

ROBERTO MASATO ANAZAWA

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE UM
AÇO 300M COM MICROESTRUTURA MULTIFÁSICA

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

Orientador: Prof. Dr. Antonio Jorge Abdalla

Co-orientador: Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto

Guaratinguetá

2007

DADOS CURRICULARES

ROBERTO MASATO ANAZAWA

NASCIMENTO	08/04/1957 – FLÓRIDA PAULISTA, SP
FILIAÇÃO	Keniti Anazawa Sakae Anazawa
1976 – 1981	Bacharel em Física Instituto de Física – Universidade de São Paulo São Paulo - SP
1982 - 1984	Mestrado em Física Nuclear Instituto de Física – Universidade de São Paulo São Paulo - SP

Em memória ao meu pai Keniti Anazawa.

À Sueli, minha adorada esposa.

Ao meu filho Luan.

Ambos, cada um à sua maneira,
com muito amor e apoio, mostraram-me como eu poderia tornar mais
tranquilo o processo de busca de ampliação de meus conhecimentos.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador e amigo Prof. Dr. Antonio Jorge Abdalla, por encaminhar para essa área de Engenharia de Materiais. Muito obrigado também pela amizade, disposição e entusiasmo na orientação deste trabalho.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto, pela amizade e por me abrir as portas desta casa e me acolher na sua equipe de trabalho nestes anos de aprendizado.

Ao Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira, pelos ensinamentos acadêmicos, pelas sugestões, apoio, discussões muito úteis, e mais que tudo, pela grande amizade demonstrada.

Ao IEAV/CTA, na pessoa dos chefes das divisões EFO e EAH: Dr. Carlos Schwab, Ten. Cel. Eng. André César da Silva e Dr. Alberto Monteiro dos Santos, pela flexibilidade dispensada para a condução desta pesquisa.

Ao amigo e Prof. Dr. Antonio Carlos da Cunha Migliano, pela disponibilização do Laboratório de Medidas Eletromagnéticas do IEAv/CTA para a realização das medidas magnéticas.

Ao amigo Leonardo Violim Lemos, pela dedicação e auxílio na automatização da aquisição de medidas magnéticas.

Aos alunos de iniciação científica Natali de Siqueira Souza e Thierry Zulske Penteado, pelo apoio oferecido nos ensaios mecânicos, preparação de amostras e metalografia e aquisição de dados.

A amiga e aluna de iniciação científica Gabriela Reis Carrer, pela ajuda na preparação de amostras, dados de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e de difratometria de raios X. Ainda, pelo exemplo de dedicação e luta demonstrado durante o seu trabalho e pela grandeza. Amiga antes de tudo e para sempre.

Ao meu amigo Marcelo Soares Amorim, pelo auxílio na elaboração da tese, principalmente nos desenhos e figuras.

Ao meu amigo Aluisio Pinto da Silva, pela amizade e pelo grande apoio na análise de imagens pelo software *Image J*.

Ao CTA/IAE/AMR, pelos tratamentos térmicos realizados, pelas micrografias realizadas no MEV, pelo Dr. Dalcy Roberto dos Santos, Edvaldo Faria Diniz e Rogério Duque Gonçalves.

Aos funcionários e técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP, pelo apoio e colaboração.

Ao amigo Walter Miyakawa pelos dados obtidos por microscopia de força atômica.

Ao DEMAR/EEL - USP, pelos ensaios mecânicos de tração e fadiga realizados, medidas de difratometria de raios X, em especial ao Prof. Dr. Carlos Antonio Reis Baptista, ao Prof. Dr. Paulo Suzuki, ao técnico Francisco Paiva e a aluna de iniciação científica Patrícia Pivato.

Aos funcionários da Biblioteca do IEAv/CTA, Anivaldo Ferreira de Lima Filho, Rosilene Maria de Mendonça, Célia Aparecida Ramos, Cristina Satiko e Diana do Espírito Santo, pela atenção sempre presente, rapidez e qualidade dos serviços na solicitação dos artigos e livros solicitados.

A todos os amigos da Divisão de EAH e EFO, pela amizade, pelo convívio no trabalho e momentos inesquecíveis.

Às funcionárias da Biblioteca da FEG/UNESP, pela dedicação e presteza e principalmente pela vontade de ajudar.

Aos funcionários da Secretaria do Programa de pós-graduação, pela dedicação, paciência e atenção no atendimento.

Por fim, a todos que direta ou indiretamente contribuíram para que este trabalho pudesse ser concretizado.

O valor das coisas não está no tempo que elas duram, mas na intensidade com que acontecem. Por isso existem momentos inesquecíveis, coisas inexplicáveis e pessoas incomparáveis.

Fernando Pessoa

Paciência e perseverança têm o efeito mágico de fazer as dificuldades desaparecerem e os obstáculos sumirem.

John Quincy Adams

ANAZAWA, R. M. Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica. 2007, 193 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Câmpus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

RESUMO

Os aços multifásicos são de grande interesse comercial e têm atraído a atenção, principalmente, da indústria automobilística devido a combinação de alta resistência e ductilidade. A fase austenita retida, presente nestes aços, tem sido objeto de especial interesse devido ao efeito TRIP, que contribui para a melhoria da tenacidade. Neste trabalho é utilizado o aço aeronáutico 300M e, com o objetivo de estudar a influência das fases sobre as propriedades mecânicas são realizadas as seguintes etapas: a otimização de rotas de tratamentos térmicos para a obtenção de uma microestrutura multifásica; caracterização microestrutural por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica e avaliação do envelhecimento de deformação à temperatura ambiente. A principal contribuição é a determinação da fração volumétrica da austenita retida por meio de medidas de saturação magnética através de curvas de histerese magnética. As frações volumétricas de austenita retida obtidas por medidas de magnetização são comparadas com as obtidas por difratometria de raios X e microscopia óptica após ataques químicos de metabissulfito de sódio. Os resultados obtidos por microscopia óptica e pelo método magnético apresentam boa concordância com os valores encontrados na literatura. A alteração microestrutural devido aos tratamentos térmicos aplicados permite melhorias no limite de escoamento e resistência. Analisa-se, ainda, o efeito do envelhecimento por deformação à temperatura ambiente. Os resultados são surpreendentes, ocorrendo um aumento no limite de escoamento em até 87%, devido à associação do envelhecimento por deformação com o efeito TRIP.

PALAVRAS-CHAVE: aço 300M, aços multifásicos, caracterização microestrutural.

ANAZAWA, R. M. **Mechanical and microstructural characterization of 300M multiphase microstructure steel.** 2007, 193 p. Thesis (Doctorate in Mechanical Engineering) – College of Engineering, Campus of Guaratinguetá, São Paulo State University, Guaratinguetá, 2007.

ABSTRACT

The multiphase steels are of great commercial interest and have attracted attention mainly of the automobile industry due to the combination of their high strength and ductility. The retained austenite phase present in these steels has been object of special interest due to TRIP effect contribution for the improvement of the toughness. In this work the influence of the phases of the aircraft 300M steel is carried out by the optimization of heat treatments routes to obtain multiphase microstructure. Microestructural characterization is evaluated by optical microscopy, scanning electronic microscopy, atomic force microscopy and analysis of the deformation ageing at room temperature. The main contribution is the determination of retained austenite volume fractions from magnetic hysteresis curves. These values are compared with x-ray diffraction data and optical microscopy after sodium metabisulfite etching, presenting good agreement with the literature. The microstructural alterations due the applied heat treatments also affect the yield strength and strength. The association of the deformation ageing and the TRIP effect resulted in a surprising increase of up to 87% in the yield strength.

KEYWORDS: 300M steel, multiphase steel, microstructural characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Foto do VLS	35
Figura 2	Desenho esquemático do VLS apresentando as principais empresas participantes do projeto.....	36
Figura 3	Ciclo térmico otimizado para o aço 300M.....	39
Figura 4	Plataforma comum para as classes C e PNGV.....	45
Figura 5	Ilustração da estrutura principal da carroceria de um veículo classe C Européia.....	46
Figura 6	Ilustração da estrutura principal da carroceria de um veículo classe PNGV.....	46
Figura 7	Diagrama deformação versus tensão dos aços TRIP e TWIP.....	50
Figura 8	Aço flexível como borracha.....	50
Figura 9	Evolução das teorias de endurecimento de aços de 1890 a 1903...	52
Figura 10	Relação entre alongamento total e limite de escoamento de várias categorias de materiais de alta resistência amplamente utilizados na estrutura de automóveis modernos	55
Figura 11	Relação entre o a relação resistência/alongamento e os mecanismos de aumento de resistência (F=ferrita, B=bainita, M=martensita).....	56
Figura 12	Representação esquemática do efeito TRIP.....	57
Figura 13	Curva tensão versus deformação para aços de baixo carbono apresentando envelhecimento.....	59
Figura 14	Representação esquemática das características microestruturais da formação da bainita.....	62
Figura 15	Ilustração esquemática da formação da bainita superior e bainita inferior.....	63
Figura 16	Micrografia da bainita superior.....	64

Figura 17 Floresta de discordâncias formado na interface bainita (região clara)/austenita (região escura).....	65
Figura 18 Microestrutura de bainita inferior.....	66
Figura 19 Transformação martensítica dentro da partícula de austenita.....	68
Figura 20 Ilustração esquemática das energias livres da austenita e martensita em função da temperatura	69
Figura 21 Diagrama Fe – C.....	71
Figura 22 Tratamentos térmicos e microestruturas dos (a) aços bifásicos e (b) aços TRIP.....	73
Figura 23 Fotomicrografias obtidas após ataque químico adaptado da técnica de LePera.....	85
Figura 24 Microestrutura de um aço com Nb (b, d) e sem Nb (a,c) com a técnica de <i>heat-tinting</i>	87
Figura 25 Diagrama esquemático de um microscópio de força atômica.....	94
Figura 26 Representação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração conforme norma ASTM-E8-M para tipo reduzido (<i>subsize</i>).....	98
Figura 27 Representação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de fadiga conforme a norma ASTM E466.....	98
Figura 28 Diagrama TTT para o aço 300M	100
Figura 29 Gráfico esquemático dos tratamentos térmicos realizados para a etapa 1.....	102
Figura 30 Gráfico esquemático dos tratamentos térmicos aplicados para a etapa 2.....	103
Figura 31 Tela do programa <i>Image J</i>	108
Figura 32 Corpo-de-prova com o enrolamento primário e secundário utilizado para medidas da curva de histerese.....	110
Figura 33 Curva de histerese magnética.....	111
Figura 34 Diagrama geral do Traçador de Curva de Histerese.....	112
Figura 35 <i>Rack</i> de equipamentos utilizados na medidas da curva de histerese.....	114

Figura 36	Tela principal do programa para medida da curva de histerese magnética do aço 300M.....	115
Figura 37	Fotomicrografia do aço 300M recozido, após ataque de nital 2%..	118
Figura 38	Micrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação isotérmica a 370°C por 10 minutos e resfriado em água, após ataque com metabissulfito de sódio.....	119
Figura 39	Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação isotérmica a 370°C por 15 minutos e resfriado em água, após ataque com reagente LePera.....	120
Figura 40	Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação intercrítica a 760°C por 10 minutos e resfriado em óleo, após ataque com reagente LePera.....	121
Figura 41	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico.....	122
Figura 42	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico.....	123
Figura 43	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C, mantido por uma hora, transferido para um forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo.....	124
Figura 44	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C, mantido por uma hora, transferido para um forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo.....	125
Figura 45	Micrografia com ampliação da área delimitada por um círculo na Figura 45.....	125
Figura 46	Micrografia obtida por MEV do aço 300M na condição recozida (aquecimento a 900°C por duas horas, resfriado no forno até temperatura ambiente).....	126

Figura 47	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição de aquecimento a 900°C mantido por uma hora, transferido para outro forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo.	127
Figura 48	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C mantido por 1 hora, transferido para outro forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo.....	127
Figura 49	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C mantido por 1 hora, transferido para outro forno a 370°C, mantido por 23 minutos e resfriado em óleo.....	128
Figura 50	Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 760°C mantido por 15 minutos e resfriado em óleo.....	128
Figura 51	Imagem topográfica tridimensional obtida no microscópio de força atômica.....	129
Figura 52	Imagem topográfica bidimensional obtida no microscópio de força atômica.....	129
Figura 53	Linhas para análise de perfil de altura e identificação das fases do aço multifásico 300M.....	131
Figura 54	Curva de vida em fadiga do aço 300M.....	134
Figura 55	Aspectos macroscópicos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M recozido.....	135
Figura 56	Aspectos macroscópicos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M no tratamento IT.....	136
Figura 57	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M recozido.....	137
Figura 58	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M submetido ao tratamento IC.....	138
Figura 59	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M submetido ao tratamento IT.....	139
Figura 60	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M recozido.....	140

Figura 61	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M submetido ao tratamento IC...	141
Figura 62	Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M submetido ao tratamento IT....	142
Figura 63	Difratograma de raios X do aço 300M recozido.....	144
Figura 64	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 320°C.....	145
Figura 65	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 350°C.....	145
Figura 66	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 370°C.....	146
Figura 67	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 400°C.....	146
Figura 68	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 760°C.....	147
Figura 69	Difratograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico de têmpera e revenido convencional.....	147
Figura 70	Micrografia do aço 300M, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 760°C, atacada com solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio após a análise do <i>threshold</i> do software <i>Image J</i>	148
Figura 71	Curva de histerese do aço IF.....	150
Figura 72	Curva de histerese do aço 300M no tratamento térmico IT370°C..	151
Figura 73	Curva de histerese do aço 300M no tratamento térmico IC760°C..	151
Figura 74	Curva Tensão versus Deformação para o aço recozido.....	155
Figura 75	Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT320°C.....	156
Figura 76	Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT350°C.....	156
Figura 77	Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT370°C.....	157

Figura 78 Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT400°C.....	157
Figura 79 Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IC760°C.....	158
Figura 80 Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento têmpera e revenimento (TRC).....	158
Figura 81 Resultados de σ_e e σ'_e em função da temperatura.....	160
Figura 82 Curva de alongamento versus temperatura do aço 300M.....	161
Figura 83 Barra de menu do <i>Image J</i>	186

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Composição química (% em massa) dos aços estudados por Zackay et al., 1967.....	53
Tabela 2	Composição química típica (% em massa) de aços assistidos pelo efeito TRIP.....	54
Tabela 3	Efeitos e quantidade de massas típicas em % de elementos de liga em aços TRIP.....	83
Tabela 4	Uma comparação das características de diferentes técnicas para uma análise da fração de volume da austenita retida.....	90
Tabela 5	Fator de decréscimo dos mais importantes elementos de liga	96
Tabela 6	Composição química do aço 300M (% em massa).....	116
Tabela 7	Alturas das fases bainita, austenita retida e martensita em relação a ferrita.....	131
Tabela 8	Propriedades mecânicas do aço 300M para tratamentos térmicos da etapa 1.....	132
Tabela 9	Propriedades mecânicas do aço 300M para corpos-de-prova não deformados.....	143
Tabela 10	Número de espiras do enrolamento primário e secundário dos corpos-de-prova.....	149
Tabela 11	Valores de B_{SAT} e fração volumétrica de austenita retida.....	152
Tabela 12	Fração volumétrica de austenita retida.....	153
Tabela 13	Valores de frações volumétricas iniciais, finais, transformada e percentual da austenita retida para cada tratamento térmico.....	154
Tabela 14	Propriedades mecânicas do aço 300M para corpos-de-prova deformados.....	159
Tabela 15	Valores de σ_e , σ'_e , σ_D e percentual do aumento do limite de escoamento.....	159

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A – Austenita

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

A_{C1} – Início do intervalo de transformação ou temperatura eutetóide

A_{C3} – Temperatura mínima de austenitização

AHSS – *Advanced High Strength Steels*

AISI - American Iron and Steel Institute

AMR/IAE – Departamento de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço

ARBL – Alta Resistência e Baixa Liga

AR – Austenita retida

ASTM – American Society for Testing and Materials

B – Bainita

BH – *Bake Hardening*

BNDE – Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico

CCC – Cúbico de Corpo Centrado

CCT – *Continuous Cooling Transformation*

CDP – Corpo-de-Prova

CP – *Complex Phase*

CTA – Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial

DEMAR/EEL-USP – Departamento de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo

DP – *Dual Phase*

DRX – Difractometria de raios X

F – Ferrita

FEG – Faculdade de Engenharia - Campus de Guaratinguetá

HSS – *High Strength Steels*

HSLA – *High Strength Low Alloy*

IAE – Instituto de Aeronáutica e Espaço

IC – intercrítico

IF – *Interstitial Free*

IT – isotérmico

ITA – Instituto Tecnológico da Aeronáutica

LAI_{mat} – Laboratório de Análise de Imagens de Materiais

LIP – *Lightweight Induced Plasticity*

M – martensita

MA – Martensita + Austenita

MART – Martensíticos

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MFA – Microscopia de Força Atômica

MO – Microscopia Óptica

M_s – Temperatura inicial da formação da martensita

MTCR – *Missile Technology Control Regime*

PNGV – *Partnership for a New Generation of Vehicles*

SAE – Society of Automotive Engineers

SUTEC/IEAV – Divisão de Suporte Tecnológico do Instituto de Estudos Avançados

TCH – Traçador de Curvas de Histerese

TRC – Têmpera e Revenimento Convencional

TRIP – *Transformation Induced Plasticity*

TWIP – Twinning Induced Plasticity

ULSAB – *Ultra Light Steel Auto Body*

ULSAB – AVC – *Ultra Light Steel Auto Body- Advanced Vehicle Concepts*

ULSAC – *Ultra Light Steel Auto Closures*

ULSAS – *Ultra Light Steel Auto Suspension*

UNESP – Universidade Estadual Paulista

VLS – Veículo Lançador de Satélite

LISTA DE SÍMBOLOS

Å – Angström = 1×10^{-10} m

°C – graus Celsius

Al – Alumínio

B – indução magnética

B_{SAT} – indução magnética saturada

C₆H₂(NO)₃OH – ácido pícrico

C – Carbono

Cr – Cromo

Cu – Cobre

F - Ferrita

Fe – Ferro

Fe - C – ferro carbono

Fe₃ C – Carboneto de Ferro

H – campo magnético

HNO₃ – Ácido Nítrico

MPa – Megapascal = MN/m²

Mn – Manganês

Mo – Molibdênio

Na₂S₂O₅ – metabissulfito de sódio

Nb - nióbioFe-C – Ferro-carbono

Ni - Níquel

N_p – número de espiras do enrolamento primário

N_s – número de espiras do enrolamento secundário

P – Fósforo

S – enxofre

Si – Silício

V - Vanádio

t – tempo

σ_D – tensão de pré-deformação

σ_e – limite de escoamento antes do envelhecimento

σ'_e – limite de escoamento após o envelhecimento

kN – KiloNewton

T – Tesla

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LISTA DE SÍMBOLOS

RESUMO

ABSTRACT

1 INTRODUÇÃO.....	24
1.1 PRÓLOGO.....	24
1.2 HISTÓRICO DO AÇO 300M.....	26
1.2.1 Evolução histórica dos aços para aplicações aeroespaciais.....	26
1.2.2 O aço 300M.....	28
1.2.3 Desenvolvimento do aço 300M.....	29
1.2.4 Produção industrial de aço 300M no país.....	31
1.2.5 Tratamento térmico do aço 300M.....	32
1.2.6 Ciclo térmico.....	38
2 OBJETIVOS DO TRABALHO.....	40
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	41
3.1 INTRODUÇÃO.....	41
3.2 AÇOS MULTIFÁSICOS.....	47
3.3 AÇOS TRIP	51
3.3.1 Histórico.....	51
3.3.2 O efeito TRIP.....	55
3.3.3 Envelhecimento por deformação.....	57
3.3.4 Metalurgia dos aços TRIP.....	60
3.3.5 A transformação bainítica.....	60
3.3.5.1 Bainita superior.....	63
3.3.5.2 Bainita inferior.....	65

3.3.6 A transformação martensítica.....	67
3.3.7 Tratamentos térmicos.....	69
3.3.7.1 Introdução.....	69
3.3.7.2 Tratamentos térmicos para obtenção de aços TRIP multifásicos.....	73
3.3.8 O Papel da Austenita Retida.....	75
3.3.9 A Influência dos Elementos de Liga nos Aços TRIP.....	77
3.3.9.1 Efeito do carbono.....	78
3.3.9.2 Efeito do manganês.....	79
3.3.9.3 Efeito do silício.....	79
3.3.9.4 Efeito do alumínio.....	80
3.3.9.5 Efeito do nióbio.....	81
3.3.9.6 Outros elementos de liga.....	82
3.3.10 Ataques químicos aplicados na caracterização microestrutural de aços TRIP.....	83
3.3.11 Determinação da fração volumétrica da austenita retida.....	88
3.3.11.1 Generalidades.....	88
3.3.11.2 Microscopia de força atômica.....	92
3.3.11.2.1 Introdução.....	92
3.3.11.2.2 Princípio de funcionamento.....	93
3.3.11.3 Métodos magnéticos.....	95
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA.....	97
4.1 MATERIAL.....	97
4.2 CORPOS-DE-PROVA.....	97
4.2.1 Corpos-de-prova para ensaios de tração.....	97
4.2.2 Corpos-de-prova para ensaios de fadiga.....	98
4.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	99
4.4 ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	104
4.5 ENSAIOS DE FADIGA.....	105
4.6 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	105
4.6.1 Preparação das amostras.....	105
4.6.2 Ataques químicos.....	106

4.6.3 Quantificação das fases presentes.....	107
4.7 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....	108
4.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	109
4.9 MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA.....	109
4.10 MÉTODOS MAGNÉTICOS.....	110
4.10.1 Princípio do ensaio magnético.....	110
4.10.2 Princípio de funcionamento.....	111
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	116
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL.....	116
5.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	116
5.2.1 Microscopia óptica.....	116
5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura.....	121
5.2.3 Microscopia de força atômica.....	129
5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	132
5.3.1 Etapa 1 dos tratamentos térmicos.....	132
5.3.1.1 Ensaio de tração para os CDPs da etapa 1.....	132
5.3.1.2 Ensaio de fadiga.....	133
5.3.1.2.1 Comportamento em fadiga.....	133
5.3.1.2.2 Análise fractográfica.....	135
5.3.2 Etapa 2 dos tratamentos térmicos.....	142
5.3.2.1 Ensaio de tração.....	142
5.3.2.2 Medidas das frações volumétricas de austenita retida.....	144
5.3.2.2.1 Difratometria de raios x.....	144
5.3.2.2.2 Microscopia óptica.....	148
5.3.2.3 Métodos magnéticos.....	149
5.3.2.3 Estudo do efeito TRIP e envelhecimento por deformação.....	154
6 CONCLUSÕES.....	162
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	164
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	165
APÊNDICE A.....	177
APÊNDICE B.....	185

ANEXO 1.....	188
ANEXO 2.....	192

1 INTRODUÇÃO

1.1 PRÓLOGO

Apesar do Programa Espacial Brasileiro ser ainda incipiente, se comparado com o americano e o europeu, pode-se, no entanto, apontar benefícios que o mesmo incorporou ao processo de desenvolvimento nacional, com conseqüências econômicas marcantes. A sua filosofia relaciona-se com o desenvolvimento técnico-científico das áreas necessárias à produção de peças e componentes, bem como com a auto-suficiência nacional. Nesse sentido, tem-se promovido o progresso e o emprego de produtos nacionais, visando eliminar a dependência de materiais e de componentes importados. É sabido que o aumento do potencial tecnológico de uma nação, pela difusão de uma tecnologia caracterizada por sua complexidade e alta confiabilidade, colabora, sensivelmente, para a melhoria da qualidade da sua indústria. Criam-se condições de competitividade para os produtos no mercado externo, além de possibilitar a diminuição de parte das importações destinadas aos setores estratégicos da economia, onde é conveniente a eliminação da dependência externa. Dentre as diversas áreas de Pesquisa & Desenvolvimento, uma das que vem incorporando quantidade significativa de benefícios à humanidade é, certamente, a espacial. Talvez, a mais importante e contínua contribuição da atividade espacial, seja o acréscimo da cultura tecnológica advindo da formação e especialização técnica e científica dos recursos humanos em todos os níveis da indústria, envolvidas em programas desta natureza. Pode-se afirmar que o Brasil já deu o primeiro passo.

O programa de foguetes desenvolvido pelo Comando da Aeronáutica optou, desde seu início, pelo emprego de sistemas propulsivos usando propelentes sólidos. Essa opção impôs que fossem desenvolvidas estruturas metálicas que tinham como função alojar os blocos de propelentes sólidos, constituindo-se no corpo do foguete. Essas estruturas receberam o nome técnico de envelopes motores, em virtude de serem projetadas e otimizadas para minimização de sua massa, pois se constituem em peso morto do sistema propulsivo (BOSCOV, 1996a).

Para que se obtenha um peso morto mínimo do propulsor é necessário que sejam utilizadas ligas metálicas que permitam preencher uma série de parâmetros da engenharia mecânica. Satisfazer todos esses parâmetros em uma única liga metálica, é praticamente inviável. Isso fez com que fossem desenvolvidos aços para usos aeronáutico e espacial que pudessem associar principalmente elevada resistência específica (relação resistência/peso), alta resistência mecânica à fadiga, boa soldabilidade e tenacidade à fratura após realização de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento.

No início do Programa Espacial, o Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial, antigo Centro Técnico Aeroespacial (CTA), defrontava-se com dois problemas envolvendo o projeto dos envelopes motores: que liga metálica empregar e como realizar seu tratamento térmico, que é regido por parâmetros bem definidos para cada tipo de liga.

Atualmente, o Veículo Lançador de Satélites (VLS) e alguns veículos de sondagem que fazem parte do Programa Espacial Brasileiro, utilizam o aço de ultra-alta resistência 300M para a confecção de seus envelopes motores (propulsores). O aço 300M foi utilizado em substituição ao aço 4340, devido aos excelentes resultados obtidos após a determinação dos parâmetros de tratamento térmico e de soldagem realizados para este aço. Outras aplicações para o aço 300M, na indústria aeroespacial são: dispositivos fixadores de alta resistência, estrutura de trens-de-pouso, partes de fuselagem, etc., onde a relação resistência/peso é fundamental.

É interessante conhecer o desenvolvimento do aço 300M para emprego espacial, como o CTA trabalhou com empresas privadas para escolher este aço e para aprender como produzi-lo e dominar seu ciclo de tratamento térmico, sem perder de vista a capacidade técnica do parque industrial nacional.

1.2 HISTÓRICO DO AÇO 300M

1.2.1 Evolução histórica dos aços para aplicações aeroespaciais

As ligas metálicas evoluíram a partir dos clássicos aços-carbono da década de 1950, de baixa resistência mecânica e péssima soldabilidade, para ligas tratadas termicamente com alta resistência mecânica. Este desenvolvimento foi impulsionado no final da década de 1960, por imposição absoluta dos programas aeroespaciais, principalmente os de cunho militar, na área de mísseis balísticos intercontinentais nos Estados Unidos da América, União Soviética e França. Essa evolução ocorreu partindo das primitivas ligas ferro/carbono, passando por uma série de combinações até chegar às ligas com percentual de carbono muito baixo, composição química com altos teores de níquel (18 a 19%), cobalto (8,5 a 9,5%), molibdênio (4,6 a 5,2%) e titânio (0,5 a 0,8%), denominadas *Maraging*.

Nos Estados Unidos, durante a década de 1960, foram feitas tentativas frustradas de se construir os envelopes motores dos propulsores destinados aos mísseis balísticos intercontinentais *Polaris* e *Minuteman* com o aço 300M. Optou-se pelo uso do aço D6-AC, cujo uso estendeu-se a quase todos os propulsores carregados com propelentes sólidos.

Na comunidade européia, após tentativa frustrada de se empregar o aço VASCOJET 1000, foi decidido usar o aço 4340 modificado, o aço *Maraging* e a liga de Ti-6Al-4V.

Todas essas ligas apresentam vantagens e inconveniências e sua escolha depende da capacidade de produzi-las industrialmente com qualidade confiável, que pressupõe confiabilidade, levando-se em conta que os propulsores serão estocados por longos períodos de tempo.

Esse era o cenário no início da década de 1970, quando o CTA deveria selecionar qual a melhor liga a ser empregada em sua família de foguetes SONDA, que seria a família precursora do VLS, e, conseqüentemente, da liga para o próprio VLS.

O CTA, após examinar todas as possibilidades de desenvolver e produzir aços (SAE-4340, MARAGING, VASCOJET 1000 e 300M), optou pela utilização dos aços

SAE-4340 e 300M no envelope motor do SONDA IV com a finalidade de utilização no posterior VLS (BOSCOV, 1996b).

Devido a alguns resultados e recomendações pessimistas oriundos dos países que desenvolveram envelopes motores com o aço 300M soldado, e não obtiveram o êxito esperado, achou-se por testar duas soluções paralelas: primeiramente, a solução conhecida, que usa o aço SAE-4340 nas partes soldadas, tratadas para um limite de resistência à tração de 1460 MPa e aço 300M apenas para o fechamento do extremo traseiro. A segunda solução, mais inovadora e arriscada, utilizaria somente o aço 300M, tratado termicamente para atingir um limite de resistência à tração de 2000 MPa.

Foram realizados muitos testes a fim de verificar o limite de resistência à tração após a solda e o tratamento térmico, todos com excelentes resultados. O trabalho total da produção de placas, chapas e anéis de aço 300M exigiram quatro anos de pesquisa, porém atingiu o sucesso esperado no veículo SONDA IV e foi amplamente utilizado no VLS.

O desenvolvimento destes aços só foi possível graças ao trabalho conjunto do CTA, Eletrometal (atual Villares Metals), Usiminas e Acesita, cabendo a cada uma destas entidades um leque de tarefas e ações integradas, que possibilitaram ao País obter capacidade de construir estruturas de foguetes com menor peso, com solução inédita no panorama internacional. Outros países mais desenvolvidos na área espacial, após tentativas fracassadas com o aço 300M, substituíram-no por outros com menor resistência e maior peso. Este aço, que encontra aplicações cada vez maiores em componentes aeronáuticos, especialmente no projeto dos novos trens-de-pouso das grandes aeronaves comerciais, já foi exportado para a Boeing, sob rigorosas especificações de seu controle de qualidade, evidenciando a alta qualidade do produto brasileiro desenvolvido inicialmente para o setor espacial.

1.2.2 O aço 300M

O aço 300M é basicamente um aço AISI/SAE 4340, modificado através da adição de teores de silício, próximos a 1,6%, porém com concentrações de carbono e molibdênio ligeiramente maiores, além de conter vanádio. Este aço apresenta, como características principais, alta profundidade de têmpera e mantém certa ductilidade e tenacidade a limites de resistência à tração de 1860 a 2070 MPa. Muitas das propriedades destes aços são similares às do aço AISI/SAE 4340, exceto que, devido à presença de uma maior porcentagem de silício, propicia uma maior temperabilidade devido ao retardamento das transformações austeníticas. O silício favorece também um endurecimento por solução sólida e uma melhora na resistência mecânica em altas temperaturas (PHILIP, 1978).

A resistência mecânica do aço 300M, com estrutura martensítica, depende principalmente do carbono. Sabe-se que esse elemento, quando utilizado em altas concentrações, é responsável por um elevado endurecimento da liga metálica, o que acarreta a perda de sua tenacidade durante o tratamento térmico de têmpera e, conseqüentemente, promove a fragilização da estrutura. Portanto, o controle efetivo da concentração de carbono merece atenção especial, de forma que ele seja mantido em concentrações mais baixas, tanto quanto possível, para propiciar melhoria nas propriedades de soldabilidade e da tenacidade à fratura (MEI e SILVA, 2006).

Devido à cinética de transformações que ocorre durante o processo de revenimento (aumento de tenacidade da estrutura martensítica pelo seu aquecimento para produzir uma estrutura de ferrita mais cementita), elementos residuais como enxofre e fósforo, devem ser mantidos durante o processo de fabricação da liga, em valores muito baixos para que o efeito de queda de tenacidade da liga metálica seja minimizado. Por outro lado, a partir da teoria, observou-se o efeito benéfico do silício nas alterações da cinética de revenimento (MEI e SILVA, 2006).

Se o aço 300M é tratado termicamente para níveis de resistência mecânica maiores que 1380 MPa, ele torna-se susceptível à fragilização pelo hidrogênio. Após operações de decapagem ácida e/ou eventual galvanização, o aço 300M deve ser mantido aquecido por um determinado período de tempo, dependendo da espessura,

para temperaturas entre 185 e 195°C, e permitir a retirada do hidrogênio da rede cristalina do metal (PHILIP, 1978).

1.2.3 Desenvolvimento do aço 300M (SANTOS, 2001)

No início da década de 1970, as aciarias brasileiras já possuíam o domínio da tecnologia de produção de aço pelos processos convencionais, mas desconheciam as técnicas que usavam fusão sob vácuo. Essas técnicas eram as que permitiam a obtenção das principais ligas empregadas nos envelopes motores dos propulsores de foguetes.

Nessa época, o CTA sabia que precisaria de ligas especiais para seus foguetes e não vislumbrava no parque industrial nacional quem aceitasse o desafio de desenvolver e dominar as técnicas da metalurgia em vácuo. Para resolver esse impasse, a direção do Centro deu um passo arrojado, ao montar o Laboratório de Vacuometalurgia em sua Divisão de Materiais, onde seriam estudadas as principais técnicas de fusão a vácuo:

- fusão por indução a vácuo;
- refusão a arco sob vácuo;
- refusão sob escória eletrocondutora; e
- fusão por feixe de elétrons.

Dentre esses processos, o mais importante para o Programa Espacial era a refusão sob escória eletrocondutora (conhecido em inglês como processo *electro-slag*) que apresentava uma série de vantagens na obtenção das ligas metálicas, dentre as quais uma melhor qualidade para emprego espacial.

Para conseguir o domínio da tecnologia de obtenção de lingotes por esse processo o CTA assinou um convênio de intercâmbio técnico-científico com a Eletrometal, que previa as seguintes atividades:

- estágio e treinamento de pessoal da Eletrometal nas instalações do Laboratório de Vacuometalurgia do CTA;
- assessoramento técnico do CTA no programa de implantação da tecnologia de refusão sob escória eletrocondutora na empresa;

- assessoramento técnico do CTA na análise dos problemas de fabricação e refino de ligas metálicas, pela empresa;
- intercâmbio de informações e conhecimentos entre as partes conveniadas;
- utilização pela empresa dos equipamentos de fusão a vácuo e demais facilidades do laboratório para treinamento do seu pessoal; e
- atendimento pela empresa das solicitações do CTA, dentro da sua linha de pesquisas.

Esse programa permitiu à Eletrometal dominar, em escala laboratório, as técnicas de fusão sob vácuo, especialmente a da refusão sob escória eletrocondutora. O domínio dessas técnicas trouxe para a empresa um salto tecnológico expressivo, pois de uma pequena aciaria que produzia utensílios de pequeno porte para a lavoura, ela passou a ser a maior produtora de aços especiais do País, produzindo aços inoxidáveis para aplicações gerais, aços inoxidáveis para implantes cirúrgicos, aços para construção mecânica, aços ferramenta para trabalho a frio, aços ferramenta para moldes plásticos, aços rápidos, ligas resistentes à corrosão em temperatura ambiente e em altas temperaturas, ligas para resistência elétrica, ligas de expansão controlada, ligas para termopares e metais refratários.

Em consequência do sucesso desse intercâmbio, que objetivava resolver o problema da produção de aços especiais no país, foi firmado em 1975 um acordo entre o CTA e a Eletrometal, financiado pelo Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico (BNDE), com duração de dois anos, visando o domínio da tecnologia de produção desses aços em escala industrial.

Como parte desse programa de intercâmbio foi tomada a decisão de se desenvolver o aço 300M, para atender às necessidades do programa de desenvolvimento dos envelopes motores para o VLS.

1.2.4 Produção industrial de aço 300M no País

Uma vez tomada a decisão de desenvolver os envelopes motores com o aço 300M, foi iniciado o estudo de sua laminação no país, num programa conjunto CTA/Eletrometal/Usiminas/Acesita.

Esse programa foi iniciado em março de 1976, quando o CTA e a Usiminas assinaram um acordo de cooperação para levantar parâmetros básicos da laminação do aço 300M produzido na Eletrometal, de maneira a permitir a realização dessa operação em escala industrial na Acesita. Os trabalhos no Laboratório de Pesquisa da Usiminas foram iniciados em setembro de 1976 e encerrados em abril de 1977, com a finalidade de se conhecer o comportamento do aço durante o processo de laminação a quente, bem como a influência da operação nas características finais do aço laminado.

Ao término dos trabalhos chegou-se à conclusão de qual seria o processo de laminação em escala industrial a ser realizado na Acesita. A primeira laminação industrial foi realizada no início de 1979 no laminador de marca Trio, atualmente desativado. Os resultados foram satisfatórios, dentro do campo de tolerância especificado para as espessuras. Essas chapas permitiram a fabricação de cinco envelopes motores integralmente em aço 300M, utilizados para testes em bancos de ensaios e de dois vãos do foguete SONDA IV, todos com sucesso.

Animada com esses resultados, a Acesita decidiu adquirir um novo laminador marca Steckel, no qual, a partir de junho de 1980, foram realizados todos os processos de laminação do aço 300M. A empresa constatou que esse aço comportava-se de maneira análoga aos aços inoxidáveis, e o considerou viável para a produção industrial. Assim, após mais de uma década de operação de laminação desse aço, nunca houve rejeição de qualquer bobina, fechando assim o ciclo de produção do aço 300M no País.

1.2.5 Tratamento térmico do aço 300M

Para concluir o ciclo de produção do aço 300M havia necessidade de se conhecer o ciclo do seu tratamento térmico, necessário para dar resistência mecânica adequada aos envelopes motores a serem produzidos.

Como não havia no País fornos com capacidade de realização de tratamento térmico de têmpera em atmosfera controlada, o CTA decidiu consultar empresas na França, Inglaterra e Estados Unidos.

Foi escolhida a empresa Lindberg Corp. dos Estados Unidos, que realizou os tratamentos térmicos dos envelopes motores destinados ao foguete SONDA IV e dos envelopes motores destinados ao VLS em três campanhas distintas, apresentadas a seguir:

- 1ª Campanha: realizada em 1982, nas instalações da empresa em Los Angeles, para o tratamento térmico de quatro envelopes motores em aço 300M;
- 2ª Campanha: realizada em 1985, em Chicago, com o tratamento térmico de nove envelopes motores em aço 300M;
- 3ª Campanha: realizada parcialmente em 1990, em Los Angeles. Nessa campanha foi tratado somente o primeiro lote de sete estruturas, devido ao embargo imposto pelo Departamento de Estado dos Estados Unidos, que impediu que a empresa continuasse a realizar o trabalho acordado e impediu, também, que ela devolvesse os sete envelopes motores ao CTA, num caso claro de confisco. Foram necessárias gestões diplomáticas do Ministério das Relações Exteriores brasileiro, junto ao governo norte-americano, para que todos os envelopes fossem devolvidos ao CTA (SANTOS, 1999).

Esse embargo foi a primeira vez que os americanos atuaram acintosamente contra o Programa Espacial Brasileiro, pois sua ação anterior era de pressão sobre os países signatários do MTCR (*Missile Technology Control Regime*).

No início do seu desenvolvimento, o segmento VLS contou com a parceria tecnológica internacional, principalmente da França e Alemanha. A partir de 1987, no

entanto, o Brasil começou sofrer as sanções impostas pelos países desenvolvidos, para impedir a proliferação de vetores com capacidade de transportar ogivas nucleares. Essas sanções impuseram ao Projeto VLS do CTA um dos maiores embargos tecnológicos da história do País, atrasando seu desenvolvimento em mais de oito anos. A iniciativa do embargo partiu dos Estados Unidos, Alemanha, Canadá, França, Itália, Japão e Reino Unido, que acordaram as diretrizes do MTCR.

O MTCR prevê o controle, em nível mundial, da transferência de equipamentos e tecnologias passíveis de serem utilizados na construção de vetores capazes de transportar cargas de, no mínimo, 500 kg a uma distância de, pelo menos, 300 km. De acordo com o seu grau de sensibilidade, os elementos sob controle foram divididos em duas categorias:

- a primeira, mais sensível, inclui: estágios de foguetes, veículos de reentrada, motores de foguetes, conjuntos de guiamento para foguetes e controladores de empuxo de foguetes; e
- a segunda abrange componentes de propulsão, instrumentos de vôo, equipamentos de navegação e sistemas de controle.

As diretrizes do MTCR determinam que as transferências dos itens listados na primeira categoria sejam encaradas com especial rigor, devendo, em princípio, ser negadas aos países não signatários, a não ser raramente, desde que sejam fornecidas garantias quanto ao uso e destinação pacífica do bem ou tecnologia adquirida. Como o Brasil aderiu ao MTCR somente em outubro de 1995, o País sofreu o peso das restrições impostas pelo regime, apesar do Projeto VLS ter uma destinação sabidamente pacífica. Esta ação internacional, apesar de atrasar o cronograma do projeto, forçou o CTA a procurar soluções internas, no parque industrial brasileiro, criando condições para seu crescimento tecnológico (DOLINSKY, 1990).

Neste novo cenário o projeto enfrentou grandes dificuldades na importação de materiais e equipamentos, de tecnologia e na contratação de serviços de ensaios junto aos países desenvolvidos. É de conhecimento geral que, em atividades de desenvolvimento de tecnologia de ponta, é imprescindível a utilização de itens importados e incorporados ao projeto em épocas previstas, sob pena de causarem atrasos.

Os primeiros produtos embargados foram os computadores e matérias-primas para propelentes e revestimento de motores e, posteriormente, estenderam-se a giroscópios, plataformas inerciais, materiais compósitos entre outros. Isto porque, a partir de 16 de abril de 1987, Estados Unidos, Inglaterra e França assinaram um acordo pelo qual se comprometeram a não repassar tecnologia espacial a países que, potencialmente, pudessem lançar foguetes próprios comprometendo o Projeto VLS (KASEMODEL, 1996). Com este novo enfoque, o CTA trabalhou, quer sob a forma de desenvolvimento conjunto, quer sob a forma de contrato de prestação de serviços com 120 empresas brasileiras, classificadas em três categorias:

- aquelas que são capazes de desenvolver produtos espaciais mediante apenas o recebimento das especificações técnicas;
- aquelas que possuem equipamentos e máquinas que podem ser utilizados na produção de itens do Programa Espacial, sob assistência do CTA; e
- aquelas que são prestadoras de serviço, produzindo itens corriqueiros, principalmente no campo de construções metálicas.

As empresas da primeira categoria, embora em número reduzido, participaram de desenvolvimentos conjuntos com o CTA e agregaram novas tecnologias ou produtos ao seu acervo técnico, gerando os *spin-off*¹ do Setor Espacial Brasileiro. A Figura 1 apresenta foto do VLS e a Figura 2 ilustra um desenho esquemático e as principais empresas participantes do Projeto VLS.

¹*Spin-off*: - produto ou processo produzido como consequência de uma pesquisa ou desenvolvimento, que não fazia parte do objetivo principal dessa pesquisa ou desenvolvimento.



Figura 1 – Foto do VLS (página da AEB, Internet, 2006).

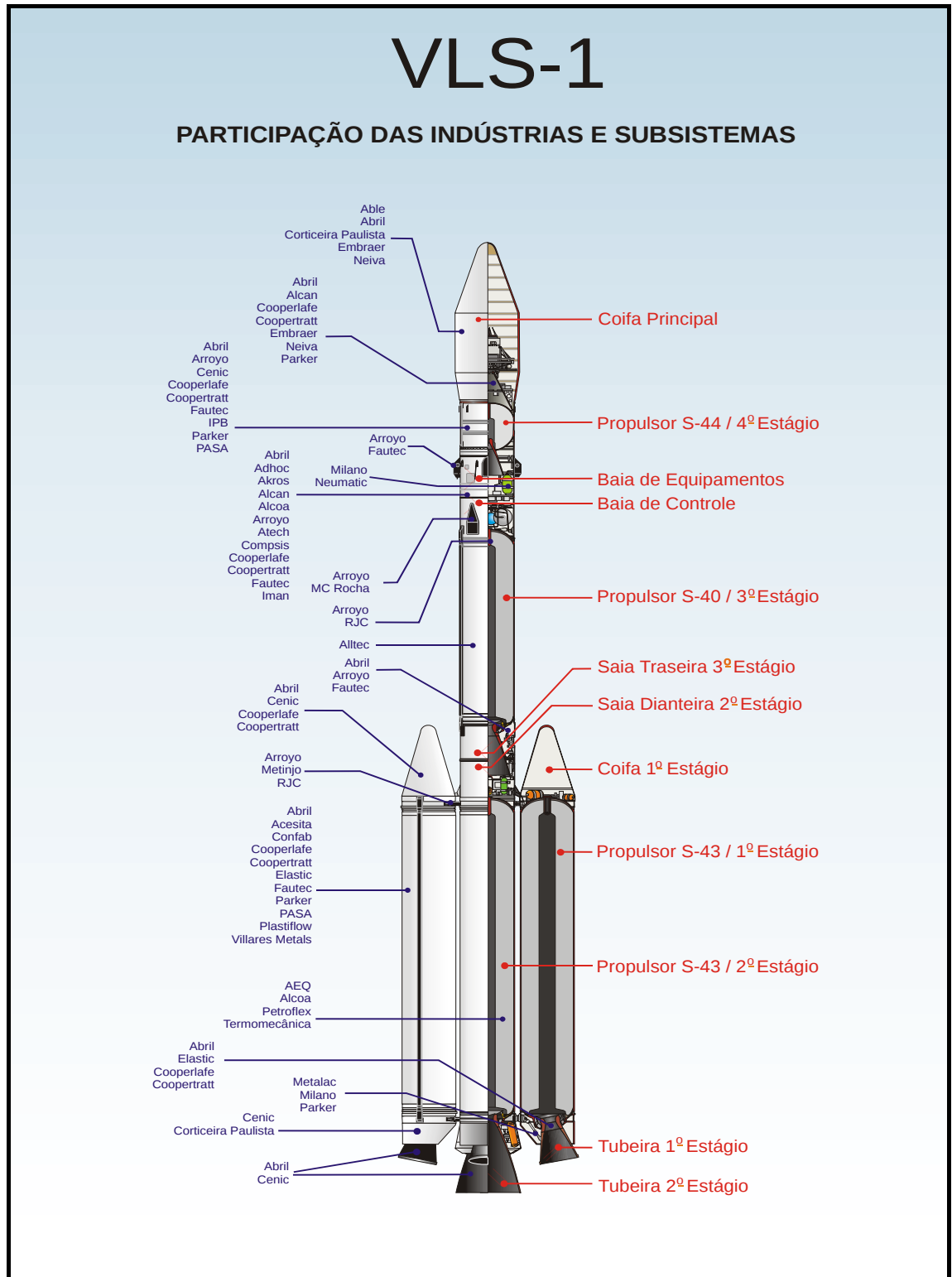


Figura 2 – Desenho esquemático do VLS mostrando as principais empresas participantes do projeto (IAE, 1999).

Aqui deve ser salientada a visão do CTA, pois temeroso de que a pressão norte americana se transformasse em um embargo, como realmente acabou acontecendo, o CTA vinha estudando, desde 1982, o ciclo de tratamento térmico para peças de pequenas dimensões com a empresa Wotan Máquinas Operatrizes, sediada em Porto Alegre, RS, em fornos verticais com atmosfera controlada, para atender algumas necessidades do programa. Com os trabalhos desenvolvidos com essa empresa nos tratamentos térmicos realizados com dois envelopes motores menores, foi comprovada a viabilidade de se realizar os tratamentos térmicos, em forno tipo poço, dos envelopes motores construídos em aço 300M. Por essa razão, foram iniciados em 1982, os estudos para a realização do projeto e implantação de um forno similar, porém com capacidade para tratar envelopes motores de 1,5 m de diâmetro e comprimento de 7,0 m para atender às necessidades dos envelopes motores do VLS. É evidente que a implantação desse forno tornou-se imprescindível após o embargo decretado pelos Estados Unidos. Antes disso, o CTA decidiu fazer o tratamento térmico do envelope do motor do SONDA IV numa empresa americana. Após o tratamento ter sido realizado e pago, o Departamento de Estado Norte Americano, alegando as diretrizes do MTCR, impediu o retorno ao Brasil do envelope motor tratado. Foram necessários meses de negociação do Ministério das Relações Exteriores do Brasil com o Departamento de Estado Norte Americano, para que, finalmente, o envelope motor fosse liberado (SANTOS, 1999).

Mais uma vez o CTA viu-se forçado a procurar soluções internas, que surgiu graças a um acordo tripartite entre o CTA, a ELETROMETAL e a empresa alemã ALD-Aichelin. Esta empresa prontificou-se a adaptar, para as necessidades brasileiras, um forno vertical de sua linha de produção, usado em tratamento térmico de grandes peças mecânicas, que seria montado e operado pela empresa brasileira. Este forno encontra-se atualmente nas instalações da Eletrometal.

1.2.6 Ciclo térmico

Os envelopes motores previstos no Programa Espacial Brasileiro têm formato cilíndrico e são fabricados a partir de chapas de aço 300M calandradas e soldadas. Também por soldagem são acoplados arcos metálicos e terminais forjados do mesmo material, porém de espessuras diferentes. Os envelopes motores estão, conseqüentemente, sujeitos a deformações durante o ciclo de tratamento térmico.

Todavia, a condição de utilização do aço 300M, para fabricação desses envelopes motores deu-se de forma satisfatória pelo fato de se ter associado um produto com baixas concentrações de elementos residuais a um ciclo de tratamento térmico em que se tem uma estrutura final com alta resistência mecânica e boa tenacidade. Essas propriedades são imprescindíveis porque os envelopes motores, sujeitos a grandes variações térmicas e grande pressão interna, poderiam falhar por ruptura das paredes metálicas, quando em serviço.

De fato, a partir dos resultados do trabalho de Youngblood e Raghavan (1977), que mostraram a efetividade da austenitização em temperaturas elevadas para promover a dissolução das fases intermediárias (microconstituintes de segunda fase) e melhorar a tenacidade à fratura da liga do aço 300M, definiu-se um ciclo térmico otimizado (LOPES et al., 1982), apresentado na Figura 3, para os envelopes motores fabricados, que consiste na austenitização para normalização da microestrutura, seguida de austenitização para têmpera e duplo revenimento.

O procedimento de têmpera adotado foi aquele em que se interrompe o ciclo de resfriamento diretamente em banho de sal fundido (martêmpera direta).

O duplo revenimento permite o alívio das tensões induzidas pela martêmpera durante as transformações de fase além de corrigir a excessiva fragilidade do material. A estrutura final é constituída, principalmente de martensita revenida (microestrutura estável de martensita com baixa tetragonalidade com a razão c/a aproximadamente 1,014).

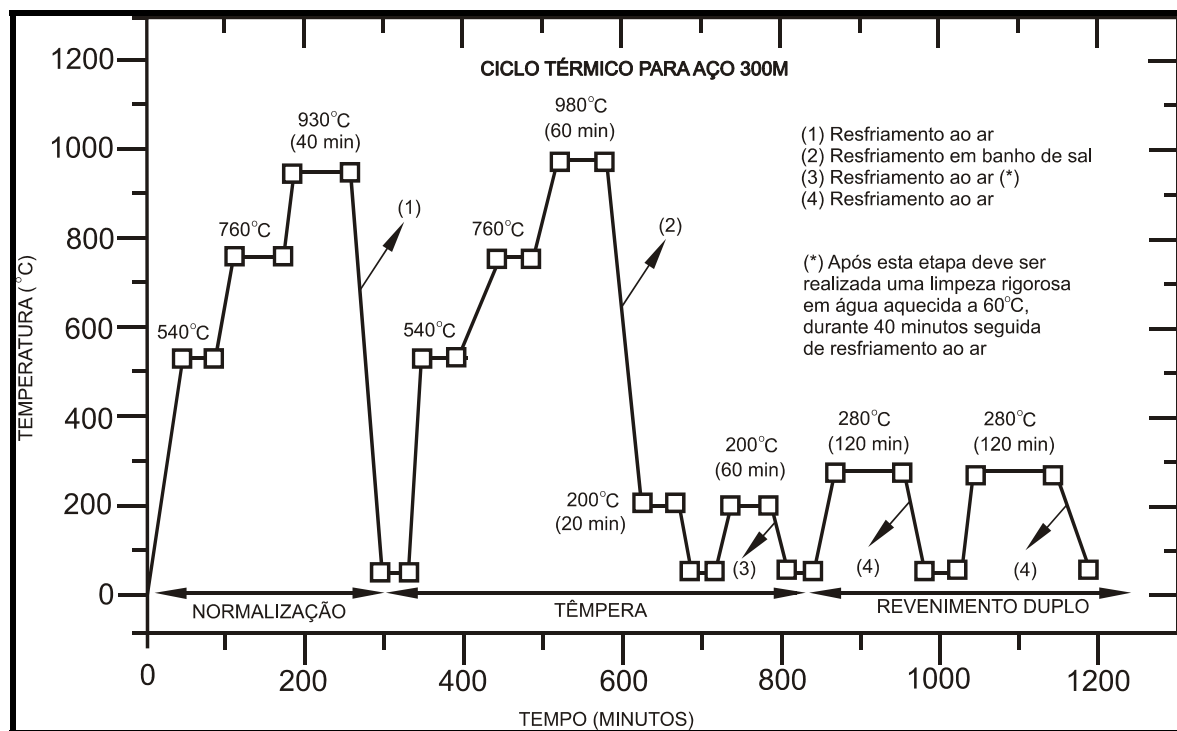


Figura 3 – Ciclo térmico otimizado para o aço 300M (LOPES et al., 1982).

2 OBJETIVOS DO TRABALHO

Este trabalho tem como objetivos específicos:

- otimização de rotas de tratamentos térmicos (têmpera intercrítica e transformação isotérmica), possibilitando a obtenção de uma microestrutura multifásica com alto teor de austenita retida visando uma melhoria nas propriedades mecânicas;
- caracterização mecânica por intermédio de ensaios de tração e de fadiga;
- caracterização microestrutural por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica. A principal contribuição é a determinação da fração volumétrica da austenita retida em um determinado volume de material de um aço TRIP por meio de medidas de saturação magnética; e
- avaliar a susceptibilidade do aço 300M, com microestrutura multifásica, ao envelhecimento por deformação à temperatura ambiente.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 INTRODUÇÃO

Apesar da intensa competição que vem sofrendo há várias décadas, o aço tem conseguido manter-se como o material com maior número de aplicações no mundo atual, em virtude de sua grande versatilidade. Adicionalmente, o extraordinário leque de propriedades exibido pelos diversos tipos de aços é conseguido por meio de simples variações de composições ou por meio de processamento, térmico ou mecânico.

Para um grande número de aplicações, uma adequada combinação de resistência e tenacidade do material é o fator decisivo, e esta condição vem sendo responsável pela sucessiva introdução de novos tipos de aço no mercado.

A indústria automobilística é certamente um dos setores chaves que exige melhorias contínuas das propriedades dos aços empregados. Nos últimos anos, o principal objetivo deste setor vem sendo a redução de peso dos veículos, adotando medidas tais como: redução do tamanho dos veículos, substituição de materiais tradicionalmente utilizados por alumínio e plástico e a substituição do aço carbono comum. Com isso, as indústrias produtoras de aço objetivaram, principalmente, fomentar as montadoras com materiais avançados de alta resistência, garantindo o aumento da integridade estrutural, aumento da resistência ao choque, com um menor custo para o produto final. Além desta necessidade básica, deve-se realizar uma análise atual e global da utilização e potencialidade do aço, que inclua as questões ambientais envolvidas como redução no consumo de combustível, portanto, a emissão de gases poluentes que contribuem ao chamado efeito estufa e ainda promover melhores condições de reciclagem do material. Quando avaliados do ponto de vista da matéria-prima, os automóveis são compostos, em média, de 70% de aços, sendo, de longe, o material predominante na indústria automobilística. O desafio a ser enfrentado para otimizar o peso da estrutura do veículo é, sem dúvida, o desenvolvimento de aços com elevada resistência mecânica sem comprometimento de sua conformabilidade (KISHIDA, 2000; ANDRADE; TAISS; ROSA, 2002).

Até hoje tem sido observado que nenhum desafio é tão crítico para a indústria automobilística como a redução de peso dos veículos. Provavelmente, nenhum material oferece tanto potencial para reduzir massa e diminuir custos, aliado a significativas melhorias no desempenho estrutural de um veículo, como o aço (AUTO/STEEL PARTNERSHIP, 1995). No auge da crise do petróleo, entre 1975 e 1985, a indústria automobilística norte-americana conseguiu reduções de peso no projeto de seus carros em cerca de 35%, passando de 1936 kg para 1260 kg, em média. Para o século XXI, este desafio continua. Algumas montadoras afirmam que poderão reduzir o peso dos veículos em um terço ou pela metade até 2015. Mesmo assim, a demanda por aços irá aumentar sensivelmente em função do crescimento deste setor (INTERNATIONAL IRON AND STEEL INSTITUTE, 1995). A redução de peso foi conseguida, inicialmente, à base de três fatores (GUIMARÃES; PAPALÉO, 1981): diminuição do tamanho dos veículos (OWEN, 1980), substituição de materiais convencionais por outro de menor massa específica e a substituição do aço ao carbono tradicional pelos aços de alta-resistência, com propriedades mecânicas superiores, ou seja, o desenvolvimento de novos tipos de aços em resposta ao desafio do racionamento de energia e aos novos materiais.

No Brasil, após um período de estagnação durante a década de 80, a indústria automobilística e, conseqüentemente, a de autopeças, vêm apresentando um crescimento de produção bastante significativo. Este aspecto, associado ao processo de mudanças provocadas pela globalização e com a presença cada vez mais marcante dos carros importados, inseriu definitivamente as indústrias nacionais e os fabricantes de aço no desenvolvimento de novos produtos, a fim de fazer frente ao mercado globalizado. Na realidade, a abertura da economia brasileira, marcada pela redução das tarifas de importação, durante o governo Collor de Mello, foi, talvez, o grande divisor de águas entre o passado, denominado pelo ex-presidente da República como “era das carroças”, e o presente da indústria automotiva brasileira. A partir desta abertura, a indústria brasileira viu-se ameaçada por modelos que inauguraram novos segmentos de consumo e que traziam consigo conceitos tecnológicos, até então pouco empregados pelas montadoras locais. Hoje, os carros que rodam pelas ruas brasileiras são, na verdade, versões “tropicalizadas” pelas operações locais das montadoras,

fortemente influenciadas pelas tendências da economia globalizada, que acabou introduzindo no País e no exterior o chamado carro com padrão mundial, ao qual toda a cadeia produtiva está submetida. A maior parte dos projetos é de origem européia; por isso, o desenvolvimento de produtos é feito pelas empresas de autopeças. Tanto esse setor, quanto as montadoras, necessitam atualmente de engenharia simultânea praticada com as siderúrgicas, um tipo de parceria marcado pelo casamento entre a concepção do projeto, matérias-primas e insumos e o produto final, que é o carro. A solução encontrada foi buscar novos métodos de produção, que reduzissem o custo do veículo sem perder a qualidade em relação aos carros importados. Os “invasores” que chegavam de todas as partes do mundo traziam consigo uma antiga mudança de paradigma imposta pelo choque do petróleo, que obrigou os carros a ficarem mais leves. Alguns analistas do setor acreditam, inclusive, que foi durante a crise do petróleo que se iniciou a verdadeira engenharia simultânea entre siderúrgicas e montadoras.

O aço brasileiro também é responsável pelo crescimento da qualidade dos carros nacionais. A evolução dos veículos foi acompanhada em cada passo pelo desenvolvimento dos produtos siderúrgicos, lembrando que, com um parque automotivo tão abrangente e diversificado, não é difícil acreditar que o Brasil produza hoje veículos com nível tecnológico igual aos países de Primeiro Mundo. Não fosse dessa forma, não estaria exportando para a Europa e Estados Unidos. Com certeza, as vendas ao exterior demonstram que nossos veículos são de boa qualidade.

Não se pode falar no crescimento do setor automotivo sem dar a importância devida ao papel das siderúrgicas. É evidente que as discussões de preços são uma constante, mas isso ocorre em qualquer cadeia em que as empresas são competitivas. Até por isso é que casos de parceria, como a engenharia simultânea, são importantes para ambos os lados.

As siderúrgicas, sentindo-se ameaçadas pelo avanço cada vez mais concreto da substituição do aço por outros materiais – resinas termoplásticas, compósitos e, especialmente, o alumínio – na produção de automóveis, uniram-se aprovando um projeto que visava otimizar os aços e processos utilizados na produção de estruturas

automotivas. Inicialmente, as grandes siderúrgicas americanas tomaram posse deste projeto, mas posteriormente passou a ser mundial.

O projeto *Ultra Light Steel Program*, constituído dos projetos ULSAB (*Ultra Light Steel Auto Body*), ULSAC (*Ultra Light Steel Auto Closures*), ULSAS (*Ultra Light Steel Auto Suspension*) e ULSAB – AVC (*Ultra Light Steel Auto Body – Advanced Vehicle Concepts*), foi um empreendimento financiado por um consórcio de 35 produtores de aço, de 18 diferentes países, do qual fizeram parte duas siderúrgicas brasileiras, a USIMINAS e a CSN, que teve como meta o desenvolvimento de soluções em aço para a indústria automobilística.

O projeto ULSAB é testemunha dos benefícios dos Aços de Alta Resistência – HSS (*High Strength Steels*), destacando entre estes os Aços Isotrópicos – IS (*Isotropics Steels*), Livres de Interstícios – IF (*Interstitial Free*), *Bake Hardening* – BH e os Aços de Alta Resistência e Baixa Liga – HSLA (*High Strength Low Alloy*) (ANDRADE et al., 2000). Finalizado em 1998, foi avaliado satisfatoriamente em relação ao índice de segurança “*Star Rating*”, conseguindo consumo de combustível entre 22,2 km/l (na versão gasolina) a 31,5 km/l (na versão diesel) e custo de fabricação entre US\$ 9.200 e US\$ 10.200 (ANDRADE et al., 2000). Em relação à média dos dez mais importantes carros da classe sedan 4 portas, tomados como referência, o projeto introduziu uma carroceria ultraleve, com uma redução de peso da ordem de 25%, somada a um elevado aumento da segurança e do conforto.

Ao projeto ULSAB seguiram os projetos ULSAC e ULSAS que, a partir dos conceitos desenvolvidos para a carroceria (ULSAB), examinaram a redução de peso com manutenção da segurança e com custos compatíveis, respectivamente, para painéis de cobertura (capô, portas e tampa do porta-malas).

O passo seguinte foi um projeto onde foram reunidos, num único programa todos os conceitos resultantes dos projetos ULSAB, ULSAC e ULSAS no desenvolvimento de uma arquitetura de veículos (projeto ULSAB – AVC). O programa ULSAB – AVC estabeleceu os conceitos de um projeto de uma família de veículos que, além do uso intensivo de aços e de técnicas modernas de fabricação, incorporou as restritivas exigências americanas e europeias de emissão de poluentes e de segurança. Propôs a aplicação de novos aços HSLA, os chamados Aços Avançados de Alta Resistência –

HSS (*Advanced High Strength Steels*), entre os quais encontram-se os aços bifásicos – DP (*Dual Phase*), de Plasticidade Induzida por Transformação – TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), Fase Complexa – CP (*Complex Phase*) e os aços Martensíticos – MART. Os aços AHSS são materiais multifásicos que podem conter na microestrutura ferrita, martensita, bainita e austenita retida, em função dos elementos de liga e processamento utilizados (ANDRADE et al., 2002).

Desta forma, o projeto foi focado no desenvolvimento de uma plataforma única a ser utilizada por dois veículos de baixo peso: um carro ao estilo europeu denominado classe C (também conhecida como a classe do Golf) e outro um carro baseado no programa americano chamado PNGV (*Partnership for a New Generation of Vehicles* – Parceria para uma Nova Geração de Veículos), refere-se a um Sedan para 5 e 6 passageiros. Como o PNGV é mais longo que o classe C, a parte traseira da plataforma do primeiro é alongada em relação ao segundo, o que pode ser visto na Figura 4.

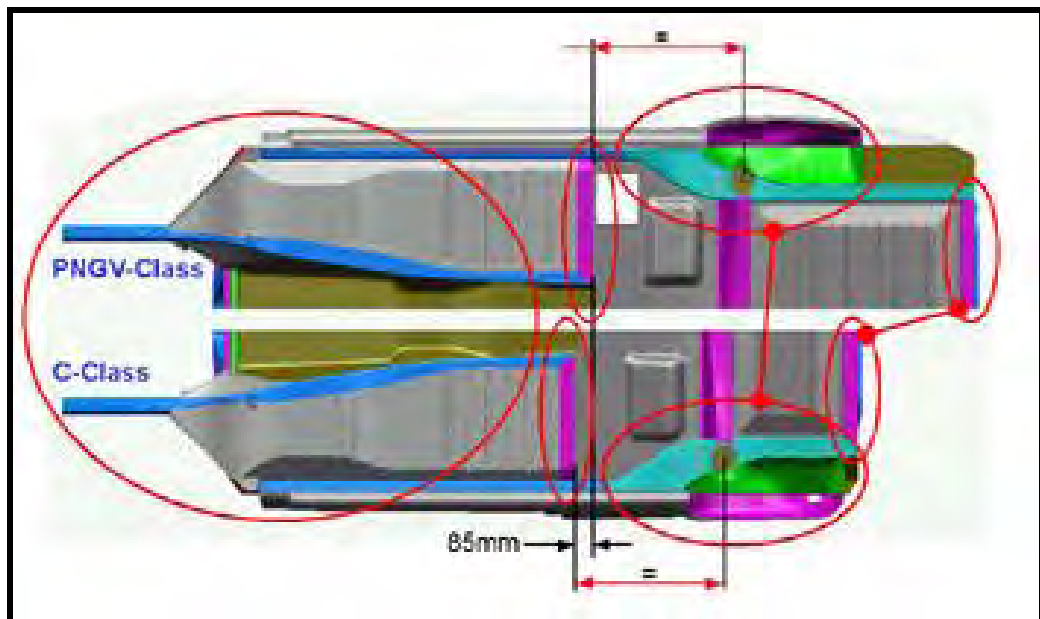


Figura 4 – Plataforma comum para as classes C e PNGV (ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

Isso permitiu que, através da plataforma única desenvolvida, os veículos propostos compartilhassem 22% dos componentes do veículo, e um projeto final com frentes idênticas (ULSAB – AVC OVERVIEW REPORT, 2002). As Figuras 5 e 6 apresentam os tipos de estrutura dos veículos concebidos durante o projeto ULSAB – AVC.

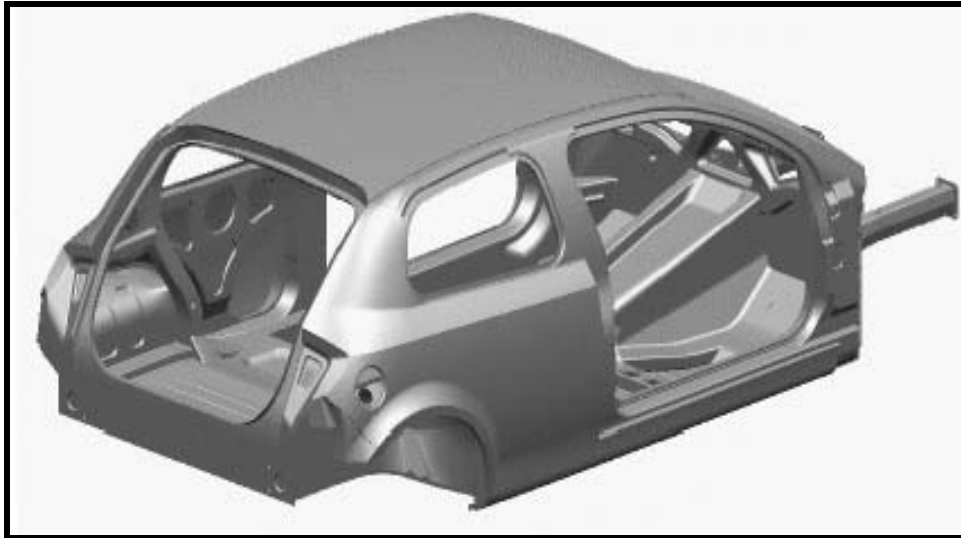


Figura 5 - Ilustração da estrutura principal da carroceria de um veículo da classe C Européia (ULSAB–AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

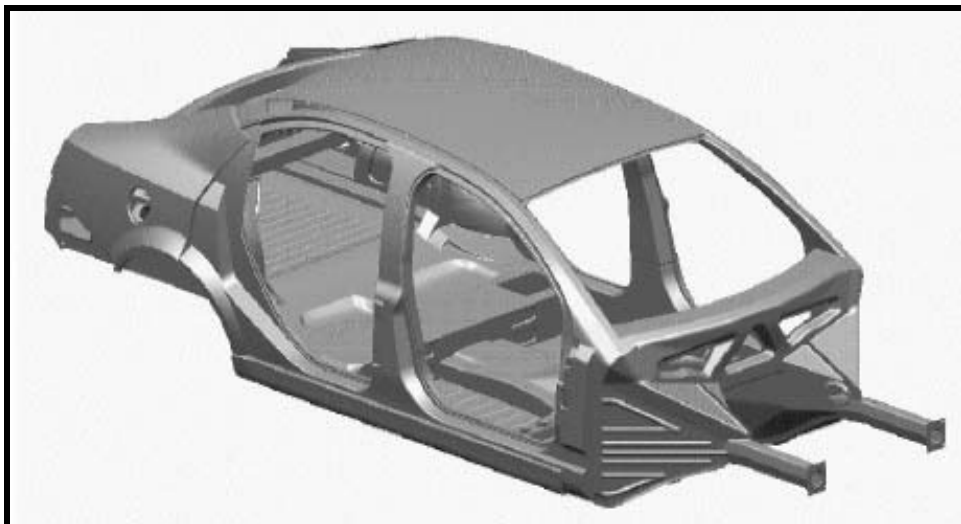


Figura 6 - Ilustração da estrutura principal da carroceria de um veículo da classe PNGV (ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002).

3.2 OS AÇOS MULTIFÁSICOS

Os aços multifásicos, quanto ao aspecto microestrutural, consistem de uma matriz ferrítica contínua contendo dispersões de segunda fase, como martensita e bainita. Estes aços também contêm teores de austenita retida, em frações volumétricas superiores a 5%. Estes aços incluem os aços bifásicos (DP), de plasticidade induzida por deformação (TRIP) e de fases complexas (CP). Os aços bainíticos, usados em componentes da suspensão, são uma subsérie dos produtos bifásicos, onde a martensita é substituída pela bainita.

Speer (2005), em seu trabalho, mostra a evolução dos tipos de aços descobertos desenvolvidos que têm sido utilizados com sucesso ao longo dos últimos anos, entre os quais se encontram os aços DP (*Dual Phase*) ou bifásicos, de aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), os aços CP (*Complex Phase*) e os aços MART (Martensíticos) e os mais recentes tipos de aços descobertos.

Os aços bifásicos podem ser descritos como aços de baixo carbono que, através de um tratamento térmico denominado têmpera intercrítica, possuem microestruturas ferríticas que contêm uma certa fração de martensita (PEREIRA, 1992). A primeira fase, por apresentar-se mole e dúctil, é a responsável pela ductilidade e conformabilidade do material; a segunda, com características de dureza e resistência propicia ao aço alta resistência mecânica (DAVIES, 1978). A microestrutura dos aços bifásicos é composta por ferrita de baixo carbono e, dependendo da resistência, entre 20 e 70% de fases duras, normalmente martensita (ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT, 2002). Na prática, as microestruturas dos aços bifásicos são mais complexas, e podem conter teores de bainita, perlita e austenita retida (ERDOGAN, 2003). Em chapas laminadas a quente, elas são produzidas pelo controle da transformação de austenita em ferrita, seguindo-se o bobinamento a uma temperatura baixa para transformar a austenita remanescente em martensita. Nas chapas laminadas a frio, a microestrutura bifásica é produzida por um recozimento intercrítico (com ferrita e austenita presentes na temperatura de recozimento), seguido de um resfriamento suficientemente rápido para transformar a austenita em martensita.

Os aços com plasticidade induzida por transformação (TRIP) são aços com baixos teores de elementos de liga, entre eles silício, alumínio e magnésio. Através de um tratamento térmico apropriado, “ilhas” de austenita (fase estável a altas temperaturas) absorvem carbono em um nível suficiente para não permitir sua transformação no retorno à temperatura ambiente, constituindo a fase chamada austenita retida. Nos aços TRIP, essa fase deve apresentar frações volumétricas superiores a 5% (ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT; 2002). A temperatura de transformação martensítica destas fases é muita baixa e inferior à temperatura ambiente. Desta forma, a austenita pode ser considerada estável em relação à temperatura nestas condições. Entretanto, ela é instável em relação à deformação plástica, o que faz com que ela se transforme quando submetida a uma deformação significativa. O material endurece de maneira significativa em função do aparecimento da fase martensítica. Trata-se, portanto, de um material que evolui enquanto é conformado. Esse efeito confere a esses aços uma capacidade elevada de absorção de energia em casos de impacto (MUDRY; LE BON; BULTHÉ, 2004). Durante o processo de deformação de um aço, que contém austenita retida na temperatura ambiente, a transformação da austenita em martensita ocorre progressivamente, resultando em um aumento nos valores de alongamento. Esse processo é denominado plasticidade induzida por transformação (*TRansformation Induced Plasticity*), ou efeito TRIP (HULKA, 2003). É precisamente esta transformação martensítica por deformação induzida que é responsável pelo excelente equilíbrio de resistência-ductilidade apresentada pelos aços TRIP (FURNÉMONT et al, 2002).

Aços do tipo CP possuem uma microestrutura complexa e extremamente fina composta de ferrita, bainita e martensita distribuídas homogeneamente por precipitações superfinais, combinam propriedades mecânicas excelentes e boa resistência ao desgaste, e apresentam boa conformabilidade a frio e soldabilidade. Pelas suas propriedades, estes aços são desenvolvidos para a fabricação de componentes automotivos que objetivam a redução de peso com a manutenção da segurança, por exemplo, na fabricação de barras de proteção lateral, reforços estruturais na carroceria, peças de chassis.

Nos aços MART, a austenita que existe durante o recozimento é transformada quase inteiramente em martensita durante o resfriamento na linha de operação. Essa transformação pode ser obtida também posteriormente no tratamento de têmpera. A grande resistência destes aços deve-se à presença da martensita. A martensita é uma fase metaestável que aparece com o resfriamento brusco da austenita. Desta forma, a transformação ocorre por cisalhamento da estrutura, sem difusão. Ela é, portanto, uma solução sólida supersaturada de carbono em ferro tetragonal de corpo centrado (tcc), uma forma distorcida do ferro cúbico de corpo centrado (ccc). Com o aumento do teor de carbono do aço, diminuem as temperaturas de início (M_i) e fim (M_f) de formação da martensita. Ela apresenta-se em forma de ripas (*lath*) nos aços de baixo carbono e na forma de placas finas (*thin plates*) nos de carbono mais elevado. Esses aços alcançam altas resistências, acima de 1700 MPa (COSTA E SILVA, MEI; 2007).

Atualmente existem algumas variantes de aços, ainda em um estágio inicial de evolução, como os aços TWIP (*Twinning Induced Plasticity*) e LIP (*Lightweight Induced Plasticity*) (SPEER, 2005, SCHRÖDER, 2004). Os aços TWIP, que apresentam plasticidade induzida por maclação, são mais fortemente ligados (com manganês, por exemplo, um estabilizador da austenita) e essencialmente austeníticos. Ao contrário dos aços TRIP, a austenita não sofre nenhuma transformação para martensita com a deformação, mas exibe um pronunciado encruamento e conformabilidade, em razão da deformação da austenita por maclação (Figura 7).

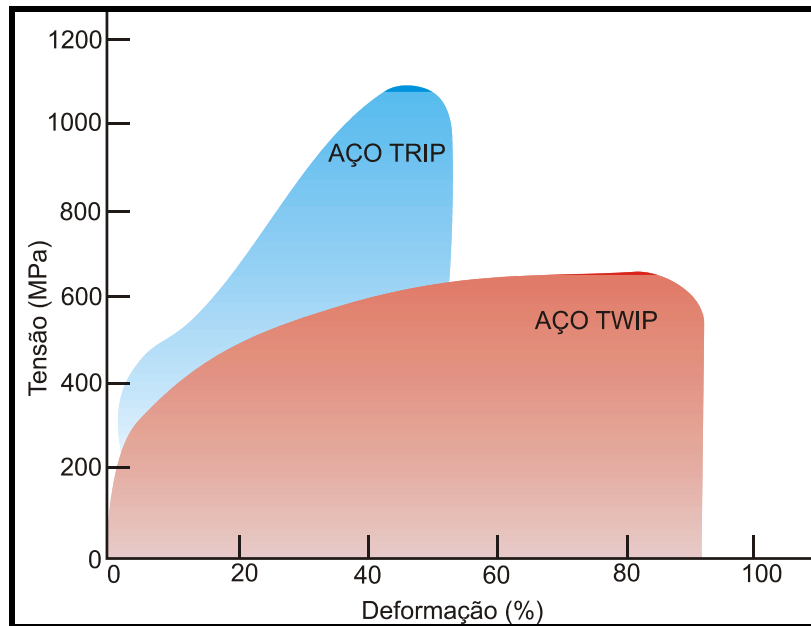


Figura 7 – O diagrama deformação versus tensão apresenta claramente as características que diferenciam os Aços TRIP e TWIP. O aço TRIP pode resistir tensões elevadas sem deformar-se. O aço TWIP deforma-se em tensões baixas, mas não sofre fratura até a deformação alcançar próximo de 90%, adaptado (SCHRÖDER, 2004).

Os pesquisadores de materiais do Instituto Max Planck (SCHRÖDER, 2004) obtiveram êxito no desenvolvimento de um aço que pode esticar até 1.000% sem romper. Eles prevêem que este tipo de aço seja utilizado numa nova geração de automóveis em 2010. Na Figura 8 pode-se observar a flexibilidade desse tipo de aço.



Figura 8 – Aço flexível como borracha (SCHRÖDER, 2004).

Os aços LIP utilizam um conceito similar, com o “L” identificando a característica de baixo peso (*lightweight*) proporcionada pelo uso significativo de elementos de liga leve, como o alumínio.

Como relatado há vários tipos de aços em constante desenvolvimento para aplicações na indústria automobilística, destacando que, neste trabalho, maior ênfase será dada aos aços TRIP.

3.3 AÇOS TRIP

3.3.1 Histórico

Em 1722, o cientista francês René Réaumur qualificou o endurecimento por têmpera das ligas que contém o ferro entre “o mais importante fenômeno da natureza”. Esta afirmação sustentou-se no fato que, do ponto de vista da sua utilidade, estas ligas e a evolução de suas características mecânicas acompanharam o desenvolvimento da sociedade humana. Quase três séculos depois após Réaumur, esta afirmação é mais verdadeira do que nunca. Certamente, raros são os campos onde estas melhorias não foram exploradas e sem a qual, algumas delas não poderiam mesmo existir.

No final do século XIX, um grande passo no avanço da compreensão dos mecanismos de transformação de fases nas ligas de Fe – C foi feita pelo professor Henry Marion Howe. Pela primeira vez, apresentou-se a martensita como um produto da transformação da austenita. Foi ele que introduziu o uso do nome das fases como é conhecido atualmente, especialmente a martensita e austenita, outrora chamada de *hardenite* (COHEN, 1962). A Figura 9 ilustra a evolução das teorias ligadas à transformação martensítica.

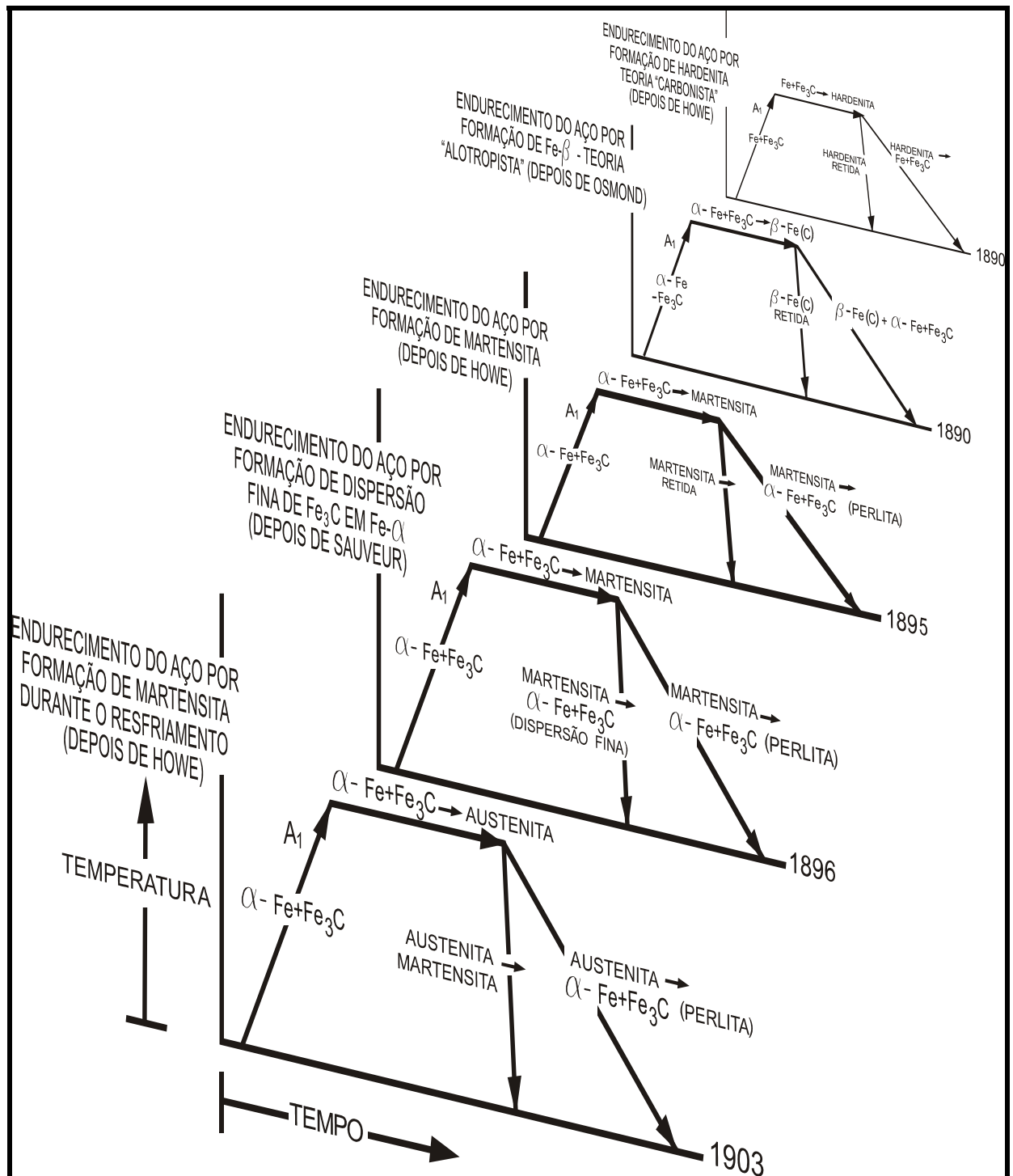


Figura 9 – Evolução das teorias de endurecimento de aços de 1890 a 1903, adaptado (COHEN, 1962).

As primeiras observações sobre o aumento inesperado da conformabilidade induzida pela transformação da austenita em martensita foram feitas por Günther Wassermann no Instituto de Metalurgia Kaiser – Wilhelm em Berlim, no ano de 1937 (WASSERMANN, 1937, apud BLECK, 2002). Ele observou que era possível obter

valores mais altos de alongamento durante ensaios mecânicos em ligas Fe – 50%Ni. Mas foram Zackay et al. (1967), que designaram pela primeira vez este fenômeno como “Plasticidade Induzida por Transformação”, mais conhecido como efeito TRIP. Eles desenvolveram aços com alongamentos melhorados, como uma consequência da transformação austenita em martensita. Entretanto, os altos teores das concentrações de elementos de ligas muito caros, acabou restringindo a sua fabricação em escala industrial (vide Tabela 1). Esses aços eram totalmente austeníticos em temperatura ambiente.

Tabela 1 – Composição química (% em massa) dos aços estudados por Zackay et al., 1967

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
0,31	1,92	2,02	8,89	8,31	3,80
0,25	1,96	2,08	8,88	7,60	4,04
0,25	1,90	0,92	8,80	7,80	4,00
0,25	-	-	-	24,4	4,10
0,23	-	1,48	-	22,0	4,00
0,24	-	1,48	-	20,97	3,57

Nos anos 70, a maioria das pesquisas dedicou o uso técnico do efeito TRIP utilizando os aços inoxidáveis austeníticos como material. Mais tarde, na década de 80, foi sugerido esse efeito para melhorar as propriedades mecânicas dos aços de baixa liga, quando houvesse uma certa quantidade de austenita retida metaestável fazendo parte da microestrutura.

As primeiras observações de austenita retida na microestrutura de um aço bifásico (ferrita + martensita) foram reportadas por FURUKAWA et al., 1979. Mais tarde, TOMITA; OKITA e NAKAOKA, 1984 obtiveram ricas quantidades de austenita retida em aços contendo cerca de 2% de silício, por um tratamento térmico que consiste em duas etapas em temperaturas diferentes, provocando no segundo deles a reação bainítica.

MATSUMURA; SAKUMA e TAKECHI, 1987 estudaram a relação entre ductilidade e resistência através do efeito TRIP, em um aço 0,4%C – 1,5%Si – 0,8%Mn, submetido a um tratamento de recozimento a 790°C por 5 minutos, seguido

de um tratamento isotérmico no campo bainítico (entre 350 e 450°C), e concluíram que, para obter os valores mais altos de alongamento, é necessário o aumento da fração volumétrica de austenita retida bem como da sua estabilidade, até um determinado limite. O resultado deste estudo criou as bases para um desenvolvimento de novas pesquisas em aços de baixa liga e alta resistência.

Desde o início da década de 90, várias pesquisas (SUGIMOTO et al., 1992; 1993; HANZAKI; HODGSON e YUE, 1995; SUGIMOTO et al., 1995; HANZAKI e YUE, 1997; GIRAULT et al., 2001 e BLECK, 2002) confirmaram o efeito TRIP, a partir da metaestabilidade da austenita retida, em aços multifásicos de baixa liga contendo concentrações mais altas de silício e manganês (entre 1,0 e 2,5%). São os aços TRIP modernos, e na maioria desses trabalhos a denominação mais freqüentemente utilizada foi: “Aços TRIP” ou “Aços Assistidos pelo Efeito TRIP” (*TRIP-assisted steels*). Nesses aços os elementos de ligas são de baixo custo e por esta razão viáveis economicamente, e portanto, atrativos para fabricação em escala industrial (vide Tabela 2).

Tabela 2 – Composição química típica (% em massa) de aços assistidos pelo efeito TRIP

C	Si	Mn	Al	P	Nb	Mo	Cu	Referências
0,38	1,53	0,83		0,007				1
0,18	2,00	1,50	0,037	0,015				2
0,19	2,48	1,99	0,036	0,014				2
0,11	0,59	1,55	1,5	0,012				3
0,22	1,55	1,55	0,028		0,035			4
0,20	1,47	1,51	0,028	0,004	0,047	0,02		5
0,20	1,55	1,55	0,028		0,035	0,3		6
0,21	1,49	1,49	0,028	0,005	0,017	0,1		5
0,14	1,49	1,51	0,04	0,0012			0,51	7

1-MATSUMURA; SAKUMA; TAKECHI, 1987; 2-SUGIMOTO et al., 1992; 3-JACQUES et al., 2001a;
4-HANZAKI et al., 1995; 5-HASHIMOTO et al., 2004; 6-JIAO et al., 2002; 7-KIM et al., 2002a.

Apesar dos desafios inerentes ao controle dos parâmetros de processamento, para atingir a microestrutura multifásica, os aços assistidos pelo efeito TRIP oferecem combinações de resistência e ductilidade mais altas que os aços bifásicos. Uma comparação entre as propriedades mecânicas de uma variedade de famílias de aços de alta resistência, assim como de ligas típicas de alumínio e magnésio, aplicadas principalmente na indústria automobilística nas estruturas dos automóveis, são apresentadas na Figura 10, ilustrando os atributos favoráveis dos aços TRIP.

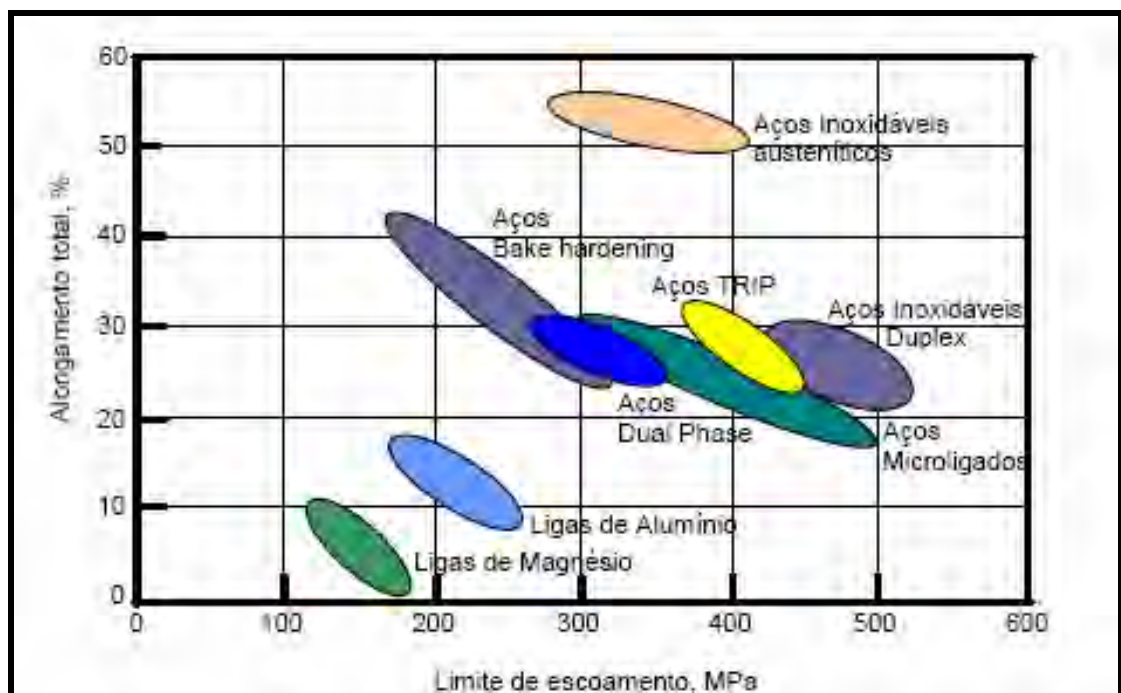


Figura 10 – Relação entre ductilidade e a resistência de várias categorias de materiais de alta resistência amplamente utilizados na estrutura de automóveis modernos, adaptado (BLECK, 2002).

3.3.2 O efeito TRIP

Uma boa combinação de resistência mecânica e ductilidade é fator essencial para aços destinados à indústria automobilística. São conhecidos vários mecanismos que atuam no aumento da resistência dos aços, por exemplo, refino do grão, precipitação, solução sólida e transformação de fases. Entretanto, em todos eles o aumento da resistência resulta em queda de alongamento. A Figura 11 ilustra que aços endurecidos por transformação de fases possuem alongamento superior àqueles produzidos pelos

outros mecanismos de endurecimento, para uma determinada classe de resistência. Dentre eles, os aços TRIP apresentam a melhor combinação resistência/alongamento.

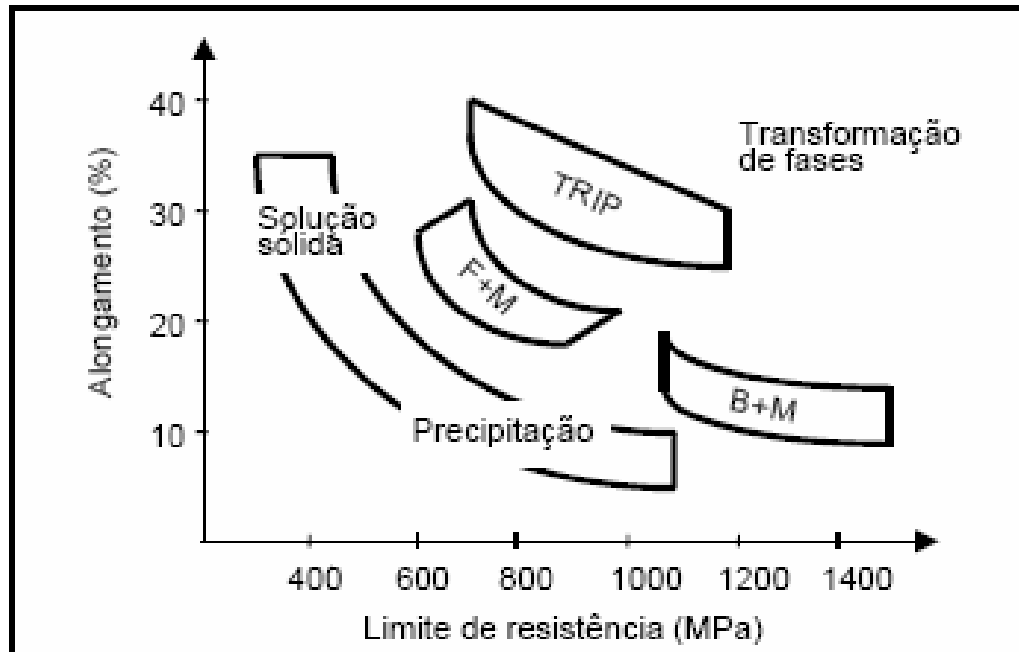


Figura 11 – Relação entre o balanço resistência/alongamento e os mecanismos de aumento de resistência (F=ferrita, B=bainita, M=martensita) (CASTRO; MELO, 2004).

A combinação especial de propriedades dos aços TRIP está associada a sua microestrutura, formada por ferrita, bainita, martensita e austenita retida, obtida a partir de composições químicas e parâmetros de processamento bem definidos. A alta ductilidade desses aços resulta do efeito TRIP, que ocorre durante o processo de conformação do material, como se observa na simulação de um ensaio de tração (Figura 12). Em uma primeira etapa, a austenita retida menos estável é deformada, transformando-se em martensita, devido à deformação aplicada. Este fenômeno ocorre repetidamente, de modo que a deformação propaga-se uniformemente pelas regiões não deformadas, onde a resistência é relativamente menor. Deste modo obtém-se alta ductilidade, pelo atraso da fratura causado pela transformação progressiva da austenita retida, simultaneamente com alta resistência final, devido ao aumento da fração da martensita na microestrutura.

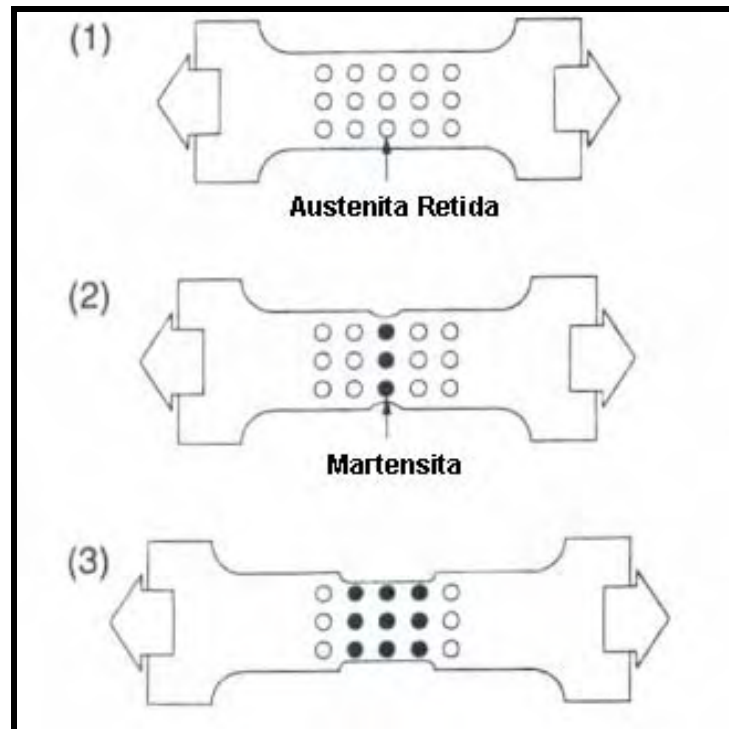


Figura 12 – Representação esquemática do efeito TRIP. Quando uma deformação por tensão é aplicada (1), a austenita retida se transforma em martensita na região de concentração de tensões (2), e na sequência, a transformação austenítica ocorre também nas vizinhanças adaptado (YOKOI et al., 1996).

O efeito TRIP é o responsável pelo acréscimo significativo do alongamento total e, conseqüentemente, da ductilidade dos aços TRIP. O aumento da ductilidade uniforme é atribuído ao processo de acomodação plástica nas vizinhanças das placas de martensita. Ou seja, durante o processo de deformação de um aço, que contém austenita retida na temperatura ambiente, a transformação de austenita em martensita ocorre progressivamente, e resulta em aumento nos valores de alongamento.

3.3.3 Envelhecimento por deformação

O envelhecimento por deformação em ligas de aços é um fenômeno que provoca variação nas propriedades com o tempo à temperatura ambiente, sendo o processo acelerado pela elevação da temperatura. O envelhecimento das ligas é observado pela variação das suas propriedades. Assim, por exemplo, tem-se o aumento

da dureza, do limite de escoamento, da resistência à tração e diminuição do alongamento, da estricção e da condutividade térmica (ABDALLA, 1995; SILVA, 2006). Qualquer causa que dificulte o movimento das discordâncias estará produzindo o endurecimento de um metal ou liga. Assim, a deformação e a diminuição do tamanho dos grãos são fatores de endurecimento. As causas que determinam o envelhecimento das ligas podem ser, dentre outras, a ordenação de uma solução sólida desordenada, a formação de soluções sólidas, o aparecimento de novas fases ou a precipitação de uma solução sólida supersaturada. A formação de uma solução, com teores crescentes de soluto, provoca o endurecimento, ao criar as atmosferas de Cottrell (REED-HILL, 1994) de átomos de soluto em torno das discordâncias. A precipitação de partículas de segunda fase vão também dificultar o movimento das discordâncias, e o endurecimento vai depender, principalmente, das distancias entres essas partículas. O envelhecimento pode ser provocado por resfriamento rápido a partir de temperaturas convenientes e por deformações plásticas. O envelhecimento por deformação depende da presença de soluções sólidas intersticiais. A deformação plástica provoca a instabilidade da solução sólida intersticial, porque os átomos intersticiais não acompanham os movimentos bruscos das discordâncias produzidos pela deformação plástica. Os átomos movem-se atraídos pelos defeitos reticulares (também ocasionados pela deformação), no sentido de readquirirem o equilíbrio perdido. Essa precipitação atua como se os átomos estivessem supersaturando a matriz, produzindo o envelhecimento (COLOMBAROLI; CASTRO, 1970).

Envelhecimento por deformação é um tratamento em que a resistência de um aço é aumentada, e a ductilidade é diminuída com o aquecimento, em temperaturas relativamente baixas, do aço previamente deformado a frio. Esse comportamento pode ser mais bem ilustrado pela Figura 13, que descreve esquematicamente o efeito do envelhecimento pela deformação na tensão de escoamento de um aço de baixo carbono.

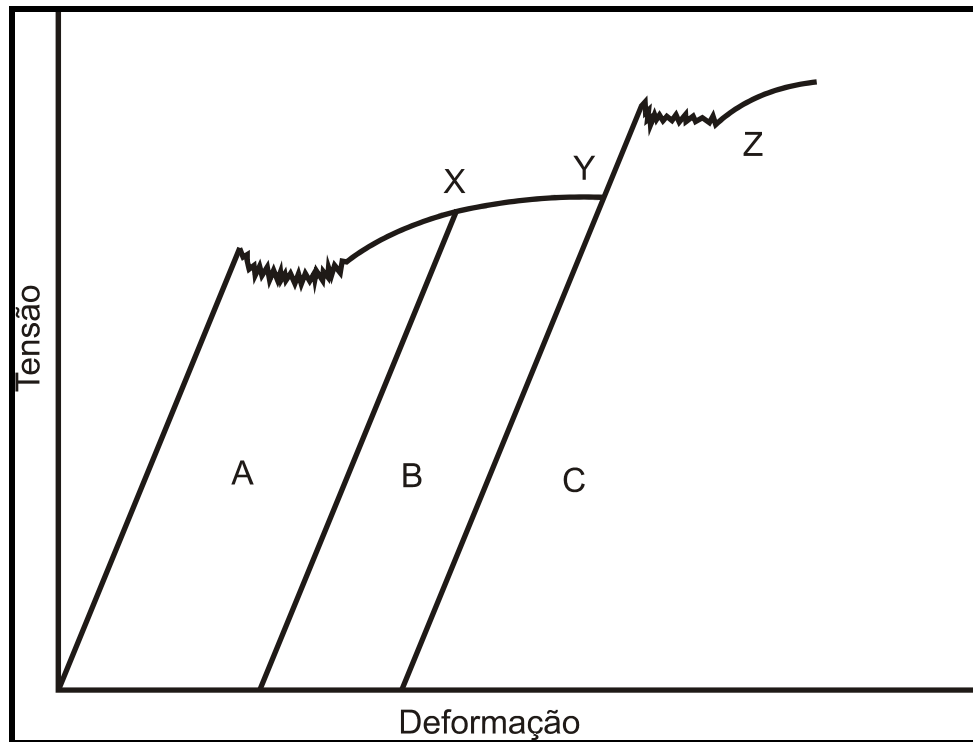


Figura 13 – Curvas tensão versus deformação para aços de baixo carbono apresentando envelhecimentos. Região A, material originalmente deformado após limite de escoamento; Região B, material imediatamente tracionado novamente após atingir ponto X; Região C, reaparecimento e aumento do limite de escoamento após envelhecimento a 148°C (SILVA, 2006).

A região A apresenta a curva tensão versus deformação para um aço de baixo carbono deformado plasticamente pelo alongamento do escoamento descontínuo para uma deformação correspondente ao ponto X. O material é então descarregado e recarregado sem uma considerável demora ou qualquer tratamento térmico, região B. Nota-se que, no recarregamento, o escoamento descontínuo não ocorre, já que as discordâncias foram libertadas das atmosferas de átomos de carbono e nitrogênio.

Considere-se, agora, que o material é deformado até o ponto Y e então descarregado. Se ele for recarregado depois de um envelhecimento por alguns dias, à temperatura ambiente, ou por algumas horas, a uma temperatura de envelhecimento de 148°C, o escoamento descontínuo irá reaparecer. Além disso, o escoamento descontínuo crescerá pelo tratamento de envelhecimento de Y para Z. O reaparecimento do escoamento descontínuo deve-se à difusão dos átomos de carbono e nitrogênio para as discordâncias, durante o período de envelhecimento, para formar novas atmosferas de intersticiais, ancorando as discordâncias (DIETER, 1988).

3.3.4 Metalurgia dos aços TRIP

Vários estudos têm sido dedicados para a otimização dos parâmetros de ciclos térmicos, a laminação e o teor de elementos de liga visando melhorar o desempenho dos aços TRIP. Sachdev (1983) reporta a presença da austenita retida na microestrutura dos aços bifásicos, desempenhando um papel positivo na melhoria das suas propriedades mecânicas. Além disso, se esta austenita é suficientemente estável, a resistência mecânica e a ductilidade destes aços são aumentadas. O inconveniente é que nos aços bifásicos não há como reter a austenita em quantidade suficiente à temperatura ambiente. Já nos aços TRIP altamente ligados, a adição maciça de elementos de liga, por exemplo o níquel, que permite estabilizar a austenita, é proibido por razões de custo.

Assim, os aços TRIP beneficiaram-se pelo desenvolvimento dos conhecimentos acumulados ao longo dos anos e dos resultados de estudos de outras classes de aços. São próximos dos aços bifásicos em relação a sua microestrutura multifásica, e obtidos com o controle do ciclo térmico aplicado. Então, teve-se a idéia de modificar os parâmetros do ciclo térmico e de fazer uso da transformação bainítica para enriquecer a austenita em carbono e assim estabilizá-la à temperatura ambiente. A transformação bainítica, que permite “a priori” obter uma austenita supersaturada em carbono, é uma ferramenta poderosa e indispensável para produzir aços TRIP de baixa liga.

3.3.5 A transformação bainítica

Uma transformação de fase pode ocorrer de duas maneiras diferentes: difusiva ou “displaciva” (paramórfica²). Uma transformação de fase difusiva é caracterizada por difusão de átomos em longas distâncias enquanto a “displaciva” é caracterizada pelo movimento cooperativo dos átomos, envolvendo difusão em curtas distâncias. Uma transformação “displaciva” acontece pela deformação homogênea da estrutura cristalina original.

² Transformação de um material em outro sem mudança de composição química, alterando-se apenas a estrutura cristalina

A transformação bainítica é provavelmente ainda a menos compreendida da reação de decomposição da austenita. Isto tem levado os pesquisadores a contínuos e progressivos debates. Os mecanismos pela qual a bainita é formada da austenita são complicados e até hoje, ainda são objetos de muita controvérsia.

A bainita é formada em uma faixa ampla de temperatura, entre 250 e 550°C, onde a formação da perlita e martensita não ocorre. São formados agregados finos aciculares ou em forma de ripas (*laths*) contendo ferrita, cementita e austenita retida. Esta estrutura intermediária é denominada bainita, conforme Edgar Bain, o primeiro que estudou sistematicamente a decomposição isotérmica da austenita (DAVENPORT; BAIN; PAXTON, 1970). As características desta transformação sugerem um mecanismo difusional para alta temperatura (como para a transformação da ferrita em perlita) e um mecanismo “displacivo” (paramórfico) para baixa temperatura (como para a transformação martensítica). Existem atualmente dois pontos de vista em relação aos mecanismos de formação da bainita: de um lado a escola difusional (PURDY; HULLERT, 1984) que defende a difusão e a redistribuição dos átomos do carbono nas interfaces, considerando esta transformação como uma decomposição da austenita durante a qual os grãos de ferrita e cementita crescem a uma certa velocidade pelo movimento das interfaces; do outro lado, a escola “displaciva” (BHADESHIA; CHRISTIAN, 1990), consideram (a exemplo da transformação martensítica) que a transformação bainítica ocorre; a bainita formada tem a mesma composição da austenita. Ficou estabelecido que a transformação bainítica se decompõe em duas fases: crescimento da bainita seguida por uma precipitação dos carbonetos (BHADESHIA, 2001).

Nos aços TRIP, a transformação bainítica implica uma sucessão ou uma competição de acontecimentos (GODET, 2003). A Figura 14 esquematiza a formação da bainita. A ferrita bainítica supersaturada em carbono nucleia nas vizinhanças dos grãos de austenita e cresce como uma placa até que seu crescimento é impedido pelo empilhamento de discordâncias na interface austenita/ferrita. Mais adiante a reação avança pela nucleação de novas placas nas extremidades das já existentes, e conduz a estrutura de um feixe. Depois do crescimento da placa de bainita, o excesso de carbono pode difundir e sair da ripa de bainita.

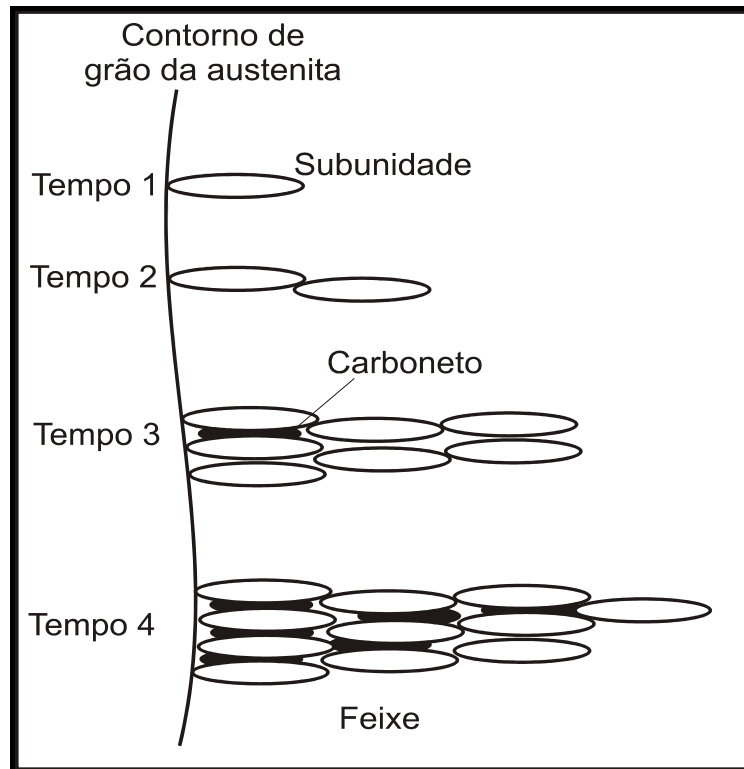


Figura 14 – Representação esquemática das características microestruturais da formação da bainita adaptado (GODET, 2003).

As características da bainita mudam com a redução da temperatura de transformação. Conforme o modo de precipitação dos carbonetos, até mesmo dependente da temperatura para a qual a transformação ocorre, distinguem-se dois tipos de bainita: a bainita superior para altas temperaturas e a bainita inferior para temperaturas mais baixas. Isto é ilustrado esquematicamente na Figura 15.

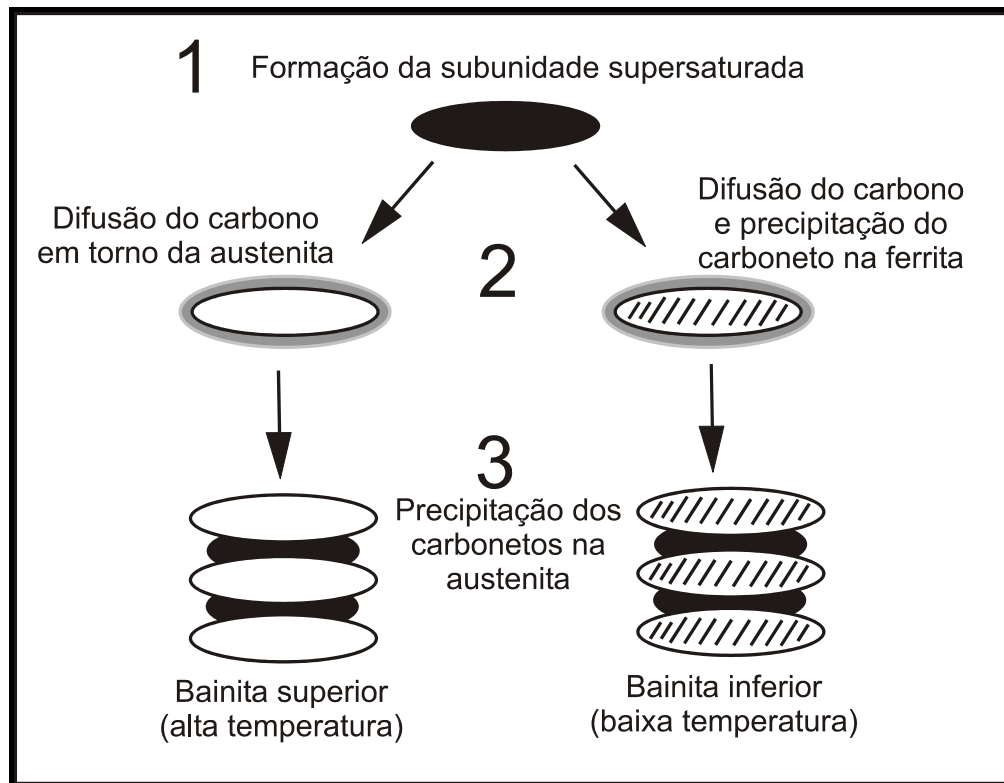


Figura 15 – Ilustração esquemática da formação de bainita superior e bainita inferior adaptado (GODET, 2003).

3.3.5.1 Bainita superior

A faixa de temperatura da formação da bainita superior é de 350 a 550°C, dependendo da composição química do aço. A sua microestrutura consiste de ripas finas de ferrita, cada uma com espessura da ordem de 0,2 μm e comprimento de 10 μm , como pode ser visto na Figura 16. Estas ripas crescem de forma agrupada formando feixes, com aparência de pena (KUTSOV et al., 1999). Em cada feixe, as ripas são paralelas e possuem orientações cristalográficas idênticas e bem definidas. As ripas individuais dos feixes são denominadas subunidades de bainita e, normalmente, são separadas por contornos com pequenos desvios da orientação cristalográfica ou por partículas de cementita. A ferrita e a cementita nucleiam independentemente, e o que controla o crescimento da bainita superior é a difusão do carbono na austenita. Os crescimentos da ferrita e da cementita são cooperativos, isto é, a ferrita expulsa o carbono que é absorvido pela cementita.

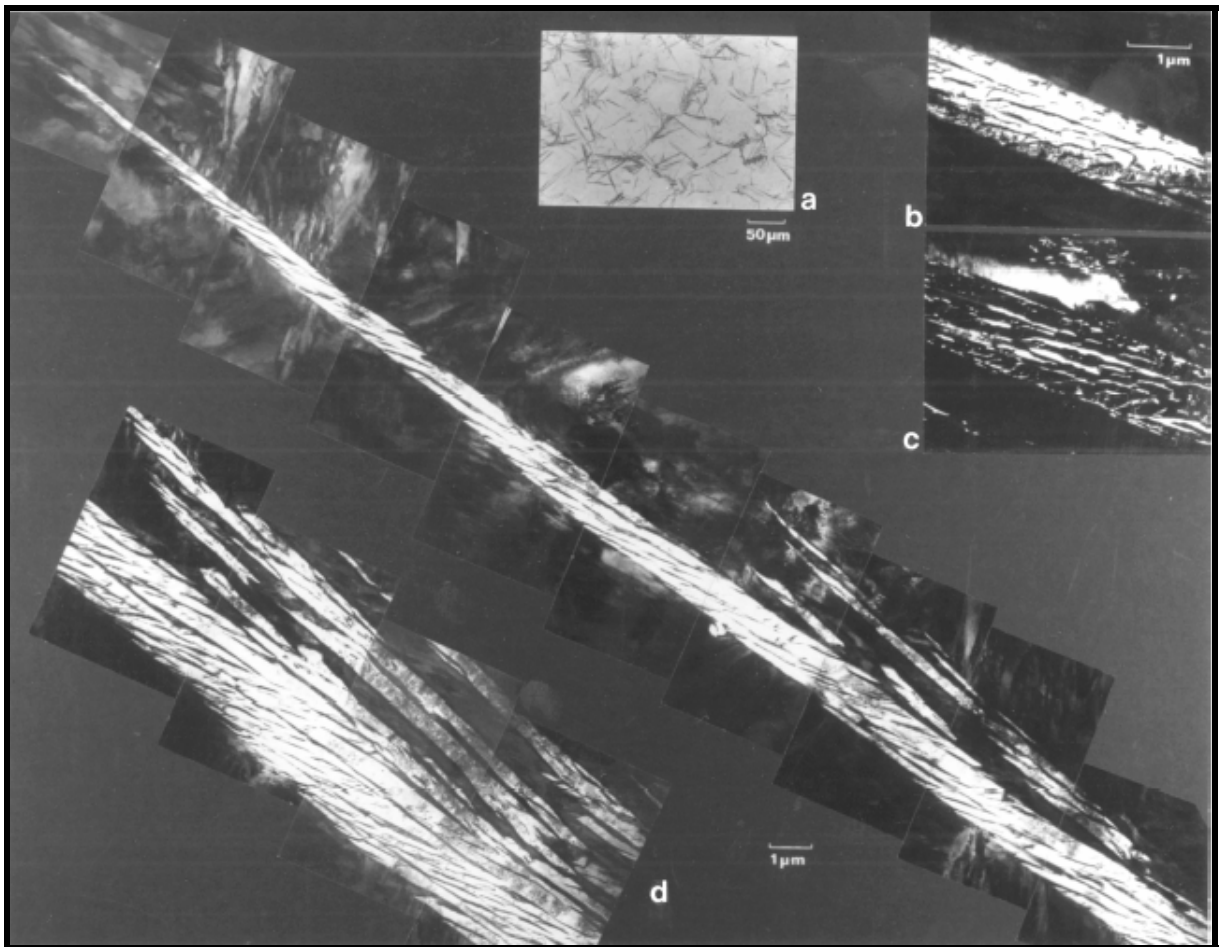


Figura 16 – Micrografia da bainita superior: (a) micrografia óptica; (b, c) micrografia de transmissão em campo claro e campo escuro da austenita retida entre subunidades; (d) montagem do feixe de bainita vista por microscopia eletrônica de transmissão (BHADESHIA, 2001).

A formação da bainita superior envolve em dois estágios distintos, iniciando com a nucleação das placas ou ripas de ferrita nos contornos de grãos da austenita e a solubilidade de carbono é baixa. No segundo estágio, o crescimento das ripas de ferrita enriquece a austenita remanescente do carbono, acompanhado por mudança de forma da região transformada. A mudança pode ser descrita como um plano invariante de deformação com um grande componente de cisalhamento, idêntico ao observado durante a transformação martensítica. A bainita cresce em temperaturas relativamente altas comparadas com as da martensita. Assim, as tensões provocadas pela mudança de forma não são suportadas pela austenita, que tem a sua resistência diminuída nesta faixa de temperatura. As tensões induzidas pela deformação são relaxadas pela

deformação plástica dos grãos de austenita adjacentes. Nesta região, há aumento na densidade de discordâncias causado pela deformação plástica da austenita, devido ao movimento das interfaces. A Figura 17 apresenta uma floresta de discordâncias que se forma na interface bainita (região clara) austenita (região escura), devido à deformação induzida pela mudança de forma que acompanha a transformação bainítica. A subestrutura de discordâncias imobiliza a interface por mecanismos de “endurecimento por encruamento”, levando à perda de coerência e à diminuição do processo de crescimento. Este fenômeno é responsável pelo tamanho limitado das ripas de bainita (BHADESHIA, 1999).

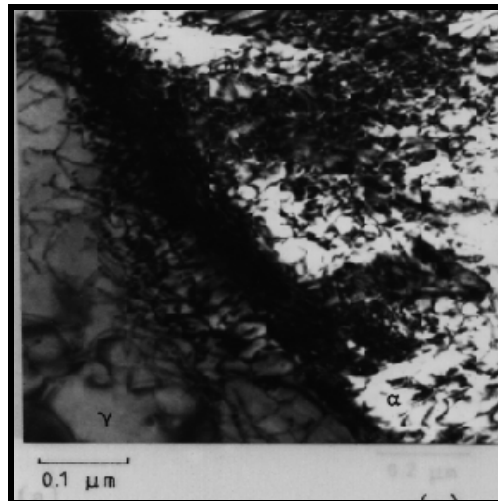


Figura 17 – Floresta de discordâncias formado na interface bainita (região clara)/austenita (região escura) (BHADESHIA, 1999).

3.3.5.2 Bainita inferior

A transformação isotérmica que ocorre na faixa de temperaturas entre 250 e 350°C produz a bainita inferior. Ela possui microestrutura e características cristalográficas similares à bainita superior, com aparência de placas (KUTSOV et al., 1999). A principal diferença é que na bainita inferior os precipitados da cementita (carbonetos) aparecem no interior das placas ou ripas de ferrita e entre elas, enquanto que na bainita superior encontram-se entre as ripas de ferrita e as ripas da bainita inferior são muito mais longas do que as da bainita superior.

Existem dois tipos de precipitados de cementita: os que crescem a partir da austenita enriquecida em carbono e que separam as plaquetas da ferrita bainítica, e um segundo, que se precipitam a partir da ferrita saturada.

A Figura 18 apresenta uma microestrutura da bainita inferior. Observam-se diversos tipos de partículas de carboneto no interior da ferrita bainítica. A bainita inferior, por outro lado, consiste de plaquetas finas organizadas na forma de feixes, com cada plaqueta parcialmente separada por carbonetos ou por um filme de austenita retida com alto teor de carbono (BHADESHIA, 1999).



Figura 18 – Microestrutura da bainita inferior (BHADESHIA, 1999).

Os carbonetos na bainita inferior são extremamente finos, com espessura da ordem de nanômetros e comprimento da ordem de 500 nm. Uma vez que eles se precipitam no interior da ferrita, uma pequena quantidade é partilhada com a austenita residual. Isto significa que um número pequeno de carbonetos finos se precipita entre as ripas de ferrita, quando comparado com a bainita superior. Uma consequência importante desse fato é que a bainita inferior usualmente apresenta maior tenacidade que a bainita superior, apesar de possuir maior resistência mecânica. Os carbonetos grosseiros de cementita na bainita superior possuem tendência em serem pontos de nucleação de microcavidades e de trincas de clivagem.

3.3.6 A transformação martensítica

A transformação martensítica pertence à categoria de transformações cristalográficas “displacivas” ou paramórficas e por isso acompanhada de mudanças estruturais. Nessa transformação há a mudança de forma, isto é, movimentos atômicos sobre caminhos muito pequenos, menores que distâncias interatômicas, são essenciais para que a mudança estrutural ocorra. Os átomos ou grupos de átomos envolvidos no processo de transformação conservam seu relacionamento de vizinhança por causa dos deslocamentos atômicos coordenados. Visto que não ocorre difusão, não somente a fase austenítica (fase originária) e a martensita (fase produto) têm a mesma composição química, mas também que a martensita herda a ordem e os defeitos da fase mãe.

A transformação inicia somente após resfriamento para uma temperatura particular chamada temperatura de início da martensita (M_S). A fração transformada aumenta com o resfriamento abaixo de M_S . A temperatura final da martensita (M_f) é normalmente definida como a temperatura onde 95% da austenita foi transformada.

Muitas transformações de fase sem difusão podem ser encontradas em outros materiais que formam um subgrupo de uma grande classe de transformações de fase que compartilha características comuns. Transformações martensíticas podem ser encontradas também em minerais, cristais e nos compostos que podem, em princípio, sofrer uma transformação martensítica desde que a taxa de aquecimento ou resfriamento seja suficientemente elevada para impedir uma transformação com difusão controlada como alternativa. Logo, um rápido resfriamento do aço na região austenítica resulta em formação da martensita, algumas vezes com austenita retida na microestrutura. O processo de transformação, que é induzido por um resfriamento relativamente rápido, parece ser aleatório, uma vez que a densidade de formação de placas de martensita por toda a amostra parece ser independente do tamanho do grão da austenita. Como mostrado na Figura 19, as placas de martensita formadas inicialmente têm em geral tamanhos pequeníssimos, porque o processo de transformação continua devido à divisão da austenita causada pelas placas de martensita previamente transformadas (PERLADE; BOUAZIZ; FURNÉMONT, 2003)

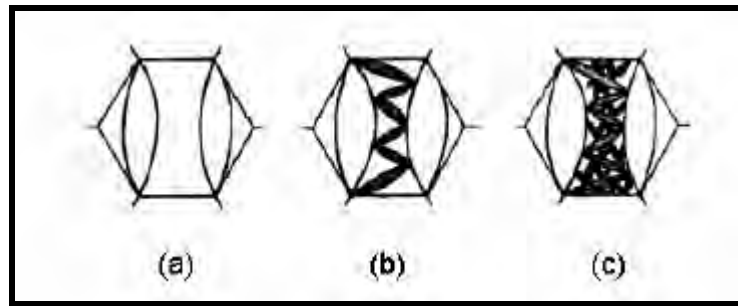


Figura 19 – Transformação martensítica dentro da partícula de austenita. Como a transformação em martensita continua de (a) até (c), o tamanho das placas de martensita formado inicialmente diminui (PERLADE; BOUAZIZ; FURNÉMONT, 2003).

O processo de transformação da austenita para martensita também pode ser obtido pela aplicação de tensão ou deformação ao invés de um resfriamento rápido. A carga mecânica aplicada pode contribuir com a energia livre total para iniciar a transformação. A deformação derivada da aplicação da carga desencadeia o processo de transformação da austenita em martensita através da deformação da forma estrutural. Portanto, é possível a nucleação da martensita em temperaturas acima de M_s desde que haja uma força mecânica dirigida.

Patel e Cohen (1953) sugeriram que, acima da temperatura M_s , a mudança da energia livre química dirigida $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ é linear quando a temperatura aumenta. Como apresenta a Figura 20, espera-se que um aumento da força mecânica dirigida induzida por uma carga externa (U') é necessário ajudar a transformação em temperatura acima de M_s devido à diminuição da energia livre dirigida quando a temperatura aumenta. A Figura 20 representa as energias livres da austenita e martensita em função da temperatura (TAMURA, 1982). Em uma certa temperatura T_0 , as duas fases têm a mesma energia livre ($G_\gamma = G_{\alpha'}$). Entretanto, se a temperatura estiver no intervalo entre M_s e T_0 , nenhuma martensita é obtida desde que a diferença de energia livre entre a austenita e martensita não alcance ainda o valor da energia química livre crítica $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ para que a transformação inicie. $\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ é a diferença de energia livre entre as duas fases na temperatura M_s . Esta é a energia livre necessária para permitir a nucleação e também a energia armazenada da martensita. Contudo, a fase martensítica pode se formar acima de M_s (por exemplo em T_1) pela contribuição de um esforço

exterior, pela aplicação de uma carga mecânica (U'), tal que seu efeito termodinâmico compense a diferença entre $\Delta G_{M_S}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ em M_S e $\Delta G_{T_1}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ em T_1 , como apresentado na Figura 20.

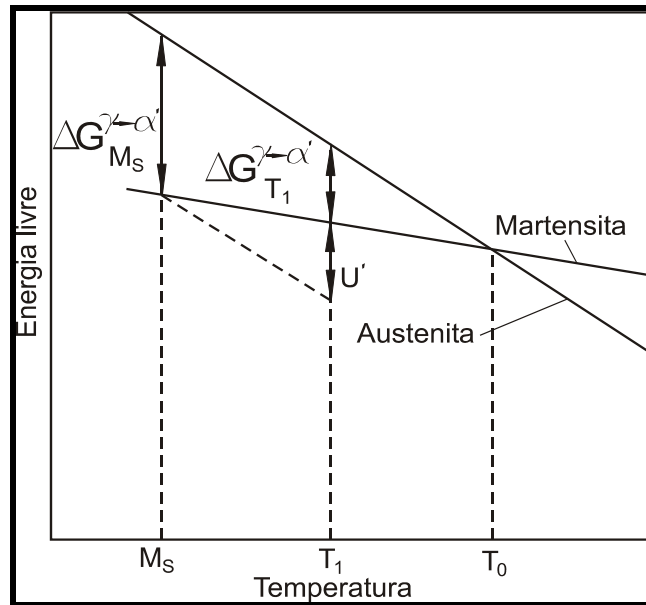


Figura 20 – Ilustração esquemática das energias livres da austenita e martensita em função da temperatura adaptado (TAMURA, 1982).

3.3.7 Tratamentos térmicos

3.3.7.1 Introdução

Embora uma alta porcentagem de todos os metais fabricados possa ser utilizada no estado após conformação, laminação, ou fundição, por razões econômicas, muitos metais (aços em particular) não desenvolvem suas propriedades físicas e mecânicas máximas, senão após tratamento térmico. Condições de serviço severas muitas vezes exigem investimento adicional a fim de se obter alguma propriedade especial em um metal, tal como alta dureza, alta resistência à tração, ou resistência à corrosão, por tratamento térmico.

O tratamento térmico é um processo que permite alterar as propriedades físicas-mecânicas do aço, utilizando ciclos de aquecimento e resfriamento sob condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera e velocidade de resfriamento, com o

objetivo de atingir determinadas propriedades. Tal processo é empregado quando se deseja adequar as características do material a uma etapa do processo de fabricação ou à condição de produto final. As propriedades dos aços dependem, em princípio, da sua estrutura. Os tratamentos térmicos modificam, em maior ou menor escala, a estrutura dos aços, resultando em consequência na alteração mais ou menos pronunciada de suas propriedades.

O tipo de atmosfera ou meio exerce um papel fundamental no tratamento térmico, alterando, parcialmente, a composição química do aço ou evitando que ocorra na forma de uma descarbonetação. Outra influência, tão importante quanto à citada, é auxiliar no processo de transferência do calor e na forma de evitar a oxidação do aço.

Há vários meios de aquecer e resfriar o material. O banho de sal fundido é uma maneira de transportar calor para o aço e protegê-lo contra a oxidação e descarbonetação. Para o resfriamento as alternativas consistem em transferir o aço aquecido para óleo, água ou mesmo outro banho de sal em temperaturas mais baixas.

É importante lembrar que, em geral, a melhora de uma ou mais propriedades mediante um determinado tratamento térmico é conseguida com prejuízo de outras. Por exemplo, o aumento da ductilidade provoca simultaneamente queda nos valores de dureza e resistência à tração. Portanto, é necessário que o tratamento térmico seja escolhido e aplicado criteriosamente, para que as desvantagens apontadas sejam reduzidas ao mínimo.

Todos os tratamentos térmicos dos aços estão estreitamente relacionados com as temperaturas nas quais as transformações ocorrem. As temperaturas críticas dos aços são apresentadas na Figura 21 (diagrama Ferro – C). No aquecimento e no resfriamento, os cristais dos quais o aço é composto têm a capacidade de mudarem as suas formas; isto é, eles têm propriedades alotrópicas. Este tipo de resposta torna possível uma combinação extensa de propriedades mecânicas e a maioria dos tratamentos térmicos é efetuada com comportamento alotrópico em mente.

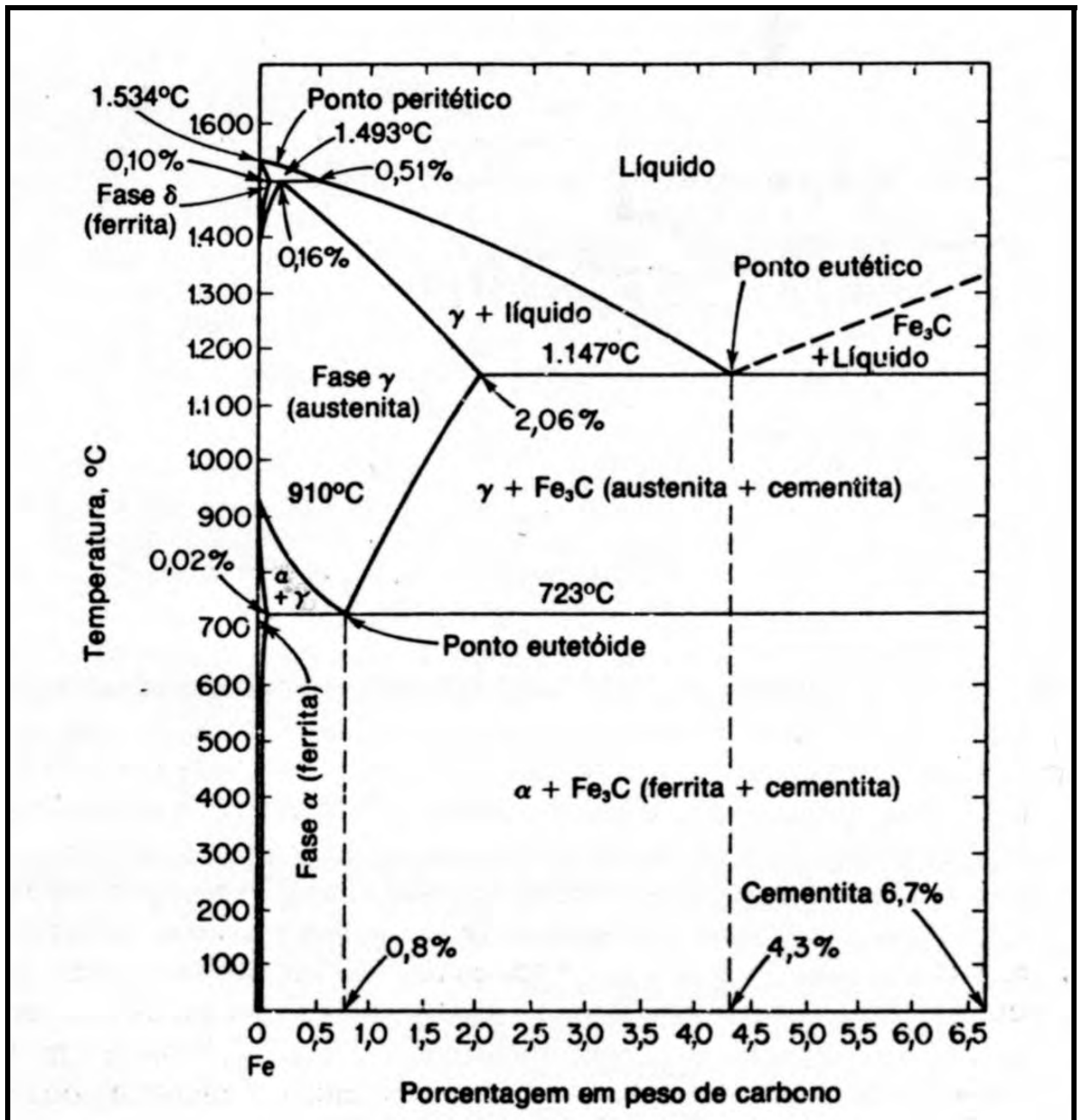


Figura 21 – Diagrama Fe – C (REED-HILL, 1994).

Os tratamentos térmicos dos aços e ligas especiais englobam uma das mais amplas faixas de temperaturas dentre os processos industriais, variando desde o tratamento subzero (temperaturas abaixo de 0°C) para estabilização, até a austenitização de aços rápidos, a 1280°C. Além disso, diversas taxas de resfriamento são empregadas, visando permitir a obtenção da estrutura exata desejada.

O objetivo do tratamento térmico de um aço é modificar ou melhorar suas propriedades para alguma operação ou serviço posterior. Os tratamentos térmicos podem, portanto, servir a um ou mais dos objetivos seguintes:

- Amolecimento (*softening*)

O amolecimento é feito para redução de dureza, remoção das tensões residuais, melhora da tenacidade, restauração da ductilidade, redução do tamanho do grão ou alteração das propriedades eletromagnéticas do aço. Restaurar a ductilidade ou remover as tensões residuais é uma operação necessária quando uma grande quantidade de trabalho a frio tenha sido executada (como laminação a frio ou trefilação).

As principais formas de amolecimento do aço são: recozimento de recristalização, recozimento pleno, recozimento de esferoidização e normalização.

- Endurecimento (*Hardening*):

O endurecimento dos aços é feito para aumentar a resistência mecânica, a resistência ao desgaste e a resistência à fadiga e depende fortemente do teor de carbono. A presença de elementos de liga possibilita o endurecimento de peças de grandes dimensões, o que não seria possível quando do uso de aços comuns ao carbono. Os tratamentos de endurecimento são: têmpera, austêmpera e martêmpera. Para aumentar a resistência ao desgaste é suficiente a realização de um endurecimento superficial (que também leva ao aumento da resistência à fadiga). Pode-se assim proceder a uma têmpera superficial ou a um tratamento termoquímico, que consiste na alteração da composição química da superfície pela difusão de elementos como carbono, nitrogênio e boro.

- Modificação das propriedades do material:

O tratamento térmico, a rigor, é usado para modificar as propriedades dos materiais. Estes processos modificam o comportamento dos aços de um modo benéfico, de forma a maximizar a vida útil das partes (alívio de tensões), ou as propriedades de resistência (tratamento criogênico) ou alguma outra propriedade desejada (envelhecimento).

O tratamento térmico é normalmente associado com o aumento da resistência do material, mas também pode ser usado para melhorar a usinabilidade, a conformabilidade e restaurar a ductilidade depois de uma operação a frio. Logo, o

tratamento térmico é uma operação que pode auxiliar outros processos de manufatura e/ou melhorar o desempenho de produtos, aumentando a sua resistência ou alterando outras características desejáveis.

3.3.7.2 Tratamentos térmicos para obtenção de aços TRIP multifásicos.

A fim de obter aços com microestrutura multifásica, o ciclo térmico utilizado para aços bifásicos é ligeiramente modificado pela introdução de um patamar de conservação isotérmica na região bainítica. As Figuras 22(a) e 22(b) ilustram os tratamentos térmicos correspondente aos aços bifásicos e aos aços TRIP multifásicos respectivamente laminados a frio (no caso de laminados a quente não há o recozimento intercrítico). Na Figura 22(a) não está ilustrada a austenita retida, mas ela existe mesmo que em pequena quantidade.

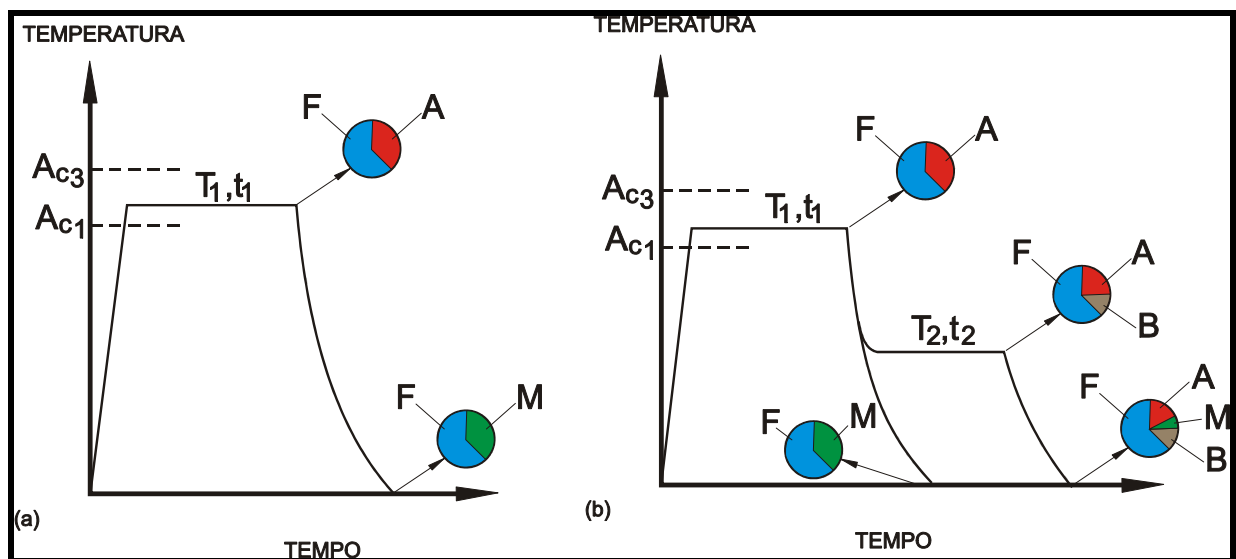


Figura 22 – Tratamentos térmicos e microestrutura dos (a) aços bifásicos e (b) aços TRIP. F = ferrita, A = Austenita, B = bainita e M = martensita.

O tratamento térmico intercrítico consiste basicamente no recozimento intercrítico (entre A_{c1} e A_{c3}) e tem sido tradicionalmente utilizado para obter uma quantidade da austenita na microestrutura pelo aquecimento de chapas laminadas a frio partindo da temperatura ambiente até a temperatura da região de recozimento

intercrítico. No diagrama de equilíbrio de fases do Fe—C, o regime de recozimento intercrítico é identificado como a região dentro do intervalo de temperatura A_{C1} - A_{C3} . Essas temperaturas são muitas vezes referidas como “temperaturas críticas”. Estas temperaturas limitam a região intercrítica de austenitização parcial dos aços. A dilatometria é normalmente utilizada para se avaliar estas temperaturas. Existem vários estudos que correlacionam a composição química do aço e as temperaturas críticas. As mais utilizadas são as fórmulas empíricas de Andrews (1965). As equações (1) e (2) são utilizadas para a determinação das temperaturas críticas inferior e superior:

$$A_{C1} = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W; \text{ e} \quad (1)$$

$$A_{C3} = 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - (30Mn + 11Cr + 20Cu - 700P - 400Al - 120As - 400Ti). \quad (2)$$

Nas temperaturas entre A_{C1} e A_{C3} , a microestrutura é tipicamente ferrita mais austenita. Entretanto, em temperaturas acima de A_{C3} , a microestrutura é totalmente austenítica como no caso dos aços laminados a quente.

Dependendo do tipo do aço com o qual se trabalha, aplica-se um determinado tipo de tratamento térmico, e para isso devem-se conhecer as temperaturas críticas destes tratamentos. A microestrutura antes da austenitização parcial é muito importante, dependendo dela a morfologia das diferentes fases e a cinética de formação da austenita. Como resultado dos diferentes tratamentos térmicos nos aços ocorre uma alteração na distribuição do carbono e na estrutura cristalina. As mudanças mais pronunciadas são obtidas aquecendo-se o material a uma temperatura na qual se tem a formação de austenita estável, e transformando a austenita em seus produtos de decomposição, seja por tratamento térmico intercrítico, transformação isotérmica ou por resfriamento contínuo. Quando a austenita é resfriada, podem originar-se vários tipos de estruturas, estáveis ou de transição (metaestáveis), dependendo do modo com que esse resfriamento é feito. A obtenção destas estruturas diferentes, com propriedades bastante diferentes, de um mesmo material inicial, é de grande interesse para aplicações em engenharia. Um mesmo aço poderá fornecer, depois de tratados

termicamente, barras com propriedades convenientes aos tipos de peças a serem fabricadas ou ao trabalho mecânico posterior.

Se a austenita for resfriada lentamente, dará origem a estruturas lamelares, denominadas como perlita constituídas de placas de ferrita e cementita alternadas. Entretanto, um resfriamento brusco dará origem a uma fase de transição, ou seja, a martensita, de alta dureza. Uma estrutura intermediária entre estas duas pode ser também formada: a bainita, cuja estrutura apresenta placas de ferrita com carbonetos precipitados internamente.

Obter uma porcentagem suficiente da austenita retida na microestrutura, é o primeiro item a ser considerado quando se desenvolvem aços com efeito TRIP. A morfologia da austenita retida tem um efeito na estabilidade mecânica e conseqüentemente no alongamento total da liga. A morfologia pode ser controlada pelo ajuste de parâmetros do tratamento térmico para produzir a morfologia desejada das fases da microestrutura.

3.3.8 O papel da austenita retida

A microestrutura multifásica dos aços bifásicos e dos aços TRIP proporciona a estas duas famílias de aços excelentes propriedades mecânicas. No caso dos aços bifásicos, isso resulta de preferência da interação entre uma fase dura (martensita) e uma fase mole (ferrita). Para os aços TRIP, a transformação induzida pela deformação mecânica da austenita retida em martensita (efeito TRIP) acoplada a sua microestrutura multifásica, são os fatores responsáveis por suas propriedades mecânicas. Uma alta fração volumétrica de austenita retida melhora o alongamento, bem como o limite de resistência à tração do aço (CHOI et al., 2002).

As baixas quantidades de austenita retida presente à temperatura ambiente nos aços bifásicos (YI et al., 1983) têm uma influência menor sobre as propriedades mecânicas em comparação com a contribuição das outras fases, como a martensita ou a ferrita. Por outro lado, sob a condição de uma estabilidade suficiente, sua influência positiva sobre o comportamento mecânico através de um baixo efeito TRIP foi provada por Sachdev, 1983.

Nos aços TRIP obtidos após um tratamento térmico como descrito no parágrafo 3.3.7.2, a austenita é retida em quantidade suficiente (JEONG; MATLOCK; KRAUSS, 1993, SUGIMOTO et al., 1992) e, como nos aços inoxidáveis instáveis, a transformação da austenita para martensita tem um efeito de aumento da resistência mecânica do material.

O melhor comportamento do alongamento é obtido quando a austenita está em forma de filmes finos embutidos entre subunidades de bainita do que blocos de grão. Além disso, o tamanho do grão da austenita retida pode ter um efeito no comportamento da transformação durante a deformação plástica. Em grãos com tamanho abaixo de $10\mu\text{m}$, a energia interfacial devido à formação de uma placa martensítica dentro de um grão austenítico aumenta exponencialmente (WANG; VAN DER ZWAAG, 2001). A taxa de aumento da energia interfacial é esperada obviamente, mudando com diferentes proporções de aspecto (a proporção de aspecto é a razão entre largura e comprimento das placas) das placas da martensita. Entretanto, em geral há um aumento significativo na força motriz necessária para a transformação porque o tamanho do grão diminui abaixo de $10\mu\text{m}$ resultando em mais estabilidade da austenita.

É também importante notar que para um tamanho dos grãos da austenita em torno de $0,01\mu\text{m}$ ou menor, a transformação na martensita não ocorre devido aos níveis impraticáveis de forças motrizes necessárias para realizar a transformação (WANG; VAN DER ZWAAG, 2001). Os grãos de austenita retida relativamente grandes foram também relatados que transformam facilmente em martensita com uma queda significativa do alongamento total (JEONG; CHUNG, 1992). Entretanto, reduzindo a temperatura em que a transformação bainítica é conduzida, os blocos de grãos de austenita podem ser eliminados (BADESHIA, 2001). Isto confirma que o ajuste de parâmetros do tratamento térmico tem efeito óbvio na microestrutura, no comportamento da transformação da austenita retida e, conseqüentemente, em todas as propriedades mecânicas dos aços TRIP.

Em resumo, para que se obtenham propriedades mecânicas superiores nos aços TRIP, são necessárias a formação e manutenção de uma quantidade significativa de austenita retida e, posteriormente, a mais estável possível. A estabilidade da austenita

retida depende de vários fatores, e pode ser melhorada por meio de diferentes formas, além das já mencionadas, por exemplo:

- Aumento do teor de C, Mn, Cr, Ni e Mo na austenita (SAKUMA; MATSUMURA; TAKESHI, 1991);
- Adições de Si entre 1 e 2% para inibir a precipitação de cementita, e evita assim a perda da estabilidade da austenita (BASUKI; AERNOULD, 1999; SAKUMA; MATSUMURA; TAKECHI, 1991);
- Deformação da austenita durante o recozimento e diminuição do tamanho dos grãos da austenita (BASUKI; AERNOULD, 1999);
- Transformação bainítica, produzindo a expulsão do carbono durante a formação da ferrita bainítica e enriquecendo em carbono a austenita adjacente, este é um dos efeitos mais estudados (GIRAULT et al., 1998; JACQUES, P. et al., 1998).

Os aços multifásicos tendem a melhorar as características apresentadas pelos aços bifásicos, conservando a resistência desses aços, aumentando sua ductilidade e conformabilidade pelo efeito TRIP.

3.3.9 A influência dos elementos de liga nos aços TRIP

Os efeitos dos elementos de liga nos aços ao carbono envolvem não apenas alterações nas fases ou constituintes presentes em equilíbrio, mas também na maneira e velocidade com que estas fases se formam. Naturalmente, a presença de elementos de liga pode, além disto, alterar as próprias características das fases presentes. É evidente, portanto, que a análise do efeito dos elementos de liga nos aços é uma tarefa muito complexa.

Vários estudos de elementos de liga para aços bifásicos, bem como para aços TRIP, foram desenvolvidos com a finalidade de ajustar sua microestrutura e obter as propriedades mecânicas desejadas.

Os elementos de liga exercem um papel importante na estabilidade termodinâmica das fases e na cinética das transformações de fase. Eles favorecem ou retardam o progresso dessas transformações, influenciando sobre seus pontos críticos

de início e fim. Em estudos realizados por Girault et al (2001), van der Zwaag e Wang (2002) e Enomoto (2002), em uma discussão baseada em mecanismos atômicos que governam a reação bainítica em aços TRIP, mostram que a maior parte dos elementos de liga substitucionais, como Cr, Si, Mn, Mo, Al, Ni, atuam como formadores ou não de carbonetos e diminuem a temperatura de início da formação da bainita. Muitas vezes podem aparecer microadições de elementos de liga fortemente formadores de carbonetos, principalmente Nb, V e Ti, responsáveis pelo refinamento do grão austenítico durante a laminação controlada, proporcionando um mecanismo de endurecimento ao material.

Tendo em vista que todos os elementos de liga influem na reação bainítica, pode ser esperado que diferentes composições químicas produzam diferentes estruturas bainíticas com propriedades diferentes, mas até o presente não existe um perfeito conhecimento das influências que os elementos de liga têm na microestrutura final destes aços.

3.3.9.1 Efeito do carbono

O carbono é o principal elemento de liga pelo qual todas as transformações de fase são notavelmente afetadas e através do qual a microestrutura final e as propriedades mecânicas são controladas. Ele é o principal elemento estabilizador da austenita, atuando diretamente na quantidade de austenita retida presente à temperatura ambiente, e assim no efeito TRIP. Na maioria dos casos, o teor de carbono situa-se em torno de 0,2%, já que teores menores são prejudiciais à estabilidade da austenita retida e teores maiores acarretam problemas de soldabilidade (um quesito muito importante em diversas aplicações, por exemplo, gasodutos de grandes diâmetros).

Por outro lado, a diminuição do teor de carbono dificulta a obtenção de frações de volume adequadas de austenita retida. É necessário, então, adicionar elementos de liga, como o manganês e silício em proporções otimizadas, e estabelecer condições de tratamento térmico para a utilização desses elementos com o máximo aproveitamento. O manganês e o silício têm um papel importante no controle da cinética das transformações de fase e em particular na estabilidade da austenita (SAKUMA;

MATSUMURA; TAKECHI, 1991). Ambos aumentam a resistência do material através do endurecimento por solução sólida.

3.3.9.2 Efeito do Manganês

O manganês é atrativo economicamente devido ao baixo custo. Em particular, o manganês, que é um elemento estabilizador da austenita, diminui a temperatura de início de transformação da austenita (A_{R3}) para ferrita durante o resfriamento. Além disso, aumenta a possibilidade de enriquecimento de carbono, pela elevação do carbono na austenita, e amplia a faixa de velocidades de resfriamentos aplicáveis, por atrasar a formação da perlita. O manganês pode substituir o ferro na formação de precipitados do tipo $(Fe,Mn)_3C$, que podem dar origem a partículas de austenita ricas em manganês, que requerem menor concentração de carbono para estabilizar em temperatura ambiente. Também deve ser levado em conta o efeito inibidor do manganês na formação da ferrita durante o resfriamento, uma vez que este minimiza um possível enriquecimento de carbono desta fase (BLECK, 2002).

3.3.9.3 Efeito do Silício

É muito comum na prática, nos aços TRIP adicionar uma quantia maior do que o usual de silício. Isto serve para assegurar que a precipitação da cementita, provavelmente não ocorra na microestrutura durante o crescimento da bainita superior. A ausência da cementita assegura altos níveis de ductilidade e força o carbono a enriquecer de preferência a austenita para formar placas de cementita. Conclui-se que a retenção da austenita nesses aços é quase impossível para concentrações de silício muito abaixo de 1%.

A cinética da precipitação da cementita em aços TRIP depende da concentração de carbono da ferrita bainítica durante a transformação bainítica (BADHESHIA, 2001). Os carbonos oriundos da ferrita bainítica podem enriquecer a austenita retida ou formar carbonetos. Ambos os processos podem ocorrer simultaneamente, entretanto, um processo pode dominar dependendo da temperatura isotérmica de preparação ou

composição da liga. Observou-se que, em aços TRIP com alta porcentagem de silício, que a precipitação de carbonetos retarda a formação da ferrita bainítica. De fato, as microestruturas daquelas ligas ricas em silício são livres de carboneto mesmo após o processamento por várias horas na região de transformação bainítica. Acredita-se que o silício se opõe à formação da cementita na austenita residual como reportado por muitos autores, por exemplo, como apresentado no trabalho de Badeshia e Edmonds (1980). O mecanismo pelo qual o silício retarda a precipitação da cementita foi proposto por Pichler e Stiaszny (1999). Em seu trabalho, é sugerida a supressão da precipitação da cementita devido à baixa solubilidade do silício na cementita.

O silício repele fortemente o carbono em solução sólida da austenita, aumentando a difusão deste elemento na ferrita. Desse modo, como o silício é um elemento pouco solúvel na cementita, a precipitação de carbonetos é retardada ou inibida durante a formação da bainita e favorece a segregação de átomos de carbono da ferrita para a austenita remanescente. Isto pode ser explicado através do fenômeno de reação incompleta que se dá durante a transformação bainítica em aços TRIP com altos teores de silício. Mesmo sendo fundamental para a obtenção de aços TRIP, o silício deve ser utilizado em quantidades bem determinadas, porque ele também é um elemento que pode ser oxidado durante o recozimento, provocando problemas de superfície (acabamento pobre) de produtos planos laminados a quente e a aderência de revestimentos de aços laminados a frio (problemas de galvanização) (JACQUES P. J. et al, 2001a; DE MEYER; VANDERSCHUEREN; COOMAN, 1999). Conseqüentemente, o alumínio tem sido proposto como alternativa para a substituição parcial ou completa do silício (SPEER; MATLOCK, 2002; BLECK, 2002).

3.3.9.4 Efeito do Alumínio

O alumínio é, também, um elemento formador de ferrita e, apesar de não ser solúvel na cementita, apresenta um efeito mais fraco na supressão da formação de carbonetos, quando comparado como o silício (GIRAULT et al, 2001). Devido ao baixo potencial de endurecimento por solução sólida, o alumínio sempre é usado em

combinação com fósforo. Como desvantagem do uso do alumínio, pode-se mencionar o aumento acentuado da temperatura de início da transformação martensítica M_s .

Em consequência disso, o enriquecimento do carbono da austenita por meio da formação da bainita, parece ser praticável em aços contendo alumínio. Isto permite a estabilização e a produção de uma quantidade significativa de austenita retida. Quando essa quantidade de austenita retida é alcançada, os aços com alumínio, durante os testes de tração, exibe um notável efeito TRIP, comparável aos aços com silício. Devido ao baixo potencial de endurecimento por solução sólida, o alumínio é sempre usado em combinação com teores mais altos de carbono ou em combinação com fósforo. Como desvantagem do uso de alumínio, pode-se mencionar o aumento acentuado da temperatura de início da transformação martensítica M_s .

3.3.9.5 Efeito do Nióbio

O nióbio é bem conhecido como um elemento de liga muito poderoso no controle de vários processos, como austenização, recristalização, crescimento de grão, transformação de fase e precipitação. Com relação aos aços multifásicos, o nióbio afeta, dentre outras aspectos, a transformação da austenita em ferrita e em bainita e, conseqüentemente, na fração de volume e na estabilidade da austenita retida, que é a fase principal do excelente comportamento mecânico dos aços TRIP.

Devido à diferença grande do seu raio atômico com relação ao átomo do ferro (raio atômico = 0,124 nm), o nióbio (raio atômico = 0,143 nm) aumenta a resistência do aço, pela interferência com o escorregamento de discordâncias, reduz a difusividade e retarda ou mesmo suprime o movimento do contorno de grão, quando em solução sólida na matriz de ferro. Mas, como o nióbio apresenta uma forte tendência de combinar com o carbono e o nitrogênio, efeitos ainda mais importantes aparecem com a presença de pequenos carbonetos e carbonitretos que se formam em temperaturas altas e intermediárias, e que somente se dissolvem em temperaturas acima de 1000°C. Essas pequenas partículas evitam o movimento do contorno de grão ainda mais efetivamente, resultando em um aumento da resistência, mas pode também servir como sítios de nucleação de transformação de fases. Tais efeitos são bem

conhecidos e usados durante os processamentos termomecânicos dos aços microligados durante laminação a quente, mas também podem influenciar no efeito TRIP. Durante a laminação a quente, o nióbio, quando em solução sólida, retarda a recrystalização estática e dinâmica, bem como a transformação da austenita em ferrita. O nióbio, em forma de pequenos carbonetos e carbonitretos, também retarda a recrystalização, aumenta a força motriz para a formação de ferrita, constitui um obstáculo forte para o crescimento do grão e resulta em efetivo endurecimento por precipitação. Desta forma, conduz a uma granulação fina de ferrita com uma alta resistência (BLECK et al., 2003).

Bleck et al. (2003) concluem que a alteração da transformação de fase, devido ao nióbio, acarreta uma notável modificação dos constituintes da microestrutura, como frações de volume da ferrita, bainita e austenita retida, no enriquecimento do carbono na austenita e na nucleação da martensita. Foram observadas que as diferentes transformações de fases durante a laminação a quente, recozimento intercrítico, resfriamento, transformação isotérmica no intervalo de temperatura de formação da bainita e deformação, são modificadas, e são obtidos grãos com tamanhos significativamente menores, quando comparados com aços de alta resistência convencionais.

3.3.9.6 Outros elementos de liga

Embora usualmente os elementos de liga utilizados para a fabricação dos aços TRIP são essencialmente carbono, manganês e silício, vários pesquisadores tentaram evitar escolhas que poderiam criar a utilização excessiva de altos teores em carbono ou em silício. A diminuição da quantidade de carbono e a substituição parcial do silício por alumínio (JACQUES J. P. et al., 2001b; TRAJNT et al., 2002) parecem possíveis.

O efeito de outros elementos de liga como o fósforo (TRAJNT et al., 2002), o níquel (KIM et al., 2000), cromo (KIM et al., 2002) ou molibdênio (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2002) também têm sido estudado para diferentes tratamentos termomecânicos pela análise das microestruturas obtidas e de seu impacto sobre as propriedades mecânicas.

Os elementos de liga podem ser classificados em elementos estabilizadores de austenita ou ferrita, formadores ou inibidores de carboneto, conforme apresentado na Tabela 3. Esta tabela também apresenta os efeitos de utilização de um elemento específico e seu impacto sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas.

Tabela 3 – Efeitos e quantidade de massas típicas em % de elementos de liga em aços TRIP.

Elementos de liga (% em massa típica)	Influência/Razão para adição	Problemas
C (0,15 – 0,30)	Estabilizador de austenita. Determina a distribuição de fase. Determina a estabilidade da austenita retida. Fortalece a martensita.	Redução de soldabilidade e tenacidade.
Mn (1,50 – 2,00)	Estabilizador de austenita. Reduz A_c em ferrita. Fortalece a ferrita. Retarda a formação da perlita.	Formação de carbonetos.
Si (0,10 – 1,50)	Estabilizador de ferrita. Aumenta A_c em ferrita. Previne a formação de Fe_3C . Fortalece a ferrita.	Qualidade de superfície.
Al (0,05 – 1,80)	Estabilizador de ferrita. Previne a formação de Fe_3C	Aumenta M_s .
P (0,01 – 0,30)	Estabilizador de ferrita. Aumenta A_c em ferrita. Retarda a precipitação de Fe_3C .	Segregação. Redução na ductilidade.
Nb (0,04)	Refinador de grão. Aumenta C em austenita remanescente. Retarda a formação da bainita. Reduz a temperatura M_s .	
Cr, Mo (0,4)	Estabilizador de ferrita. Retarda a formação de perlita e bainita.	
V (0,06)	Estabilizador de ferrita. Endurecimento por precipitação.	

3.3.10 Ataques químicos aplicados na caracterização microestrutural de aços TRIP

Como a microestrutura tem efeitos expressivos nas propriedades físicas e mecânicas dos aços, é extremamente importante a caracterização com maior precisão possível das quantidades e morfologias das fases constituintes. Para revelar características de microestruturas específicas, os ataques químicos são os mais utilizados pela sua relativa facilidade e, principalmente, o baixo custo. A técnica consiste em um ataque químico seletivo em uma superfície polida do material em

exame, que se baseia na corrosão controlada através da diferença de potencial eletroquímico em áreas com diferentes naturezas químicas ou físicas (GIRAULT et al, 1998).

O ataque químico tem por objetivo modificar o relevo das fases por corrosão, de maneira que altere o contraste da coloração das superfícies e permita a identificação de uma ou outra fase. Estes ataques, entretanto, não mostram satisfatoriamente certos microconstituintes presentes, despertando interesse em pesquisas que possam ajudar a revelar as fases por análise metalográfica e microscopia ótica. A austenita retida, por exemplo, aparece nos aços multifásicos em frações maiores ou menores dependendo dos parâmetros do tratamento térmico. No entanto, no estudo do efeito TRIP de aços multifásicos é de fundamental importância a caracterização qualitativa e quantitativa desta fase, que outrora era desprezada (GIRAULT et al, 1998).

O reagente mais utilizado para os aços é o nital (solução de HNO_3 e álcool etílico), que esboça o contorno de grão da ferrita, ferrita-cementita e martensita ou bainita. Quando examinado por microscopia óptica, o ataque com nital de aços que contém uma dispersão muito fina de partículas de martensita em uma matriz de ferrita dificilmente apresenta contraste visível. Entretanto, é conveniente para determinar a quantidade total de ferrita e austenita retida. O ataque com nital mostra com clareza, nas áreas brancas, a ferrita e austenita e, nas áreas escuras, martensita, bainita e perlita.

Com o surgimento do aço de alta resistência com estrutura multifásica complexa somente o ataque com nital não é suficiente para revelar diferentemente todas as fases que são encontradas neste tipo de aço.

LePera (1979) trabalhou no progresso dos contrastes utilizando vários ataques. O que apresenta melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfito de sódio, chegando assim a uma mistura, de 1% de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) diluído em água e 4% de ácido pícrico ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3\text{OH}$) diluído em álcool etílico, denominado reagente LePera. Com esse ataque, a martensita aparece branca, a bainita preta e a ferrita aparece marrom e, em muitos casos, os contornos de grãos não são fortemente delimitados. Neste ataque verificou-se que a composição química do material exerce forte influência sobre a estrutura que será revelada e os contornos de grão não ficam

sempre bem evidentes; este último problema foi resolvido com um pré-ataque de nital a 2%.

LePera (1980) propôs um segundo método que consistiu no aperfeiçoamento do anterior. Desta vez, o reagente utilizado na sequência de polimento e pré-ataques, em substituição ao nital, foi a solução 4% de ácido pícrico em etanol. Após dois a três pré-ataques e polimentos a amostra sofre um polimento final para, então, ser atacada com reagente LePera, obtendo a martensita branca, bainita preta e a ferrita marrom.

Girault et al. (1998) aperfeiçoaram a técnica de LePera, adequando para observar quatro fases simultaneamente de aços multifásicos. Os resultados obtidos foram: a ferrita assume uma coloração azul esverdeada (ou marrom clara), a bainita aparece marrom escuro e a martensita, bem como a austenita retida, permanecem brancas (Figura 23). Observaram que as superfícies das amostras metalográficas podem ser mais ou menos sensíveis ao ataque do reagente em função da composição química do aço. Se após o ataque químico a superfície da amostra tender para uma coloração azul, isto significa segundo os autores, que a mistura requer uma proporção ligeiramente superior da solução de ácido pícrico. Se por outro lado a superfície apresentar uma tendência para coloração marrom, é necessária uma pequena adição da solução de metabissulfito de sódio.

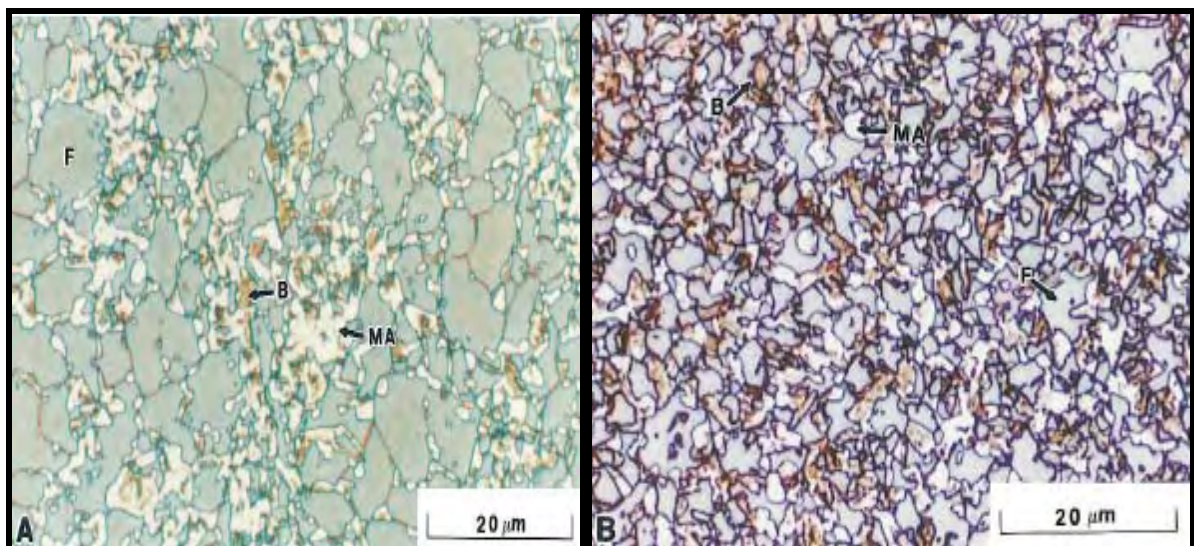


Figura 23 – Fotomicrografias obtidas após ataque químico adaptado da técnica de LePera. Na amostra A: F = ferrita (verde azulada), B = bainita (marrom) e MA = martensita+austenita (branca). Na amostra B, a ferrita retrata um contraste azul mais pronunciado (GIRAULT et al, 1998).

Uma alternativa de ataque realizado para diferenciar as diversas fases do aço foi realizado por Timokhina, Hodson e Pereloma (2004). Foram analisados dois aços (com e sem adição de nióbio), em que foram estudados em laboratório usando simulação de processo termomecânico controlado. O objetivo era estudar a estabilidade da austenita retida durante a deformação e entender a contribuição da ferrita poligonal, bainita e a interação entre as diferentes fases na microestrutura e as propriedades mecânicas dos aços TRIP processados. A técnica usada para análise do comportamento microestrutural foi utilizando nital 2% seguido de ataque químico a quente (*heat-tinting*). A técnica de aquecimento (*heat-tinting*) foi usada para distinguir austenita e martensita. Uma amostra desmontada foi polida e demarcada com Nital 2% por cerca de 15 segundos. Em seguida, a amostra foi aquecida num forno em ar de aproximadamente 260°C por 2,5 horas, sem uma atmosfera protetora, e em seguida resfriada para temperatura de câmara. Com esta técnica, as várias fases mostraram-se com cores diferentes sob o microscópio. A ferrita poligonal e a ferrita bainítica são beges, a austenita retida é roxa e a martensita é azul escuro. Este método oferece a oportunidade para observar as mudanças em tamanho, distribuição e fração de volume da martensita/austenita retida durante análise de tensão. Análises por microscopia eletrônica de varredura e análises por raios X foram executados nas amostras antes e depois da técnica para garantir que o tratamento de aquecimento usado no *heat-tinting* não afetasse a fração de volume e a estabilidade da austenita retida. A microestrutura do aço ilustra a ferrita e a bainita em tons de marrom claro, a austenita em roxo e a martensita em azul escuro (Figura 24). Esse processo tem como limitação a necessidade de tratamentos térmicos adicionais para a caracterização da microestrutura.

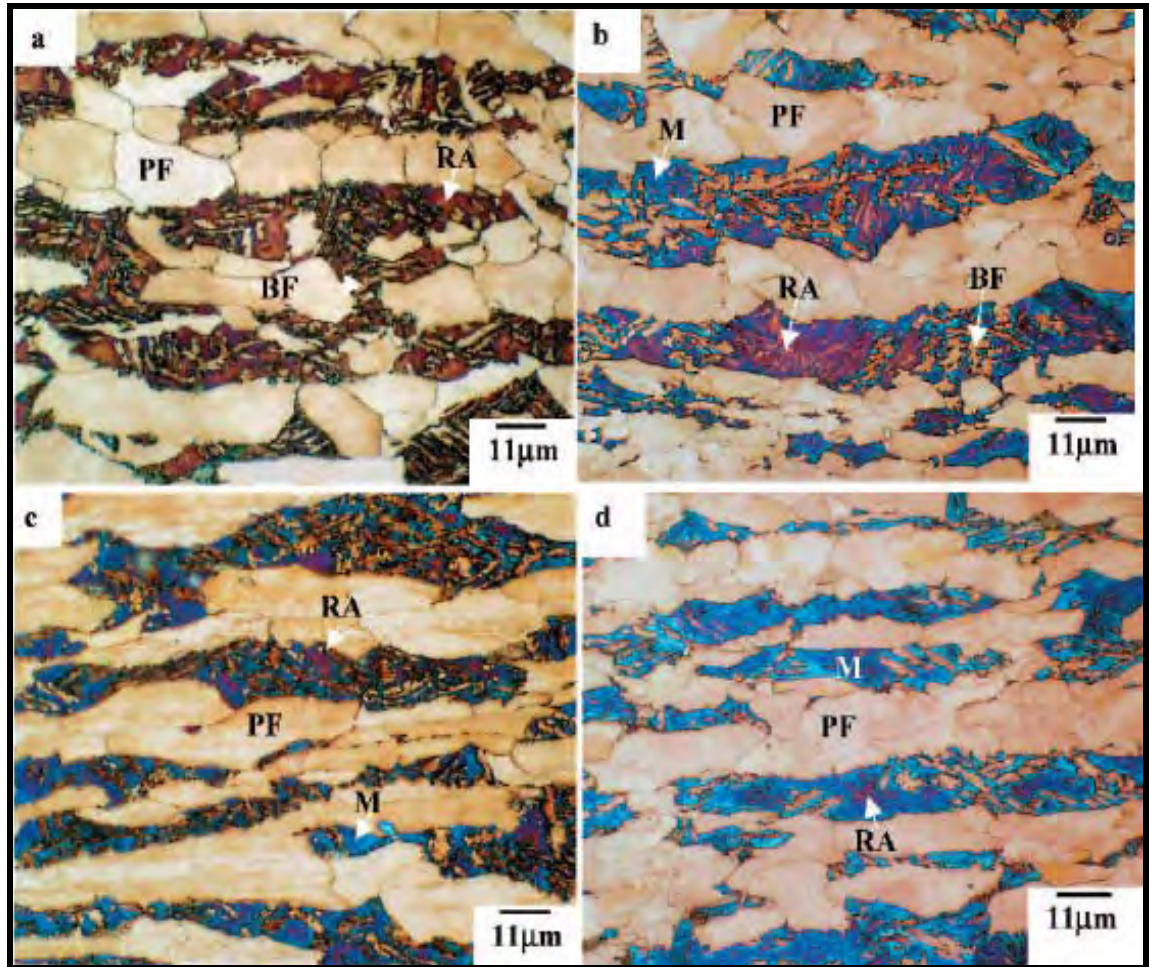


Figura 24 – Microestrutura de um aço com Nb (b, d) e sem Nb (a, c) com a técnica de *heat-tinting* (PF = ferrita poligonal, RA = austenita retida, M = martensita, BF = ferrita bainítica) (TIMOKHINA, HODSON e PERELOMA, 2004).

Uma das evoluções mais significativas da metalografia foi a identificação de fases presentes nos materiais através de micrografias coloridas. Frequentemente, a determinação de fases que não pode ser realizada através de fotomicrografias padrão, produzidas em preto e branco ou em escala de cinzas, pode ser feita quando é aplicada uma escala de cores (AMAR; SPEER; MATLOCK, 2003). Além disso, o alto custo associado ao processamento convencional de fotografias coloridas e as dificuldades específicas na preparação das amostras têm restringido a aplicação da análise metalográfica por cores como uma ferramenta de controle de qualidade padrão para a avaliação de materiais, tanto nos centros de pesquisa e desenvolvimento como nas linhas de produção. Contudo, evoluções tecnológicas, associadas com a fotografia digital, e as melhorias nos sistemas digitais de armazenamento de imagens, tornaram

possível a aquisição de imagens coloridas de elevada qualidade, por técnicas de microscopia ótica, com custos bastante reduzidos.

Uma alternativa que deve ser destacada, foi proposta por pesquisadores da FEG-UNESP (PEREIRA, 2004, HASHIMOTO, 2004), em estudos com estruturas multifásicas utilizando um tríplice ataque. O ataque inicial é feito com nital 2%, que separa as fases martensita e bainita (coloração cinza escura) das fases ferrita e austenita retida (coloração branca). Faz-se um polimento da amostra após a aquisição da fotomicrografia do resultado do ataque. O segundo ataque é feito com solução aquosa 10% de metabissulfito de sódio que mantém a austenita retida branca e escurece as outras fases. Fotografa-se o resultado, faz-se novo polimento para retirada do ataque anterior, e finalmente, um ataque com reagente LePera.

Com o resultado dos três ataques foi possível uma formulação de um sistema de quatro equações com quatro incógnitas e deduzir os resultados individuais de frações volumétricas de todas as fases presentes no aço para cada tipo de tratamento térmico utilizado.

3.3.11 Determinação da fração volumétrica da austenita retida

3.3.11.1 Generalidades

O aço é provavelmente o material que melhor representa o desenvolvimento industrial em larga escala. Atualmente, apesar da importância relativa crescente do silício, com o qual são feitos os circuitos integrados e chips de computador, o aço continua reinando em posição absoluta, principalmente devido às suas gigantescas escalas de produção.

O desenvolvimento de aços durante a última década mostra que os aços TRIP constituem uma nova categoria de aços em chapas ou laminas, em função da sua alta resistência e elevada conformabilidade. Estas excelentes propriedades mecânicas aparecem principalmente, devido à plasticidade induzida por deformação na transformação martensítica da austenita retida metaestável. Os aços TRIP possuem uma estrutura multifásica complicada, obtida por meio de tratamentos térmicos bem

planejados e consistindo de fases diferentes, principalmente de ferrita, bainita, austenita retida e martensita.

Então, é essencial e fundamental uma determinação qualitativa e quantitativa da fração de volume das fases existentes, especialmente a austenita retida para a avaliação das propriedades dos aços TRIP.

Estudos recentes para análise da qualidade de um aço eram uma “tarefa destrutiva”: a amostra tinha que literalmente ser destruída para que fosse analisada. Somente com a destruição seria possível a análise da microestrutura do aço por meio de microscópios, conhecendo-se, então, a sua composição química e suas condições físicas. Este processo, que requer o polimento e o ataque com produtos químicos, além de demorado, não pode ser facilmente feito em materiais que formam estruturas já montadas.

Os métodos experimentais tradicionais que têm sido reportados na literatura incluem difração de raios X (DRX) (SAKUMA; MATSUMURA; TAKECHI, 1991, ITAMI; TAKAHASHI; USHIODA, 1995, BASUKI; AERNOUDT, 1999, SUGIMOTO et al, 2000, ZHAO et al, 2001), difração de nêutrons (BOUET et al, 1998), microscopia ótica combinada com análise de imagens (ANAZAWA et al., 2006, ABDALLA et al, 2004, HASHIMOTO, 2004, PEREIRA, 2004), microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JEONG; MATLOCK; KRAUSS, 1993, ITAMI; TAKAHASHI; USHIODA, 1995, JACQUES J. P.; LADRIÈRE, DELANNAY, 2001), espectroscopia Mössbauer (MIJOVILOVICH et al, 2000, JACQUES J. P.; LADRIÈRE, DELANNAY, 2001), dilatometria (ALI et al, 1993).

A maioria dessas técnicas são destrutivas e invasivas e algumas delas são pouco usadas como ferramentas quantitativas, devido à complexidade da microestrutura do material deformado que, na maioria dos casos, requer grandes ampliações e técnicas sofisticadas de preparação de amostras. Foi por isso que surgiram técnicas não-destrutivas, capazes de analisar amostras de aço sem a necessidade de danificá-las. Uma delas é a Microscopia de Força Atômica (MFA) (ROS-YÁÑEZ; HOUABAERT; MERTENS, 2001). Um outro método interessante, aprimorado recentemente, utiliza medidas magnéticas (ZHAO et al, 2001) para fazer as suas análises. Um resumo das características destas técnicas é apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 – Uma comparação das características de diferentes técnicas para uma análise da fração de volume da austenita retida.

Técnica	Quantidade observada	Volume investigado	Ref.
Difração de Raios X	Picos de difração	Camada superficial	1, 2, 3, 4, 5
Difração de nêutrons	Picos de difração	Volume	6
Metalografia/MEV	Grãos com ataque colorido	Camada superficial	7, 8, 9, 10, 11, 12, 13
Mössbauer	Espectro de transmissão	Filme fino	14
Magnetização	Magnetização de saturação	Volume	5
Dilatometria	Mudança de comprimento	Volume	15
Microscopia de Força Atômica (MFA)	Topografia	Volume	16

1 - SAKUMA; MATSUMURA; TAKECHI, 1991; 2 - ITAMI; TAKAHASHI; USHIODA, 1995; 3 - BASUKI; AERNOUDT, 1999; 4 - SUGIMOTO et al., 2000; 5 - ZHAO et al., 2001; 6 - BOUET et al., 1998; 7 - ANAZAWA et al., 2006; 8 - ABDALLA et al., 2004; 9 - HASHIMOTO, 2004; 10 - PEREIRA, 2004; 11 - JEONG; MATLOCK; KRAUSS, 1993; 12 - ITAMI; TAKAHASHI; USHIODA, 1995; 13 - JACQUES J. P.; LADRIÈRE, DELANNAY, 2001; 14-MIJOVILOVICH et al., 2000;15-ALI et al, 1993; 16 - ROS-YÁÑEZ; HOUABAERT; MERTENS, 2001.

Dentre elas, a técnica de DRX é a mais freqüentemente utilizada, para a determinação da fração de volume da austenita retida porque é uma técnica apropriada e as facilidades são amplamente vantajosas. Existem alguns fatores que resultam em erros significantes nas medidas por difratometria de raios X, por exemplo: 1) a intensidade integrada de pequenos picos de austenita é muito sensível em procedimentos para contagem de fundos e fronteira de picos; 2) as medidas por difratometria de raios X são incapazes de detectar a austenita retida em amostras resfriadas; 3) a condição de tensão na superfície da amostra altera os sinais de difração da austenita retida, por exemplo elevada tensão interna resulta no alargamento dos picos difratados e, conseqüentemente, influencia na fração de volume calculada. É difícil quantificar o erro total nas medidas por difração de raios causados pelos fatores citados.

Outras técnicas são usualmente aplicadas a fim de complementar as falhas da técnica por DRX. Entretanto, estes métodos têm suas próprias limitações com respeito à determinação da fração de volume da austenita retida nos aços TRIP com estrutura multifásica. Por exemplo, as medidas de espectroscopia Mössbauer requerem um filme

muito fino (20–50 μ m) que conduz a uma condição interna de tensão diferente, em relação às amostras volumosas. Isto pode influenciar os resultados, já que a austenita retida é muito sensível à tensão. As medidas de dilatométrica podem ser empregadas para medir a fração da fase transformada em *situ* da mudança de comprimento, mas a exatidão da medida não é alta, pois o conhecimento dos parâmetros de rede é limitado, e a transformação por plasticidade pode também afetar dilatação da rede.

Uma outra técnica utilizada para determinar a fração de volume da austenita retida é por medidas de magnetização. Elas apresentam vantagens intrínsecas porque são exatas e sondam o volume dos materiais.

Os métodos magnéticos, como medidas de magnetização e análise termomagnética, são geralmente utilizados em estudos metalúrgicos. Em medidas de magnetização, a magnetização de saturação pode ser obtida por meio da curva de magnetização. A diferença da magnetização de saturação das amostras com e sem austenita é diretamente relacionada com o volume de fração não-ferromagnética da austenita retida. Dentre as fases presentes nos aços multifásicos (ferrita, martensita, bainita e austenita retida), a austenita retida é a única que é paramagnética. A sua transformação em martensita durante a deformação altera a natureza da fase para ferromagnética. Este percentual de austenita transformada pode ser quantificada por processo magnético. Este fenômeno, além de permitir uma quantificação da fase transformada, pode ser associado ao grau de deformação. Esta característica permite que os aços multifásicos TRIP possam ser utilizados como ligas inteligentes, possibilitando o seu uso como sensores. Sumitro et al (2003) sugerem o uso destes aços em construções em regiões possíveis de sofrerem terremotos. A inspeção, utilizando os aços TRIP como sensores, forneceria um diagnóstico da deformação sofrida pela estrutura. Essas observações ressaltam a importância do domínio da técnica de medição da austenita retida por processos magnéticos e abrem perspectivas para outras aplicações importantes.

Uma descrição detalhada desta técnica é apresentada por ZHAO et al (2001) em um estudo de aços TRIP contendo concentrações diferentes de alumínio. Por ajuste da dependência do campo na aproximação da saturação nas curvas de magnetização, a magnetização de saturação pode ser determinada, e é relacionada linearmente à fração

de volume da austenita retida. Além disso, a informação relacionada com a microestrutura pode ser obtida por parâmetros ajustados e o fator desmagnetizador pela curva de magnetização. As frações de volume obtidas através de medidas de magnetização foram comparadas com dados de medidas de DRX. Uma discussão dos dados propõe que medidas de magnetização conduzem a resultados mais seguros (dignos de confiança) e detecção mais sensível da austenita retida do que as medidas por DRX.

3.3.11.2 Microscopia de força atômica

3.3.11.2.1 Introdução

Recentemente, a topografia e outras informações de superfície de materiais duros eram caracterizadas por MEV. A grande vantagem da microscopia de força atômica (MFA) em relação ao MEV é a possibilidade de obter imagens de superfície em ambientes diferentes, sem nenhum vácuo ou qualquer tratamento especial, com uma resolução muito alta. Também é uma poderosa ferramenta de obtenção de imagens de superfície bi e tridimensionais, de alta resolução (micro e nanoestruturas, limitada aos efeitos de convolução de ponta) e alto contraste, com informações quantitativas e com a mesma precisão nos três eixos x-y-z. Permite a obtenção, por meio de cálculos, gráficos, alturas e profundidades de superfície de uma imagem, de uma subárea dessa imagem ou de várias imagens; tamanho de grão, contornos, altura de declive e estatística; rugosidade, seção de corte, dureza, etc. Mas, a característica mais atraente da MFA, já mencionada acima, particularmente para os biomateriais e as ciências da vida, é o fato de que as amostras são preservadas em seu estado natural: não há necessidade de tingimento, desidratação, recobrimento com filmes finos ou trabalho sob vácuo. Também podem ser avaliadas em meio líquido, gasoso ou mesmo ácido e possuir algumas propriedades elétricas, magnéticas, mecânicas e ópticas mapeadas. A principal desvantagem, por outro lado, é que, como a imagem é construída ponto a ponto, dependendo da taxa de varredura a aquisição de uma única imagem de superfície pode ser muita demorada.

3.3.11.2.2 Princípio de funcionamento

O microscópio de força atômica pertence à família de microscópios de sonda de varredura (*Scanning Probe Microscope – SPM*) e seu princípio de operação baseia-se na varredura e no registro, ponto a ponto, da interação entre uma ponta de prova e a superfície da amostra (Figura 25). Para o modo de contato, essa ponta de prova tem o formato de uma pirâmide de base quadrada, geralmente confeccionada de nitreto de silício (Si_3N_4), com raio nominal de curvatura entre 20 e 60 nm e está colocada na extremidade de um suporte denominado *cantilever*. Este *cantilever* possui constante de mola conhecida, com valor entre 0,01 N/m e 1,00N/m, que corresponde a uma sensibilidade de μN a nN. Assim, ao deslizar sobre a amostra, o *cantilever* sofre uma variação de deflexão devido à variação de alturas da superfície observada. Essa variação de deflexão é detectada através de um feixe de laser, que é refletido pelo *cantilever* sobre um fotodetector. O sinal gerado no fotodetector é então enviado a um computador, que realimenta o circuito de controle do *cantilever*. O *cantilever* sofre um movimento vertical correspondente, de coordenada vertical (z) e as horizontais (x,y) do *cantilever*, originando-se, desse modo, a imagem do mapa da topografia da superfície.

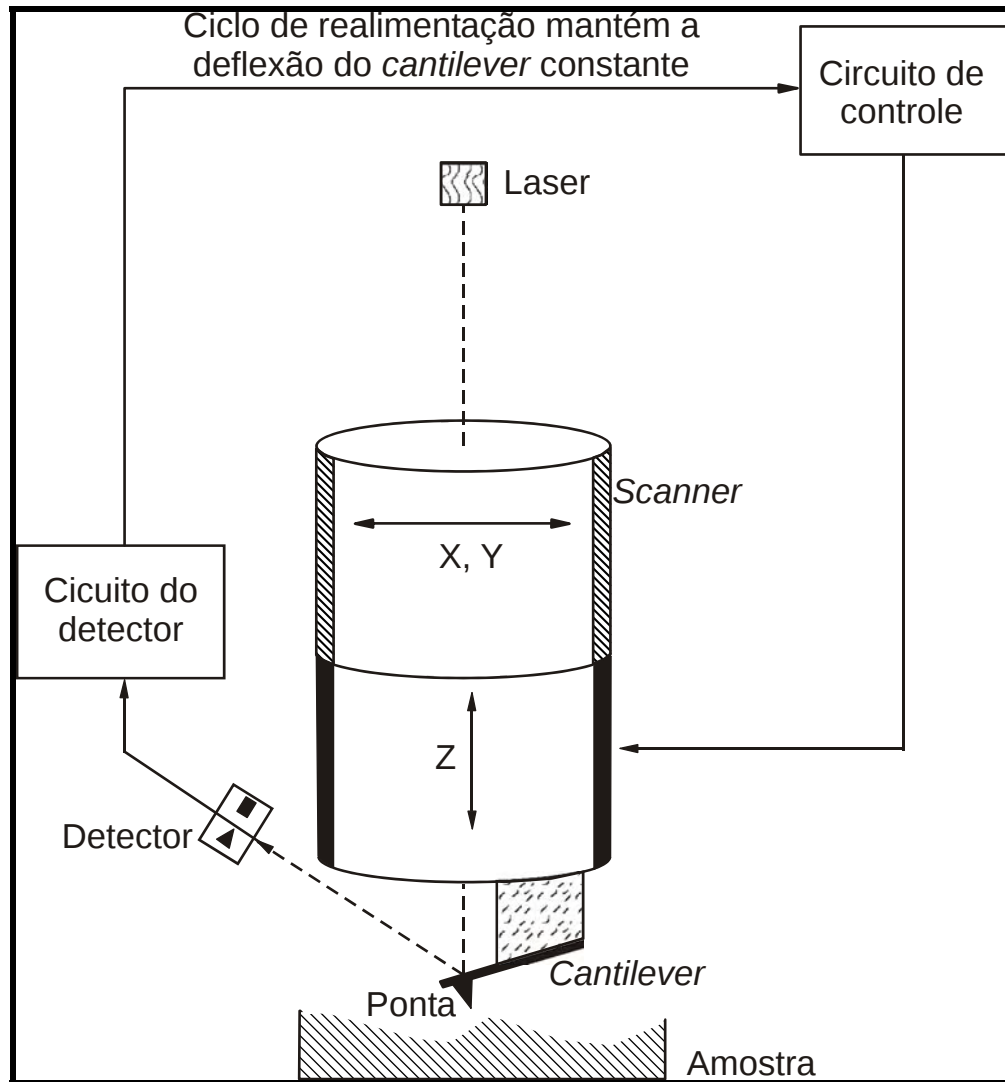


Figura 25 – Diagrama esquemático de um microscópio de força atômica adaptado (ROS-YÁÑEZ; HOUABAERT; MERTENS, 2001).

O microscópio de força atômica também pode ser operado em outros dois modos: o de modo intermitente e o modo de não contacto. O modo de contato intermitente é bastante útil para amostras biológicas, pois, em vez da deflexão constante, o *cantilever* é mantido a uma oscilação constante. Em geral, opera-se na frequência de ressonância, ou muito próximo dela, e com amplitude de oscilação no intervalo de 20 a 10 nm. Assim, durante a varredura, variações de alturas da superfície provocarão variações na amplitude de oscilação, que serão analisadas e registradas de maneira semelhante à do modo de contato. Como a ponta não desliza, mas apenas toca a superfície, evita-se que amostras delicadas sejam danificadas. No modo de não

contacto, a topografia é obtida pela variação das forças de Van der Waals entre a superfície e a ponta, que é mantida a uma determinada altura da amostra.

3.3.11.3 Métodos magnéticos

Uma outra técnica utilizada para determinar a fração volumétrica da austenita retida é por meio das medidas de magnetização. Essas medidas possuem vantagens intrínsecas porque são exatas e sondam volumes dos materiais.

A ferrita, a martensita, a bainita e a cementita são todas ferromagnéticas, enquanto somente a austenita é paramagnética. Assim a fração volumétrica da austenita retida (%AR) pode ser determinada comparando as propriedades magnéticas de um aço TRIP contendo austenita retida em relação ao um aço livre de austenita retida de mesma composição química (que será chamado de referência = REF) (WIRTHL; ANGERER; HAYZENBERGER, 2000) . Em geral, para a saturação magnética B_{SAT} , têm-se:

$$\%AR = \frac{B_{SAT}^{LIGA} - B_M}{B_{SAT}^{LIGA}}, \quad (3)$$

onde B_M é magnetização de saturação da amostra a ser medida. Existem duas maneiras de se obter B_{SAT}^{LIGA} .

O primeira maneira é obtida medindo-se a magnetização de saturação de uma amostra de referência de mesmo material com a garantia que não há nenhuma austenita retida nesta amostra. Se não existir essa amostra de referência, tem que ser considerada a influência dos elementos de liga no comportamento magnético. A adição de elementos de liga diminui a magnetização de saturação do aço. Alguns autores (WIRTHL; ANGERER; HAYZENBERGER, 2000) calcularam o fator de decréscimo δ , cujo valor é T/%, para os elementos de liga mais importantes (Tabela 5). Neste caso, B_{SAT}^{LIGA} é dada por uma relação semi-empírica, como se pode ver na equação (4):

$$B_{SAT}^{LIGA} = B_{SAT}^{Fe} - \sum_n \delta_n A_n, \quad (4)$$

onde δ_n , A_n e B_{SAT}^{Fe} são respectivamente, o fator de decréscimo, a quantidade do elemento de liga n (em %) na amostra e a magnetização de saturação da ferrita pura, cujo valor foi determinado como $B_{SAT}^{Fe} = 2,158$ T (BOZORTH, 1951).

Tabela 5 – Fator de decréscimo dos mais importantes elementos de liga (WIRTHL; ANGERER; HAYZENBERGER, 2000).

Elemento químico	Fator de decréscimo δ (T/%)
C	0,15
Si	0,048
Mn	0,024
Al	0,057
Cr	0,031
Ni	0,032
Mo	0,06
Cu	0,048

Deve-se mencionar que esta maneira não é exata como a primeira usando uma amostra de referência porque não existe até agora um conhecimento do comportamento de δ para as composições de aços TRIP, mas no caso de aços carbono tem-se encontrado uma boa concordância em nas duas maneiras citadas.

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA

4.1 MATERIAL

O material utilizado neste trabalho foi o aço 300M fornecido pelo Instituto de Aeronáutica e Espaço do Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial (IAE/CTA) e produzido pela Eletrometal Aços Finos S. A. (atual Villares Metals), cuja composição química é dada na Tabela 6, no capítulo 5 referente a resultados e discussões..

4.2 CORPOS-DE-PROVA

4.2.1 Corpos-de-prova para ensaios de tração

Os corpos-de-prova (CDPs) foram usinados na Divisão de Suporte Tecnológico do Instituto de Estudos Avançados, do Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial (SUTEC/IEAv/CTA), de acordo com a norma ASTM E8 M para ensaio de tração. Foram confeccionados a partir de chapas laminadas de aço 300M, fornecidas com espessura de 3,6 mm. Os CDPs foram retirados na direção longitudinal da chapa (direção de laminação).

Os CDPs foram usinados com dimensões reduzidas, do tipo *sub-size*, de seção retangular, com região útil de 25 mm, e com eixo longitudinal coincidindo com a direção de laminação da chapa. As dimensões citadas neste trabalho foram sempre consideradas tendo como referência a direção de laminação da placa.

Na Figura 26 é feita uma representação esquemática dos corpos-de-prova, utilizados nos ensaios de tração.

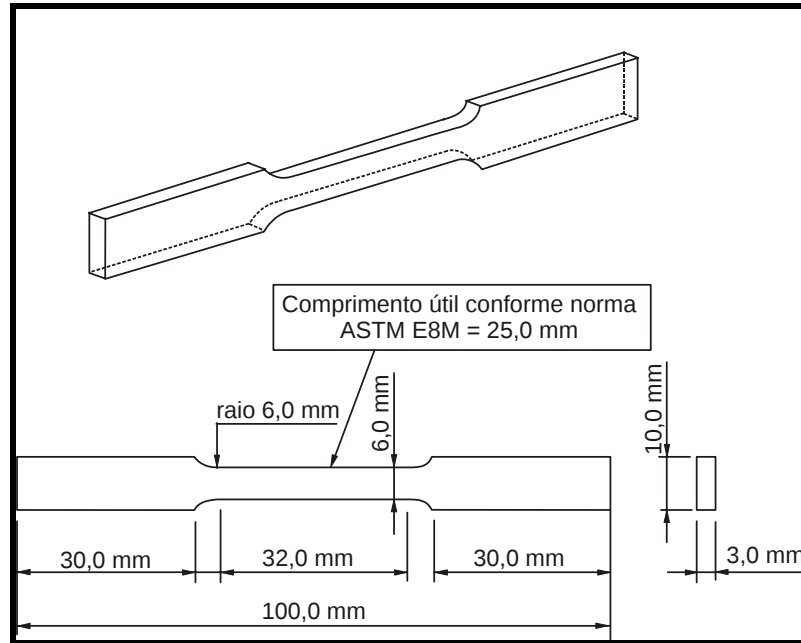


Figura 26 – Representação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração conforme prevista na norma ASTM-E8-M para tipo reduzido (*sub-size*). Dimensões em milímetros.

4.2.2 Corpos-de-prova para ensaios de fadiga

Os corpos-de-prova para ensaios de fadiga também foram confeccionados na SUTEC/IEAv/CTA, de acordo com a norma ASTM E 466. A Figura 27 apresenta a representação esquemática dos corpos-de-prova para os ensaios de fadiga.

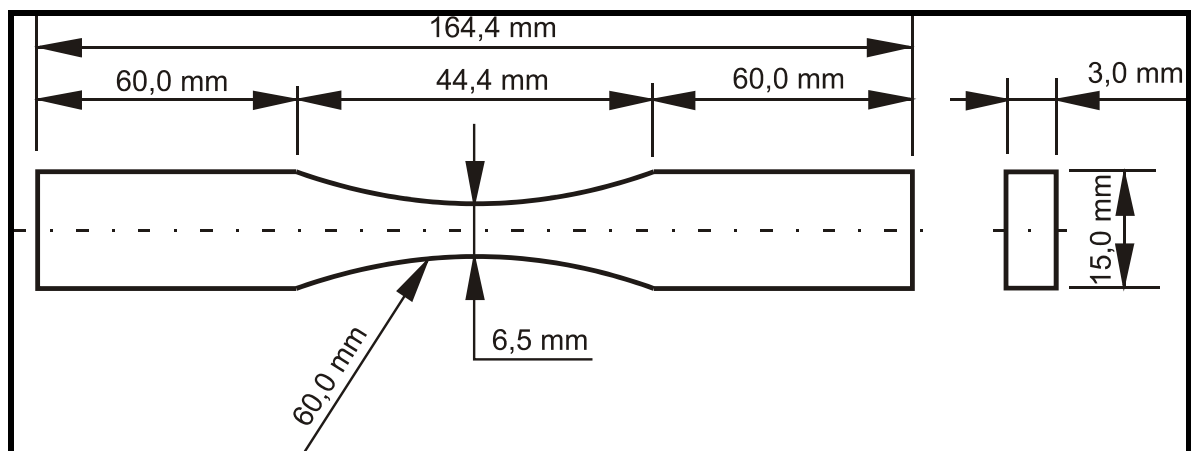


Figura 27 – Representação dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de fadiga. Dimensão em milímetros.

4.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS.

Os tratamentos térmicos foram realizados no Laboratório de Tratamentos Térmicos do AMR/IAE/CTA. Este laboratório possui fornos com atmosfera controlada e de banho de sal, sendo este último necessário para realização de um resfriamento controlado a partir da temperatura intercrítica até a região de transformação isotérmica, e conseqüente manutenção nesta faixa de temperatura. Os fornos utilizados foram os seguintes:

- forno mufla, com atmosfera controlada através de injeção de argônio, marca Brasimet, tipo KOE 40/25/65, com potência máxima de 18kW e temperatura máxima de 1200°C; e
- forno de banho de sal, marca Brasimet, tipo ABO 35/60, com potência máxima de 20kW e temperatura máxima de 530°C. Os controles de temperatura foram feitos com a utilização de termômetro digital Fluke.

As temperaturas foram escolhidas a partir das temperaturas A_{C1} e A_{C3} calculadas pelas fórmulas empíricas de Andrews (1965) (expressões 1 e 2 mencionadas no capítulo anterior) de acordo com a composição química do material estudado.

A temperatura A_{C3} representa a temperatura mínima de austenitização ou temperatura de tratamento de solução ou limite superior de um intervalo crítico. A temperatura A_1 representa o início do intervalo de transformação ou a temperatura eutetóide. A temperatura M_s representa a temperatura onde ocorre o início da transformação martensítica. Portanto, a transformação bainítica deverá ocorrer acima desta temperatura. A temperatura M_s é dada pela fórmula empírica de Andrews (1965) conforme a expressão:

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo. \quad (5)$$

Foram encontrados os seguintes valores para o aço 300M, utilizado neste trabalho:

$$A_{C1} = 751^\circ\text{C};$$

$$A_{C3} = 830^\circ\text{C}; \text{ e}$$

$$M_s = 309^\circ\text{C}.$$

A partir destes valores e pelo diagrama TTT para o aço 300M, apresentada na Figura 28, foram fixados 900°C para a temperatura de austenitização, 760°C para a temperatura intercrítica, 370°C e 320°C para temperaturas de transformação isotérmica na primeira etapa dos tratamentos térmicos. A temperatura de 320°C foi escolhida perto da temperatura M_s porque, teoricamente, deverá ocorrer a formação de bainita inferior, enquanto que, na temperatura de 370°C, mais alta teoricamente, haverá a formação de bainita superior.

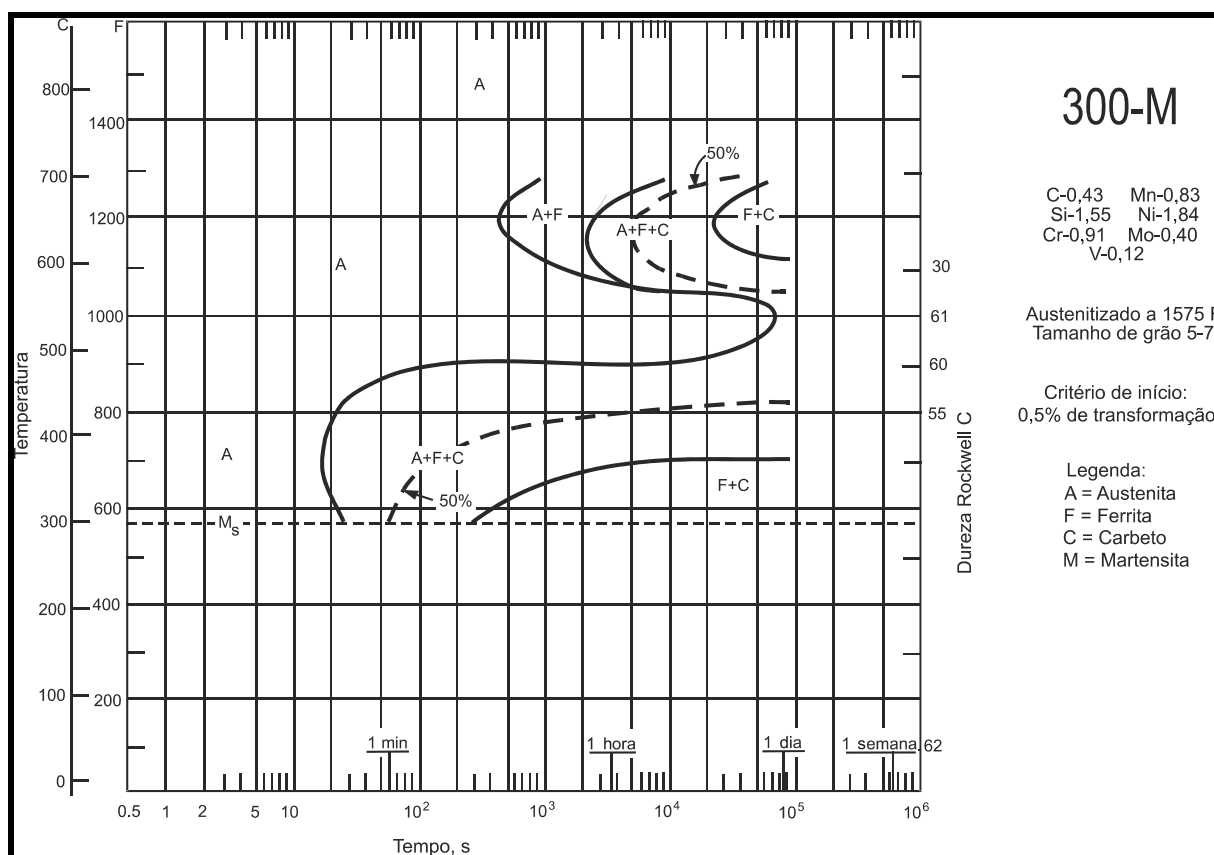


Figura 28 – Diagrama TTT para o aço 300M, adaptado (ERICSSON et al., 1976).

Todos os CDPs receberam um tratamento inicial de recozimento pleno para eliminar os efeitos da laminação. No tratamento térmico de recozimento os aços foram aquecidos a 900°C, mantidos por 2 horas, e resfriados ao forno até a temperatura ambiente.

Um lote de três CDPs foi retirado nesta fase, para estudo das propriedades do aço recozido. Os demais CDPs foram submetidos aos tratamentos térmicos descritos a seguir. Foram realizadas duas etapas de tratamentos térmicos:

1. Na primeira etapa, foram realizadas rotas de tratamentos térmicos com o objetivo de otimizar as propriedades mecânicas e avaliar a contribuição da austenita retida e as outras fases nessas propriedades; e
2. Na outra etapa foram utilizados ciclos de tratamentos térmicos para permitir a comparação com dados disponíveis na literatura (TOMITA; OKAWA, 1993). Foram realizados, além de ensaios de tração, estudos sobre envelhecimento por deformação e medidas de austenita retida por difratometria de raios X, microscopia óptica e métodos magnéticos.

Na etapa 1 foram aplicados nos corpos-de-prova os seguintes tratamentos térmicos, com o objetivo de formar estruturas multifásicas:

- **Condição A:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um forno mantido a 370°C por 1 minuto e resfriado em água;
- **Condição B:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um forno mantido a 370°C por 15 minutos e resfriado em água;
- **Condição C:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um outro forno a 760°C, mantido por 10 minutos e resfriado em óleo;
- **Condição D:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um outro forno a 320°C mantido por 1 minuto e resfriado em água; e
- **Condição E:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um forno a 320°C por 15 minutos e resfriado em água.

Nos fornos mantidos a 370°C e 320°C foram utilizados banhos de sal fundido.

O esquema da Figura 29 representa as rotas de tratamentos térmicos que foram aplicados nos CDPs para a etapa 1.

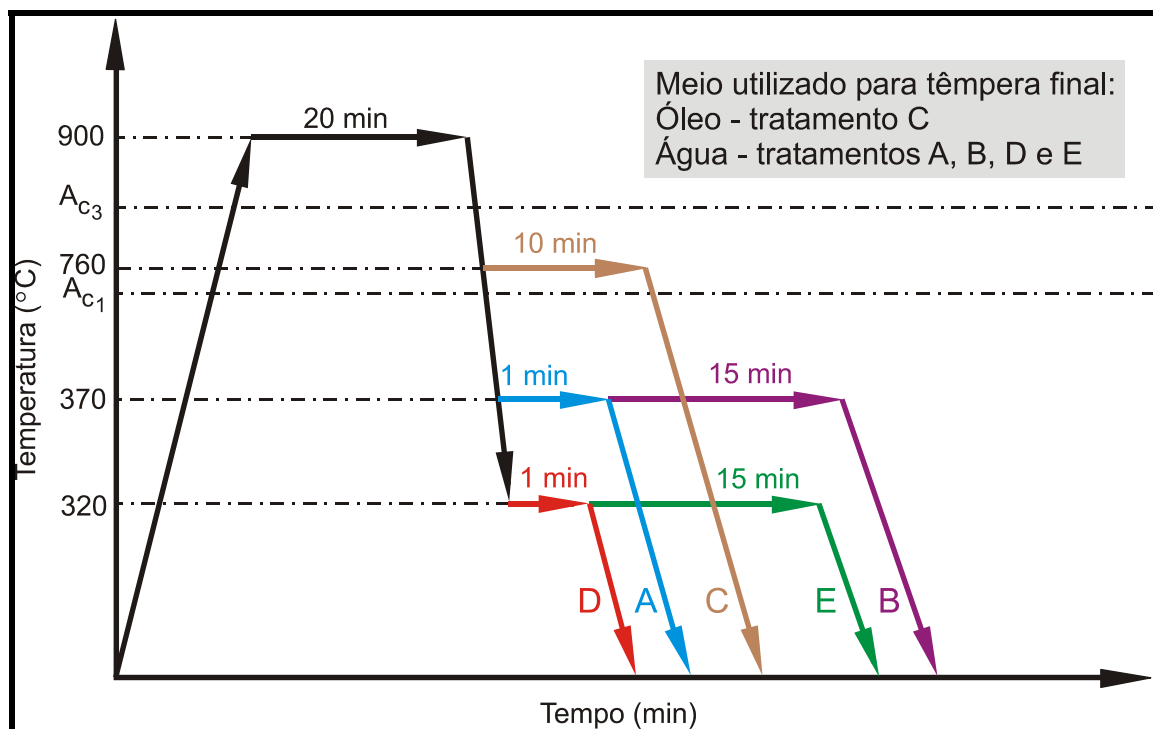


Figura 29 – Gr fico esquem tico dos tratamentos t rmicos realizados para a etapa 1.

Na segunda etapa, para o estudo da determina  o de austenita retida utilizou-se um roteiro de tratamentos t rmicos baseados no estudo feito por Tomita e Okawa (1993), que estudando o mesmo tipo de a o, obtiveram quantidade de austenita retida na faixa de 2 a 22%. Evidenciam t mb m a import ncia da temperatura em tratamentos isot rmicos, enfatizando o papel da fase austen tica e da morfologia bain tica no limite de resist ncia, no limite de escoamento e na ductilidade. Observaram que a presen a destes microconstituintes contribui para a melhoria da tenacidade, pois mant m o a o com alta resist ncia e boa ductilidade.

Os CDPs foram submetidos aos seguintes roteiros de tratamentos t rmicos:

- **Condi  o F:** aquecimento a 900 C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 320 C, mantido por 20 minutos e resfriado em  leo;
- **Condi  o G:** aquecimento a 900 C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 350 C, mantido por 17 minutos e resfriado em  leo;
- **Condi  o H:** aquecimento a 900 C, mantido por 1 hora, transferido para um outro forno a 370 C, mantido por 23 minutos e resfriado em  leo;
- **Condi  o I:** aquecimento a 900 C, mantido por 1 hora, transferido para um

outro forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo;

- **Condição J:** aquecimento a 760°C, mantido por 15 minutos e resfriado em óleo; e
- **Condição K:** tratamento térmico de têmpera e revenimento convencional: aquecimento na temperatura de 900°C por uma 1 hora, resfriado em óleo e aquecimento na temperatura de 300°C por 2 horas.

O esquema da Figura 30 representa os ciclos de tratamentos térmicos que foram aplicados nos corpos-de-prova para a obtenção de microestruturas multifásicas com frações de austenita retida com diferentes quantidades para estudos realizados na etapa 2.

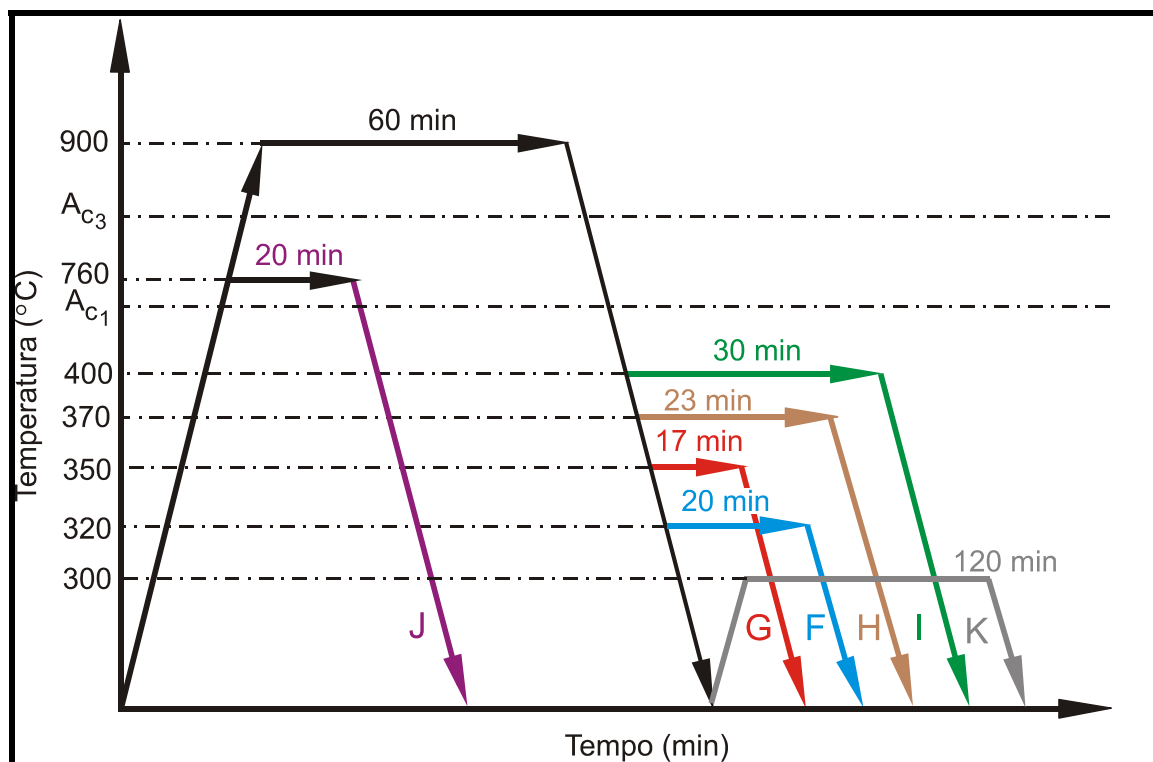


Figura 30 – Gráfico esquemático dos tratamentos térmicos aplicados para a etapa 2.

4.4 ENSAIOS DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração da etapa 1 foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, da Universidade Júlio de Mesquita Filho (FEG/UNESP), de acordo com a norma ASTM E8M-95a, que rege sobre os ensaios de tração para materiais metálicos à temperatura ambiente. O equipamento utilizado foi uma máquina de tração EMIC, com célula de carga com capacidade de 100 kN. A velocidade do deslocamento do cabeçote foi de 1,0 mm/min.

Os ensaios da etapa 2, foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (DEMAR/EEL - USP), em máquina MTS 810.23 com 250 kN de carga.

No ensaio de tração foram avaliados os seguintes parâmetros:

- limite de escoamento: foi considerada a tensão que produz uma deformação permanente de 0,2%. Este método é utilizado quando a curva tensão X deformação apresenta escoamento contínuo;
- limite de resistência à tração: calculada pelo carregamento máximo aplicado durante o ensaio, dividido pela área inicial do corpo de prova; e
- alongamento: calculado pela variação percentual no comprimento da região útil do corpo de prova, antes e após o rompimento.

Para obter maior exatidão no cálculo do alongamento, foi utilizado um projetor de perfis Carlzeiss-Jena MP320 para medição do comprimento final da região útil dos corpos de prova após o rompimento. O equipamento do Laboratório de Metrologia da FEG/UNESP tem como principais características: iluminação episcópica e precisão de leitura milesimal. Foi aplicado um aumento de 20 vezes no perfil dos corpos-de-prova fraturados.

4.5 ENSAIOS DE FADIGA

Para realizar os ensaios de fadiga foi utilizado um sistema servo-hidráulico MTS 810.23M com 250 kN de capacidade, no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (DEMAR/EEL - USP). Foi adotado o modo de controle de força e o carregamento foi aplicado com forma de onda senoidal. Os ensaios foram realizados ao ar, em temperatura ambiente, com frequência de 20 Hz e razão de tensão $R = 0,1$. Os níveis de tensão máxima foram escolhidos de modo a situar as curvas S - N na faixa de 10^4 a 10^6 ciclos. Após os ensaios, as superfícies de fraturas de alguns corpos-de-prova foram observadas por um microscópio eletrônico de varredura LEO 1460 VP, pela técnica de elétrons secundários.

4.6 MICROSCOPIA ÓPTICA

4.6.1 Preparação das amostras

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

Foram utilizadas no processo de lixamento lixas de diferentes granulometrias: #100, #220, #320, #400 e #600 sucessivamente. Após o lixamento, as amostras foram colocadas em um becker contendo acetona P.A. e submetidas a ultra som de marca AROTEC T7. Este procedimento visa a remoção de resíduos e impurezas presentes na superfície da amostra permanecendo por um tempo médio de 300 segundos em solução de água destilada e detergente.

O polimento foi feito na POLITRIZ AP10, Panambra, nas rotações de 500 e 1000 rpm, com alumina ($1\mu\text{m}$) diluída em água destilada e, em seguida, polida com OP-U Suspension ($0,25\mu\text{m}$) STRUERS para acabamento final, lavadas com água destilada e álcool etílico P.A. e secas com um secador de ar frio.

Foram feitos três diferentes ataques químicos para a mesma amostra. Para cada ataque químico foram feitas análises de imagens e quantificação das fases. A cada novo ataque químico, após análises de imagens, as amostras eram lixadas com lixa #1.500 e #2.000, novamente polidas com alumina e OP-U Suspension, limpas e secas.

Embora tivessem sido secas e envolvidas em papel absorvente, oito horas, observou-se através de microscopia óptica, a formação de uma película de óxido na superfície da amostra, o que impedia o reagente de atacar a amostra, elevando o tempo de ataque em até seis vezes, quando comparado ao tempo para ataque, imediatamente após polimento e secagem. Para minimizar esse efeito de corrosão, o ataque químico foi realizado imediatamente após o polimento e secagem ou, na impossibilidade deste, executava-se um novo polimento com OP-U suspension por um tempo de três minutos. Este procedimento permitiu uma maior eficiência do ataque químico.

4.6.2 Ataques químicos

Foram efetuados três ataques com diferentes reagentes para permitir a visualização das diferentes fases.

Reagentes:

- Nital (2ml HNO_3 e 98ml de álcool etílico PA);

As amostras foram atacadas pelo reagente por 15 segundos, lavadas em água, em seguida em álcool etílico e, secas com o auxílio de um secador de ar frio. Este procedimento visa interromper a ação do ataque químico.

- Solução aquosa de metabissulfito de sódio (10g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 100ml água destilada).

Foi usado o tempo médio de 15 segundos de exposição para este ataque químico. Foram utilizados para o metabissulfito de sódio os mesmos procedimentos de lavagem utilizados para o Nital.

- Reativo de LePera 1:1 (Solução aquosa de metabissulfito de sódio + solução de ácido pícrico em álcool etílico).

Solução 1: 1g de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) + 99ml de água destilada;

Solução 2: 4g de ácido pícrico ($C_6H_2(NO_2)_3OH$) + 96ml CH_3CH_2OH de álcool etílico PA.

Os reativos de LePera foram mantidos em geladeira durante todo o processo de ataque químico. Utilizou-se tempo médio de exposição de 25 segundos para este ataque. Depois da amostra ser lavada e seca, a próxima etapa foi o ataque com reagente de LePera.

Foram executados ataques em tempos diferentes de exposição, sendo que o tempo médio de 25 segundos de exposição ao ataque foi o que melhor resultado apresentou para o aço 300M. Neste caso, após ataque químico, as amostras foram lavadas em água e depois em álcool etílico, secas com secador e ar frio, para interromper o ataque com o reagente de LePera.

4.6.3 Quantificação das fases presentes

As fotomicrografias foram realizadas no Laboratório de Análise de Imagens de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Júlio Mesquita Filho (FEG/UNESP) com a utilização do microscópio: NIKON EPIPHOT 200.

Para o processamento de imagens (captura e armazenamento) e a quantificação das fases foram utilizados o programa *Image J (Image Processing and Analysis in Java)* (Figura 31). O *Image J* consiste em um programa que possui ferramentas pré-programadas para as principais formas de manipulação de imagens e filtragens, manipulação de níveis de cinza, cálculos com imagens, dentre outros processos. Ele permite a manipulação de algumas variáveis de processamento conforme a escolha do usuário. Este programa é de acesso livre e gratuito, podendo ser obtido pela Internet (<http://rsb.info.nih.gov/ij>).

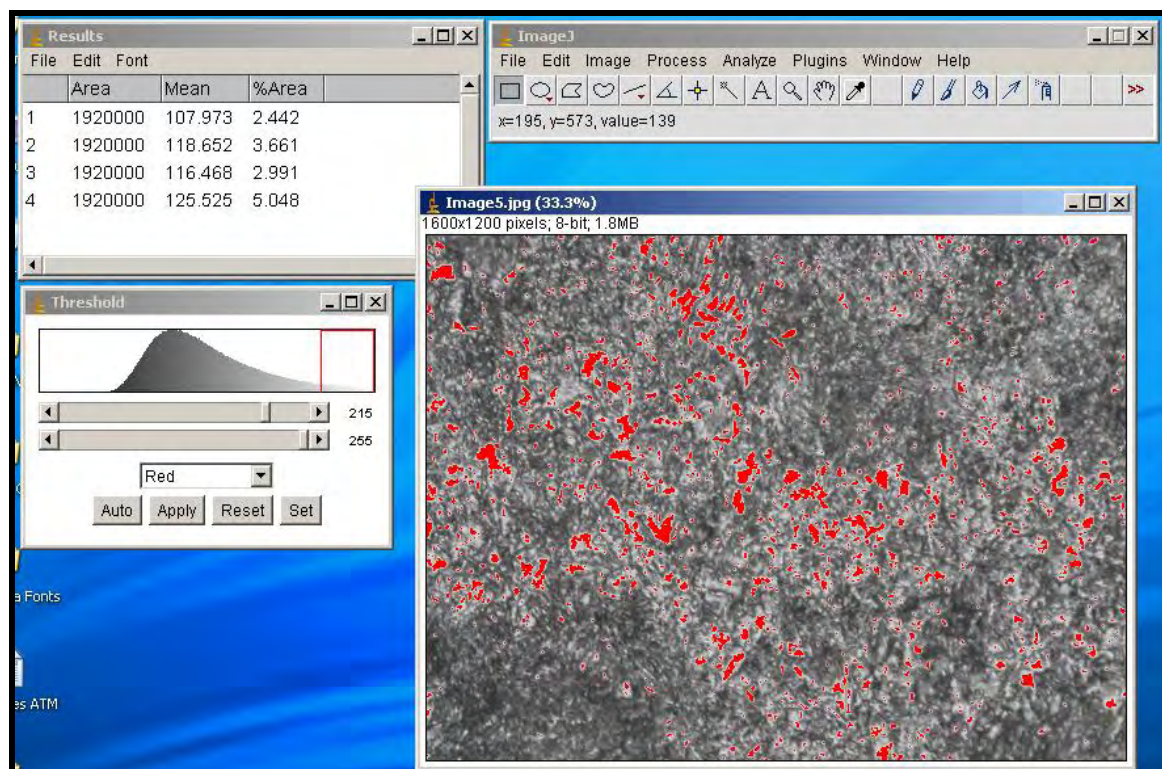


Figura 31 – Tela do programa Image J

4.7 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

As análises por difratometria de raios X foram feitas no equipamento marca Shimadzu, modelo XRD 6000 do Laboratório de Difratometria de Raios X do DEMAR-EEL-USP. O equipamento possui tubo de cobre com monocromador de grafite para filtrar ruídos provenientes de outros comprimentos de onda. Foi utilizada uma voltagem de 40kV e corrente de 30mA. As medidas foram feitas varrendo as amostras de $2\theta = 20^\circ$ até 95° , com passo angular de $0,05^\circ$ e tempo de contagem de 1s por passo. As superfícies das amostras foram lixadas até a lixa de granulometria 1000 e acomodadas em porta-amostra para medida de amostra sólida.

4.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da AMR/IAE/CTA. As amostras para análise por MEV foram preparadas conforme os procedimentos metalográficos (embutimento, lixamento, polimento, etc) descritos para caracterização microestrutural em microscopia óptica. Em seguida, foram lavadas com água destilada, desengorduradas com álcool e secas com ar frio. Neste caso, foi utilizado somente o ataque químico com nital 2%, com tempo de exposição em média de 15s. Em seguida, foram mantidas em uma estufa para eliminar a umidade.

A imagem via elétrons espalhados (*back scattering*) foi a técnica utilizada nas observações no MEV. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura LEO 451 VPi. Registrou-se imagens com ampliações de 2000, 7000, 15000 e 20000 vezes para cada condição.

4.9 MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

Neste trabalho utiliza-se a microscopia de força atômica (MFA) como uma complementação ao uso da MEV. Estudos da topografia da superfície da amostra podem ser realizados por modo de contato ou não contato. O resultado é uma imagem correspondente à topografia da amostra, devido à deflexão do *cantilever*. Neste trabalho, a utilização do modo de contato tem vantagens devido à superfície da amostra do aço 300M ser dura, porque não há risco da ponta provocar danos ou deformar a superfície da amostra, como no caso de algumas amostras biológicas ou de polímeros. As amostras são preparadas exatamente como os procedimentos utilizados para a metalografia por microscopia óptica, utilizando um ataque de nital 2% por 15 s, com a única diferença que se deve fazer no dimensionamento apropriado para o porta amostra do microscópio de força atômica, o qual é menor que o utilizado na microscopia óptica.

O microscópio utilizado neste trabalho é um microscópio de força atômica SHIMADZU modelo SPM – 9500 J3 do Departamento de Física do Instituto

Tecnológico Aeroespacial (ITA). O método de aquisição das imagens foi a técnica de modo de contato.

4.10 MÉTODOS MAGNÉTICOS

4.10.1 Princípio do ensaio magnético

As medidas pelo método magnético foram realizadas no Laboratório de Medidas Eletromagnéticas do IEAv/CTA, com equipamento Traçador de Curvas de Histerese Magnética (TCH) da BRASMAG, modelo BM 250-A.

A caracterização magnética consiste, basicamente, em expor uma amostra do material a um campo magnético H , e medir sua indução magnética B . Existem vários dispositivos e métodos para determinar esta indução; porém, se a amostra estiver sujeita a um campo H variável, um simples enrolamento em torno da amostra é capaz de gerar um sinal elétrico proporcional a dB/dt .

Um TCH consiste de um gerador de corrente variável que conectado ao enrolamento primário em torno da amostra, gera o campo H . Um integrador eletrônico conectado ao enrolamento secundário gera um sinal proporcional à indução magnética B . A Figura 32 apresenta um corpo de prova com os enrolamentos primário e secundário preparados e utilizados para as medições.

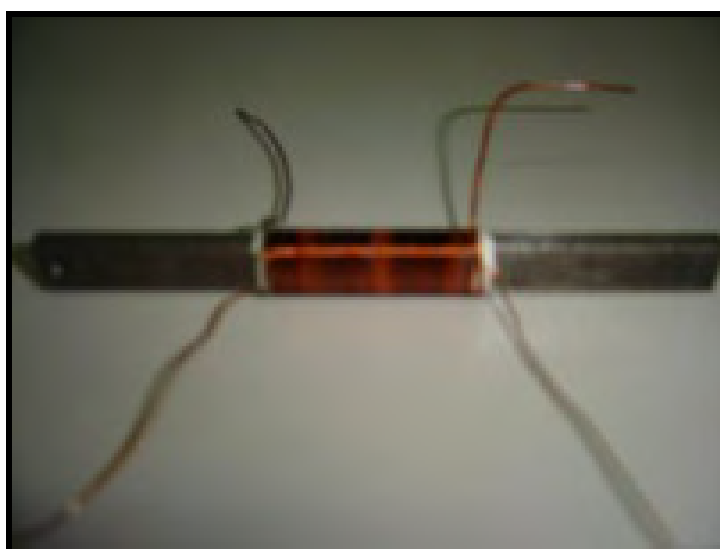


Figura 32– Corpo de prova com o enrolamento primário e secundário utilizado para medidas da curva de histerese.

A Figura 33 apresenta a curva de histerese típica fornecida pelo TCH-BM 250-A e valores que podem ser obtidos, por exemplo: indução de saturação (B_s), indução remanente (B_r), campo coercivo (H_c), permeabilidade inicial (μ_i) e permeabilidade máxima ($\mu_{m\acute{a}x}$), em várias frequências.

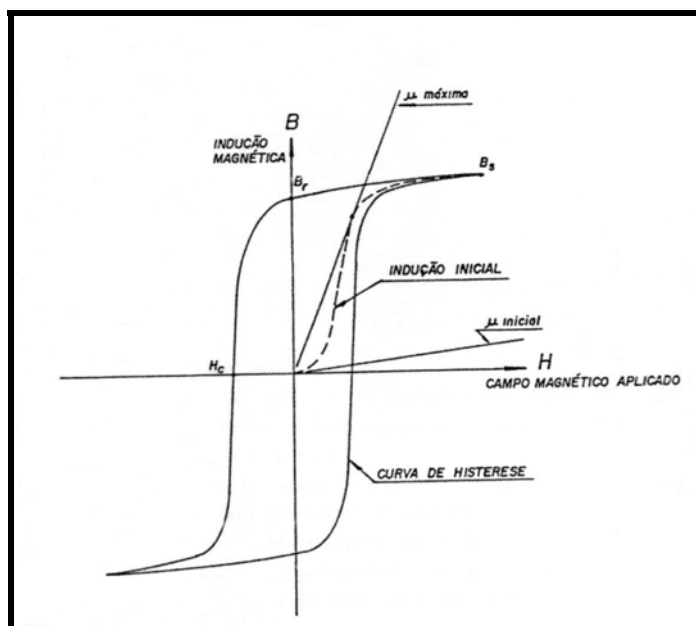


Figura 33 – Curva de histerese magnética .

4.10.2 Princípio de funcionamento

O TCH modelo BM250-A, fabricado pela BRASMAG, é desenvolvido para a maior versatilidade possível num ensaio magnético. Permite expor uma amostra a campos da ordem de 10^{-1} a 10^3 A/m, com frequências entre 0,01 a 1000 Hz, e detectar induções da ordem de 10^{-3} até 3 T, dependendo das dimensões da amostra. Um circuito de amostragem conectado a dois indicadores digitais permite a leitura direta de qualquer ponto da curva de histerese. Este sistema pode ser ainda conectado a um sistema computadorizado, que permite a automação da medida.

A Figura 34 apresenta o diagrama esquemático do TCH.

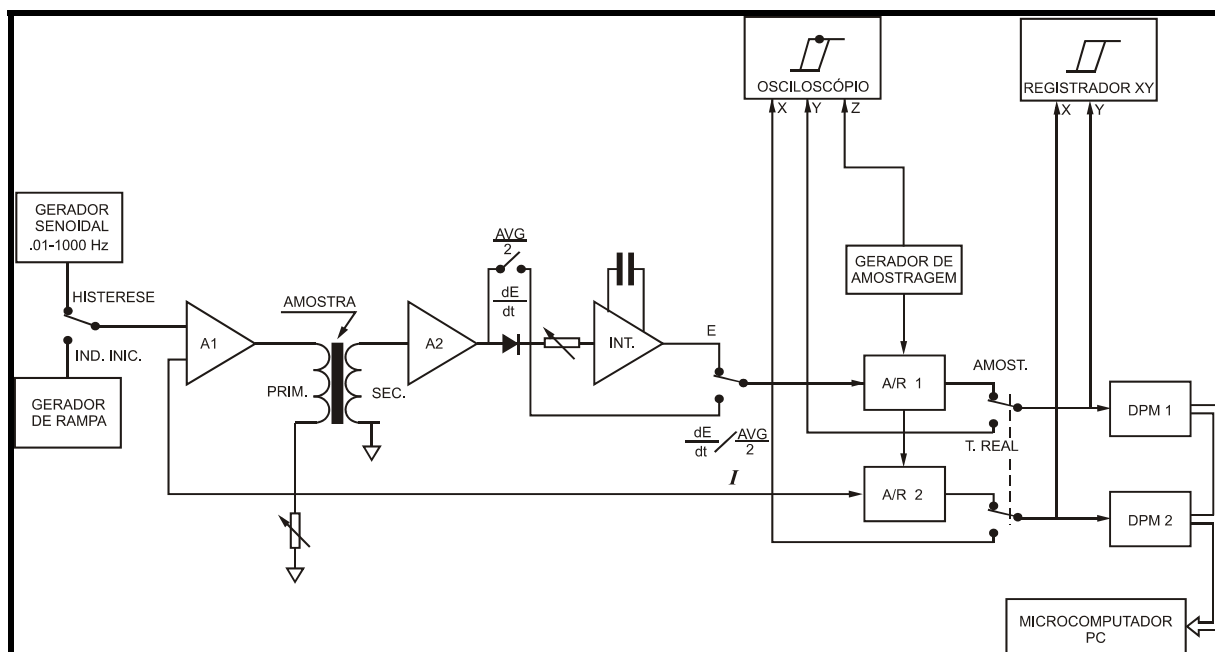


Figura 34 – Diagrama geral do Traçador de Curva de Histerese.

O sistema consiste do amplificador de corrente A1, capaz de gerar correntes de 0 a 5A, no enrolamento primário da amostra. Este amplificador é alimentado por um sinal senoidal ou por uma rampa, através da chave HISTERESE/IND. INIC.. A amostra cujo enrolamento primário esteja conectado a este amplificador, fica sujeito ao campo magnético (H) definido pela expressão:

$$H = \frac{N_p \cdot I}{L}, \quad (6)$$

onde:

N_p = número de espiras do primário;

I = corrente elétrica (em A);

L = comprimento do circuito magnético (em m);

H = campo magnético em (A/m).

A amostra uma vez magnetizada produz no enrolamento secundário um sinal proporcional a dB/dt . O amplificador A2, o circuito retificador e um integrador, processam o sinal proveniente do enrolamento secundário, produzindo no final deste estágio, três sinais possíveis:

- dE/dt = sinal direto do secundário, proporcional à indução magnética em função do tempo (dB/dt);
- $AVG/2$ = sinal dE/dt retificado; e
- E = sinal proporcional à indução magnética (B).

Estes sinais devem ser ajustados pela equação (7) para fornecer o valor correspondente à indução magnética (B).

$$B = \frac{E.k}{2.N_s.A}, \quad (7)$$

onde

E = tensão na saída do integrador (em V);

k = constante de tempo do integrador (em s);

N_s = número de espiras do enrolamento do secundário;

A = área da amostra (em m^2);

B = indução magnética (em T).

Para facilitar a medida magnética, foi incorporado ao sistema um circuito gerador de amostragem e permite que dois indicadores digitais amostram os valores de corrente (I) e da tensão integrada (E) de qualquer ponto da curva de histerese. Um osciloscópio conectado ao sistema exibe a curva de histerese e o ponto mostrado na sua tela em tempo real. Com uma interface é possível conectar o TCH BM250-A a um microcomputador.

Neste trabalho, a coleta de dados da curva de histerese magnética foi feita por um osciloscópio digital modelo 54610B da HP. Esses dados foram processados em um *notebook* Toshiba Satellite Pentium 4 de 2,66 GHz, por meio de uma interface GPIB/USB Agilent 82357A e do software VEE Pro 6.2 da Agilent. No software VEE Pro 6.2, foi desenvolvido um programa especificamente para fazer tratamento dos sinais coletados pelo osciloscópio, cálculos matemáticos para armazenamento de dados e obtenção de parâmetros de nosso interesse. O programa está detalhado no Apêndice A. A Figura 35 apresenta o *rack* de equipamentos para a aquisição desses dados.

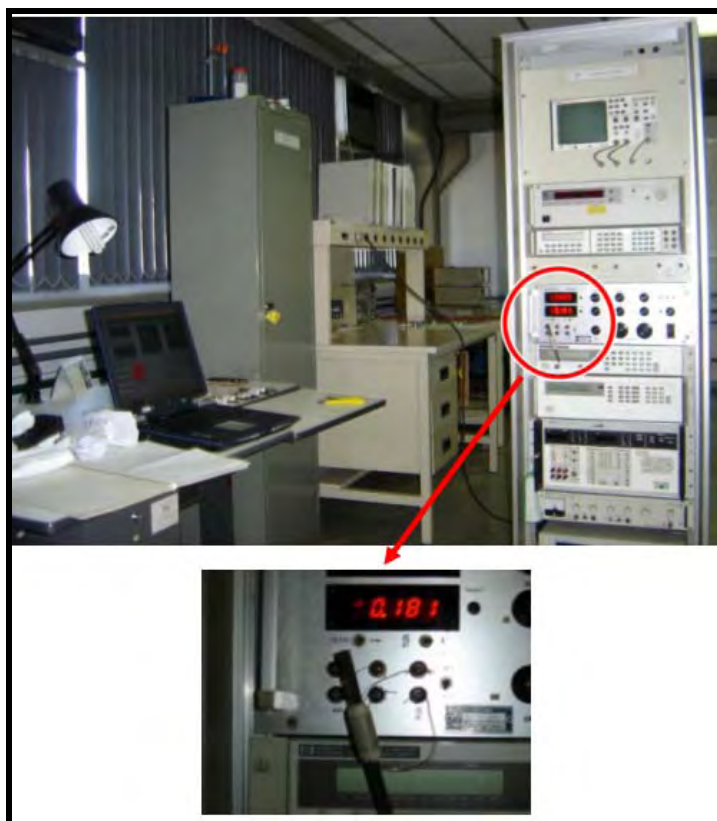


Figura 35 – Rack de equipamentos utilizados nas medidas da curva de histerese.

Este programa computacional, desenvolvido pelo software VEE Pro 6.2 da Agilent Technologies, é responsável pela aquisição de dados da histerese magnética coletados pelo osciloscópio. Com estes dados plota-se a curva de histerese magnética. O software VEE Pro 6.2 utiliza uma linguagem gráfica de programação que facilita a aquisição e manipulação de dados. Também possui a linguagem MATLAB incorporada e com isso oferece grande compatibilidade com os equipamentos e interfaces de comunicação envolvidos na medida.

A Figura 36 apresenta a tela principal do programa para obtenção da curva de histerese magnética.

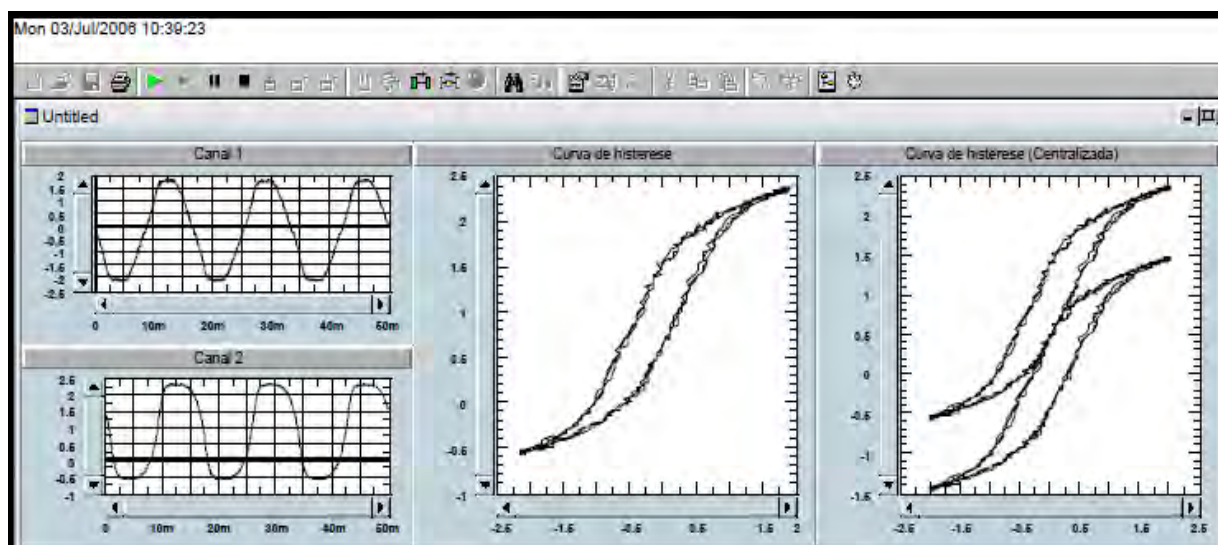


Figura 36 – Tela principal do programa para medida da curva de histerese magnética do aço 300M.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

O material usado na confecção dos corpos-de-prova foi analisado no Laboratório de Análises Químicas da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço, do Comando Geral de Tecnologia Aeroespacial (AMR/IAE/CTA). As análises químicas da sua composição química foram determinadas de acordo com as normas ASTM-E-39-84 e ASTM-E-350-87. Os resultados obtidos na análise química do material encontram-se na Tabela 6.

Tabela 6 – Composição química do aço 300M (% em massa)

Elemento de liga	C	S	P	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	V	Cu
% em massa	0,39	0,0005	0,009	1,78	0,76	0,76	1,69	0,40	0,003	0,08	0,14

5.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.

5.2.1 Microscopia óptica

Nesta etapa do trabalho são apresentados e discutidos os resultados obtidos na análise qualitativa da microestrutura do material, ou seja, na observação da estrutura para identificação das fases presentes, através dos diferentes reagentes químicos utilizados. A técnica de microscopia óptica foi utilizada para realizar a caracterização de cada microconstituente no material, após o tratamento térmico.

Foram preparadas amostras metalográficas de cada condição de tratamento aplicado ao aço, seguindo procedimentos de padrões de corte, embutimento e polimento, além de tomar precauções como limpeza, secagem e acondicionamento em local conveniente. Em seguida foram realizados ataques químicos na amostra.

As microestruturas foram caracterizadas com auxílio da técnica de tríplice ataque (HASHIMOTO, 2004).

O primeiro ataque foi feito com nital 2%. O nital é usualmente aplicado na revelação de microestruturas de aços ao carbono, apresentando alguma limitação na identificação de determinadas fases, especialmente quando elas existem simultaneamente, como é o caso nos aços multifásicos. As amostras atacadas com nital tendem a diferenciar basicamente duas tonalidades de cinza: a mais clara corresponde a ferrita e austenita retida, e a mais escura corresponde a martensita, bainita e perlita. Este primeiro ataque é utilizado principalmente para revelar os contornos de grãos. Nas amostras atacadas com este reagente observou-se que a microestrutura apresenta-se bastante complexa, com muitas fases e formato acicular ou em ripas (martensita), como é evidenciado na Figura 38.

A Figura 37 exibe uma fotomicrografia obtida por meio de microscopia óptica da microestrutura do aço 300M recozido, após ataque com nital 2%. Este aço apresenta alta temperabilidade e, mesmo recozido, apresenta uma estrutura bastante refinada e complexa. As microestruturas apresentam-se bastante complexas com diversos microconstituintes. As regiões mais escuras (cinza e preto) são constituídas de martensita e bainita, as regiões mais claras apresentam a austenita e traços com pequenas porções de ferrita.

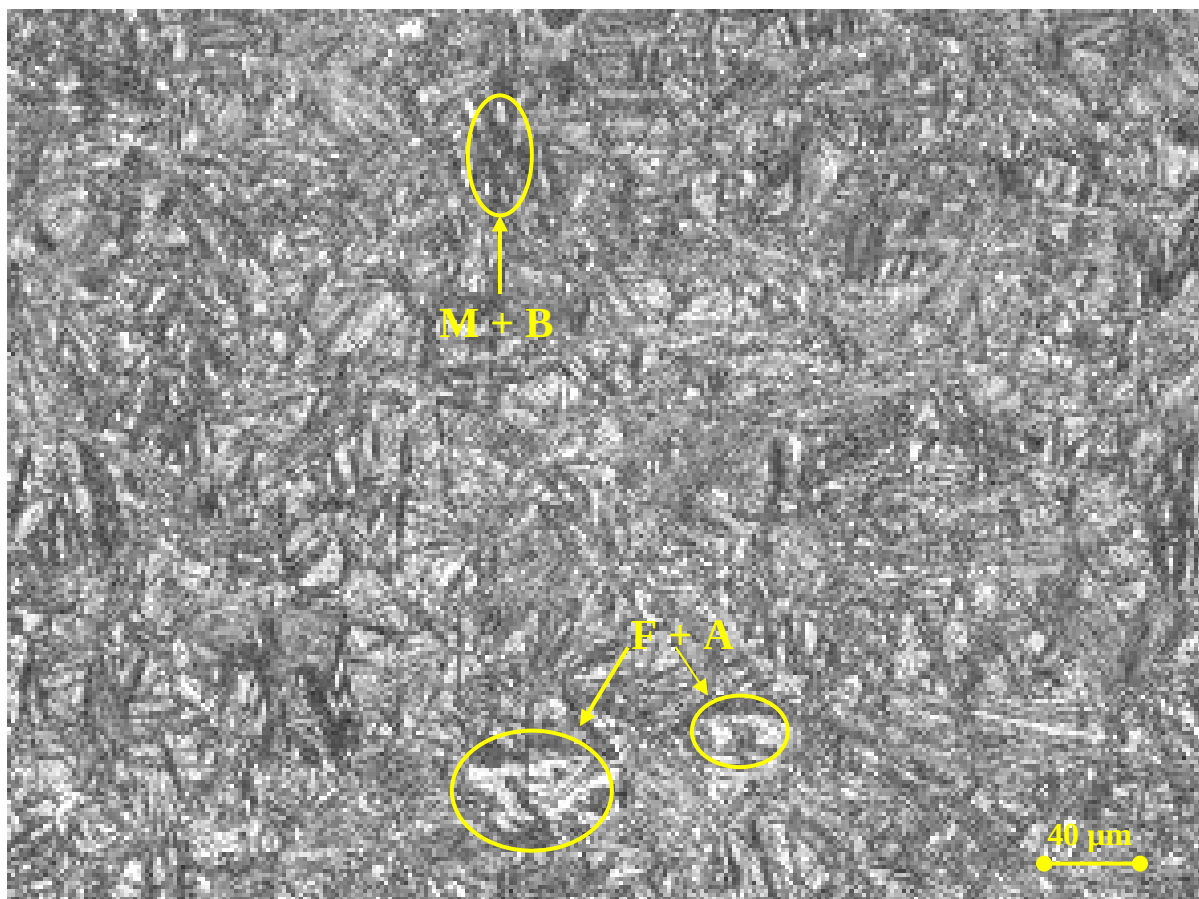


Figura 37 – Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M recozido, após ataque com nital 2%.
A = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita.

O segundo ataque foi realizado com solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio. O objetivo principal deste ataque é destacar a austenita retida. Ao ser submetida à solução de metabissulfito de sódio, ocorre um ataque na superfície das amostras de forma que apenas a região com austenita retida não seja atacada, tornando-se branca, ao ser analisada ao microscópio.. As outras regiões adquirem tonalidades mais escuras, e podendo apresentar colorações cinza, azul ou marrom.

A Figura 38 apresenta a micrografia do aço 300M obtida por microscopia óptica, aquecido a 900°C por 20 minutos, com a transformação isotérmica a 370°C por 15 minutos e resfriado em água, após ataque com solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio. As áreas claras representam a austenita retida e as outras regiões (áreas escuras), predominantemente a bainita e martensita.

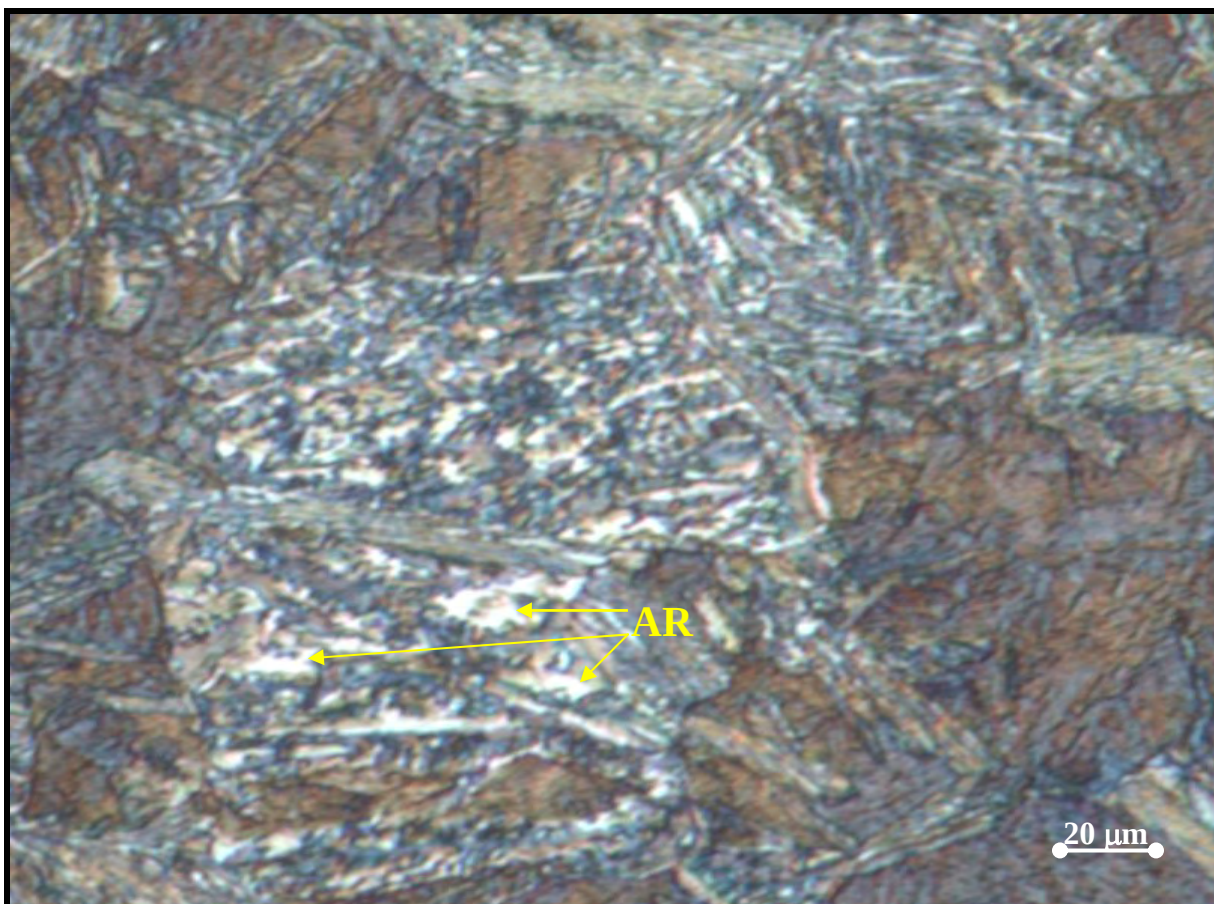


Figura 38 – Micrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação isotérmica a 370°C por 10 minutos e resfriado em água, após ataque com metabissulfito de sódio. AR = austenita retida.

O terceiro ataque foi feito com o reagente LePera. Normalmente, quando se realizam ataques químicos para a observação por microscopia óptica, a bainita é de difícil visualização. O ataque com o reagente LePera contribui principalmente para identificar a bainita que aparece numa tonalidade marrom mais escura. Por meio deste ataque a ferrita pode aparecer com tonalidade de azul e a martensita mais austenita retida aparecem com áreas claras. Estas características podem ser visualizadas nas Figuras 39 e 40.

A Figura 40 apresenta micrografia do aço 300M aquecido a 900°C, mantido por 20 minutos, sofrendo transformação isotérmica a 370°C por 15 minutos e resfriado em água, após ataque com reagente LePera. Ocorreu a formação predominante de bainita superior (cor marrom) formada na temperatura de 370°C. Uma mistura de martensita e austenita retida está representada nas regiões azuis esbranquiçadas.

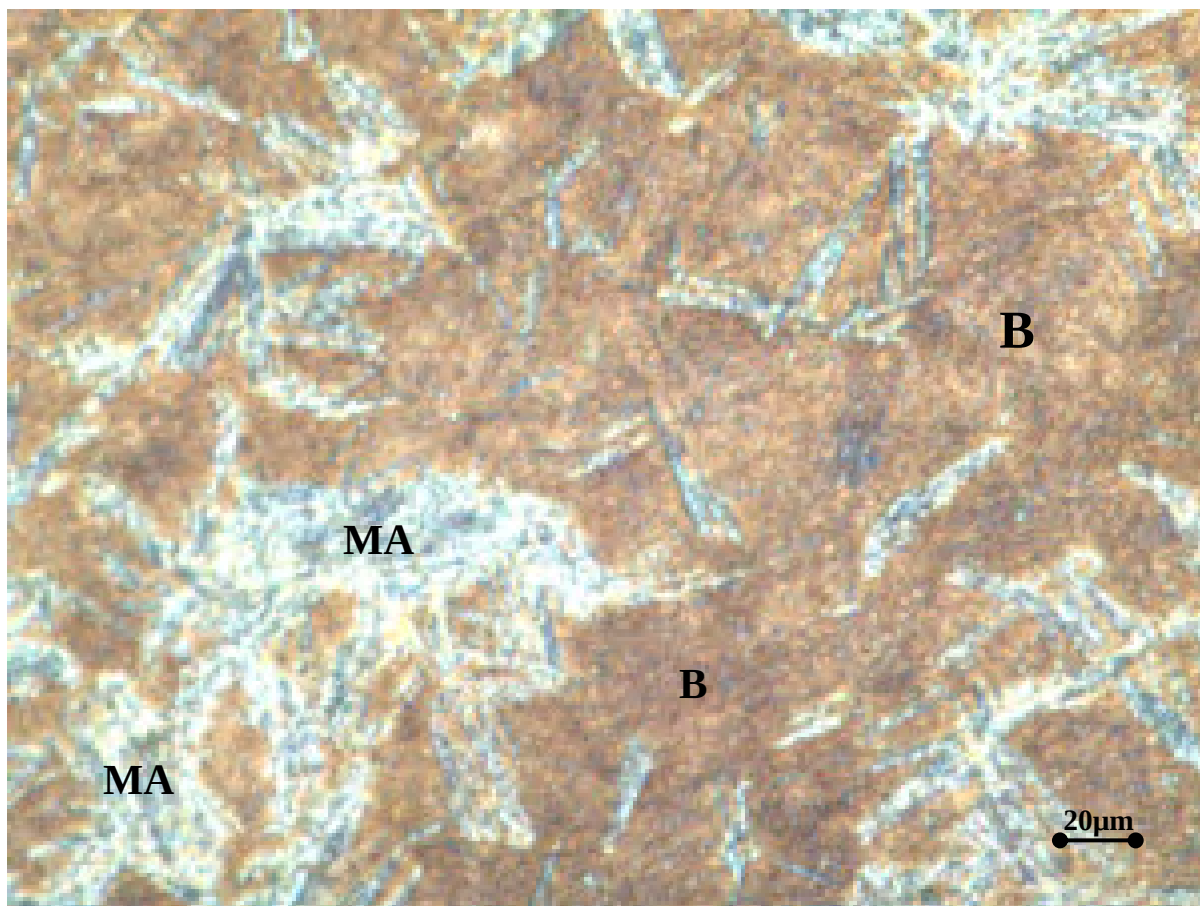


Figura 39 – Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação isotérmica a 370°C por 15 minutos e resfriado em água, após ataque com reagente LePera. MA = martensita + austenita retida e B = bainita.

A micrografia da Figura 40 apresenta a microestrutura do aço 300 M aquecido até 900°C por 20 minutos, com transformação intercrítica a 760°C por 10 minutos e resfriado em óleo. Representa uma microestrutura multifásica, com ferrita (azul), bainita (marrom escura) e martensita e austenita retida (branca).

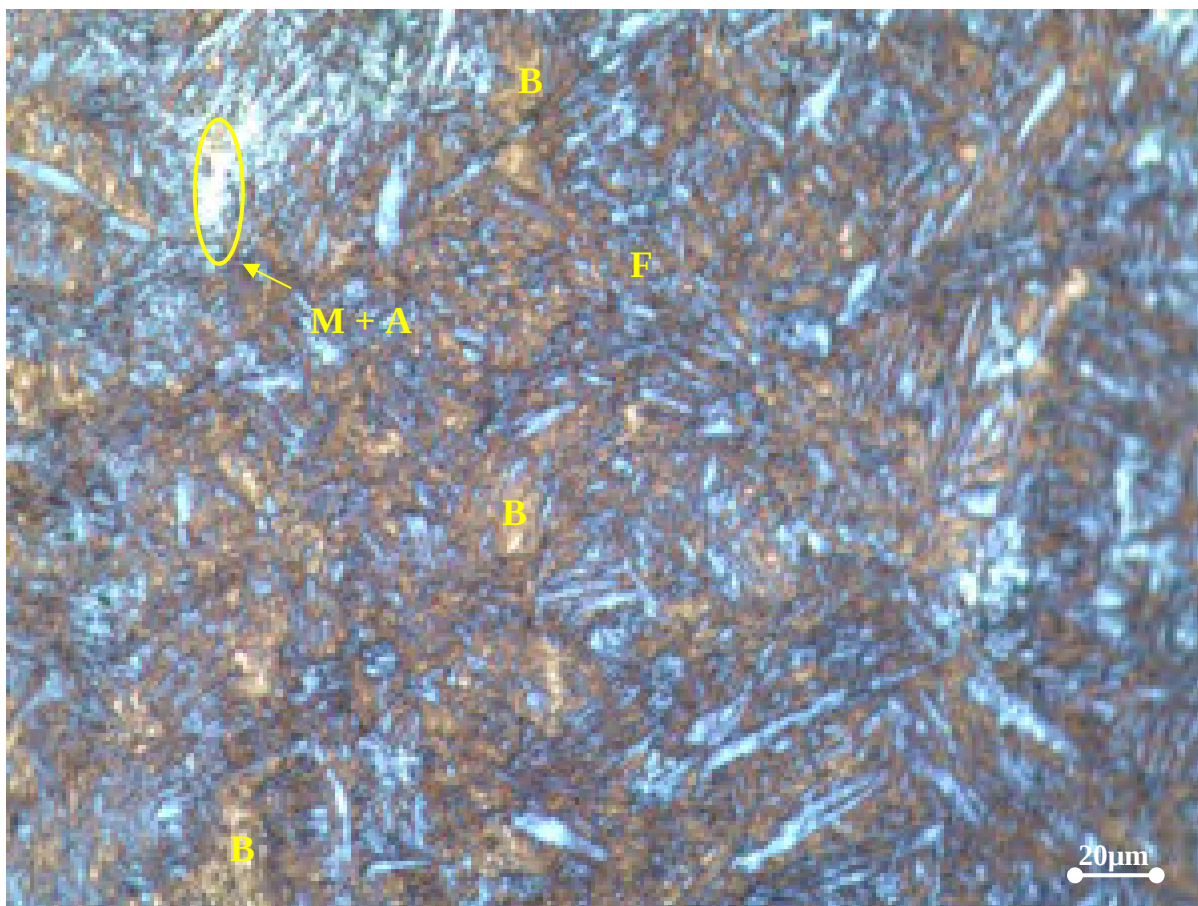


Figura 40 – Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M aquecido a 900°C por 20 minutos, com transformação intercrítica a 760°C por 10 minutos e resfriado em óleo, após ataque com reagente LePera. M + A = martensita + austenita retida, B = bainita e F = ferrita..

5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

Os procedimentos metalográficos descritos para caracterização microestrutural em microscopia óptica foram novamente realizados, com exceção do ataque químico. Neste caso, foi utilizado o nital 2% com tempo de exposição de em média 10 a 15 s. Nesse trabalho, o aço 300M apresentou uma microestrutura muito refinada, sendo necessário um aumento igual ou superior à 1000x para que se obtivesse uma imagem adequada para a realização de algumas análises metalográficas. Como alternativa foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Como podem ser vistas nas Figuras 41 e 42, as micrografias obtidas por MEV da microestrutura do aço 300M, como fornecido, sem a aplicação de tratamento térmico,

com ampliações de 1000 e 2000 vezes respectivamente, apresentam a ferrita e a cementita em forma lamelar típica da perlita (as linhas brancas correspondem à cementita). A perlita não é uma fase, e sim, uma mistura mecânica de ferrita e cementita, que ocorre sob a forma de lamelas paralelas, como pode ser observada nestas figuras.

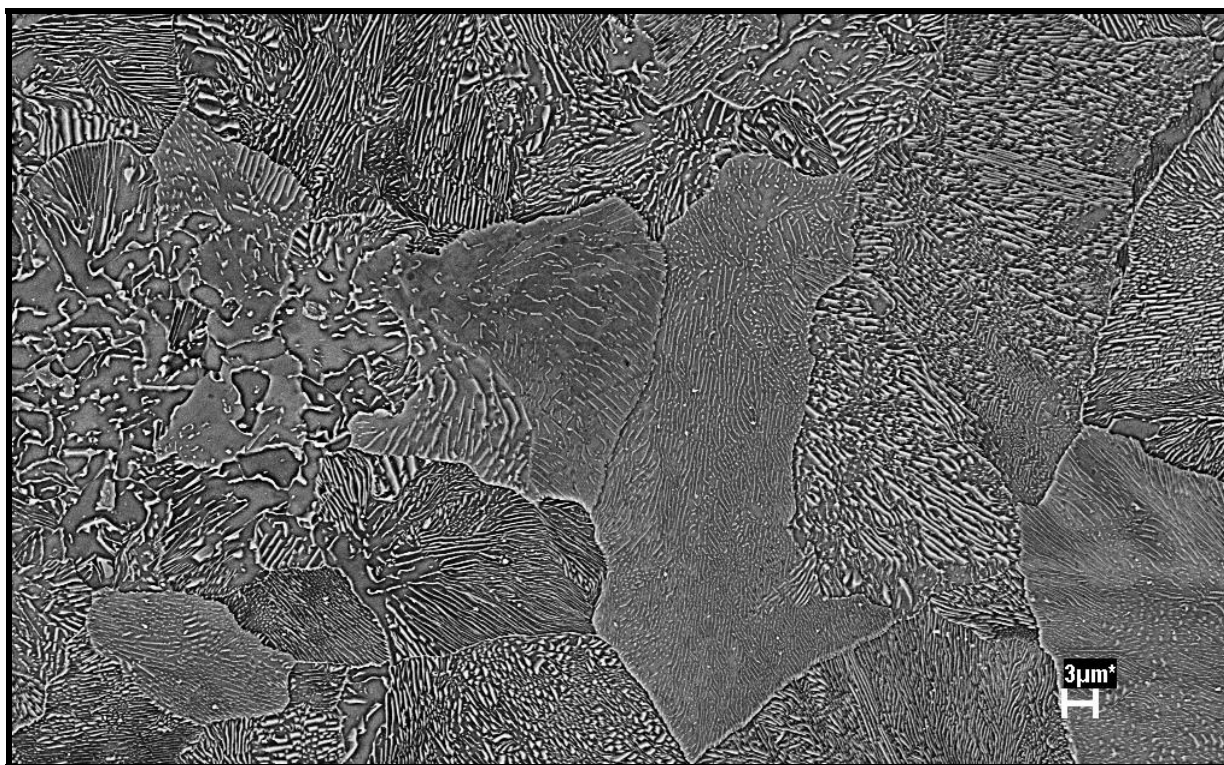


Figura 41 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico. Ampliação: 1000 X. Ataque químico: nital 2%

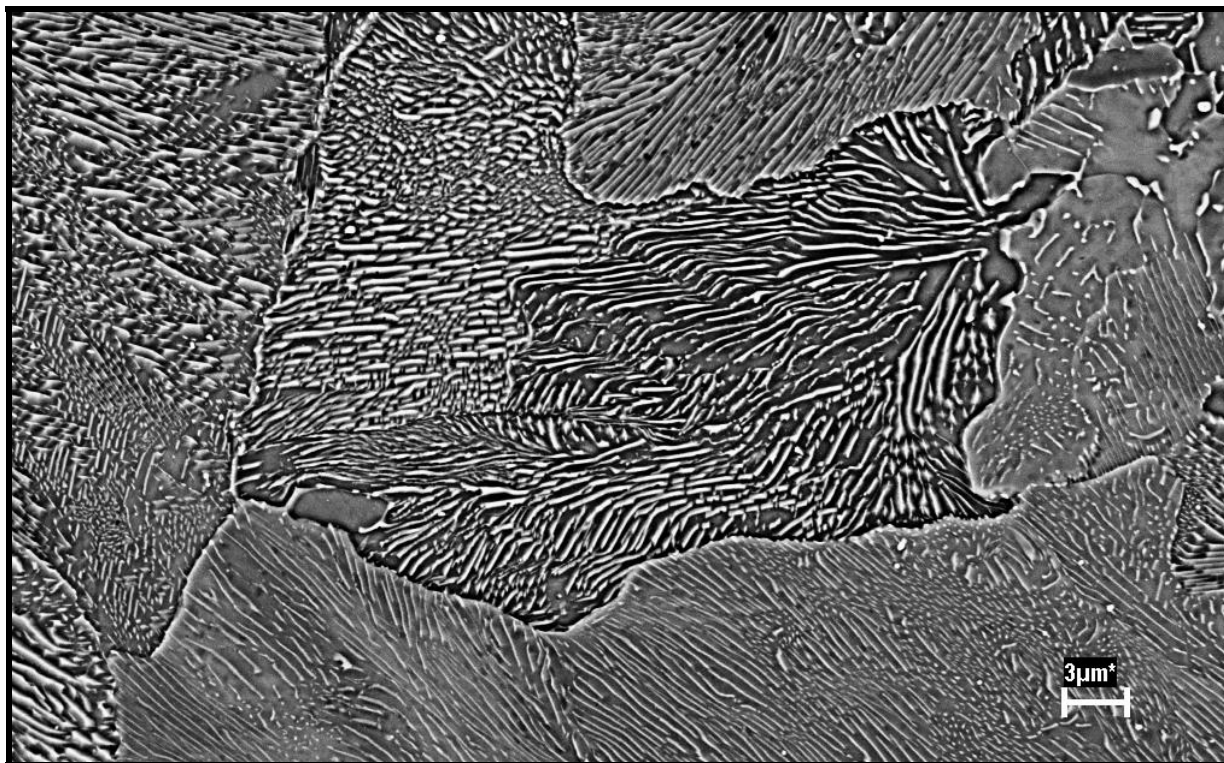


Figura 42 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico. Ampliação: 2000 X. Ataque químico: nital 2%

A análise por MEV das microestruturas multifásicas evidenciaram o aparecimento da estrutura em diferentes tonalidades de cinza. A tonalidade de cinza escura identifica a presença da ferrita e bainita. Enquanto a tonalidade cinza claro destaca a martensita e a austenita retida aparece com coloração branca.

Na fotomicrografia da Figura 43, a martensita é identificada por apresentar na superfície cinza clara com uma superfície rugosa. A austenita retida aparece com tonalidade clara (quase branca), porém com uma superfície lisa e homogênea. A bainita, diferentemente das fases anteriores, surge com morfologia acicular cinza clara, intercalada pela ferrita com morfologia acicular, ou seja, uma coloração cinza escura. Pela temperatura de manutenção (400°C) trata-se da bainita superior com austenita retida.

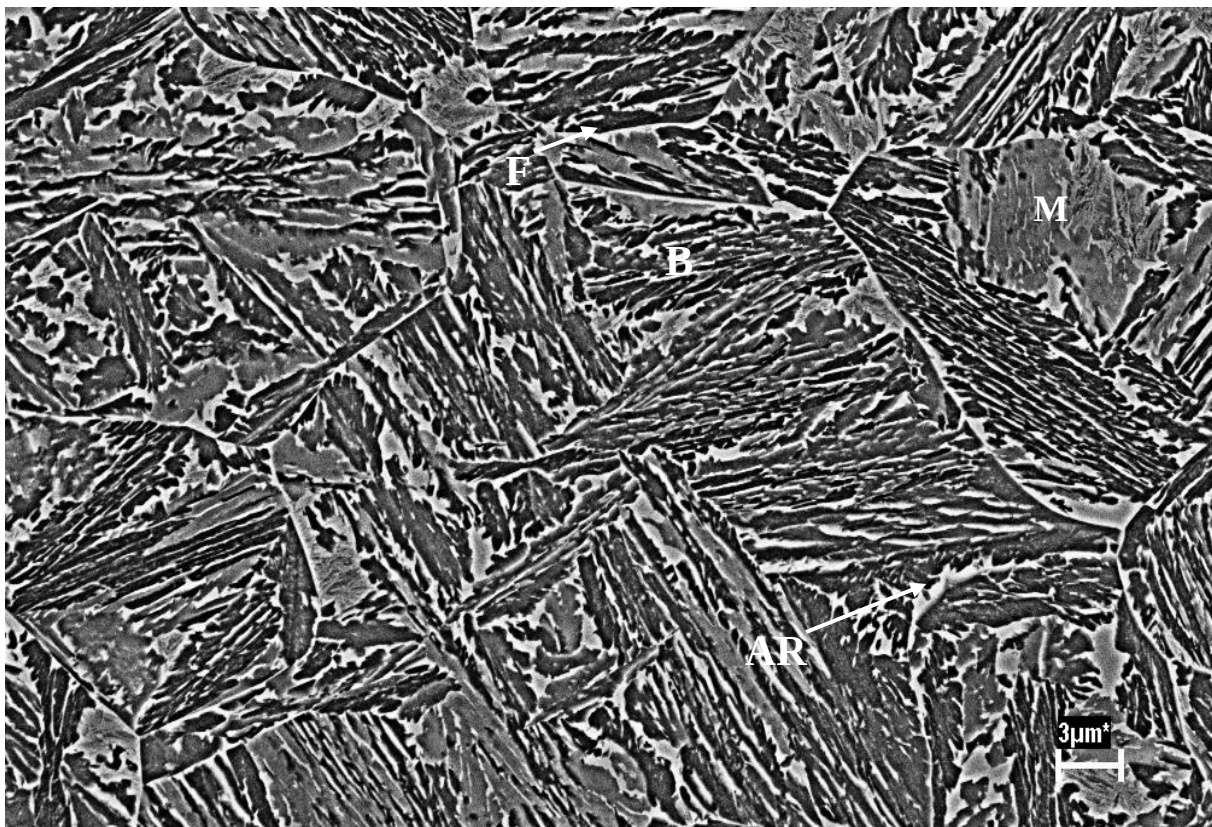


Figura 43 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C, mantido por uma hora, transferido para um forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo. Ampliação: 2000 X. Ataque químico: nital 2%. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita.

A Figura 44 apresenta a fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M aquecido a 900°C por 1 hora submetido a uma transformação isotérmica a 350°C por 17 minutos e resfriado em óleo, com ampliação de 1000 vezes. A microestrutura é muito refinada e complexa, e permite visualizar com mais detalhes as fases que constituem esta microestrutura. Fez-se ampliações maiores, conforme apresenta a Figura 46: a região assinalada na Figura 45, com uma ampliação maior, apresenta mais detalhes de todas as fases como austenita retida (lâminas em tons branco), bainita, ferrita e martensita, permitindo melhor identificação dessas fases.

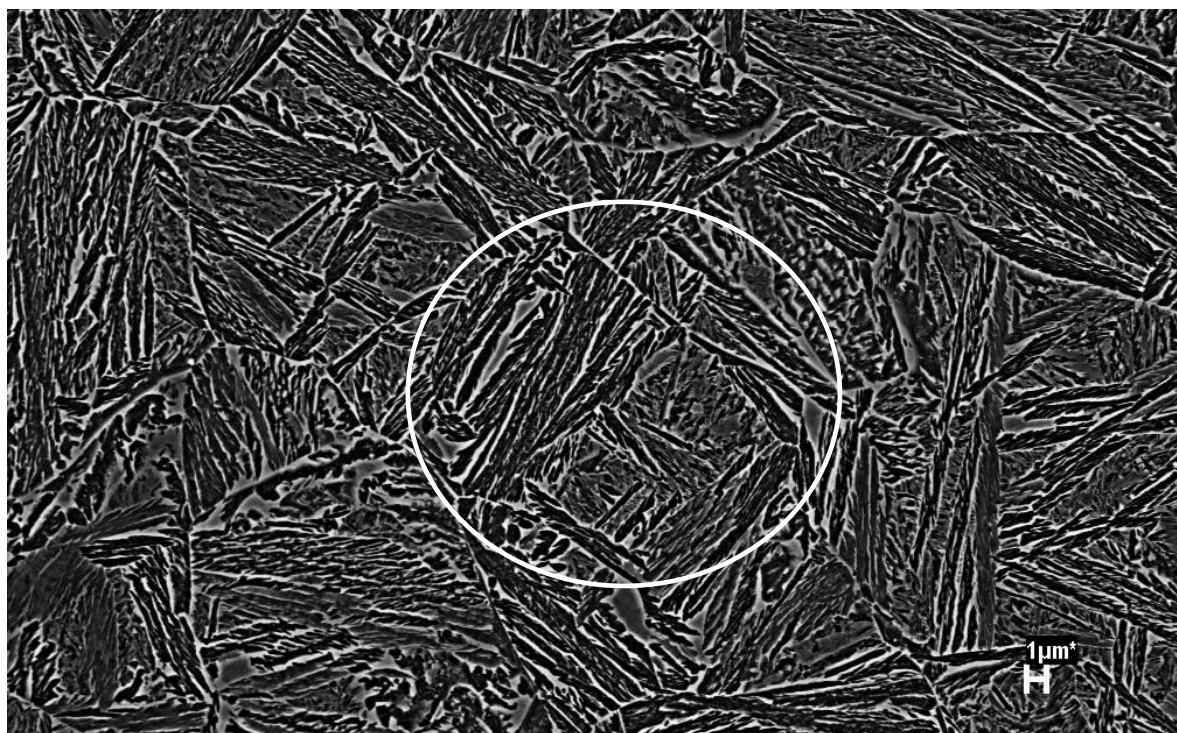


Figura 44 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição: aquecimento a 900°C, mantido por uma hora, transferido para um forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo. Ampliação 2000 vezes. Ataque químico: Nital 2%.

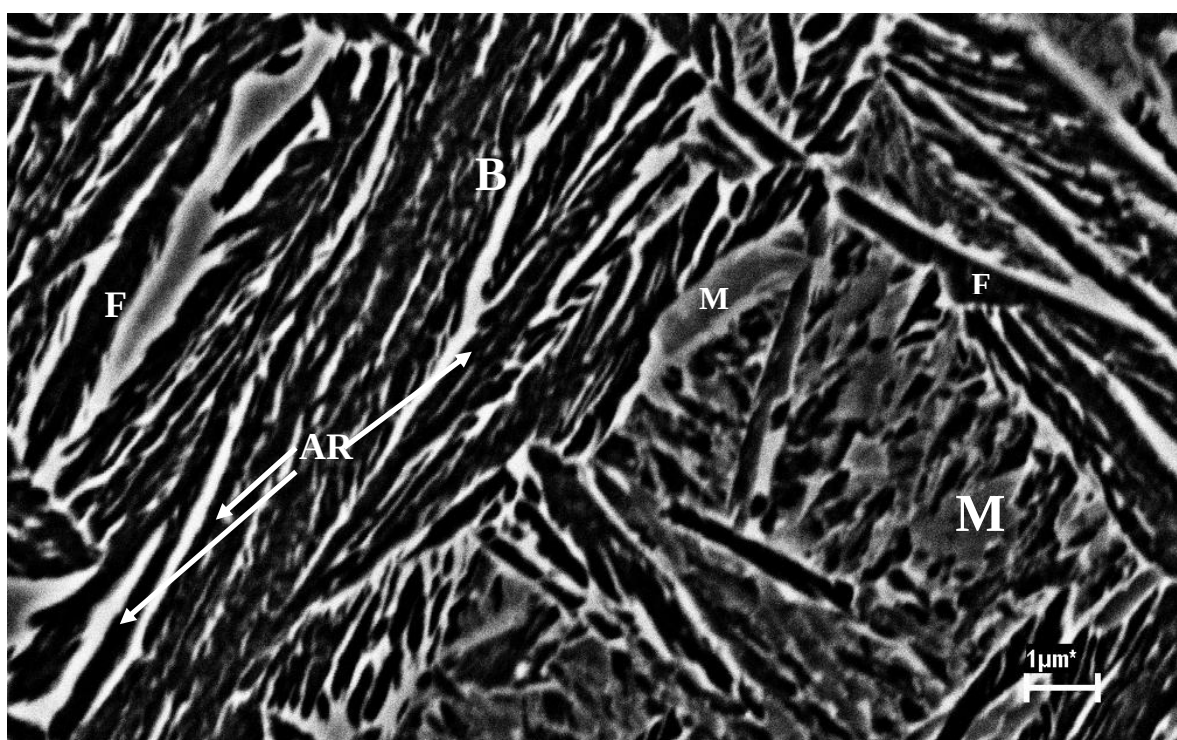


Figura 45 – Micrografia apresentando a ampliação da área delimitada do círculo na Figura 45. Ampliação: 7000 X. Ataque químico: Nital 2%. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita.

Nas Figuras 46 a 50 realizou-se uma seqüência de fotomicrografias no MEV (de outros tratamentos térmicos) com ampliação ainda maior, variando de 7000 a 17000 vezes, evidenciando com mais detalhes a microestrutura multifásica, com a presença de ferrita, martensita, austenita retida e bainita. Observa-se que, mesmo na condição recozida, a microestrutura é refinada e complexa.

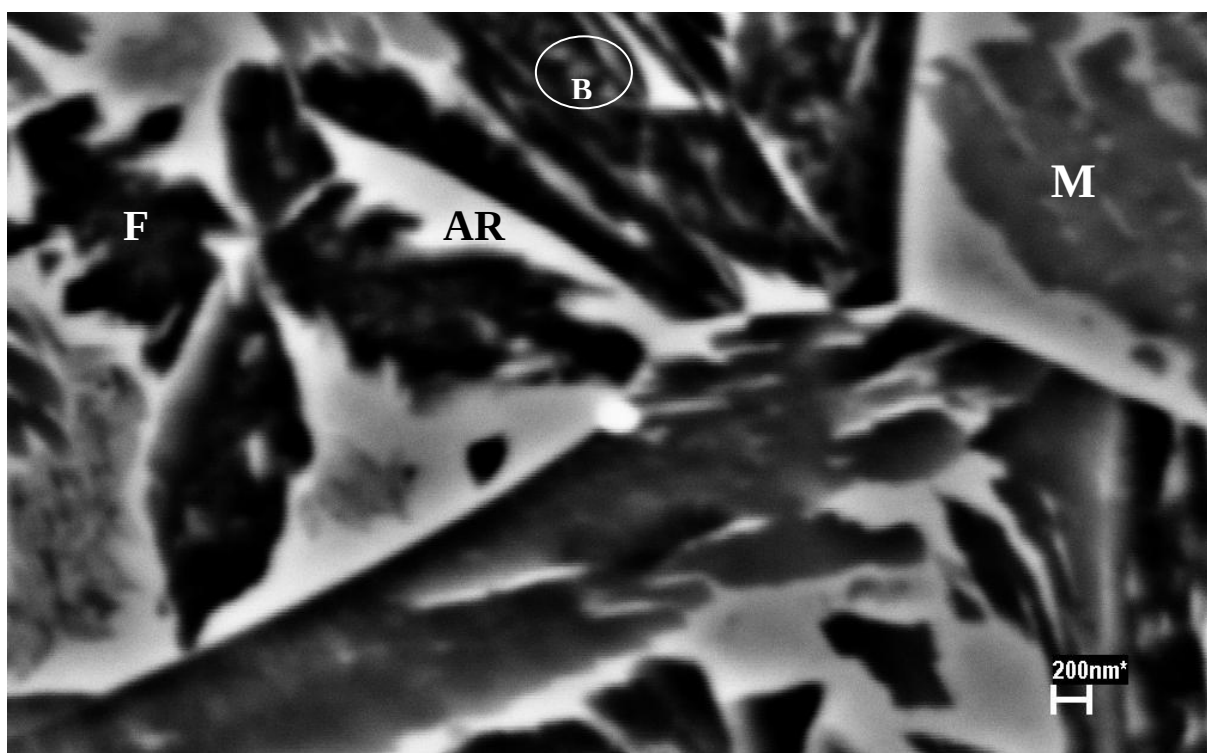


Figura 46— Micrografia obtida por MEV do aço 300M na condição recozida: aquecimento a 900°C por duas horas, resfriado ao forno até a temperatura ambiente. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita. Ampliação 17000X. Ataque químico: nital 2%.

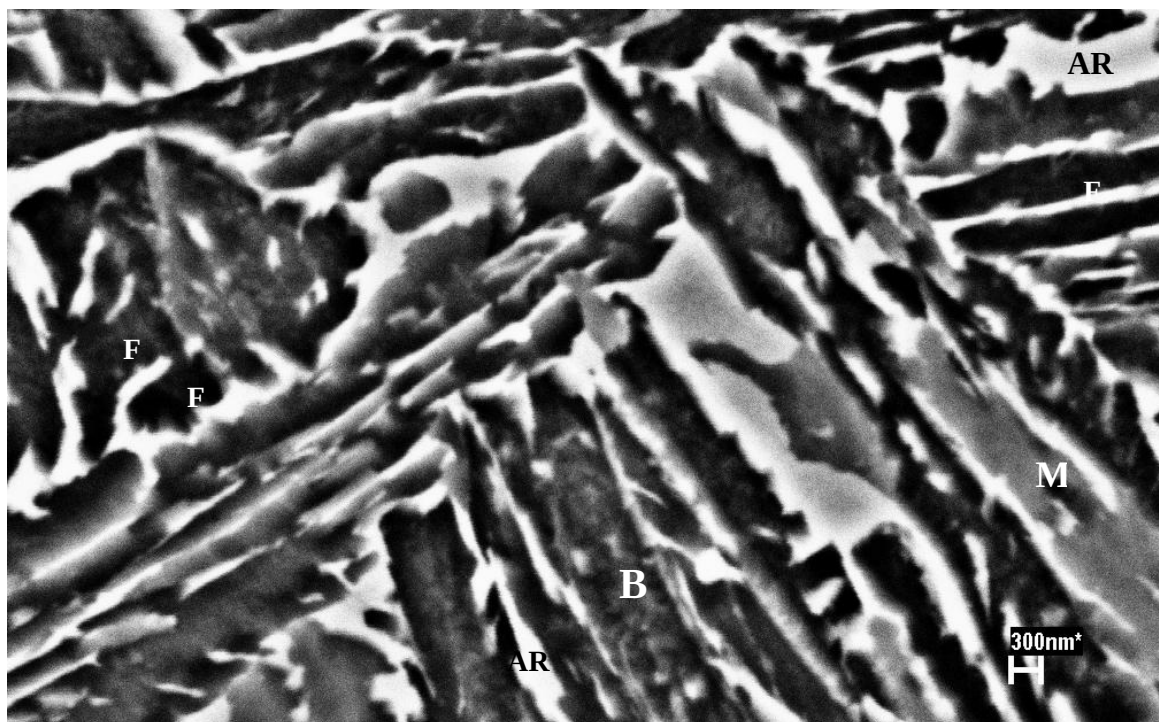


Figura 47– Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição de aquecimento a 900°C mantido por uma hora, transferido para outro forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo. Ampliação: 10000 X. Ataque químico: Nital 2%. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita.

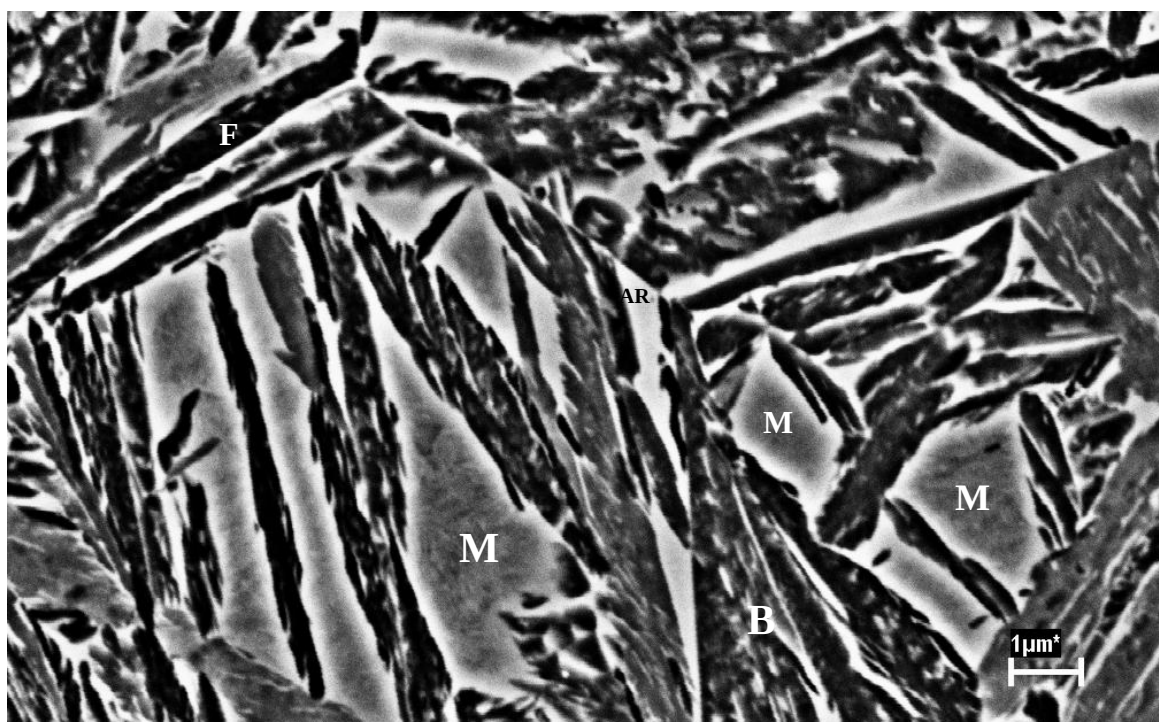


Figura 48– Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição de aquecimento a 900°C mantido por 1 hora, transferido para outro forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo. Ampliação: 7000X. Ataque químico: Nital 2%. AR=austenita retida, B=bainita, F=ferrita e M=martensita.

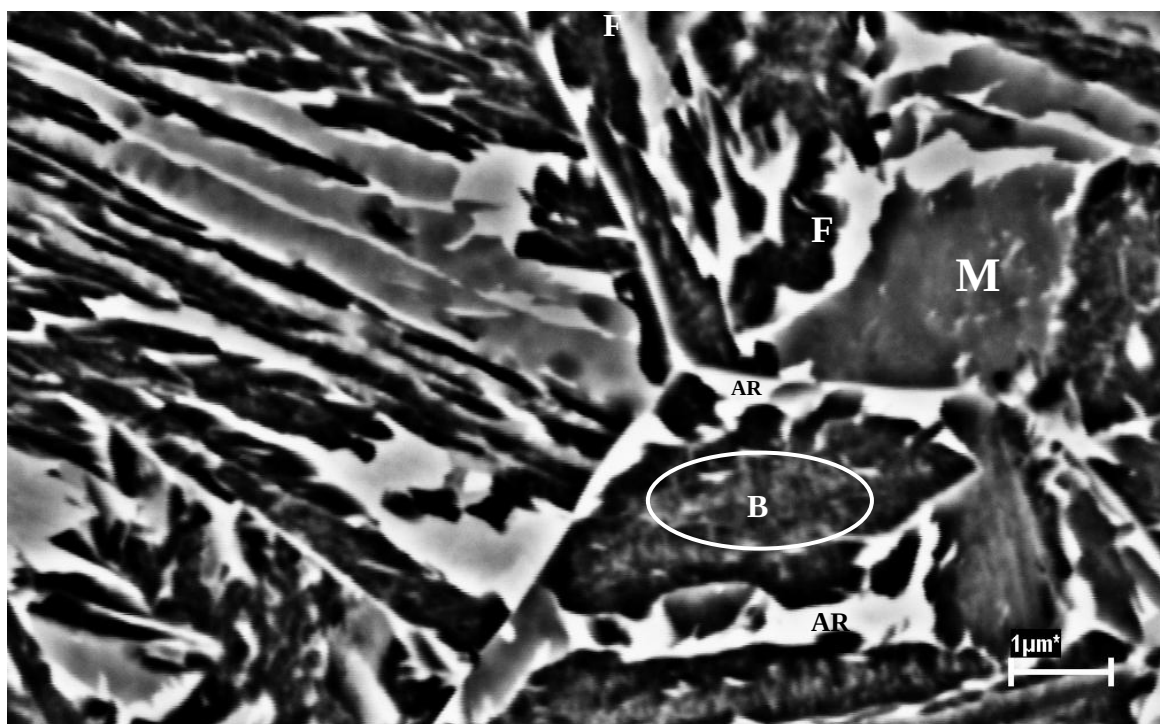


Figura 49 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição de aquecimento a 900°C mantido por 1 hora, transferido para outro forno a 370°C, mantido por 23 minutos e resfriado em óleo. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita. Ampliação 10000X. Ataque químico: nital 2%.

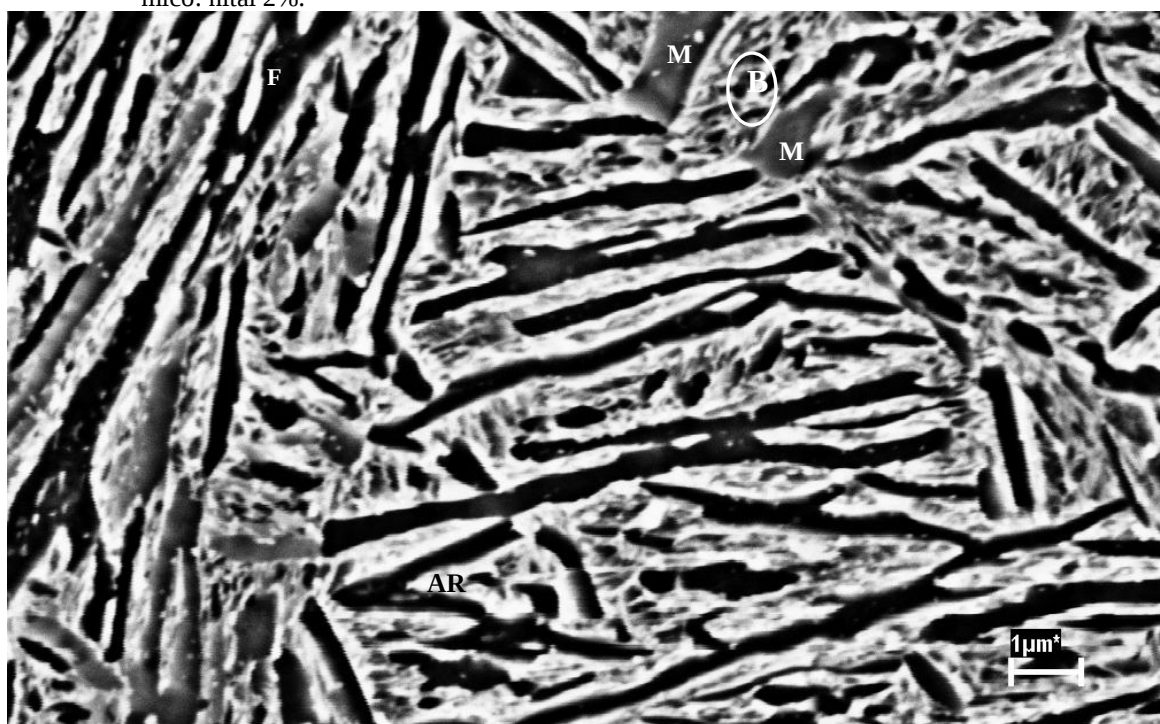


Figura 50 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição de aquecimento a 760°C, mantido por 15 minutos e resfriado em óleo. AR = austenita retida, B = bainita, F = ferrita e M = martensita. Ampliação 7000X. Ataque químico: nital 2%.

5.2.3 Microscopia de força atômica

A Figura 51 apresenta a imagem, com área de varredura de $3,23\ \mu\text{m} \times 3,23\ \mu\text{m}$, obtidas a partir de uma amostra de aço 300M para o tratamento térmico intercrítico a 760°C da etapa 1, utilizando-se o recurso de visualização topográfica tridimensional do microscópio de força atômica. Na Figura 52, esta mesma imagem é apresentada em visualização bidimensional.

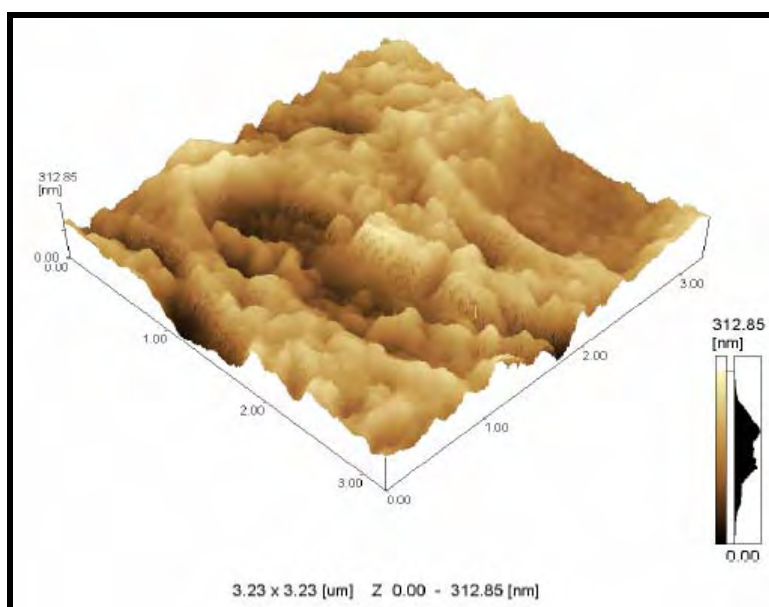


Figura 51– Imagem topográfica tridimensional obtida no microscópio de força atômica.

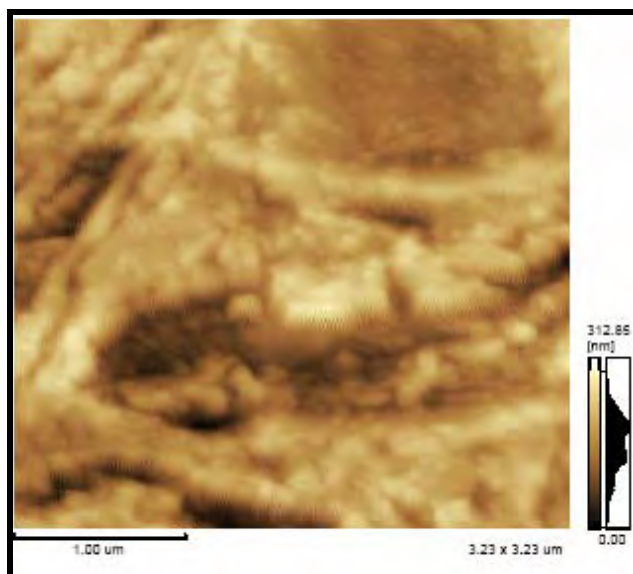


Figura 52 – Imagem topográfica bidimensional obtida no microscópio de força atômica.

Observações em microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura nas amostras atacadas por nital não podem ser utilizadas para distinguir bainita, austenita retida e martensita pelo seu contraste, enquanto a matriz de ferrita é claramente observável. Isto acontece devido ao ataque químico do nital nos grãos de ferrita e vizinhanças, deixando a austenita retida e martensita intactas (GIRAULT et al., 1998) e resultando em diferentes alturas das várias fases. Em MFA foi observado que, com o nital, a ferrita é mais atacada que as outras fases e, por esta razão, as regiões ferríticas sempre são as mais baixas em relação às outras fases, permitindo dessa maneira a sua fácil identificação.

Então, foi utilizado um método que toma como critério as alturas em relação à ferrita, que permite o reconhecimento das fases. Por meio de análises topográficas, podem ser identificados três diferentes níveis de altura:

- nível mais baixo (região escura), correspondendo claramente à ferrita, utilizado como referência zero;
- um nível intermediário, correspondendo à bainita; e
- um nível mais alto (regiões esbranquiçadas), composto de martensita e austenita retida.

A Figura 53 apresenta a linha para análise de perfil de altura e identificação das fases do aço multifásico 300M.

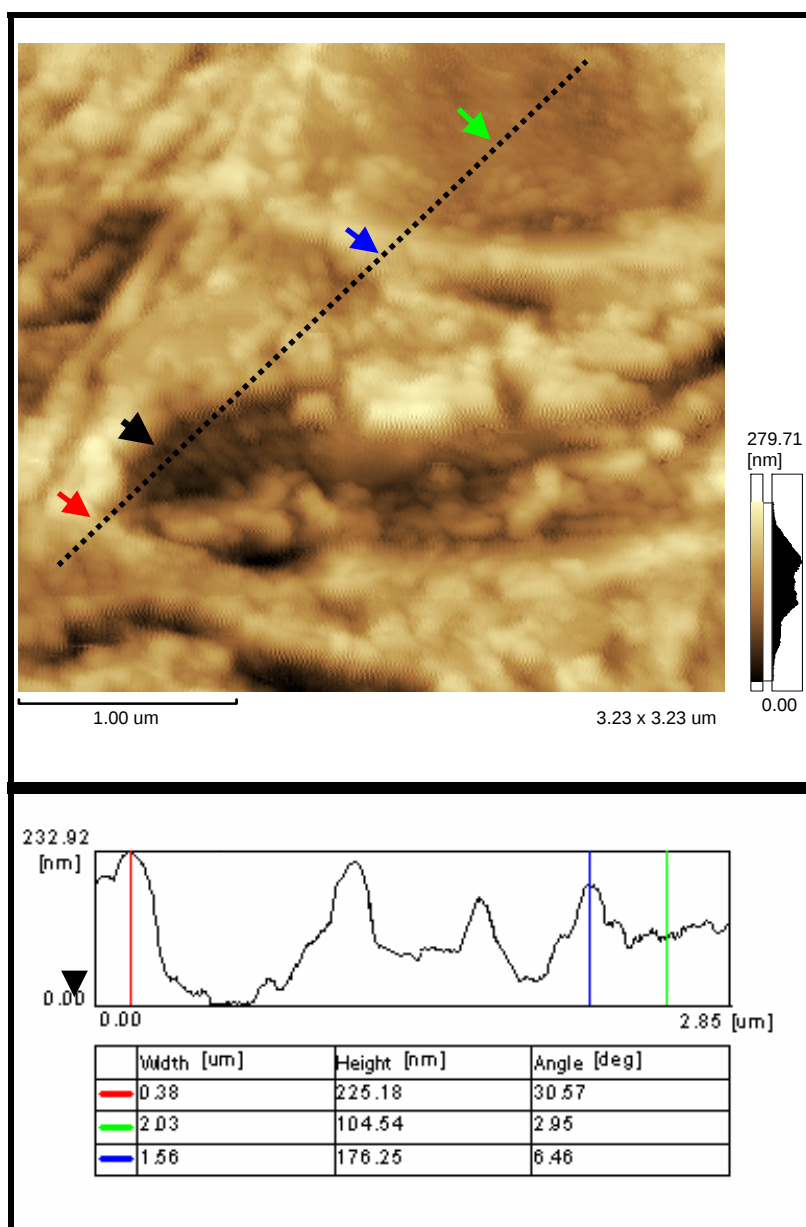


Figura 53 - Linhas para análise de perfil de altura e identificação das fases do aço multifásico 300M

A Tabela 7 apresenta a análise estatística das alturas das fases da amostra tomando a ferrita como referência zero.

Tabela 7 – Alturas das fases bainita, austenita retida e martensita em relação a ferrita.

Fase	Altura (nm)
Ferrita	0
Bainita	104,54
Austenita retida	176,25
Martensita	225,18

5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS.

5.3.1 Etapa 1 dos tratamentos térmicos

5.3.1.1 Ensaio de tração para os CDPs da etapa 1

Pela análise dos resultados obtidos nos ensaios de tração, podem ser determinadas as seguintes propriedades mecânicas do aço multifásico: limite de escoamento, limite de resistência à tração, alongamento e estrição. Os resultados estão apresentados na Tabela 9, em que são listadas as propriedades mecânicas.

Tabela 8 – Propriedades mecânicas do aço 300M para tratamentos térmicos da etapa 1.

Tratamentos térmicos	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
Recozido	951±12	1496±15	16,2±1,8	35,3±4,6
A	1982±13	2215±16	5,8±0,6	17,2±3,7
B	1372±23	1588±42	7,3±0,9	18,7±3,8
C	2035±22	2154±28	14,8±1,3	24,4±3,1
D	2180±23	2322±31	1,9±0,3	4,1±1,7
E	1387±18	1592±18	10,7±1,1	29,6±3,5

ND – Não disponível (ocorrências durante o ensaio destruíram o CDP).

Observa-se que o aço submetido aos tratamentos térmicos A e D atingem altos valores de limite de resistência (contribuição da maior fração volumétrica de martensita), porém ocorre uma drástica redução da ductilidade, medida pelo alongamento e estrição. Os tratamentos B e E conservam uma boa ductilidade (contribuição principal do aumento na fração volumétrica de bainita); no entanto, ocorre uma considerável redução nos limites de escoamento e resistência. Uma combinação interessante parece ter ocorrido no aço submetido ao tratamento térmico C. A permanência na temperatura intercrítica de 760°C propicia a formação da fase

ferrítica além da martensita e bainita formadas no resfriamento. Este tratamento permite ao aço atingir altos valores de resistência sem uma perda acentuada da ductilidade. Esta propriedade é de grande valor, pois reduz o risco de uma indesejável fratura frágil.

5.3.1.2 Ensaaios de fadiga

Pela análise dos resultados da Tabela 9, foram selecionados os resultados mais promissores em termos de microestrutura e propriedades em tração. Esses tratamentos foram escolhidos para analisar o efeito da microestrutura com matriz bainítica e da microestrutura multifásica contendo martensita e ferrita em maior proporção. Os tratamentos térmicos escolhidos foram os aços austenitizados a 900°C por 2 horas, transformados por meio de tratamento isotérmico em temperatura na região de formação da bainita inferior (320°C) (tratamento térmico E), tratamento na temperatura intercrítica de 760°C (tratamento térmico C) para serem comparados com condição recozida. A partir deste ponto, ou só para a análise de fadiga estes tratamentos térmicos são designados como tratamento isotérmico (IT) e tratamento intercrítico (IC) e recozida.

5.3.1.2.1 Comportamento em fadiga

A curva S – N do aço 300M, nas diferentes condições microestruturais é apresentada na Figura 54. Para uma maior clareza na visualização dos dados, plotaram-se os valores médios da vida em fadiga para cada nível de tensão máxima.

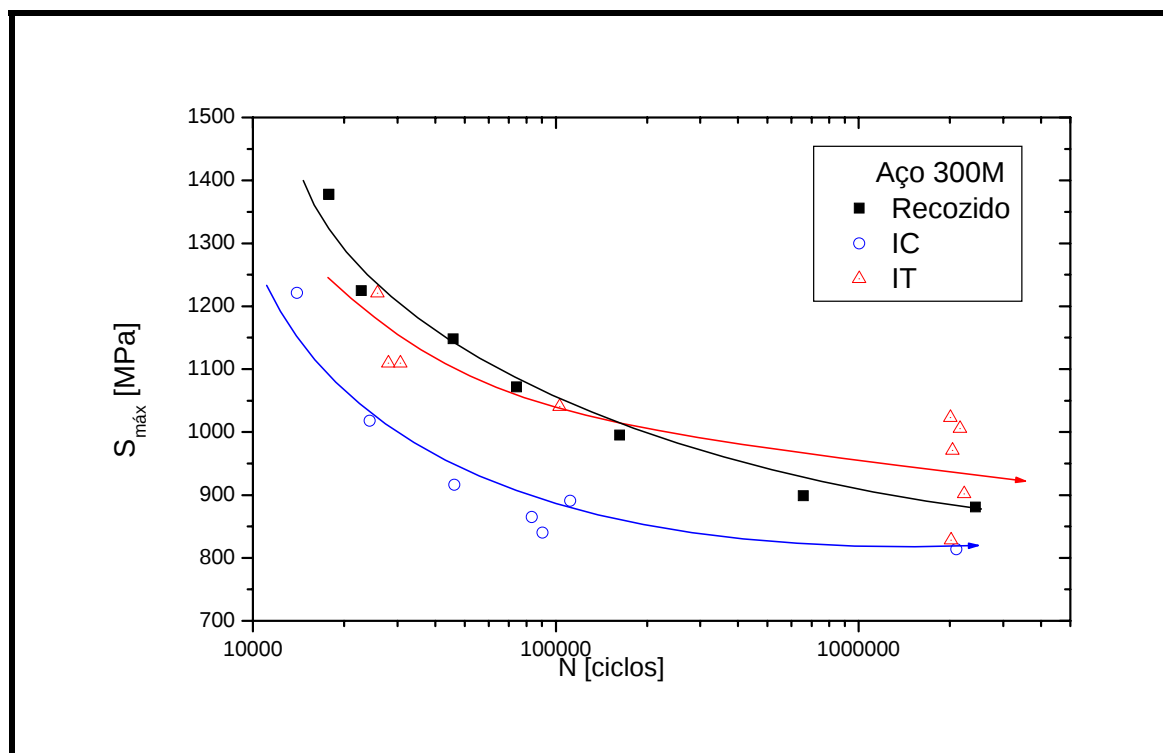


Figura 54– Curva de vida em fadiga do aço 300M

Pode-se notar que o aço 300M sofreu alterações semelhantes na resistência à fadiga em decorrência dos tratamentos térmicos, sendo que o tratamento intercrítico promove uma queda na curva $S - N$ em relação à condição recozida. Já o tratamento isotérmico é muito semelhante ao material recozido. Relacionando-se esses resultados com as propriedades em tração, fica evidente que a microestrutura formada pelo tratamento intercrítico, apesar de apresentar a melhor combinação de resistência e ductilidade, é a que apresentou o pior desempenho em fadiga.

A diferença entre os comportamentos em tração e fadiga desse aço pode ser discutida em termos das microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos. Dentre os tratamentos térmicos utilizados, o tratamento IC é o que promove a formação de microconstituintes com a maior diferença de dureza entre si, uma vez que neste tratamento é privilegiada uma combinação de fases que contém principalmente martensita e ferrita. Como consequência, ocorre uma maior incompatibilidade de deformação entre as fases, fato que pode facilitar a nucleação de trincas durante a

aplicação de carregamentos cíclicos. Para os aços bifásicos ou multifásicos onde a matriz é ferrítica, a presença de ilhas de segunda fase, martensita ou bainita, melhora as propriedades mecânicas em tração e fadiga. O aumento percentual de bainita ou martensita para níveis próximos ou superior a 50% faz com que a performance em fadiga piore.

5.3.1.2.2 Análise fractográfica

As Figuras 55 e 56 apresentam aspectos macroscópicos típicos da fratura do aço 300M na condição recozida e tratamento IT, onde predominam a aparência de fratura frágil, com pouca deformação e propagação em planos bem definidos. O aço 300M recozido apresenta alguma redução de área na região de fratura final, e na superfície de fratura típica observada na condição IT, tem-se uma superfície plana, sem deformação aparente e com clara distinção entre a região de propagação da trinca e a região de ruptura final.

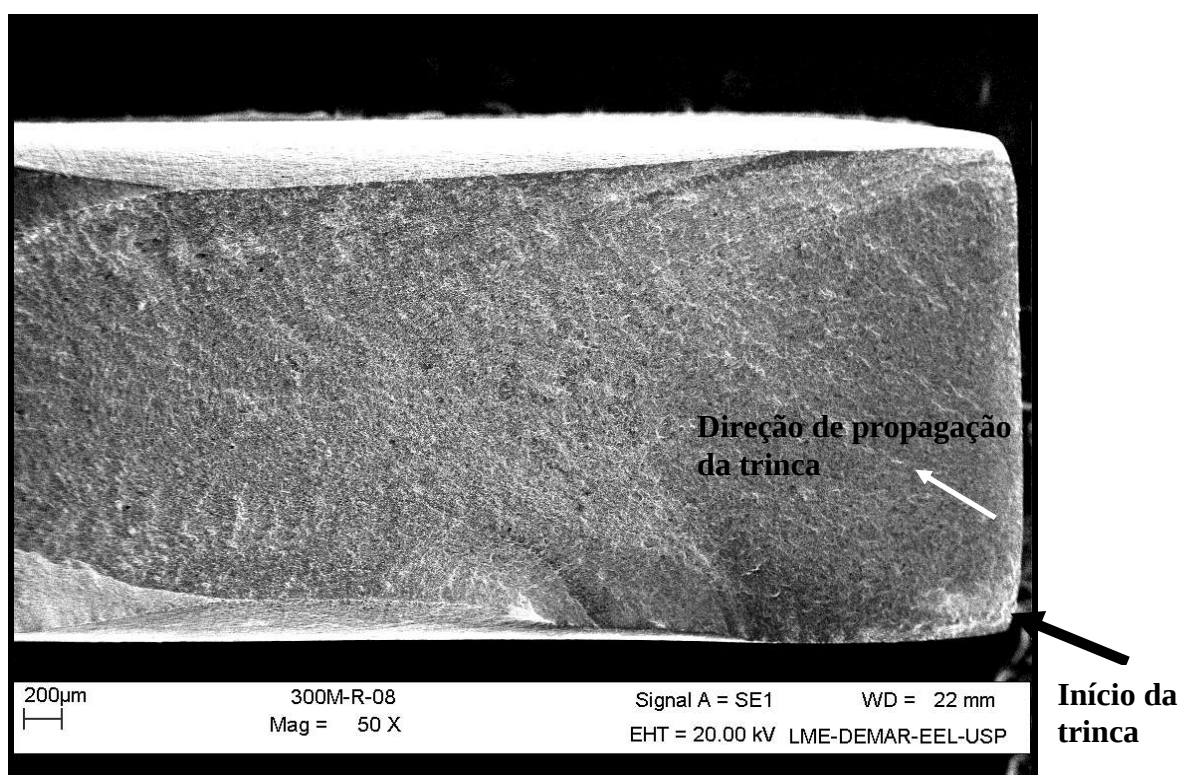


Figura 55 – Aspectos macroscópicos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M recozido

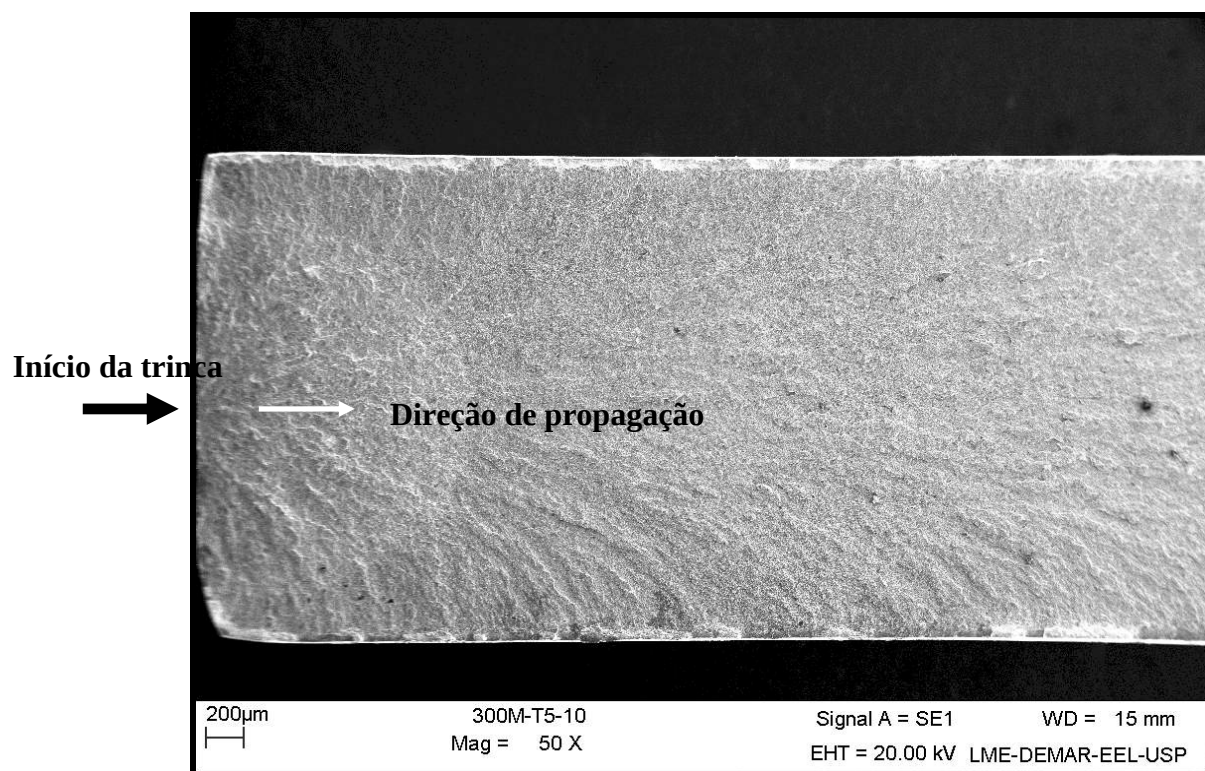


Figura 56 – Aspectos macroscópicos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M no tratamento IT

Na região de início e propagação da trinca no aço 300M recozido (Figura 57), a trinca desenvolve-se na direção radial através da extração de partículas de fases duras, formando picos e vales. Notam-se microdeformações localizadas, resultantes das fases mais dúcteis que envolviam as fases duras.

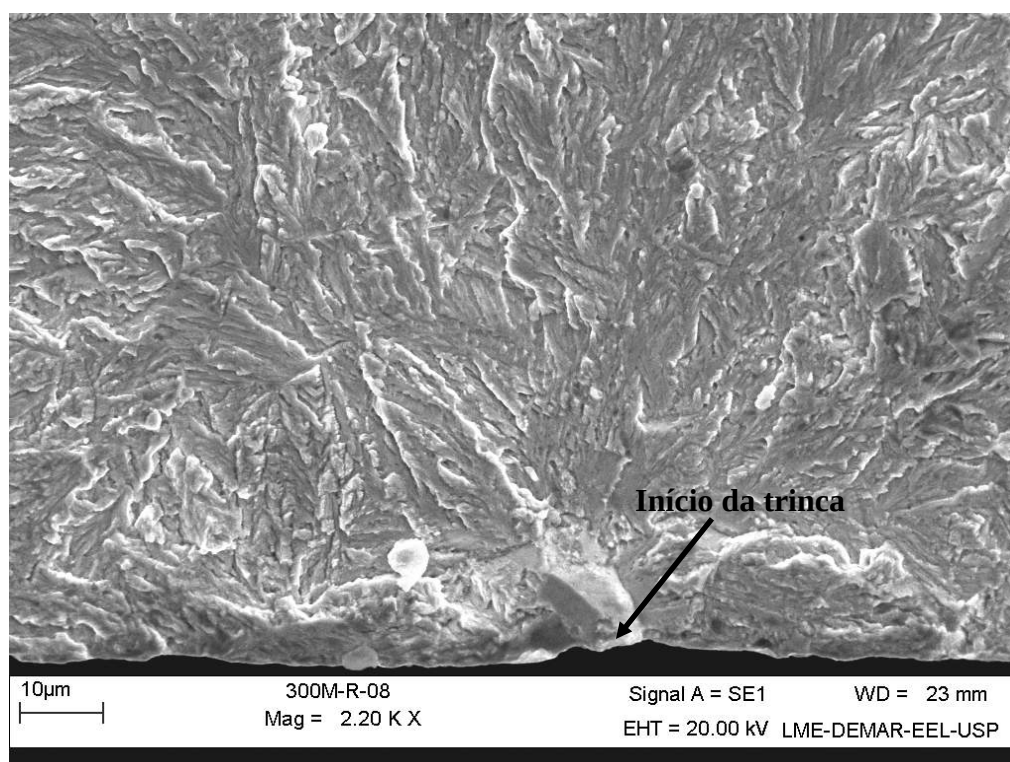


Figura 57 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M recozido.

No aço submetido ao tratamento IC (Figura 58) também se formam picos e vales nestas regiões, porém com menor intensidade. Nota-se um refinamento no tamanho das partículas, com aparecimento de fases aciculares. As deformações estão reduzidas a regiões ainda mais restritas. Aparecem também alguns grãos rompidos de forma transgranular, evidenciando redução na ductilidade.

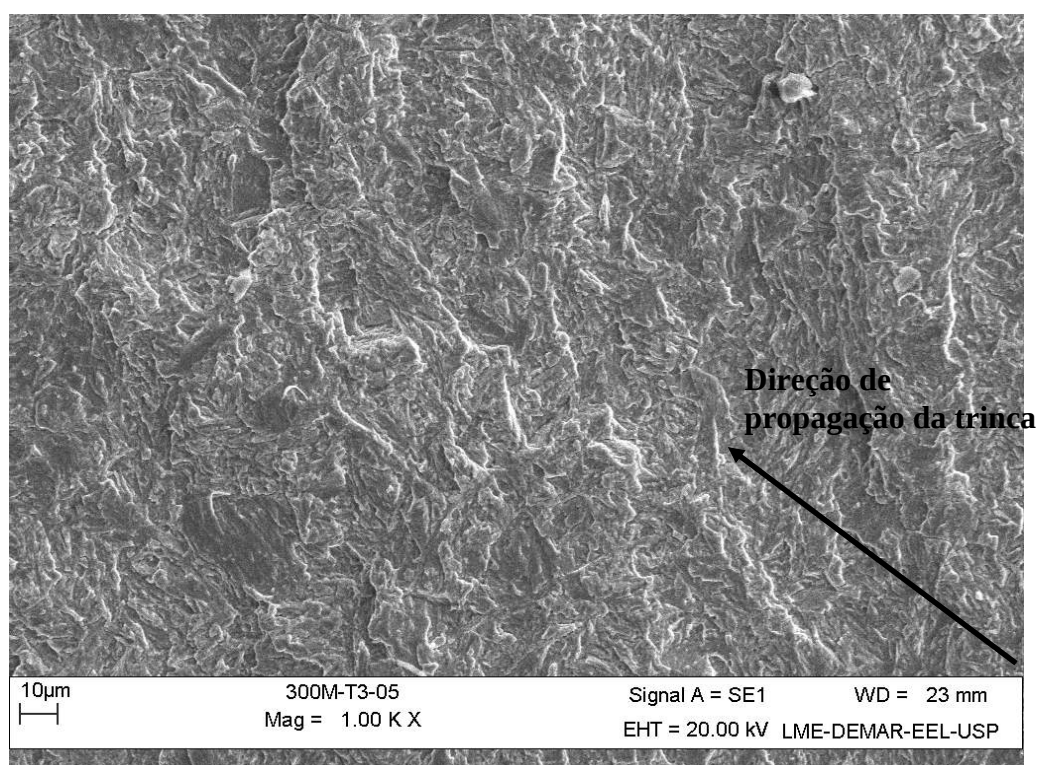


Figura 58 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M submetido ao tratamento IC.

Para o tratamento IT, que produziu uma microestrutura predominantemente bainítica, a propagação inicial da trinca também ocorreu na direção radial, formando picos e vales menos profundos que os observados na condição recozida (Figura 59). No entanto, nota-se que o mecanismo ativado difere do observado no aço recozido. Observa-se que a propagação ocorre com a formação de degraus, deixando expostas plaquetas do constituinte bainítico e pequenos alvéolos que circundam as facetas de grãos expostos. Este aspecto dúctil acontece, provavelmente, devido à austenita retida.

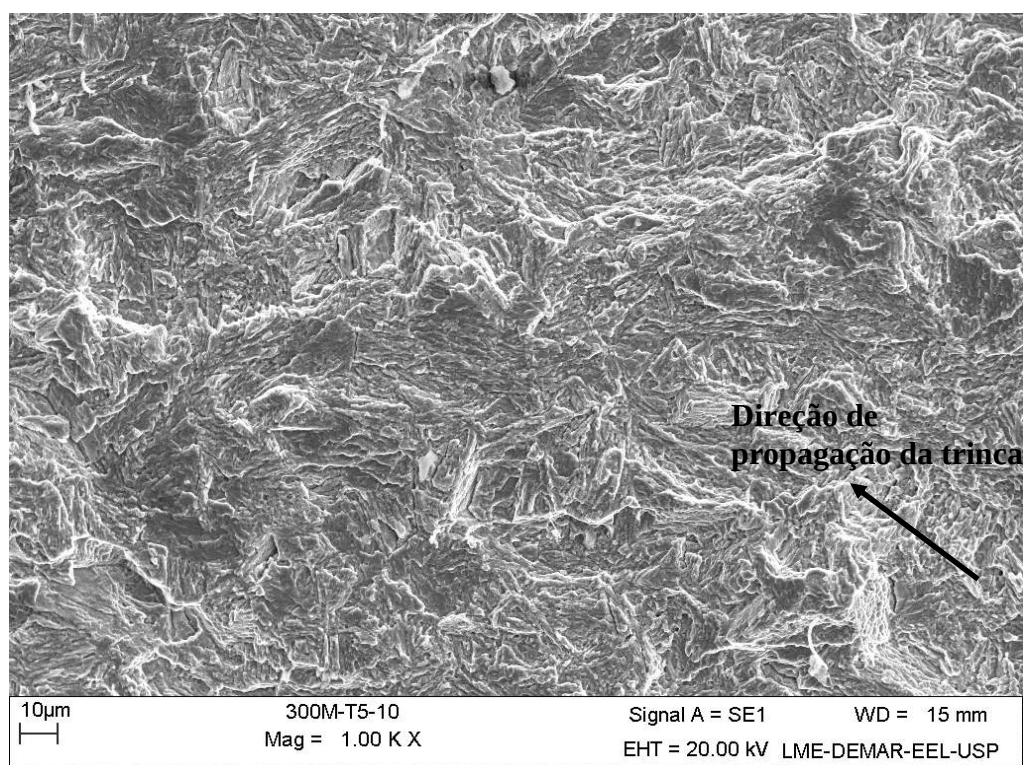


Figura 59 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de início da trinca no aço 300M submetido ao tratamento IT.

A Figura 60 apresenta a fratura final, por sobrecarga, do aço 300M. A condição recozida apresenta mecanismos de fratura dúcteis. Nota-se a presença de *dimples* e deformações superficiais.

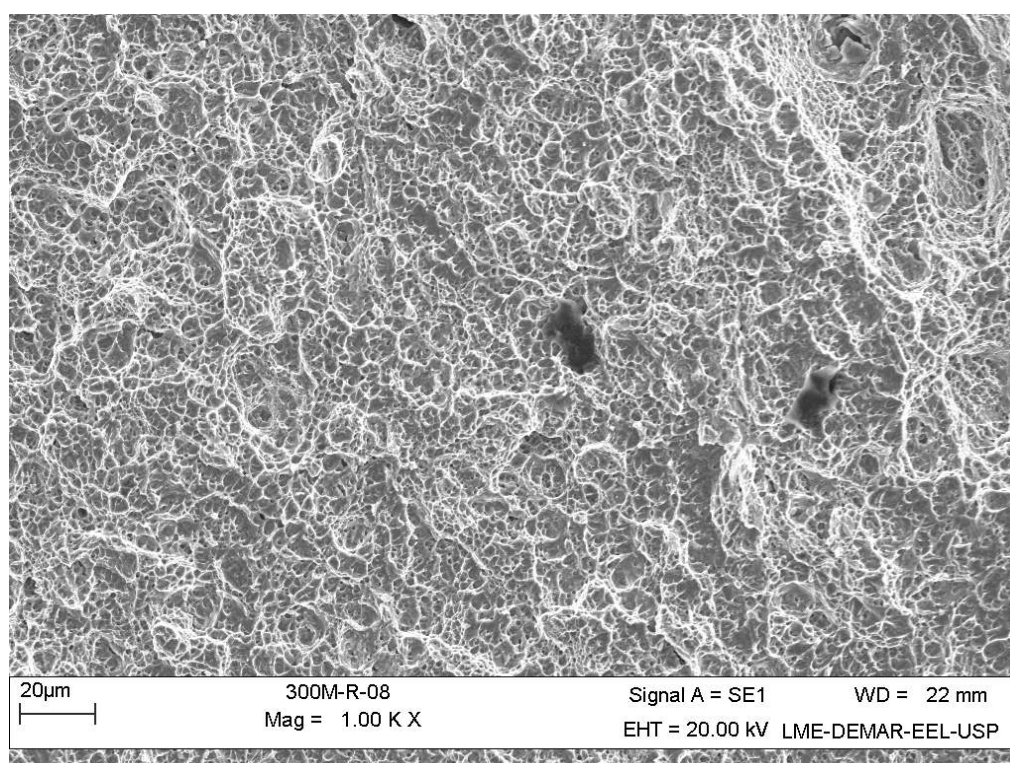


Figura 60 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M recozido.

Na fratura final do aço 300M com tratamento IC (Figura 61) não ocorre a formação da fase dúctil, devido à fácil temperabilidade. Observam-se algumas partículas soltas, trincas secundárias e aparência generalizada de fratura transgranular, com rara presença de alvéolos.

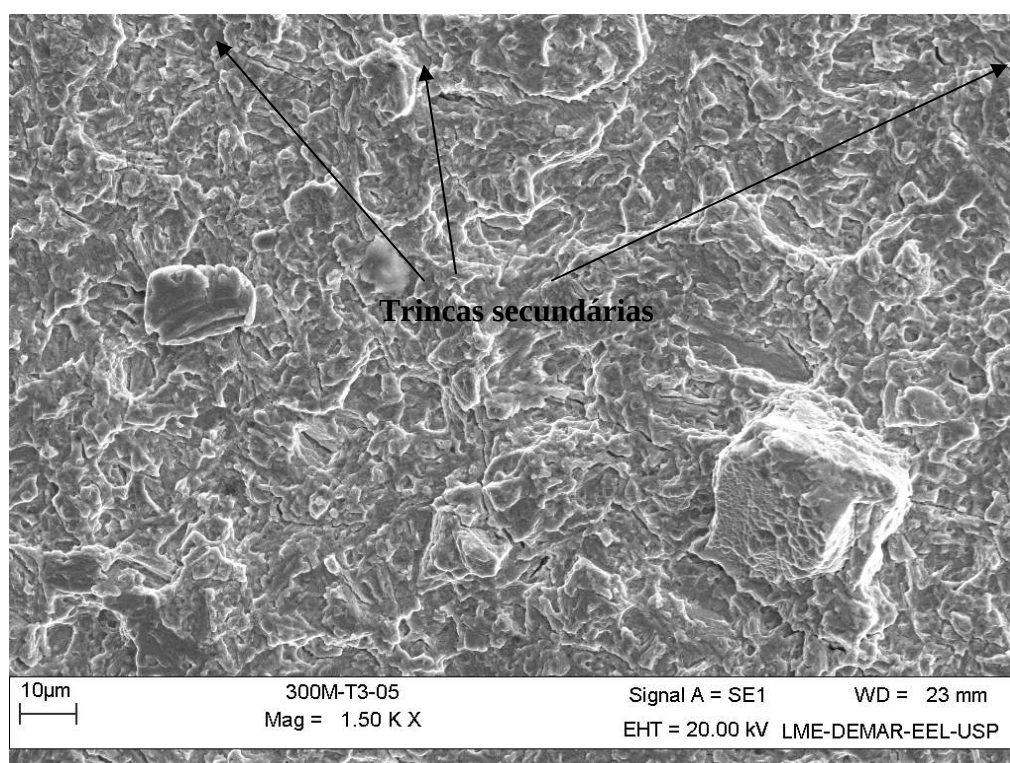


Figura 61 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M submetido ao tratamento IC.

A Figura 62 referente ao tratamento IT apresenta a microestrutura bainítica rompida. Os grãos são mais refinados e aciculares.

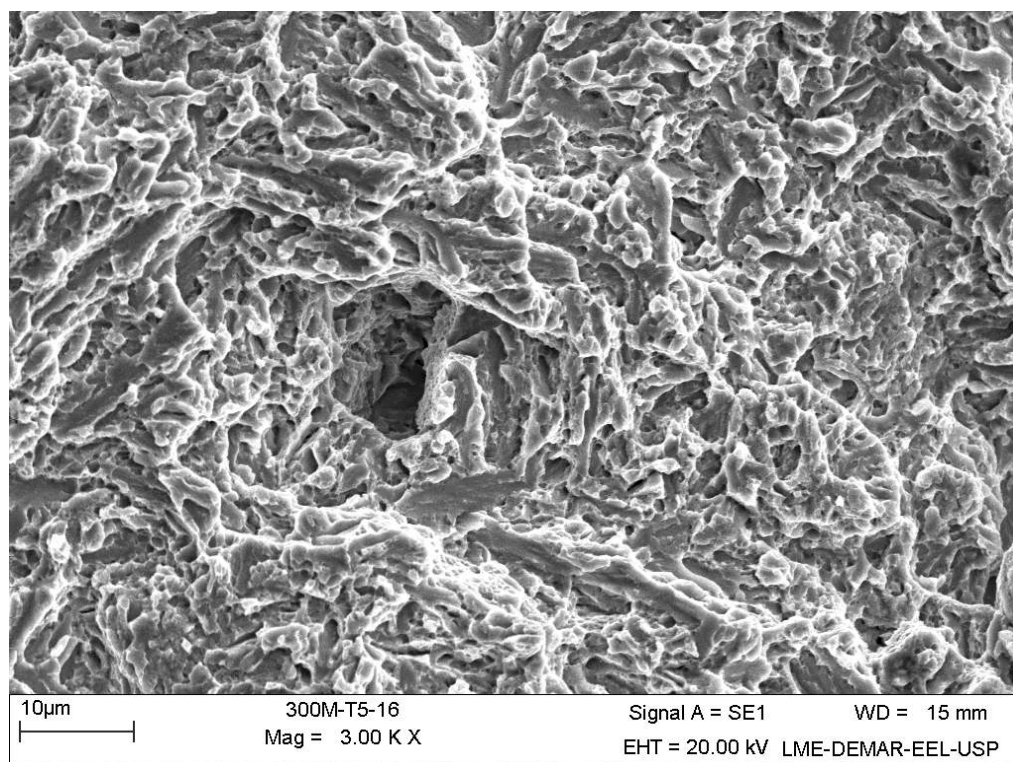


Figura 62 – Micrografia obtida por MEV, apresentando a região de fratura final por sobrecarga do aço 300M submetido ao tratamento IT.

5.3.2 Etapa 2 dos tratamentos térmicos

5.3.2.1 Ensaios de tração

A Tabela 9 apresenta os valores de limite de escoamento (σ_e), limite de resistência à tração (σ_{res}) e alongamento obtidos nos ensaios de tração.

Tabela 9 – Propriedades mecânicas do aço 300M para corpos-de-prova não deformados

Tratamento Térmico	σ_e (MPa)	σ_{res} (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
Recozido	951±12	1496±25	16,2±1,8	35,3±4,6
IT320°C	1067±11	1615±25	10,0±0,9	35,0±4,4
IT350°C	950±10	1528±23	11,8±1,2	29,2±4,0
IT370°C	1006±11	1469±21	14,7±1,3	28,8±3,3
IT400°C	1186±12	1970±34	10,9±1,1	11,1±2,9
IC760°C	893±10	1635±27	7,6±0,7	9,9±1,0
TRC	1598±25	1871±29	7,3±0,6	29,5±3,5

Os tratamentos aplicados nesta etapa resultaram em aumento nas propriedades mecânicas, para a maior parte dos casos estudados. Nota-se também uma redução da ductilidade, medida pelo alongamento e estricção. As microestruturas formadas nos tratamentos onde se utilizou a permanência em temperatura isotérmica (entre 320 e 400°C) foram predominantemente bainíticas. A microestrutura obtida no tratamento IC760°C apresenta a fase ferrita, bainita e martensita em maior proporção. No aço temperado e revenido convencional (TRC), a estrutura é martensítica. Nestes dois últimos tratamentos citados, onde predomina na estrutura a martensita, a queda no alongamento é mais acentuada.

O maior valor atingido para o limite de resistência foi encontrada para o tratamento IT400°C. Este efeito evidencia que, além da estrutura bainítica, o tempo de permanência na temperatura de 400°C, parece ter provocado a precipitação de carbonetos, contribuindo para o aumento da resistência.

5.3.2.2 Medidas das frações volumétricas de austenita retida

5.3.2.2.1 Difratometria de raios X

Foram realizadas inicialmente medidas por difratometria de raios X. Nesta análise buscou-se encontrar e quantificar a austenita retida (ferro-gama) presente nas amostras submetidas a tratamentos isotérmicos e intercríticos. O ferro gama cristaliza numa estrutura cúbica de faces centradas, possui parâmetro de rede $a = 3,659 \text{ \AA}$. O seu pico mais intenso aparece em $2\theta = 43^\circ$. Em todas as amostras nota-se o pico bem definido da ferrita (ferro alfa) em torno de $2\theta = 44,8^\circ$. O ferro alfa cristaliza numa estrutura cúbica de corpo centrado, possui parâmetro de rede $a = 2,866 \text{ \AA}$.

O refinamento da estrutura cristalina de ferrita e austenita retida foi feito pelo método de Rietveld usando o programa FullProf (Versão 2.80 – Jul 2004). Por este refinamento foi possível obter a fração de ferrita e austenita retida de algumas amostras. As Figuras 63 a 69 apresentam os difratogramas de raios X obtidas referentes aos tratamentos térmicos da etapa 2.

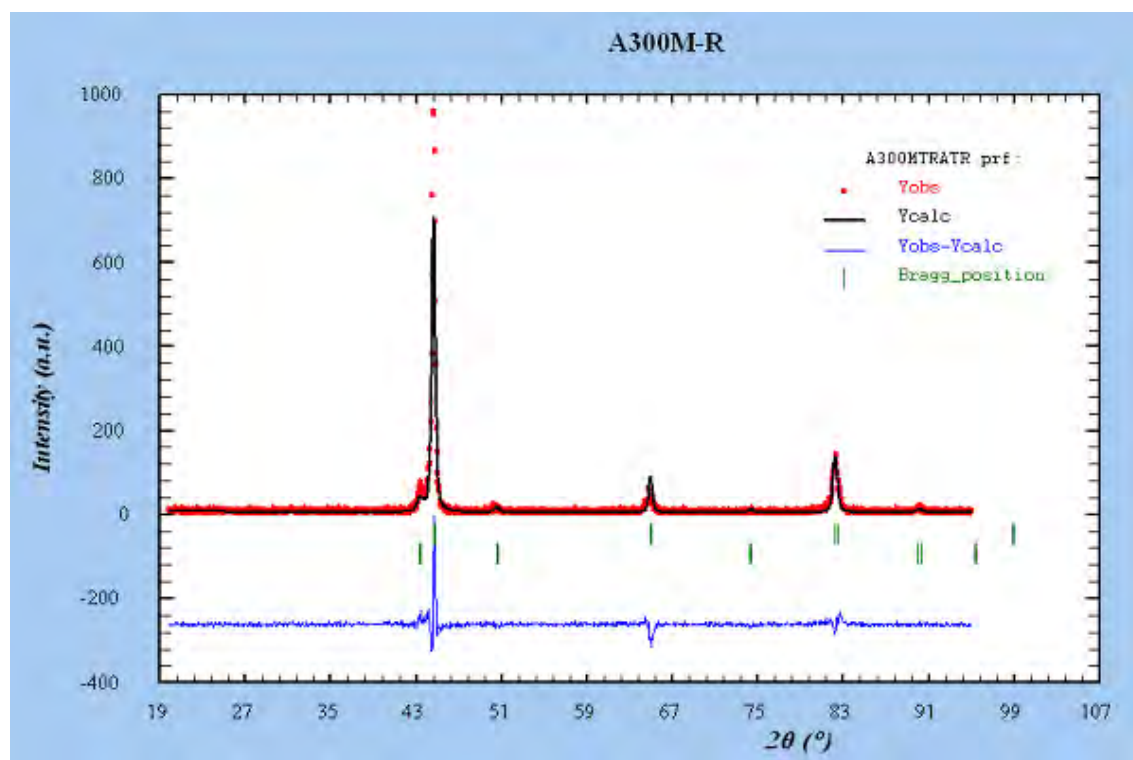


Figura 63 – Difratograma de raios X do aço 300M recozido.

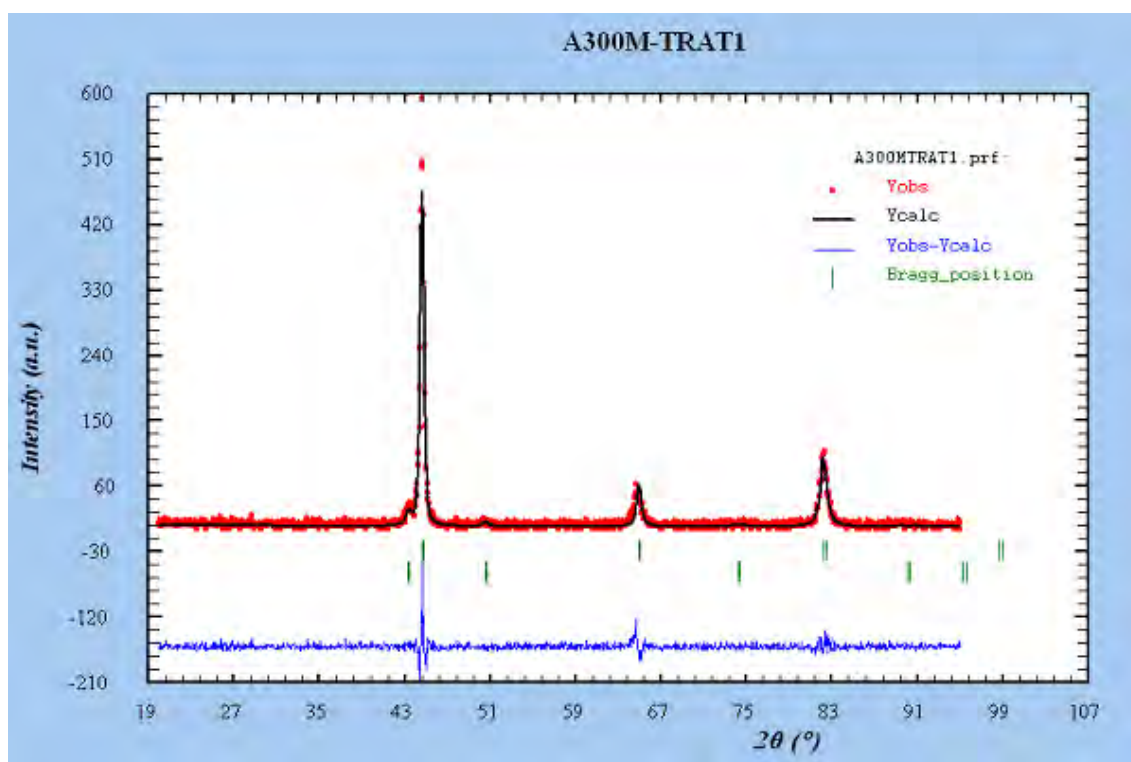


Figura 64 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 320°C.

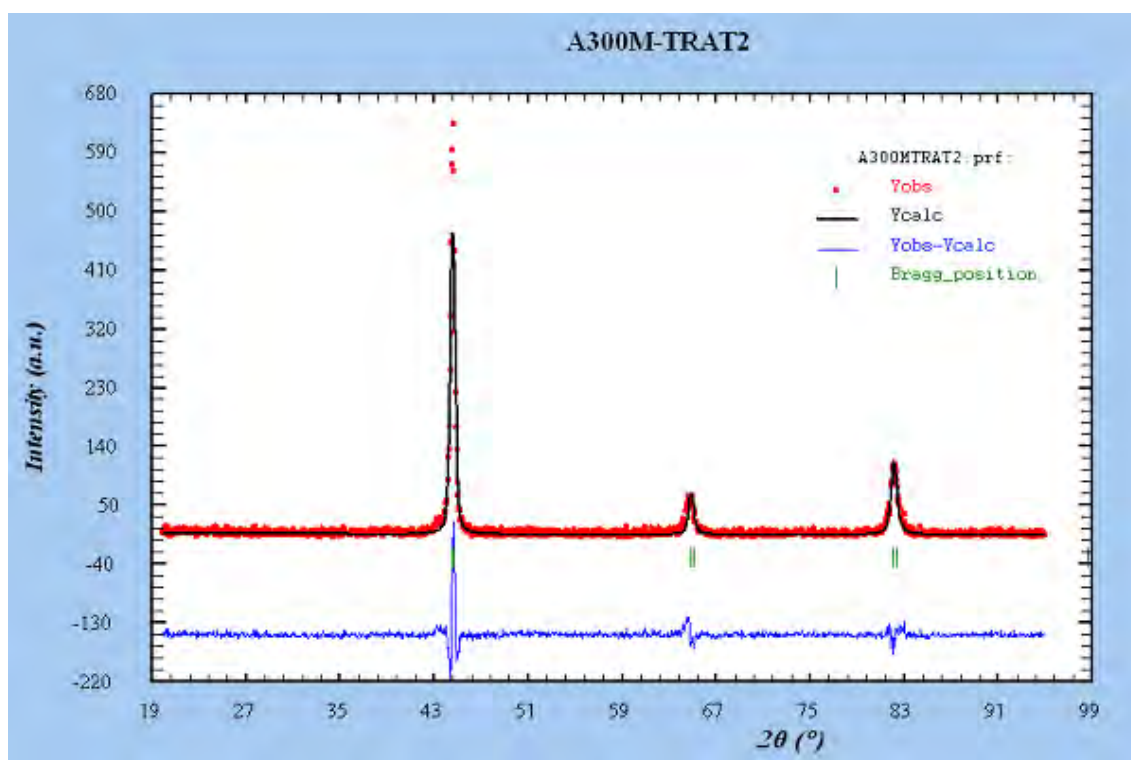


Figura 65 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 350°C.

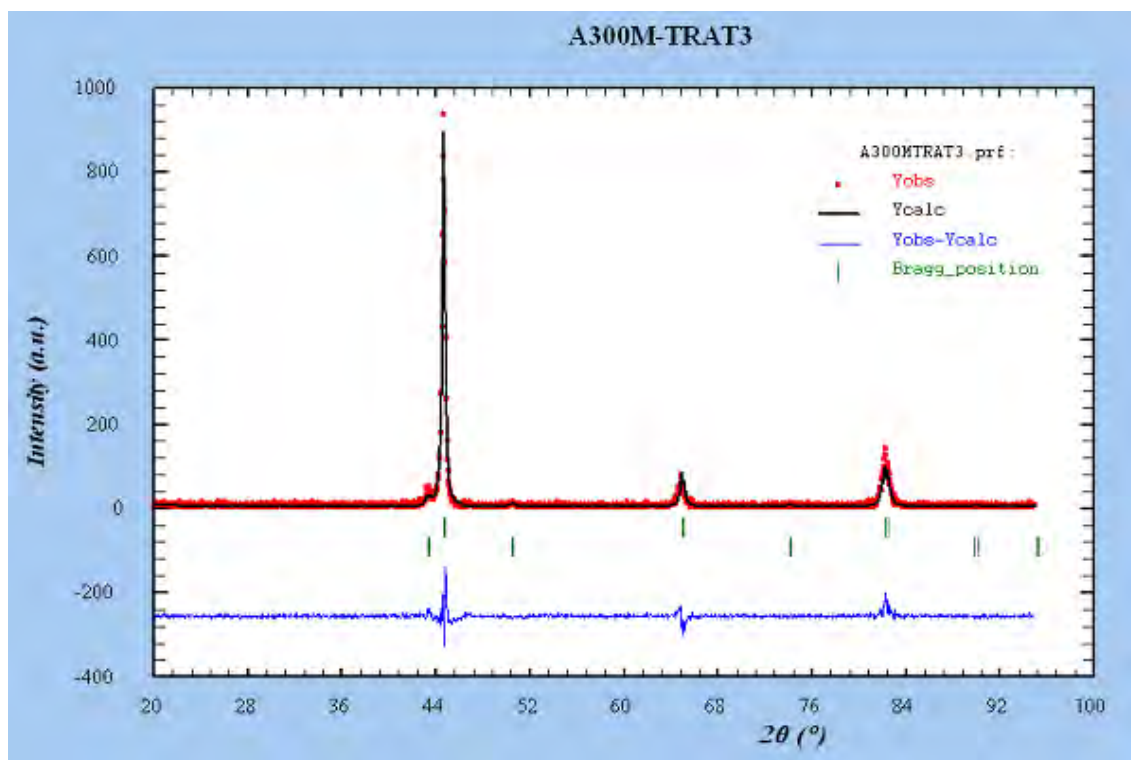


Figura 66 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 370°C.

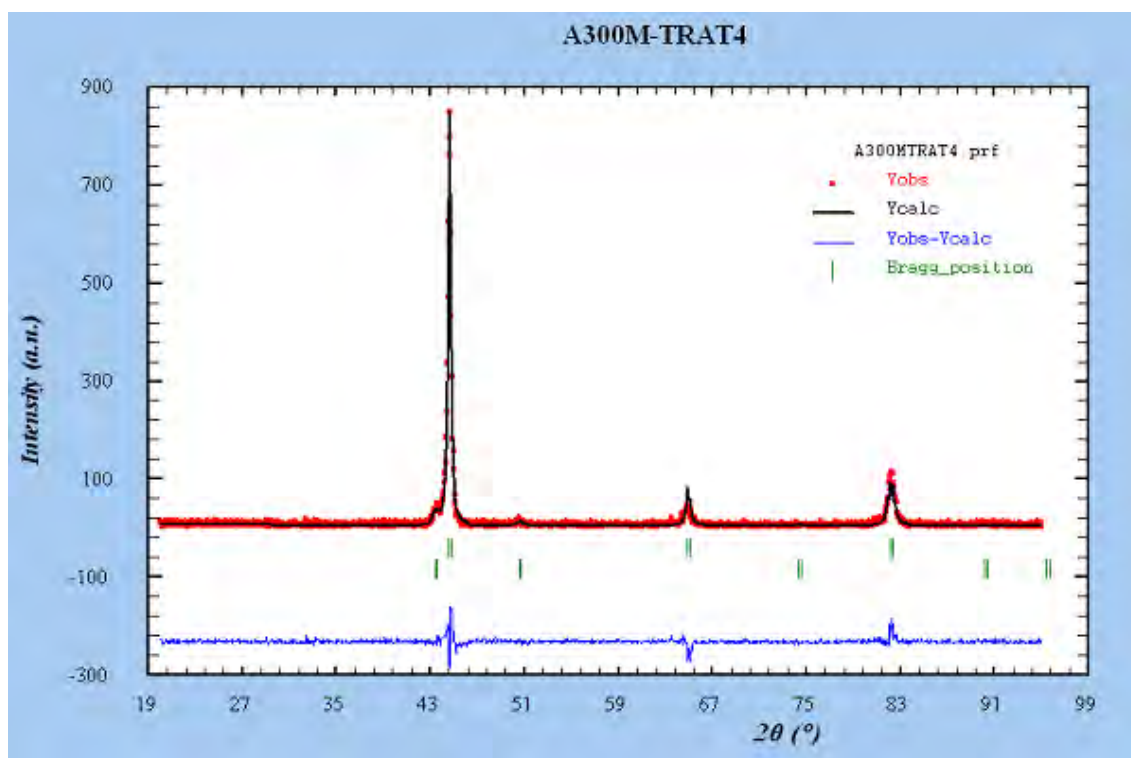


Figura 67 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico isotérmico a 400°C.

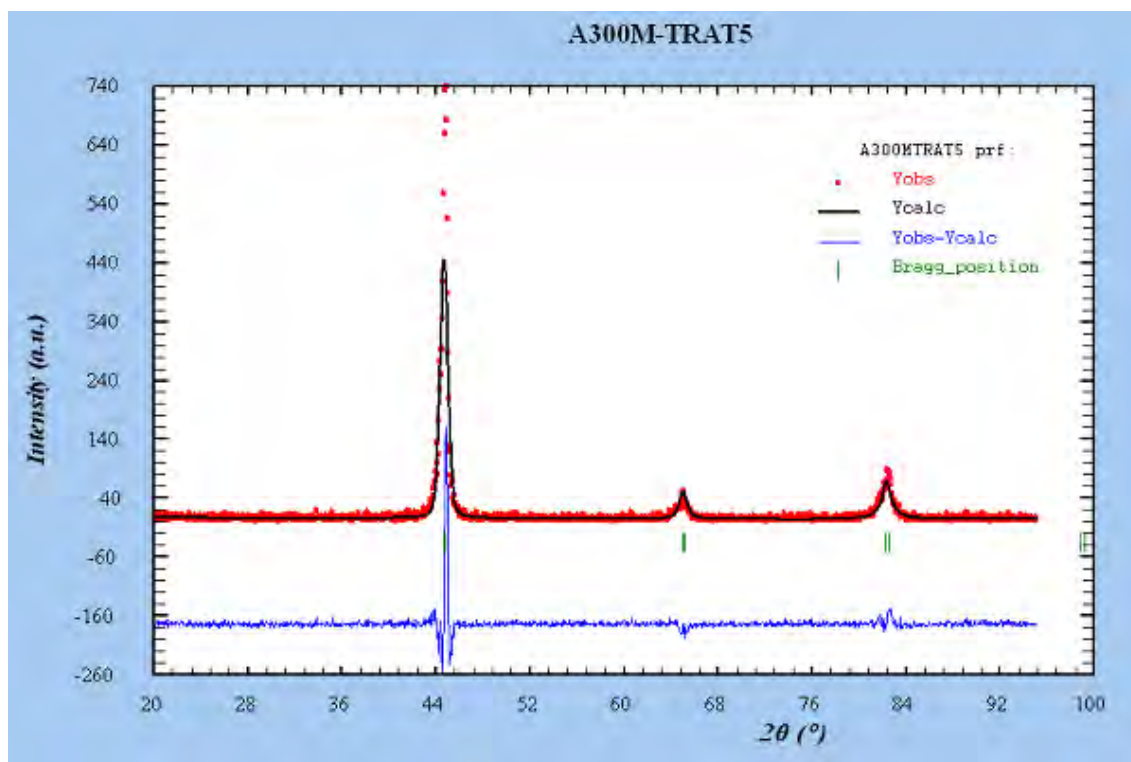


Figura 68 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico intercrítico a 760°C.

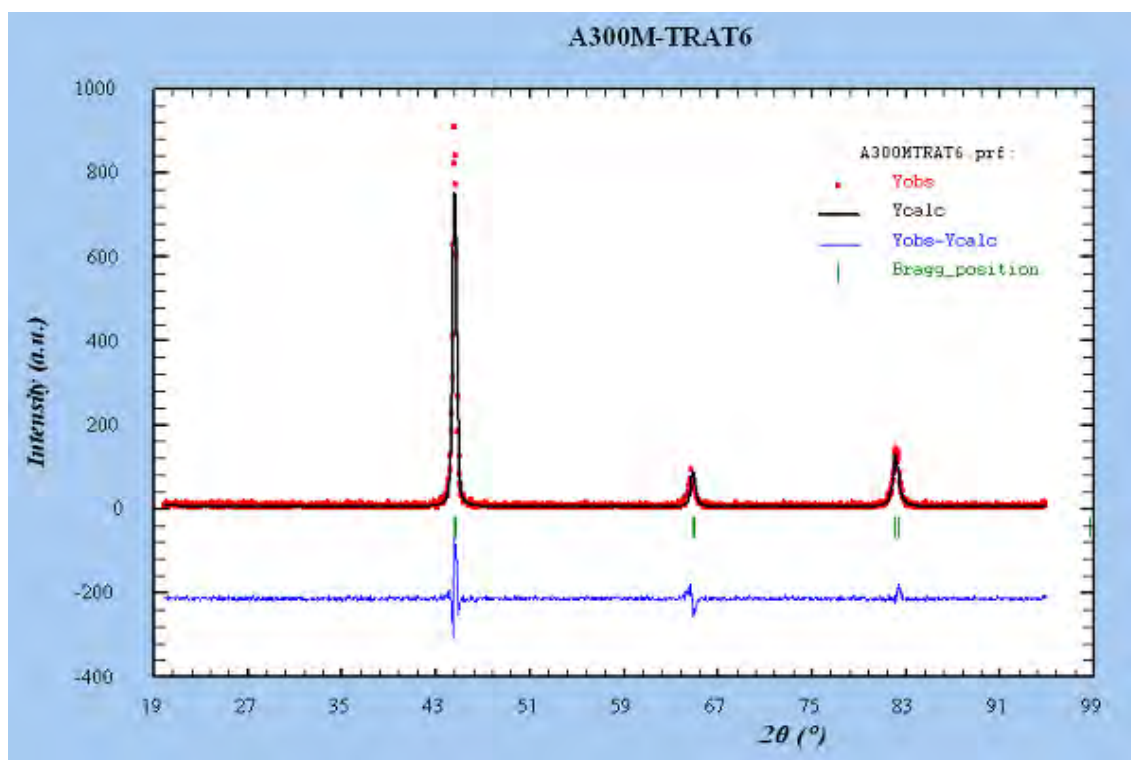


Figura 69 – Difratoograma de raios X do aço 300M submetido ao tratamento térmico de têmpera e revenimento convencional.

5.3.2.2.2 Microscopia óptica

Também são apresentados os resultados de microscopia óptica, onde as amostras sofreram o ataque químico da solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio

A Figura 70 representa uma micrografia do aço 300M submetido ao tratamento térmico intercrítico a 760°C, quando atacado com solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio. Este reagente ataca todas as fases presentes, exceto a austenita retida que permanece clara. Esta figura apresenta a aplicação do *threshold*, pelo software *Image J*, identificando em preto as áreas ocupadas pela austenita.

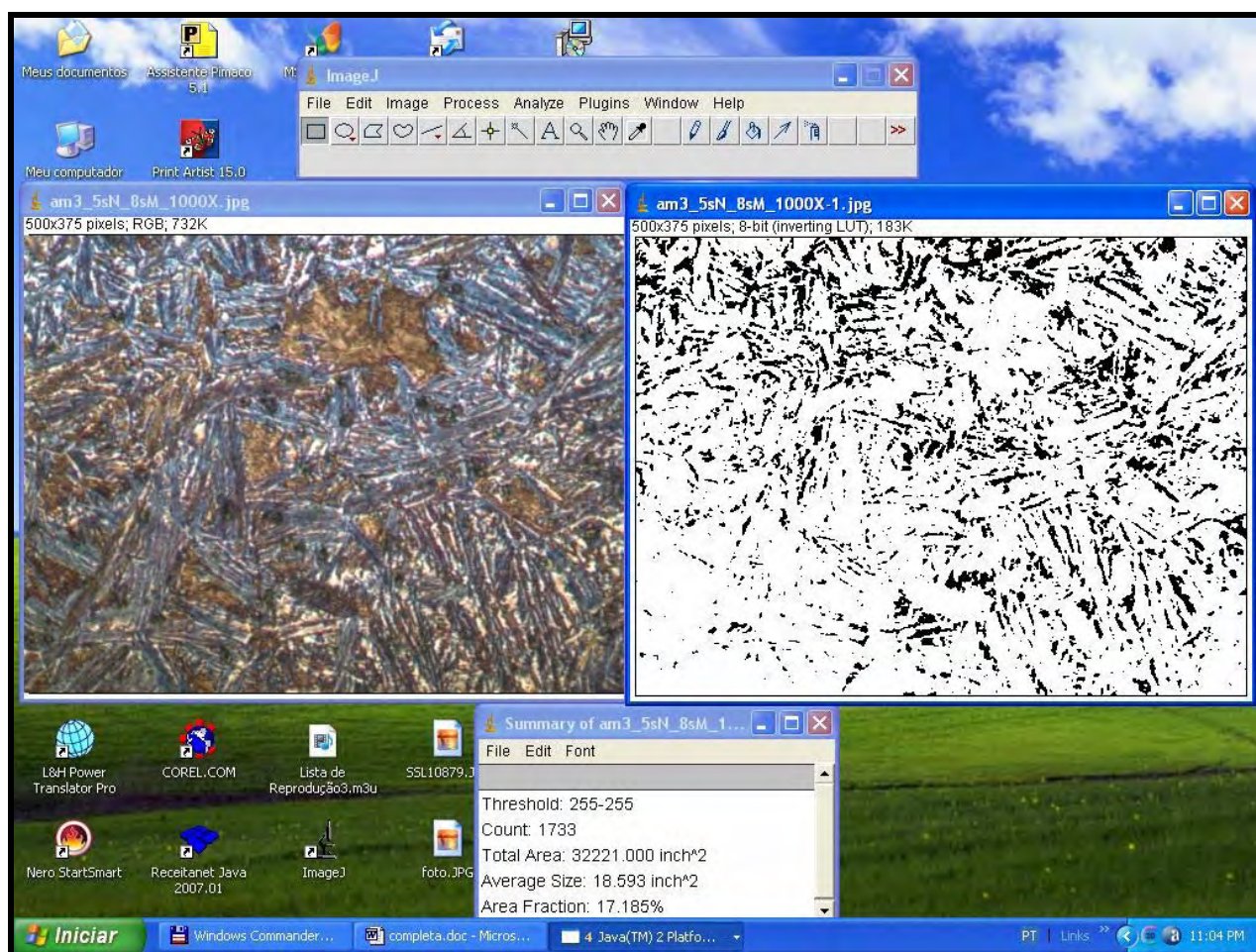


Figura 70 – Micrografia do aço 300M, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 760°C, atacada com solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio após a análise do *threshold* do software *Image J*.

5.3.2.2.3 Métodos magnéticos

Um outro método utilizado para medir as frações volumétricas de austenita retida foi por meio de medidas de magnetização, através da curva de histerese. Os mesmos corpos-de-prova de ensaios de tração foram utilizados para as medidas magnéticas, onde foram adaptados os enrolamentos primários e secundários.

A Tabela 10 mostra o número de espiras para os corpos-de-prova utilizados.

Tabela 10 – Número de espiras do enrolamento primários e secundários dos corpos-de-prova.

Corpos-de-prova	Nº de espiras do enrolamento primário	Nº de espiras do enrolamento secundário
Aço IF	43	420
Ni	124	860
REF	43	420
outros	43	420

Antes de iniciar as medidas magnéticas, o primeiro passo foi validar a técnica. Foram confeccionados dois corpos-de-prova dos seguintes materiais: um de níquel puro e outro de um aço IF (*Interstitial Free*) com a seguinte composição química: 0,004%C, 0,2%Mn, 0,015%S, 0,04%Si, 0,012%P, 0,04%Al, 0,066%Ti, 0,002%N, quase que totalmente ferrítico. Foram realizadas medidas de histerese magnética e os resultados obtidos foram 2,136 T, para o aço IF, e 0,602 T para o níquel. Comparados ao valor teórico de 2,158 T para o ferro puro e 0,61 T para o níquel, sendo a maior diferença inferior a 1,3%, prova-se a legalidade dos resultados. A Figuras 71 mostra a curva de histerese para o aço IF com o tratamento de dados.

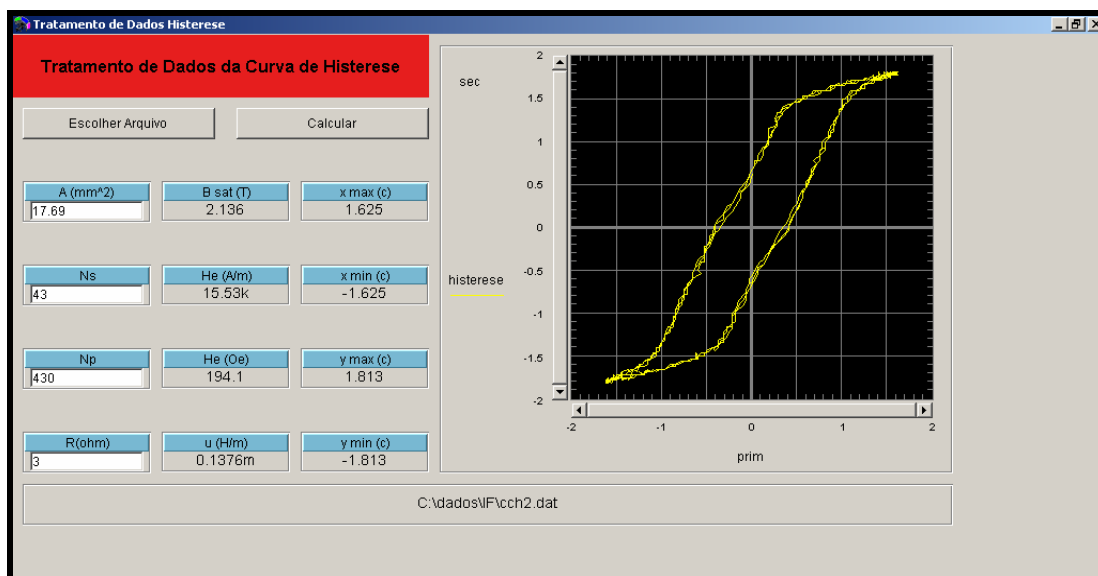


Figura 71 – Curva de histerese do aço IF.

Conforme a equação (4) da seção 3.3.11.3, há necessidade de se utilizar uma amostra como referência, com a mesma composição química e microestrutura do material estudado, mas que seja isenta de austenita retida, isto é, uma amostra inteiramente ferromagnética. Esta amostra de referência foi obtida da seguinte forma:

- aquecimento do corpo-de-prova de aço 300M a uma temperatura de 650°C, mantido por 4 horas e resfriado lentamente até a temperatura ambiente;
- aquecimento do corpo-de-prova de aço 300M a uma temperatura de 1000°C mantido por 6 horas e resfriado lentamente até a temperatura ambiente.

Através da equação (5) existe uma maneira de se obter o valor teórico de B_{300M}^{SAT} . Utilizando os dados da Tabela 5 e Tabela 6, obtemos $B_{300M}^{SAT} = 1,8873$ T. O valor médio obtido para a amostra de referência foi de 1,874 T, comprovando novamente a validação da metodologia da técnica de medida.

As Figuras 72 e 73 apresentam a curva de histerese medida para o aço nos tratamentos térmicos IT370°C e IC760°C com o tratamento de dados.

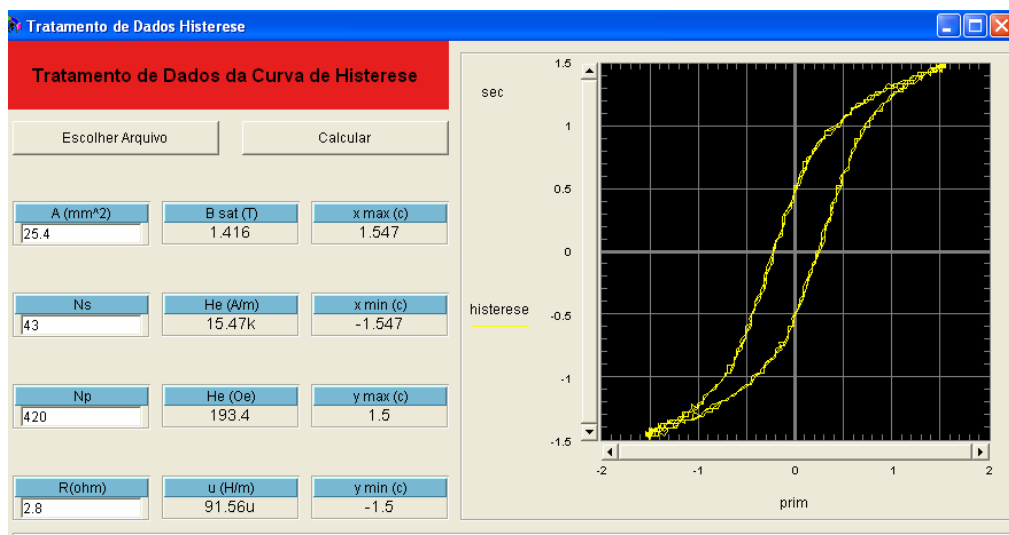


Figura 72 – Curva de histerese do aço 300M no tratamento térmico IT370°C.

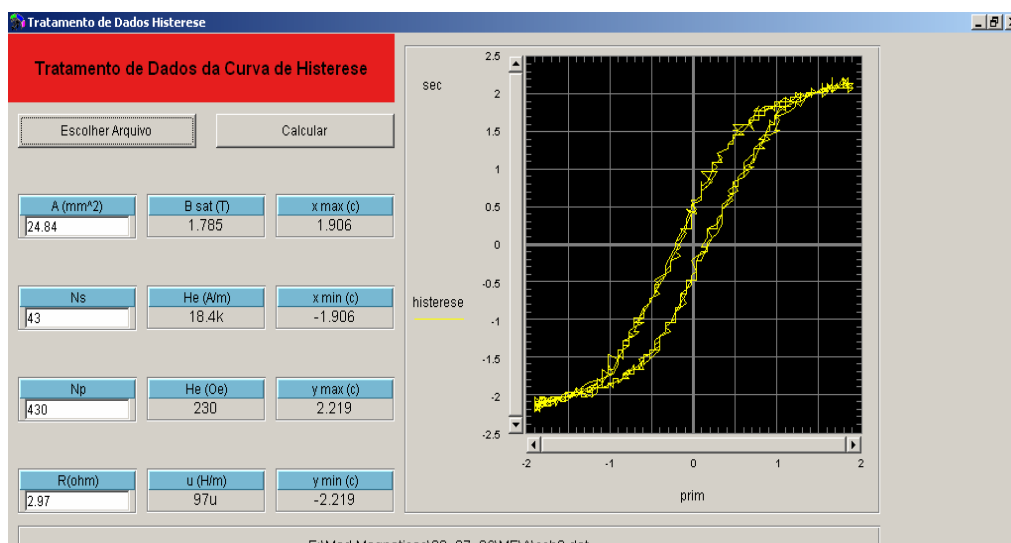


Figura 73 – Curva de histerese do aço 300M no tratamento térmico IC760°C.

Com este procedimento são obtidos os valores médios experimentais de B_{SAT} e pela equação (3), obtêm-se os valores das frações volumétricas da austenita retida. Esses valores são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 – Valores de B_{SAT} e fração volumétrica de austenita retida

Tratamento Térmico	B_{SAT} (T)	Austenita retida (%)
Recozido	1,702± 0,010	9,2±1,1
IT – 320°C (F)	1,617 ±0,010	13,7±1,1
IT – 350°C (G)	1,427±0,010	23,7±1,2
IT – 370°C (H)	1,413±0,010	24,6±1,2
IT – 400°C (I)	1,384±0,010	26,1±1,2
IC – 760°C (J)	1,788 ±0,010	4,6 ±1,1
TRC	1,816 ±0,010	3,1±1,1

Obs: IT = isotérmico, IC = intercrítico e TRC = têmpera e revenimento convencional

A Tabela 12 apresenta os valores obtidos por todas as técnicas utilizadas neste trabalho e valores de austenita retida de alguns tratamentos térmicos obtidos por Tomita e Okawa (1993). Dos resultados de DRX, a amostra do aço recozido foi o que apresentou valor de austenita retida mais próximo dos outros métodos enquanto os tratamentos térmicos isotérmicos a 320, 370 e 400°C apresentam resultados bem abaixo em relação às outras técnicas e por Tomita e Okawa (1993). As amostras dos seguintes tratamentos térmicos: isotérmico a 350°C, intercrítico a 760°C e têmpera e revenimento convencional não apresentaram pico evidente de austenita retida. Nesses casos, não foi possível determinar com precisão a quantidade de austenita retida devido ao fato de não ser observado no difratograma de raios X o pico do ferro gama. Percentual muito baixo de austenita retida (abaixo de 5%) não é detectado.

Tabela 12 – Fração volumétrica de austenita retida

Tratamento Térmico	Trabalho de Tomita e Okawa (%)	Difratometria de raios X (%)	Metabissulfito de sódio (%)	Medidas magnéticas (%)
Recozido	-	8,3±0,7	7,3±2,0	9,2±1,1
IT – 320°C (F)	12	7,7±1,7	9,0±3,0	13,7±1,1
IT – 350°C (G)	18	*	18,4±5,0	23,7±1,2
IT – 370°C (H)	22	5,8±0,7	21,8±7,0	24,6±1,2
IT – 400°C (I)	25	14,3±5,4	21,2±4,0	26,1±1,2
IC – 760°C (J)	-	**	4,1±0,5	4,6 ±1,1
TRC	2	**	3,1±0,4	3,1±1,1

* não apresentaram picos de austenita retida. ** percentual abaixo de 5%.

IT: isotérmico; IC: intercrítico; TRC: têmpera e revenimento convencional.

Observa-se que os resultados obtidos para a quantificação da austenita retida por métodos magnéticos são maiores do que os obtidos pelo trabalho de Tomita e Okawa (1993), (para os tratamentos F, G, H e I), por difração de raios X e por microscopia óptica após o ataque com metabissulfito de sódio, isto porque as medidas magnéticas sondam o volume da amostra enquanto as outras duas técnicas medem na superfície. No caso de aços TRIP multifásicos, a utilização de difração de raios X pode trazer alguns problemas: as medidas são realizadas próximas da superfície, em uma profundidade de alguns μm . Se a distribuição da austenita retida na superfície do metal não for homogênea, as medidas devem ser repetidas várias vezes a fim de se obter uma boa estatística. A pequena dimensão dos grãos de austenita retida pode aumentar a incerteza dos resultados. Uma das precauções necessárias na hora da preparação das amostras é o polimento. É sugerido que seja feito um polimento eletrolítico, com a finalidade de não riscar a superfície. No processo de lixamento e polimento tradicional há criação de martensita artificialmente.

Portanto, em reforço às observações feitas, é sugerido que a quantificação de frações volumétricas de austenita retida por medidas magnéticas são mais confiáveis que as medidas por difração de raios X e microscopia óptica.

5.3.2.3 Estudo do efeito TRIP e envelhecimento por deformação

Os corpos-de-prova foram submetidos a uma deformação plástica uniforme que induziu a transformação da austenita retida em martensita, por efeito TRIP. A quantificação da fração volumétrica da austenita retida inicial e final foi feita por meio de medidas magnéticas. Comparando-se as frações volumétricas iniciais e finais tem-se o valor da austenita retida transformada. A Tabela 13 apresenta todos esses valores e também o percentual da austenita retida transformada.

Tabela 13– Valores de frações volumétricas iniciais, finais, transformada e percentual da austenita retida para cada tratamento térmico.

Tratamento Térmico	Fração volumétrica de austenita retida inicial (%)	Fração volumétrica de austenita retida final (%)	Fração volumétrica de austenita retida transformada (%)	Percentual da fração volumétrica da austenita retida transformada (%)
Recozido	9,2±1,1	6,1±1,1	3,1±2,2	33,7±0,28
IT320°C	13,7±1,1	10,7±1,1	3,0±2,2	21,9±0,18
IT350°C	23,7±1,2	12,3±1,1	11,4±2,2	48,1±0,12
IT370°C	24,6±1,2	15,4±1,1	9,2±2,2	37,4±0,11
IT400°C	26,1±1,2	7,7±1,1	18,4±2,2	70,5±0,12
IC760°C	4,6±1,1	2,9±1,1	1,7±2,2	36,9±0,56
TRC	3,1±1,1	2,8±1,1	0,3±2,2	9,7±0,75

Para se obter o envelhecimento, foram pré-deformados corpos-de-prova, de cada condição estudada, σ_D (indicado nas Figuras 74 a 81) e armazenados à temperatura ambiente por 226 dias. Após esse período, os corpos-de-prova foram ensaiados à tração até a ruptura, obtendo-se novos valores para os limites de escoamento. As curvas de tensão versus deformação estão representadas nas Figuras 74 a 80, onde σ_e é o limite de escoamento antes do envelhecimento, σ'_e é o limite de escoamento após o envelhecimento e σ_D é a tensão de pré-deformação aplicada. A curva A representa o ensaio de tração de corpo-de-prova sem pré-deformação, observando-se uma ausência de limite de escoamento definido e elevada capacidade de encruamento e deformação

uniforme. A curva B1 representa o ensaio de tração do corpo-de-prova submetido a uma pré-deformação em tração sem o surgimento de estricção, para desenvolver o efeito TRIP. A curva B2 representa uma nova curva de ensaio de tração do mesmo corpo-de-prova, anteriormente pré-deformado, levado até a ruptura após o envelhecimento de 226 dias. Para o material pré-deformado, além do decréscimo no valor do alongamento, observa-se também a presença de aumento do limite de escoamento, tornando-se bem definido e um decréscimo na capacidade de encruamento, característicos da influência da martensita induzida por deformação (efeito TRIP) no comportamento mecânico do aço. Pode notar que a curva B1 tem praticamente o mesmo comportamento da curva A até a deformação a que foi realizado o ensaio, indicando que as mudanças nas propriedades mecânicas, observadas após pré-deformação em tração estão associadas à martensita induzida por deformação e posterior envelhecimento.

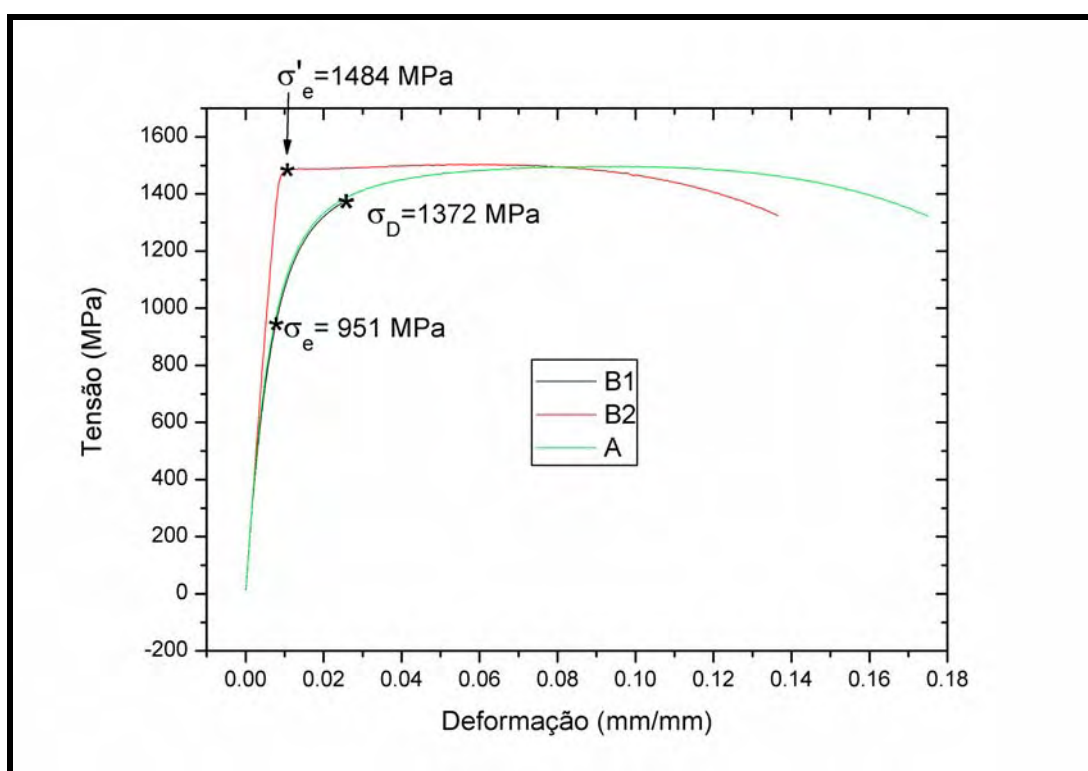


Figura 74 – Curva Tensão versus Deformação para o aço recozido.

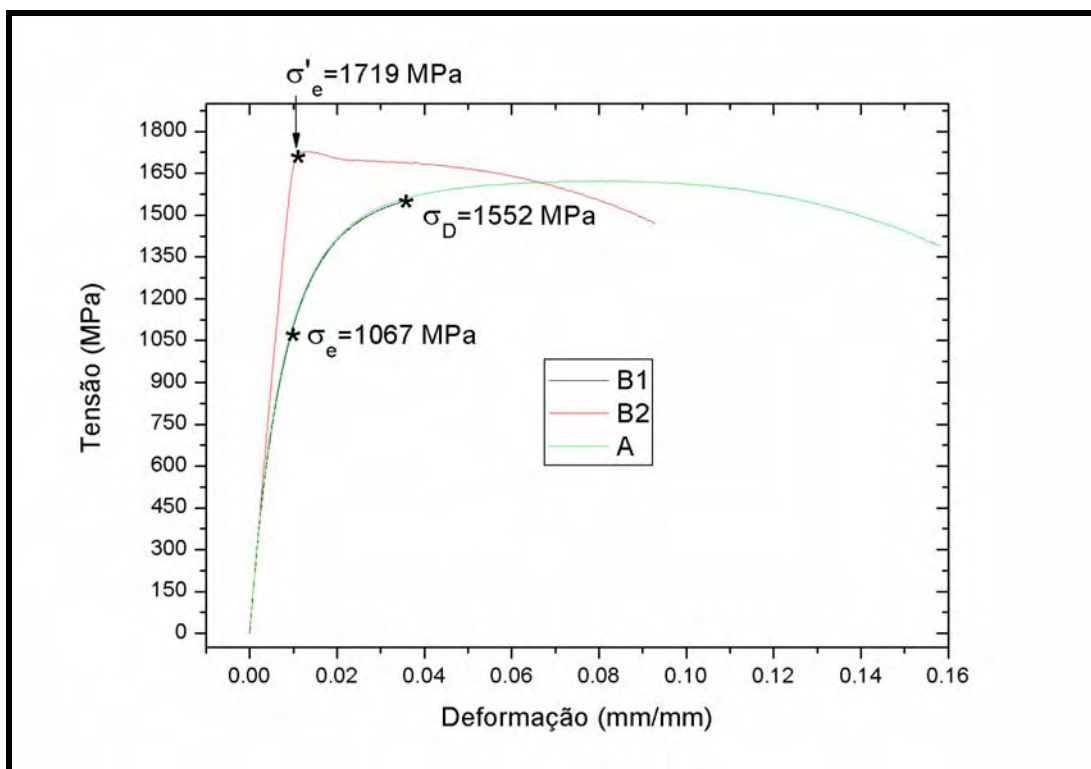


Figura 75 – Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT320°C.

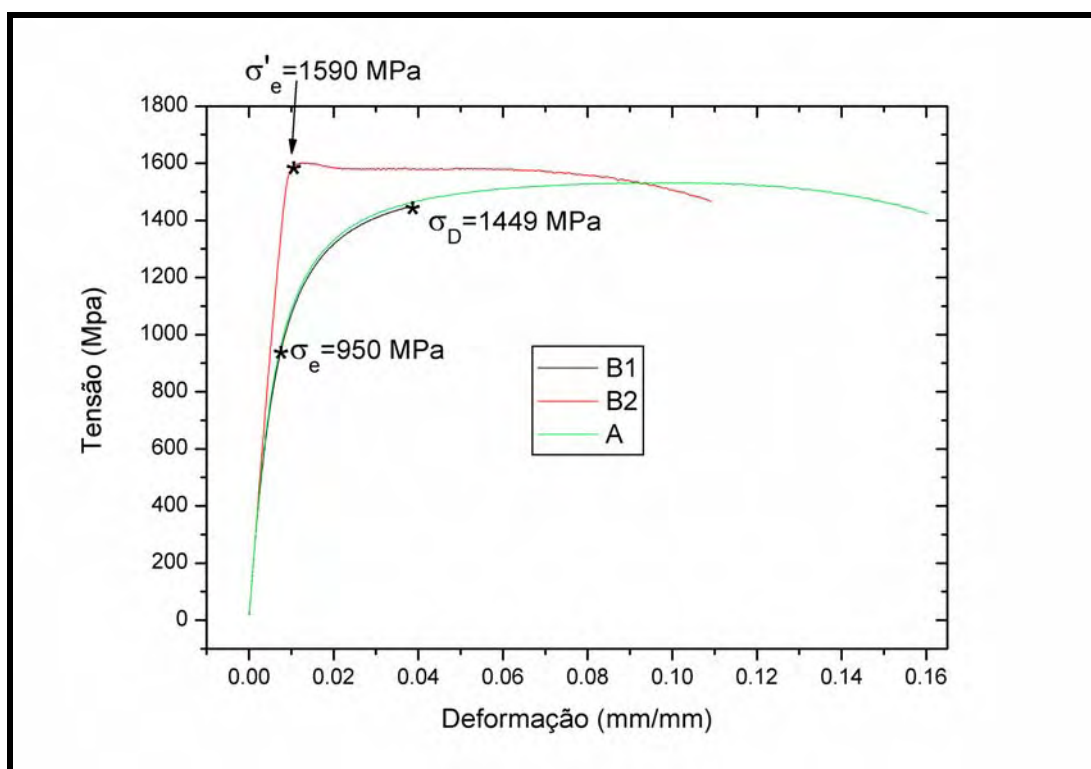


Figura 76 – Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT350°C.

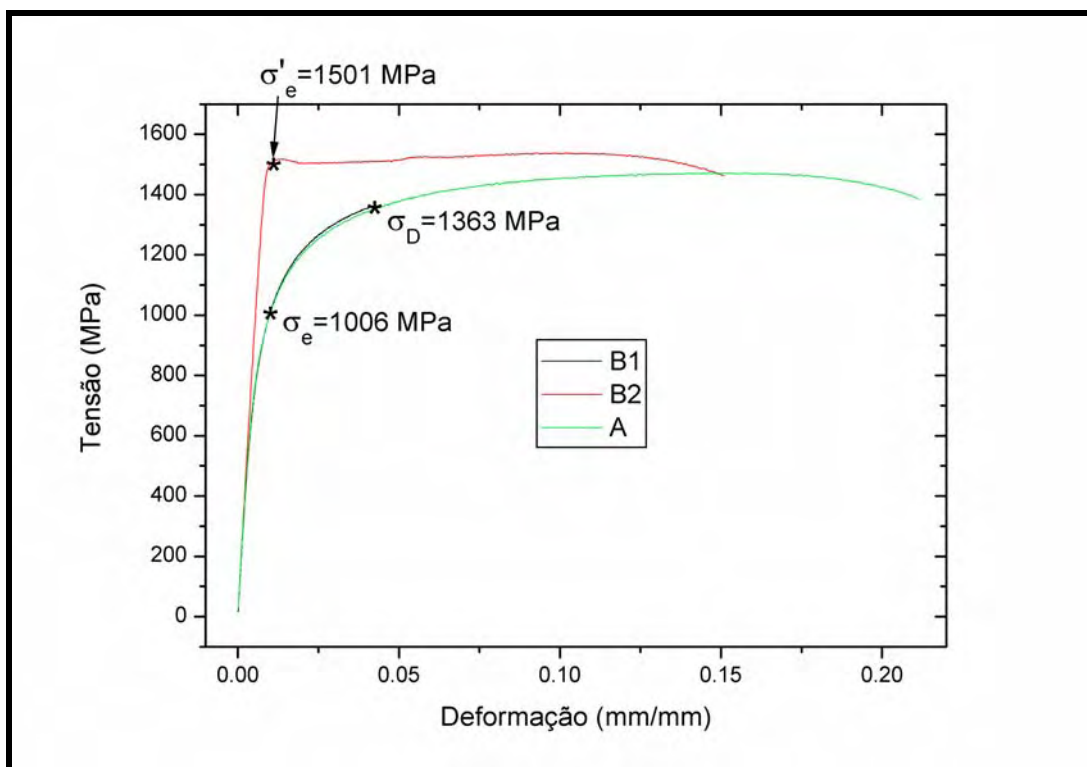


Figura 77 – Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT370°C.

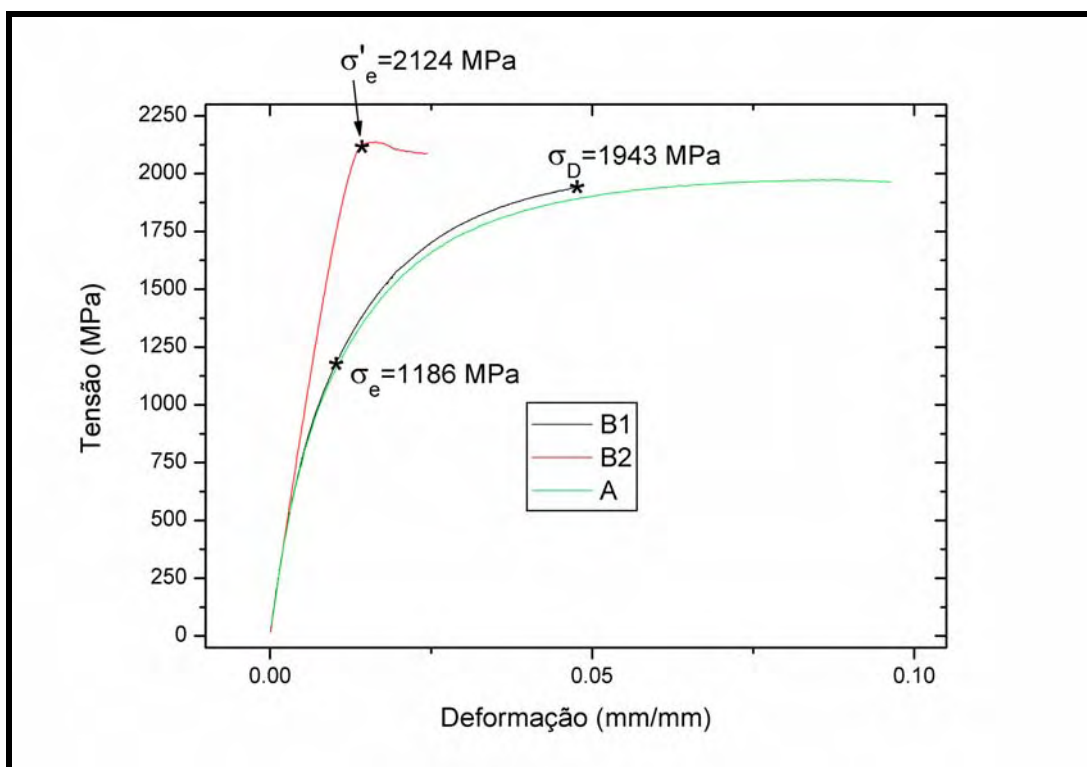


Figura 78 – Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IT400°C.

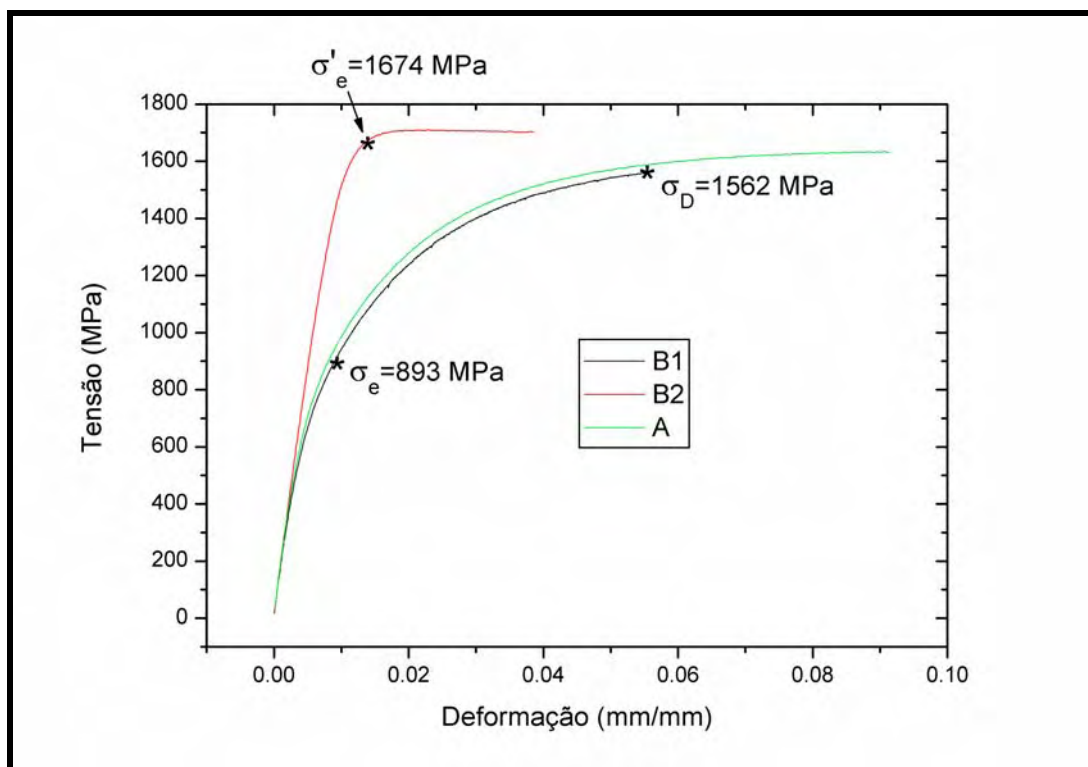


Figura 79 –Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento IC760°C.

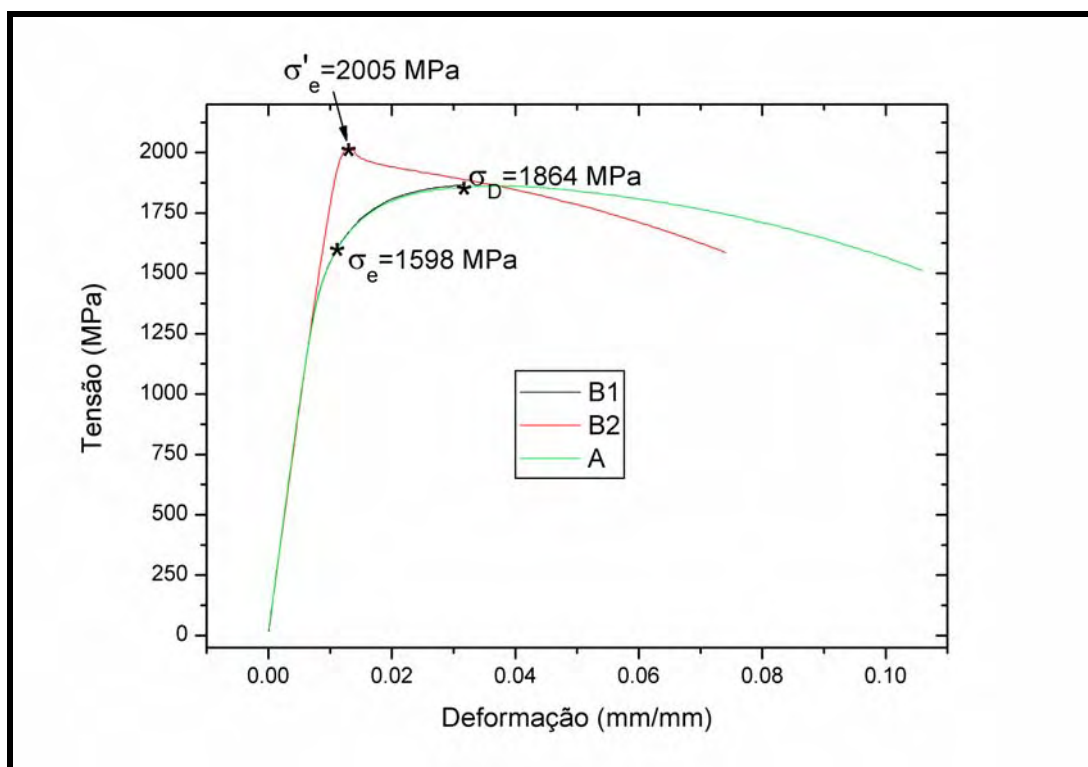


Figura 80 – Curva Tensão versus Deformação para o aço no tratamento de têmpera e revenimento convencional (TRC).

A Tabela 14 apresenta os valores de limite de escoamento (σ'_e), limite de resistência à tração (σ'_{res}) e alongamento obtidos nos ensaios de tração para corpos-de-prova pré-deformados.

Tabela 14 – Propriedades mecânicas do aço 300M para corpos-de-prova deformados

Tratamento Térmico	σ'_e (MPa)	σ'_{res} (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
Recozido	1484±20	1496±20	7,9±0,9	35,3±4,6
IT320°C	1719±26	1731±27	6,7±0,7	31,1±4,0
IT350°C	1590±17	1595±17	9,7±1,0	28,1±3,2
IT370°C	1501±15	1511±15	13,0±1,3	25,5±3,0
IT400°C	2124±25	2144±25	7,0±0,8	2,9±0,5
IC760°C	1674±28	1708±29	7,3±0,9	1,7±0,4
TRC	2005±20	2018±20	5,8±0,6	29,3±3,5

Pelos resultados da Tabela 14, percebe-se que os novos limites de escoamento para o corpo-de-prova deformado tiveram um aumento elevado em todos os tratamentos. A Tabela 15 apresenta estes resultados.

Tabela 15 – Valores de σ_e , σ'_e , σ_D e percentual do aumento do limite de escoamento.

Tratamento Térmico	σ_e (MPa)	σ'_e (MPa)	σ_D (MPa)	Percentual do aumento do limite de escoamento (%)
Recozido	951±12	1484±15	1372	56,0±1,3
IT320°C	1067±11	1719±26	1552	61,1±1,5
IT350°C	950±10	1590±17	1449	67,4±1,4
IT370°C	1006±11	1501±15	1363	49,2±1,0
IT400°C	1186±12	2124±25	1943	79,1±1,7
IC760°C	893±10	1674±28	1562	87,4±2,4
TRC	1598±18	2005±20	1664	25,5±0,5

A Figura 81 apresenta os resultados do limite de escoamento do corpo-de-prova sem pré-deformação (σ_e) e do limite de escoamento do mesmo corpo-de-prova após envelhecimento (σ'_e).

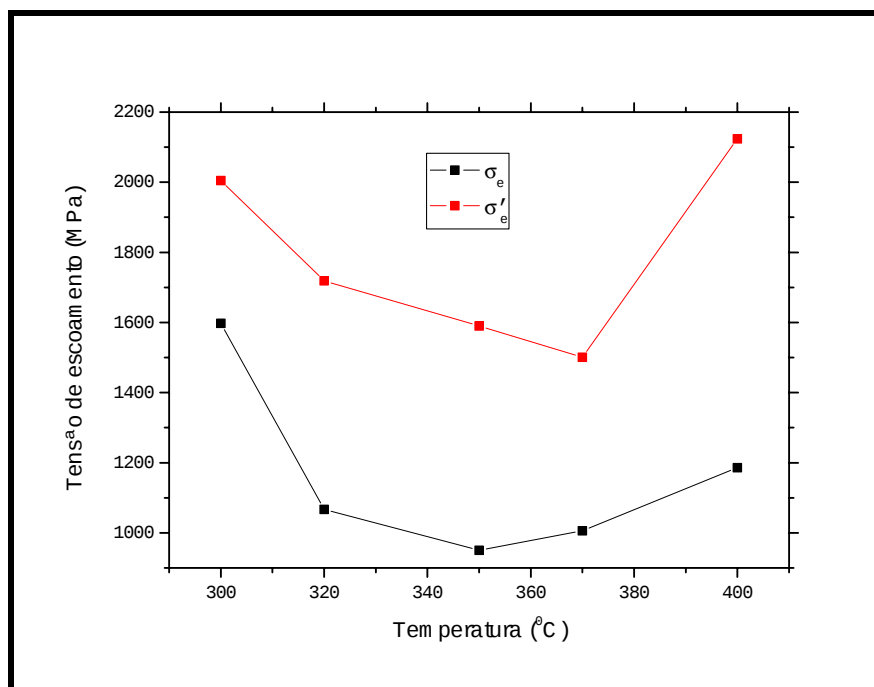


Figura 81 - Resultados de σ_e e σ'_e em função da temperatura.

Os aumentos significativos do novo limite de escoamento podem ser explicados pelo aumento da fração volumétrica da martensita, provocada pela transformação da austenita por deformação plástica (efeito TRIP) e também pelo envelhecimento por deformação, à temperatura ambiente, por 226 dias.

Pelos gráficos da Figura 82, o alongamento aumenta em função da temperatura até próximo de 357°C, depois diminui drasticamente. Aqui acontece a fragilização por revenimento. Este fenômeno ocorre quando o aço é revenido a uma temperatura entre 375 e 575°C (neste trabalho, a temperatura é de 400°C). Os aços susceptíveis a fragilização por revenimento contêm concentrações apreciáveis dos elementos de liga manganês, níquel ou cromo e, adicionalmente, um ou mais dos elementos antimônio, fósforo, arsênio e estanho, na forma de impurezas e em concentrações baixas (o aço 300M encaixa-se perfeitamente neste caso, como pode ser visto por sua composição química dada na Tabela 6, no Capítulo 5) (CALLISTER, 2005).

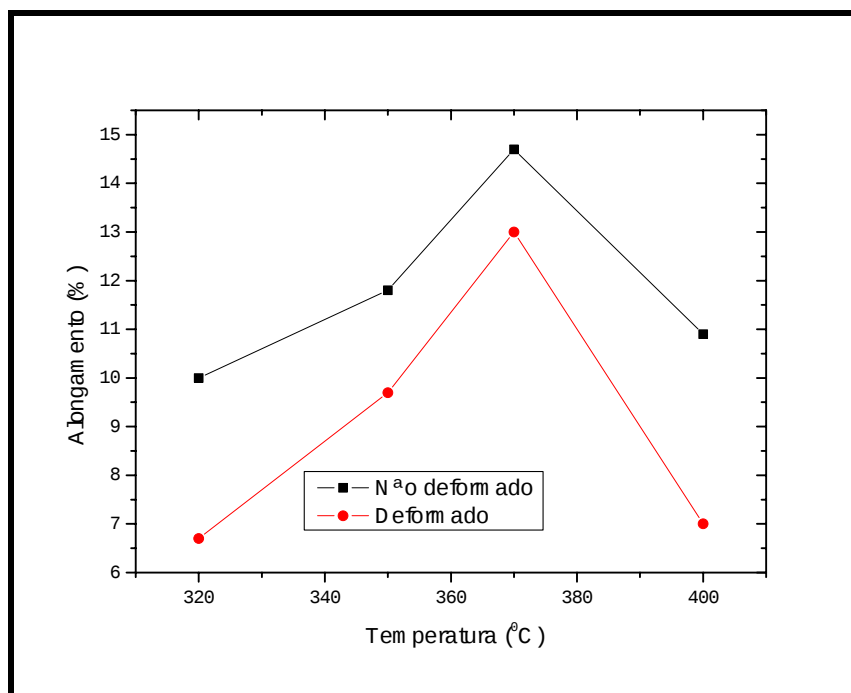


Figura 82 – Curva de alongamento versus temperatura do aço 300M.

6 CONCLUSÕES

Com relação à caracterização microestrutural e mecânica do aço 300M, de acordo com os resultados obtidos, podem ser apresentadas as seguintes conclusões:

- Com o conjunto de rotas de tratamentos térmicos foi possível a obtenção de microestruturas multifásicas, com ferrita, bainita, martensita e austenita retida, possibilitando combinações de propriedades mecânicas vantajosas para uma série de aplicações industriais;
- O tratamento térmico intercrítico da 1ª etapa, apesar de propiciar a melhor combinação à tração e ductilidade, resulta em queda da resistência à fadiga. O refinamento dos grãos e a complexa coexistência de fases duras (bainita e martensita) e dúcteis (ferrita e austenita) multiplica a quantidade de pontos críticos onde se iniciam as microtrincas;
- foi verificada a viabilidade de caracterização por MFA, é possível obter-se imagens tridimensionais e topografia que permite diferenciar as fases;
- A microscopia óptica, associada aos ataques utilizados, permitiu a quantificação das fases presentes;
- A microscopia eletrônica (MEV) também se mostrou bastante útil para revelar detalhes das fases presentes, porém não permite contraste de cor, dificultando a quantificação das fases por análise de imagens;
- A quantificação da austenita retida, por métodos magnéticos, mostrou-se bastante eficaz, coerentes com resultados obtidos na literatura (Tomita e Okawa - 1993);
- A austenita retida medida por microscopia óptica, após ataque com metabissulfato de sódio, é uma opção viável, pois fornece um valor bastante aproximado da fase, porém exige grande habilidade do pesquisador na realização do ataque químico, aquisição e tratamento das imagens;
- A dificuldade em quantificar a austenita retida por difratometria de raios X, está relacionada à identificação clara dos picos do ferro gama, que conforme o tipo de processamento e tratamento térmico do material, podem dificultar esta

identificação devido às alterações nos parâmetros de rede ou orientação preferencial dos grãos. Esta técnica é também ineficaz para baixos percentuais de austenita; e

- O aço 300M é susceptível ao envelhecimento por deformação, inclusive à temperatura ambiente, isto foi observado para todas as condições microestruturais estudadas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Miniaturização do Traçador de Curva de Histerese para realizar medidas *in situ* da transformação da austenita retida em martensita nos ensaios mecânicos.

Estudar o envelhecimento por deformação em função do tempo, temperatura e nível de deformação.

Estudar a utilização de um ataque químico que permita ver com eficiência o tamanho de grão e analisar a sua influência nas propriedades mecânicas.

Estudar um outro método para quantificar a austenita retida por difratometria de raios x.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

<http://aeb.gov.br>>. Acesso em out. 2006.

ABDALLA, A.J., **Estudo do Envelhecimento por Deformação a Frio em Aços API-5L-B e API-5L-X52 com Microestruturas Bifásicas** 1995. 120f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia-Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1995.

ABDALLA, A.J. et al. Alterações das propriedades mecânicas em aços 4340 e 300M através de tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. (em CD-Rom) In: **59º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, São Paulo, Brasil, Julho de 2004, Anais São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2004.

ALI, A.; AHMED, M.; HASHMI, F.H.; KHAN, A.Q. Incomplete reaction phenomenon in high strength bainitic steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 24A, p. 2145-2150, 1993.

AMAR, K.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K. Color tint-etching for multiphase steels. **Advanced Materials & Processes**, p. 27-30, 2003.

ANAZAWA, R.M. et al. Efeito dos Tratamentos Intercrítico e Isotérmico sobre as Propriedades Mecânicas e na Microestrutura no Aço 300M. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 25, nº 2, p. 93-97, 2006.

ANDRADE, S.L. et al. ULSAB-AVC - O aço no automóvel do futuro: A estratégia da USIMINAS. (em CD-Rom) In: **55º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, Rio de Janeiro, Brasil, Julho de 2000, Anais Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2000.

ANDRADE, S.L.; TAISS, J.M.; ROSA, L.K. O aço no automóvel do futuro. (em CD-Rom) In: **57º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, São Paulo, Brasil, Julho de 2002, Anais São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2002.

ANDREWS, K.W. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. **Journal of the Iron and Steel Institute**, p. 721-727, 1965.

AUTO /STEEL PARTNERSHIP. **Ultralight steel auto body demonstrates value of steel in the automobile's future**. Bulletin 12 – High Strength Steel, 1995. Disponível em <<http://www.a-sp.org/database/custom/bulletins>>. Acesso em 30/10/2006.

BASUKI, A.; AERNOULD, E. Effect of deformation in the intercritical area on the grain refinement of retained austenite of 0,4C TRIP. **Scripta Materialia**, v. 40, nº 9, p. 1003-1008, 1999.

BHADESHIA, H.K.D.H. **Bainite in Steels**, 2 ed., Institute of Materials, Londres, 2001.

BHADESHIA, H.K.D.H. The Bainite Transformations: Unresolved issues. **Materials Science and Engineering A**, v. 21, p. 817-829, 1999.

BHADESHIA, H.K.D.H.; CHRISTIAN, J. W., Bainite in Steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 21A, p. 767-797, 1990

BHADESHIA, H.K.D.H.; EDMONDS, D. The Mechanism of Bainite Formation in Steels. **Acta Metallurgica**, v .28, 1265-1273, 1980.

BLECK, W. et al. Control of microstructure in TRIP steels by niobium. **Materials Science Forum**, v. 426-432, p. 43-48, 2003.

BLECK, W. Using The TRIP Effect – The dawn of a promising group of cold formable steels. **Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys**, ed. B.C. Cooman, GRIPS, Ghent, p 3-23, 2002.

BOSCOV, J. **Foguetes de Sondagem**. Brasília: Agência Espacial Brasileira, 1º Curso de Tecnologia Espacial, 1996a.

BOSCOV, J. **Veículos Lançadores de Satélites**. Brasília: Agência Espacial Brasileira, 1º Curso de Tecnologia Espacial, 1996b.

BOUET, M. et al. Micro-Alloying in Steels. **Materials Science Forum**, v. 319, p. 284-286, 1998.

BOZORTH, R. M. **Ferromagnetism**. D. van Nostrad Company Inc., New York, p. 367, 1951.

CALLISTER, JR W.D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**, 6 ed. New York: John Wiley & Sons, 871p, 2005.

CASTRO, I; MELO, T.M.F. **Influência do teor de Si nas propriedades mecânicas de um aço C-Mn com efeito TRIP**, 59º Congresso Anual da ABM, São Paulo, p. 2903-2911, 2004.

CHOI, I.D. et al. Deformation Behavior of Low Carbon TRIP Sheet Steels at High Strain Rates. **ISIJ International**, v. 42, nº 12, p. 1483-1489, 2002.

COHEN, M., The Strengthening of Steel. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 224, p. 638- 657, 1962.

COLOMBAROLI, W.; CASTRO, O. E. Estudo do envelhecimento de determinados aços. **Metalurgia**, v. 26, nº 155, p. 771-784, 1970.

DAVENPORT, E.S.; BAIN, E.C.; PAXTON, H.W. Transformation of Austenite at Constant Subcritical Temperatures. **Metallurgical Transactions**, v. 1, p. 3479-3489, 1970.

DAVIES, R.G. The deformation behaviour of a vanadium-strengthened dual-phase steel. **Metallurgical Transactions**, v. 9A, p. 41-52, 1978

DE MEYER, M.; VANDERSCHUEREN, D.; DE COOMAN, B.C. The Influence of the Substitution of Si by Al on the Properties of Cold-Rolled C-Mn-Si TRIP Steels. **ISI International**, v. 39, p. 813-822, 1999.

DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**, Metric Edition, New York, McGraw Hill, 751 p., 1988.

DOLINSKY, M.M. **Presença Brasileira no Espaço**. São José dos Campos: CTA/IAE, Relatório Técnico, 1990.

ENOMOTO, M. Partition of Carbon and Alloying Elements During the Growth of Ferrous Bainite. **Scripta Materialia**, v. 47, p. 145-149, 2002.

ERDOGAN, M. Effect of austenite dispersion on phase transformation in dual-phase steel. **Scripta Materialia**, v. 48, p. 501-506, 2003.

ERICSSON, C.E.; BHAT, M.S.; PARKER, E.R.; ZACKAY, V.F. Isothermal studies of bainitic and martensitic transformations in some low alloy steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 7A, p. 1801-1803, 1976.

FURNÉMONT, Q. et al. On the measurement of the nanohardness of the constitutive phases of TRIP-assisted multiphase steel. **Materials Science and Engineering**, A328, p. 26-32, 2002

FURUKAWA, T. et al. **Structure and Properties of Dual-Phases Steels**, ed. by R. A. Kot and J. W. Morris, AIME, New York, 1979.

GIRAULT, E. et al. Comparison of effects of silicon and aluminium on the tensile behavior of multiphase TRIP – assisted steels. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 885-892, 2001.

GIRAULT, E. et al. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. **Materials Characterization**, v. 40, p. 111-118, 1998.

GODET, S. **Thermomechanical Processing of TRIP – Assisted Multiphase Steels**. Tese de Doutorado, 160 f., Universidade Católica de Louvain, Bélgica, 2003.

GUIMARÃES, J.R.C., PAPALÉO, R. Aços bifásicos: características mecânico-metalúrgicas e aplicações potenciais. **Metalurgia – ABM**, v. 37, nº 288, p. 617-622, nov. 1981.

HANZAKI, A.Z.; YUE, S. Ferrite formations characteristics in Si – Mn TRIP steel. **ISIJ International**, v. 37, nº 6, p. 583-589, 1997.

HANZAKI, A.Z.; HODGSON, P.D.; YUE, S. The influence of bainite on retained austenite characteristics in Si – Mn TRIP steels. **ISIJ International**, v. 35, nº 1, p. 79-85, 1995.

HASHIMOTO, S. et al. Effects of Nb and Mo Addition to 0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn Steel on Mechanical Properties of Hot Rolled TRIP-aided Steel Sheets. **ISIJ International**, v. 44, nº 9, p. 1590-1598, 2004.

HASHIMOTO, T.M. **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço médio carbono com estruturas bainíticas e multifásicas**. 2004, 98f. Tese (Livre Docência)-Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

HULKA, K. Modern multi-phase steels for the automotive industry. **Materials Science Forum**, v. 414-415, p. 101-110, 2003.

IAE, **Relatório PNAE/VLS**. São José dos Campos: CTA/IAE, Relatório Técnico, 1999.

ITAMI, A.; TAKAHASHI, M.; USHIODA, K. Plastic stability of retained austenite in the cold-rolled 0,14%C–1,9%Si–1,7%Mn sheet steel. **ISIJ International**, v. 35, nº 9, p. 1121-1127, 1995.

JACQUES, P.J. et al. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Low silicon TRIP-assisted multiphase steels. **ISIJ International**, v. 41, nº 9, p. 1061-1067, 2001a.

JACQUES, P.J. et al. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Al-alloyed TRIP-assisted multiphase steels. **ISIJ International**, v. 41, nº 9, p. 1068-1074, 2001b.

JACQUES, P.J.; LADRIÈRE, J.; DELANNAY, F. On the Influence of Interactions between Phases on the Mechanical Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced Plasticity Multiphase Steels. **Meallurgical and Materials Transactions A**, v. 32A, p. 2759-2768, 2001.

JACQUES, P.J. et al. Enhancement of the Mechanical Properties of a Low Carbon, Low Silicon Steel by Formation of a Multiphase Microstructure Containing Retained Austenite. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29A, p. 2383-2393, 1988.

JEONG, W.C.; CHUNG, J.H. **HSLA steels: processing, properties and applications**. ed. by G.Tither and Z. Shoubua, Min., **Met. And Mat. Soc.**, Warrendale, p. 305, 1992.

JEONG, W.C.; MATLOCK, D.K.; KRAUSS, G. Effects of tensile-testing temperature on deformation and transformation behavior of retained austenite in a 0.14%C-1.2%Si-1.5% Mn steel with ferrite bainite austenite structure. **Materials Science and Engineering A**, v. 165, p. 9-18, 1993.

JIAO, S. et al. The Effect of Processing History on a Cold Rolled and Annealed Mo–Nb Microalloyed TRIP Steel. **ISIJ International**, v. 42, nº 3, p. 299-303, 2002..

KASEMODEL, C.A.M. **Programa Espacial Brasileiro e a Inovação Tecnológica**. São José dos Campos: ITA, Trabalho de Graduação, 1996.

KIM, S.J. et al. Effects of Coiling Temperature on Microstructures and Mechanical Properties of High-strength Hot-rolled Steel Plates Containing Cu, Cr and Ni. **ISIJ International**, v. 49, nº 7, p. 692-698, 2000.

KIM, S.J. et al. Microstructure and Mechanical Properties of the 0.15%C TRIP-Aided Steels Containing Cu, Ni and Cr. **Int.Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys**, ed. B.C. De Cooman, GRIPS, Ghent, p. 165-169, 2002.

KISHIDA, K. High strength steel sheets for light weight vehicle. **Nippon Steel Technical Report**, nº 81, p. 12-16, 2000.

KUTSOV, A. et al. Formation of Bainite in Ductile Iron. **Materials and Science Engineering A**, v. 273- 275, p. 2337-2348, 1999.

LePERA, F.S. Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steel. **Metallography and International Journal**, West Virginia, USA, v. 12, nº 4, p. 263-268, 1979.

LePERA, F. Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steel. **Journal of Metals**, v. 32, p. 38-39, 1980.

LOPES, L.V. et al. Determinação do Ciclo de Tratamento Térmico de Estruturas Leves em Aço 300M para Emprego Aeroespacial. **Anais do 5º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Porto Alegre, CBECIMAT, 1982.

MATSUMURA, O; SAKUMA, Y.; TAKECHI, H. Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0.4C-1.5Si-0.8Mn steels. **Transactions ISIJ**, v. 27, nº 7, p. 570-579, 1987.

MIJOVILOVICH, A. et al. Mössbauer study of the retained austenitic phase in multiphase steels. **Materials Science and Engineering**, A283, p. 65-69, 2000.

MEI, P.R.; SILVA, A.L.C. **Aços e Ligas Especiais**. 2 ed. revista e ampliada, Editora Blücher, 646 p., 2006.

MUDRY, F.; LE BON, A.; BULTHÉ, R. **Les aciers: Hier, aujourd'hui et demain**. La Révue de Métallurgie, n. 11, p. 957-969. Novembro de 2004.

OWEN, W.S. Can a simple treatment help to ssve Detroit? **Metals Technology**, p. 1-13, jan. 1980.

PATEL, J.; COHEN, M. Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation. **Acta Metallurgica**, v.1, p. 531-538, 1953.

PEREIRA, M.S. **O efeito do revenimento da martensita sobre o comportamento em fadiga de um aço bifásico**. 1992. 135f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Faculdade de Engenharia-Câmpus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1992.

PEREIRA, M.S. **Caracterização microestrutural e mecânica de um aço multifásico, em consonância com o projeto ULSAB-AVC**. 138f. Tese (Livre Docência)-Faculdade de Engenharia-Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

PERLADE, A.; BOUAZIZ, O.; FURNÉMONT, Q. A physically based model for TRIP-aided carbon steels behavior. **Materials Science and Engineering A**, v. 356, p. 145-152, 2003.

PHILIP, T.V. Ultrahigh-Strength Steels. **Metals Handbook – ASM**, vol. 1, Properties and selection: Iron and Steels, 9 ed., 1978.

PICHLER, A.; STIASZNY, P. TRIP Steel with Reduced Silicon Content. **Steel Research**, v. 70, p. 459-465, 1999.

PURDY, G.R.; HILLERT, M. On the Nature of the Bainite Transformations in Steels. **Acta Metallurgica**, v. 32, p. 823-828, 1984.

REED-HILL, R.E.; ABBASCHIAN, R. **Physicall Metallurgy Principles**, 3 ed., Boston, PWS Pub. Co., 926 p., 1994.

ROS-YÁÑEZ, T.R.; HOUBAERT, Y.; MERTENS, A. Characterization of TRIP-Assisted Multiphase Steel Surface Topography by Atomic Force Microscopy. **Materials Characterization**, Oxford, v. 47, p. 93-104, 2001.

SACHDEV, A.K. Effect of Retained Austenite on the Yielding and Deformation Behavior of a Dual – Phase Steel. **Acta Metallurgica**, v. 31, p. 2037-2045, 1983.

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

SANTOS, P.R.G. **Estudo Do Processo De Transferência Da Tecnologia Do Programa Espacial Brasileiro Para A Indústria: O Caso Do Segmento Veículo Lançador De Satélites**, 58 f. Monografia de MBA-Depto. de Economia, Contabilidade, Administração e Secretariado-Universidade de Taubaté, Taubaté, 2001.

SANTOS, R. O Programa Nacional de Atividades Espaciais Frente aos Embargos Tecnológicos. **Parcerias Estratégicas**, nº 7, p. 117-130, 1999.

SCHRÖDER, T. Cooking Steel for the Cars of Tomorrow. **Max Planck Research**, v. 4, p. 36-41, 2004.

SPEER, J.G. Aços Avançados De Alta Resistência Para Aplicações Automotivas. **Metalurgia & Materiais**, v. 61, nº 553, p. 103-105, 2005

SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K. Recent Developments in Low-Carbon Sheet Steels. **JOM**, p. 19-24, 2002.

SUGIMOTO, K. et al. Retained Austenite Characteristics and Tensile Properties in a TRIP Type Bainitic Sheet Steel. **ISIJ International**, v. 40, nº 9, p. 902-908, 2000.

SUGIMOTO, K. et al. Warm stretch – formability of TRIP – aided Dual Phase sheet steels. **ISIJ International**, v. 35, n° 11, p. 1407-1414, 1995.

SUGIMOTO, K. et al. Effects of volume fraction and stability of TRIP – aided Dual – Phase Steels. **ISIJ International**, v. 32, n° 12, p. 1311-1318, 1992.

SUMITRO, S. et al. **Technical Paper**, Tokyo, 140-0013, (internet), 2003.

TAMURA, I. Deformation-Induced Martensitic Transformation and Transformation-Induced Plasticity Steels. **Met. Sci.**, v. 16, p. 245-252, 1982.

TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V. Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35A, p. 2331-2341, 2004.

TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V. Effect of Alloying Elements on the Microstructure-Property Relationship in Thermomechanically Processed C-Mn-Si TRIP Steels. **Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys**, ed B.C. De Cooman, GRIPS, Ghent, p. 153-158, 2002.

TOMITA, Y.; OKAWA, T. Effect of microstructure on mechanical properties of isothermally bainite-transformed 300M steel. **Materials Science and Engineering A**, v. A172, p. 145-151, 1993.

TOMITA, K.; OKITA, T.; NAKAOKA, K. **Transactions ISIJ**, v. 24, B363, 1984.

TRAIINT, S. et al. Influence of Silicon, Phosphorus, and Copper on the Phase Transformations of Low Alloyed TRIP-steels. **Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys**, ed B.C. De Cooman, GRIPS, Ghent, p. 121-128, 2002

ULSAB-AVC OVERVIEW REPORT. 2002. Disponível em <<http://www.ulsab-avc.org/index.html>>. Acesso em setembro de 2006.

VAN DER ZWAAG, S.; WANG, J. A Discussion on the Atomic Mechanism of the Bainitic Reaction in TRIP Steels. **Scripta Materialia**, v. 47, p. 169-173, 2002.

YI, J.J. et al. Role of Retained Austenite on the Deformation of an Fe-0.07C-1.8Mn-1.4Si Dual-Phase Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 14A, p. 1493-1499, 1983.

YOKOI, T. et al. Fatigue properties of high strength steels containing retained austenite. **JSAE Review**, v. 17, p. 210-212, 1996.

YOUNGBLOOD, J.L.; RAGHAVAN, M. Correlation of Microstructure with Mechanical Properties of 300M Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 8A, p. 1439-1448, 1977.

WANG, J; VAN DER ZWAAG, S. Stabilization mechanisms of retained austenite in Transformation-Induced-Plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32A, p. 1527-1539, 2001.

WIRTHL, E.; ANGERER, R.; HAUZENBERGER, K. Determination of the volume amount of retained in small specimens by magnetic measurements. **AISE**, Pittsburgh, PA, 2000.

ZACKAY, V.F. et al. The enhancement of ductility in high-strength steels, **Transactions of ASM**, v. 60, p. 252-259, 1967.

ZHAO, L. et al. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. **Materials Science & Engineering A**, v. A313, p. 145-152, 2001.

APÊNDICE A

O programa computacional desenvolvido pelo software Agilent VEE Pro 6.2 é responsável pela aquisição de dados da curva de histerese magnética obtida pelo osciloscópio digital. Com estes dados é traçada a curva característica da histerese e são determinados os seus parâmetros. O software Agilent VEE Pro 6.2 utiliza uma linguagem gráfica de programação que facilita a aquisição e manipulação dos dados.

Neste Apêndice apresenta-se o programa utilizado neste trabalho.

C:\Documents and Settings\leo\My Documents\VEE Programs\curva de histereze(1).vee

Tue 08/Aug/2006 10:52:28



Save File Name: C:\Documents and Settings\leo\My Documents\VEE Programs\curva de histereze(1).vee

Save File Last Revised: Tue Aug 08 10:14:53 2006

Save File Format: 2.1

/ES Pro Revision: 6.7

Execution mode: VEE 6 Execution Mode

Program Explorer Overview

- curva de histereze(1).vee

- Main
 - centra
 - set up

I/O Configuration

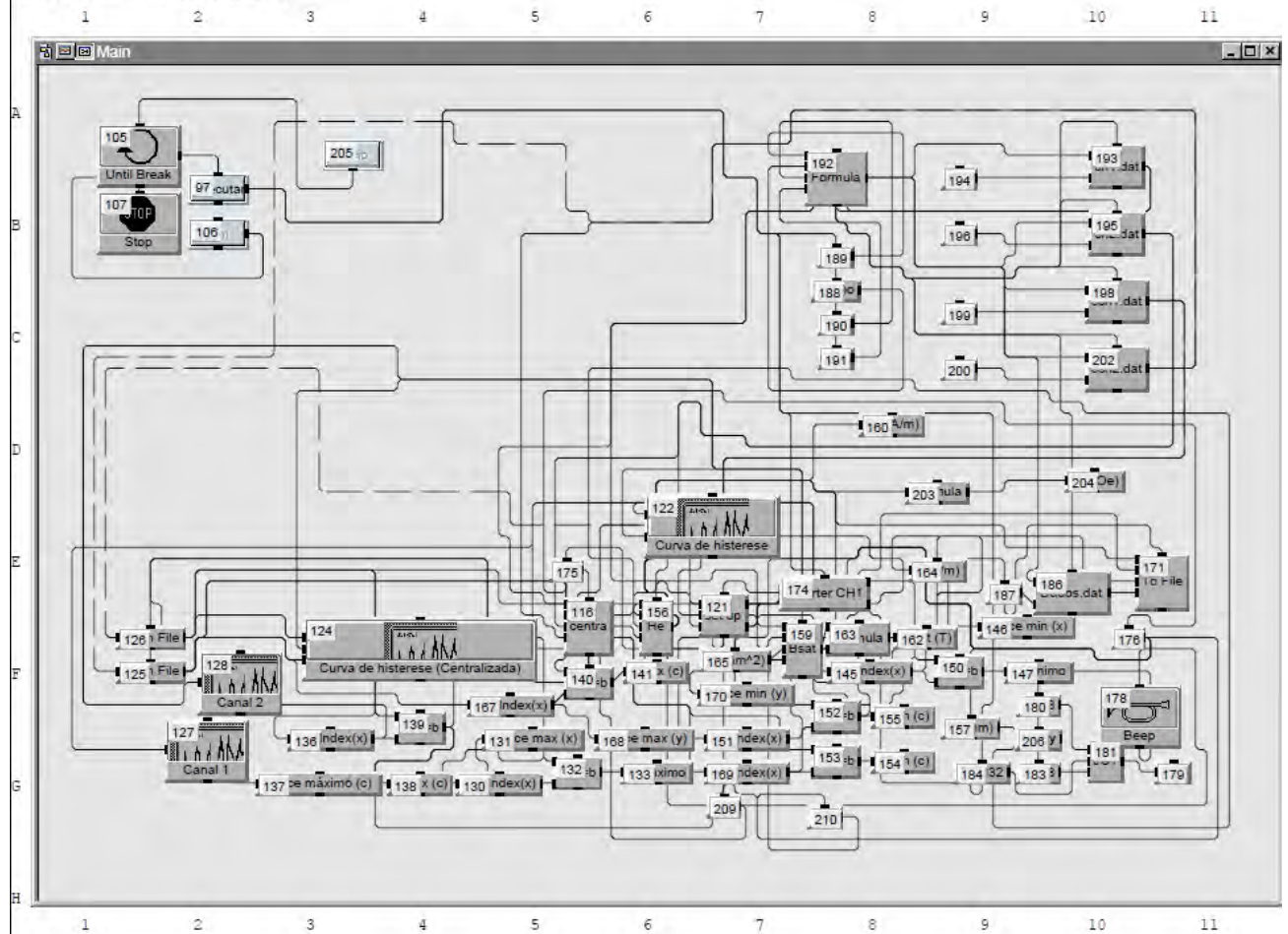
- Embedded Configuration (curva de histereze(1).vee)

- GP167
 - newInstrument(hp54610b@708)
 - newInstrument2(hc872Des@716)
 - newInstrument3(@717)

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

2

Main (M): Detail View, Total Objects: 74



Main "Main"

```

- 97 at: B2 OK "Executar" is added to panel
- 105 at: A1 Until Break "Until Break"
- 106 at: B2 OK "Fim" is added to panel
  - Assign to Enter Button: false
  - Assign to Escape Button: false
- 107 at: B1 Stop "Stop"
  - Exit code: 0
- 116 at: E5 UserObject "centra"
- 121 at: E7 UserObject "set up"
- 122 at: E6 X vs Y Plot "Curva de histerese" is added to panel
- 124 at: F4 X vs Y Plot "Curva de histerese (Centralizada)" is added to panel
- 125 at: F1 From File "From File"
  - Transactions: READ TEXT x REAL64 ARRAY:
- 126 at: F1 From File "From File"
  - Transactions: READ TEXT x REAL64 ARRAY:
- 127 at: G2 Y Plot "Canal 1" is added to panel
- 128 at: F2 Y Plot "Canal 2" is added to panel
- 130 at: G5 Formula "maxIndex(x)"
  - Formula: maxIndex(x)
- 131 at: F5 AlphaNumeric "indice max (x)" is added to panel
- 132 at: G5 Formula "a[2]=b"
  - Formula: c=a[b]
- 133 at: G6 AlphaNumeric "x máximo"
- 136 at: F3 Formula "maxIndex(x)"
  - Formula: maxIndex(x)
- 137 at: G3 AlphaNumeric "indice máximo (c)"
- 138 at: G4 AlphaNumeric "x max (c)" is added to panel
- 139 at: F4 Formula "a[2]=b"

```

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

```

| Formula: c=a[b]
| 140 at: F5 Formula "a[2]=b"
| Formula: c=a[b]
| 141 at: F6 AlphaNumeric "y max (c)" is added to panel
| 145 at: F8 Formula "minIndex(x)"
| Formula: minIndex(x)
| 146 at: E9 AlphaNumeric "indice min (x)" is added to panel
| 147 at: F9 AlphaNumeric "x minimo"
| 150 at: F9 Formula "a[2]=b"
| Formula: c=a[b]
| 151 at: F7 Formula "minIndex(x)"
| Formula: minIndex(x)
| 152 at: F8 Formula "a[2]=b"
| Formula: c=a[b]
| 153 at: G8 Formula "a[2]=b"
| Formula: c=a[b]
| 154 at: G8 AlphaNumeric "y min (c)" is added to panel
| 155 at: F8 AlphaNumeric "x min (c)" is added to panel
| 156 at: E6 Formula "He"
| Formula: 2 lines.
| {np*((vmax-vmin)/x)}/0.03
| 157 at: F9 Constant "R(ohm)" is added to panel
| 159 at: F7 Formula "Bsat"
| Formula: 2 lines.
| {0.001*(vmax+abs(vmin))}/(ns*a*0.000002)
| 160 at: D8 AlphaNumeric "He (A/m)" is added to panel
| 162 at: F8 AlphaNumeric "B sat (T)" is added to panel
| 163 at: F8 Formula "Formula"
| Formula: a/b
| 164 at: E8 AlphaNumeric "u (H/m)" is added to panel
| 165 at: F7 Constant "A (mm^2)" is added to panel
| 167 at: F5 Formula "maxIndex(x)"
| Formula: maxIndex(x)
| 168 at: F6 AlphaNumeric "indice max (y)" is added to panel
| 169 at: G7 Formula "minIndex(x)"
| Formula: minIndex(x)
| 170 at: F7 AlphaNumeric "indice min (y)" is added to panel
| 171 at: E10 To File "To File"
| Transactions: WRITE TEXT "He= ", a, " B sat= ", b, " u= ", c EOL
| 174 at: E7 Selection Control "Inverter CH1" is added to panel
| 175 at: E5 Do "Do"
| 176 at: F10 Do "Do"
| 178 at: F10 Beep "Beep"
| Frequency: 100
| Duration: 1
| Volume: 100
| 179 at: G11 ColorAlarm "C.A." is added to panel
| Low Limit: 0.33
| High Limit: 0.66
| High Text: "Frente"
| Mid Text: "Ejecutando"
| Low Text: "Parado"
| 180 at: F9 Constant "UInt8"
| 181 at: G10 Junction "JCT"
| 183 at: G9 Constant "UInt8"
| 184 at: G9 Constant "Real32"
| 186 at: E10 Formula "Datos.dat"
| Formula: A+B
| 187 at: E9 Text Constant "Text"
| 188 at: B8 Text Constant "Grupo" is added to panel
| 189 at: B8 Text Constant "Text"
| 190 at: C8 Text Constant "Text"
| 191 at: C8 Text Constant "Amostra" is added to panel
| 192 at: A8 Formula "Formula"
| Formula: D+A+B+C
| 193 at: A10 Formula "ch1.dat"
| Formula: A+B
| 194 at: A9 Text Constant "Text"
| 195 at: B10 Formula "ch2.dat"
| Formula: A+B
| 196 at: B9 Text Constant "Text"
| 198 at: C10 Formula "och1.dat"

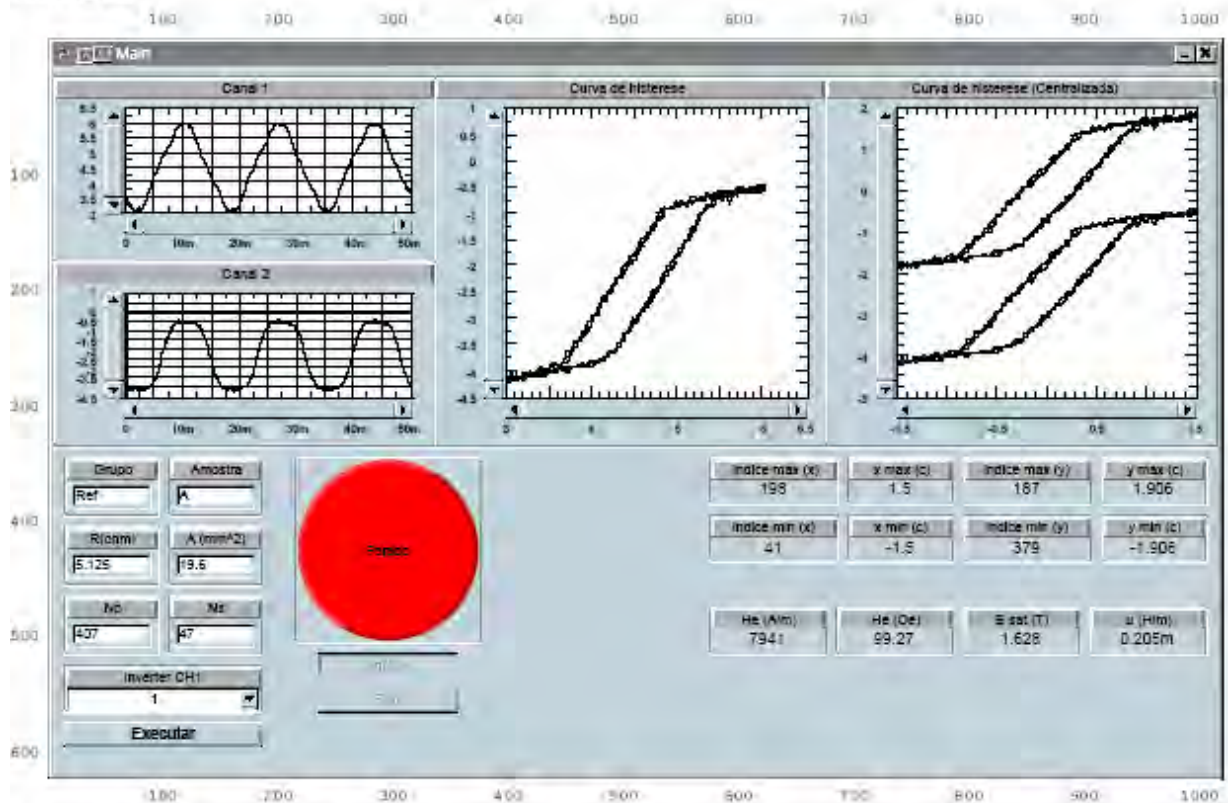
```

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

```
|  Formula: A+B
| 199 at: C9  Text Constant "Text"
| 200 at: C9  Text Constant "Text"
| 202 at: C10  Formula "ech2.dat"
|  Formula: A+B
| 203 at: D8  Formula "Formula"
|  Formula: A/80
| 204 at: D10  AlphaNumeric "He (Oe)" is added to panel
| 205 at: A3   Start "Inicio" is added to panel
| 206 at: F9   Delay "Delay"
|  Delay: 1.5
| 209 at: G7   Constant "Np" is added to panel
| 210 at: G7   Constant "Ns" is added to panel
```

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

Main: Panel View



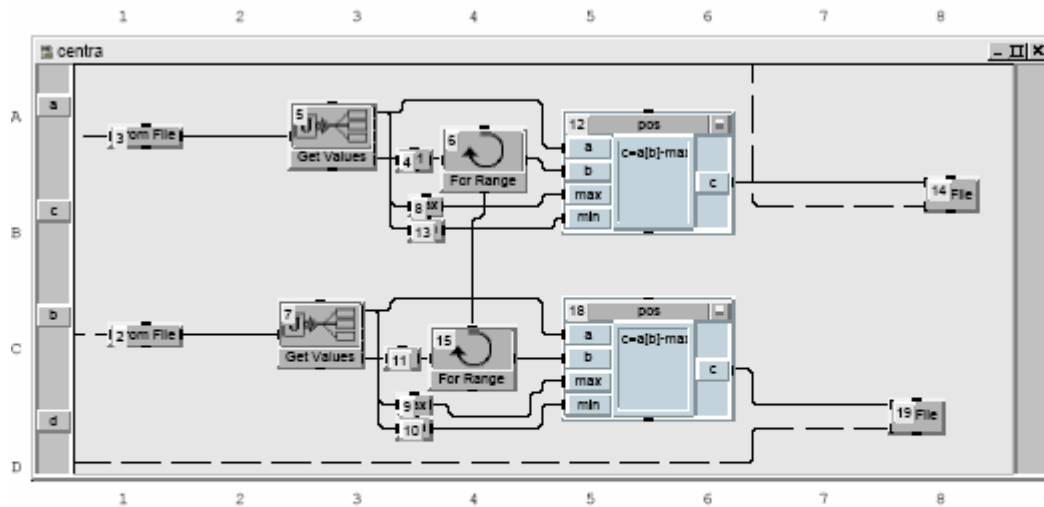
```

PanelView "Main" (w=1011, h=615)
127: X vs Y Plot "Curva de histerease" (x=330, y=410) (w=441, h=321)
128: X vs Y Plot "Curva de histerese (Centralizada)" (x=670, y=410) (w=441, h=321)
129: Y Plot "Canal 1" (x=0, y=10) (w=331, h=161)
130: Y Plot "Canal 2" (x=0, y=170) (w=331, h=161)
131: Text Constant "Grupo" (x=10, y=340) (w=81, h=51)
132: Text Constant "Amostra" (x=100, y=340) (w=81, h=51)
133: Constant "Ricoam" (x=10, y=400) (w=81, h=51)
134: Constant "A (mT)" (x=100, y=400) (w=81, h=51)
135: AlphaNumeric "y max (c)" (x=950, y=340) (w=91, h=41)
136: AlphaNumeric "indice max (y)" (x=790, y=340) (w=111, h=41)
137: AlphaNumeric "x max (c)" (x=690, y=340) (w=91, h=41)
138: AlphaNumeric "indice max (x)" (x=570, y=340) (w=111, h=41)
139: AlphaNumeric "y min (c)" (x=950, y=390) (w=91, h=41)
140: AlphaNumeric "indice min (y)" (x=790, y=390) (w=111, h=41)
141: AlphaNumeric "x min (c)" (x=690, y=390) (w=91, h=41)
142: AlphaNumeric "indice min (x)" (x=570, y=390) (w=111, h=41)
143: AlphaNumeric "Hs (A/m)" (x=900, y=470) (w=101, h=41)
144: AlphaNumeric "B sat (T)" (x=790, y=470) (w=101, h=41)
145: AlphaNumeric "He (Oe)" (x=690, y=470) (w=101, h=41)
146: AlphaNumeric "He (A/m)" (x=570, y=470) (w=101, h=41)
147: Start "Inicio" (x=230, y=510) (w=121, h=21)
148: ColorAlarm "C.A." (x=810, y=340) (w=161, h=161)
149: OK "Fin" (x=230, y=540) (w=121, h=21)
150: Constant "Nb" (x=100, y=460) (w=81, h=51)
151: Constant "Nr" (x=10, y=480) (w=81, h=51)
152: OK "Executar" (x=10, y=570) (w=171, h=21)
153: Selection Control "Inverter CH" (x=10, y=620) (w=131, h=41)

```

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

Main: centra (M.116): Detail View, Total Objects: 16



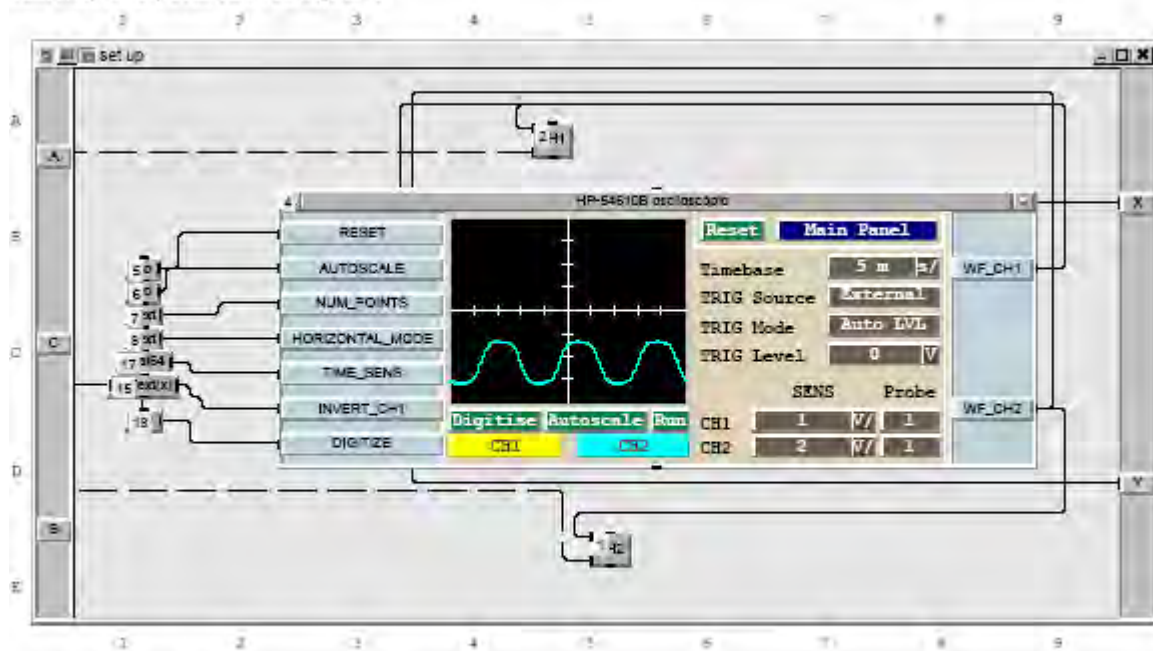
```

UserObject "centra"
  2 at: C1 From File "From File"
  | Transactions: READ TEXT x REAL64 ARRAY:*
  3 at: A1 From File "From File"
  | Transactions: READ TEXT x REAL64 ARRAY:*
  4 at: A3 Formula "A-1"
  | Formula: A-1
  5 at: A3 Get Values "Get Values"
  | Formula: Ary
  6 at: A4 For Range "For Range"
  | From Value: 0
  | Thru Value: 999
  | Step Value: 1
  7 at: C3 Get Values "Get Values"
  | Formula: Ary
  8 at: B3 Formula "max"
  | Formula: max(x)
  9 at: C3 Formula "max"
  | Formula: max(x)
  10 at: D3 Formula "min"
  | Formula: min(x)
  11 at: C3 Formula "A-1"
  | Formula: A-1
  12 at: A5 Formula "pos"
  | Formula: c=a[b]-max+((max-min)/2)
  13 at: B3 Formula "min"
  | Formula: min(x)
  14 at: B8 To File "To File"
  | Transactions: WRITE TEXT a EOL
  15 at: C4 For Range "For Range"
  | From Value: 0
  | Thru Value: 999
  | Step Value: 1
  18 at: C5 Formula "pos"
  | Formula: c=a[b]-max+((max-min)/2)
  19 at: C8 To File "To File"
  | Transactions: WRITE TEXT a EOL

```

Tue 08/Aug/2006 10:52:28

Main: set up (M.121): Detail View, Total Objects: 10



```

UserObject "set up"
1 at: E2 To File "CH2"
└─ Transactions: WRITE TEXT & EOL
2 at: A2 To File "CH1"
└─ Transactions: WRITE TEXT & EOL
4 at: C2 State Driver "HP-54610B oscilloscope"
5 at: B1 Do "Do"
6 at: B1 Do "Do"
7 at: C1 Text Constant "Test"
8 at: C1 Text Constant "Test"
15 at: C1 Formula "asTest(x)"
└─ Formula: asTest(x)
17 at: C1 Constant "Real84"
18 at: C1 Do "Do"

```

APÊNDICE B

SOFTWARE IMAGE J

De acordo com a norma ASTM E1382, as imagens foram capturadas com a coloração natural que os reagentes proporcionam. A resolução foi de 640 x 480 *pixels*. Porém, para as amostras atacadas com o metabissulfito de sódio, por processamento digital, foram obtidas imagens em tons de cinza para que fosse realizada uma análise quantitativa na microestrutura.

Para cada tratamento térmico, foram preparadas amostras em que foram capturadas no mínimo 20 campos (imagens). A esta pilha de imagens foi aplicada uma rotina de processamento para o cálculo quantitativo da fase austenita retida

O *Image J* é um programa processador de imagens de domínio público escrito em Java, inspirado no NIH Image para o Macintosh. Pode apresentar, editar, analisar, processar, salvar e imprimir imagens em 8-bits, 16-bits e 32-bits, e ler muitos formatos da imagem incluindo TIFF, GIF, JPEG, BMP, DICOM, FITS e RAW. Suporta pilhas, i.e., uma série das imagens que compartilham uma única janela. É *multithreaded*, isto é, executa várias tarefas em paralelo, de forma que operações lentas tais como a leitura de um arquivo de imagem possam ser executadas simultaneamente a outras operações.

Pode calcular valores de áreas e estatísticas em regiões de seleção de *pixels* definidas pelo usuário, medir distâncias e ângulos, criar histogramas de densidade e plotar perfis de linhas. Suporta funções padronizadas de processamento de imagem, tais como manipulação de contraste, realce, suavização, detecção de borda e filtro de mediana.

Faz transformações geométricas tais como escalonamento, rotação e inversão. A imagem pode ser ampliada até 32:1 e reduzida até 1:32. Todas as análises e funções de processamento estão disponíveis para qualquer fator de ampliação. O programa suporta qualquer número de janelas (*windows*) simultaneamente, sendo limitado somente pela quantidade de memória disponível. A calibração espacial está disponível para fornecer medidas dimensionais no mundo

real em unidades como milímetros. A escala de calibração de densidade ou cinza também está disponível.

O *Image J* foi projetado com uma arquitetura aberta que fornece a ampliação através de *plugins* em Java. *Plugins* para aquisição, análise e processamento de acordo com as necessidades podem ser desenvolvidos utilizando-se o editor e o compilador Java embutidos no *Image J*. Os *plugins* escritos pelos usuários possibilitam solucionar quase todos os problemas de processamento ou de análise de imagem. O *Image J* está sendo desenvolvido utilizando-se o seu editor e seu compilador Java, assim como a IDE da Metrowerks CodeWarrior. O código fonte está disponível livremente. O autor, Wayne Rasband (wayne@codon.nih.gov), trabalha no Research Services Branch, National Institute of Mental Health, Bethesda, Maryland, USA.

A Figura 83 apresenta a barra de menu do software *Image J*.

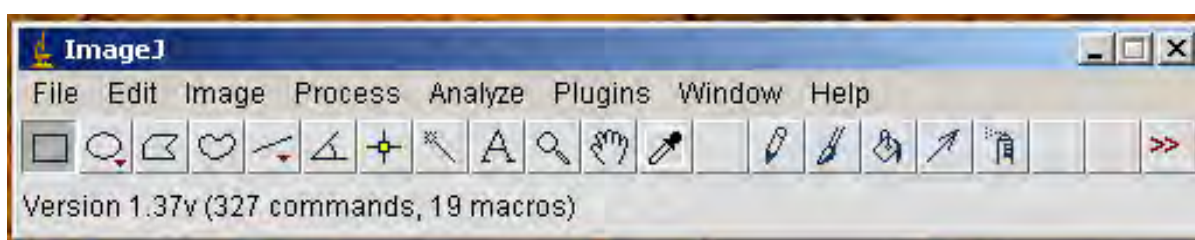


Figura 83 – Barra de menu do *Image J*

A seguir, apresentam-se as etapas partindo dessa barra de menu para análises das amostras com a técnica de metabissulfito de sódio:

1. *File*
2. *Import*
3. *Image Sequence*
4. *Process*
5. *Enhance contrast*
6. *Image*
7. *Duplicate*

8. *Image*
9. *Type*
10. *8 Bits*
11. *Adjust*
12. *Threshold]*
13. *Analyze*
14. *Set Measurement*
15. *Analyze Particle*

Por meio dessas etapas obtêm-se os resultados para cada amostra com o software *Image J*.

ANEXO 1

RELATÓRIO DE ANÁLISE QUÍMICA

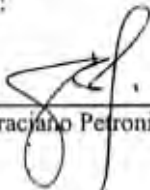
	MINISTÉRIO DA DEFESA COMANDO DA AERONÁUTICA DEPARTAMENTO DE PESQUISAS E DESENVOLVIMENTO – DEPED CENTRO TÉCNICO AEROESPACIAL – CTA INSTITUTO DE AERONÁUTICA E ESPAÇO – IAE DIVISÃO DE MATERIAIS – AMR	AMR-LAQ
RELATÓRIO DE ANÁLISE QUÍMICA		EDIÇÃO/REVISÃO: 1/0
		FOLHA Nº: 1/3

LABORATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS

Rel nº: 4010-AMR-L/2003

Data de Emissão: 25/09/2003

Elaborado por:


 Sérgio Luis Graciano Petroni, Eng^o

Aprovado por:


 Dalcy Roberto dos Santos, Eng^o

A reprodução deste relatório depende da aprovação por escrito do laboratório emissor.

Os resultados deste relatório referem-se exclusivamente às amostras analisadas nas condições especificadas, não sendo extensivo a outros lotes.

Dúvidas, reclamações ou opiniões favoráveis, favor entrar em contato com o AMR-LAQ: tel (12) 3947-6442 ou fax (12) 3947-6405

IAE	RELATÓRIO DE ANÁLISE QUÍMICA	
AMR-LAQ	REL n°4010-AMR-L/2003	02/03

1) IDENTIFICAÇÃO DO SOLICITANTE

IAE/ADA

S/Ref.: PIS N° 48/ADA de 10/09/2003, Prot. COMAER 06-11/3618-E/03

N/Ref.: OS-AMR 084/2003

2) DATA DE RECEBIMENTO

16/09/2003

3) MATERIAL ANALISADO

Uma (01) amostra de aço.

4) OBJETIVO DA ANÁLISE

Determinação do teor de C, S, P, Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Al, V e Cu na amostra.

5) DOCUMENTOS APLICADOS

ASTM - E -39-84 – Silicon by the perchloric acid gravimetric method - Seção 67-73

ASTM - E -350-87 – Phosphorus by Molybdenum Blue Photometric Method - Seção 18-29

Flame Atomic Absorption Spectrometry - Analytical Methods (*Varian*)**6) CONDIÇÕES DE ANÁLISE**

As análises foram realizadas no Laboratório de Análises Químicas da Divisão de Materiais (AMR/LAQ). Foram utilizados o espectrômetro de absorção atômica AA 20 Plus da marca *Varian* e o analisador de C e S da marca *LECO* modelo CS 200. Foram utilizados os materiais de referência certificados IPT 29 e IPT 117 e o padrão de referência LECO 501-503.

6.1) Condições Ambientais: Temperatura na medição da massa = 25 ± 5 °C**7) PROCEDIMENTOS ADOTADOS**

Solubilização da amostra com água régia

Determinação do teor de C e S por combustão direta

Determinação do P por fotometria

Determinação do teor de Si por gravimetria

Demais elementos por espectrometria de absorção atômica

7.1) A amostra foi fornecida pelo cliente em quantidade suficiente*? (X) SIM () NÃO

Observação:

7.2) Desvio de metodologia ou procedimento com conhecimento do cliente: () SIM (X) NÃO

Especificar:

7.3) Informações adicionais solicitadas pelo cliente (X) SIM () NÃO

Especificar: Foi solicitado o enquadramento da liga.

* O laboratório não se responsabiliza quanto ao questionamento dos resultados finais obtidos caso tenha sido fornecida quantidade insuficiente de amostra para realização dos ensaios/análises e armazenagem

IAE AMR-LAQ	RELATÓRIO DE ANÁLISE QUÍMICA REL nº4010-AMR-L/2003	03/03
------------------------------	--	-------

8) RESULTADOS OBTIDOS

ELEMENTO	Valor Encontrado (%)
C	0,39
S	0,0005
P	0,009
Si	1,78
Mn	0,76
Cr	0,76
Ni	1,69
Mo	0,40
Al	0,003
V	0,08
Cu	0,14

9) CONCLUSÃO

A composição química da amostra analisada enquadra-se para o aço 300M, conforme norma AMS 6257. O teor de carbono atende à especificação considerando-se a tolerância de análise de verificação ($\pm 0,02\%$), conforme a norma AMS 2248 E.

10) COMENTÁRIOS E OPINIÕES (As opiniões e interpretações dos resultados expressas abaixo não fazem parte do escopo do credenciamento deste laboratório)

ANALISTA: 
Roseli de Fatima Cardoso, Téc.

RESPONSÁVEL: 
Sérgio Luis Graciano Petroni, Eng^o

ANEXO 2

PRÊMIOS OBTIDOS POR ESSE TRABALHO

