

UNESP

FACULDADE DE ENGENHARIA DE GUARATINGUETÁ

ESTUDO DOS MICROMECHANISMOS DE DEFORMAÇÃO (IN SITU), POR
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO, DE UM AÇO ULTRA
BAIXO CARBONO COM BAIXOS NÍVEIS DE INTERSTICIAIS
ESTABILIZADO AO TITÂNIO

GUARATINGUETÁ - SP

1999



1110000417



***"Estudo dos Micromecanismos de
Deformação (IN SITU), por
Microscopia Eletrônica de
Transmissão, de um Aço Ultra
Baixo Carbono com Baixos Níveis
de Intersticiais Estabilizado ao
Titânio"***

JEFERSON FIRMINO DAS CHAGAS

108

FACULDADE DE ENGENHARIA
DE GUARATINGUETÁ
BIBLIOTECA

**CARO LEITOR NÃO
RISQUE O LIVRO**

**ESTUDO DOS MICROMECHANISMOS DE DEFORMAÇÃO (IN SITU), POR
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO, DE UM AÇO ULTRA
BAIXO CARBONO COM BAIXOS NÍVEIS DE INTERSTICIAIS**

ESTABILIZADO AO TITÂNIO

JEFERSON FIRMINO DAS CHAGAS

Tese apresentada à Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá da
Universidade Estadual Paulista,
para a obtenção do título de
Doutor em Engenharia
Mecânica, sub-área: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto

Co-orientador: Prof. Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

Guaratinguetá-SP

1999

417

FACULDADE DE ENGENHARIA
DE GUARATINGUETÁ
BIBLIOTECA

417

CARO LEITOR NÃO
RISQUE O LIVRO

ESTUDO DOS MICROMEKANISMOS DE DEFORMAÇÃO (IN SITU), POR
MICROSCÓPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO, DE UM AÇO ULTRA
BAIXO CARBONO COM BAIXOS NÍVEIS DE INTERSTICIAIS
ESTABILIZADO AO TITÂNIO

JEFERSON FIRMINO DAS CHAGAS

Tese apresentada à Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá da
Universidade Estadual Paulista,
Guaratinguetá, 1999.

Engenharia em
Materiais Chagas, Jeferson Firmino

C433e Estudos dos Micromecanismos de Deformação (In Situ),
por Microscopia Eletrônica de Transmissão, de um Aço Ultrabaixo
Carbono com Baixos Níveis de Intersticiais Estabilizados ao Titânio –
Guaratinguetá, 1999.
129f.: il.; 30cm

Orientador Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto
Bibliografia: f. 113-129
Inclui Apêndice
Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 1999.

Orientador: Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto
Co-orientador: Prof. Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

1. Aço IF-Ti, Deformação "In Situ" I. Título

CDU 620.172.21

T620.172.21 (043)
e435e

DE GUARATINGUETÁ
BIBLIOTECA

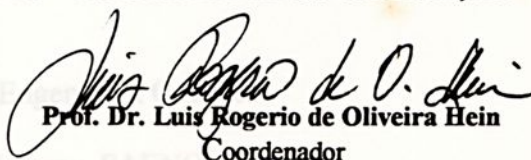
“ESTUDO DOS MICROMECHANISMOS DE DEFORMAÇÃO (IN SITU), POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO, DE UM AÇO ULTRA BAIXO CARBONO COM BAIXOS NÍVEIS DE INTERSTICIAIS ESTABILIZADO AO TITÂNIO ”

JEFERSON FIRMINO DAS CHAGAS

**ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

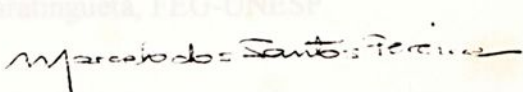
**ESPECIALIDADE: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS**

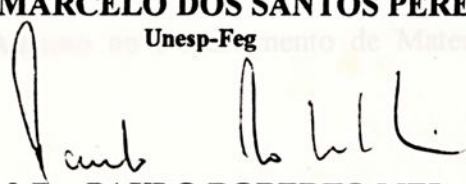
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. TOMAZ MANABU HASHIMOTO
Orientador / Unesp-Feg


Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA
Unesp-Feg


Prof. Dr. PAULO ROBERTO MEI
UNICAMP


Prof. Dr. CARLOS DE MOURA NETO
ITA/CTA


Prof. Dr. ARNALDO HOMOBONO PAES DE ANDRADE
IPEN/SP

Agosto 1999

DADOS CURRICULARES

JEFERSON FIRMINO DAS CHAGAS

- NASCIMENTO: 10.03.68
- FILIAÇÃO: Sebastião Firmino das Chagas e Benedita de Jesus Chagas
- 1987/1992 - Curso de Graduação em Engenharia Química.
Faculdade de Engenharia Química de Lorena, FAENQUIL.
- 1993/1996 - Curso de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, sub-área de
Materiais e Tecnologia, nível de mestrado.
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG-UNESP.
- 1997 - Professor Colaborador Adjunto no Departamento de Matemática e
Física.
Universidade de Taubaté, UNITAU
- 1998 Coordenador do laboratório de Química
Universidade de Taubaté, UNITAU.

- 1996/1999 - Curso de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, sub-área Materiais e Tecnologia, nível de Doutorado.

Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG-UNESP

DEDICATÓRIA:

À minha esposa, Ivone Aparecida Piccini das Chagas, aos meus pais, Sebastião Firmino das Chagas e Benedita de Jesus Chagas e ao meu irmão Everton Firmino das Chagas.

A memória de Joaquim Firmino das Chagas, meu avô paterno.



AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer a Deus, que me deu saúde e sabedoria para o desenvolvimento deste trabalho. A Ele, toda honra e toda glória.

Aos Professores Doutores Tomaz Manabu Hashimoto e Waldemar Alfredo Monteiro, meus orientadores.

Ao Professor Doutor Luis Rogério de Oliveira Hein e ao Doutorando Antônio Jorge Abdalla, pela amizade e apoio.

Aos meus irmãos na fé, Mario Aparecido Germano, que auxiliou na confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de tração *in situ* e Thiago Teixeira, o apoio nas filmagens dos ensaios de tração *in situ*.

Aos amigos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, em Guaratinguetá, que muito me incentivaram durante a realização da

DEDICATÓRIA:

Aos pesquisadores e técnicos do IPEN, em São Paulo,
À minha esposa, Ivanice Aparecida Piccini das Chagas, aos meus pais, Sebastião Firmino das Chagas e Benedita de Jesus Chagas e ao meu irmão Everton Firmino das Chagas.

À memória de Joaquim Firmino das Chagas, meu avô paterno

Ao professor João Batista de Lima e à professora Terezinha Maria Portella, o auxílio gramatical e ortográfico das línguas portuguesa e inglesa.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer a Deus, que me deu saúde e sabedoria para o desenvolvimento deste trabalho. A Ele, toda honra e toda glória.

Aos Professores Doutores Tomaz Manabu Hashimoto e Waldemar Alfredo Monteiro, meus orientadores.

Ao Professor Doutor Luis Rogério de Oliveira Hein e ao Doutorando Antônio Jorge Abdalla, pela amizade e apoio.

Aos meus irmãos na fé, Mario Aparecido Germano, que auxiliou na confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de tração *in situ* e Thiago Teixeira, o apoio nas filmagens dos ensaios de tração *in situ*.

Aos amigos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, em Guaratinguetá, que muito me incentivaram durante a realização da tese.

Aos pesquisadores e técnicos do IPEN, em São Paulo, Departamento de Materiais, o apoio na revelação de fotos e também no uso do microscópio eletrônico de transmissão.

Aos pesquisadores e técnicos do DEMAR-FAENQUIL, em Lorena, o apoio na realização de alguns ensaios mecânicos.

Ao professor João Batista de Lima e à professora Teresinha Maria Portella, o auxílio gramatical e ortográfico das línguas portuguesa e inglesa



À empresa alemã Thyssen Stahl, que forneceu o material para a tese e as condições de processamento termomecânico do aço IF.

À CAPES , a concessão de bolsa de estudo durante a primeira etapa da tese.

Ao CTA-AMR, em São José dos Campos, e seus técnicos, o uso do microscópio eletrônico de varredura.

À UNITAU, em Taubaté, principalmente à Pró-Reitoria de Pós-Graduação, a concessão de bolsa de estudo na segunda etapa da tese.

Enfim, a todos que colaboraram direta ou indiretamente nesta tese. Deus abençoe a todos.

1.1 Aspectos gerais	26
1.2 Objetivos e justificativa	27
2.1 Introdução	29
2.2 Aços IF estabilizados ao titânio	31
2.3 Efeito do carbono e do nitrogênio nas propriedades mecânicas dos aços IF-Ti	36
2.4 Mecanismo de deformação	42
2.4.1 Mecanismo de deformação em sistemas c.c.c	42
2.4.2 Deformação na fase ferrita de aços baixo carbono e ultrabaixo carbono	47
2.4.3 Aspectos gerais dos experimentos <i>in situ</i>	49
2.4.4 Microdeformação <i>in situ</i> em metais com alta ductilidade	53
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	62
3.1 Avaliação química do material	62
3.2 Dados do processamento termomecânico do aço IF-Ti	63

SUMÁRIO

1.INTRODUÇÃO	26
1.1.Aspectos gerais	26
1.2.Objetivos e justificativa	27
2.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	29
2.1. Introdução.....	29
2.2. Aços IF estabilizados ao titânio	31
2.3. Efeito do carbono e do nitrogênio nas propriedades mecânicas dos aços IF-Ti	36
2.4. Mecanismo de deformação.....	42
2.4.1.Mecanismo de deformação em sistemas c.c.c	42
2.4.2. Deformação na fase ferrita de aços baixo carbono e ultrabaixo carbono.....	47
2.4.3. Aspectos gerais dos experimentos <i>in situ</i>	49
2.4.4. Microdeformação <i>in situ</i> em metais com alta ductilidade ..	53
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	62
3.1. Avaliação química do material.....	62
3.2. Dados do processamento termomecânico do aço IF-Ti.....	63



3.3. Ensaios mecânicos.....	64
3.3.1. Ensaios de tração monotônica.....	64
3.3.2. Ensaios para a determinação do coeficiente de anisotropia.....	66
3.3.3. Ensaios de embutimento.....	67
3.4. Microscopia óptica.....	67
3.5. Microscopia eletrônica de varredura.....	68
3.6. Microscopia eletrônica de transmissão.....	69
3.7. Ensaio de tração <i>in situ</i> em MET.....	70
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	72
4.1. Propriedades mecânicas do aço IF.....	72
4.1.1. Propriedades monotônicas.....	72
4.1.2. Determinação dos coeficientes de anisotropia médio e planar.....	73
4.1.3. Índice de embutimento.....	74
4.2. Microscopia óptica.....	74
4.3. Microscopia eletrônica de varredura.....	79
4.4. Mecanismo de deformação do aço IF.....	82
4.5. Micromecanismo de deformação <i>in situ</i> em MET.....	89

4.5.1. Micromecanismo de deformação no aço IF-Ti antes da nucleação de microtrincas.....	89
4.5.2. Nucleação e propagação de trincas no aço IF-Ti por tração <i>in situ</i>	98
4.6. Considerações finais.....	109
5. CONCLUSÕES.....	110
6. SUGESTÕES PARA NOVOS TRABALHOS.....	112
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	113

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Classificação das chapas de aço utilizadas nas operações de estampagem em função do alongamento e do valor médio de anisotropia.....	30
Figura 2 -	Efeito do excesso de titânio no coeficiente médio de anisotropia médio de um aço IF-Ti.	33
Figura 3 -	Efeito da quantidade de titânio no alongamento de um aço IF-Ti (20-30 ppm-p C).....	34
Figura 4 -	Efeito da quantidade de titânio sobre os valores de coeficiente médio de anisotropia de um aço IF-Ti (20-30 ppm- p C).....	34
Figura 5 -	Efeito do teor de carbono nos valores do coeficiente de encruamento de um aço IF-Ti.....	37
Figura 6 -	Efeito do teor de carbono nos valores médios de anisotropia de um aço IF-Ti.....	38
Figura 7 -	Efeito do teor de carbono no limite de escoamento de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb.....	38
Figura 8 -	Efeito do teor de carbono no limite de resistência à tração de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb.....	39
Figura 9 -	Efeito do teor de carbono no alongamento total dos aços IF-	

Figura 20 -	Ti e IF-Ti+Nb.....	39
Figura 10 -	Efeito do teor de carbono nos valores do coeficiente de encruamento de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb.....	40
Figura 11 -	Relação entre o limite de escoamento e o tamanho de grão ferrítico para aços IF-Ti e Ti+Nb.....	41
Figura 12 -	Relação entre os valores médios de anisotropia e o tamanho de grão para aços IF-Ti e Ti+Nb.....	41
Figura 13 -	Deslizamento sobre planos (110) que se cortam.....	46
Figura 14 -	Geometria do deslizamento e orientação das discordâncias em corpos de prova com espessura fina sob tensão de tração.....	56
Figura 15 -	Esquema de três modos de deformação na ponta da trinca....	57
Figura 16 -	Arredondamento da trinca por emissão de discordâncias sobre um plano inclinado e nucleação de uma trinca aguda à frente da trinca.....	60
Figura 17 -	Representação esquemática dos corpos de prova utilizados em ensaios de tração e determinação do coeficiente de anisotropia. Norma ASTM E 8M - 89b.....	65
Figura 18 -	Corpo de prova utilizado para ensaio de tração <i>in situ</i> em microscópio eletrônico de transmissão.....	70
Figura 19 -	Estágio para realização dos ensaios de deformação <i>in situ</i> em microscópio eletrônico de transmissão.....	71

Figura 20 - Microestrutura (MO) do aço IF-Ti na condição como recebido, no sentido longitudinal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Os grãos equiaxiais apresentaram diâmetro médio de 22,5µm.....	75
Figura 21 - Microestutura (MO) do aço IF-Ti na condição como recebido, no sentido diagonal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Os grãos equiaxiais apresentaram diâmetro médio de 22,5µm.....	76
Figura 22 - Microestrutura (MO) do aço IF-Ti na condição como recebido, no sentido transversal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Os grãos apresentaram ligeiro alongamento.....	77
Figura 23 - Micrografia (MO) do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região de dobramento do copo embutido. Nota-se pouco alongamento gerado por tensões de tração e compressão.....	78
Figura 24 - Micrografia (MO) do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região da parede do copo embutido. Nota-se acentuado alongamento gerado principalmente por tensões de tração.	78
Figura 25 - Micrografia (MO) do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região do fundo do copo estampado. Nota-se ligeiro alongamento na face externa do fundo do	

copo formado.....	79
Figura 26 - Fractografia do aço IF-Ti mostrando a superfície fibrosa e fosca da fratura.....	80
Figura 27 - Fractografia do aço IF-Ti detalhando a região central apresentada pela Fig. 26. Observa-se a fina região de estricção com a presença de microcavidades.....	81
Figura 28 - Fractografia do aço IF-Ti mostrando a superfície lateral da superfície de fratura do corpo de prova fraturado durante ensaio de tração <i>in situ</i> . Nota-se a presença de bandas de deformação próximas à superfície de fratura.....	82
Figura 29 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti deformado a 2% e apresentando bandas de deslizamento.....	83
Figura 30 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti nas mesmas condições da Figura 29, porém com maior ampliação. Notam-se, com maior detalhe, as bandas de escorregamento.	84
Figura 31 - Padrão de difração, apresentando o plano de observação (110).....	84
Figura 32 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a formação de células de discordâncias com 10% de deformação.....	85
Figura 33 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a formação de células de discordâncias com 18% de	

deformação.....	86
Figura 34 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti estampado mostrando a resposta de forças de compressão na aba do copo formado.....	87
Figura 35 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti estampado, mostrando a estrutura de discordâncias formada na lateral do copo estampado. Estrutura celular distribuída regularmente na lateral do copo.....	88
Figura 36 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a região do fundo do copo estampado. Estrutura celular de discordâncias com paredes grosseiras.....	89
Figura 37 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a microestrutura inicial do aço.....	90
Figura 38 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando os precipitados (pontos pretos na matriz).....	90
Figura 39 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti apresentando discordâncias geradas pelo processamento termomecânico e provavelmente durante a confecção do corpo-de-prova.....	91
Figura 40 - Padrão de difração para o aço IF-Ti com plano de observação (111).....	92
Figura 41 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando	

interação entre os precipitados e as discordâncias e entre as discordâncias.....	93
Figura 42 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a homogeneidade dos emaranhados de discordâncias na matriz ferrítica e no início da deformação <i>in situ</i>	93
Figura 43 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando o início da formação do arranjo celular de discordâncias com paredes definidas.....	94
Figura 44 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando um pequeno acréscimo no número de células de discordâncias com paredes mais finas.....	95
Figura 45 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti apresentando o aspecto do furo central do corpo-de-prova para ensaio de tração <i>in situ</i> em aço IF-Ti.....	96
Figura 46 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a nucleação de uma trinca em vazio gerado pela queda de um precipitado.....	97
Figura 47 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a nucleação de uma trinca numa região ao redor do furo central.....	98
Figura 48 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando o	

Figura 48 -	início de propagação de uma trinca aguda que cisalhou um precipitado e a zona plástica à frente da ponta da trinca.....	98
Figura 49 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando as linhas de deslizamento na lateral da trinca.....	100
Figura 50 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando planos de deslizamento inclinados em relação à ponta da trinca.....	100
Figura 51 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a trinca propagando-se em alguns planos que foram ativados...	101
Figura 52 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando efervescência de discordâncias na zona plástica formada à frente da ponta da trinca.....	102
Figura 53 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando o interior da zona plástica apresentada na Fig. 52.....	102
Figura 54 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a ponta da trinca em região espessa do corpo de prova com a emissão das discordâncias gerando “efervescência”.....	103
Figura 55 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a ponta da trinca arredondada em região espessa do corpo de prova.....	105

Figura 56 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a sequência de propagação da trinca na região espessa do corpo de prova. Observa-se que, com o avanço da deformação, conforme as Fig. de “a” a “f”, ocorre a propagação em zigue-zague da trinca, sendo que à frente da trinca ocorre a formação de microvazios que coalescem entre si para posterior coalescimento com a trinca pré-existente.....	106
Figura 57 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando, com maior ampliação, o coalescimento de microvazios à frente da trinca.....	107
Figura 58 -	Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando o rompimento do corpo de prova. Observam-se as laterais da trinca com formato em zigue-zague.....	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Espessuras críticas para os corpos de prova para vários processos <i>in situ</i>	51
Tabela 2 - Soluções práticas para possíveis problemas afetando a validade dos experimentos de tração <i>in situ</i>	52
Tabela 3 - Composição química do aço IF-Ti.....	63
Tabela 4 - Processamento termomecânico do aço IF-Ti.....	63
Tabela 5 - Propriedades mecânicas no ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia.....	72
Tabela 6 - Resultados obtidos no ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia.....	73

CSN..... Companhia Siderúrgica Nacional;

r Coeficiente de anisotropia;

r_l Valor de r na direção longitudinal;

r_d Valor de r na direção diagonal;

r_{tr} Valor de r na direção transversal;

r_m Coeficiente médio de anisotropia;

r_p Coeficiente de anisotropia planar;

QC..... Qualidade comercial;

QEP..... Qualidade em estampagem profunda;

QEEP..... Qualidade em estampagem extraprofunda;

LISTA DE ABREVIATURAS

Aço IF	Aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais;
Aço IF-Ti.....	Aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais.
Aço IF-Nb.....	Estabilizado ao titânio;
Aço IF-Nb+Ti.....	Aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais estabilizado ao nióbio;
Aço IF-Nb+Ti.....	Aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais estabilizado ao titânio e nióbio;
MO.....	Microscópio óptico;
MEV.....	Microscópio eletrônico de varredura;
MET.....	Microscópio eletrônico de transmissão;
CSN.....	Companhia Siderúrgica Nacional;
r	Coefficiente de anisotropia;
r_0°	Valor de r na direção longitudinal;
r_{45°	Valor de r na direção diagonal;
r_{90°	Valor de r na direção transversal;
r_m	Coefficiente médio de anisotropia;
Δr	Coefficiente de anisotropia planar;
QC.....	Qualidade comercial;
QEP.....	Qualidade em estampagem profunda;
QEEP.....	Qualidade em estampagem extraprofunda;

QESEP.....	Qualidade em estampagem superextraprofunda;
TiN.....	nitreto de titânio;
NbC.....	Carboneto de nióbio;
AlN.....	Nitreto de alumínio;
MnS.....	Sulfeto de manganês II;
C, N, S.....	Carbono, nitrogênio e enxofre, respectivamente;
ppm-p.....	partes por milhão em peso;
ccc.....	Cúbica de corpo centrado;
cfc.....	Cúbica de face centrada;
μm	Micrometro;
kV.....	Quilovolt;
σ	Tensão;
V.....	Volt;
mA.....	Miliampére;
kN.....	Quilonewton;
Al.....	Alongamento;
kgf.....	Kilograma-força;
EDS.....	“Electron dispersive scanning”;
MPa.....	Megapascal;
DFZ.....	“Dislocation Free Zone”

CHAGAS, Jeferson Firmino. **Estudo dos Micromecanismos de Deformação (*in situ*), por Microscopia Eletrônica de Transmissão, de um Aço ultrabaixo com Baixos Níveis de Intersticiais, Estabilizado ao Titânio.** Guaratinguetá, 1999. 129p. Dissertação (Doutorado em Engenharia Mecânica, sub-área de Materiais) - Faculdade de Engenharia, *Campus* de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho".

RESUMO

Neste trabalho investigam-se os mecanismos e micromecanismos de deformação de um aço ultrabaixo carbono, com baixos níveis de intersticiais, estabilizado ao titânio (Aço IF-Ti).

Em microscópio eletrônico de transmissão (MET), observa-se inicialmente, em corpo-de-prova compactos, ensaiados por tração, que a deformação é homogênea com as discordâncias de aspecto planar. Com o aumento da deformação observa-se a formação de células de discordâncias com tamanhos semelhantes, distribuídas regularmente na matriz ferrítica e com bandas de deslizamentos finas e pouco espaçadas. No mesmo microscópio, porém com estágio especial para ensaio de tração, ou seja, tração *in situ*, estuda-se o micromecanismo de deformação, a nucleação de trincas e a propagação de trincas em regiões finas e espessas do corpo-de-prova. O corpo-de-prova utilizado apresenta perfuração central.

Constata-se que a nucleação ocorre preferencialmente nas regiões finas do corpo de prova, ou seja, ao redor do furo central. A propagação da trinca aguda, em regiões finas, é transgranular pela emissão de discordâncias da ponta da trinca. Essa emissão de discordâncias é a responsável pela formação da zona plástica. Nesta região é encontrado o modo III de deformação. Observa-se também a mudança no modo de abertura da trinca de modo III para modo I à medida que a propagação da trinca em zigue-zague caminha para regiões mais espessas do corpo de prova. O zigue-zague ocorre devido à ativação de dois sistemas de deslizamentos. Em regiões espessas do corpo-de-prova, a trinca propaga-se também pela emissão de discordâncias da ponta da trinca, porém por arredondamento da mesma seguido da nucleação de microvazios à sua frente, com posterior coalescimento entre os microvazios e a trinca pré-existente. Após arredondamento, a trinca não se propaga até o afinamento da região à frente da ponta da trinca. Durante a propagação não ocorre a formação de zona livre de discordância dentro da zona plástica.

Palavras-Chaves: aço IF-Ti, estampagem profunda, deformação *in situ*, fratura dúctil, discordâncias, nucleação de trinca, ponta da trinca, propagação em zigue-zague.

CHAGAS, Jeferson Firmino. **Study of Deformation Micromechanisms (in situ) by Transmission Electron Microscopy of Ultra-low Interstitial Free Carbon Steel Ti-added.** Guaratinguetá, 1999. 129p. Dissertação (Doutorado em Engenharia Mecânica, sub-área de Materiais) - Faculdade de Engenharia, *Campus* de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho".

ABSTRACT

In this work are analysed the mechanical properties, deformation mechanism and deformation micromechanism of Ti - added IF steel.

Using transmission electron microscopy, in compact tensile specimen, the uniform deformation is used. In the beginning of deformation a linear arrangement of dislocation, with fine and linear slip bands is observed. After that, with increasing of loading, the origin of dislocation cell is observed. The dislocation cell distribution in the ferrite matrix is used for special stage for in situ straining test.

The thin foils specimen were eletropolished until central perforation. In the beginning of deformation is observed sharpened crack nucleation in the thinner region, i.e, near central perforation. After a little deformation is observed dislocation emission from the crack tip with the propagation crack in zig-zag from thinner to thicker regions. The zig-zag is explained because two inclined slip planes are activated ahead of crack tip during the propagation. By contrast, it is observed the plastic zone formed by dislocation emission from the crack tip.

The crack propagation by an opening mode III is constacted in thinner region, but the crack opening mode changed from mode III to I, as long as the crack reached crack tip without crack propagation. After that, microvoids, are formed ahead of blunted crack tip. The blunted crack tip changes to sharpened crack tip and the propagation occurs by rupture of ligament between microvoids and sharpened crack tip, nucleated inside the plastic zone. During the propagation dislocation free zone inside the plastic zone is not observed.

Keywords: Ti- added IF steel, deep drawing, *in situ* deformation, ductile fracture, dislocations, crack nucleation, crack tip, zig-zag propagation,

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 - Aspectos Gerais

Nos últimos anos, ocorreram grandes avanços no desenvolvimento da tecnologia de fabricação de aços, correlacionando sempre aspectos microestruturais com as propriedades mecânicas.

O carbono era utilizado como principal elemento de liga visando um maior aumento na resistência à tração. No entanto, muitas falhas mecânicas ocorreram, visto que, com o aumento no teor de carbono, ocorreram diminuições significativas na tenacidade e soldabilidade dos aços. Com isso, houve uma redução no teor de carbono e um maior controle no tamanho de grãos dos aços, juntamente com a adição de elementos capturadores de carbono e nitrogênio. Com essas alterações, os aços de baixo carbono passaram a apresentar melhores propriedades mecânicas como ductilidade, tenacidade e resistência mecânica¹.

A manufatura dos aços ultrabaixo carbono só foi possível graças ao avanço tecnológico dos processos de degaseificação a vácuo. A purificação por degaseificação oxidativa aumentou a qualidade dos produtos siderúrgicos².

Os aços ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais (aços IF) foram inicialmente produzidos há quase três décadas. O objetivo desta produção foi o de fornecer chapas com maior conformabilidade, comparado aos aços baixo carbono e ultrabaixo carbono. O primeiro aço ultrabaixo carbono com

baixos níveis de intersticiais foi produzido utilizando o titânio como estabilizante. Esse aço apresentava cerca de 100ppm-p (partes por milhão, em peso) de carbono. Em seguida, foram produzidos aços ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais estabilizado ao nióbio e também estabilizados ao nióbio e ao titânio^{3,4}.

A produção de aços com teores de carbono e nitrogênio inferiores a 50 ppm-p possibilitou o aperfeiçoamento dos aços IF. Essa diminuição possibilitou a obtenção de produtos com excelente conformabilidade e estampabilidade. Grande parte desses produtos é utilizada na indústria automobilística⁵.

Nos últimos anos, a produção dos aços IF apresentou um grande crescimento. Empresas como a Nippon Steel, no Japão, Thyssen Stahl, na Alemanha, e empresas americanas e coreanas estão fornecendo grandes quantidades de aços IF, principalmente para as indústrias automobilísticas. A USIMINAS e a Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) também estão investindo na tecnologia de produção de aços IF. Sabe-se que alguns automóveis confeccionados no Brasil apresentam suas portas fabricadas com uma classe de aço IF⁶.

1.2 - Objetivo e Justificativa

Os aços IF apresentam grande aplicabilidade em processos de difícil conformação. Portanto, o presente trabalho teve como objetivos estudar os

mecanismos e micromecanismos de deformação de um aço IF estabilizado ao titânio, visando a investigação da alta conformabilidade dessa classe de aços, assim como o estudo da nucleação e propagação de trincas. Alguns materiais dúcteis e monocristalinos já foram ensaiados por tração “*in situ*”, porém, poucas informações existem sobre materiais dúcteis policristalinos. Até a presente data, não se encontraram, para os aços IF, artigos publicados ou pesquisa em desenvolvimento que retratem o estudo da deformação, por tração *in situ*.

Pode-se estudar os mecanismos de deformação pelo método convencional, onde ensaios de tração e embutimento são realizados com posterior retirada de pedaços dos corpos-de-prova para avaliação microestrutural, ou avaliar os micromecanismos de deformação de forma dinâmica, ou seja, por ensaios de tração *in situ*, em microscópio eletrônico de transmissão (MET).

Os ensaios de tração *in situ* permitem observações contínuas das mudanças microestruturais no corpo-de-prova enquanto deformado por tração, dentro do MET. Na maioria dos casos, a deformação em materiais policristalinos é governada pela movimentação e multiplicação de discordâncias. Essa técnica também permite o estudo da nucleação e propagação de microtrincas na microestrutura. Todos esses modos de deformação são dinâmicos e suas observações são essenciais para entender a maneira como o material deforma microscopicamente⁷⁻⁹.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Introdução

Os aços ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais apresentam elementos intersticiais, como carbono e nitrogênio, com baixos teores, estabilizados por elementos microligantes, como nióbio e titânio. Com o titânio ocorre a formação de precipitados sob a forma de carbonetos e nitretos. O titânio remove os elementos intersticiais que estavam na solução sólida. Baixos valores de nitrogênio e carbono nos interstícios podem garantir uma textura favorável às operações de estampagem, ou seja, textura de recristalização $\{111\}$ ¹⁰⁻¹².

Degaseificados a vácuo e com um processamento termomecânico muito bem monitorado, os aços IF apresentam altos valores de coeficiente de encruamento, ductilidade e coeficiente médio de anisotropia (r_m). Por outro lado, apresentam menores valores no limite de escoamento e na resistência à tração. Devido ao fato de apresentarem altos valores de coeficiente médio de anisotropia, os aços IF podem ser empregados na confecção de peças difíceis de conformação^{13,14}.

Os aços IF pertencem a uma terceira geração de materiais utilizados em estampagem profunda, seguindo os aços efervescentes e os acalmados ao alumínio. Eles podem ser classificados de acordo com o alongamento e os valores de anisotropia médio. A Fig. 1 mostra a classificação

dos aços com qualidade comercial (QC), com qualidade em estampagem (QE), com qualidade em estampagem profunda (QEP), com qualidade em estampagem extraprofunda (QEEP) e qualidade para estampagem superextraprofunda (QESEP). O aumento nos níveis de alongamento e nos valores de anisotropia médio ou valores de Lankford, aumentam a capacidade de estampagem dos aços IF¹⁵.

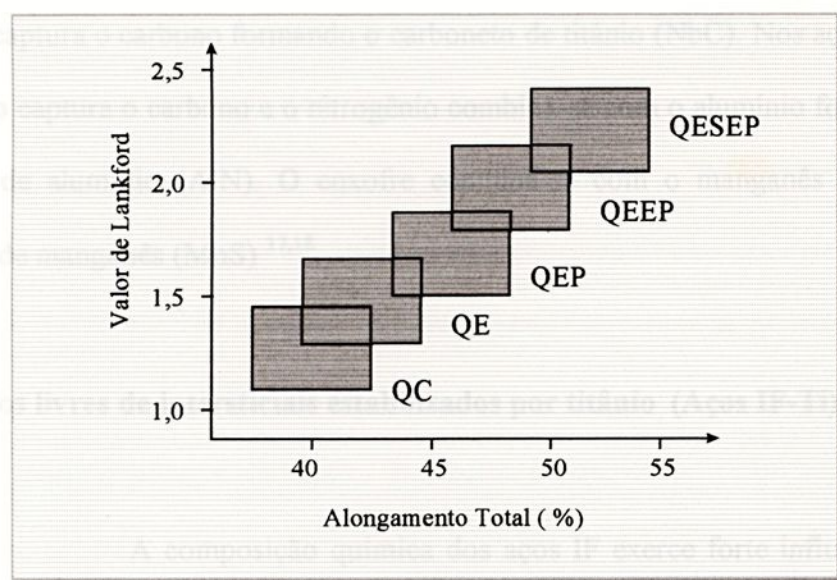


Figura 1- Classificação das chapas de aço utilizadas nas operações de estampagem em função do alongamento e do valor de anisotropia médio¹⁵.

Existem também os aços IF de alta resistência, aços endurecidos por solução sólida através da adição de fósforo e manganês, aços fosforizados e os aços IF endurecidos após pintura (bake hardening). Estes últimos têm a vantagem de elevar os valores de resistência à tração após a estampagem e pintura em altas temperaturas¹⁶.

Os aços IF também podem ser classificados quanto ao tipo de estabilizante utilizado para retirar o carbono e o nitrogênio dos interstícios: aços IF contendo nióbio (IF-Nb), aços IF contendo titânio (IF-Ti) e aços IF contendo titânio e nióbio (IF-Ti+Nb).

Nos aços IF-Ti, o titânio combina-se com o nitrogênio, enxofre e carbono, formando uma variedade de precipitados. Em aços IF-Ti+Nb, o titânio é adicionado para combinar com o nitrogênio e formar o nitreto de titânio. O nióbio captura o carbono formando o carboneto de titânio (NbC). Nos aços IF-Nb, o nióbio captura o carbono e o nitrogênio combina-se com o alumínio formando o nitreto de alumínio (AlN). O enxofre combina-se com o manganês formando sulfeto de manganês (MnS) ^{17,18}.

2.2- Aços livres de intersticiais estabilizados por titânio (Aços IF-Ti)

A composição química dos aços IF exerce forte influência nos parâmetros de conformabilidade, ductilidade e anisotropia. Um controle muito bem monitorado, em termos de composição química e processamento termomecânico, pode gerar um aço IF com alta ductilidade, altos valores de anisotropia média e excelente conformabilidade.

O titânio, adicionado nos aços IF, pode ser encontrado em quantidade estequiométrica ($Ti_{efetivo}$), para remover o carbono dos interstícios, ou pode estar em excesso.



$$Ti_{\text{efetivo}} = Ti_{\text{total}} - 3,42 N - 1,5 S \dots\dots\dots(1)$$

$$Ti_{\text{excesso}} = Ti_{\text{total}} - 4 C - 3,42 N - 1,5 S \dots\dots\dots(2)$$

Alguns pesquisadores enfatizam que altos valores de anisotropia são alcançados na adição de titânio em excesso, suficiente para interagir por completo com nitrogênio, carbono e enxofre ($Ti_{\text{excesso}} > 0$). A Fig 2 ilustra a influência da quantidade de titânio em excesso no coeficiente de anisotropia médio de um aço IF-Ti com teores de carbono entre 20 e 30 ppm-p. Maiores valores de titânio em excesso geraram maiores valores de coeficiente de anisotropia médio. Pode-se observar, ainda, que o aumento na temperatura de bobinamento do aço IF também elevou os valores de coeficiente anisotropia médio. Menores valores de temperatura de bobinamento são mais sensíveis às variações de titânio em excesso. Portanto, altas temperaturas de bobinamento reduzem a quantidade de excesso de titânio necessária para produzir altos valores de ductilidade e anisotropia médio. É preciso encontrar um valor adequado de titânio em excesso, visto que altos valores podem gerar defeitos superficiais em chapas de aços IF-Ti¹⁷.

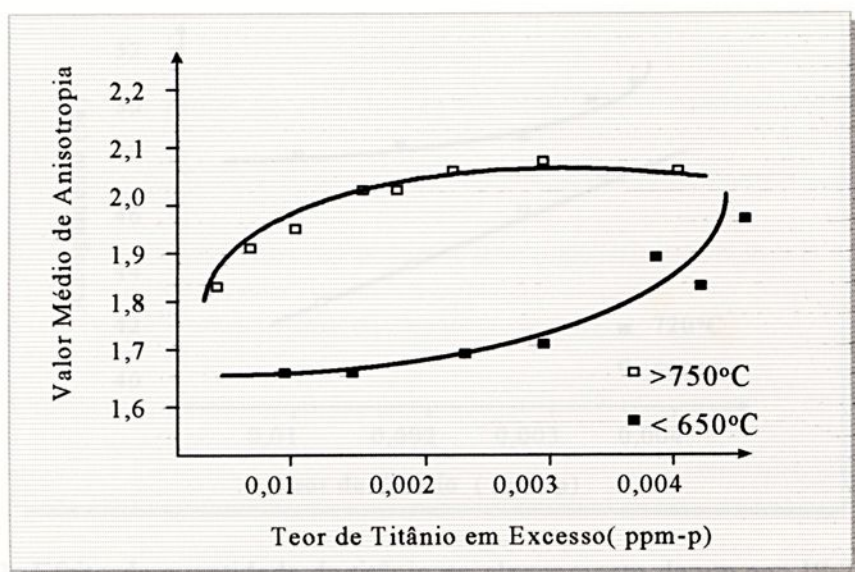


Figura 2 - Efeito do excesso de titânio no coeficiente médio de anisotropia de um aço IF-Ti¹⁷.

O aumento na quantidade de titânio aumenta os valores de alongamento dos aços IF-Ti. Maiores temperaturas de bobinamento apresentam maiores valores de alongamento. A Fig. 3 apresenta a variação do alongamento com o aumento do teor de titânio para um aço IF-Ti variando entre 20 e 30ppm-p carbono. Note-se que para a temperatura de bobinamento de 720° C foram encontrados maiores valores de alongamento em relação a temperatura de bobinamento de 600°C¹⁷.



Figura 4 - Efeito da quantidade de titânio sobre os valores de coeficiente médio de anisotropia de um aço IF-Ti (20-30 ppm-p C)¹⁸.

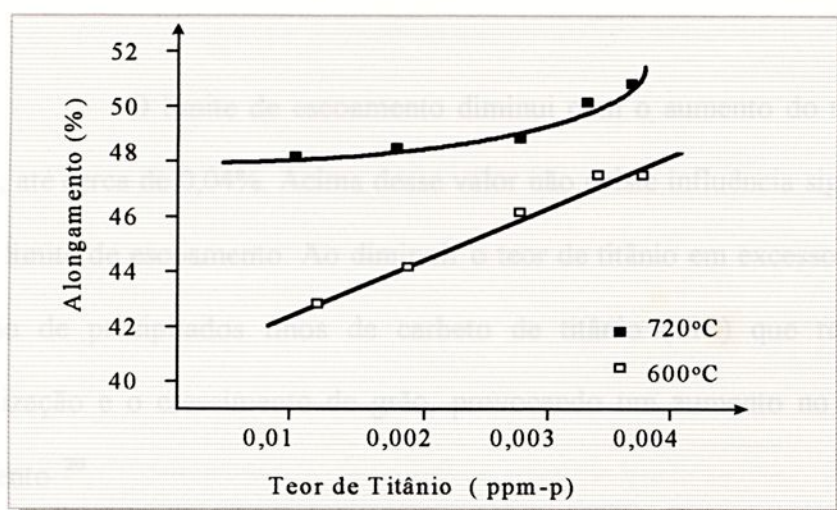


Figura 3- Efeito da quantidade de titânio no alongamento de um aço IF-Ti (20-30 ppm-p C) ¹⁷.

O aumento no teor de titânio também aumenta os valores do coeficiente médio de anisotropia. A Fig. 4 mostra, para um aço IF-Ti (20-30 ppm-p C), que o aumento no teor de titânio eleva os valores de coeficiente de anisotropia médio, sendo que maiores temperaturas de bobinamento apresentam maiores valores do coeficiente médio de anisotropia ¹⁹.

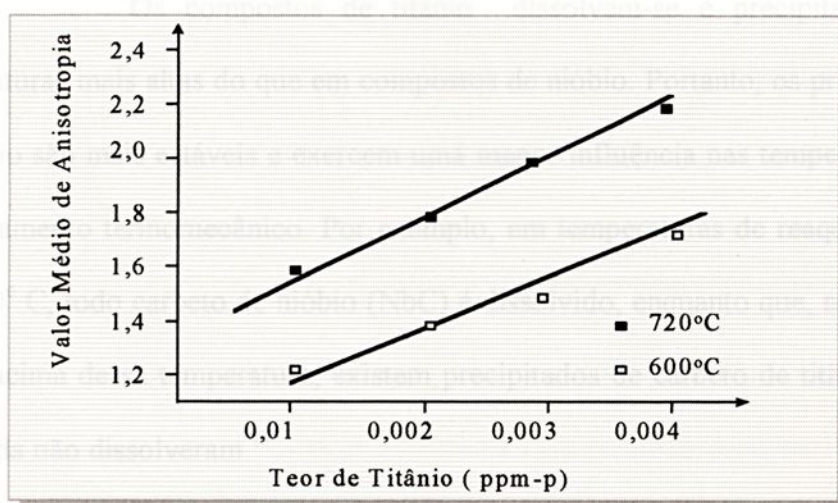


Figura 4 - Efeito da quantidade de titânio sobre os valores de coeficiente médio de anisotropia de um aço IF-Ti (20-30 ppm-p C) ¹⁹.

O limite de escoamento diminui com o aumento do titânio em excesso, até cerca de 0,04%. Acima desse valor não existe influência significativa sobre o limite de escoamento. Ao diminuir o teor de titânio em excesso, ocorre a formação de precipitados finos de carbeto de titânio (TiC) que retardam a recristalização e o crescimento de grão, provocando um aumento no limite de escoamento ²⁰.

A mesma explicação dada para o aumento no limite de escoamento até 0,04% de titânio em excesso é válida para o aumento nos valores de coeficiente de encruamento, alongamento e nos valores do coeficiente de anisotropia médio.

Como mencionado anteriormente, os aços IF-Ti são fortemente sensíveis às variações de composição química como também às variações do processamento termomecânico.

Os compostos de titânio dissolvem-se e precipitam-se em temperaturas mais altas do que em compostos de nióbio. Portanto, os precipitados de titânio são mais estáveis e exercem uma menor influência nas temperaturas de processamento termomecânico. Por exemplo, em temperaturas de reaquecimento de 1000° C, todo carbeto de nióbio (NbC) é dissolvido, enquanto que, mesmo um pouco acima dessa temperatura, existem precipitados de carbeto de titânio (TiN) que ainda não dissolveram ¹⁷.

2.3 - Efeito do carbono e do nitrogênio nas propriedades mecânicas dos aços IF-Ti.

GUPTA & BHATTACHARYA¹⁷ verificaram que o aumento no teor de carbono, até cerca de 200ppm-p, eleva a resistência mecânica dos aços IF com queda na ductilidade e no coeficiente de encruamento, enquanto que os valores de coeficiente de anisotropia médio são pouco influenciados. AKBARI et al²¹ verificaram exatamente o contrário quanto à variação dos valores de coeficiente de anisotropia médios em função da quantidade de carbono. Entre 20ppm e 40ppm verificaram uma ligeira diminuição dos valores médios de anisotropia. GUPTA & BHATTACHARYA¹⁷ também constataram a aparição de defeitos superficiais em aços IF produzidos com teores de carbono acima de 100ppm-p. Observaram, então, que os aços IF deveriam ser produzidos com teores de carbono inferiores a 50 ppm-p.

Outras pesquisas^{22,23} foram realizadas, confirmando os resultados de GUPTA & BHATTACHARYA¹⁷, mostrando que os valores médios do coeficiente de anisotropia realmente não são influenciados pelo aumento na quantidade de carbono, entre 20ppm-p e 80ppm-p. Em contrapartida, foi constatada uma diminuição no alongamento, nos valores do coeficiente de encruamento e aumento no limite de escoamento.

PRADHAM²⁴ mostrou que o aumento no teor de carbono até cerca de 50ppm-p eleva o limite de escoamento e o limite de resistência à tração, com diminuição do alongamento total, nos valores do coeficiente de encruamento, e pequena diminuição nos valores médios do coeficiente de anisotropia médio.

Os aços IF-Ti apresentaram menores variações nas propriedades mecânicas em comparação aos aços IF-Ti+Nb. As Fig. de 5 a 10 apresentam as variações encontradas por PRADHAM²⁴.

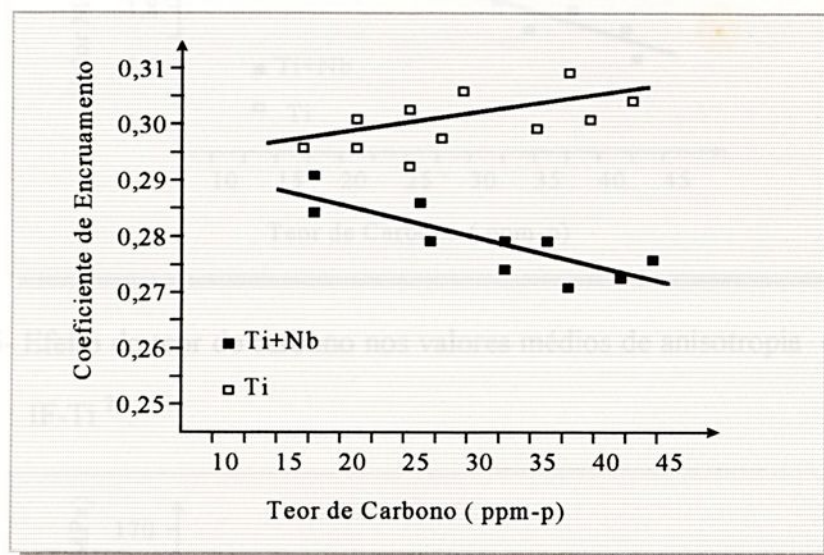


Figura 5 - Efeito do teor de carbono nos valores do coeficiente de encruamento de um aço IF-Ti²⁴.



Figura 7 - Efeito do teor de carbono no limite de escoamento de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

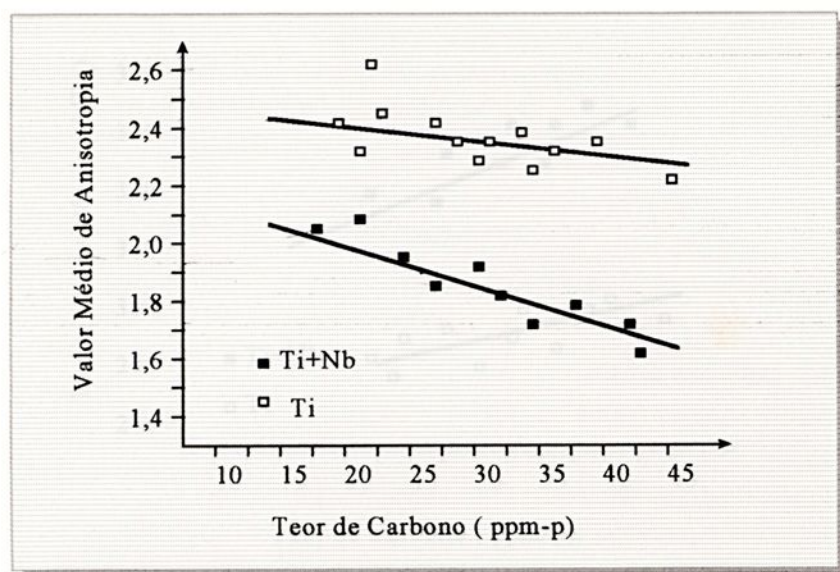


Figura 6- Efeito do teor de carbono nos valores médios de anisotropia de um aço IF-Ti²⁴.

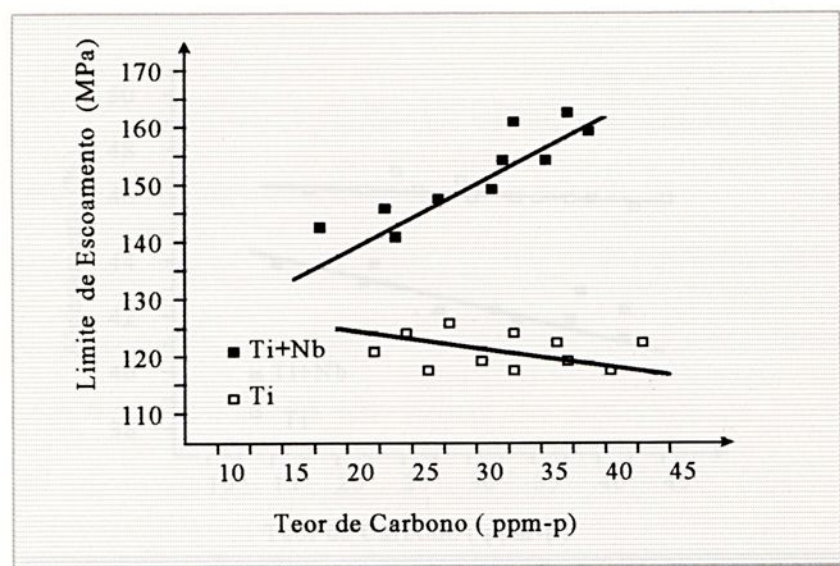


Figura 7 - Efeito do teor de carbono no limite de escoamento de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

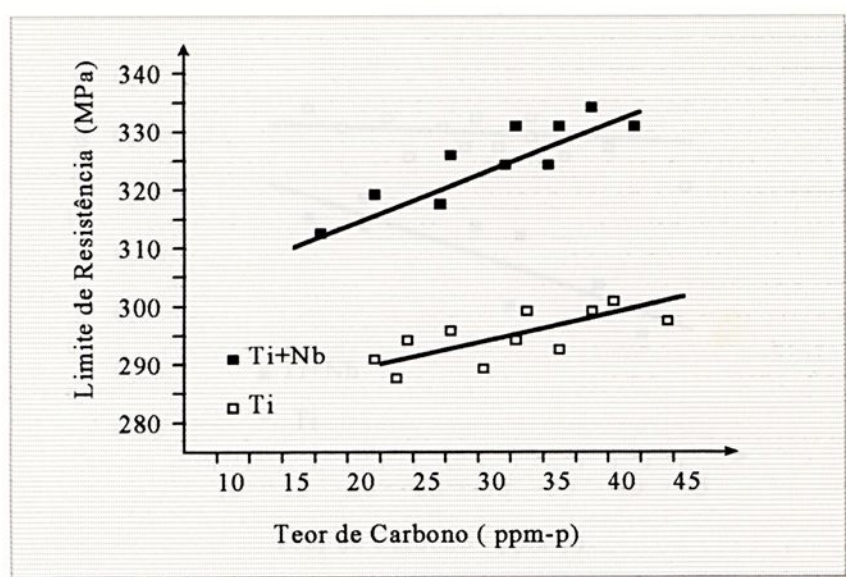


Figura 8- Efeito do teor de carbono no limite de resistência à tração de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

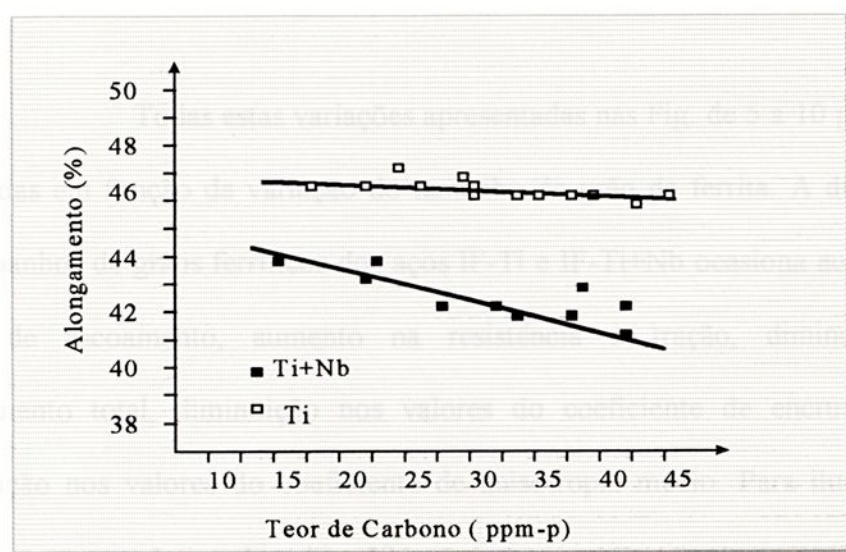


Figura 9- Efeito do teor de carbono no alongamento total de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

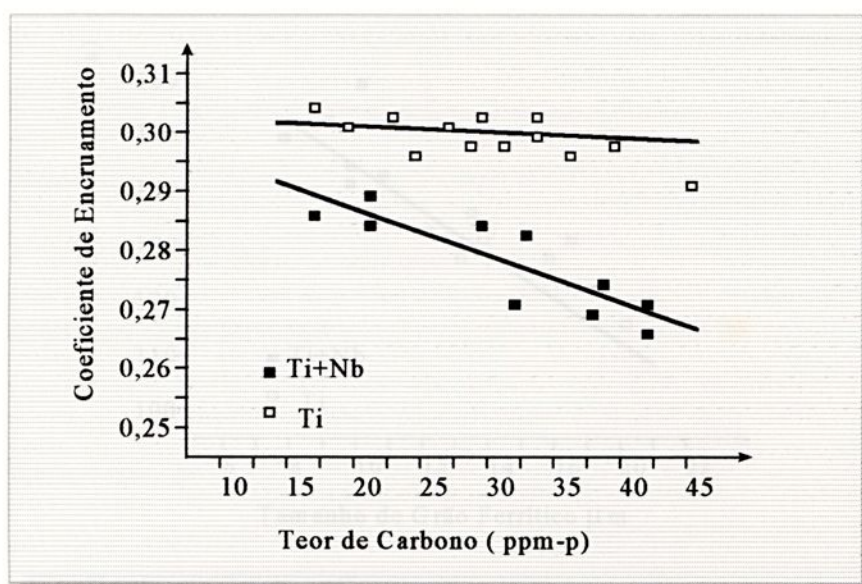


Figura 10- Efeito do teor de carbono nos valores do coeficiente de encruamento de aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

Todas estas variações apresentadas nas Fig. de 5 a 10 podem ser explicadas em função da variação do tamanho de grão da ferrita. A diminuição nos tamanhos de grãos ferríticos dos aços IF-Ti e IF-Ti+Nb ocasiona aumento no limite de escoamento, aumento na resistência à tração, diminuição do alongamento total, diminuição nos valores do coeficiente de encruamento e diminuição nos valores do coeficiente de anisotropia médio. Para ilustrar uma parte dessas variações, as Fig. 11 e 12 apresentam, respectivamente, a variação do limite de escoamento e a variação dos valores de anisotropia médio com a variação do tamanho dos grãos ferríticos dos aços IF-Ti e IF-Ti+Nb.

Geralmente, os teores de nitrogênio encontrados nos aços IF são inferiores a 30ppm-p. Após sua remoção, formam precipitados do tipo nitrato de

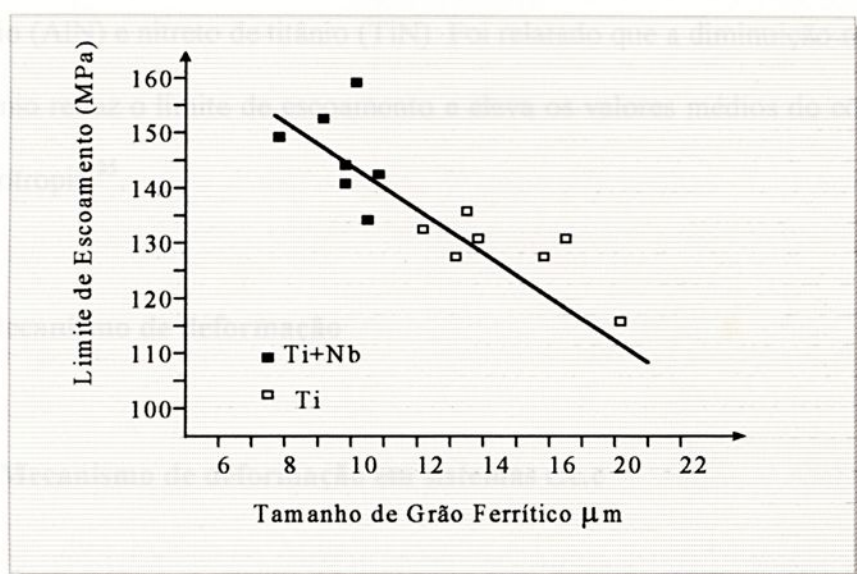


Figura 11- Relação entre o limite de escoamento e o tamanho de grão ferrítico para os aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

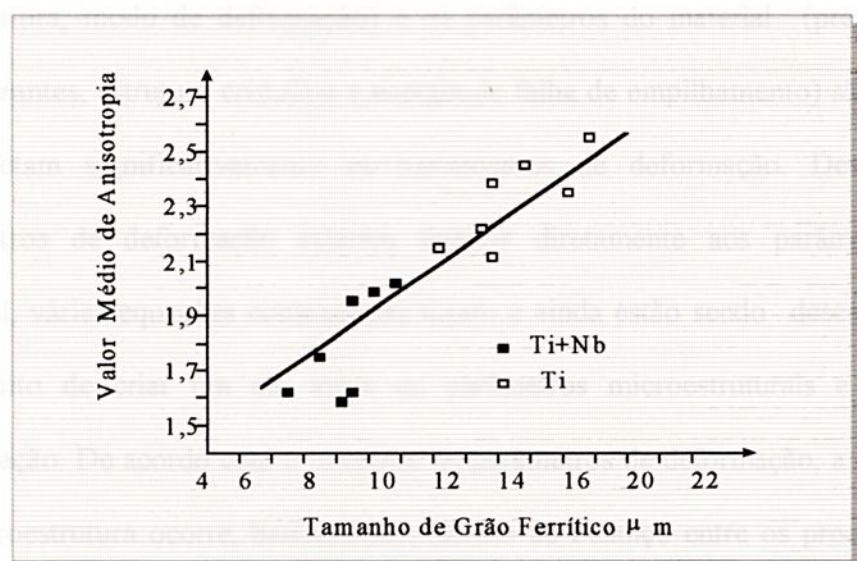


Figura 12 -Relação entre os valores médios de anisotropia e o tamanho de grão ferrítico para aços IF-Ti e IF-Ti+Nb²⁴.

Geralmente, os teores de nitrogênio encontrados nos aços IF são inferiores a 30ppm-p. Após sua remoção, formam precipitados do tipo nitreto de

alumínio (AlN) e nitreto de titânio (TiN). Foi relatado que a diminuição no teor de nitrogênio reduz o limite de escoamento e eleva os valores médios do coeficiente de anisotropia ²⁵.

2.4 - Mecanismo de deformação

2.4.1 - Mecanismo de deformação em sistemas c.c.c

A deformação dos metais e suas ligas geralmente é regida por mecanismos complexos. Os parâmetros de deformação (taxa de deformação, temperatura, modo de deformação) e os parâmetros do material (presença de estabilizantes, estrutura cristalina e energia de falha de empilhamento) são fatores que afetam significativamente os mecanismos de deformação. Devido aos parâmetros de deformação estarem ligados diretamente aos parâmetros do material, várias equações constitutivas foram e ainda estão sendo desenvolvidas no intuito de criar um elo entre os parâmetros microestruturais e os de deformação. De acordo com o conjunto de parâmetros de deformação, a evolução da microestrutura ocorre, basicamente, devido ao balanço entre os processos de produção, rearranjo e aniquilação de discordâncias. A discordância é o defeito linear da rede cristalina, responsável pela maioria dos mecanismos de deformação dos metais ²⁶⁻²⁹.

A teoria das discordâncias e o estudo dos caminhos preferenciais de deslocamento dos átomos em um sistema de deslizamento definido

desempenham um papel de grande importância nos conceitos modernos da deformação plástica³⁰. Nesta seção, ambos os tópicos serão discutidos para materiais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (c.c.c), principalmente para materiais dúcteis.

As estruturas hexagonal compacta (h.c) e cúbica de face centrada (c.f.c) são ambas compactas, enquanto que a célula unitária c.c.c ocupa menos átomos por volume de célula. A deformação plástica é confinada aos planos de baixos índices de Miller, que possuem uma maior densidade de átomos por área unitária do que os planos de altos índices. A deformação plástica ocorre, normalmente, nos metais através dos planos cristalográficos, uns aos outros. Esses planos são os planos de deslizamento. A direção e o plano definem o sistema de deslizamento^{31,32}.

A estrutura cristalina c.c.c não apresenta um plano de densidade atômica predominante como o plano (111) para a estrutura cristalina c.f.c e o plano (0001) na estrutura cristalina h.c. Os planos $\{110\}$ apresentam a maior densidade atômica na estrutura cristalina c.c.c, mas sem grande superioridade a vários outros planos. No entanto, a direção $\langle 111 \rangle$ é tão compacta quanto a $\langle 110 \rangle$ da c.f.c e a direção $\langle 1120 \rangle$ da h.c. Portanto, os metais com estrutura cristalina c.c.c deslizam segundo a direção mais compacta, entretanto, diferem da maioria dos outros metais quanto ao deslizamento em planos mais compactos. O deslizamento no metal c.c.c pode ocorrer nos planos $\{110\}$, $\{112\}$ e $\{123\}$, enquanto que a direção mais compacta é sempre a $[111]$.^{30,31}

Quando as discordâncias se movimentam nos planos de deslizamento, o movimento é chamado de conservativo. Se o movimento da discordância se der fora do plano de deslizamento, perpendicular ao vetor de Burgers, o movimento é denominado de não-conservativo, ou de escalagem.

Ao movimentar-se em um plano de escorregamento ou de deslizamento, a discordância passa sucessivamente por posições de máximo (equilíbrio instável) e de mínimo (equilíbrio estável). Essa alternância é devido à força de atrito entre as discordâncias e o plano de deslizamento (força de Peierls-Nabarro). Este tipo de movimento conservativo é ativado termicamente, isto é, a movimentação de discordâncias é maior com o aumento da temperatura²⁹.

O plano de escorregamento de uma discordância é determinado pelo vetor de Burgers e pela linha de discordância. Na discordância em cunha, o plano de escorregamento é único, porém, na discordância em hélice, inúmeros planos atômicos podem conter a linha de discordância e o vetor de Burgers. Uma discordância em hélice pode desviar de um plano de máxima densidade atômica que contenha um obstáculo, para outro plano, também de máxima densidade atômica. No caso de uma discordância em cunha, não existe a possibilidade da discordância mudar de plano de deslizamento de forma conservativa. Por outro lado, a discordância em cunha que se movimenta perpendicularmente ao seu vetor de Burgers só poderá ascender para outro plano através da sua interação com lacunas.^{30,31}

A presença de uma discordância no reticulado cristalino causa um aumento na energia interna. As discordâncias são rodeadas por um campo

elástico de tensões que atuam umas sobre as outras dando origem à interação entre as discordâncias e os átomos de soluto.

Duas discordâncias podem reagir entre si e formar uma outra discordância e uma discordância pode se decompor em duas outras. As discordâncias apresentam a tensão de linha análoga à tensão superficial de uma bolha de sabão. Essa tensão é proporcional ao comprimento, ou seja, um aumento no comprimento da discordância, causa um aumento de sua energia. Para que uma discordância se mantenha encurvada, é necessária a aplicação de uma força que vença a tensão de linha da discordância, razão pela qual, em materiais metálicos com alta taxa de deformação, observam-se as discordâncias encurvadas.

Outra característica importante das discordâncias, está relacionada ao efeito de intersecção. Uma discordância em movimento em um plano definido pode ser interceptada por uma discordância perpendicular a este plano, havendo a formação das chamadas florestas de discordâncias. Neste tipo de interação entre discordâncias ocorre a formação de degraus que afetam a movimentação de outras discordâncias. Sob determinadas condições em que a tensão é suficientemente alta, os degraus enfileirados ao longo da linha de discordâncias podem ser forçados a se agruparem formando superdegraus e, mais adiante, marcas em formas de anéis³⁰.

Na rede cristalina c.c.c, o deslizamento verifica-se na direção $\langle 111 \rangle$. O menor vetor da rede estende-se de um átomo no vértice do cubo até o átomo do centro da célula unitária, ocasionando um vetor de Burgers $(a/2) [111]$. Uma vez que o plano de deslizamento é normalmente o (110), três planos do

tipo $\{110\}$ se interseccionam numa única direção $[111]$. Sendo assim, as discordâncias em hélice com vetor de Burgers $a_0/2 [111]$ podem movimentar-se aleatoriamente nos planos $\{111\}$ que estejam submetidos a uma alta tensão cisalhante. Nos metais c.c.c não são observadas as discordâncias estendidas da maneira que o são nos metais c.f.c e h.c.^{30,31}.

Foi proposto um mecanismo capaz de produzir uma reação de discordâncias que conduz à formação de discordâncias imóveis na rede c.c.c. A Fig. 13 apresenta a associação de uma discordância com vetor de Burgers $(a_0/2) [111]$ deslizando num plano (101) e outra discordância com vetor de Burgers $(a_0/2) [111]$ deslizando sobre um plano $(1\bar{0}1)$. As duas discordâncias encontram-se e reagem, a fim de diminuir sua energia de deformação, originando uma discordância em cunha num plano (001) ³¹.

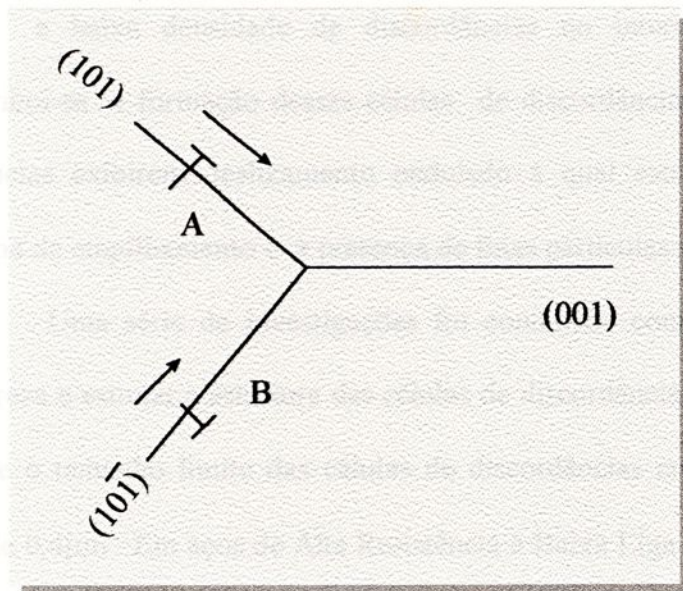


Figura 13- Deslizamento sobre planos (110) que se cortam³¹.

2.4.2 - Deformação na fase ferrita de aços baixo carbono e ultrabaixo carbono

Com o aumento da deformação na ferrita, as discordâncias originárias do processamento termomecânico tornam-se ativadas e a densidade de discordâncias do metal ou liga metálica aumenta. O movimento das discordâncias após sua produção pode resultar na interação e formação de diferentes arranjos. A variação na distribuição das discordâncias na ferrita é função da temperatura, da adição de elementos de liga que estabilizam a ferrita e da distribuição e tamanho dos precipitados formados durante o processamento termomecânico^{32,33}.

Com o aumento da deformação, ocorre a formação de uma estrutura celular de discordâncias. Essa distribuição não homogênea é caracterizada pela formação de paredes de emaranhados com alta densidade de discordâncias e baixa densidade de discordâncias no interior das células formadas. Atribui-se à formação dessas células de discordâncias, à capacidade das discordâncias exibirem deslizamento ondulado à qual está relacionada a energia de falha de empilhamento e a presença de finas partículas na ferrita³²⁻³⁴.

Uma série de investigações foi conduzida com o objetivo de avaliar a natureza e estudar a estrutura das células de discordâncias na ferrita. Foi observado que o tamanho limite das células de discordâncias em matriz ferrita pura é cerca de $0,4\mu\text{m}$. Em aços de Alta Resistência e Baixa Liga (aços ARBL) e também em aços bifásicos, foi estimado o tamanho das células de discordâncias na ferrita tendo sido obtidos valores de mesma grandeza. Em um aço microligado estabilizado ao vanádio (0,05% C, 0,13% V) e em um aço microligado

estabilizado ao nióbio (0,05% C, 0,04% Nb), o tamanho das células de discordâncias na matriz ferrítica e a espessura das paredes das células de discordâncias diminuíram com o aumento da deformação, enquanto que a densidade das discordâncias nas paredes das células aumentou³²⁻³⁴. A presença de precipitados de carbeto afetou a formação das células na ferrita. Os emaranhados formados situaram-se próximos aos carbeto presentes na ferrita. O tamanho limite das células foi de 0,4 μ m. A espessura da parede diminuiu com o aumento da quantidade de carbeto^{35,36}.

As bandas de deslizamento podem variar de acordo com a morfologia da microestrutura e com a energia de falha de empilhamento. Bandas grosseiras e largamente espaçadas são características de microestruturas com precipitados coerentes que são facilmente cisalhados por discordâncias, inibindo a formação de estruturas celulares. Essas bandas são originárias da interação entre precipitados finos coerentes e discordâncias, ocorrendo cisalhamento da partícula. Esse deslizamento produz concentração de deformação no plano do deslizamento primário. Ocorre, então, a distribuição local heterogênea da deformação, ou seja, a deformação opera sempre no mesmo plano de deslizamento sem a necessidade de ativar outros sistemas. Entretanto, precipitados incoerentes facilitam o deslizamento cruzado favorecendo a formação de estrutura celular. Na realidade, a subestrutura da discordância desenvolve-se para minimizar a energia armazenada pela deformação. Precipitados diferenciados na matriz ferrítica podem gerar regiões com maior ou menor grau de estrutura celular^{32,33,36,37}.

2.4.3 - Aspectos gerais dos experimentos "*in situ*" em microscopia eletrônica de transmissão.

Os experimentos dinâmicos em MET são poderosos métodos na avaliação da resposta de um material sujeito a uma mudança de estado. Esses experimentos requerem o projeto de dispositivos especiais para alterar o estado do corpo-de-prova de uma forma mensurável e controlada, permitindo assim observações contínuas da microestrutura do material. As observações *in situ* permitem a medição da cinética de processos dinâmicos de forma instantânea, ao contrário de outras técnicas que medem os valores médios da cinética de um processo. A caracterização total de um processo dinâmico nos materiais é possível utilizando um moderno microscópio eletrônico de transmissão, oferecendo a oportunidade não somente de acompanhar as mudanças qualitativas, como também fornecer, ao mesmo tempo, dados de composição química e cristalográficos. Portanto, as técnicas *in situ* fornecem informações sobre como as variáveis temperatura, tensão e meio agressivo que afetam a microestrutura e, conseqüentemente, as propriedades dos materiais³⁸⁻⁴².

Como todas outras técnicas, a falta de cuidado e de atenção aos detalhes pode invalidar os resultados. Para obter confiabilidade nos resultados, deve-se, em primeiro lugar, certificar-se de que as observações *in situ* são observações típicas das que ocorrem nos corpos-de-prova dos materiais compactos. Isso é necessário pois os corpos-de-prova utilizados para os experimentos *in situ* em microscopia eletrônica de transmissão possuem natureza



bidimensional, pois uma vez que são transparentes ao feixe de elétrons gerado no microscópio⁴³. No início, muitos pesquisadores deixaram de aplicar essa técnica pois os resultados eram muito diferentes em relação aos corpos de prova compactos. As diferenças nos resultados eram oriundas da aplicação de um microscópio eletrônico de transmissão convencional, com aceleração de voltagem de 100kV. Hoje, existem microscópios eletrônicos de transmissão que operam com aceleração de voltagem de até 8 MV. A combinação da evolução dos microscópios e das técnicas de preparação dos corpos-de-prova faz com que muitos pesquisadores adotem essa técnica na investigação dos materiais. Portanto, o estudo dos efeitos da espessura dos corpos-de-prova nas técnicas *in situ* é o ponto inicial de muitos experimentos dinâmicos⁴⁴⁻⁴⁷.

Avaliações microscópicas mostraram que a subestrutura de discordância resultante da deformação variou com a espessura do corpo-de-prova. Isso pode ocorrer pois em áreas mais finas existem perdas de discordâncias para a superfície livre e rearranjos de discordâncias em áreas mais finas do corpo-de-prova. Em materiais puros, deformados, a densidade de discordâncias desvia significativamente da linearidade quando a espessura da amostra diminui. A tabela 1 apresenta uma lista de espessuras críticas associando o material com a aceleração de voltagem e o processo investigado. De uma maneira geral, corpos-de-prova mais espessos exigem voltagem de aceleração maior.



Tabela 1- Espessuras críticas para corpos-de-prova para vários processos *in situ* ⁴⁵

PROCESSO	MATERIAL	ESPESSURA CRÍTICA (μm)	VOLTAGEM MÍNIMA (kV)
Densidade de discordâncias	Ferro (5 ppm C)	0,1	100
Estrutura de célula de discordâncias	Fe-Si	1,5	500
Formação de célula de discordâncias	Fe (5ppm C)	1,2	300
Comportamento dinâmico das discordâncias	Fe (5ppm C)	1,5	500

Além do problema da espessura crítica do corpo-de-prova para os experimentos de deformação *in situ*, outros fatores podem alterar a confiabilidade dos resultados. A tabela 2 apresenta a origem dos problemas, suas consequências e algumas soluções práticas.

Tabela 2- Soluções práticas para possíveis problemas afetando a validade dos experimentos de tração *in situ*⁴⁵.

PROBLEMA DE ORIGEM	CONSEQUÊNCIAS	MEDIDAS DE PRECAUÇÃO
Aquecimento do feixe	Temperatura alta na área de contato do feixe com o material	Usar diâmetros menores de feixe
“Rasgamento” do corpo de prova	Comportamento de deformação atípico	Preparar o corpo-de-prova com espessura uniforme, com formas arredondadas
Força de imagem na superfície livre	Perdas de discordâncias e atração para superfícies livres	Escolher orientações para perda mínima. Escolher espessuras maiores.

Observações diretas do movimento e interação de discordâncias são os mais importantes objetivos dos experimentos de tração *in situ*. Por essa razão, o estágio de deformação deve permitir excelente controle da movimentação de discordâncias com o mínimo de movimentação da imagem.

Vários trabalhos⁴⁸⁻⁵² foram desenvolvidos objetivando avaliar as limitações que afetam os experimentos de deformação *in situ* em microscópio eletrônico de transmissão. Inicialmente, foi observado que a penetração em uma espessura maior que a espessura crítica, freqüentemente necessita do uso de microscópio de alta voltagem, criando danos por radiação que podem afetar a validade das observações. A seguir, estão apresentados importantes critérios para o sucesso de experimentos de tração *in situ*.

- ⇒ controle da homogeneidade da deformação, tal que as observações possam ser feitas com alta resolução e ampliação;
- ⇒ redução dos efeitos das forças de superfície, examinando o corpo de prova sob orientação adequada ;
- ⇒ redução dos efeitos de força imagem examinando amostras mais espessas que a espessura crítica;
- ⇒ redução dos efeitos de concentradores de tensão utilizando corpos de prova sem “cantos vivos”;
- ⇒ limitação dos danos por radiação utilizando aceleração de voltagem adequada de acordo com o material e a espessura e
- ⇒ redução dos efeitos de contaminação examinando corpos de prova sob condições de alto vácuo.

2.4.4 - Microdeformação *in situ* em metais com alta ductilidade

A microscopia eletrônica de transmissão tem sido aplicada com muito sucesso na investigação de micromecanismos de deformação utilizando experimentos dinâmicos. Por intermédio da técnica de deformação *in situ*, é possível avaliar a nucleação e propagação de microtrincas. Durante a propagação das microtrincas, também é possível investigar o fenômeno de emissão de discordâncias pela ponta da trinca⁵³⁻⁵⁷.

Quando a trinca é nucleada, por meio de uma tensão aplicada, o modo pela qual ela se propaga depende da competição entre a emissão de

discordâncias e a clivagem. A emissão de discordâncias relaxa os campos tensionados em torno da ponta da trinca, arredondando-a e criando uma zona plástica que a protege das tensões externas⁵⁶.

É possível classificar um material como frágil ou dútil por intermédio de observações dinâmicas à frente da ponta da trinca. Um material é intrinsicamente frágil, se uma trinca aguda for criada e a própria microtrinca favorecer o processo de decoesão de uma interface plana do cristal antes da emissão de discordâncias. Um material é intrinsicamente dútil se a condição para a emissão das discordâncias pela ponta da trinca for alcançada antes da decoesão. Portanto, no material, a fratura envolve geração e movimentação de discordâncias em torno da ponta da trinca e o campo de tensões elásticas em torno da ponta aguda da trinca é substituído por uma zona plástica que arredonda a ponta da trinca. A partir daí ocorre escoamento dútil por crescimento e coalescimento de microvazios⁵⁶. Em alguns casos, o escoamento pode ocorrer em locais com bandas de deslizamento⁵⁶⁻⁵⁹.

O estudo de micromecanismos de deformação por tração *in situ* pode ser realizado com corpos-de-prova com e sem perfuração central. Sem perfuração central, os corpos-de-prova são polidos até a obtenção de uma espessura semi-transparente ao feixe eletrônico, de modo que, ao ser tracionado, não ocorre a influência de nucleação de trincas nas extremidades do furo central. Nesse caso, ocorre extensiva deformação, podendo permitir a ativação de outros sistemas de deslizamento, gerando discordâncias com diferentes vetores de Burgers. No entanto, esses corpos-de-prova precisam ser ensaiados em

microscópio com maior resolução que os microscópios de transmissão convencionais, ou seja, com aceleração maior que 200 kV^{60,61}.

No caso de ensaios de tração *in situ* por corpos-de-prova com perfuração central, ocorre a formação de uma folha fina, ao redor do furo central, e as observações são iniciadas ao redor do furo. A trinca, quando nucleada, se propaga através do mecanismo de emissão de discordâncias pela ponta da trinca na direção perpendicular ao eixo de tensão e em direção a regiões mais espessas. Portanto, a folha fina encontra-se em estado de tensão plana e se deforma segundo os planos de máxima tensão de cisalhamento. Com o resultado das forças exercidas pela superfície livre, as discordâncias colocam-se em posição normal à superfície da folha fina a fim de minimizar seu comprimento de linha. Assim, não mais que dois planos de deslizamento tornam-se operativos⁵⁶.

Em amostras compactas, o processo de deformação é mais complexo pois a deformação opera em múltiplos sistemas de deslizamento. Mesmo assim, a deformação plástica que ocorre na ponta da trinca em amostras finas pode ilustrar alguns aspectos microscópicos relevantes do mecanismo de propagação e fratura⁶¹⁻⁶⁴.

Geralmente, para materiais dúcteis, em regiões finas, as discordâncias são formadas em dois sistemas de deslizamentos inclinados em relação à ponta da trinca, indicando que a sua abertura ocorre segundo o modo I de deformação, ou seja, o deslocamento gerado pela deformação na ponta da trinca é paralelo ao deslocamento da abertura da trinca. Esses dois sistemas de deslizamento conduzem à formação de saliências na superfície da ponta da trinca

resultando na abertura de suas faces . A zona plástica formada pode ser visualizada devido às zonas de contraste que a circundam ⁶¹⁻⁶⁴.

A limitação no número de sistemas de deslizamento devido às condições de deformação em folhas finas pode inibir a formação de estruturas de discordâncias de mais baixa energia, fora da região afetada pela ponta da trinca. Isso pode ser uma limitação em aplicar essa técnica. A Fig. 14 apresenta a geometria de deslizamento e a orientação das discordâncias esperada em folhas finas em tensão de tração.

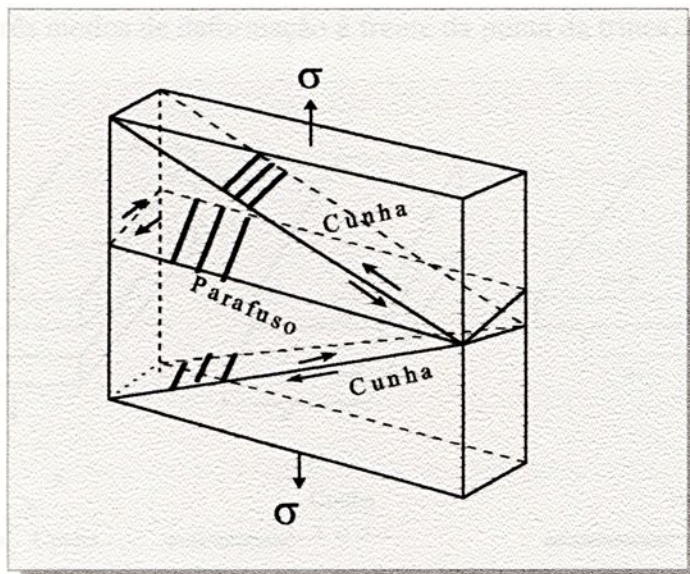


Figura 14 - Geometria do deslizamento e orientação das discordâncias em corpos de prova com espessura fina sob tensão de tração ⁶².

Quando as discordâncias em cunha são emitidas simultaneamente em dois planos que se interceptam, sob condições de carregamento de tração, a resultante do vetor de Burgers dessas discordâncias encontra-se na direção paralela à tensão de tração. Como mencionado

anteriormente, o modo I de deformação ocorre quando o deslocamento gerado pela deformação na ponta da trinca é paralelo ao deslocamento da abertura da trinca. No modo II de deformação, as discordâncias são emitidas somente sobre um dos planos de deslizamento inclinados com o deslocamento paralelo à direção da movimentação das discordâncias. O modo III de deformação na ponta da trinca ocorre quando as discordâncias em hélice deslizam sobre os planos de deslizamento entre os dois planos inclinados mostrados na Fig. 14. O deslocamento fornecido pelas discordâncias é paralelo à frente da trinca ⁶². A Fig. 15 ilustra os três modos de deformação à frente da ponta da trinca.

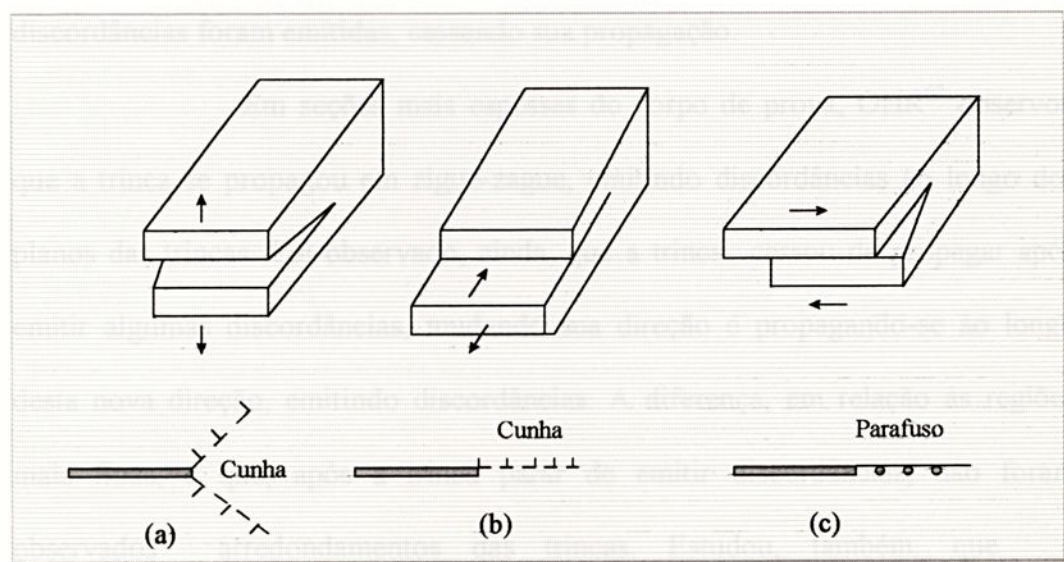


Figura 15 - Esquema dos 3 modos de deformação na ponta da trinca. (a) modo I; (b) modo II; (c) modo III⁶²

OHR⁶² estudou, por deformação *in situ*, a propagação de trincas e o comportamento das discordâncias à frente da ponta da trinca de alguns metais

policristalinos e dúcteis à temperatura ambiente (níquel, molibdênio, tungstênio e cobre). Estudando a propagação de trincas em seções mais finas do corpo de prova, observou que a maioria das trincas se propaga segundo o modo III de deformação emitindo discordâncias em hélice. As discordâncias apresentaram morfologia de empilhamentos múltiplos (“pile-up dislocation”), deixando uma zona livre de discordâncias entre a ponta da trinca e a zona plástica. Algumas trincas se propagaram segundo o modo I de deformação e foram encontradas próximas à ponta da trinca, discordâncias em cunha sobre planos inclinados em relação ao plano da trinca. Ocorreu arredondamento da ponta da trinca quando as discordâncias foram emitidas, cessando sua propagação.

Em seções mais espessas do corpo de prova, OHR⁶² observou que a trinca se propagou em zigue-zague, emitindo discordâncias ao longo dos planos das trincas. Foi observado, ainda, que a trinca cessou de propagar após emitir algumas discordâncias, mudando sua direção e propagando-se ao longo desta nova direção, emitindo discordâncias. A diferença, em relação às regiões mais finas, é que, após a trinca parar de emitir discordâncias, não foram observados arredondamentos das trincas. Estudou, também, que o comportamento das discordâncias próximas à ponta da trinca, para metais dúcteis à temperatura ambiente, verificando a existência de uma interação elástica entre um arranjo linear de discordâncias e a trinca.

O arranjo das discordâncias na zona plástica, à frente da ponta da trinca, é função direta da energia de falha de empilhamento^{53,62}. Para metais com baixa energia de falha de empilhamento, quando a tensão é aplicada no



corpo-de- prova para ensaios de deformação *in situ*, a deformação inicia-se em várias áreas ao redor do furo . Foi constatado que muitas discordâncias foram geradas em regiões mais espessas do corpo de prova e deslizaram para fora da região do furo. Seguindo os planos ativados, foram nucleadas trincas que se propagaram rapidamente. Durante a propagação das trincas, foram geradas discordâncias em hélice na ponta da trinca que se moveram no corpo-de-prova, formando a zona plástica. Foi observado um arranjo linear de discordâncias à frente da ponta da trinca sendo que a densidade das discordâncias foi maior quanto mais próximo da trinca. Para aços inoxidáveis , o sistema de deslizamento ativado foi o $(111) - [\bar{0}11]$. Portanto, para metais com baixa energia de falha de empilhamento, como aços inoxidáveis e cobre, a zona plástica à frente da ponta da trinca representa uma deformação de modo III^{53,61,62}.

Para metais com alta energia de falha de empilhamento, foram encontradas, durante os ensaios de deformação *in situ*, duas distribuições de discordâncias na zona plástica. A zona plástica apresentou um formato de um fino retângulo que consistiu de inúmeras discordâncias parciais. Também foi encontrada uma zona livre de discordâncias à frente da ponta da trinca. O segundo tipo de geometria encontrado à frente da ponta da trinca consistiu de uma zona plástica maior, onde as discordâncias apresentaram deslizamento cruzado. Para esses metais, a trinca nucleou próximo ao furo eletropolido em regiões bem finas. A trinca foi identificada como de modo III de deformação e, com o avanço da deformação, a trinca propagou-se para regiões mais espessas, mudando de modo III para modo I de deformação. Nessa região, a trinca propagou-se em zigue-



zague dentro da zona plástica . Em alguns casos, a ponta da trinca emitiu discordâncias em cunha sobre um plano perpendicular ao seu plano. Quando as discordâncias em cunha foram emitidas, houve um arredondamento da ponta da trinca, ficando estacionada até a frente dessa afinar-se com a deformação e nuclear vazios. A trinca então propagou-se abruptamente sem emitir discordâncias ⁶³⁻⁶⁹. A sequência do arredondamento da trinca e a nucleação de uma trinca aguda estão ilustradas na Fig. 16.

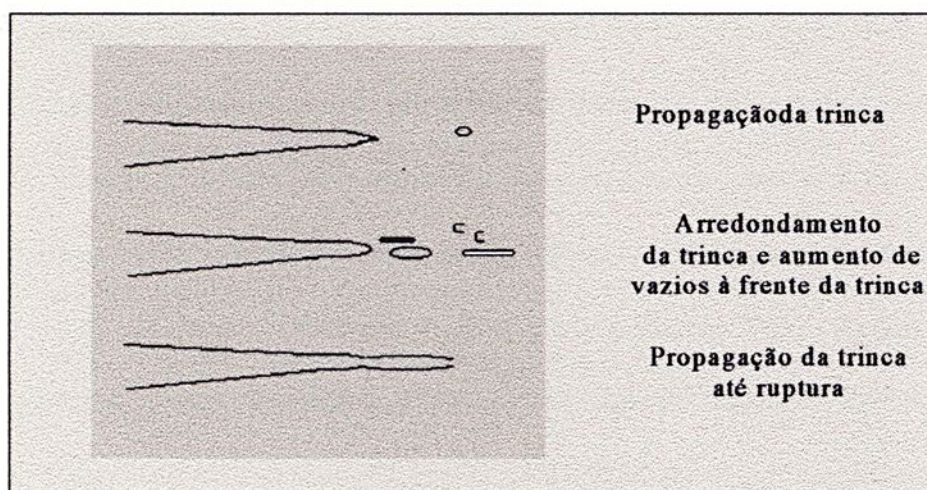


Figura 16 - Arredondamento da trinca por emissão de discordâncias sobre um plano inclinado e nucleação de uma trinca aguda à frente da trinca ⁶¹.

XU et al ⁷⁰ deformou por tração *in situ* uma liga de cobalto e encontrou resultados quase semelhantes aos resultados encontrados por OHR ⁶². Constatou que todas as discordâncias foram geradas da ponta da trinca durante os primeiros estágios da propagação em regiões mais finas do corpo de prova. Este fato é decorrente de a tensão ser muito maior na ponta da trinca. A emissão de

CAPÍTULO 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental do presente trabalho foi dividido em duas etapas. Na primeira etapa foram levantados os dados de propriedades mecânicas, e realizadas investigações quanto à morfologia dos grãos ferríticos utilizando microscopia óptica (MO). As fraturas decorrentes dos ensaios de tração e tração *in situ* foram avaliadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Na segunda etapa deste trabalho foram investigados, em MET, aspectos quanto ao estudo do mecanismo de deformação. Nos ensaios de tração convencional, alguns corpos-de-prova foram retirados da máquina antes da ruptura visando o estudo do micromecanismo de deformação. Nos ensaios de embutimento, pelo método Erichsen modificado, os corpos-de-prova ensaiados foram seccionados em diferentes regiões para avaliação das estruturas de discordâncias. Foram realizados, também, ensaios de tração *in situ* visando avaliar o micromecanismo de deformação, nucleação e propagação de trincas. Os ensaios foram registrados em fotos e vídeo.

3.1 - Avaliação química do material

O material utilizado neste trabalho foi um aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais estabilizado ao titânio, cedido pela empresa alemã Thyssen Stahl AG. O material foi recebido na forma de pequenas



chapas galvanizadas, com 0,87 mm de espessura . A composição química, realizada pela Thyssen Stahl, do material está listada na tabela 3.

Tabela 3 - Composição química do aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais microligado ao titânio (% em peso).

C	Mn	P	S	Si	Al	N	Cu	Cr	Ni	Ti
0,002	0,13	0,006	0,008	0,090	0,047	0,002	0,015	0,033	0,023	0,065

3.2 - Dados do processamento termomecânico do aço IF-Ti.

A empresa Thyssen Stahl AG forneceu as condições de processamento termomecânico, e que são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Condições do processamento termomecânico do aço ultrabaixo carbono com baixos níveis de intersticiais estabilizado ao titânio.

Temperatura de reaquecimento	1250°C
Temperatura de acabamento	933°C
Temperatura de bobinamento	729°C
Redução por laminação a frio	76,8%
Temperatura de recozimento	805°C

3.3 - Ensaios mecânicos

Foram realizados ensaios de tração monotônica, ensaios para a determinação do coeficiente de anisotropia médio e ensaios de embutimento. O objetivo principal desses ensaios foi a determinação das propriedades monotônicas do aço IF-Ti.

3.3.1 - Ensaios de tração monotônica

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do DEMAR/Lorena e também no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/Guaratinguetá. No DEMAR, em Lorena, o equipamento utilizado foi uma máquina MTS, modelo 810.23M, servohidráulica, com célula de carga com capacidade de 10 kN. A velocidade de deslocamento do cabeçote foi de 0,5 mm/min, com aquisição de pontos.

Os corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração foram confeccionados na oficina do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/ Guaratinguetá, de acordo com a norma, com dimensões reduzidas, retiradas na direção de laminação das chapas. A representação esquemática do corpo-de-prova está ilustrada na Fig. 17.

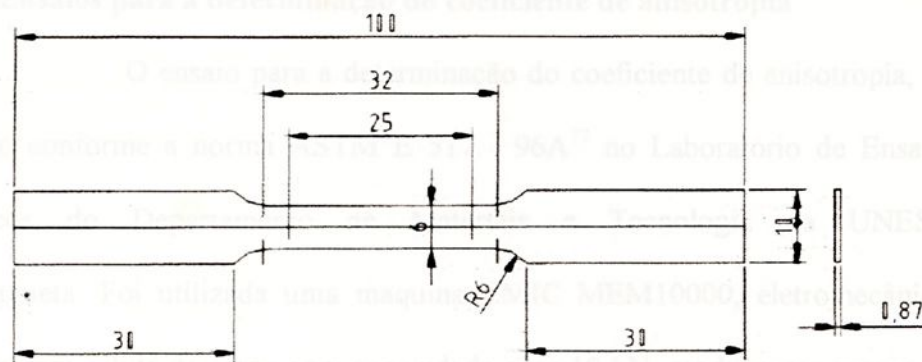


Figura 17 - Representação esquemática dos corpos-de-prova utilizados em ensaios de tração e de determinação do coeficiente de anisotropia. Norma ASTM E 8M - 89b⁷¹. As medidas estão em milímetros.

Nos ensaios de tração, foram avaliados o limite de escoamento, determinado pelo método do alongamento a 0,2% ("Offset"), a resistência à tração, determinada pela relação entre o máximo carregamento aplicado durante o ensaio e a área inicial do corpo de prova e o alongamento, calculado pela variação percentual no comprimento da região útil do corpo de prova. O valor médio do alongamento do material, em porcentagem, foi calculado pela seguinte equação :

$$Al(\%) = (Al_{0^\circ} + 2Al_{45^\circ} + Al_{90^\circ})/4 \quad (3)$$

onde as diferentes simbologias para o alongamento são os valores do alongamento medidos em corpos de prova retirados a 0° , a 45° e a 90° em relação à direção de laminação, respectivamente.

3.3.2 - Ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia

O ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia, foi realizado conforme a norma ASTM E 517 - 96A⁷² no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/ Guaratinguetá. Foi utilizada uma máquina EMIC MEM10000, eletromecânica, equipada com célula de carga com capacidade para 10 kN, sendo que o ensaio foi realizado a uma velocidade de 0,5mm/min.

Os corpos-de-prova utilizados para esse tipo de ensaio foram confeccionados na Oficina do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP/ Guaratinguetá, conforme a norma ASTM E8M-95a⁷¹, com as mesmas dimensões da Fig. 17.

O coeficiente médio de anisotropia indica a capacidade de uma chapa metálica resistir ao afinamento quando sujeita a ação de forças de tração e compressão no plano da chapa. O cálculo é determinado em função das variações de largura e espessura do corpo-de-prova.

Inicialmente, foram feitas medições precisas dos corpos-de-prova. Em seguida, o corpo de prova foi colocado na máquina e aplicou-se uma força de tração axial, até uma deformação de 20% acima do limite de escoamento. A velocidade utilizada no ensaio foi de 0,5mm/min.

Aços laminados a frio e recozidos apresentam diferentes valores no coeficiente de anisotropia. Devido às características do aço IF-Ti estudado, foi calculado o coeficiente de anisotropia para posterior cálculo de anisotropia médio (r_m), sendo necessário, então, retirar da chapa retangular os

corpos-de-prova nas direções longitudinal (0°), transversal (90°) e diagonal (45°) com relação ao sentido da laminação. As fórmulas apresentadas a seguir são utilizadas para o cálculo do coeficiente de anisotropia (r), coeficiente de anisotropia médio (r_m) e do coeficiente de anisotropia planar (Δr)⁷².

$$r = \ln (l_o w_o / l_f w_f) \dots \dots \dots (4)$$

$$r_m = (r_{0^\circ} + 2 r_{45^\circ} + r_{90^\circ})/4 \dots \dots \dots (5)$$

$$\Delta r = (r_{0^\circ} - 2 r_{45^\circ} + r_{90^\circ})/2 \dots \dots \dots (6)$$

onde l_o e l_f são, respectivamente, o comprimento inicial e o comprimento final da área útil do corpo de prova, e w_o e w_f são, respectivamente, a largura inicial e largura final da região útil do corpo de prova.

3.3.3 - Ensaio de embutimento

Foram retiradas quatro amostras da chapa recebida (45mm x 45mm) com uma espessura média de 0,87mm. Objetivou-se determinar o grau de estampabilidade do material. O equipamento utilizado foi uma prensa hidráulica para ensaio de chapa modelo R-1 PRÜFMACHINE. Os ensaios foram realizados segundo norma NBR 5915⁷³, na empresa ALCAN Ltda.

3.4 - Microscopia óptica

Foram retiradas amostras de todas as chapas recebidas em diferentes regiões nas direções longitudinal, transversal e diagonal em relação à direção de laminação. As amostras foram embutidas a quente, com resina uréia-

formaldeído (baquelite), para posterior avaliação microestrutural. Foram realizados lixamentos utilizando lixas de grana 220, 320, 400, 600, 1200, 1500 e 4000. O polimento foi realizado com solução OP-S da Struers.

A microestrutura foi revelada utilizando ataque químico com Nital a 2% em volume. Também foram testados alguns ataques químicos utilizando reagente Vilela e água régia. Foi necessário um tempo de aproximadamente 6s para que o Nital 2% delineasse com clareza os contornos de grão da fase ferrita. O tamanho médio dos grãos foi determinado usando o método do intercepto circular segundo a norma ASTM E112-88⁷⁴.

Após embutimento, lixamento, polimento e ataque químico, as amostras foram analisadas em um microscópio óptico Carl Zeiss Neophot 30, instalado no Departamento de Materiais e Tecnologia - UNESP - FEG. Também foi utilizado um microscópio óptico Olympus, instalado na Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Centro Técnico Aeroespacial (AMR-IAE-CTA).

3.5 - Microscopia eletrônica de varredura

As avaliações microestruturais e fractográficas foram realizadas em dois microscópios eletrônicos de varredura: um instalado na ALCAN Ltda, em Pindamonhangaba-SP, modelo Carl Zeiss e outro instalado no AMR-IAE-CTA, marca LEO, modelo 435 VPi. Os ataques químicos para avaliação microestrutural e microsonda também foram realizados utilizando nital 2% em volume.



3.6 - Microscopia eletrônica de transmissão

O estudo em microscópio eletrônico de transmissão foi realizado em amostras retiradas de diferentes regiões da chapa recebida. Também foram extraídas amostras de alguns corpos-de-prova ensaiados por tração monotônica, para avaliar o mecanismo de deformação. Todas as amostras foram extraídas da região central do corpo-de-prova, visto que, para um dos estudos do mecanismo de deformação, os corpos de prova foram ensaiados até a estricção. O processo de preparação das lâminas finas foi desenvolvido nas seguintes etapas:

- a) lixamento mecânico até 100 μ m de espessura;
- b) corte eletrolítico de disco com 3mm de diâmetro utilizando o processo de eletroerosão e estampagem, e
- c) polimento e afinamento final dos discos utilizando equipamento TENUPO -2 com eletrólito contendo, em volume, 10% de ácido perclórico e 90% de metanol entre 0°C e 10°C . A voltagem e a amperagem utilizadas para a perfuração do disco e polimento foram de 30 V e 450 mA, respectivamente.

O estudo do micromecanismo de deformação, nucleação e propagação de trinca foi realizado em microscopia eletrônica de transmissão, utilizando a técnica de tração *in situ*. Não é uma técnica nova, porém a preparação dos corpos de prova foi baseada em experimentos de tentativa e erro. Após várias tentativas, a Fig.18 apresenta o formato final dos corpos de prova, sendo que a mesma geometria foi utilizada tanto para avaliar o mecanismo de deformação quanto a propagação da trinca.

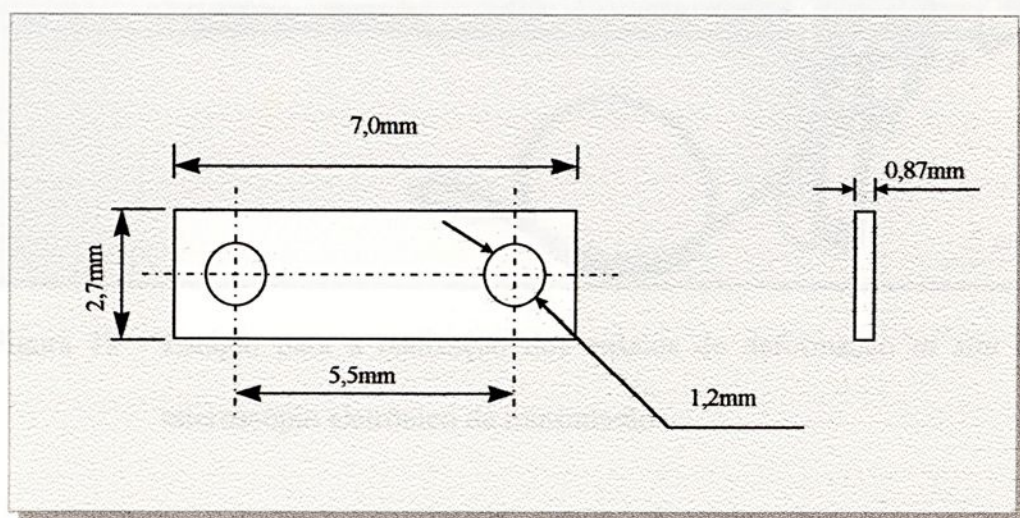


Figura 18 - Corpo-de-prova utilizado para ensaio de tração *in situ* em microscópio eletrônico de transmissão.

3.7 - Ensaio de tração *in situ* em microscopia eletrônica de transmissão

Os ensaios foram realizados no Departamento de Materiais, no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), em um microscópio eletrônico de transmissão JEOL 200 kV, contendo um suporte de amostra capaz de tracionar a mesma, aplicando uma carga de até 2 kgf. A carga foi aplicada através de um dos eixos do goniômetro, com velocidade de 2×10^{-4} mm/s. A Fig. 19 apresenta o dispositivo para ensaio de tração *in situ*.

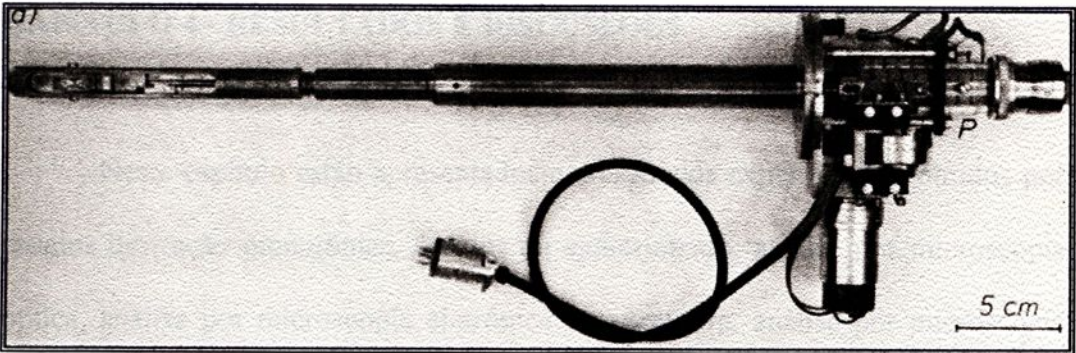


Figura 19 - Estágio para a realização dos ensaios de deformação *in situ* em microscópio eletrônico de transmissão.

4.1 - Propriedades mecânicas do aço IF-Ti

4.1.1 - Propriedades mecânicas

Os ensaios de tração indicaram que o aço em estudo apresentou propriedades mecânicas de tração similares aos resultados encontrados por alguns pesquisadores¹⁵⁻¹⁷. A tabela 5 apresenta as propriedades mecânicas do aço IF-Ti.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas de tração do aço IF

Resistência à Tração (MPa)	Limite de escoamento (MPa)	Alongamento (%)
265 ± 3	131 ± 2	51 ± 2

O aço IF-Ti, com essas propriedades mecânicas de tração, não apresentou ser um material estrutural. Os resultados encontrados por Pereira¹⁸, em

CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão apresentados os resultados experimentais obtidos por ensaios de tração monotônica, ensaios de embutimento, análise por microscopia óptica, análise por microscopia eletrônica de varredura, análise por microscopia eletrônica de transmissão e ensaio de tração *in situ*, também em microscópio eletrônico de transmissão.

4.1 - Propriedades mecânicas do aço IF-Ti

4.1.1 - Propriedades monotônicas

Os ensaios de tração indicaram que o aço em estudo apresentou propriedades mecânicas de tração similares aos resultados encontrados por alguns pesquisadores⁷⁵⁻⁷⁷. A tabela 5 apresenta as propriedades mecânicas do aço IF-Ti.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas de tração do aço IF

Resistência à Tração (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)
265 ± 3	131 ± 2	51 ± 2

O aço IF-Ti, com essas propriedades mecânicas de tração, não apresentou ser um material estrutural. Os resultado encontrados por Pereira⁷⁸, em

um aço IF-Ti com 40 ppm-p de carbono, sob várias condições de processamento termomecânico similares, foram semelhantes aos do presente trabalho.

4.1.2 - Determinação dos coeficientes de anisotropia médio e planar

O coeficiente médio de anisotropia ou valor de r_m é um parâmetro importante para avaliar a capacidade de estampagem dos materiais. A tabela 6 apresenta os valores dos coeficientes de anisotropia para o aço IF-Ti avaliado. Os resultados encontrados estão de acordo com trabalhos realizados por TOKUNAGA et al⁷⁷. O material apresentou alto valor de r_m com baixo valor de anisotropia planar. Desta forma o material apresenta boas características para aplicação em estampagem.

Tabela 6 - Resultados obtidos no ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia.

r_0°	r_{45}°	r_{90}°	r_m	Δr
$2,21 \pm 0,03$	$2,11 \pm 0,02$	$2,41 \pm 0,02$	$2,21 \pm 0,02$	$0,20 \pm 0,01$

4.1.3 - Índice de embutimento

Outro modo para avaliar a capacidade de estampagem de materiais é por intermédio dos ensaios de embutimento. Neste trabalho foi utilizado o método Erichsen.

O índice de embutimento encontrado, em milímetro, foi de 12,1 $\pm$ 0,9. A pressão aplicada foi de 1,1 MPa. No sistema cristalino do ferro, a maior resistência é na direção <111>, apresentando cristais perpendiculares a esta direção⁸⁰.

Apesar de não constar nas normas da ABNT, valores de índice de embutimento superiores a 12mm são considerados da classe de estampagem superextraprofunda^{15,73}.

4.2 - Microscopia óptica

As características microestruturais foram determinadas para as condições do aço IF-Ti recebido e também após ensaio de estampagem.

A microestrutura caracterizou-se por apresentar grãos com tamanhos pequenos e equiaxiais. O tamanho de grão encontrado, segundo norma ASTM E 112-96, foi ASTM G 9, com diâmetro médio de 22,5 μ m.



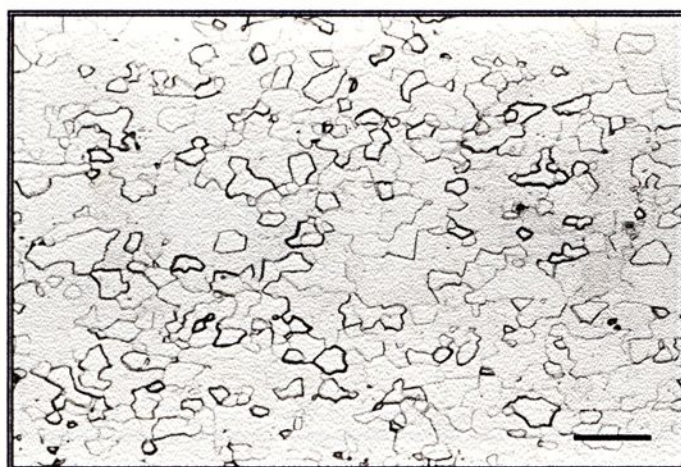


Figura 20 - Microestrutura obtida em MO do aço IF-Ti na condição como recebido, no sentido longitudinal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Barra: 100 μ m

A Fig. 21 apresenta a microestrutura do aço IF-Ti, como recebido, extraído no sentido diagonal. Os grãos apresentaram diâmetro médio de 23 μ m com numeração ASTM G9, segundo ASTM E112-96⁷⁴, conforme observado pela Fig. 20.

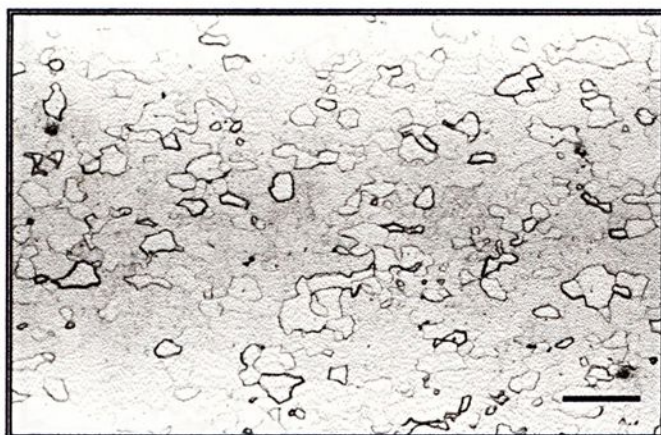


Figura 21 - Microestrutura obtida em MO do aço IF-Ti na condição como recebido no sentido diagonal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Os grão equiaxiais apresentaram diâmetro médio de $23\mu\text{m}$. Barra: $100\mu\text{m}$.

A microestrutura do aço IF-Ti no sentido transversal da laminação, vista de topo, apresentou os grãos levemente alongados em relação aos outros sentidos apresentados. Essa ligeira orientação, por ser muito pequena, não afetou os resultados no ensaio de tração monotônica. O tamanho médio dos grãos foi semelhante às condições anteriores, conforme mostra a Fig. 22.

Os valores de anisotropia encontrados para o aço em questão juntamente com as micrografias apresentadas mostram que a chapa apresentou uma excelente condição de estampabilidade. O baixo valor de anisotropia planar garante à chapa uma baixa probabilidade de formação de orelhas durante embutimento.



Figura 22 - Microestrutura obtida em MO do aço IF-Ti na condição como recebido no sentido transversal da laminação. Ataque com Nital 2% em volume. Os grãos apresentaram ligeiro alongamento. Barra: 100 μ m.

Amostras do aço IF-Ti embutidas, foram coletadas e avaliadas em microscopia óptica. A Fig. 23 apresenta a microestrutura da região de dobramento na matriz. A microestrutura apresentou alguns grãos alongados. Nesta região de dobramento da punção, agem tensões de tração na superfície externa das regiões dobradas e tensões de compressão na superfície interna. A essas tensões se associam os esforços de atrito⁸⁰. A Fig. 24 mostra a microestrutura da região lateral do copo formado no embutimento. Os grãos apresentaram forma alongada devido às tensões de tração, ao longo da lateral do copo. Tensões de compressão, perpendiculares à superfície das laterais, provocaram diminuição da espessura do copo. Nesta região também agem esforços de atrito entre o material e o ferramental.



Figura 23- Micrografia do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região de dobramento do copo embutido. Nota-se pouco alongamento gerado por tensões de tração e compressão. Barra: 100 μ m. Ataque com Nital 2%.

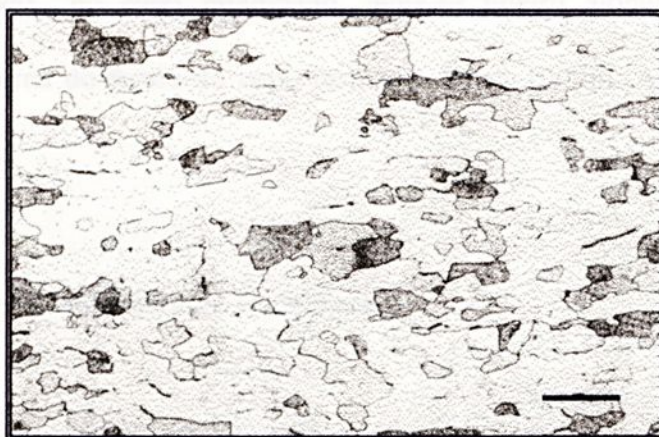


Figura 24 - Micrografia do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região da parede do copo estampado. Nota-se acentuado alongamento gerado principalmente por tensões de tração. Barra: 100 μ m. Ataque com Nital 2%.

A Fig. 25 apresenta a microestrutura do aço IF-Ti, na região do fundo do copo estampado. Os grãos apresentaram pouco alongamento pois o

esforço predominante foi a tensão de compressão exercida por tensões de tração radial. As tensões de tração também atuam no fundo do copo⁸⁰.



Figura 25 - Micrografia do aço IF-Ti apresentando a microestrutura da região do fundo do copo estampado. Nota-se ligeiro alongamento na face externa do fundo do copo formado. Barra 100 μ m. Ataque com Nital 2%.

4.3 - Microscopia eletrônica de varredura

Macroscopicamente, o aço estudado, quando submetido à tração monotônica, apresentou aspecto de fratura dúctil. Observou-se o afinamento gradativo da região de estrição localizada, até que ocorreu a separação em duas partes, com a região de separação formando um aspecto taça-cone. Essa característica é comum para os aços com baixo teor carbonado e aços com ultrabaixo teor de carbono.

A Fig. 26 apresenta a superfície de fratura vista de topo. Observa-se a aparência fosca e fibrosa, confirmando as observações macroscópicas, caracterizando assim o modo de fratura dútil.

Microscopicamente, foi observada a presença de microcavidades com tamanhos variados e profundos. WILSDORF⁸¹ atribui a presença de microcavidades devido à formação de microvazios nas inclusões, precipitados e emaranhados de discordâncias, nucleando a trinca. Segundo WILSDORF⁸¹, a propagação da trinca ocorre devido à formação de microcavidades à frente da ponta da trinca em planos de escorregamento que são ativados, ocorrendo a ligação entre os vazios e a trinca pré-existente. O alto valor no alongamento do aço investigado justifica a presença de microcavidades profundas e grandes, que coalesceram durante a deformação.

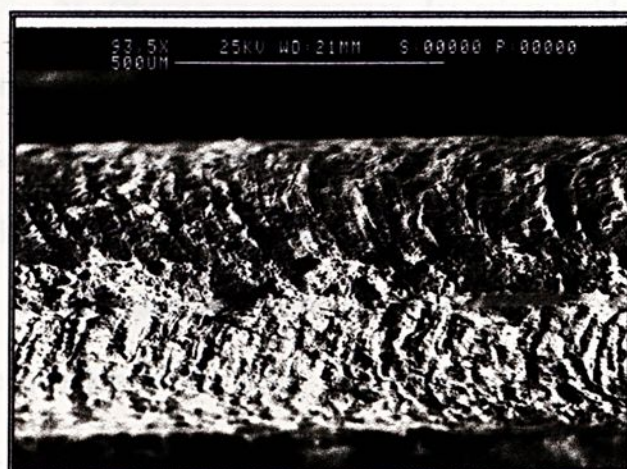


Figura 26 - Fractografia do aço IF-Ti mostrando a superfície fibrosa e fosca da fratura.

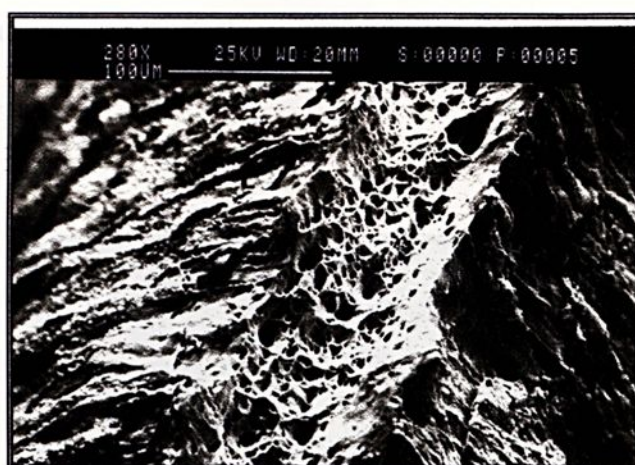


Figura 27- Fractografia do aço IF-Ti detalhando a região central apresentada pela Fig. 26. Observa-se a fina região de estrição com a presença de microcavidades .

A Fig. 27 apresenta , com maior ampliação, a região central, mostrada pela Fig. 26. Observa-se a presença das microcavidades variando em tamanho. Nota-se ainda a notável diminuição na espessura composta totalmente por microcavidades. O alto alongamento do aço IF-Ti contribuiu para a formação de dimples profundos com tamanhos variados .

A microanálise obtida em MEV determinou a composição química dos precipitados do aço IF-Ti e detectou a presença de Ti, S e C. De acordo com TSUNOYAMA⁷⁷ e PEREIRA⁷⁸, pode-se afirmar que os precipitados analisados são de carbosulfetos de titânio.

A região de fratura dos corpos-de-prova rompidos durante ensaio de tração *in situ* também foi observada . A Fig. 28 mostra a face lateral próxima à fratura . Observa-se a presença de degraus formados em decorrência das bandas de deformação. A estrição observada tendeu a um ponto. Este

afinamento é decorrente de deslizamentos de planos cruzados sob estado plano de tensão.

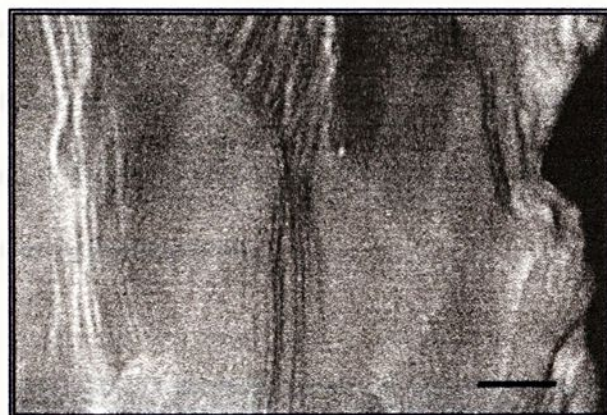


Figura 28 - Fractografia do aço IF-Ti mostrando a superfície lateral da superfície de fratura do corpo de prova fraturado durante ensaio de tração *in situ*. Nota-se a presença de bandas de deformação próximas à superfície de fratura. Barra: 60 μ m.

4.4 - Mecanismo de deformação do aço IF-Ti

O aço IF-Ti foi ensaiado, por tração monotônica e, em alguns casos, os ensaios não foram levados até a ruptura. Com isso foram avaliadas algumas etapas no processo de deformação pela observação dos aspectos microestruturais gerados nos corpos-de-prova compactos.

Os primeiros corpos-de-prova foram extraídos logo após o limite de escoamento do aço IF-Ti, com cerca de 2% de deformação. Nota-se que houve apenas deslizamento planar, isto é, a formação de bandas de deslizamento finas, pouco espaçadas e no mesmo plano, não havendo, portanto, tendência à

deformação localizada. Nesse estágio, foram encontradas poucas discordâncias com arranjo retilíneo. A Fig. 29 apresenta a micrografia eletrônica no interior do grão do aço após deformação. Com esse arranjo de bandas de deslizamento observou-se a transferência plástica de um grão para outro. Portanto, os contornos de grão não afetaram a transferência plástica. A Fig. 30 apresenta a mesma região, porém com o dobro de ampliação. Notam-se as discordâncias em arranjo retilíneo e as bandas de deslizamento.

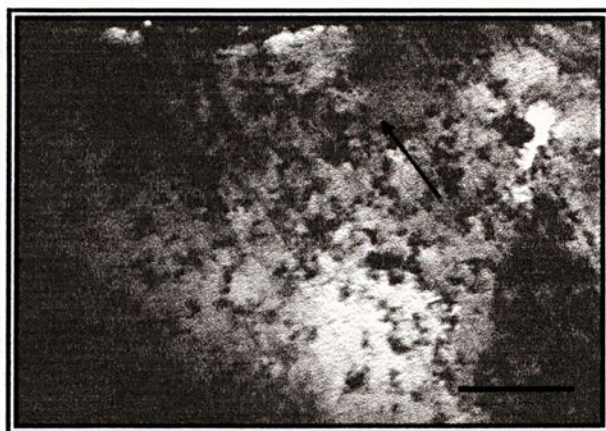


Figura 29 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti deformado 2% e apresentando bandas de deslizamento inclinadas (seta). Barra: 2 μ m.



Figura 30 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti nas mesmas condições da Figura 29, porém com maior ampliação. Notam-se, com maior detalhe, as bandas de escorregamento. Barra: $1\mu\text{m}$.

Por difração eletrônica em área selecionada, observa-se, na Fig. 31, que o plano de observação foi o plano (110). As bandas deslizamento estão orientadas na direção [111].

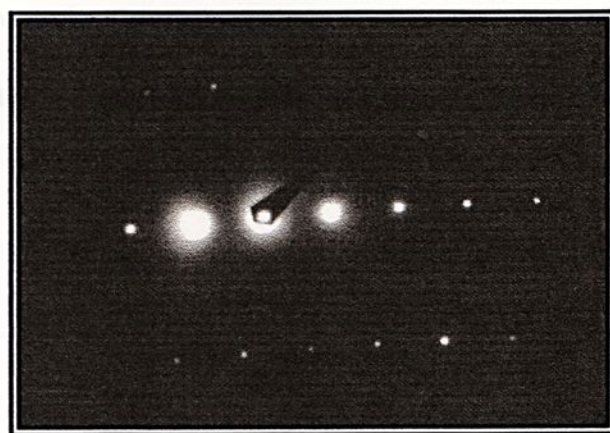


Figura 31 - Padrão de difração, apresentando o plano de observação (110)

Com o aumento da deformação para 10% , observou-se que não foram ativados outros sistemas de deslizamento. A densidade de discordâncias aumentou, passando de arranjo retilíneo para celular . A Fig. 32 apresenta a formação das células de discordâncias com 10% de deformação, e a Fig. 33 apresenta a formação das células de discordâncias com 18% de deformação. Nota-se que, com maior deformação, as células de discordâncias apresentaram-se mais delineadas. As paredes das células estão irregulares e grosseiras.

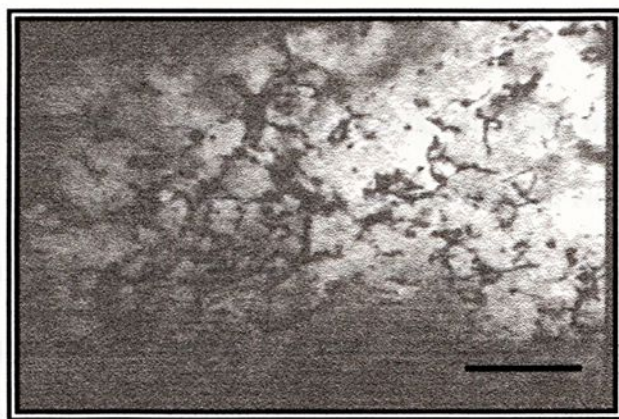


Figura 32 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a formação de células de discordâncias com 10% de deformação. Barra: 1 μ m.

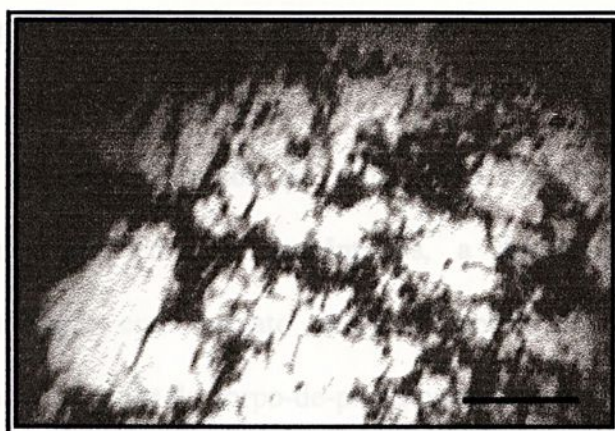


Figura 33 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a formação de células de discordâncias com 18% de deformação. Barra: 1 μ m.

Em alguns casos, em aços baixo-carbono, observam-se bandas de deslizamento com aspectos diferentes na matriz ferrítica. No presente aço, não foram observadas ondulações nas linhas de deslizamento, que se apresentaram finas e pouco espaçadas até mesmo em nível de solicitação próximo ao limite de resistência à tração. Esse comportamento é característico de materiais dúcteis com distribuição homogênea de deformação ⁶².

A vista lateral do corpo de prova fraturado em tração apresentou ondulações ou bandas de deformações, conforme mostrado na Fig 27. Estas bandas são atribuídas a deslizamentos cruzados que foram ativados após a estrição ocorrida no aço IF-Ti. Portanto, outros planos de deslizamentos foram ativados, localizando a deformação na região da fratura ^{62,64}.

Foram também observadas, em MET, a estrutura microscópica final do corpo de prova. Foram analisadas três regiões do corpo de prova

estampado: a região da aba do copo, a região lateral do copo e a região do fundo do copo.

Na região da aba do copo, onde predominam esforços nas direções tangentes dos círculos concêntricos, a microestrutura apresentou discordâncias arranjadas com formato celular, conforme Fig. 34. Esse formato celular é decorrente do ajuste do corpo-de-prova para a realização da estampagem, visto que ocorre um esforço de compressão.



Figura 34- Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti estampado mostrando a resposta de forças de compressão na aba do copo formado. Barra: 1,5 μ m.

Na região lateral do copo atuam esforços de atrito, tensão de compressão e, principalmente, esforços de estiramento. As células de discordâncias formadas apresentam-se alongadas, conforme a Fig. 35, formando bandas finas de deformação. Observou-se que as estruturas celulares se formaram de modo homogêneo e na região da lateral do copo.

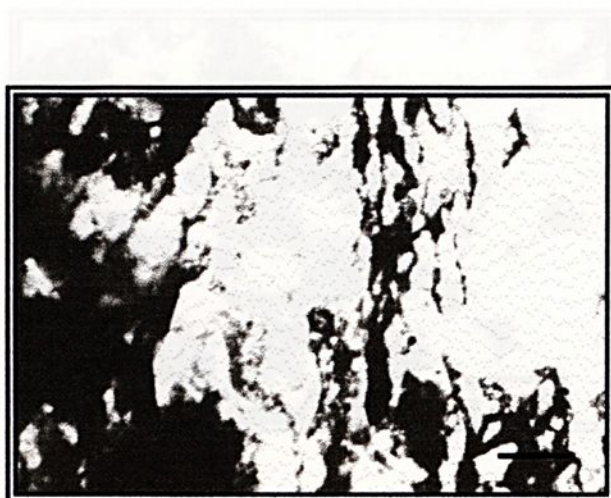


Figura 35- Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti estampado, mostrando a estrutura de discordâncias formadas na lateral do copo estampado. Estrutura celular distribuída regularmente na lateral do copo. Barra: 1μm.

4.5 - Micromecanismo de deformação *in situ* em microscópio eletrônico de transmissão

A terceira e última região avaliada, o fundo do copo, apresentou as estruturas de discordâncias também homogêneas, com formação celular, de paredes de células grosseiras, conforme observado na Fig. 36 . Esta estrutura é decorrente de esforços de compressão exercidos pela parede da punção, que são transmitidos às demais partes do copo por meio de tensões de tração radiais.

transmissão, antes do início do ensaio de tração *in situ*, apresentando poucas discordâncias. Essas discordâncias foram geradas durante o processamento termomecânico do aço IF-Ti e também durante a fabricação dos corpos de prova para os ensaios de tração *in situ*.

As Figs. 37 e 38 apresentam a microestrutura inicial do aço IF-Ti antes do início do ensaio de tração *in situ*, mostrando a presença de fases precipitadas distribuídas homogeneamente na matriz.

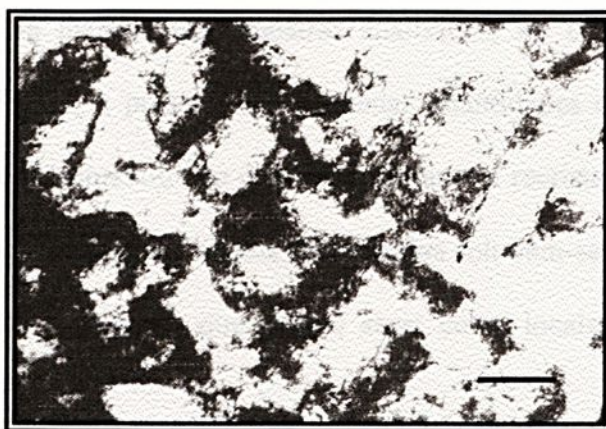


Figura 36 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a região do fundo do copo estampado. Estrutura celular de discordâncias com paredes grosseiras. Barra: 1 μ m.

4.5 - Micromecanismo de deformação *in situ* em microscópio eletrônico de transmissão

4.5.1 - Micromecanismo de deformação no aço IF-Ti antes da nucleação de microtrincas

A microestrutura inicial observada em microscopia eletrônica de transmissão, antes do início do ensaio de tração *in situ*, apresentou poucas discordâncias. Essas discordâncias foram geradas durante o processamento termomecânico do aço IF-Ti e também durante a confecção dos corpos de prova para os ensaios de tração *in situ*.

As Fig. 37 e 38 apresentam a microestrutura inicial do aço IF-Ti destacando a presença de finos precipitados distribuídos homogeneamente na

matriz ferrítica. Na maioria das amostras analisadas, foi observada, conforme verificou-se na Fig.37, a presença de pequenas quantidades de pequenos grãos ferríticos que , possivelmente, não cresceram durante a recristalização. Durante a confecção dos corpos de prova, alguns precipitados soltaram-se da matriz ferrítica deixando cavidades na matriz, que podem atuar como locais de nucleação de microtrincas.



Figura 37 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a microestrutura inicial do aço consistindo de grãos ferríticos. Barra: 2 μ m.

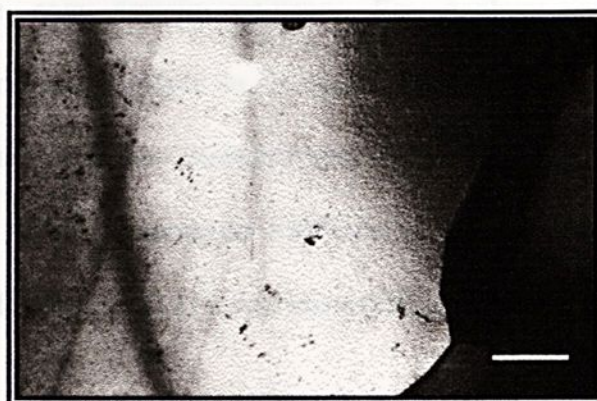


Figura 38 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando os precipitados (pontos pretos na matriz). Barra: 1 μ m.

A Fig. 39 apresenta a microestrutura inicial de outro corpo de prova do aço IF-Ti apresentando um maior número de discordâncias também originadas pelo processamento termomecânico e provavelmente durante a confecção do corpo de prova.

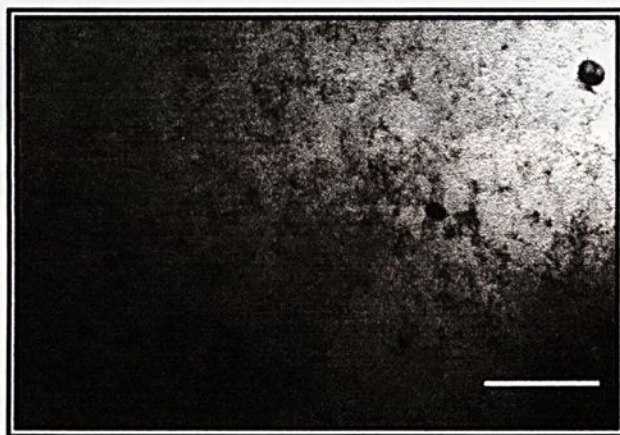


Figura 39- Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti apresentando discordâncias geradas pelo processamento termomecânico e ,provavelmente, durante a confecção do corpo-de-prova. Barra: 2 μ m.

A microestrutura inicial apresentou as discordâncias distribuídas homogeneamente com arranjo retilíneo. Em nenhum corpo-de-prova foi encontrada uma maior densidade de discordâncias em contornos de grão. As Fig. 37 a 39 são representativas da microestrutura inicial do aço IF-Ti.

A Fig. 40 apresenta a difração eletrônica em área selecionada. O plano observado foi o plano (111). A presente difração é referente às Fig. 38 e 39.

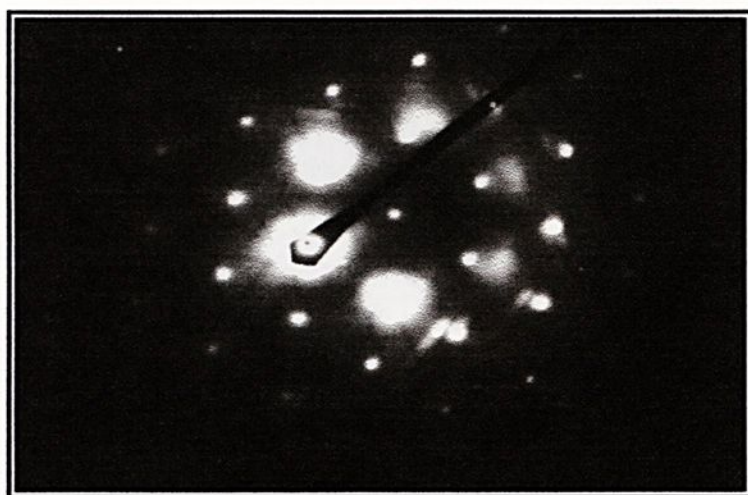


Figura 40 - Padrão de difração para o aço IF-Ti com plano de observação (111).

No estágio inicial da deformação observou-se que algumas discordâncias interagiram mais intensamente com os precipitados finos presentes na matriz ferrítica e também com contornos de grão, conforme a Fig. 41. Nesse estágio de deformação, as discordâncias apresentaram arranjo retilíneo. O aumento na tensão aplicada produziu um maior número de discordâncias que começaram a interagir entre si formando um pequeno emaranhado de discordâncias. A homogeneidade dos emaranhados na matriz ferrítica está bem destacada na Fig. 42.

Figura 42 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a homogeneidade dos emaranhados de discordâncias na matriz ferrítica no início da deformação de tração. Barra: 1µm.

A Fig. 42 indica que os emaranhados de discordâncias formaram-se preferencialmente nos finos precipitados que se apresentaram



Figura 41 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando interação entre os precipitados e as discordâncias e entre as discordâncias. Barra: 1μm.

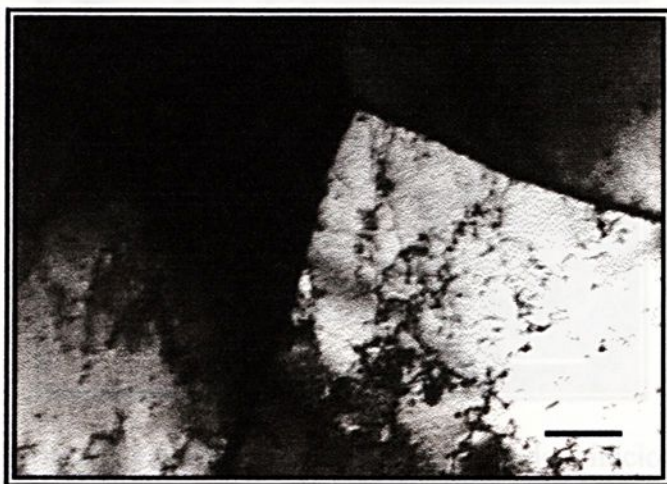


Figura 42 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a homogeneidade dos emaranhados de discordâncias na matriz ferrítica no início da deformação *in situ*. Barra: 1μm.

A Fig. 42 indica que os emaranhados de discordâncias formaram-se preferencialmente nos finos precipitados que se apresentaram

distribuídos uniformemente na matriz. Esse resultado está de acordo com os resultados encontrados por ALARCON⁶⁴. A distribuição homogênea das discordâncias garante ao aço IF-Ti uma deformação homogênea, tornando-o um aço com grande aplicabilidade em processos de conformação.

A Fig. 43 mostra o aumento na densidade de discordâncias com o aumento na tensão aplicada apresentando um arranjo celular. O arranjo retilíneo, conforme Fig 42, foi modificado em razão do aumento na tensão aplicada. A parede das células formadas apresenta-se de forma espessa e mal definida.

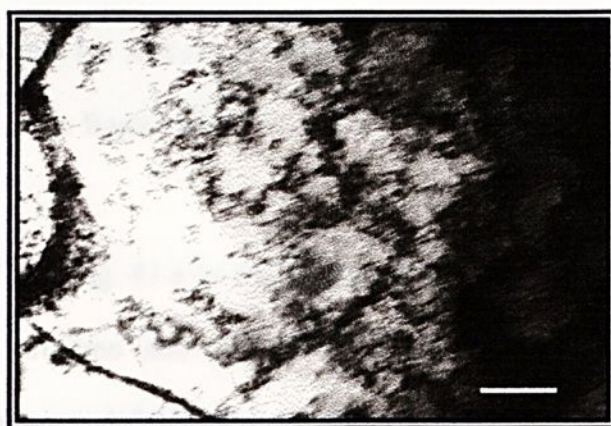


Figura 43 - Micrografia em MET do aço IF-Ti mostrando o início da formação do arranjo celular de discordâncias com paredes mal definidas. Barra: 1 μ m.

Em quase todos os ensaios realizados foi observada a formação de um arranjo celular com paredes apresentando pouca definição. Um pequeno

aumento na tensão em relação à condição anterior contribuiu pouco na definição de células definidas, conforme apresentado na Fig. 44.



Figura 44 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando um pequeno acréscimo no número de células de discordâncias com paredes pouco mais finas. Barra: 1 μ m.

Nas Fig. 43 e 44 foi observado um pequeno aumento no número de discordância próximo aos contornos de grão em relação às condições anteriores com menores deformações, conforme apresentado na Fig. 44.

4.5.2 - Nucleação e propagação de trincas em aço IF-Ti por tração *in situ*

Como mencionado anteriormente, quando da descrição dos procedimentos experimentais, os corpos-de-prova para ensaios de tração *in situ* foram confeccionados com um furo central. A região ao redor do furo central é a

região mais fina do corpo de prova, sendo, assim, transparente ao feixe de elétrons.

A Fig. 45 apresenta o furo central de um corpo de prova no qual duas trincas foram nucleadas com o aumento da deformação. Nem todas as trincas nucleadas propagaram-se.

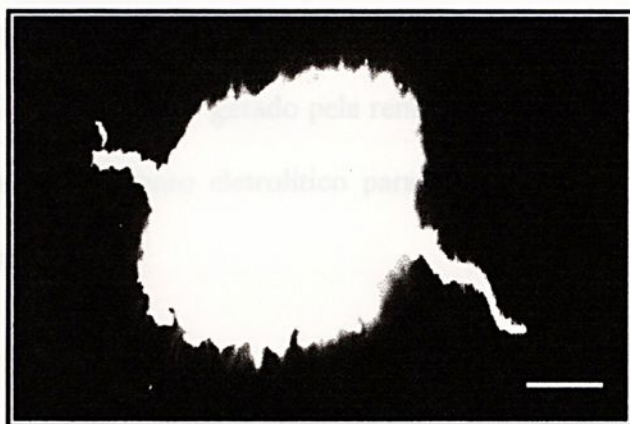


Figura 45 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti apresentando o aspecto do furo central do corpo de prova para ensaio de tração *in situ* em aço IF-Ti. Barra: 60 μ m.

Com o aumento da deformação, algumas trincas nuclearam-se nos vazios deixados pela remoção involuntária do precipitado durante afinamento do corpo de prova, conforme ilustrado pela Fig. 46.

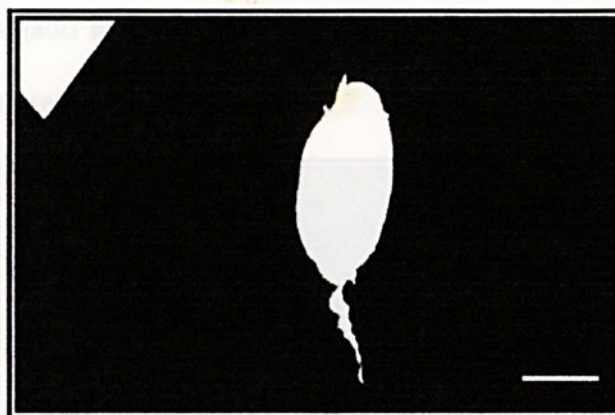


Figura 46 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a nucleação de uma trinca em vazio gerado pela remoção de um precipitado durante a etapa de polimento eletrolítico para a obtenção do corpo de prova. Barra: 60 μm

A nucleação de trincas nas regiões mais finas ao redor do furo central do corpo de prova é atribuída ao fato de que a resistência nas regiões finas é menor que as forças coesivas na interface entre o precipitado e a matriz ferrítica.

A Fig. 47 ilustra uma região bem próxima ao furo central do corpo de prova, onde uma trinca nucleou no momento do registro da micrografia. A nucleação ocorreu numa região isenta de precipitados embora as regiões com precipitados sejam mais propícias para a nucleação de trincas, pela existência de emaranhados de discordâncias ancoradas na interface precipitado/ferrita.

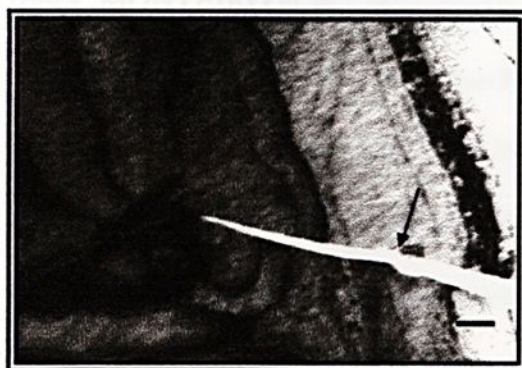
As trincas nucleadas ao redor do furo central propagaram-se em direção aproximadamente perpendicular ao eixo da tensão aplicada. Como o

material foi carregado sob a condição de tensão plana, a deformação ocorreu em planos de máxima tensão de cisalhamento.

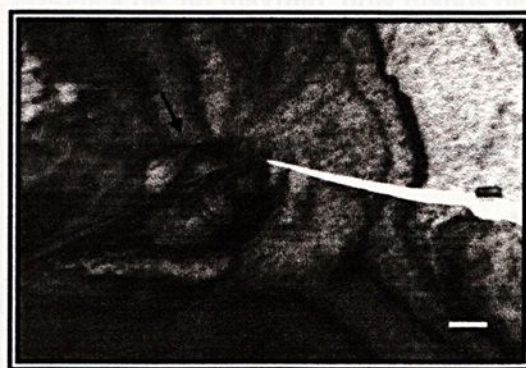


Figura 47 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a nucleação de uma trinca numa região ao redor do furo central. Barra: $1\mu\text{m}$.

A Fig. 48 (a) mostra uma trinca aguda no início da propagação onde a mesma cisalhou um precipitado e não mudou sua direção de propagação.



(a)



(b)

Figura 48 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti. (a) início de propagação de uma trinca aguda que cisalhou um precipitado (seta). (b) melhor detalhe da zona plástica formada à frente da ponta da trinca. Barras: $0,5\mu\text{m}$.

A propagação da trinca em regiões finas do corpo de prova ocorreu pelo mecanismo de emissão de discordâncias pela ponta da trinca. A emissão dessas discordâncias foi a responsável pela formação da zona plástica. O tamanho da zona plástica foi função direta da quantidade de discordâncias emitidas da ponta da trinca. As discordâncias geradas pela ponta da trinca movimentam-se para fora da área próxima à ponta da trinca devido à presença de forças repulsivas. A Fig. 48 (a) mostra a zona plástica formada à frente da ponta da trinca aguda. A zona plástica no aço IF-Ti foi observada por diferença de contraste. A Fig. 48 (b) mostra a zona plástica com maior detalhe. O aumento da tensão, fez com que a ponta da trinca emitisse mais discordâncias, aumentando o tamanho da zona plástica.

As Fig. 49 e 50 apresentam, respectivamente, as linhas de deslizamento ao lado da trinca e as linhas de deslizamento à frente da ponta da trinca. MONTEIRO et al⁶⁷ constataram a presença de, no máximo, dois planos de deslizamento que ativaram a propagação da trinca em liga Al-7050.

No caso deste trabalho, somente alguns dos planos inclinados à frente da ponta da trinca foram ativados favorecendo a propagação da trinca. A Fig. 49 mostra as bandas de deslizamento perpendicularmente à parede da trinca. A Fig. 50 mostra dois planos de deslizamento inclinados à frente da ponta da trinca. A direção de deslizamento foi [111] para os dois planos inclinados. Esses planos apresentaram-se paralelos ao feixe de elétrons. É importante ressaltar que no aço IF investigado não foram observadas zonas livres de discordâncias, conforme observado por MONTEIRO et al⁶⁷.





Figura 49 - Micrografia em MET do aço IF-Ti mostrando as linhas de deslizamento inclinadas na lateral da trinca . Barra: $0,3\mu\text{m}$.



Figura 50 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando os planos de deslizamento inclinados (setas) em relação à ponta da trinca. Barra: $0,3\mu\text{m}$.

A Fig. 51 mostra a propagação em planos de deslizamento que foram ativados, mostrados pela Figura 50.

Em todos os casos de propagação observada ocorreu observação de

borbulhamento de ar e de oxigênio à frente da ponta da trinca. Esse

fenômeno é causado pela emissão de bolhas de gás da ponta da trinca, conforme



Figura 51 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a trinca propagando-se em alguns planos que foram ativados. Barra: 1 μ m.

No ensaio *in situ*, a propagação de uma trinca aguda e a formação de discordâncias, paralelas à frente da trinca nos planos de deslizamento inclinados em relação à ponta da trinca, são informações características do modo III de deformação. Não foi possível avaliar se as discordâncias geradas pela ponta da trinca foram em cunha ou hélice, pelo fato de o aço ser magnético e prejudicar o contraste final das imagens obtidas. No entanto, as características observadas no presente trabalho também foram observadas por JAGANNADHAM E WILSDORF⁸², que ensaiaram, por tração *in situ*, materiais dúcteis com estrutura “c.c.c” e com baixa energia de falha de empilhamento, constatando o modo III de deformação à frente da ponta da trinca em regiões finas.

Em todos os corpos de prova ensaiados ocorreu efervescência ou borbulhamento de anéis de discordâncias à frente da ponta da trinca. Esse fenômeno é causado pela emissão de discordâncias da ponta da trinca, conforme

ilustrado pelas Fig. 52 e 53. Não foram observadas, dentro da zona plástica, zonas livres de discordâncias.



Figura 52 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a floresta de discordâncias na zona plástica formada à frente da ponta da trinca. Barra: 0,25 μ m.

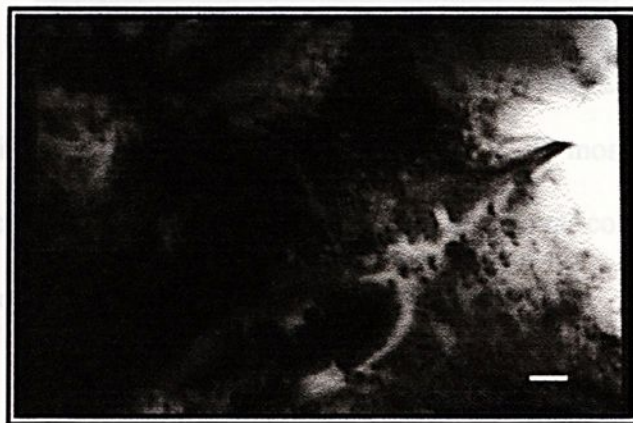


Figura 53 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando o interior da zona plástica apresentada pela Fig. 52. Barra: 0,8 μ m.

Quando a trinca alcançou regiões espessas do corpo-de-prova, ocorreu a propagação da trinca segundo o modo I de deformação. Observou-se

que o deslocamento fornecido pelas discordâncias foi paralelo à frente da trinca. Foram observados os mesmos planos inclinados à frente da ponta da trinca com a mesma direção de deslizamento de regiões finas do corpo-de-prova.

A Figura 54 mostra a ponta da trinca na região espessa do corpo-de-prova apresentando a emissão de discordâncias da ponta da trinca formando a efervescência de discordâncias na zona plástica.

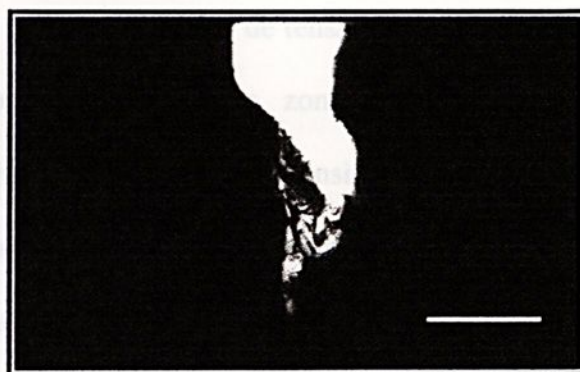


Figura 54 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a ponta da trinca em região espessa do corpo de prova com a emissão das discordâncias gerando efervescência. Barra: 2 μ m.

OHR⁶² apresentou um modelo para explicar a mudança de modo III para modo I. Na frente e nas laterais da ponta da trinca, em regiões finas, a condição de tensão plana é predominante. Nas regiões mais espessas do corpo-de-prova, o estado de tensão aproxima-se da condição de deformação plana. Portanto, o corpo de prova desloca-se perpendicularmente à direção de

propagação da trinca promovendo o deslocamento da abertura da trinca por deformação plástica.

Nas regiões espessas do corpo-de-prova, a trinca iniciou um processo de arredondamento passando a emitir discordâncias em planos de deslizamentos inclinados em relação à ponta da trinca formando a zona plástica. A trinca arredondou, conforme mostrado na Fig. 55, e cessou seu avanço sendo que a ponta da trinca não emitiu discordâncias, durante um determinado instante, com a aplicação da tensão. Segundo OHR⁶², na região mais espessa, os emaranhados de discordâncias reduzem o campo de tensão na ponta da trinca, suficientemente para cessar a propagação. Sem a zona livre de discordâncias, conforme mencionado anteriormente, o fator de intensidade de tensão local tende a zero e a trinca não propaga pois não há energia elástica para a propagação. Somente com o afinamento da região à frente da ponta da trinca é que ocorre a formação de microvazios devido à deformação plástica, particularmente devido a emaranhados de discordâncias pertencentes aos planos inclinados que foram ativados. Com a formação dos microvazios, ocorreu a ligação destes com a trinca pré-existente. Essas observações são consistentes com trabalhos realizados por OHR⁶², ALARCON⁶⁴ e WILSDORF & JANNADHAM⁸². Em regiões espessas, a trinca se propagou perpendicularmente em relação ao eixo de tensão aplicado na forma de zigue-zague. A formação dos microvazios ocorreu nos planos de deslizamento mostrados na Fig. 50, com alta densidade de discordâncias, fazendo com que a trinca coalescesse nesses planos inclinados.



Figura 55 - Micrografia eletrônica (MET) do aço IF-Ti mostrando a ponta da trinca arredondada em região espessa do corpo-de-prova. Barra: 0,5 μ m.

A Fig. 56 mostra a seqüência de propagação da trinca em zigue-zague, por arredondamento e coalescência da trinca preexistente com os microvazios.

Figura 56 - Micrografia do aço IF-Ti mostrando a seqüência de propagação da trinca na região espessa do corpo de prova. Observa-se que, com o avanço da deformação, conforme visto nas Fig de "a" e "f", ocorre a propagação em zigue-zague da trinca, sendo que à frente da trinca ocorre a formação de microvazios que coalescem entre si para posterior coalescência com a trinca preexistente. Barra: 0,5 μ m.

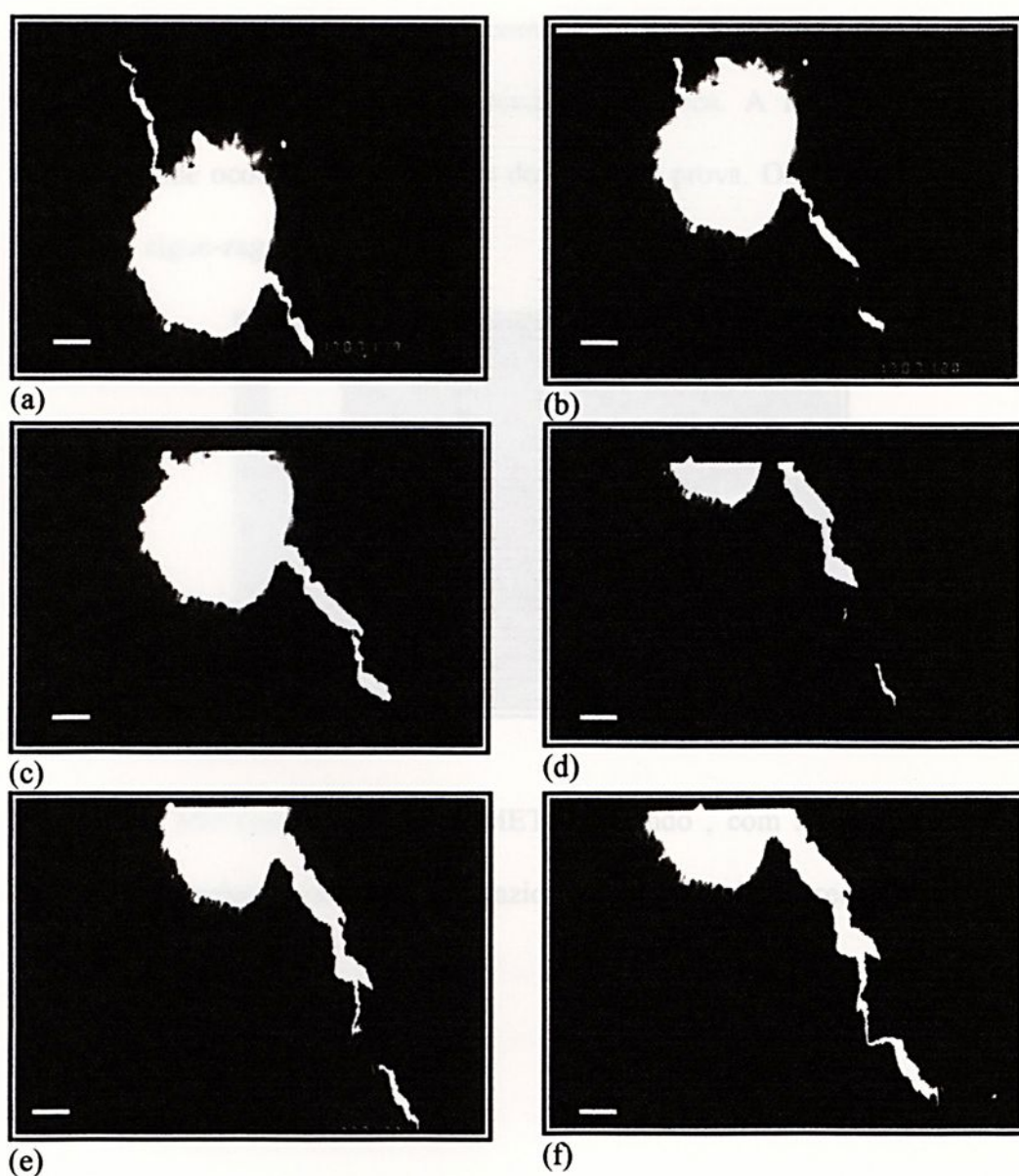


Figura 56 - Micrografia do aço IF-Ti mostrando a seqüência de propagação da trinca na região espessa do corpo de prova. Observa-se que, com o avanço da deformação, conforme visto nas Fig de "a" a "f", ocorre a propagação em zig-zague da trinca, sendo que à frente da trinca ocorre a formação de microvazios que coalescem entre si para posterior coalescimento com a trinca preexistente. Barras: 60 μ m.

A Fig. 57 mostra, com maior ampliação, o coalescimento de microvazios à frente da ponta arredondada da trinca. A Fig. 58 apresenta o momento onde ocorreu o rompimento do corpo de prova. Observa-se o perfil da trinca em zigue-zague .

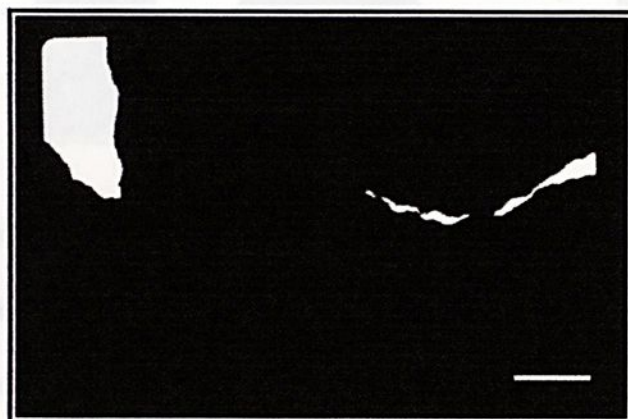


Figura 57 - Micrografia obtida em MET mostrando , com maior ampliação, o coalescimento de microvazios à frente da trinca preexistente. Barra: 60 μ m.

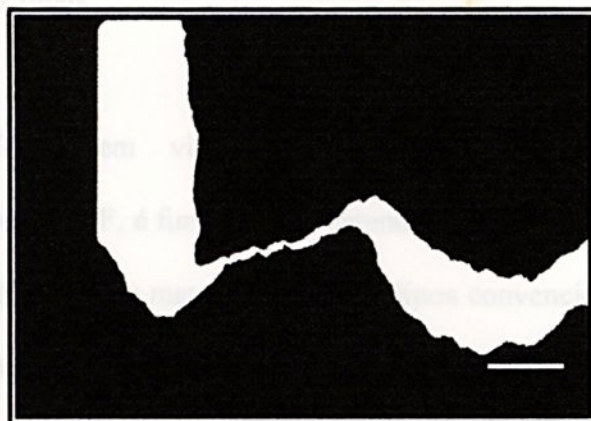


Figura 58 - Micrografia obtida em MET mostrando, o rompimento do corpo de prova. Observa-se o perfil da trinca com formato em zigue-zague. Barra: 60 μ m.

A propagação da trinca em zigue-zague, com nucleação de microvazios e coalescimento, justifica o modo de fratura dúctil apresentando microcavidades profundas. Resultados semelhantes quanto ao modo de propagação em zigue-zague por coalescimentos de microvazios, em regiões espessas, também foram obtidos, em corpos-de-prova compactos, por HANDERHAN & GARRISON⁸³, KNOTT⁸⁴ E CLAYTON & KNOTT⁸⁵, e em corpos-de-prova finos, por ALARCON⁶⁴ e OHR⁶².

4.6 - Considerações finais

Tendo em vista as características peculiares de alta estampabilidade dos aços IF, é fundamental entender de que maneira o material se deforma e encrua. No caso de materiais policristalinos convencionais, esse estudo é complicado em razão da complexidade dos mecanismos envolvendo discordâncias que não atuam de forma regular e homogênea.

Neste trabalho, foi utilizado um microscópio eletrônico de transmissão, como ferramenta de diagnóstico, para observação direta dos defeitos cristalinos e microtrincas e foram feitos também experimentos dinâmicos “*in situ*” para observar os deslizamentos de discordâncias durante a deformação, bem como a nucleação e propagação de trincas.

Foi constatada homogeneidade das discordâncias e das células formadas durante a deformação, que pode vir a ser a explicação para a alta conformabilidade desses aços. Da mesma forma, constatou-se que a trinca, uma vez nucleada, propagou-se em “zigue-zague” pela emissão de discordâncias pela ponta da trinca com posterior formação e coalescimento de microvazios à sua frente em planos de deslizamentos ativados e inclinados em relação à ponta da trinca. Nessas constatações reside o mérito deste trabalho.



CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES

1. As características observadas no início do processo de deformação por tração monotônica convencional sugerem que o aço IF-Ti deforma homogeneamente ao contrário de outras ligas policristalinas.
2. A nucleação de microtrincas no aço IF-Ti, por tração *in situ*, iniciou-se em regiões mais finas ao redor do furo central do corpo de prova e a propagação da trinca em regiões finas do corpo de prova ocorreu segundo o modo III de deformação e em regiões mais espessas, segundo o modo I de deformação.
3. A propagação da trinca ocorreu em forma de “zigue-zague”, pela ativação de planos de deslizamentos, inclinados em relação à ponta da trinca, na direção [111]. A trinca propagou-se emitindo discordâncias de sua ponta, formando assim a zona plástica.
4. Em regiões espessas do corpo de prova, observou-se que à frente da ponta da trinca, ocorreu a formação de microvazios que coalesceram durante a aplicação da carga, unindo-se à trinca preexistente.
5. A nucleação e a propagação das trincas nos corpos-de-prova finos apresentaram as mesmas características para os corpos de prova compactos.



6. A técnica de deformação *in situ* mostrou ser de boa representatividade no estudo de nucleação e propagação de trincas.

1. Avaliar o efeito da composição química, distribuição e tamanho dos precipitados na nucleação e propagação de trincas em aços IF-Ti.

2. Avaliar, para materiais com menor ductilidade, se os ensaios de deformação *in situ* para corpos-de-prova flexão são representativos em relação aos corpos-de-prova compactos.

3. Estudar o comportamento plástico na ponta e ao redor da trinca para os aços IF-Ti.

4. Estudar o efeito do elemento estabilizante do aço IF na nucleação e propagação de trincas.

5. Avaliar as tensões à frente da ponta da trinca, próximos aos emaranhados de discordâncias nos precipitados dissolvidos na matriz ferrítica.

CAPÍTULO 6 - SUGESTÕES PARA NOVOS TRABALHOS

1. Avaliar o efeito da composição química, distribuição e tamanho dos precipitados na nucleação e propagação de trincas em aços IF-Ti.
2. Avaliar, para materiais com menor ductilidade, se os ensaios de deformação *in situ* para corpos-de-prova finos são representativos em relação aos corpos-de-prova compactos.
3. Estudar o comportamento plástico na ponta e ao redor da trinca para os aços IF-Ti.
4. Estudar o efeito do elemento estabilizante do aço IF na nucleação e propagação de trincas.
5. Avaliar as tensões à frente da ponta da trinca, próximos aos emaranhados de discordâncias nos precipitados dispersos na matriz ferrítica.



CAPÍTULO 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. FRUEHAN, R. J. Ironmaking and Steelmaking, v.1, p. 33-38, 1976.
2. IRIE, T. et al. Development of Extra-Deep Drawing Sheet Steels with Nb-Bearing Interstitial-Free. In: BAOSTEEL INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 1, 1994, s.l. Proceedings...s.l.: s.n., 1994. p. 22-38.
3. USHIODA, K. et al. Application of Ultra-Low Carbon Steel to the Development of Super-Formable Sheet Steels Solution-Hardened High Strenght Sheet Steel and Bake-Hardenable Sheet Steels. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALURGY OF IF STEELS, 1, 1994, s.l. Proceedings...s.l.: s.n., 1994. p.227-44.
4. BLECK, W., BODE, R., HAHN, F. J. Interstitial-Free Steels: Processing Properties and Application. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.l. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 73-90.
5. APARICIO, L.R., GARCIA, C. I., DeARDO, A . J. Hot Deformation Behavior of Interstitial-Free Steels. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON LOW-CARBON STEEL FOR THE 90's, 1, 1993, s.l. Proceedings...s.l.: R. Asfahini and G. Tither (ed.), 1993. p. 419-26.



6. PRADO, M.C., Desenvolvimento de Aços Interstitiais Free (IF) - pela USIMINAS, Seminário COLAM-ABM, 1991.

7. FUGITA, H. Present Achievement and Future Prospects of *In Situ* Experiments with High Voltage Electron Microscopes. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 1-24.

8. ICHIHARA, M., SUZUKI K, TAKEUCHI, S. Liquid Helium Deformation Stage and Its Application to BCC Metals. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 25-32.

9. BEUERS, J. *et al.* Dislocation Motion during Early Stage Deformation in Beryllium and Its Related Phenomena. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 33-40.

10. HWANG, Y. S. CHEN, H. C. Effect of Nb Content on Deep Drawability of Nb and Ti-added Extra-Low Carbon Cold-Rolled Sheet Steels. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON LOW-CARBON STEEL FOR THE

- 90's, 1, 1993, s.1. Proceedings...s.1.: R. Asfahani and G. Tither (ed.), 1993. p. 475-80.
11. WILSHYNSKY, D. O. , MATLOCK, D. K., KRAUSS, G. Microstructure and Mechanical Properties of Interstitial Free Steel Sheet with Different Stabilizing Additions. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.1. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradhan (ed.), 1990. p. 247-61.
12. JONAS, J. J., URABE, T. Oriented Nucleation and Selective Growth During the Annealing of IF Steels. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALLURGY OF IF STEELS, 1, 1994, s.1. Proceedings...s.1: s.n., 1994. p. 77-94.
13. FEKETE, J. R., STRUGALA, D. C., YAO, Z. Advanced Sheet Steels for Automotive Applications. Journal of Metals, v.10, p. 17-21, 1992.
14. TITHER, G., GARCIA, C. I., HUA, M., De ARDO, A. J. Precipitation Behavior and Solute Effects in Interstitial-Free Steel. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALLURGY OF IF STEELS, 1, 1994, s.1. Proceedings...s.1: s.n., 1994. p. 293-22.

15. TAKECHI, H. Metallurgical Aspects on Interstitial-Free Sheet Steels from Industrial Viewpoints. ISIJ INTERNATIONAL, v. 34, p. 1-8, 1994.
16. BORDIGNON, P. J. P. Microliga em Chapas de Aço para a Indústria Automobilística. In: SEMINÁRIO SOBRE CHAPAS METÁLICAS PARA A INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA, 1, 1992, São Paulo. Anais... São Paulo: ABM, 1992. p.147-61.
17. GUPTA, I., BHATTACHARYA, D. Metallurgy of Formable Vacuum - Degassed Interstitial Free Steel. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.l. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 44-71 .
18. BINGYU, K. *et al.* Effect of Metallurgical Process on the Properties of IF Sheet Steel. In: BAOSTEEL INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 1, 1994, s.l. Proceedings...s.l.: s.n, 1994. p. 39-51.
19. KOBAYASHI, H. Development of IF High Strength Hot Rolled Strip. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.l. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 371-85 .

20. NILSSON, K. I., JOHANSSON, E. Development of IF-Steels on Ultra-Low-Carbon Basis for EDDQ and High-Strength Applications using Continuous-Annealing (CAL) and Hot-Dip Galvanized Lines. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.l. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 143-60.
21. AKBARI, G. H., SELLARS, C. M., WHITEMAN J. A. Microstructural Development During Warm Rolling of an IF Steel. Acta Materialia, v.45, nº 9, p.5047-57, 1998.
22. HAYAKAWA Y., SZPUNAR J. A. A Comprehensive Model of Recrystallization for Interstitial Free Steel. Acta Materialia, v. 45, nº 9, p. 3721- 29, 1998.
23. TSUNOYAMA, K. *et al.* Effect of Lowering Sulfur Content in Ti-Added Deep-Drawable Hot and Cold Rolled Sheet Steels. In : HOT & COLD ROLLED SHEET STEELS, 1, 1994, s.l. Proceedings...s.l.: s.n, 1988. p. 155-164.
24. PRADHAM, R. Cold-Rolled Interstitial-Free Steels: A Discussion of Some Metallurgical Topics. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALLURGY OF IF STEELS, 1, 1994, s.l. Proceedings...s.l.: s.n., 1994. p. 165-78.

25. MEYER, L., BLECK, W., MÜSCHENBORN, W. Product-Oriented IF Steel Design. In: INTERNATIONAL FORUM FOR PHYSICAL METALLURGY OF IF STEELS, 1, 1994, s.1. Proceedings...s.1.: s.n., 1994. p. 203-22.
26. DOWLING N. E. Mechanical Behavior of Materials : Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue. 1 ed., New Jersey: Prentice-Hall International, 1993. 773p.
27. CALLISTER W. D. Materials Science and Engineering. 3ª ed., John Wiley & Sons. 1994. 791p.
28. CAHN R. W., HAASEN P. Physical Metallurgy. 4 ed, North - Holland. 1996. p. 1833-77.
29. REED-HILL, R. E. Princípios de Metalurgia Física. 2 ed., Rio de Janeiro: Guanabara Dois. 1982. 633p.
30. DIETER G. E. Metalurgia Mecânica. 2ª ed. Rio de Janeiro, 1981. 613p.
31. PADILHA A. F. Materiais de Engenharia : Microestrutura e Propriedades. 1 ed. São Paulo : Hemus. 1997. 349p.

32. MATERIALS CHARACTERIZATION. ASM HANDBOOK. 3 ed. Ohio: ASM INTERNATIONAL, 1995, v.10 , 1986. 760p.

33. KESTENBACH H. J. Transmission Electron Microscopy of Steels. Acta Microscopica, v.6, p. 12-15, 1996

34. PUTATUNDA S. *et al.* Fatigue Crack Growth Behavior of High Strength IF Steels. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON LOW-CARBON STEELS FOR THE 90's, 1, 1993, s.1. Proceedings... s.l.: R Asfahani and G. Tither (ed.), 1993. p. 453-64.

35. OSAWA K., SATOH S., OBARA T. Recrystallization Behavior of Extra-Low Carbon Cold-Rolled Sheet Steels During Continuous Annealing. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.1. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 181-95.

36. ECUYER *et al.* Electron Microscopy of Hot- Dip Zinc-Iron Coating. In: CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 512-13.

37. CHEN M., WANG S., KE J. TEM Study of Fine Carbide Precipitates and Dislocation Cell Structure. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR

- ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 904-905.
38. WITTIG J. E., Dynamic Observation of Dislocation Generation in Rapidly Solidified Titanium - 4% wt Cerium. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 540-41.
39. SAKA H. Defect Fine Structures as Observed By In Situ Experiments. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 458-59.
40. LEE T. C., ROBERTSON I. M., BIRNBAUM H. K. An In Situ TEM Study on the Slip Activation Across Grain Boundaries. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 542-43.
41. HOLZÄPEL E., PHILLIP F., WILKENS M. On the Interpretation of Dislocation-Loop Growth During In-Situ High-Voltage Electron Microscopy. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 532-33.

42. KARNTHALER H. P., WAITZ T. In Situ Investigation of the FCC to HCP Martensitic Phase Transformation in CoNi. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 546-47.

43. SINCLAIR R. In Situ High - Resolution Electron Microscopy. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 512-13.

44. ROBINSON J. M. In-Situ Deformation of Aluminium Alloy Polycrystals Observed by High-Voltage Electron Microscopy. Materials Science, A203, p. 238-45, 1995.

45. BUTHER E. P., HALE K. F. Dynamic Experiments in the Electron Microscope. 1ª Ed. Cambridge: North Holland, 1981. 449p.

46. KIRITANI M. History, Present Status and Future of Electron Radiation Damage Study of Materials by High Voltage Electron Microscopy. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 183-98.

47. MESHII M. In Situ Studies of Irradiation Effects in ANL HVEM. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 233-43.
48. NAKAI K., KINOSHITA C., KITAJIMA S. Homogeneous Radiation-Induced Phase Transformations in Cu-Be and Fe-Mo Alloys. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 219-23.
49. YOSHIDA N., MURAKAMI H., MUROGA T. Point Defect Behavior and Microstructural Evolution in Stainless Steel under HVEM Irradiations. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 225-28.
50. YOSHIDA H., TAKEDA M., HASHIMOTO H. Atomic Lattice Imperfection in Nb_3Sn . In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 229-32.



51. SHIRAISHI K., KATANO Y. Microstructural Evolution in Electron-Irradiated Austenitic Stainless Steels . In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 251-54.
52. KOHYAMA A., IGATA N. Cavity and Growth in Ferritic Steels by Electron and/or Iron Irradiation. In: IN SITU EXPERIMENTS WITH HIGH VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPES, 1, 1986, Osaka: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, 1986. p. 265-69.
53. KENNETH S. In-Situ Observations of Microvoid Coalescence: Stacking Fault Energy Effects. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 520-521.
54. MASSERSCHMIDT U. In Situ Straining Experiments in the TEM. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 518-19.
55. WESTMACOTT K. H. In-Situ Studies in the High-Voltage Electron Microscope. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON

MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 504-5.

56. HOSHINO et al. In-Situ Observation of Partial Dislocation Motion during Transformation in a Fe-Mn-Si Shape Memory Alloy. Materials Transaction, v. 33, Nº 3, p. 253-62, 1992.

57. FUKUDA T. Nucleation and Self- Accommodation of the R-phase in Ti-Ni Alloys. Materials Transaction, v. 33, Nº 3, p. 271-77, 1992.

58. FUJITA et al. In-Situ Observation of Strain-Induced Martensitic Transformation in Fe-Cr-Ni Alloys. Materials Transaction, v. 33, No 3, p. 243-52, 1992.

59. MARTIN J. L. In - Situ Straining Experiments Between 30 K and 1000 K in High Voltage Electron Microscopy. Materials Transaction, v. 33, No 3, p. 491-98, 1992.

60. OBER R. A Study of Carbide Precipitation in Ausworked 420 Sainless Steel Using TEM. Materials Transactions, v. 33, No 3, p. 253-262, 1992.

61. HUANG et al. In Situ TEM Observation of Dislocation Emission, Multiplication and Motion Induced by Anodic Dissolution in Type 310

- Stainless Steel. Journal of Materials Science & Technology. v.12, p. 215-218, 1996.
62. OHR S. M. An Electron Microscopy Study of Crack Tip Deformation and its Impact on the Dislocation Theory Fracture. Materials Science and Engineering, v.72, p. 1-35, 1985.
63. CHEN et al. The In-Situ Observations of Microcrack Nucleation and Bluntness in Ductile Fracture. Scripta Metallurgica et Materialia. v.30, Nº 10, p. 1355-58, 1994
64. ALARCON O. E. *Influência do Tratamento Termomecânico na Microestrutura, no Comportamento Mecânico e no Mecanismo de Fratura de uma Liga de Alumínio 7050-T76*. Unicamp, 1988. 246p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas.
65. ZHOU et al. Molecular Dynamics Simulations of DFZ. Acta Materialia. v. 45, p. 4993-3, 1997.
66. ZACHAROPOULOS et al. Dynamics Simulation of Dislocation Microstructures in Mode III Cracking. Acta Materialia. v. 45, no 5, p. 3745-63, 1997.

67. MONTEIRO W. A. , ALARCON O. E., NAZAR A. M. M. *In-Situ* Observation by TEM of the Deformation and Fracture Micromechanisms in 7050 Aluminium Alloy. In: INTERNATIONAL CONGRESS FOR ELECTRON MICROSCOPY, 12, 1990, San Francisco. Proceedings... San Francisco: San Francisco Press, 1990. p. 520-21.
68. McMECKING R. Plastic Flow Instability at Crack Tips. *Acta Metallurgica*, v.23, p.91- 28, 1996.
69. NEUMANN P. Plastic Processes at Crack Tips. *Acta Metallurgica*, v.23, p.63- 84, 1996.
70. XU et al. The Dislocation Structure of Crack Tip Plastic Zones in a Cobalt Base Superalloy. *Materials Letters*. v.36, p. 218-22, 1998
71. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING & MATERIALS. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]: ASTM E8M -89b. Philadelphia: 1989. 14p.
72. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING & MATERIALS. Standart Test Method for Plastic Strain Ratio r for Sheet Metal.: ASTM E517 - 92a. Philadelphia: 1992. 6p.

73. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Chapas Finas a Frio de Aços-Carbono para Estampagem: NBR 5915. Rio de Janeiro: ABNT, 1984. 7p.
74. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING & MATERIALS. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size: ASTM E112-96 . Philadelphia: 1996. 22p.
75. GOODENOW R. H., HELD J. F. Recrystallization of Low - Carbon Titanium Stabilized Steel. Metallurgical Transactions, v.1, p. 2507-15, 1970.
76. TOKUNAGA et al. Effect of Combined Addition of Nb and Ti on the Mechanical Properties of Extra Low Carbon Steel Sheets. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.1. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 91-108.
77. TSUNOYAMA et al. Recents Advances in IF Steels for Formable Cold-Rolled Sheet Applications. In: METALLURGY OF VACUUM-DEGASSED STEEL PRODUCTS, 1, 1990, s.1. Proceedings... Warrendale Pennsylvania: R. Pradham (ed.), 1990. p. 127-41.
78. PEREIRA M. S. Influência do Processamento Termomecânico na Estrutura e nas Propriedades Mecânicas de um Aço ULC - IF. Unicamp, 1998. 169p. Tese



(Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica,
Universidade Estadual de Campinas.

79. TAKESHI J. Development in High-Strength Hot and Cold Rolled Steel for Automobile Applications. In: HOT & COLD ROLLED SHEET STEELS, 1, 1988, s.l. Proceedings... s.l.: s.n., 1988. p.1117-138.
80. BRESSIANI E. *et al.* Conformação Plástica dos Metais. 4 ed., Campinas: Editora da Unicamp, 1991. 385p.
81. WILSDORF H. G. F. The Ductile Fracture of Metals: A Microstructural Viewpoint. Materials Science and Engineering, v.59, p. 1-39, 1983.
82. JAGAMADHAM K., WILSDORF G. F. Dislocation of Ductile Plastic Crack Tips: *In -Situ* TEM Observation. Materials Research Innovations, v.1, i4, p. 254-264, 1998.
83. HANDERHAN K. J., GARRISON W. M. A Study of Crack Tip Blunting and the Influence of Blunting Behavior on the Fracture Toughness of Ultra High Strength Steels. Acta Metallurgica, v.40, Nº 6, p.1337-55, 1992.
84. KNOTT J. F. Micromechanism of Fibrous Crack Extension in Engineering Alloys. Materials Science, p. 327-35, 1980.

85. CLAYTON J.Q., KNOTT J.F. Observation of Fibrous Fracture Modes in a Prestrained Low-Alloy Steel. *Metal Science*, p. 63-71, 1976.



