

PAULA ONOFRE THIMOTEO

Determinação da evolução microestrutural de um aço IF laminado a frio e submetido a tratamento térmico de recozimento por difração de raios x e microscopia óptica

Paula Onofre Thimoteo

Determinação da evolução microestrutural de um aço IF laminado a frio e submetido a tratamento térmico de recozimento por difração de raios x e microscopia óptica

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferradini

Guaratinguetá - SP
2018

T443d	<p>Thimoteo, Paula Onofre</p> <p>Determinação da evolução microestrutural de um aço IF laminado a frio e submetido a tratamento térmico de recozimento por difração de raios X e microscopia óptica / Paula Onofre Thimoteo. – Guaratinguetá, 2018. 63 f : il.</p> <p>Bibliografia: f. 61-63</p> <p>Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2018.</p> <p>Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini</p> <p>1. Aço - Tratamento termico. 2. Recristalização (Metalurgia) 3. Laminação (Metalurgia) I. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU 669.14</p>
-------	--

PAULA ONOFRE THIMOTEO


ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
"GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO
DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. Dr. MIGUEL ANGEL RAMIREZ GIL

Coordenador


BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. PETERSON LUIZ FERRADINI

Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN

UNESP-FEG


Eng. EDUARDO PIRES BONHIN

MESTRANDO UNESP-FEG

Dedico este trabalho de modo especial,
aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, minha fonte de força de todos os dias, minha fonte de vida que me permitiu ter saúde para executar este trabalho.

Ao meu orientador ,*Prof. Dr. Peterson Luiz Ferradini* que me ajudou, me auxiliou nos momentos que estava mais cansada, e que apesar das dificuldades e alguns contratemplos nunca deixou de acreditar em mim, e que sem a dedicação dele nada disso seria possível.

Aos meus Pais, *Rosane e José Leite* que se propuseram a me ajudar em todos os momentos que precisei, que viram meus momentos de choro e que sabem as batalhas diárias que sofri para chegar aqui, e quem sem eles ao meu lado não seria metade do que sou.

Ao meu noivo, *Paulo Eduardo*, que me entendeu em todas as ausências, que suportou minhas crises de humor e que sempre me apoiou e me incentivou a seguir até o fim dessa jornada.

Ao meu irmão, *Leandro* que quando eu pedia alguma ajuda se dispunha da melhor forma que podia.

Aos técnicos do departamento de Engenharia de Materiais, que sempre que precisei de ajuda se propuseram a ajudar. Gostaria de agradecer em especial o técnico *Domingos Hasmann Neto*, que desde o momento que entrei na faculdade dedicou-se a me ajudar em todos os momentos que precisei, que me escutou quando pensei em desistir, me incentivou a continuar e que principalmente foi um ombro amigo.

E a todos que de alguma forma me ajudaram na minha formação, o meu muito obrigada.

“Estou longe de praticar o que entendo, mas o desejo que tenho de praticar é suficiente para me dar à paz.”

Santa Terezinha do Menino Jesus

RESUMO

Os aços IF (Interstitial Free) são aços extremamente utilizados, devido ao seu baixo teor de carbono, são usados principalmente para conformação na indústria automobilística. A pesquisa na área desse tipo de aço vem crescendo desde os anos 70, dessa forma estudos como processamento e estudo das orientações cristalinas vem sendo o foco da atualidade, e nesse contexto nesse trabalho buscou-se analisar as diferentes características de um aço IF encruado e após a recristalização. Para análise da microestrutura atualmente desse tipo de aço, é utilizado a técnica de EBSD (Electronbackscatterdiffraction) que fornece diversas informações acerca de recristalização, orientação, distribuição de fase e outras informações, contudo por ser tratar de uma técnica cara e que necessita de uma preparação rigorosa da amostra, pesquisou-se a eficácia e viabilidade de substituir a técnica de EBSD por uma combinação da técnica de Difração de Raio – X juntamente com ataque químico das amostras utilizando o KLEMM (Tiosulfato de Sódio + Metabissulfito de Potássio) para analisar a recristalização do Aço IF.

Para a confecção das amostras utilizou-se de um aço laminado a frio, que posteriormente foi dividido em partes menores e foi submetido à diferentes tempos e temperaturas de recristalização. Após a recristalização dos corpos de provas percebeu-se que acima de 850°C as amostras começavam a recristalizar, e os diferentes tempos de recristalização mostrou como foi o crescimento dos grãos. Posteriormente, as amostras foram levadas para análise de Raio – X que confirmou uma diferença de valores de picos, mostrando que houve a recristalização.

PALAVRAS-CHAVE: Aço IF Recristalização. Raio – X. Orientação.

ABSTRACT

IF (Interstitial Free) steels are extremely used steels due to their low carbon content, they are mainly used for forming in the automotive industry. The research on this type of steel has been growing since the 70's, so studies as processing and study of the crystalline orientations has been the focus of the present time, and in this context, the aim was to analyze the different characteristics of a corrugated IF steel and after recrystallization. For the analysis of the microstructure currently of this type of steel, the EBSD (Electron back scattered diffraction) technique is used that provides diverse information about recrystallization, orientation, phase distribution and other information, however, because it is an expensive technique and needs the efficacy and feasibility of replacing the EBSD technique with a combination of the X – Ray Diffraction technique together with chemical etching of the samples were investigated using KLEMM (Sodium Thiosulfate + Potassium Metabisulfite) to analyze the recrystallization of the IF Steel.

A cold rolled steel was used to make the samples, which was then divided into smaller parts and subjected to different recrystallization times and temperatures. After the recrystallization of the test specimens it was observed that above 850°C the samples began to recrystallize, and the different recrystallization times showed how the grain growth was. Subsequently, the samples were taken for X – Ray analysis which confirmed a difference of peak values, showing that there was recrystallization.

KEYWORDS: IF Steel. Recrystallization. X – Ray. Orientation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Processo de Produção de um Aço IF	18
Figura 2 – Forno-Panela para produção do Aço IF.	19
Figura 3 – Processo de Laminação de um Aço.	20
Figura 4 – Diagrama indicando as faixas de temperatura para tratamentos térmicos dos aços.	21
Figura 5 – Características de reflexão de um material preparado corretamente e os contornos de grão de uma fotomicrografia.....	22
Figura 6 – Técnica de EBSD.	23
Figura 7 – Incidência de Raios-X sobre um cristal.	25
Figura 8 – Modelo de Difratoograma.	26
Figura 9 – Modelo de Difratoograma.	27
Figura 10 – Modelo de Difratoograma.	27
Figura 11 – Direções de corte da Amostra.	28
Figura 12 – Forno tipo MUFLA.	29
Figura 13 – Embutidora AROTEC PRE-30	30
Figura 14 – Politriz Automática ALLIED.	31
Figura 15 – Microscópio Óptico modelo EPIPHOT 200.	32
Figura 16 – Equipamento para DRX Advance D8	33
Figura 17 – Micro Durômetro modelo WILSON INSTRUMENTS 401 MVD.....	34
Figura 18 – Micrografia do Aço IF laminado a frio e encruado na direção L. Aumento de 50X.	35
Figura 19 – Micrografias do Aço IF laminado a frio e encruado na direção S. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).	36
Figura 20 – Micrografia do Aço IF laminado a frio e encruado na direção T. Aumento de 50X.	36
Figura 21 – Micrografias do Aço IF recozido por 6min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).	37
Figura 22 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).	38
Figura 23 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 650°C. Aumento de 500X.	38
Figura 24 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).	39

Figura 25 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 650°C. Aumento de 500X.	39
Figura 26 – Micrografias do Aço IF recozido por 3min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).	40
Figura 27 – Micrografias do Aço IF recozido por 6min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).	41
Figura 28 – Micrografias do Aço IF recozido por 9min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).	41
Figura 29 – Micrografias do Aço IF recozido por 14min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).	42
Figura 30 – Micrografias do Aço IF recozido por 20min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 500X (b).	42
Figura 31 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 850°C. Aumento de 100X.	43
Figura 32 – Micrografias do Aço IF recozido por 45min a 850°C. Aumento de 100X (a) e Aumento de 500X (b).	43
Figura 33 – Micrografias do Aço IF recozido por 60min a 850°C. Aumento de 100X (a) e Aumento de 500X (b).	44
Figura 34 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 850°C. Aumento de 200X (a) e Aumento de 500X (b).	44
Figura 35 – Micrografias do Aço IF recozido por 60min a 925°C. Aumento de 50X.	45
Figura 36 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 925°C. Aumento de 50X.	45
Figura 37 – Micrografias do Aço IF recozido por 120min a 925°C. Aumento de 50X.	46
Figura 38 – DRX S1 - Encruado	46
Figura 39 – DRX T1 – Encruado.....	47
Figura 40 – 850°C S – Recozido – 30min.	47
Figura 41 – 850°C S – Recozido – 60min.	48
Figura 42 – 850°C S – Recozido – 90min.	48
Figura 43 – 850°C L – Recozido – 3min.	49
Figura 44 – 850°C L – Recozido – 9min.	49
Figura 45 – 850°C L – Recozido – 20min.	50
Figura 46 – 850°C L – Recozido – 30min.	50
Figura 47 – 850°C L – Recozido – 45min.	51
Figura 48 – 850°C L – Recozido – 60min.	51
Figura 49 – 850°C L – Recozido – 90min.	52
Figura 50 – Modelo para o cálculo das razões dos difratogramas.....	52

Figura 51 – Alturas relativas dos picos das três faces analisadas (L1, S1, T1) no estado encruado.....	54
Figura 52 – Relação entre as alturas dos picos na direção L1, recozido a 850°C nos tempos de 0 a 90min.	54
Figura 53 – Relação entre as alturas dos picos na direção S1, recozido a 850°C em 30, 60 e 90min.	55
Figura 54 – Variações das Alturas dos picos após o recozimento na direção L em função do tempo.	55
Figura 55 – Variações dos valores de Microdureza em função das Temperaturas.	56

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Relação dos Difratoogramas dos Materiais Encruados e após Recozimento em função da direção.....	53
Tabela 2 – Microdureza antes do Recozimento.....	57
Tabela 3 – Microdureza em 650°C.....	57
Tabela 4 – Microdureza em 850°C.....	58
Tabela 5 – Microdureza em 925°C.....	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

IF	Interstitial Free
UNESP	Universidade Estadual Paulista
EBSD	Electron Back Scattered Diffraction
C	Carbono
N	Nitrogênio
Ti	Titânio
mm	Milímetro
mm ²	Milímetros Quadrados
RPM	Rotação por Minuto
μm	Micrometros
A	Ampere
V	Volts
Min	Minutos
DRX	Difração de Raios-X
HV	Dureza Vickers

LISTA DE SÍMBOLOS

t	tempo
°C	graus Celsius
ppm	partes por milhão
%	porcentagem
α	alfa
θ	teta

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	CONTEXTO E OBJETIVOS.....	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
2.1	CONCEITOS DE AÇO IF	17
2.2	LAMINAÇÃO A FRIO.....	19
2.3	RECOZIMENTO E MICRODUREZA.....	20
2.4	MICROSCOPIA ÓPTICA	21
2.5	O REAGENTE DE KLEMM.....	22
2.6	EBSD.....	23
2.7	NITAL	23
2.8	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	24
3	METODOLOGIA DE TRABALHO.....	27
3.1	MATERIAL	27
3.2	LAMINAÇÃO A FRIO.....	27
3.3	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE METALOGRÁFICA.....	28
3.3.1	Corte das amostras.....	28
3.3.2	Recozimento	28
3.3.3	Embutimento	29
3.3.4	Lixamento- polimento-ataque químico	30
3.3.5	Análise microscópio óptico	31
3.4	ANÁLISE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	32
3.5	ANÁLISE MICRODUREZA.....	33
4	RESULTADOS.....	35
4.1	METALOGRAFIA	35
4.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	46
4.3	MICRODUREZA.....	56
5	CONCLUSÃO	60
6	TRABALHOS FUTUROS.....	61
	REFERÊNCIAS	62
	BIBLIOGRAFIA CONSULTADA.....	64

1. INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTO E OBJETIVOS

Atualmente o Aço IF, livre de elementos intersticiais, é aplicado principalmente na indústria automotiva, devido a sua facilidade de conformação, baixo limite de escoamento, alta qualidade superficial e por tudo isso, grande facilidade para estampagem profunda.

Os aços IF tiveram seu surgimento no início dos anos 70, e nessas pesquisas descobriram como os elementos intersticiais atuavam na textura e na resistência do material, além de afetarem também na recristalização do aço. Dessa forma foi necessária a retirada desses elementos intersticiais, de onde adveio o nome deste tipo de aço – Interstitial Free. Segundo ELIAS E HOOCK (1973), os aços IF tinha em torno de 0,005 a 0,010 %C, e com adição de Nióbio e Titânio, átomos de carbono e Nitrogênio são transformados em Carbetos e Nitretos e também foi descoberto que outros elementos de liga também afetam a recristalização e a segregação de átomos de carbono e nitrogênio para os contornos de grão.

Com o passar dos anos foi possível obter aços com teores em torno de 0,002 a 0,003%C (COSTA E SILVA; MEI,2006, p.322), e nos dias de hoje, busca-se melhorar e compreender as propriedades dos aços IF, desde o processamento até sua aplicação.

Atualmente, a técnica mais utilizada no estudo de texturas encontradas em materiais metálicos, é aquela conhecida como EBSD (Electron Back Scattered Diffraction), que envolve preparação extremamente cuidadosa das amostras, demandando tempo considerável e sendo assim de alto custo. A possível substituição da técnica EBSD por técnicas mais simples representaria grande economia de tempo, com custo sensivelmente mais baixo, o que justifica este trabalho.

Através de estudos, este trabalho irá buscar e discutir a evolução da microestrutura altamente deformada de um Aço IF laminado a frio, posteriormente recozido em diferentes temperaturas e fazer o respectivo acompanhamento utilizando as técnicas de difração de raios X e microscopia óptica. A microscopia óptica será realizada utilizando-se do ataque químicos com Nital, e com reagente de KLEMM, que causará transformações eletrolíticas na superfície do material, e permitirá revelar através da coloração das fases a microestrutura formada após a recristalização. Dessa forma ambos ataques visam destacar e definir os vários componentes de uma microestrutura e quantificar a evolução microestrutural. O acompanhamento com difração de raios X também visa acompanhar orientação preferencial e textura. O processo de recristalização será também acompanhado por dureza Vickers. As técnicas mencionadas serão

aplicadas em todas as etapas de tratamento térmico, com o objetivo de determinar orientações específicas em cada uma.

Esse trabalho é parte de um estudo inicial com o objetivo de alcançar a substituição acima, e dessa forma proporcionar conhecimentos técnicos que servirão de base para futuros estudos nessa área.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CONCEITOS DE AÇO IF

Os aços IF são obtidos através da adição de elementos estabilizantes que reduzem os teores de Carbono e Nitrogênio em solução sólida. Esse processo é feito através de um processo químico enquanto na produção do aço, e o processo final é alcançado após o refino da aciaria. Nos dias de hoje, nos aço IF tem-se um teor de carbono e nitrogênio, menor que 0,003% e 0,004% (HOILE, 2000), respectivamente, ou seja, os níveis variam de 20 a 50 ppm em média de ambos os elementos, presentes em um aço IF convencional, conforme mostra a Tabela 1. Estas características permitem ao material uma excelente facilidade de estampagem, muito utilizado em indústrias automobilísticas.

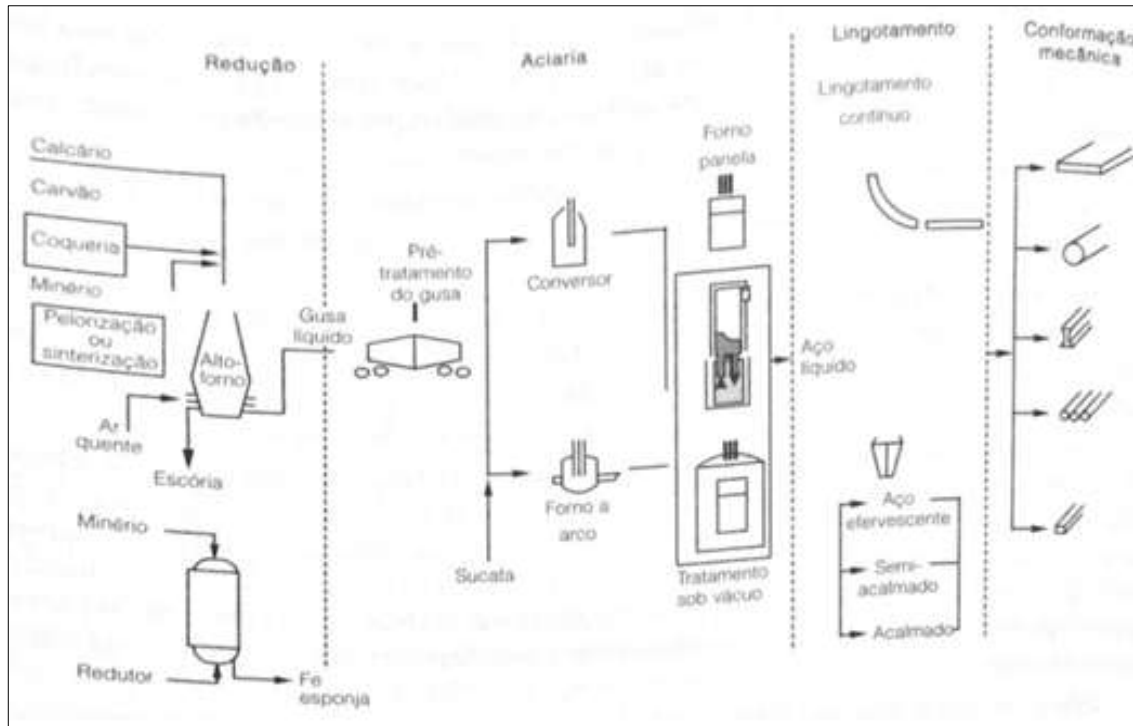
O material de acordo com o elemento que ele se combina, são formados diferentes compostos, por exemplo, IF ao se unir com Titânio, é possível obter: TiS, TiC e Ti₄C₂S₂, e dessa mesma forma também podem ocorrer a junção do IF com Nióbio, e dependendo da precipitação, tem-se propriedades finais diferentes para um mesmo material (BHATTACHARYA, 1990; PRADHAN, 1994).

Os processos de tratamento térmico devem sempre ser levado em conta, pois eles irão alterar a resistência mecânica do material, ou seja, uma maior característica plástica no aço IF acarreta em diminuição de energia mecânica do material.

A textura cristalina também altera nas propriedades finais do meu aço, visto que inicialmente o grão do material apenas encruado, tem sua orientação preferencial, o que varia de grão para grão, ou seja, os planos e direções diferentes das estruturas vizinhas. No caso da orientação no plano {111}, que é paralelo ao plano da chapa, tem-se uma alta anisotropia normal, o que é buscado preferencialmente no momento do processo de estampagem.

O processo de fabricação do Aço IF consiste em, primeiramente reduzir o minério de ferro a ferro gusa no alto forno através do carvão que exerce a função de combustível, permitindo alcançar temperaturas de até 1500°C, o que permite a fusão do minério e o carvão também, associa-se ao oxigênio que se desprende do minério com a alta temperatura, deixando livre o ferro. A próxima etapa é o refino, onde o ferro gusa no estado líquido é levado para a aciaria, conforme a Figura 1.

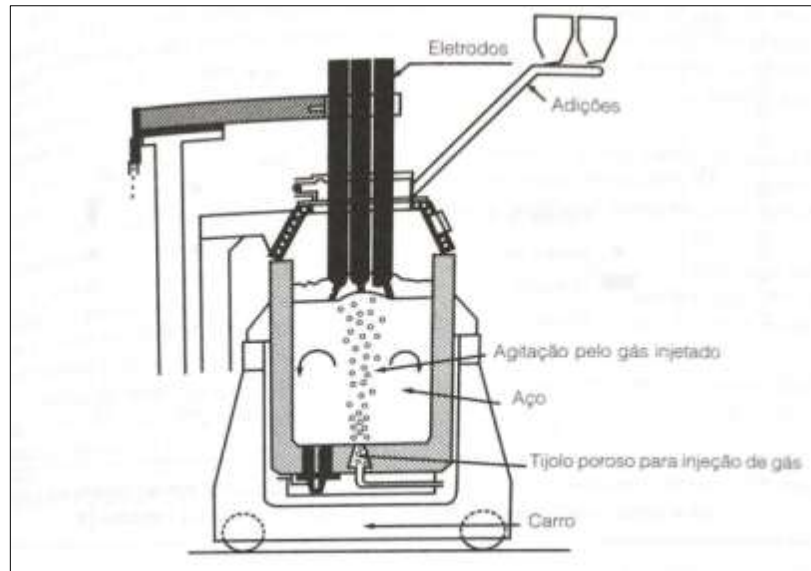
Figura 1 - Processo de Produção de um Aço IF



Fonte: Costa e Silva; Mei (2006).

O processo se inicia no forno panela com a adição de cal ou escória sintética para diminuir as perdas térmicas do aço. A etapa de aquecimento dura cerca de 15 minutos, com uma taxa baixa de aquecimento, dependendo do tipo do aço a ser produzido. Através da Figura 2 é possível perceber que o aquecimento do aço no forno panela ocorre de cima para baixo, por isso durante todo processo, um gás inerte (o mais utilizado é o argônio) é injetado através de canais porosos localizados na base da panela, com o objetivo de homogeneizar a temperatura do aço (COSTA E SILVA; MEI, 2006). Finalizada a etapa de aquecimento, é avaliada a composição do aço para cálculo de correção da composição química do aço (através de um compartimento) e é adicionados metais necessários para a formação de carbeto e nitreto.

Figura 2 – Forno-Panela para produção do Aço IF.



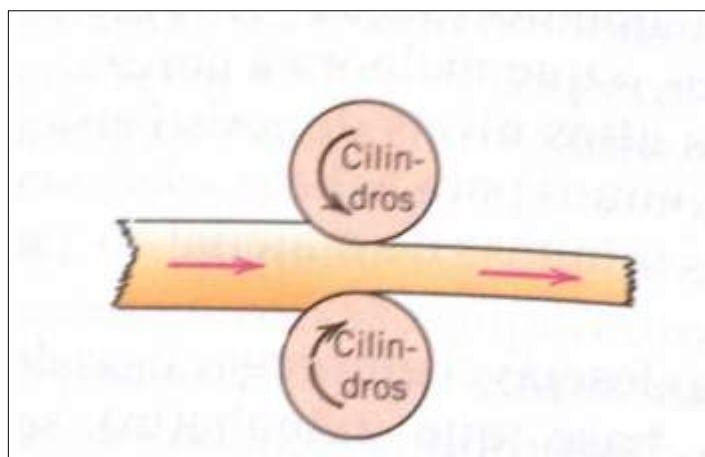
Fonte: Costa e Silva;Mei (2006).

2.2 LAMINAÇÃO A FRIO

A laminação é o processo de conformação mais utilizado. Este processo consiste na passagem do material entre dois cilindros que giram com a mesma velocidade periférica em sentidos opostos, com uma distância inferior à espessura da peça. Deste modo a peça é passada sob os rolos, tendo assim sua espessura reduzida, o comprimento alongado e a largura levemente aumentada (COSTA E SILVA; MEI, 2006), conforme mostra à Figura 3.

Os processos de laminação podem ser a quente ou a frio, no caso da laminação a quente, o material é recristalizado diversas vezes enquanto na laminação são obtidos grãos alongados na direção da laminação, e têm-se características como: aumento da resistência mecânica e dureza devido ao encruamento, além de elevada qualidade superficial e melhor precisão dimensional.

Figura 3 – Processo de Laminação de um Aço.



Fonte: Callister; Rethwisch (2013).

2.3 RECOZIMENTO E MICRODUREZA

Após o processo de laminação a frio, as chapas de aço, encontram-se no estado encruado e com dureza elevada e o nível de resistência mecânica será tanto maior quanto mais alto for o percentual de redução durante a laminação a frio (MORAES; CARVALHO, 2016).

Recozimento é o tratamento térmico que visa alcançar um ou vários dos seguintes objetivos: aliviar tensões, reduzir a dureza do aço, aumentar a usinabilidade, facilitar o trabalho a frio ou atingir a microestrutura desejada (COSTA E SILVA; MEI, 2006). Qualquer processo de recozimento consiste dos seguintes passos, nesta ordem (CALLISTER; RETHWISCH, 2013):

1. Aquecimento até a temperatura desejada;
2. Manutenção na temperatura desejada em (1);
3. Resfriamento do material.

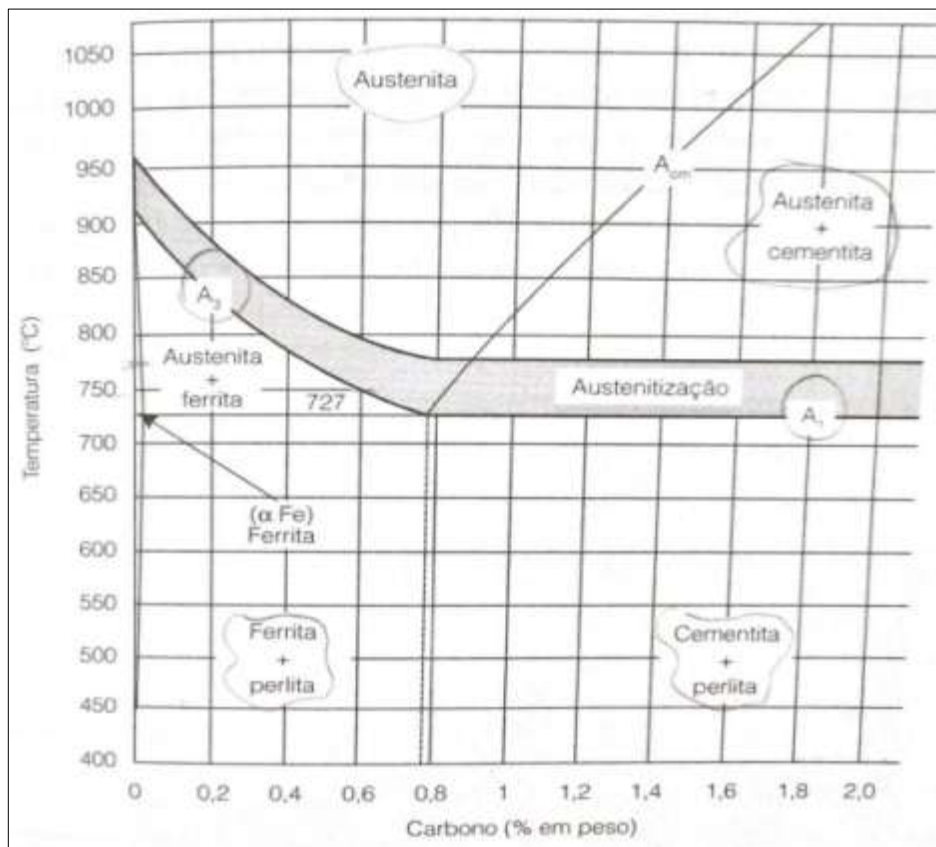
Com relação ao tempo de recozimento, ele deve ser muito bem controlado e a temperatura também deve ser levada em conta, pois ele acelera o recozimento.

Diversos tipos de recozimento podem ser utilizados visando os objetivos ditos anteriormente, porém os mais utilizados são Normalização, Recozimento Pleno e Recozimento Subcrítico.

Na normalização, o aquecimento do material é feito até pelo menos 55°C acima de A_3 , como mostra na Figura 4 para composições menores que a eutetóide ($0,76\% \text{ C}$) e acima de A_{cm} para composições maiores que a eutetóide, e posteriormente em ambos os casos, o material é resfriado ao ar. Já no recozimento pleno, o material é aquecido até cerca de 50°C

acima da curva A_3 para as composições menores que a eutetóide e para as eutetóide 50°C acima da curva A_1 , e o resfriamento pode ser dentro do forno. Por último o recozimento Subcrítico, onde o aquecimento pode ser até uma temperatura abaixo da eutetóide (A_1), pode também ser imediatamente acima desta última ou aquecimento e resfriamento alternados $\pm 50^\circ\text{C}$ de A_1 (CALLISTER; RETHWISCH, 2013).

Figura 4 – Diagrama indicando as faixas de temperatura para tratamentos térmicos dos aços.



Fonte: Costa e Silva; Mei (2006).

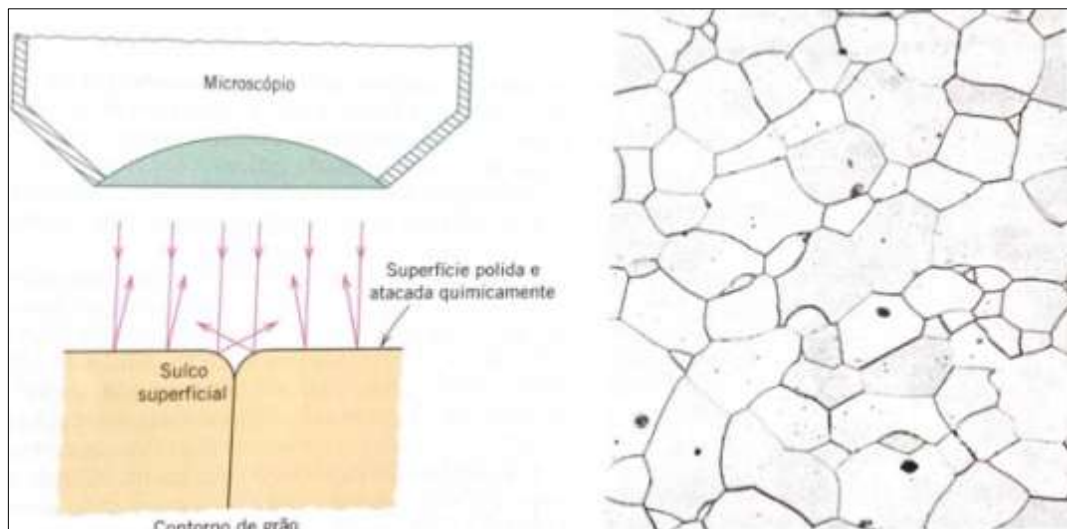
Durante o tratamento de recozimento de aços IF, visando as transformações necessárias, a temperatura deve ser extremamente controlada, pois ela deve ser alta de modo que permita que surjam novas fibras recozidas (fase α) e que permita também uma queda da micro-dureza e de outras propriedades mecânicas devido à recristalização (RANA, 2006; RUIZ-APARÍCIO, 2001), alterando a textura final (JONAS, 1994).

2.4 MICROSCOPIA ÓPTICA

Baseado no princípio que a microestrutura de um metal não é visível a olho nu utiliza-se principalmente da técnica de microscopia óptica, que permite a obtenção com informações sobre as diferentes fases, morfologia, microestrutura e tamanho de grão do material em estudo, contudo, para esta análise ocorrer, as amostras devem passar por uma preparação metalográfica que consiste em lixamento e polimento até que a superfície fique com aspecto liso e espelhado. Posteriormente utilizam-se alguns reagentes químicos para atacar a amostra e identificar a microestrutura que vai depender de grão para grão (Figura 5).

Nas imagens obtidas microscopicamente é possível identificar os contornos de grão, visto que os átomos localizados nessa região são mais reativos e eles se dissolvem a uma maior taxa que os de dentro do contorno, o que gera a formação de sulcos. Dessa forma, os contrastes na imagem obtida resultam então das diferenças de refletividade das várias regiões da microestrutura (CALLISTER; RETHWISCH, 2013).

Figura 5 – Características de reflexão de um material preparado corretamente e os contornos de grão de uma fotomicrografia.



Fonte: Callister; Rethwisch (2013).

2.5 O REAGENTE DE KLEMM

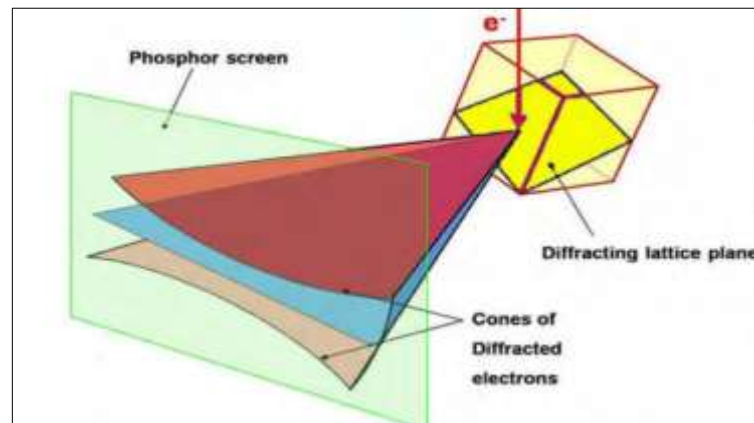
O Klemm é um reagente utilizado para colorir a microestrutura em um material. Ele é constituído da mistura de tiosulfato de sódio e metabissulfito de potássio. Esse agente consegue gerar um contraste entre as fases, que é possível observar microscopicamente. A fase ferrítica após o ataque apresenta a coloração verde ou azul e a fase da austenita retida, por não ser atacada, apresenta uma coloração branca (VANDER-VOORT, 1984).

2.6 EBSD

Utilizando do Microscópio Eletrônico de Varredura, é possível obter informações detalhadas a cerca do material estudado, como: tamanho de grão, distribuição de fases, textura, em áreas muito específicas. Para obter essas informações umas das técnicas mais utilizadas é a chamada EBSD, que significa, “Electron BackScatterDiffraction” ou Difração de Elétrons Retroespalhados.

Para essa análise, primeiramente a amostra a ser analisada é posicionada no porta-amostras a um ângulo de 70° em relação ao feixe de elétrons. O feixe de elétrons é direcionado para o local de interesse. O espalhamento elástico dos elétrons incidentes segue a Lei de Bragg. As figuras de difração são capturadas por uma tela de fósforo (Figura 6) posicionada no interior da câmara de vácuo e conectada a uma TV ou projetor. A imagem é projetada, processada e comparada com padrões pré-estabelecidos dentro do software, e assim é identificado as características da amostra (PRINCIPLE COMPONENTS OF AN EBSD SYSTEM, 2018).

Figura 6 – Técnica de EBSD.



Fonte: Site Oxford Instruments (2018).

2.7 NITAL

O Nital é uma mistura composta de Ácido Nítrico e Álcool Etilico, utilizada em larga escala, para atacar amostras de aço que busca-se evidenciar microscopicamente os contornos de grãos e também observar o contraste entre ferrita e a perlita (VANDER VOORT, 1984).

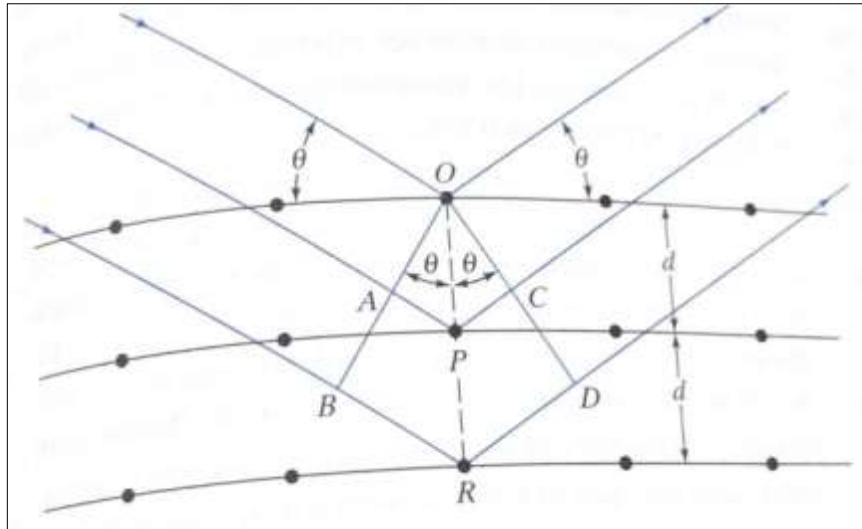
2.8 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração de Raios-X, baseia-se em medidas de emissão, absorção, espalhamento e radiação eletromagnética. Esse método é muito utilizado de modo qualitativo e quantitativo e consegue determinar a textura cristalográfica do material em estudo.

A técnica consiste de uma radiação x em uma amostra que interage com os elétrons desta última para produzir o espalhamento. Quando ocorre o espalhamento pelo ambiente ordenado de um cristal, ocorrem interferências construtivas e destrutivas e o resultado desse processo é a chamada difração (HOOLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

Quando um feixe de Raios-X incide na superfície do material com um ângulo θ , parte dele é espalhada na camada de átomos da superfície, enquanto a outra parte penetra numa segunda camada de átomos, então novamente uma parte é espalhada e o restante para uma terceira camada (Figura7). As condições para estes eventos acontecerem deve ser que o espaçamento entre as camadas de átomos deve ser aproximadamente o mesmo e que o comprimento de onda da radiação e os centros de espalhamento devem estar espacialmente distribuídos em um arranjo regular (HOOLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

Figura 7 – Incidência de Raios-X sobre um cristal.



Fonte: Hooler; Skoog; Crouch (2009).

Para a interferência ser construtiva no feixe do feixe no ângulo θ segue seguinte Equação (1)(HOOLER; SKOOG; CROUCH, 2009):

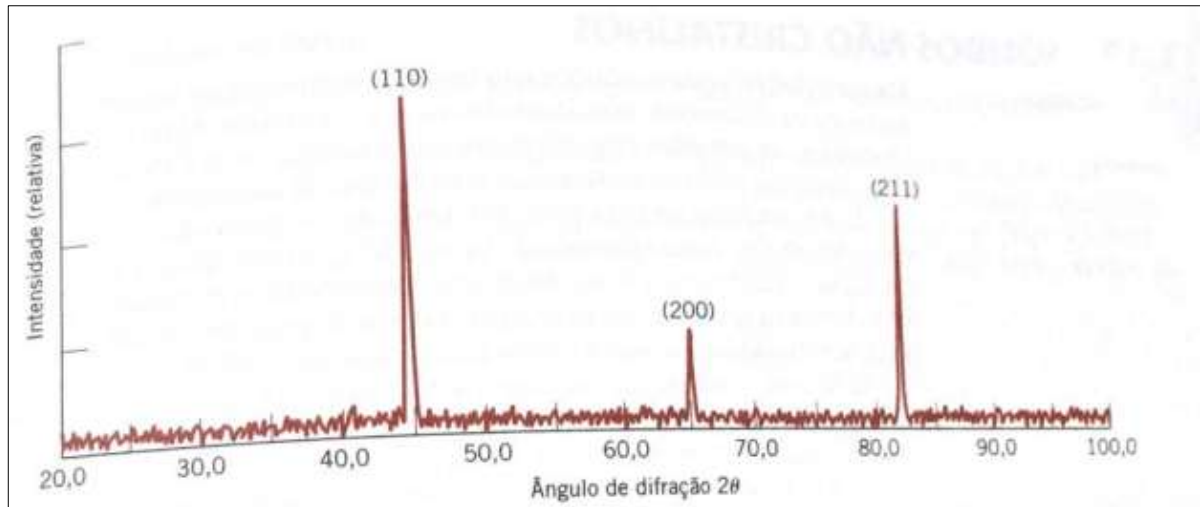
$$N\lambda = 2d\text{sen}\theta \quad (1)$$

Onde n é um número inteiro que à ordem de difração dos planos, d é a distância interplanar e θ é o ângulo de incidência da radiação.

O ângulo θ e os raios capturados formado é próprio de cada estrutura cristalina, dessa forma é possível gerar o difratograma (picos formados) da amostra analisada (experimental) que será comparado a um difratograma teórico de algum software que possua um banco de dados contendo padrões de referência para dessa forma ser feita a identificação das fases presentes (HOOLER; SKOOG; CROUCH, 2009).

Para ser formado um difratograma é utilizado um contador dentro do difratômetro, que se move a uma certa velocidade detectando os feixes difratados, e plotando automaticamente a intensidade deste último em função de 2θ , este último que é chamado de ângulo de difração (na lei de Bragg esse ângulo é para representar o critério que a equação é satisfeito e nesse caso é para definir as posições angulares da fonte e do contador em relação a superfície da amostra). A Figura 8 mostra um modelo de difratograma para uma amostra policristalina de ferro α .

Figura 8 – Modelo de Difratoograma.



Fonte: Callister; Rethwisch (2013).

3. METODOLOGIA DE TRABALHO

3.1 MATERIAL

O Material utilizado foi um aço IF comercial ao Ti, porém sua composição exata é desconhecida. As dimensões iniciais do material eram 20mm de largura e 25mm de espessura, totalizando uma área de 500mm², como mostrado na Figura 9.

Figura 9 – Modelo de Difratoograma.



Fonte: Autoria Própria.

3.2 LAMINAÇÃO A FRIO

O material recebido passou pelo processo de laminação a frio, no laboratório da Universidade UNICAMP, até atingir 92mm² (23mm de largura x 4mm de espessura), ou seja uma redução de aproximadamente 170%, como visto a Figura 10 e mostrado na Equação (2):

Figura 10 – Modelo de Difratoograma.



Fonte: Autoria Própria.

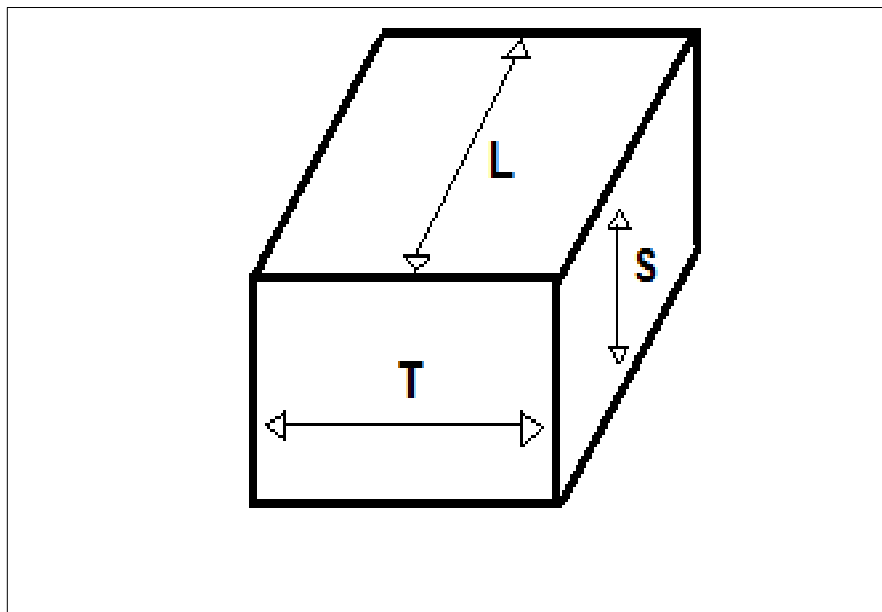
$$E = \left[\ln \left(\frac{500}{92} \right) \right] \times 100 = 169,28\% \quad (2)$$

3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE METALOGRÁFICA

3.3.1 Corte das amostras

Baseado na Figura 11, como a amostra foi dividida, cortou-se 22 amostras com cerca de 5mm x 5mm no laboratório de Usinagem UNESP campus de Guaratinguetá.

Figura 11 – Direções de corte da Amostra.



Fonte: Autoria Própria.

Onde: S= Transversal Maior;

L= Longitudinal;

T= Transversal Menor.

3.3.2 Recozimento

Após o corte as amostras foram submetidas ao recozimento com objetivo de promover a recristalização. No presente trabalho foi realizado o recozimento pleno em forno do tipo MUFLA (Figura 12) e com resfriamento em água a fim de pausar a recristalização. Utilizou-se 3 temperaturas diferentes de aquecimento máximo de forma a comparar o processo de recristalização em diferentes temperaturas e tempos.

Figura 12 – Forno tipo MUFLA.



Fonte: Autorial Própria.

Para 650°C e 850° utilizou-se 9 amostras para cada temperatura nos tempos (min): 3, 6, 9, 14, 20, 30, 45, 60 e 90.

Para 925°C utilizou-se 3 amostras nos tempos(min): 60, 90 e 120.

3.3.3Embutimento

Nesta etapa, 3 amostras do material encruado foram embutidas previamente , cada uma com uma direção em destaque (S, L e T). Posteriormente as outras 19 amostras foram recozidas no tempo desejado e também foram embutidas, sendo que dessas, 3 deixou-se em destaque a direção S e 7 delas a direção L, de forma a estudar o comportamento da recristalização nessas direções. Tal processo foi realizado no Laboratório de Materiais da UNESP, campus de Guaratinguetá, utilizando o equipamento AROTEC PRE-30 (Figura 13), com parâmetros de temperatura e pressão de 150°C e 100 kgf/cm² , e resina sintética baquelite para o embutimento de corpos de prova.

Figura 13 – Embutidora AROTEC PRE-30



Fonte: Autoria Própria.

3.3.4 Lixamento- polimento-ataque químico

Para estas duas etapas utilizou-se a mesma máquina, localizada no bloco de Engenharia de Materiais da UNESP campus de Guaratinguetá. Para o lixamento foram utilizadas lixas (desde a de 100 até 1200) do tipo "lixa d'água", fixadas na politriz automática ALLIED (Figura 14). A velocidade durante o lixamento e o polimento foram ambas baixas (em torno de 200RPM). Durante o lixamento, todo o processo foi feito sob alimentação constante de água e a máquina exercia pressão constante e uniforme ao longo da peça. Para o polimento aplicou-se constantemente alumina $0,3 \mu\text{m}$ entre a amostra e o pano, enquanto a politriz girava em direção contrária ao giro das amostras, assim obtivemos um grau de planicidade para análise metalográfica. Após esse processo foi feito o ataque químico por volta de 5s com Nital 2%.

Figura 14 – Politriz Automática ALLIED.



Fonte: Autoria Própria.

3.3.5 Análise microscópio óptico

Para a realização da análise microestrutural das amostras, ou seja se as amostras recristalizaram, elas foram preparadas da seguinte forma:

- Lixamento utilizando lixas com granulometria de 100 a 1200;
- Polimento com solução de alumina de $0,3\mu\text{m}$;
- Ataque químico com Nital 2% até que os grãos do processo de recristalização fossem revelados.

As imagens de antes e após o recozimento foram utilizando o microscópio da Nikon, localizado bloco de Engenharia de Materiais da UNESP campus de Guaratinguetá, modelo EPIPHOT 200, conforme Figura 15, de forma a investigar diferenças microestruturais entre os dois processos e o tamanho dos grãos formados nas diferentes temperaturas.

Figura 15 – Microscópio Óptico modelo EIPHOT 200.



Fonte: Autoria Própria.

3.4ANÁLISE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para a identificação das texturas cristalográficas das amostras foi utilizado o equipamento Advance D8(Figura 16) da Brucker localizado no bloco de Engenharia de Materiais da UNESP campus de Guaratinguetá com capacidade de inclinar e rotacionar em torno da amostra de forma de se obter as orientações cristalinas dos grãos. Os picos em função dos ângulos de difração foram obtidos através do programa DIFRAC.EVA V3.1. Os parâmetros utilizados para a difração foram um incremento de 0,019, corrente de 25A, voltagem de 40V e variação de 2θ de 0 a 90°

Figura 16 – Equipamento para DRX Advance D8



Fonte: Autoria Própria.

3.5 ANÁLISE MICRODUREZA

Para o ensaio de microdureza, utilizou-se um micro durômetro modelo WILSON INSTRUMENTS 401 MVD (Figura 17) localizado no bloco de Engenharia de Materiais da UNESP campus de Guaratinguet. As impressões foram feitas por uma carga de 0,3KN com um indentador de diamante numa escala Vickers.

As microdurezas foram feitas para o material antes e após o recozimento de forma a comparar ambas. Para 650°C e 850° utilizou-se 9 amostras para cada temperatura nos tempos (min): 3, 6, 9, 14, 20, 30, 45, 60 e 90. Para 925°C utilizou-se 3 amostras nos tempos (min): 60, 90 e 120. Para cada amostra fez-se entre 2 e 3 impressões e obteve-se a média de ambas.

Figura 17 – Micro Durômetro modelo WILSON INSTRUMENTS 401 MVD.



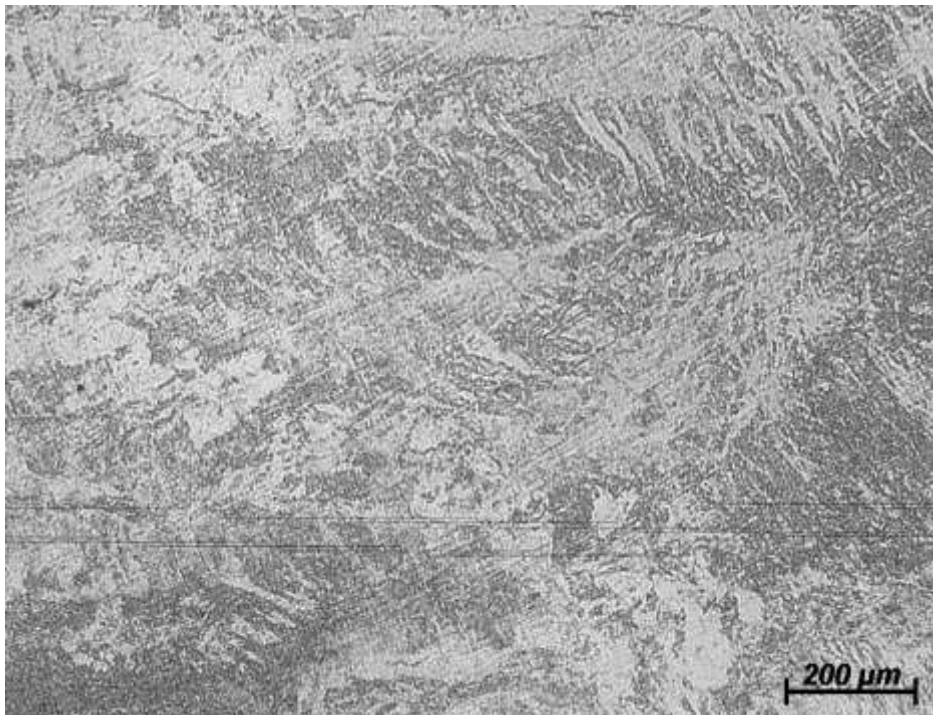
Fonte: Aatoria Própria.

4. RESULTADOS

4.1 METALOGRAFIA

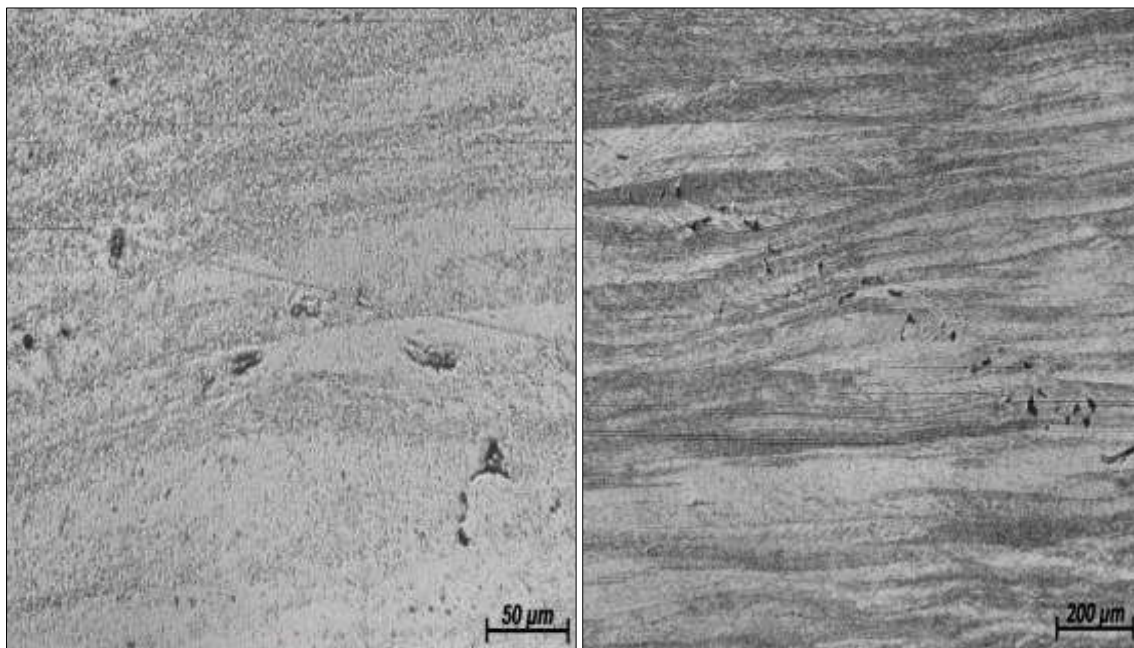
As amostras com redução de 170% durante a laminação a frio, e previamente preparada, para uma melhor visualização da micrografia, foram fotografadas com aumento de 50X, 100X, 200X e até 500X (dependendo das características da amostra), nas diferentes direções (T, S e L) são aqui apresentadas, respectivamente através das Figuras 18, 19 e 20. As figuras revelam que os grãos se tornaram alongados após a deformação, e após o recozimento nas temperaturas de 650°C (Figuras 21 à 25) não é possível perceber a recristalização devido ao recozimento pleno ser acima dessa temperatura, já a 850°C (Figuras 26 à 36) e 925°C (Figuras 37, 38 e 39), esses grãos se recuperam, mostrando que o tratamento aplicado foi suficiente para a recristalização do material.

Figura 18 – Micrografia do Aço IF laminado a frio e encruado na direção L. Aumento de 50X.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 19 – Micrografias do Aço IF laminado a frio e encruado na direção S. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).

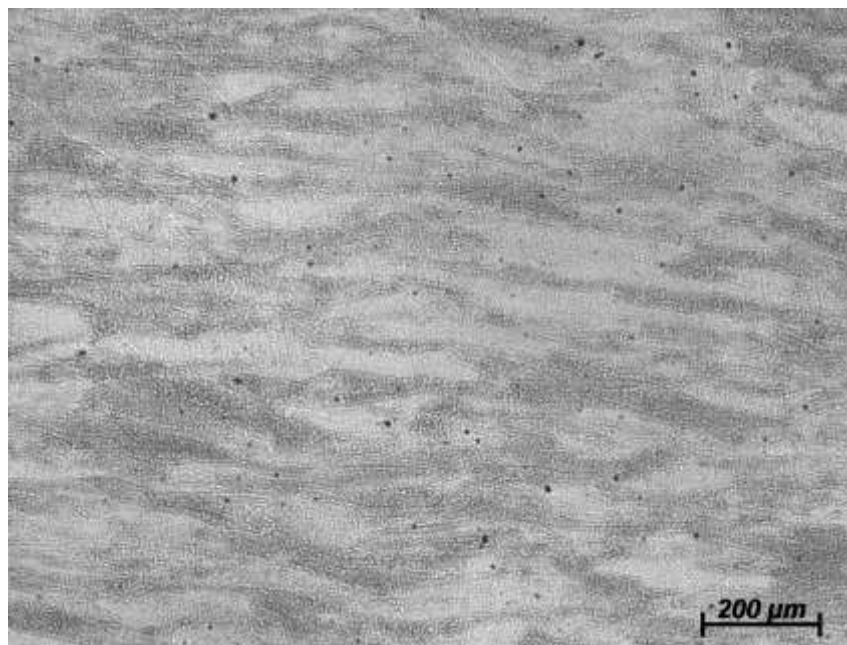


(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

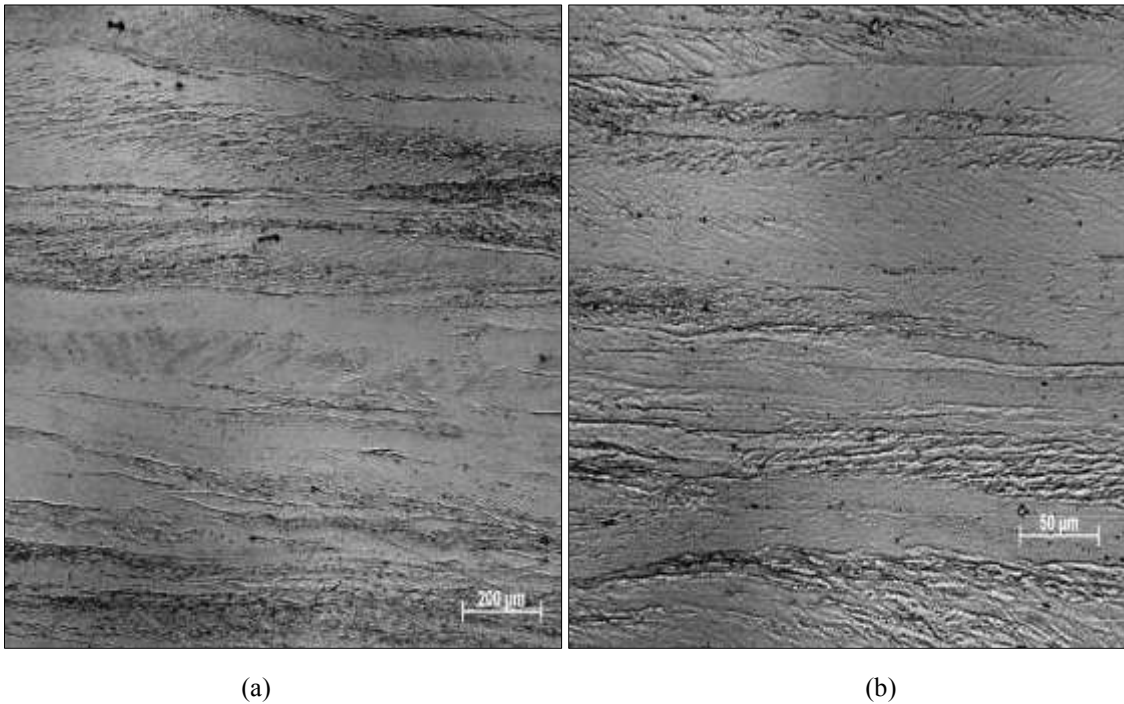
Figura 20 – Micrografia do Aço IF laminado a frio e encruado na direção T. Aumento de 50X.



Fonte: Autoria Própria.

Pelas imagens é possível observar que as amostras após a laminação a frio, tiveram seus grãos alongados na direção da laminação.

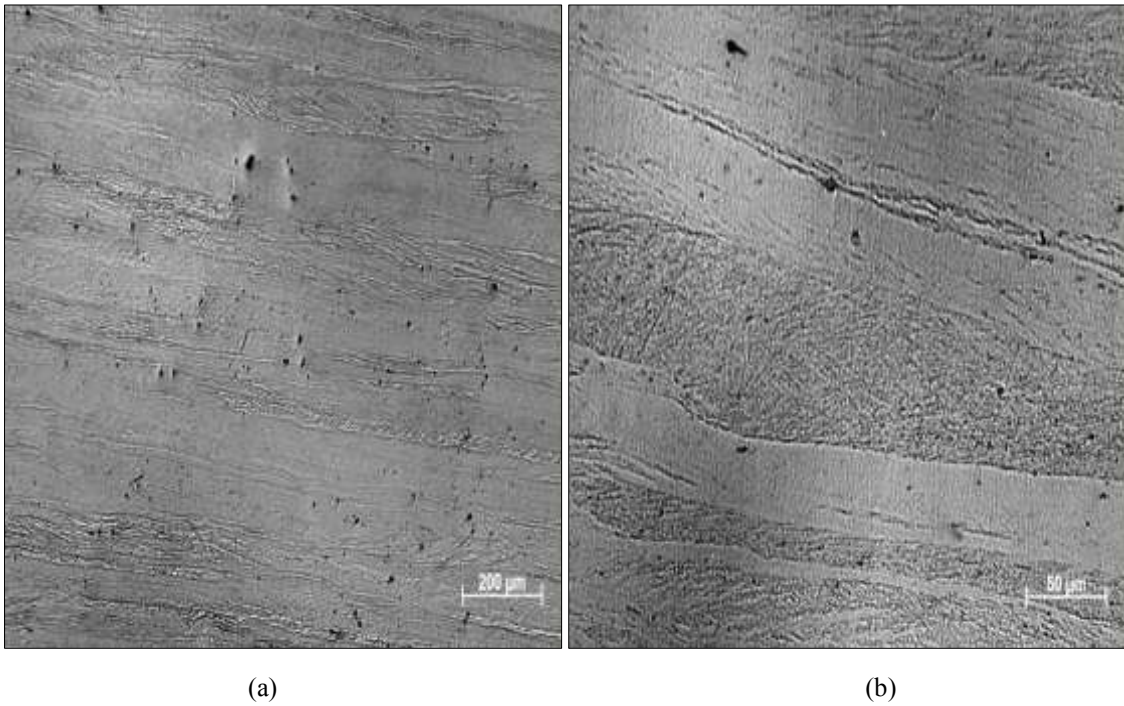
Figura 21 – Micrografias do Aço IF recozido por 6min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).



Fonte: Autoria Própria.

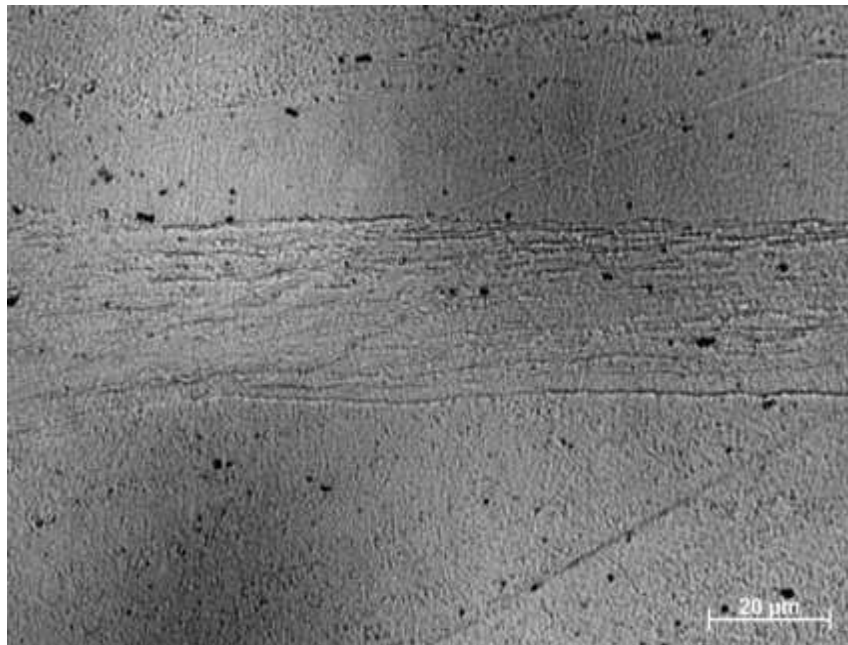
Nesta Figura 21, é possível perceber que a temperatura é relativamente baixa para a formação de grãos, além de que o tempo também é baixo para se obter resultados satisfatórios, apesar disso, nota-se que o processo de recozimento teve início.

Figura 22 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 200X (b).



Fonte: Autoria Própria.

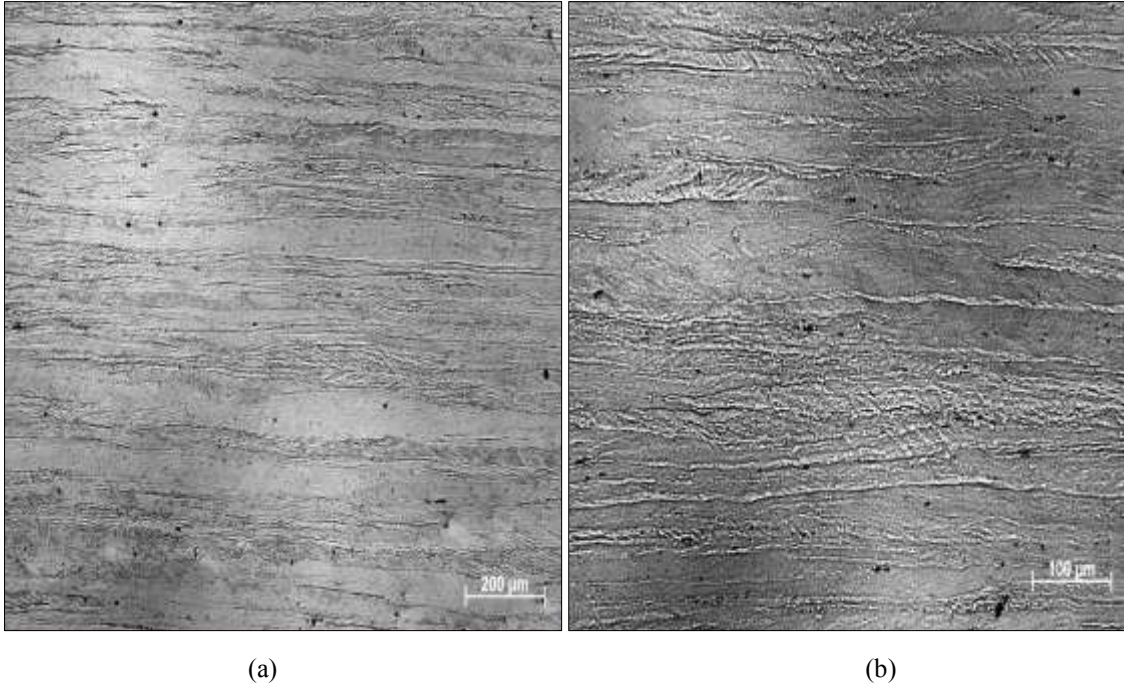
Figura 23 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 650°C. Aumento de 500X.



Fonte: Autoria Própria.

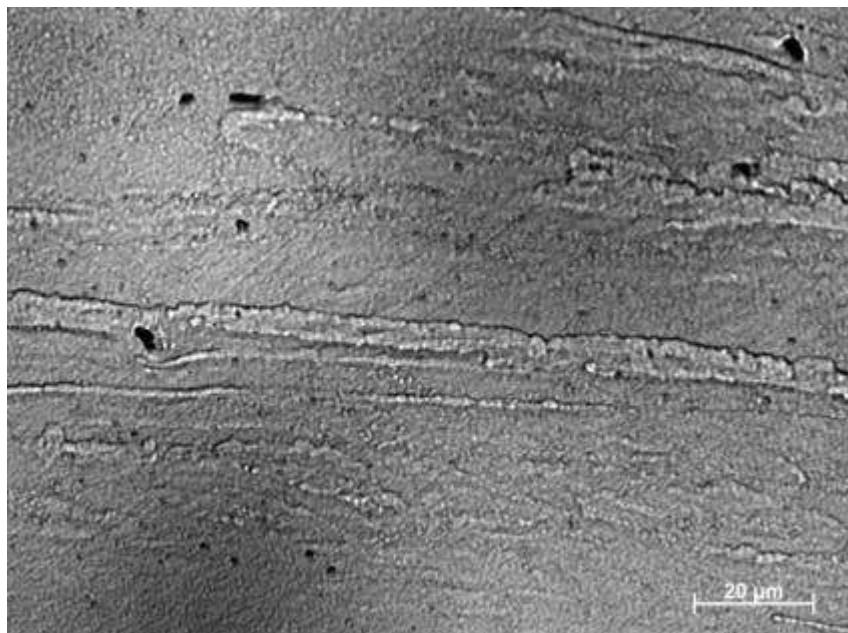
É possível perceber que através das Figuras 22 e 23, apesar da temperatura ser baixa, o tempo é maior que as anteriores, o que faz com que o processo de recristalização aumente, porém de forma lenta.

Figura 24 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 650°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).



Fonte: Autoria Própria..

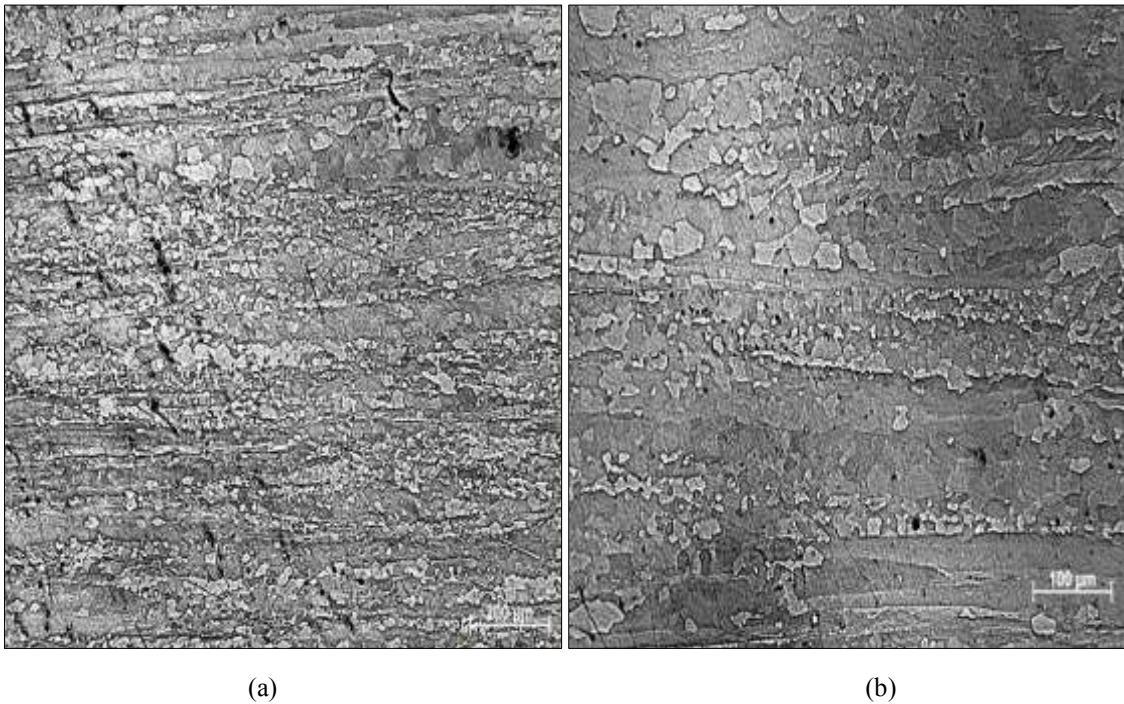
Figura 25 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 650°C. Aumento de 500X.



Fonte: Autoria Própria.

Através das Figuras 24 e 25, é possível perceber que com o passar do tempo o processo de recristalização continua, porém a temperatura é baixa, dessa forma a recristalização é lenta. Apesar disso, nota-se um maior volume de material recristalizado que nos tempos anteriores.

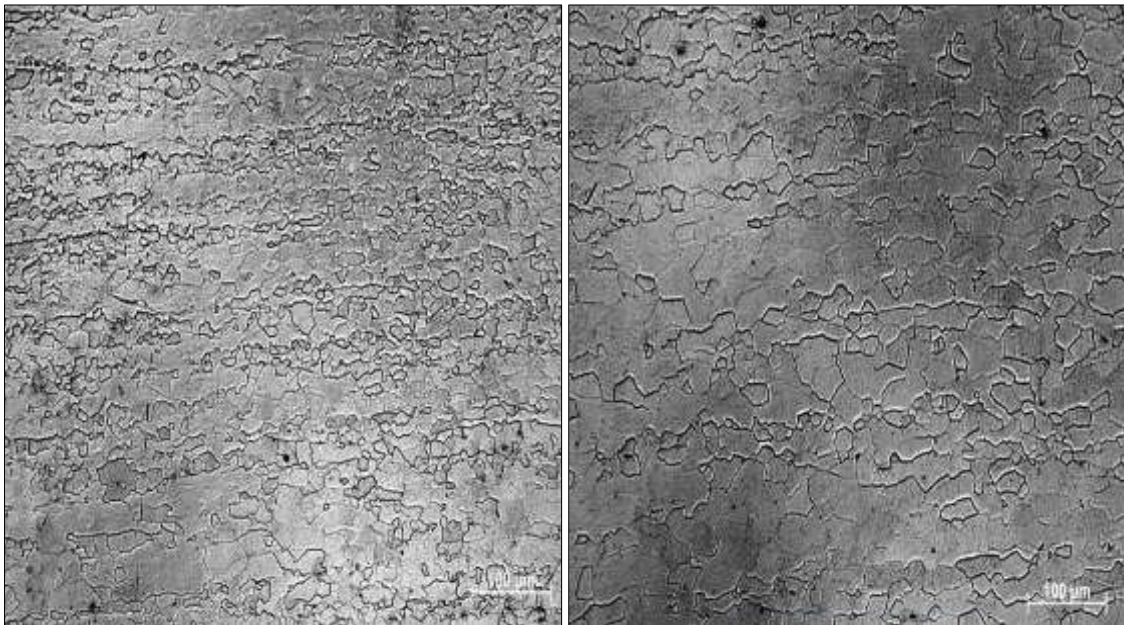
Figura 26 – Micrografias do Aço IF recozido por 3min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).



Fonte: Autoria Própria.

Nesta imagem acima (Figura 26) é possível perceber que apesar do pouco de aquecimento (3 minutos), já é possível notar maior volume de material recristalizado quando comparado ao maior tempo do material a 650°C.

Figura 27 – Micrografias do Aço IF recozido por 6min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).



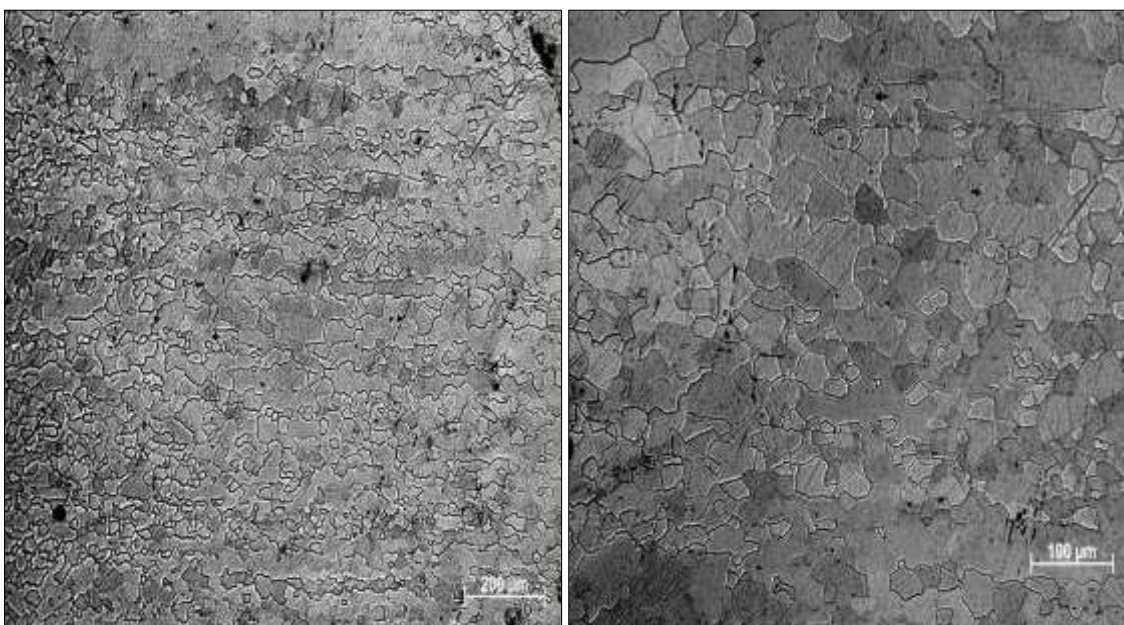
(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

A Figura 27 mostra a presença de grãos maiores, quando comparado com o tempo anterior na mesma temperatura.

Figura 28 – Micrografias do Aço IF recozido por 9min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).



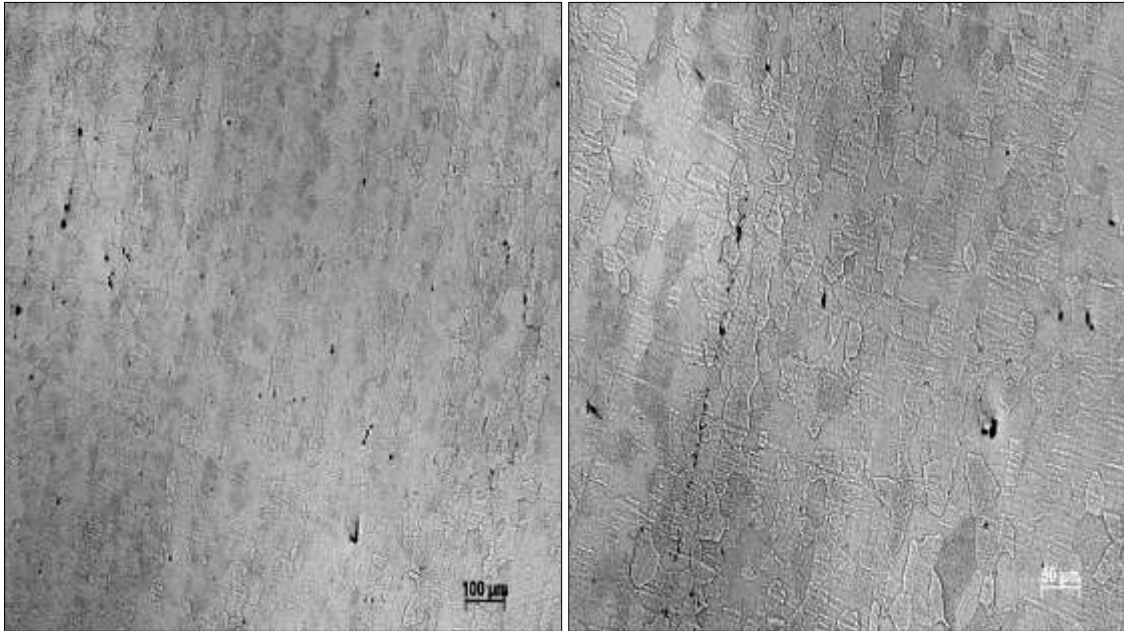
(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

A Figura 28 consegue mostrar que a amostra parece estar totalmente recristalizada.

Figura 29 – Micrografias do Aço IF recozido por 14min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 100X (b).

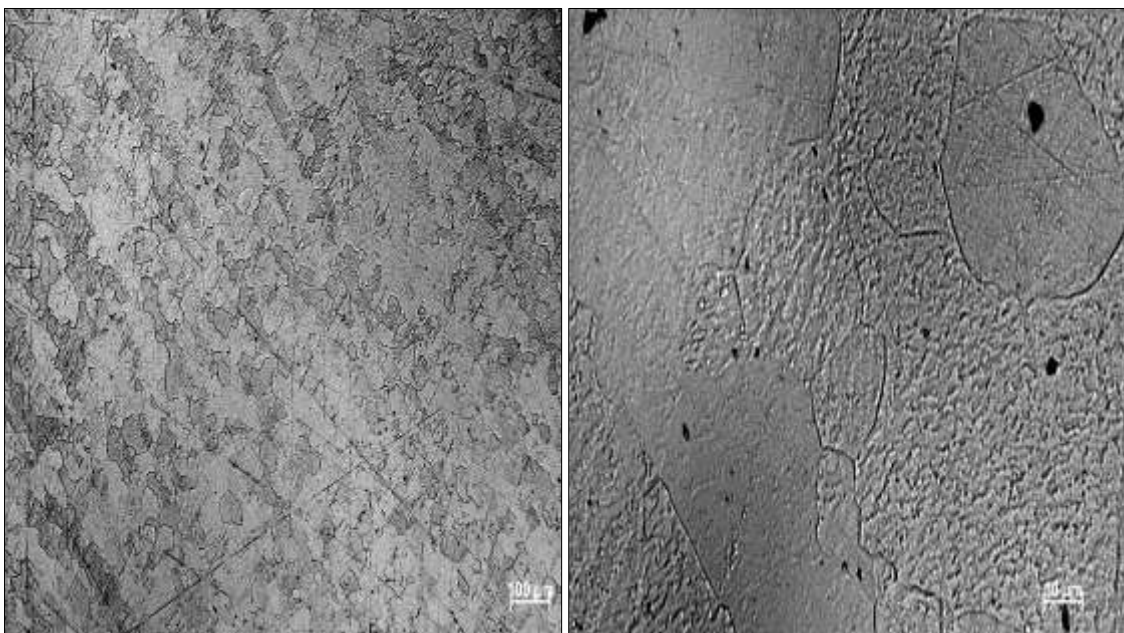


(a)

(b)

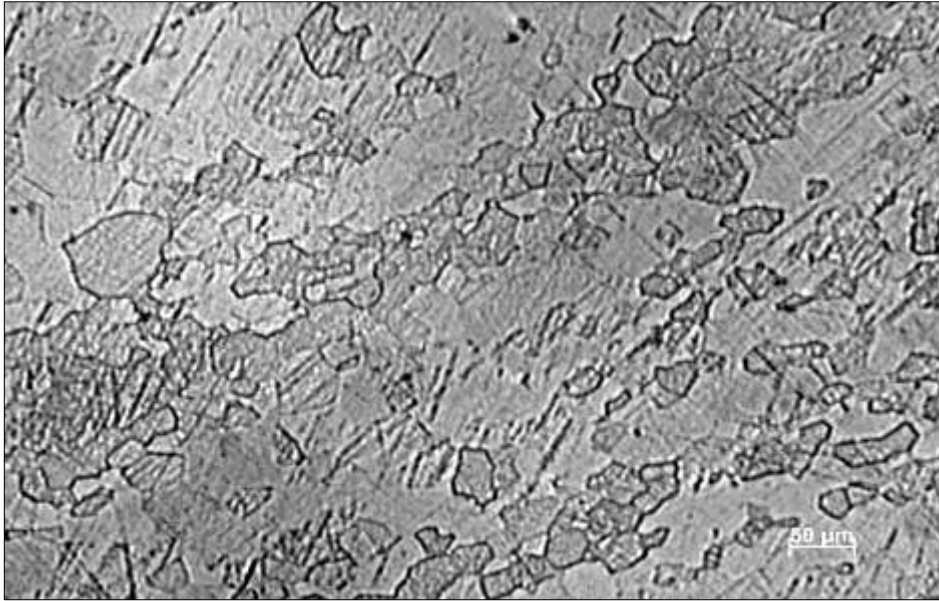
Fonte: Autoria Própria.

Figura 30 – Micrografias do Aço IF recozido por 20min a 850°C. Aumento de 50X (a) e Aumento de 500X (b).



Fonte: Autoria Própria.

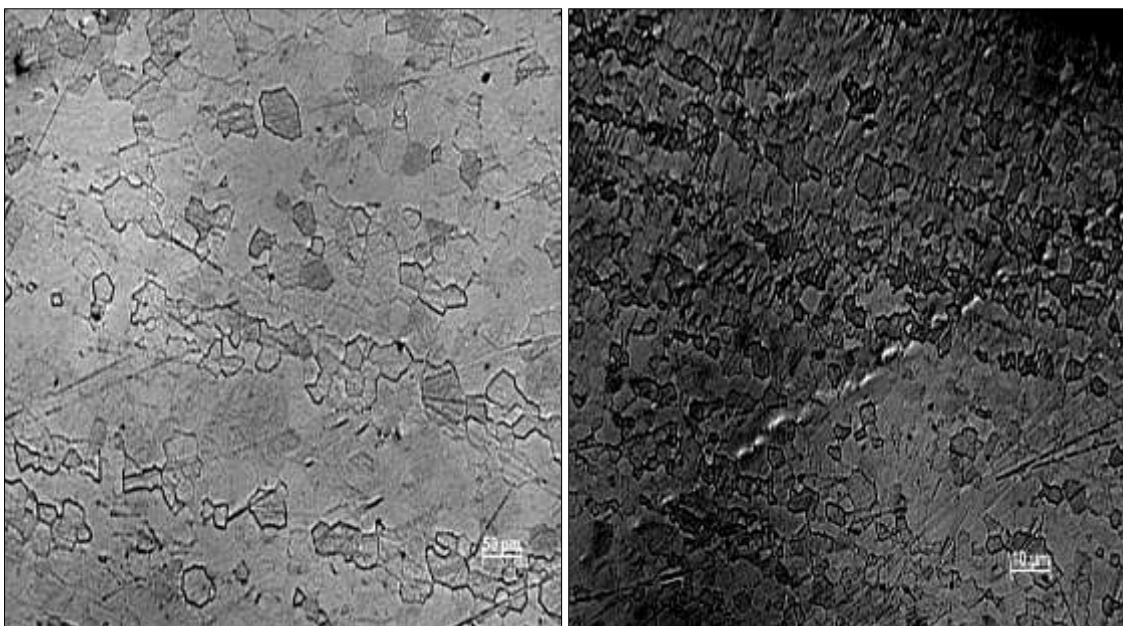
Figura 31 – Micrografias do Aço IF recozido por 30min a 850°C. Aumento de 100X.



Fonte: Autoria Própria.

Nas Figuras 29, 30 e 31, correspondentes aos tempos de 14, 20 e 30min, respectivamente, nota-se pouca diferença, visto que ambas estão completamente recristalizadas.

Figura 32 – Micrografias do Aço IF recozido por 45min a 850°C. Aumento de 100X (a) e Aumento de 500X (b).

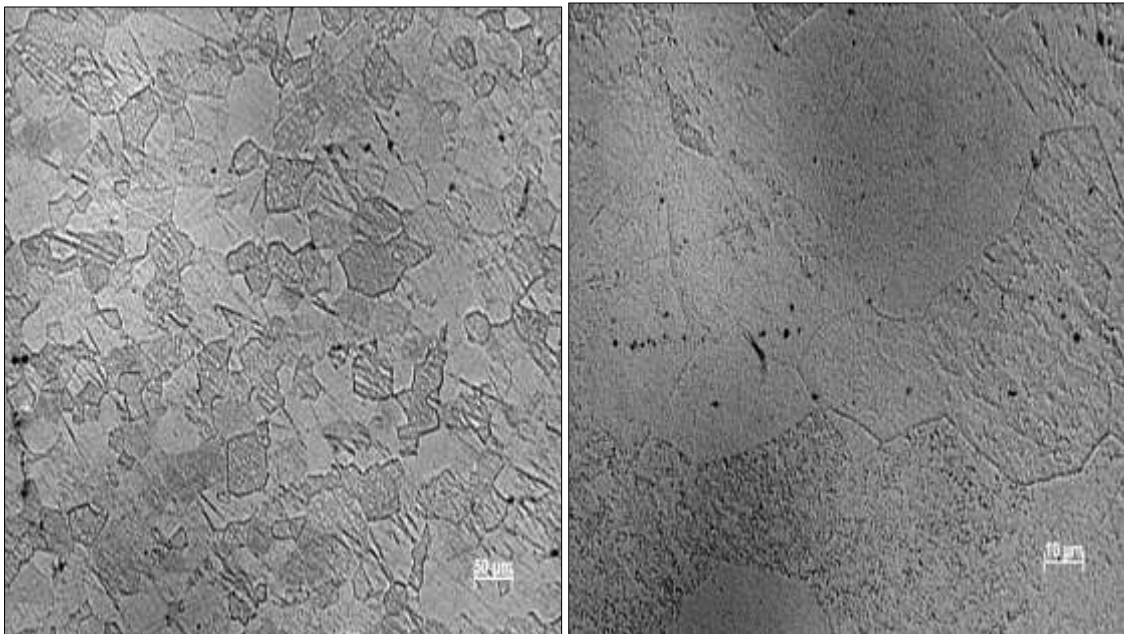


(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

Figura 33 – Micrografias do Aço IF recozido por 60min a 850°C. Aumento de 100X (a) e Aumento de 500X (b).

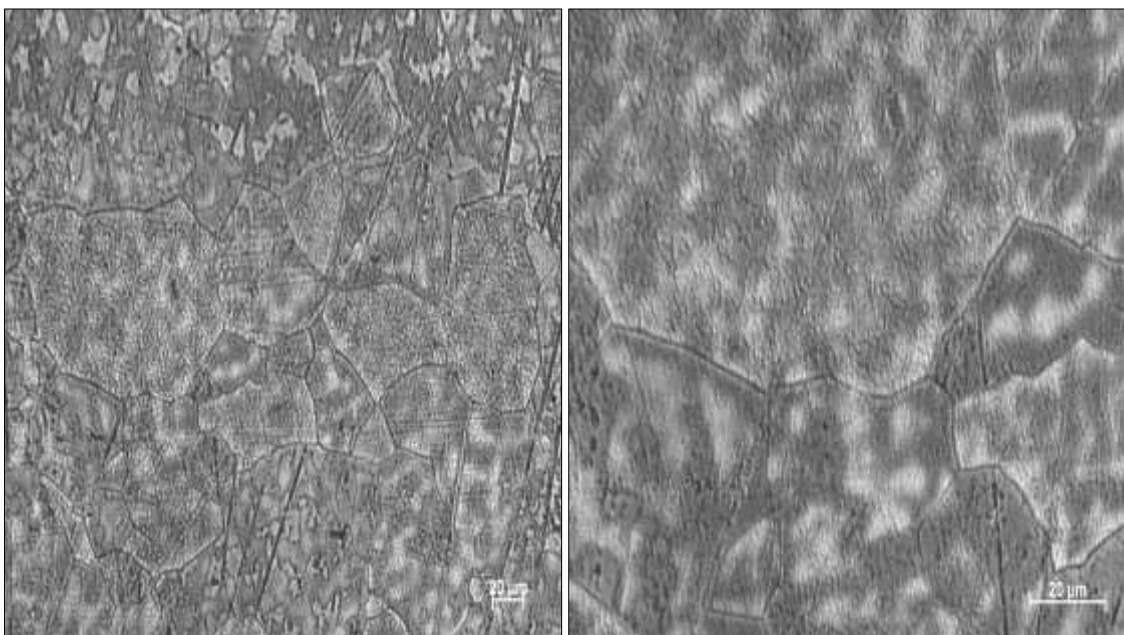


(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

Figura 34 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 850°C. Aumento de 200X (a) e Aumento de 500X (b).



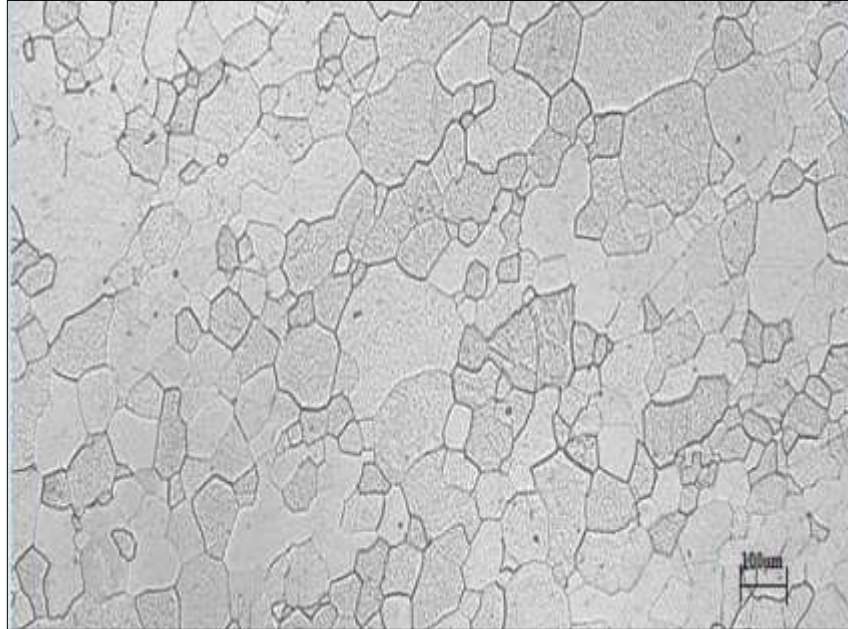
(a)

(b)

Fonte: Autoria Própria.

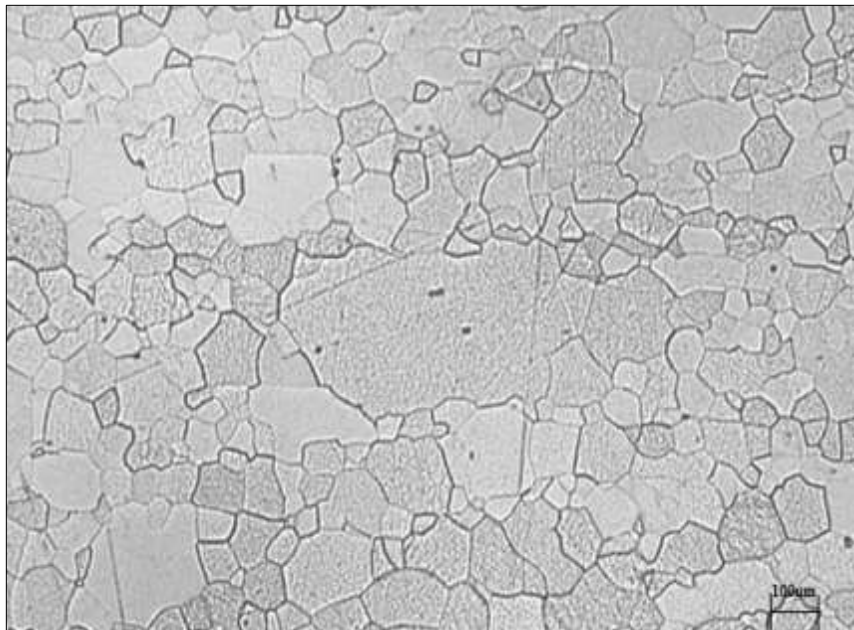
Nas Figuras 32, 33 e 34, correspondentes aos tempos de 45,60 e 90 min, respectivamente, a microestrutura se mostra completamente recristalizada e já se nota crescimento dos grãos.

Figura 35 – Micrografias do Aço IF recozido por 60min a 925°C. Aumento de 50X.



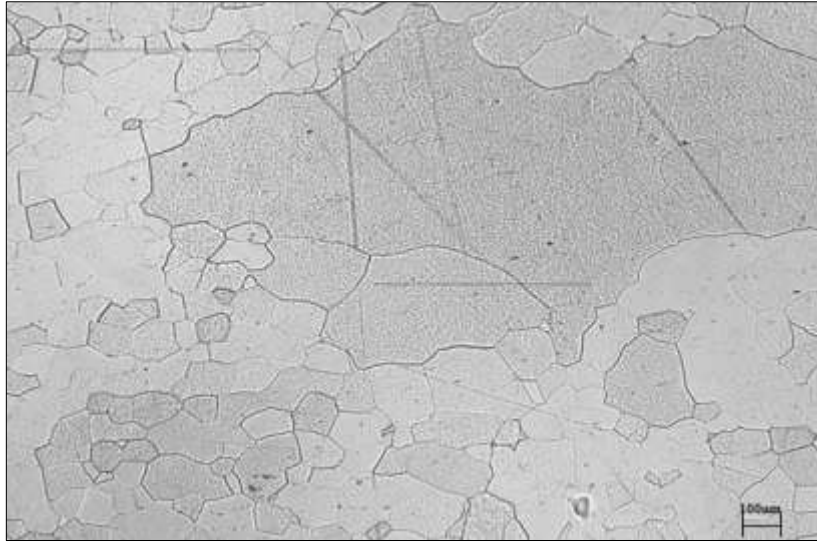
Fonte: Autoria Própria.

Figura 36 – Micrografias do Aço IF recozido por 90min a 925°C. Aumento de 50X.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 37 – Micrografias do Aço IF recozido por 120min a 925°C. Aumento de 50X.



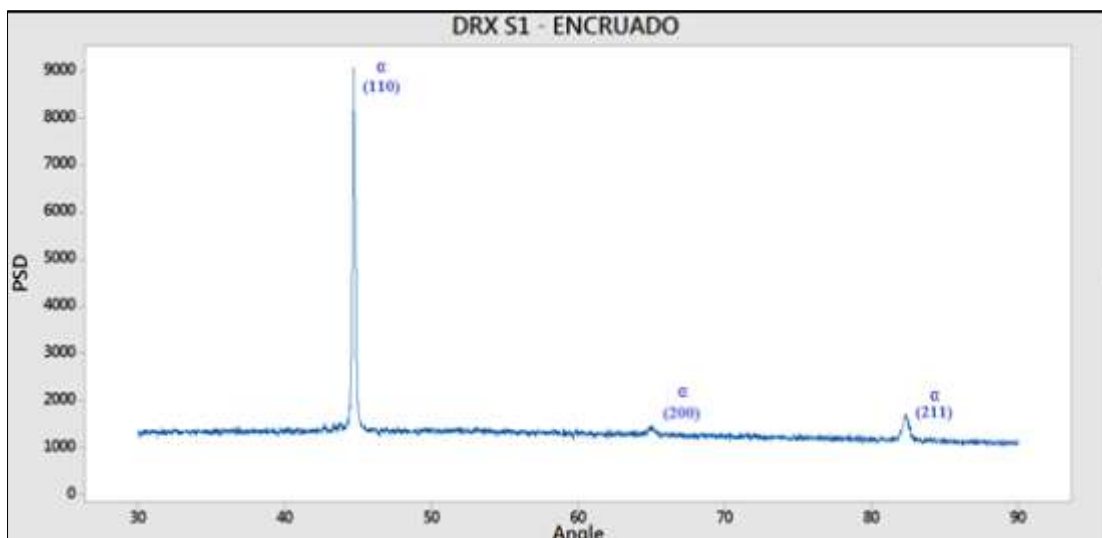
Fonte: Autoria Própria.

A principal diferença que pode ser notada entre as micrografias de 850°C e 925°C é o tamanho dos grãos, que nesta segunda temperatura aparenta apresentar maior diâmetro com relação à temperatura de 850°C. Dessa forma os tratamentos realizados a 925°C, atingiram seu objetivo que era promover o crescimento de grão.

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

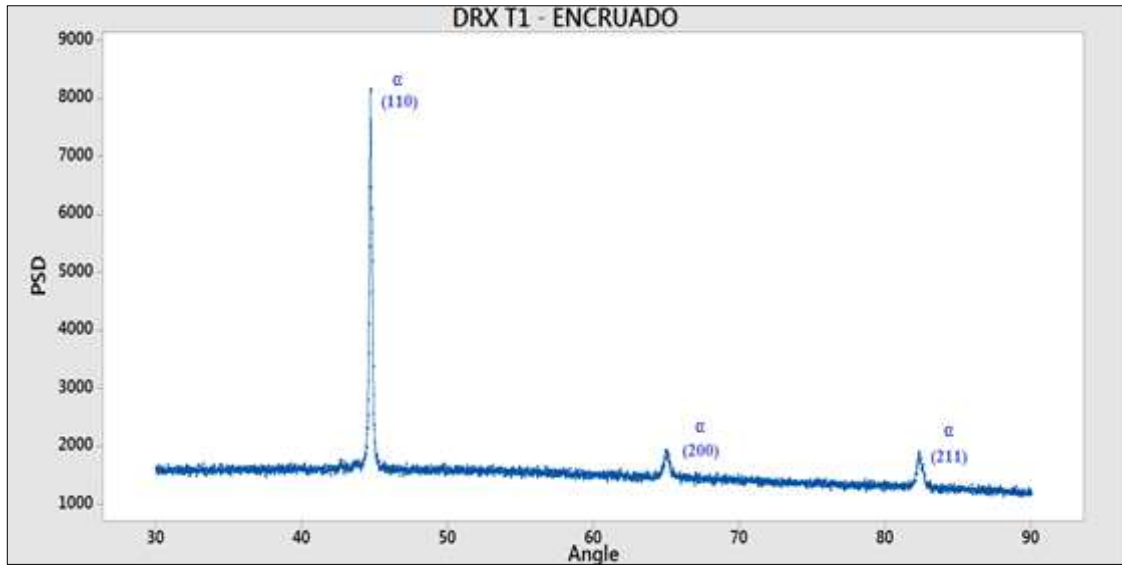
As figuras abaixo (Figura 38e 39) são relativas ao material antes do recozimento (encruado).

Figura 38 – DRX S1 - Encruado



Fonte: Autoria Própria.

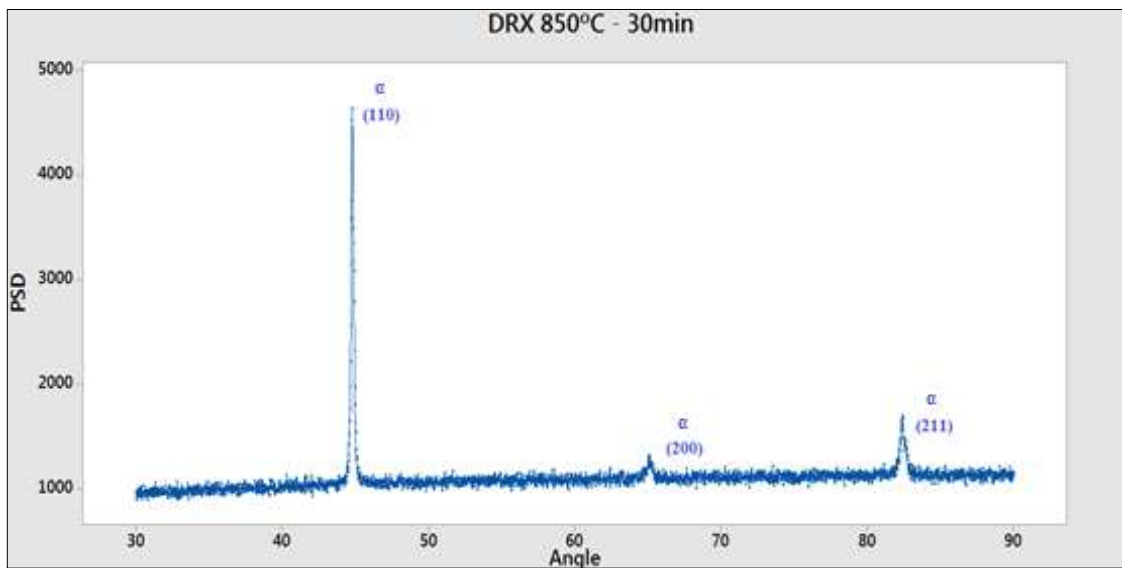
Figura 39 – DRX T1 – Encruado



Fonte: Autoria Própria.

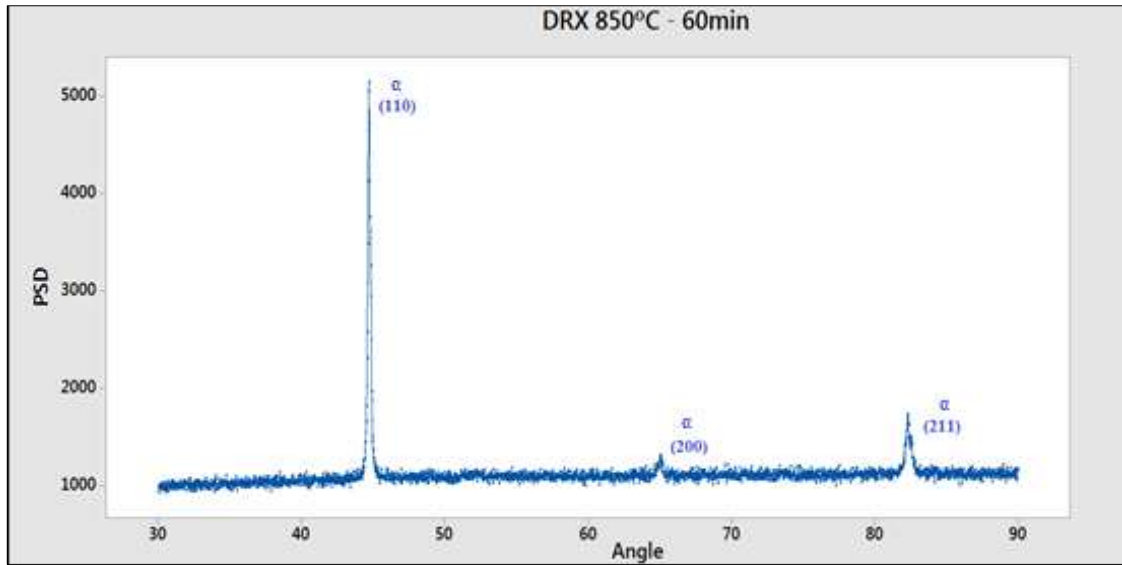
Os difratogramas abaixo (Figuras 40, 41 e 42) são relativas somente ao recozimento na posição S.

Figura 40 – 850°C S – Recozido – 30min.



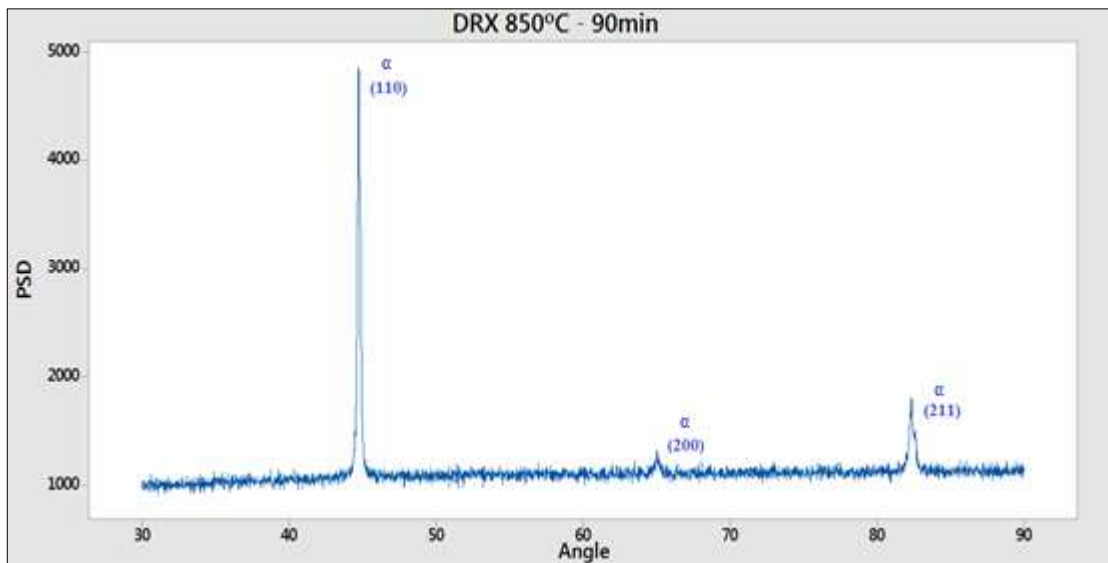
Fonte: Autoria Própria.

Figura 41 – 850°C S – Recozido – 60min.



Fonte: Aatoria Própria.

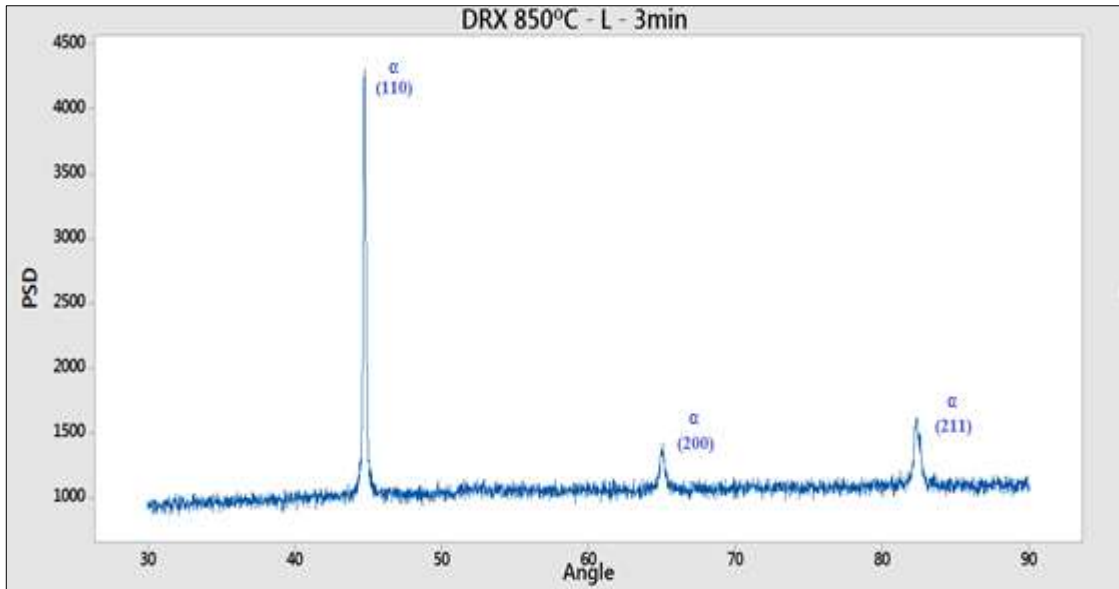
Figura 42 – 850°C S – Recozido – 90min.



Fonte: Aatoria Própria.

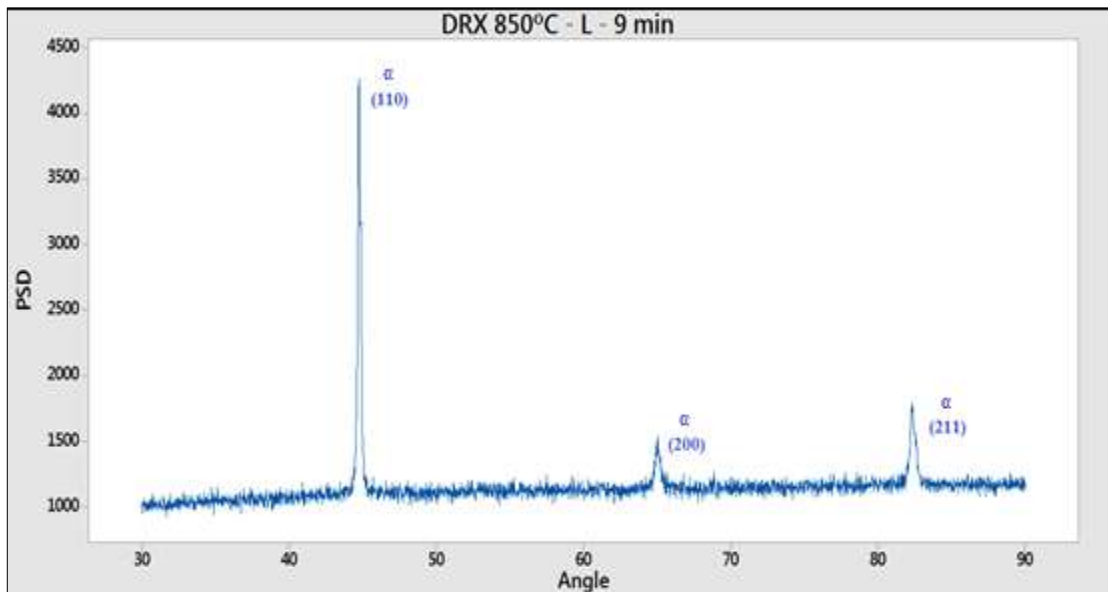
Os difratogramas abaixo (Figuras 43à49) são relativas somente ao recozimento a posição L.

Figura 43 – 850°C L – Recozido – 3min.



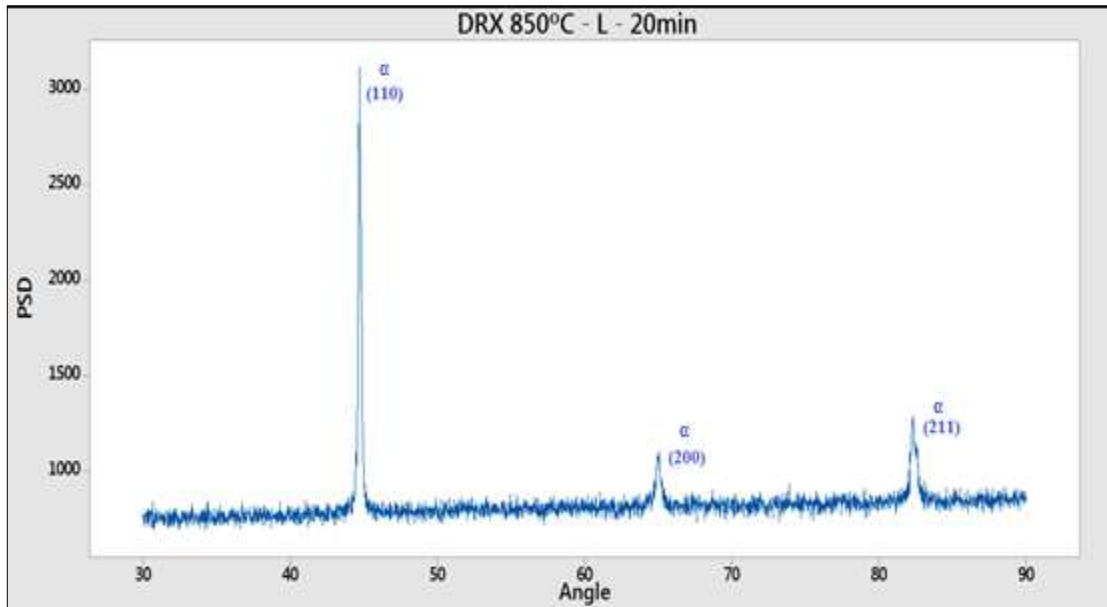
Fonte: Autoria Própria.

Figura 44 – 850°C L – Recozido – 9min.



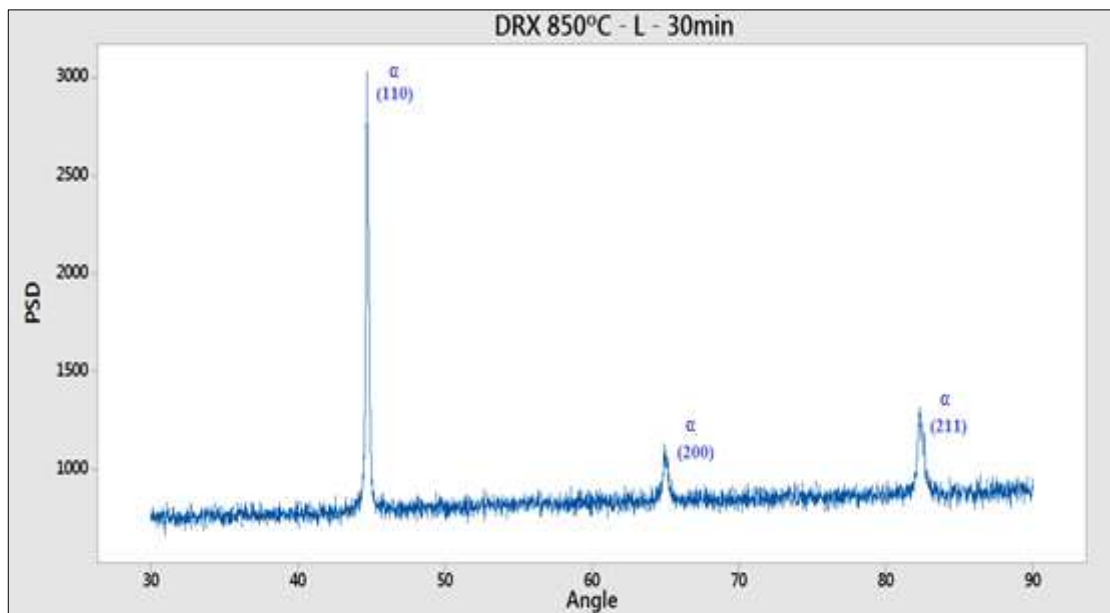
Fonte: Autoria Própria.

Figura 45 – 850°C L – Recozido – 20min.



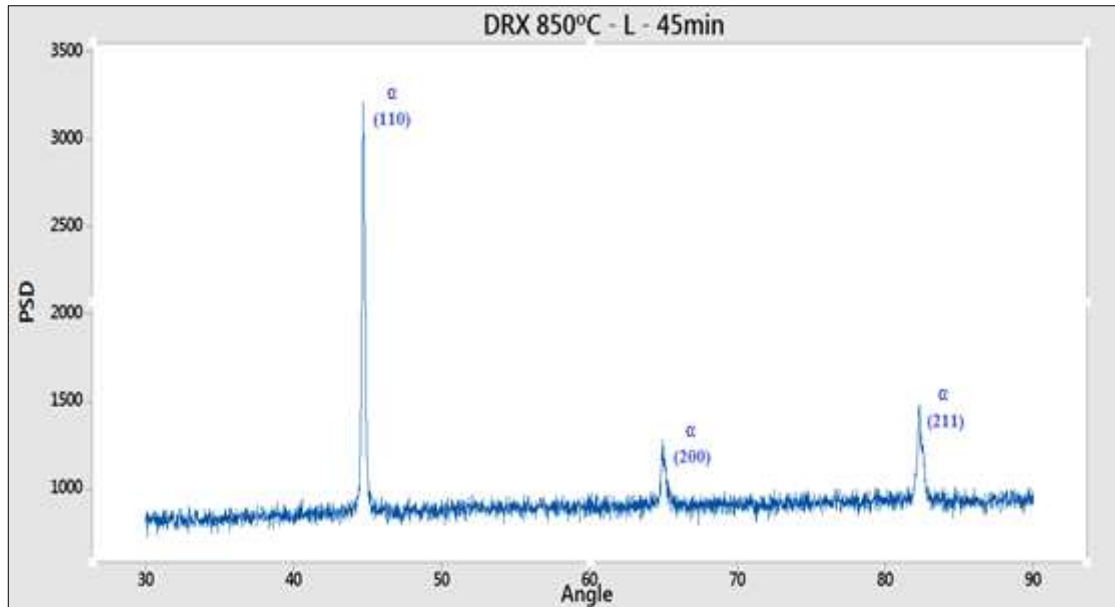
Fonte: Aatoria Própria.

Figura 46 – 850°C L – Recozido – 30min.



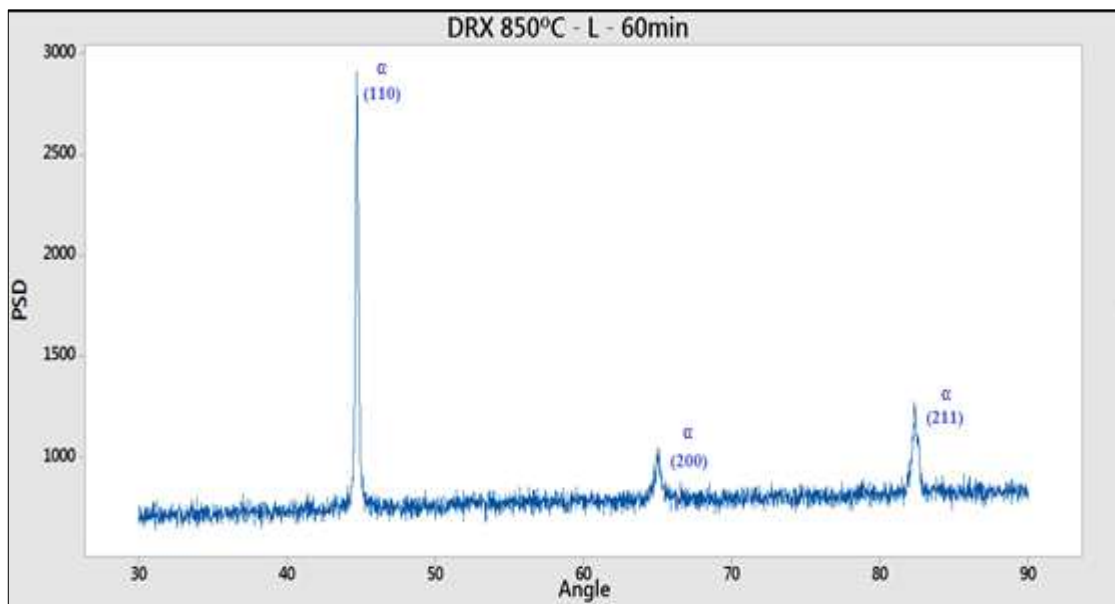
Fonte: Aatoria Própria.

Figura 47 – 850°C L – Recozido – 45min.



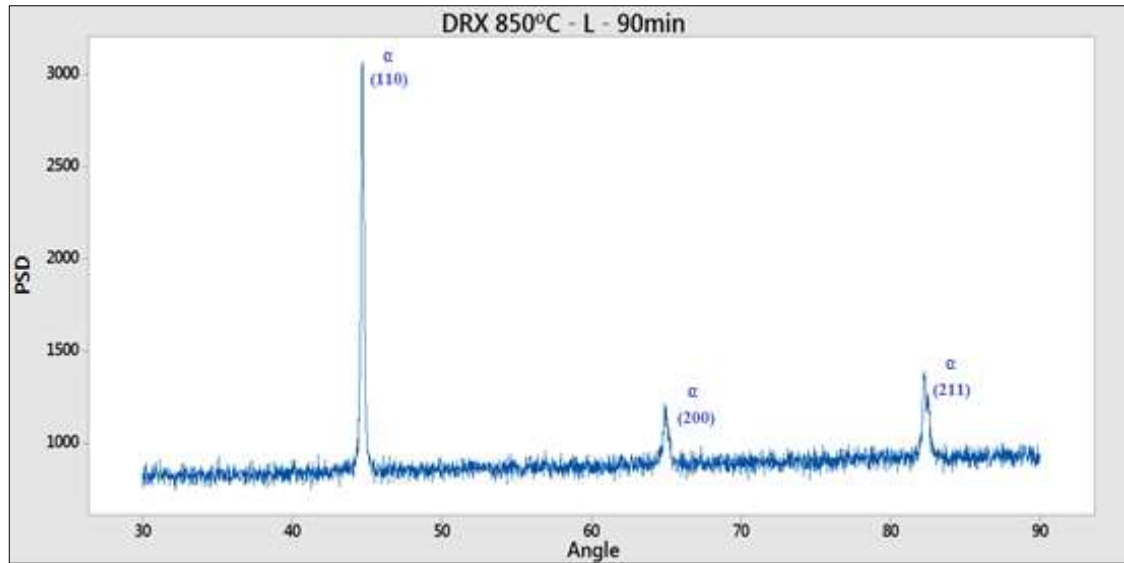
Fonte: Aatoria Própria.

Figura 48 – 850°C L – Recozido – 60min.



Fonte: Aatoria Própria.

Figura 49 – 850°C L – Recozido – 90min.

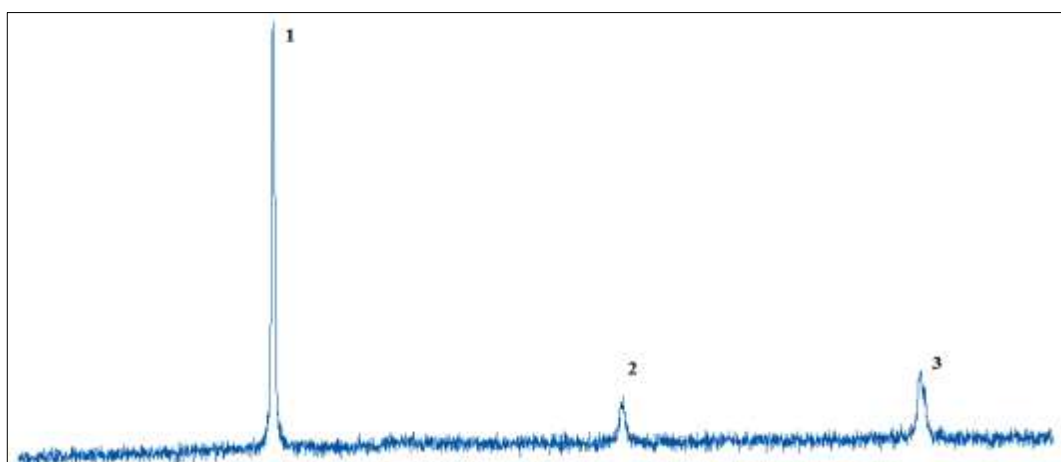


Fonte: Autoria Própria.

Através do difratogramas foi possível perceber que antes do recozimento e após este, os planos são os mesmos, porém as intensidades dos picos são diferentes, e como pode ser visto somente é encontrado a fase ferrita(α).

A Tabela 1 mostra nas três primeiras colunas os valores dos picos obtidos em todos os difratogramas (encruado e recozido) e as três ultimas colunas mostram as razões entre esses picos, conforme adotado (Figura 50), onde 110 é igual ao Pico 1, 200 é igual ao Pico 2 e 211 é igual ao Pico 3 (planos iguais em todos os casos). Os picos difratados foram em torno de um intervalo angular de 2θ entre 44 e 45° em todos os casos.

Figura 50 – Modelo para o cálculo das razões dos difratogramas.



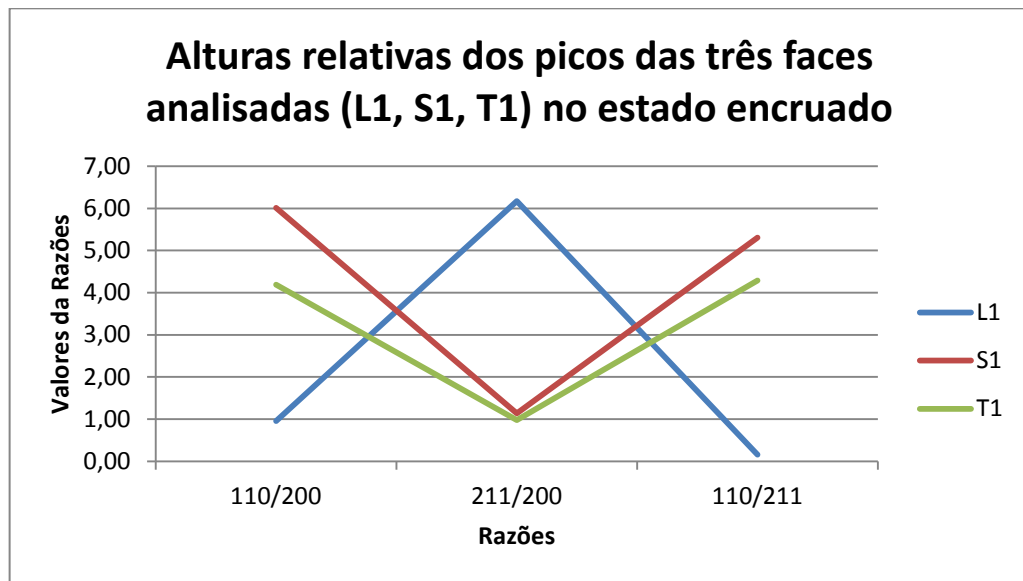
Fonte: Autoria Própria.

Tabela 1 – Relação dos Difrátogramas dos Materiais Encruados e após Recozimento em função da direção.

Relação entre as alturas relativas dos picos							
Direção / Tempo		1	2	3	110/200	211/200	110/211
Encruado	L1	2351	2456	15156	0,96	6,17	0,16
	S1	9057	1507	1708	6,01	1,13	5,30
	T1	8158	1946	1904	4,19	0,98	4,28
Recozido Direção S	30min	4637	1323	1703	3,50	1,29	2,72
	60min	5143	1317	1737	3,91	1,32	2,96
	90min	4865	1325	1796	3,67	1,36	2,71
Recozido Direção L	0min	2351	2456	15156	0,96	6,17	0,16
	3min	4302	1421	1617	3,03	1,14	2,66
	9min	4258	1539	1796	2,77	1,17	2,37
	20min	3113	1104	1291	2,82	1,17	2,41
	30min	3031	1132	1317	2,68	1,16	2,30
	45min	3213	1281	1484	2,51	1,16	2,17
	60min	2907	1047	1275	2,78	1,22	2,28
	90min	3070	1216	1389	2,52	1,14	2,21

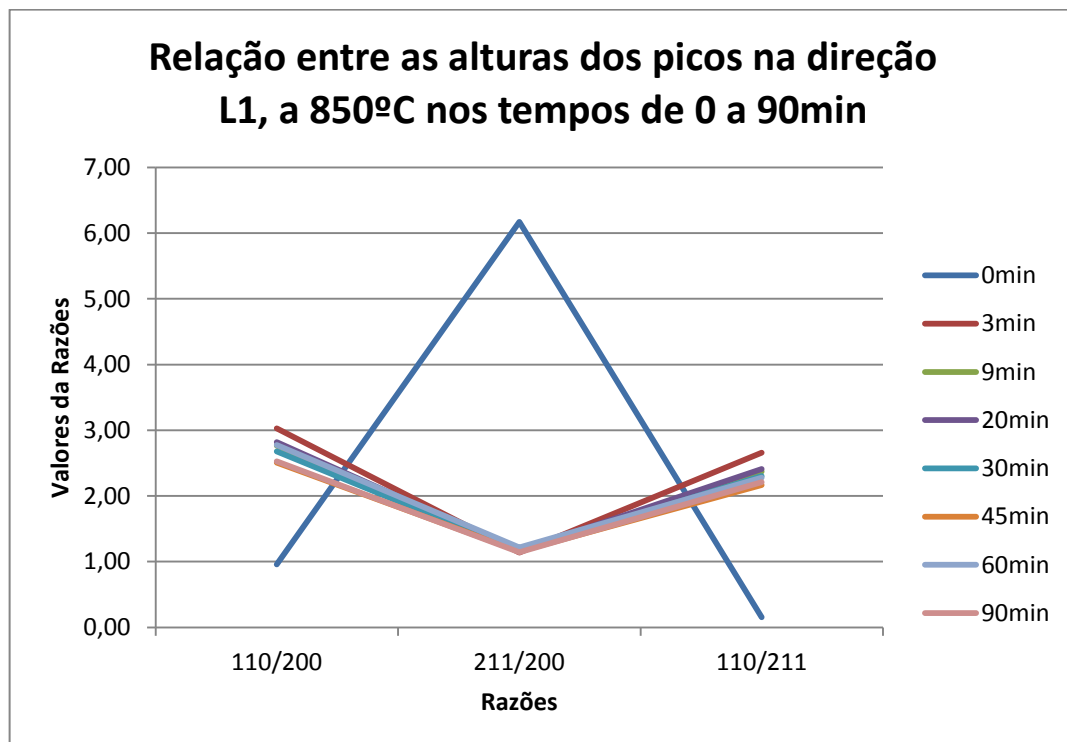
Fonte: Autoria Própria.

Figura 51 – Alturas relativas dos picos das três faces analisadas (L1, S1, T1) no estado encruado.



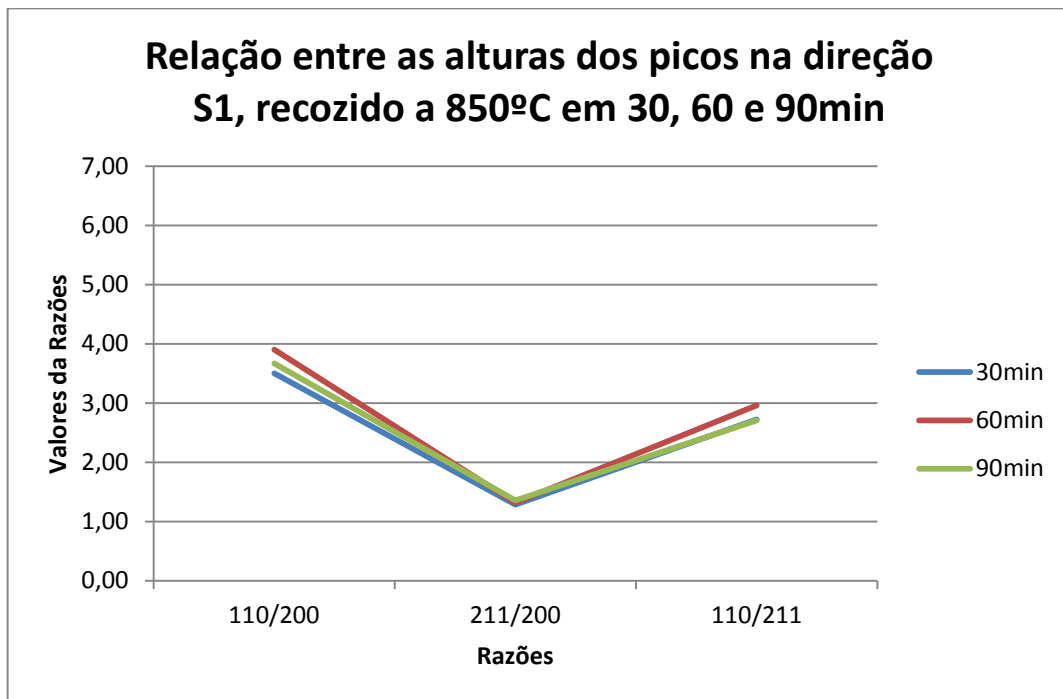
Fonte: Autoria Própria.

Figura 52 – Relação entre as alturas dos picos na direção L1, recozido a 850°C nos tempos de 0 a 90min.



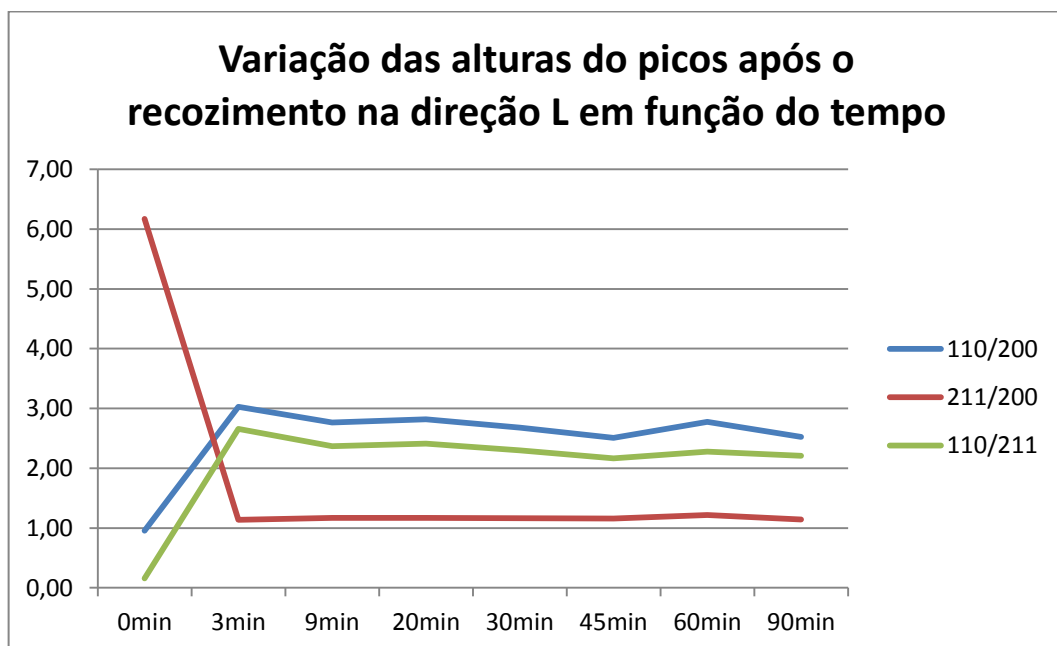
Fonte: Autoria Própria.

Figura 53 – Relação entre as alturas dos picos na direção S1, recozido a 850°C em 30, 60 e 90min.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 54 – Variações das Alturas dos picos após o recozimento na direção L em função do tempo.



Fonte: Autoria Própria.

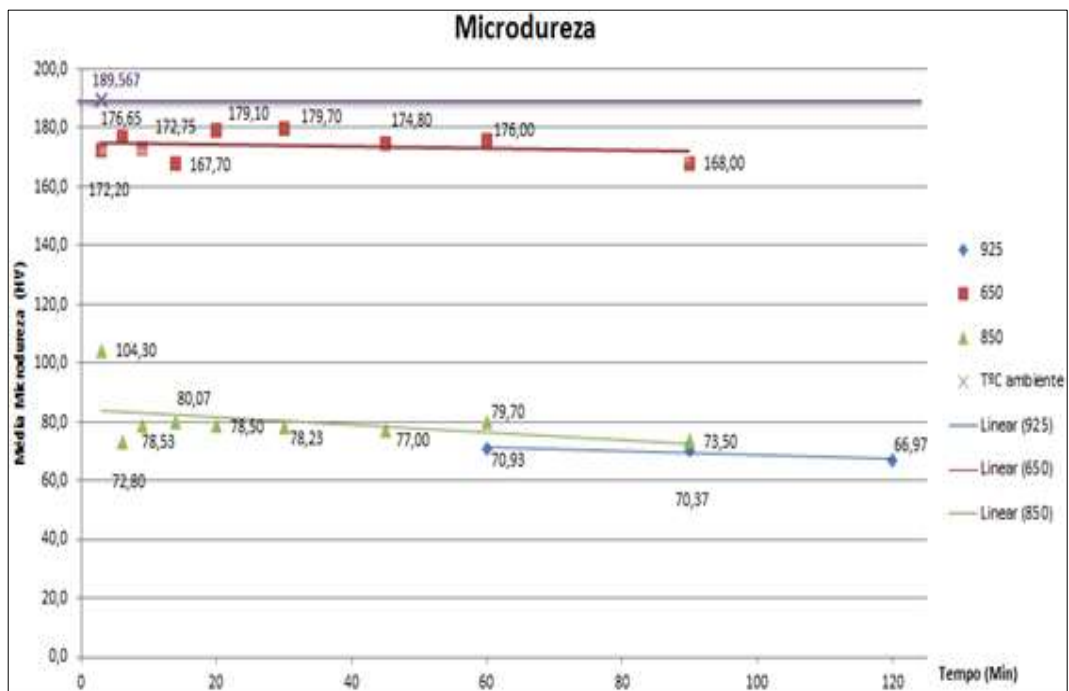
A Figura 51 mostra a relação das razões obtidas com o material encruado, e dessa forma é possível perceber que na direção L (direção da laminação) ele possui um comportamento diferente de S e de T, porém na Figura 52 é possível perceber que após o tratamento térmico de 825°C, o resultado muda (inversão de inclinação da reta) de forma semelhante para todos os tempos (de 3 a 90min).

Na Figura 53 é possível perceber que o material se comporta de forma semelhante, após o recozimento, na direção S e na L, porém na direção S é observada uma maior razão dos picos em comparação com a direção L.

Na Figura 54 é observado que a relação entre as alturas dos picos, sugere o início e o fim do processo de recristalização, ou seja, pode-se notar que a 850°C o processo de recristalização terminou por volta de 45min, e após esse tempo houve somente crescimento de grão, pois a curva estabilizou-se. É possível também perceber nesta mesma figura que após o começo do processo de recristalização, a relação entre a razão das alturas dos picos dos planos 211/200, permaneceu constante desde 3 minutos, mostrando que essa razão não se altera com a recristalização. Já para as razões 110 / 200 e 110 / 211, a relação diminuiu conforme a recristalização ocorre.

4.3 MICRODUREZA

Figura 55 – Variações dos valores de Microdureza em função das Temperaturas.



Fonte:

Tabela 2 – Microdureza antes do Recozimento.

Microdureza Antes do recozimento (HV)	Valores
	191,80
	184,00
	184,70
	197,10
	186,60
	193,20
Média	189,6
Desvio Padrão	5,3

Fonte: Autoria Própria

Tabela 3 – Microdureza em 650°C.

Microdureza 650°C		
Dureza (HV)	Tempo(min)	Média (HV)
169,30	90	168,00
166,70		
-		
173,00	60	176,00
179,00		
-		
177,00	45	174,80
172,60		
-		
178,20	30	179,70
181,20		
-		
183,00	20	179,10
175,20		
-		
165,50	14	167,70
169,90		
-		
173,50	9	172,75
172,00		
-		
175,60	6	176,65
177,70		
-		
181,60	3	172,20
168,60		
166,40		
Média	-	174,1
Desvio Padrão	-	4,3

Fonte: Autoria Própria.

Tabela 4 – Microdureza em 850°C.

Microdureza 850°C		
Dureza (HV)	Tempo(min)	Média (HV)
74,10	90	73,50
71,30		
75,10		
79,00	60	79,70
81,60		
78,50		
77,90	45	77,00
77,10		
76,00		
74,50	30	78,23
80,70		
79,50		
84,80	20	78,50
75,00		
75,70		
78,70	14	80,07
79,90		
81,60		
76,30	9	78,53
80,20		
79,10		
73,10	6	72,80
72,30		
73,00		
102,20	3	104,30
102,30		
108,40		
Média	-	80,29
Desvio Padrão	-	9,4

Fonte: Autoria Própria.

Tabela 5 – Microdureza em 925°C.

Microdureza 925°C		
Dureza (HV)	Tempo(min)	Média (HV)
70,60	60	70,93
70,30		
71,90		
74,30	90	70,37
69,00		
67,80		
67,40	120	66,97
63,30		
70,20		
Média	-	69,42
Desvio Padrão	-	2,15

Fonte: Autoria Própria.

Os valores encontrados para a amostra encruada, de acordo com a tabela 2 mostra um valor de $189,6 \pm 5,3$ HV de dureza, o que é relativamente alto visto a condição que ela se encontra. Já tabela 3 mostra uma queda relativa com relação ao material encruado, porém os valores não são significativos ($174,1 \pm 4,3$ HV), visto que o material não iniciou o processo de recristalização como mostrado no DRX. Na Tabela 4 e na Tabela 5 já é possível perceber a queda da dureza, devido ao processo de recristalização, onde há a diminuição da dureza e aumento da ductilidade.

5. CONCLUSÃO

O aço IF estudado, de maneira geral, evoluiu micro estruturalmente como visto em outras bibliografias: estrutura alongada após a laminação a frio e formação de grãos após o recozimento. Aparentemente, a variação no tamanho de grão não influenciou significativamente as propriedades do aço em 850°C e 925°C, porém os tamanhos dos grãos na segunda temperatura foram ligeiramente maiores que na primeira, o que pode ser estudado futuramente. Os valores de dureza obtidos após o recozimento atenderam ao esperado, ou seja, uma diminuição da dureza após o aumento das temperaturas.

Através do método de Difração de Raios-X foi possível identificar os picos de ferrita (α) e foi possível estimar, as orientações formadas (iguais antes e após o recozimento) e identificar como os valores dos picos mostram que o a direção do material que sofre a laminação a frio (direção L), tem um comportamento diferente das outras direções (S e L) nas mesmas condições, e após o recozimento a direção da laminação inverte seu comportamento, de forma que se torna similar as outras direções nas mesmas condições de temperatura de recozimento.

Ainda analisando os gráficos obtidos pelo método de difração de Raios-X, é possível perceber que a razão das alturas dos picos na direção L, após o recozimento, tem comportamentos diferentes. No caso dos planos 211 / 200, a razão entre eles permaneceu constante desde 3 minutos de aquecimento, já para as razões 110 / 200 e 110 / 211, a relação diminuiu conforme a recristalização ocorreu, também é possível sugerir que o processo de recristalização terminou após 45min de aquecimento a 850°C, e a partir desse momento houve somente crescimento de grão.

6. TRABALHOS FUTUROS

Através deste trabalho outras vertentes surgiram e posso sugerir como assunto para trabalhos futuros com os seguintes temas: “Estudo da textura cristalográfica em função do ataque com o KLEMM nos aços IF”. De forma que este estudo complementaria os ensaios já realizados e seria possível identificar através da coloração do ataque as fases presentes no material em estudo, e também um “Estudo da textura cristalográfica utilizando a técnica de EBSD” o que iria fornecer outros resultados e assim permitir a comparação com os resultados neste trabalho.

REFERÊNCIAS

BHATTACHARYA, D.; GUPTA, I. Metallurgy of formable vacuum degassed interstitial free steels. In ____. **Metallurgy of Vacuum Degassed Steels**. Warrendale: Ed. R. Pradhan, 1990. p.43-72.

CALLISTER JÚNIOR, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC-Livros Técnicos e Científicos Editora, 2013. 817p..

ARMCO STEEL CORPORATION (Estados Unidos). ELIAS, J.A.; HOOK, R.E. **Vacuum-Degassed Low Carbon Steel and its Production Method**, U.S. n. 3.765.874, 1973. Disponível em: <<https://docs.google.com/viewer?url=patentimages.storage.googleapis.com/pdfs/US3765874.pdf>>. Acesso em: 11 nov. 2018.

HOILE, S. Processing and properties of mild interstitial free steels. **Journal Materials Science and Technology**. n.10. v.16, p. 1079-1093, 2000. Disponível em : <<https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1179/026708300101506902>>. Acesso em: 11 nov. 2018

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de análise instrumental**. 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2009. 1055 p.

JONAS, J.J.; RAY, K.R.; HOOK, R.E. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. **Journal International Materials Reviews**. n.4. v.39, p. 129-172, 1994. Disponível em : <<https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1179/imr.1994.39.4.129>>. Acesso em: 12 nov. 2018.

MORAES, A. L. D.; CARVALHO, F. A. D. **Análise da microestrutura e das propriedades mecânicas do aço IF - Nb/Ti**. 2016. 48f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia Mecânica) – Departamento de Educação Superior do CEFET/RJ, Rio de Janeiro, 2016.

PRADHAN, R. Cold-rolled interstitial-free steels: a discussion of some metallurgical topics. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALLURGY OF IF STEELS, Tokyo, 1996. **Proceedings...** Tokyo: ISIJ INTERNATIONAL, 1996. p.165-177.

PRINCIPLE Components of an EBSD. Disponível em: <<http://www.ebsd.com/ebsd-explained/principle-components-of-an-ebsd-system>>. Acesso em: 12 nov. 2018.

RANA, R. et al. Mechanism of annealing in interstitial free steels. **Transactions of The Indian Institute of Metals**, Índia. v. 59, p. 491-496, 2006.

RUIZ-APARICIO, L.J.; GARCIA C.I.; DEARDO, A.J. Development of {111} transformation texture in interstitial-free steels. **Journal Metallurgical and Materials Transactions A**, California, v. 32, p. 2325-2334, 2001.

SILVA, A. L. V. D. C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2006. 646 p.

VANDER VOORT, G. V. **Metallography: principle and practice**. New York: McGraw-Hill Book. Co., 1984. 773 p.

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **microscopia eletrônica de varredura** : materiais poliméricos, metálicos e semi-condutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60 p. Disponível em: <<http://www.pucrs.br/edipucrs/online/microscopia.pdf>>. Acesso em: 09 nov. 2018.

DIAS, F. M. D. S. et al. Textura e Comportamento mecânico de aços IF estabilizados ao Ti e Nb-Ti. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**. São Paulo, v. 9, n. 4, p. 294-301, 2012.

FIETO, B. M. **Evolução da microestrutura e das propriedades mecânicas de aços IF tratados termomecanicamente**. 2013. 74f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

FORGAS JUNIOR, A. **Transformação de ferrita em austenita induzida por deformação plástica no aço inoxidável dúplex UNS S31803**. 2016. 134f. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica. São José dos Campos, 2016.

MORALES, L. F. G.; HINRICHS, R.; FERNANDES, L. A. D. A técnica de difração de elétrons-retroespalhados (EBSD) em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e sua aplicação no estudo de rochas deformadas. **Revista Pesquisas em Geociências** , Porto Alegre, 09 jul. 2007. p. 19-34. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/22633>>. Acesso em: 06 nov. 2018.

OGATA, P. H. **Caracterização microestrutural do aço para tubo api 5l-x65 em diferentes regiões da chapa como laminada e após austenitização e resfriamento sob diversas taxas de resfriamento**. 2009. 105f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

PEREIRA, M. D. S. **Influência do processo termomecânico na estrutura e nas propriedades mecânicas de um aço ultra-baixo carbono livre de intersticiais**. 1998. 188f. Tese (Tese em Engenharia Mecânica) – Universidade de Campinas, Campinas, 1998.

PINTO, F. C. **Caracterização mecânica e microestrutural do aço api 51 - x65 soldado por feixe de elétrons**. 2011. 119f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, Lorena, 2011.

SAMPAIO, P.T. **Modelagem térmica de um forno panela utilizando redes neurais artificiais**. 2006. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

SARDINHA, N. D. A. **Comparação da textura e propriedades mecânicas de um aço IF para estampagem resultante da laminação convencional e assimétrica**. 2012. 103f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2012.

SCHEID, A. **Curso básico de aços**. Curitiba, 2010. Disponível em: <<http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM343/A%C7OS.pdf>>. Acesso em: 05 nov. 2018.

VASCONCELOS, C. M. G. **Influência do tratamento térmico de alívio de tensões na microestrutura e dureza de um aço alta liga de elevada tenacidade**. 2017. 98f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.