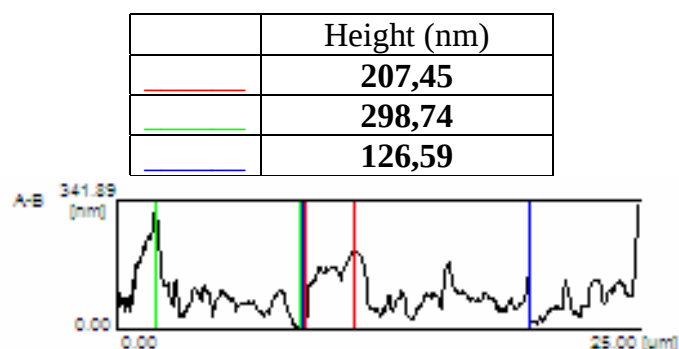


Figura 5.50: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento AB. Condição: Mult 760 3.

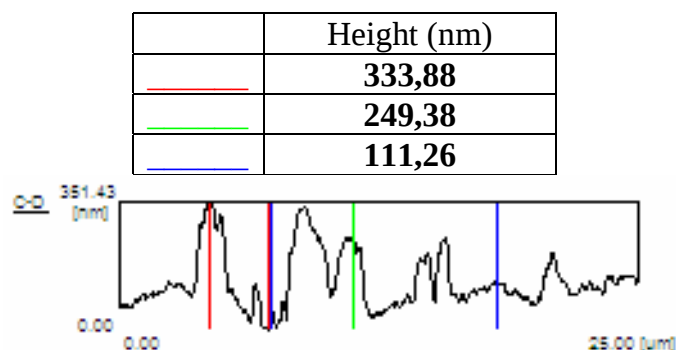
CD

Figura 5.51: Análise topográfica utilizando-se MFA pelo segmento CD. Condição: Mult 760 3.

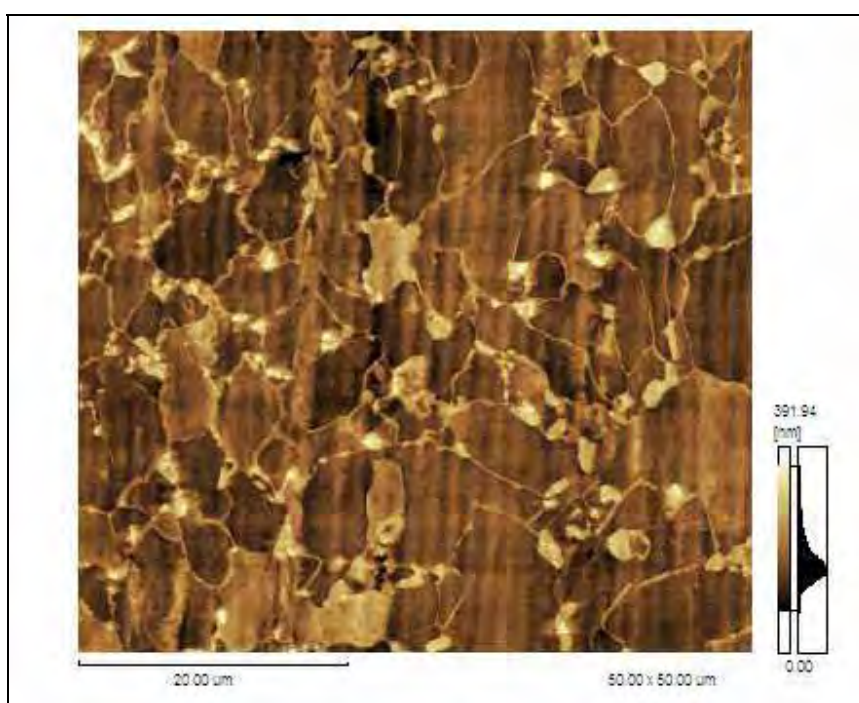


Figura 5.52: Fotomicrografia obtida por MFA. Condição Mult 760 3.

Na Figura 5.53 pode-se notar que os constituintes martensita e bainita estão próximos e que a fase de ferrita é maior e mais definida. Observa-se que o maior pico topográfico ocorre para o constituinte martensítico.

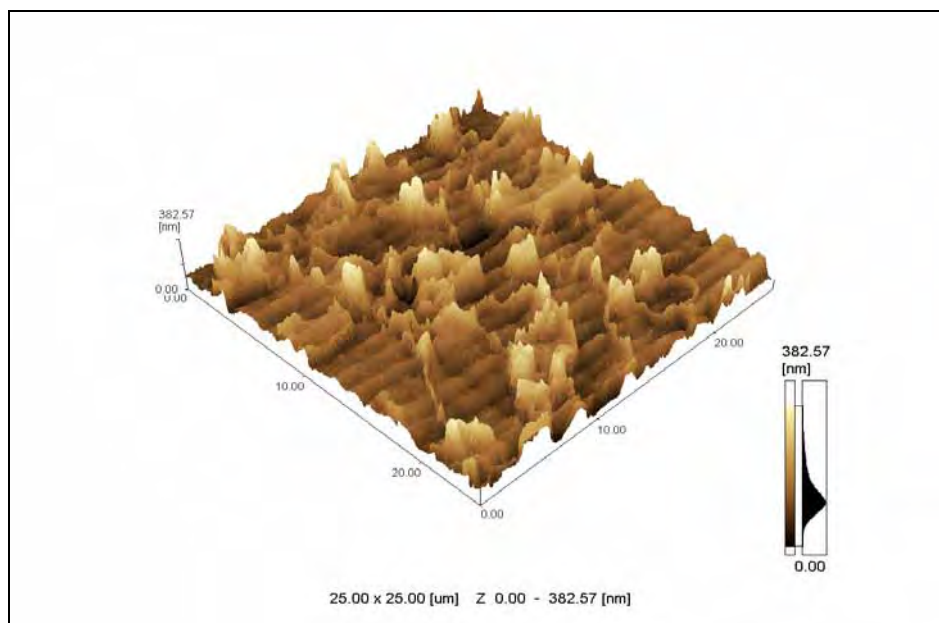


Figura 5.53: Imagem topográfica tridimensional obtida por microscopia de força atômica.

Yáñez et al (2001), assim como Girault (1999), observaram uma ampla faixa de variação topográfica para o constituinte martensítico, como também é verificado neste trabalho. Explica-se este fato devido à martensita ser um constituinte rugoso e de grande heterogeneidade.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

6.1. CONCLUSÕES

Com relação aos tratamentos térmicos aplicados ao aço de baixo carbono (0,038%) e baixo silício (0,29%), pode-se concluir que:

- 1- para a condição Mult 760 e Mult 800 foi possível a obtenção da estrutura multifásica, ou seja, a coexistência de ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Pela estrutura multifásica formada pode-se verificar o aparecimento de melhores combinações de propriedades mecânicas no material aliado a altos níveis de alongamento e resistência. Níveis mais elevados de resistência à tração e limite de escoamento foram obtidos para a condição Mult 760 e os maiores alongamentos foram verificados para a condição Mult 800. Os mais elevados níveis de absorção de energia foram verificados para a condição Mult 760.
- 2- para os tratamentos Bif 760 e Bif 800 foi obtida a estrutura martensítica em matriz de ferrita, sendo obtidos para esse tratamento os mais altos níveis de resistência à tração e a maior absorção de energia na temperatura de -175°C, temperatura mais baixa no ensaio de impacto, justificado por uma baixa fração volumétrica do constituinte MA (martensita + austenita retida).
- 3- o tratamento Bain alcançou o mais alto limite de escoamento comparado aos demais tratamentos aplicados devido à introdução do constituinte bainítico e altos níveis de absorção de energia a baixas temperaturas, sendo, por exemplo, o material que obteve a maior absorção de energia (210J) a -140°C.

- 4- a caracterização microestrutural por microscopia óptica, utilizando diferentes reagentes químicos, permitiu a visualização dos microconstituintes obtidos pelos tratamentos térmicos aplicados, e também a quantificação desses constituintes. A formação de austenita retida foi evidenciada principalmente entre os tratamentos multifásicos, mesmo partindo-se de um aço com baixo teor de carbono e baixo silício.
- 5- A caracterização microestrutural pela técnica de microscopia eletrônica de varredura revelou informações importantes que não haviam sido detectadas pela microscopia óptica. A presença da austenita retida, na condição Bif, não havia sido detectada pela microscopia óptica e ficou claramente evidenciada por MEV, bem como a visualização de todos os constituintes obtidos nos diversos tratamentos aplicados.
- 6- por microscopia de força atômica pode-se ter a noção exata de como são as topografias resultantes dos diferentes tratamentos aplicados, assim como se dá a distribuição dos constituintes. Pelo recurso de criação topográfica tridimensional pode-se ver que os grãos não possuem relevo homogêneo o que influencia nas propriedades mecânicas.

6.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.

- a) utilizar a técnica de microscopia eletrônica de transmissão para identificação do tipo de bainita presente na microestrutura de um aço multifásico. A aplicação de diferentes temperaturas de transformação bainítica, em intervalos

bem definidos devem produzir bainitas do tipo inferior e superior, o que possibilitaria uma correlação com as propriedades mecânicas do material.

b) caracterizar a morfologia da austenita retida presente na microestrutura multiconstituída. Este trabalho poderá ser realizado aplicando-se técnicas de processamento digital de imagens, o que possibilitaria a avaliação da fase austenítica por meio do aspecto, direção, perímetro, entre outros parâmetros.

d) realizar medidas de nanodureza das fases presentes no material e, pela comparação dos valores, possibilitar a identificação e diferenciação dos microconstituintes pela técnica de microscopia de força atômica, ou MEV. E observar a influência da dureza das fases nas propriedades mecânicas.

e) realizar ensaios por microscopia eletrônica de transmissão para análise da densidade das discordâncias no volume do material.

f) fazer medidas do tamanho de grão para correlacionar com microestrutura e propriedades mecânicas.

BIBLIOGRAFIA

1. ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M. S.; ANAZAWA, R. M.; **Formação da Fase Bainítica em aços de Baixo Carbono**. Revista Brasileira de Aplicação de Vácuo, v.25, n.3, p. 175 – 181, 2006.
2. AKISUE, O.; USUDA, M.; **New Types of Steel Sheets for Automobile Weight Reduction**. Nippon Steel Technical Report, n. 57, p.11-15. abr 1993.
3. AL-ABBASI, F. M.; NEMES, J. A.; **Characterizing DP – Steels using Micromechanical Modeling of Cells**. Computational Materials Science, v. 39, p. 402 – 415, 2007.
4. ALVES, V. A.; PAQUIM, A. M. C.; CAVALEIRO, A.; BRETT, C. M. A.; **The Nanostructure and Microstructure of Steels: Electrochemical Tafel Behavior and Atomic Force Microscopy**. Corrosion Science. v.47, p 2871 – 2882, 2005.
5. ANDRADE, S.L.; BATISTA, J.F.; TAISS, J.M.; ROSA, L.K.; **ULSAB – AVC – O Aço no Automóvel do Futuro**. In: 57th Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 2002.
6. ANDREWS, K. W.; Empirical Formulae for the Calculation of Same Transformation Temperatures. In: **Journal of the Iron and Steel Institute**.. p 721-727. 1995.
7. AUTO STEEL PARTNERSHIP HIGHT STRENGTH STEEL STAMPING DESING MANUAL PUBLICATIONS, 2000. Disponível em: < <http://www.a-sp.org/publications.htm> > acessado em agosto de 2007.
8. BAG, A.; RAY, K. K.; DWARAKADARA, E. S.; **Influence of Martensite Content and Morphology on the Toughnes and Fadigue Behavior of High- Martensite Dual Phase Steels**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 32 A, p. 2207, set 2003.
9. BARBOSA, V. J.; **Efeitos dos Tratamentos Térmicos de Normalização, Resfriamento Rápido e Alívio de Tensões no Aço ASTM A-516 grau 70, Utilizado na Fabricação de Vasos se Pressão**. Dissertação apresentada à FEG – UNESP, para Obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica, 2007.
10. BAYRAM, A.; VGUZ, A.; ULA, M.; **Effects of Microstructure and Notches on the Mechanical Properties of Dual – Phase Steels**. Materials Characterization, v.43, p.259-269, 1999.
11. BEHARA, E.; SHPIGLER, B.; **Color Metallography**. Metals Park, Ohio, American Society for Metals, 1977.
12. BLECK, W. **Using the TRIP Effect – the Dawn of a Promising Group of Cold Formable Steels**. Aços: Perspectivas para os Próximos 10 anos. Rio de Janeiro, Rede Aços. Nov 2002.

13. BLECK, W.; HULKA, K.; PAPAMETELLOS, K.; **Effect of Niobium on the Mechanical Properties of TRIP Steels**. Materials Science Forum, v.284 -286, p.327 -334, 1998.
14. BORDIGNON, P.; STUART, H.; CARNEIRO, T., Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, CBMM – www.cbmm.com.br, 1998.
15. BRAMFITT, B.L.; SPEER, J. G.; **A Perspective on the Morfology of Bainite**. Metallurgical Transformactions. v. 21 A , p. 817-829. 1990.
16. J.; OWEN, W. S.; **The Development of some Dual Phase Steel Structure from Different Starting Microstructures**. Metallurgical Transactions, v. 16 A, p. 543 – 557, 1985.
17. CAIRS, R.L.; CHARLES, J. A., Journal of Iron and Steel Institute, v. 205, p. 1044 – 1051, 1967.
18. CARVALHO, A. C. V.; SANTANA, F. A.; KURIKI, A. L. A.; GUIMARÃES, V. A.; **Influência da Anisotropia Microestrutural na Resistência ao Impacto em Cdp's Pré-Trincados por Fadiga de Aços Estruturais**. XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Porto Alegre, 2004.
19. CHAO, Y. J.; WARD JR., J.D.; SANDS, R. G.; **Charpy Impact Energy, Fracture Toughness and Ductile-Brittle Transition Temperature of Dual-Phase 590 Steel**. Materials & Design, v. 28, p. 551 – 557, 2007.
20. CIMENOGLU, H.; KAYALI, S.; **Yield Effects in as-Quenched Dual Phase Steel**. Scripta Metall. Mater, v. 24, p. 2437 – 2442, 1990.
21. COCK, T.; FERRER, J., P.; CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F. G.; LÓPEZ, V.; ANDRÉS, C. G.; **Austenite Retention in Low Al/Si Multiphase Steels**. Scripta Materialia, v. 55, p. 441 – 443, 2006.
22. DAVENPORT, E. S.; BAIN, E. C; Trans. AIME 90. 117 (1930).
23. EBERLE, K., CANTINIEAUX, P. and HARLET, P. **New thermomechanical Strategies for the Productions of High Strenght Low Allowed Multiphase Steel Showing a Transformation Induced Plasticity (TRIP) Effect**. Steel Research 70, N.6, 1999.
24. ELISEI, C. C. A.; **Caracterização Mecânica e Microestrutural de um Aço Multifásico após Recozimento Intercrítico e Tratamento Isotérmico**. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP, São Paulo, 2004.
25. ENSAIO DE CHARPY E CURVA DE TRANSIÇÃO, disponível em <[http: www.CIMM.com.br](http://www.CIMM.com.br)> acessado em 2007.
26. FLINN, R. A.; TROJAN, P. K.; **Engineering Materials and their Applications**, 4rd Edition, John Wiley & Sons, New York, 1990.
27. FURNÉMONT, Q.; KEMPF, M.; JACQUES, P. J.; GÖKEN, M.; DELANNAY, F.; **On the Measurement of the Nanohardness os the Constitutive Phases of TRIP-assisted Multiphase Steels**. Materials Science and Engineering, A 328, p. 26 – 32, 2002.

28. GIRAULT, E.; JACQUES, P.; RATCHEV, P.; VAN HUMBEECK, J.; VERLINDEN, B. And AERNOUDT, E; **Study of the Temperature Dependence of the Bainitic Transformation Rate in a Multiphase TRIP-Assisted Steel.** Materials Science and Engineering. A 273-275, p.471-474, 1999.
29. GOEL, N. C.; TSENG; TANGRI, D.; Scripta Metal, v. 18, p. 873, 1984.
30. GOLDENSTEIN, H.; **Apostila de Microscopia Óptica**, página da Internet, acessada em 2007.
31. GUIMARÃES, J.R.C.; PAPALÉO, R.; **Aços Bifásicos: Características Mecânico – Metalúrgicas e Aplicações Potenciais.** Metalurgia – ABM, v.37, n. 288, p 617, nov. 1981.
32. HABRAKEN, L. J.; ECONOMOPOULOS, M; **Bainitic Microestruturas in Low-Carbon Alloy Steels and their Mechanical Properties.** Belgium. p. 69-108. 1967.
33. HANZAKI, A. Z.; YUE, S.; **Ferrite Formations Characteristics in Si – Mn TRIP Steel.** ISIJ International, v. 37, n. 6, p. 583 – 589, 1997.
34. HAUSILD, P.; NEDBAL, I.; BERDIN, C.; PRIOL, C.; **The Influence of Ductile Tearing on Fracture Energy in the Ductile – to – Brittle Transition Temperature Range.** Materials Science and Engineering, A 335, p. 164-174, 2002.
35. HAYAMI, J.; FURUKAWA, T.; **A Family of High Strength Cold Rolled Sheet Steel.** Proceedings of Microalloying, p. 311-321, 1977.
36. HEHEMANN, R.F.; KINSMAN, K .R.; and AARONSON, H. I.; **Debat on Bainite Reaction.** Metallurgical Transactions. v. 3, 1972.
37. HERTZBERG, J. A.; KILDUFF, T.F.; **Engineering and Technology**, 3rd Edition, Prentice Hall, Upper Sadle River, N. J., 1996.
38. HIPPERT, E.J., **Investigação Experimental do Comportamento Dúctil de Aços API-X70 e Aplicação de Curvas de Resistência J- Δa para Previsão de Colapso em Dutos.** 2004. (Doutorado em Engenharia Naval e Oceânica) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 2004.
39. HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADESHIA, H. K. D. H. **The Bainitic Reaction.** Metallurgical and Materials Science Steels- Microestrutura and Properties. p. 115-139, 1995.
40. HOSSEINI, S. M. K.; ZAREI – HANZAKI, A.; PANAH, M. J. Y.; YUE, S.; **An Model for Prediction of the Effects of Composition and Process Parameters on Tensile Strength and Percent Elongation of Si – Mn TRIP Steels.** Materials Science and Engineering, A 374, p. 122-128, 2004.
41. JACOBS, J. A.; KILDUFF, T.F., **Engineering Materials and Technology**, 3rd Edition, Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ, 1996.
42. JACQUES P., LADRIÈRE J., and 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, volume 32 A, p. 2759 – 2768, 2001.
43. JACQUES, P. et al., **Enhancement of the Mechanical Properties of a Low-Carbon, Low Silicon Steel by Formation of a Multiphase Microstructure Containing Retained Austenite**. Metallurgical and Materials Transaction, vol.29A, 2001.
 44. JIANG, Z.; LIAN, J.; **A New Relationship between the Flow Strees and Microstructural Parameters for Dual Phase Steels**. Ad Metall Mater, v. 40, p. 1587 – 1597, 1993.
 45. KOO, J.Y.; THOMAS, G. Scripta Metall. v. 13, p. 1141, 1979.
 46. LANDES, J. D.; **The Effect of Size, Thickness and Geometry on Fracture Toughness in the Transition**. GKSS, Gusthacht, Alemanha, (Report 92/E/43), 1995.
 47. LE PERA, F. S.; **Improved Etching Tecnique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel**. In: Journal of Metals. p. 38-39, 1980.
 48. MAGNABOSCO, R; **Comparativo da Vida em Fadiga de 2 aços ARBL para Estampagem de Rodas Automotivas**. In: Congresso Internacional Anual da ABM, 57, 2002, SP, Anais em Mídia Eletrônica Disponível em : < [http:// www.fei.edu.br/mecanica/labMat/Projetos_IC/ABM2002arbl.pdf](http://www.fei.edu.br/mecanica/labMat/Projetos_IC/ABM2002arbl.pdf)> acessado em 2004.
 49. MALISKA, A. M.; **Apostila de Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise**. – Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC. Acessado em outubro de 2007.
 50. MATSUMURA, O.; SAKUMA, Y; TAKECHI, H.; **Enhancement of Elongation by Retained Austenite in Intercritical Annealed 0,4C – 1,5Si – 0,8Mn Steels**. Transactions ISIJ, v. 27, n. 7, p. 570 – 579, 1987.
 51. MERTENS, A.; **Influence of Aluminium on the Phase Transformations During the Heat Treatments for the Processing of Multiphase TRIP-Assisted Steels**. Ph. D. Thesis. Université Catholique de Louvain, Belgium, 2002.
 52. MODESTO, H. F. **Estudo das Transformações de Fase de Aços TRIP ao Si – Mn Microligados com Nb**. (Doutor em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 2003.
 53. NICOLETTI, J. C.; **Características Microestrutural e Mecânica de Aços Bifásicos de Ultra-resistência com Médio Teor de Carbono**. Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá UNESP para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Projetos e Materiais, 2004.
 54. OHMORI, Y.; OHTANI, H.; KUNITAKE, T.; **The Bainite in Low Carbon Low Alloy High Strength Steels**. Transactions of the Iron and Steels Institute of Japan. v. 11, p. 251-259, 1971.

55. OLIVER, S.; JONES, T.B.; FOURLARIS, G.; **Dual Phase versus TRIP Steels: Microstructural Changes as a Consequence of Quase-Static and Dynamic Tensile Testing.** Materials Characterization. p. 9-17, July 2006.
56. ORTEGA, Y.; **Prueba de Impacto: Ensayo Charpy.** Revista Mexicana de Física. E 52 (1), p. 51-57, 2006.
57. PEREIRA, M. S.; **Caracterização Microestrutural e Mecânica de um Aço Multifásico em Consonância com o Projeto ULSAB – AVC.** (Livre Docência) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP, São Paulo, 2004.
58. PRAHL, U.; PAPAETHYMIU, S.; UTHAISANGSUK, V.; BLECK, W.; SIETSMAN, J.; ZWAAG, S.; **Micromechanics-Based Modelling of Properties and Failure of Multiphase Steels.** Computational Materials Science, v. 39, p. 17 – 22, 2007.
59. PROJETO ULSAB - AVC. disponível em <http://www.usiminas.com.br/share/imagen/0/115/115.gif>. acessado em 2007.
60. PROJETO ULSAB-AVC, disponível em <http://CIMM.com.br> acessado em 2007.
61. RAMÍREZ, M. G.; GORNI, A. A.; LANDGRAF, F.; OGATA, P. H.; GOLDENSTEIN, H.; **Caracterização Microestrutural de um Aço API-5L-X80 através de Microdureza e Microscopia Óptica e Eletrônica.** 62º Congresso Anual da ABM, Vitória, 2007.
62. RANIERI, A., **Efeitos das Microestruturas Bainíticas e Multifásicas nas Propriedades Mecânicas de um Aço AISI 4340.** 2005. (Mestre em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP, São Paulo, 2004.
63. RASHID, M. S.; **Formable HSLA and Dual Phase Steels**, ed. Davenport, A.T., p.1, 1979.
64. RAY, A.; DHUA, S. K.; **Microstructural Manifestations Incolor: Same Applications for Steels.** Materials Characterization, v. 37, p. 1-8, 1996.
65. SAKUMA, Y., MATSUMURA, O., TAKESHI, H. **Mechanical Properties and Retained Austenite in Inter-critically Heat-Treated Bainite-Transformed Steel and their Variation with Si and Mn Additions.** Metallurgical Transaction, vol.22A, 1991.
66. SAKUMA, Y.; MATLOCK, D. K.; RAUSS, G. K.; **Inter-critically Annealed and Isothermally Transformed 0.15 % C Steels Containing 1.2 % Si - 1.5% Mn and 4% Ni: Part I Transformation, Microstructure, and Room-Temperature Mechanical Properties.** Metallurgical Transactions, v. 23 A, p. 1221-1232 , abril 1992.
67. SANTANA, F. A.; CARVALHO, A. C. V.; CARDOSO, M. C.; GUIMARÃES, V. A.; **Determinação da Temperatura de Transição de Aços Microligados Utilizando Corpos - de - Prova do Tipo Charpy Pré-**

- Trincados.** Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2004.
68. SARWAR M.; MANZOOR, T.; AHMAD, E.; HUSSAIN, N.; **The Role of Connectivity of Martensite on the Tensile Properties of a Low Alloy Steel.** V. 28, p. 1928 – 1933, 2007.
 69. SARWAR, M.; PRIESTNER, R.; **Hardenability of Austenite in a Dual Phase Steel.** Journal of Materials Engineering and Performance, v. 8, p. 380 – 384, 1999.
 70. SHIN, S. Y.; HWANG, B.; KIM, S.; LU, S.; **Fracture Toughness analysis in Transition Temperature Region of API X70 Pipeline Steels.** Materials Science and Engineering, A 429, p. 196-204, 2006.
 71. SILVA, C.N.P., **Efeitos das Separações na Tenacidade de um Aço Microligado Produzido por Laminação Controlada.** 1986 (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 1986.
 72. SILVA, F.; LOPES, N. I. A.; SANTOS, D. B.; **Microstructural Characterization of the C – Mn Multiphase High Strength Cold Rolled Steel.** Materials Characterization, v. 56, p. 3-9, 2005.
 73. SILVA, M.C., **Caracterização das Propriedades Mecânicas e Metalúrgicas do Aço API 5L X80 e Determinação Experimental de Curvas J – R para Avaliação da Tenacidade à Fratura.** 2004. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 2004.
 74. SOUZA, SÉRGIO AUGUSTO; **Ensaio mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos,** - 5ª edição – São Paulo: Edgard Blücher, 1982.
 75. SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K.; **Recent Developments in Low-Carbon Sheet Steel.** JOM, p. 19 – 24, 2002.
 76. SPIM, J. A. J.; **Curso de Tratamentos Térmicos e Termoquímicos.** São Paulo: Cursos ABM, 2007.
 77. SUGIMOTO, K.; MISU, M.; KOBAYASHI, M.; SHIRASAWA, H.; **Effects of Second Phase Morphology and Tensile Properties in TRIP – aided Dual Phase Steels Sheet.** ISIJ International, v. 32, n.7, p. 775 – 782, 1993.
 78. TAYANÇ, M.; AYTAÇ, A.; BAYRAM, A.; **The Effect of Carbon Content on Fatigue Strength of Dual-Phase Steels.** Materials & Design, v. 28, p. 1827 – 1835, 2007.
 79. TIMOKHINA, I.B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V.; **Conference Proceedings in TRIP Steels,** 2004.
 80. ULSAB - AVC OVERVIEW REPORT. 2002. disponível em < <http://www.ulsab-avc.org/index.html>>. Acessado em outubro de 2007.
 81. VANDER VOORT; **Metallography Principles and Practice.** Mc Graw Hill. 1984.

82. VUROBI, S. J.; **Técnicas Metalográficas para Caracterização Microestrutural dos Aços**. 2º Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais, Agosto 2006.
83. YÁÑEZ, T. R.; HOUBAERT, Y.; MERTENS, A.; **Characterization of Trip-assisted Multiphase Steel Surface Topography by Atomic Force Microscopy**. Materials Characterization, Oxford, v. 47, p. 93-104, 2001.
84. YAZICI, M.; DURMUS, A.; BAYRAM, A.; **Properties of Dual Phase Steels – Influence of Morphology of Martensite on Tensile and Strain Hardening Properties of Dual Phase Steels**. Material Prüfung, v.45, p. 214, 2003.
85. YOUNG, R. I.; OH, Y. J.; LEE, B. J.; HONG, J.H.; LEE, H. C.; **Effects of Carbide Precipitation on the Strength and Charpy Impact Properties of Low Carbon Mn-Ni-Mo Bainitic Steels**. Journal of Nuclear Materials, v. 297, p. 138 – 148, 2001.
86. ZACKAY, V. F.; PARKER, E. R.; FAHR, D.; BUSH, R.; **The Enhancement of Ductility in High – Strength Steels**. Transactions ASM, v. 60, p. 252 – 259, 1967.
87. ZANETTE, S. I.; **Apostila de Funcionamento de um Microscópio de Força Atômica**. DCP / Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas / MCT, 1997, página da Internet acessada em outubro 2007.