

GISÉLIA ALVES DE SOUZA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO MÉDIO
CARBONO E BAIXA LIGA (COM ESTRUTURA
BAINÍTICA/MARTENSÍTICA) VIA MICROSCOPIA ÓPTICA

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

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira
Co-orientador: Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto

Guaratinguetá
2008

| | |
|-------|--|
| S729c | <p>Souza, Gisélia Alves de Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga (com estrutura bainítica/martensítica) via microscopia óptica / Gisélia Alves de Souza.- Guaratinguetá : [s.n.], 2008 161f.:</p> <p>Bibliografia: f. 153-161 Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2008 Orientador: Prof. Dr. Dr. Marcelo dos Santos Pereira Co-Orientador: Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto</p> |
|-------|--|

1. Aço médio carbono 2. AISI 4340 I. Título

CDU 669.14

DADOS CURRICULARES

GISÉLIA ALVES DE SOUZA

| | |
|------------|---|
| NASCIMENTO | 21.11.1973 – SÃO BERNARDO DO CAMPO / SP |
| FILIAÇÃO | Sebastião Alves de Souza Apparecida Gasparotto de Souza |
| 1992/1999 | Curso de Graduação em Engenharia Mecânica Faculdade de Engenharia Campus de Guaratinguetá - UNESP |

Ao meu marido e companheiro Pedro, pelo amor, incentivo e paciência pela minha ausência.

Aos meus pais Sebastião e Aparecida pelos valiosos ensinamentos e educação que me proporcionaram, com tanto amor e carinho.

Aos meus irmãos Silvana e Arlindo que sempre torceram pelas minhas conquistas.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho simboliza algumas difíceis escolhas que deparei em minha vida, mas que se tornaram imensamente compensadoras. Agradeço a Deus que me guiou nessas acertadas escolhas.

Agradeço ao meu orientador, *Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira*, pelo constante incentivo e dedicação, pelo auxílio, tanto técnico como emocional, pela sua orientação impecável, pois sem ela, este trabalho seria praticamente impossível.

Ao meu co-orientador, *Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto* (grande responsável por despertar meu imenso gosto pela pesquisa) agradeço por compartilhar sua experiência, pelo incentivo e contribuições ao trabalho.

À minha amiga *Cristina de Carvalho Ares Elisei*, por toda a colaboração.

Ao *Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein*, pela valiosa ajuda em microscopia óptica e processamento de imagens.

Ao *Dr. Antônio Jorge Abdalla*.

Ao *Dr. Olivério Moreira de Macedo Silva*, pelo auxílio com o reagente Contorno de Grão.

À Divisão de Materiais AMR/CTA, pela utilização de seus laboratórios, ao *Dr. Dalcy Roberto dos Santos* e ao sargento *Rogério Duque Gonçalves*.

À PROTERM TRATAMENTOS TÉRMICOS, pelos tratamentos térmicos realizados, através do *Engenheiro Luciano Micheletto*

À Escola de Engenharia de Lorena - EEL/USP, pela utilização de seus laboratórios, em especial ao *Prof. Dr. Carlos Antônio Reis Pereira Baptista*.

Aos funcionários do Departamento de Materiais e Tecnologia, *Humberto Lopes Rodrigues, Célio José de Souza, Wilson Roberto Monteiro, Ely de Almeida Fortinato, Odir Vieira da Silva, José Manuel Bernardes, Manuel Francisco dos Santos Filho e Domingos Hasmann Neto*, pelo apoio e colaboração.

Ao Departamento de Química – FEG/UNESP pelo auxílio e fornecimento dos reagentes para ensaios metalográficos, em especial à *Conceição Aparecida Matsumoto Dutra*.

Aos alunos da graduação *Ana Beatriz Fantinati Lucente e Lucas Mattos Rodrigues Alves* pela colaboração na metalografia.

As funcionárias da biblioteca, *Ana Maria Ramos Antunes e Rosana Maria Pereira Maciel* pelo fornecimento dos artigos técnicos solicitados.

Este trabalho contou com apoio da CAPES.

“Embora ninguém possa voltar atrás e fazer um novo começo, qualquer um pode começar agora a fazer um novo fim”.

Atribuído a Chico Xavier

SOUZA, G. A. **Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga com estrutura bainítica/martensítica, via microscopia óptica.** 2008. 161f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

RESUMO

Este trabalho investiga os constituintes de um aço médio carbono e baixa liga com estrutura bainítica/martensítica, obtida através de tratamento isotérmico em baixas temperaturas, a 336 °C e 286 °C (próximas à temperatura de transformação martensítica), utilizando-se da microscopia óptica e de processamento metalográfico com os reagentes nital, LePera, LePera Modificado e solução aquosa à base de metabissulfito de sódio, para análise qualitativa e quantitativa das fases presentes. O ataque químico com nital foi eficiente na identificação da fase bainita, revelada com coloração marrom escuro ou preta, porém tornou difícil a distinção entre as fases martensita e austenita retida. Da mesma forma, através do ataque químico LePera foi possível a observação da fase bainita na coloração marrom escuro ou preta e o constituinte martensita-austenita retida com tonalidade clara. O reagente LePera Modificado mostrou-se mais eficiente do que o reagente LePera, principalmente para estruturas constituídas quase que totalmente pela estrutura bainítica, apresentando maior nitidez na identificação da fase bainita, revelada na coloração marrom, e do constituinte formado pelas fases martensita e austenita retida (em tonalidade clara). O ataque químico com reagente à base de metabissulfito de sódio permitiu a caracterização da austenita retida (observada em tonalidade branca). Também utilizou-se o reagente Contorno de Grão para revelar o contorno de grão da estrutura austenita, formada previamente na zona de austenitização. Uma combinação do reagente Contorno de Grão e reagente nital permitiu a visualização da nucleação e crescimento das ripas da bainita a partir dos contornos de grãos austeníticos.

PALAVRAS-CHAVE: caracterização microestrutural, bainita, martensita, AISI 4340.

SOUZA, G. A. **Microestrutural characterization of the medium carbon and low alloy steel with mixed structure bainite/martensite, by optical microscopy.** 2008. 161 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

ABSTRACT

This work investigated the microstructures of the medium carbon and low alloy steel with mixed structure bainite/martensite, obtained through isothermal treatment in low temperatures (close to the temperature of martensitic transformation) to 336 °C and 286 °C, by optical microscopy and metallographic methods with the etchings nital, LePera, LePera Modified and sodium metabisulfite reagent for qualitative and quantitative analysis of the present phases. The etching with nital was efficient in the identification of the bainite, revealed with brown darkness or black coloration; however it turned difficult the distinction between the martensite and retained austenite. In the same way, through the color tint etching with LePera reagent was possible the observation of the bainite in the brown darkness or black coloration and the martensite-austenite in the clear or straw-colored. Etching technique LePera Modified was more efficient than the LePera, mainly for microstructure constituted almost that totally for the bainitic structure, producing better color contrast in the identification of the bainite, revealed in the brown coloration, and the martensite-retained austenite (in white). The etching with sodium metabisulfite reagent allowed the characterization of the retained austenite (appears as small bright white particles). The Austenite Grain Boundary reagent was used to reveal the grain boundaries prior-austenite. A combination of the Austenite Grain Boundary reagent and nital reagent allowed the observation of the nucleation and growth of the laths of the bainite from the grain boundaries prior-austenite.

KEYWORDS: microstructural characterization, bainite, martensite, AISI 4340.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| FIGURA 1.1 - Curvas de resfriamento e evolução das microestruturas na produção de Aços Avançados de Alta Resistência (ARMCO, 2006) | 28 |
| FIGURA 1.2 - Aços de alta resistência, conforme conceito de classificação do projeto ULSAB (ARMCO, 2006) | 29 |
| FIGURA 2.1 - Diagrama de transformação isotérmica para um aço AISI 4340: A, austenita; B, bainita; P, perlita; M, martensita; F, ferrita (CALLISTER, 2002) | 39 |
| FIGURA 2.2 - Representação esquemática de um diagrama TTT de um aço eutetóide, ilustrando a região de transformação da bainita (CALLISTER, 2000) | 41 |
| FIGURA 2.3 - Exemplos de aplicações de aços com microestrutura constituída de bainita livre de carbonetos. (a) Torpedo transportador de 300 toneladas. (b) Trilhos de ferrovia na Suíça de aço bainítico livre de carbonetos (c) Ferrovia Nacional da França usando trilhos com aço bainítico livre de carbonetos (BHADESHIA, 2005) | 44 |
| FIGURA 2.4 - Distribuição das partículas de cementita entre as placas de bainita superior (Aço AISI 4340) (BHADESHIA, 2001). | 48 |
| FIGURA 2.5 - (a) Bainita inferior obtida por transformação isotérmica por um período curto de tempo (435 °C, 10 min). Mostra as partículas de cementita dentro das placas de ferrita, sem precipitação entre as placas. (b) a mesma amostra após tempo de tratamento térmico prolongado em | |

| | |
|---|----|
| temperatura de transformação isotérmica (435 °C, 30 min), provocando a precipitação de carbonetos entre as placas de ferrita (BHADESHIA, 2001) | 49 |
| FIGURA 2.6 - Efeito do teor de carbono na temperatura de transição da bainita superior para a bainita inferior (PICKERING, 1967)..... | 52 |
| FIGURA 2.7 - Representação dos estágios de formação de bainita (MATSUDA; BHADESHIA, 2004) | 54 |
| FIGURA 2.8 - Representação esquemática da transição da bainita superior para a bainita inferior (BHADESHIA, 1999) | 57 |
| FIGURA 2.9 - Fotomicrografias da bainita inversa em um aço hipereutetóide: (a) Microscopia óptica, (b) Micrografia de transmissão eletrônica (BHADESHIA, 2001)..... | 58 |
| FIGURA 2.10 - Bainita granular em um aço Fe-0,15C-2,25Cr-0,5Mo, % em peso. (a) micrografia obtida em microscópio óptico, (b) correspondente micrografia de transmissão eletrônica (BHADESHIA, 2001) | 59 |
| FIGURA 2.11 - Microscopia eletrônica mostrando uma colônia de bainita colunar de uma amostra em aço Fe-0,82C (% em peso) sujeita a transformação isotérmica a 288 °C e a pressão de 30 Kbar (BHADESHIA, 2001) | 60 |
| FIGURA 2.12 - Representação esquemática das diferenças morfológicas entre a ferrita acicular e a bainita (BHADESHIA, 2001)..... | 61 |
| FIGURA 2.13 - Micrografia de transmissão eletrônica mostrando as placas de ferrita acicular (BHADESHIA, 2001)..... | 61 |

- FIGURA 2.14 - Micrografias ópticas de um aço AISI 4340 submetido a resfriamento contínuo. Amostras atacadas com 5% de ácido pícrico diluído em álcool. As regiões brancas e pretas representam a bainita e a martensita, respectivamente (TOMITA, 1994)..... 67
- FIGURA 2.15 - Ataque químico com picral revelando a distribuição de cementita em aços de ultra baixo carbono (CAPDEVILA et al., 2006) 67
- FIGURA 2.16 - Micrografias ópticas mostrando as estruturas bainita e martensita e os contornos de grãos austeníticos revelados por ataque químico á base de solução aquosa supersaturada de ácido pícrico (TOMITA; OKABAYASHI, 1983)..... 68
- FIGURA 2.17 - Micrografias de dois diferentes aços multifásicos após ataque químico adaptado da técnica de LePera. F, ferrita (verde-azulada); B, bainita (marrom); MA, constituinte martensita e austenita retida (branco). (a) Aço A (0,11C-1,50Si-1,53Mn, % em peso) e (b) Aço B (0,27C-1,40Si-1,40Mn, % em peso) (GIRAULT et al.,1998) 71
- FIGURA 2.18 - Micrografia de dois diferentes aços multifásicos após ataque químico adaptado da técnica de LePera mostrando a fase ferrita com coloração marrom clara. (a) Aço C (0,12C-0,78Si-1,51Mn, % em peso) e (b) Aço C (0,18C-0,39Si-1,30Mn) (GIRAULT et al.,1998) 71
- FIGURA 2.19 – Pré-ataque químico com reagente nital 2% e ataque químico com reagente LePera, as áreas brancas correspondem ao constituinte martensita e austenita e os pontos pretos são as partículas de cementita (SILVA; LOPES; SANTOS, 2006)..... 72
- FIGURA 2.20 - Ataque químico com nital 2% e reagente LePera. α é ferrita, P é perlita, B é bainita e M é martensita. Amostras de aço carbono resfriadas

continuamente (taxa de resfriamento de 0,1 °C/s) a partir das seguintes temperaturas: A (720 °C), B (745 °C) e C (840 °C) e para a taxa de resfriamento de 1 °C/s, a partir das seguintes temperaturas: D (725 °C), E (750 °C) e F (860 °C) (OLIVEIRA; ANDRADE; COTA, 2007) 73

FIGURA 2.21 - Micrografias obtidas a partir da técnica *heat-tinting*. As diferentes fases são identificadas na figura da seguinte forma: PF (ferrita poligonal), RA (austenita retida), M (martensita) e BF (ferrita bainítica). Micrografias (a) C-Mn-Si sem adição de Nb, (b) aço C-Mn-Si-Nb, (c) aço C-Mn-Si após deformação e (d) aço C-Mn-Si-Nb após deformação (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004)..... 74

FIGURA 3.1 - Diagrama Fe-C representando o resfriamento do aço a partir da temperatura de austenitização a 850 °C (CALLISTER, 2002) 78

FIGURA 3.2 - Representação esquemática do tratamento isotérmico acima da temperatura Ms (CALLISTER, 2002)..... 80

FIGURA 3.3 - Representação esquemática do tratamento isotérmico abaixo da temperatura Ms (CALLISTER, 2002). 81

FIGURA 3.4 - Representação esquemática do tratamento térmico de têmpera e revenimento. 82

FIGURA 3.5 - Forno banho de sal utilizado na austenitização a 850 °C. 83

FIGURA 3.6 - Forno banho de sal utilizado nos tratamentos isotérmicos a 286 °C e 336 °C. 84

FIGURA 3.7 - Forno mufla utilizado nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento. 84

| | |
|---|-----|
| FIGURA 4.1 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita)..... | 97 |
| FIGURA 4.2 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita)..... | 98 |
| FIGURA 4.3 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 3 (850° C / 336 °C / 300 s). B (bainita), M (martensita)..... | 99 |
| FIGURA 4.4 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). | 100 |
| FIGURA 4.5 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita)..... | 102 |
| FIGURA 4.6 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita)..... | 102 |
| FIGURA 4.7 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). B (bainita), M (martensita)..... | 103 |
| FIGURA 4.8 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). B (bainita), MA (constituente martensita-austenita retida). | 103 |
| FIGURA 4.9 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 9 (Temperado e Revenido)..... | 104 |
| FIGURA 4.10 - Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 10 (Estado fornecido). F (ferrita), P (perlita)..... | 105 |

| | |
|--|-----|
| FIGURA 4.11 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). | 107 |
| FIGURA 4.12 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). | 108 |
| FIGURA 4.13 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). | 108 |
| FIGURA 4.14 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). | 109 |
| FIGURA 4.15 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). | 111 |
| FIGURA 4.16 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida) | 111 |
| FIGURA 4.17 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). | 112 |
| FIGURA 4.18 - Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). | 112 |

| | |
|--|-----|
| FIGURA 4.19 - Ataque com reagente LePera Modificado. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida)..... | 115 |
| FIGURA 4.20 - Ataque com reagente LePera Modificado. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). MA (constituente martensita e austenita retida). | 116 |
| FIGURA 4.21 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). | 118 |
| FIGURA 4.22 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s)..... | 118 |
| FIGURA 4.23 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s)..... | 119 |
| FIGURA 4.24 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s)..... | 119 |
| FIGURA 4.25 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). | 120 |
| FIGURA 4.26 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s)..... | 120 |
| FIGURA 4.27 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s)..... | 121 |
| FIGURA 4.28 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s)..... | 121 |

| | |
|--|-----|
| FIGURA 4.29 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 9 (temperado e revenido). | 122 |
| FIGURA 4.30 - Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 1000x. Condição 10 (estado fornecido). | 123 |
| FIGURA 4.31 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita)..... | 124 |
| FIGURA 4.32 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita)..... | 125 |
| FIGURA 4.33 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). B (bainita), M (martensita)..... | 126 |
| FIGURA 4.34 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). | 126 |
| FIGURA 4.35 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). | 127 |
| FIGURA 4.36 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). | 128 |

| | |
|--|-----|
| FIGURA 4.37 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). | 128 |
| FIGURA 4.38 - Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). | 129 |
| FIGURA 4.39 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). AR (austenita retida). | 131 |
| FIGURA 4.40 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). AR (austenita retida). | 132 |
| FIGURA 4.41 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). AR (austenita retida). | 132 |
| FIGURA 4.42 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). AR (austenita retida). | 133 |
| FIGURA 4.43 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). AR (austenita retida). | 134 |
| FIGURA 4.44 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). AR (austenita retida). | 134 |
| FIGURA 4.45 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). AR (austenita retida). | 135 |
| FIGURA 4.46 - Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). AR (austenita retida). | 135 |

| | |
|--|-----|
| FIGURA 4.47 - Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação, utilizando-se o <i>software Image J</i> , de uma fotomicrografia na condição 6 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com nital 2%..... | 137 |
| FIGURA 4.48 - Imagem binária utilizada pelo <i>software Image J</i> para a quantificação da fração volumétrica. Imagem resultante da segmentação da fase bainita (área escura) e constituinte MA (regiões brancas) de uma fotomicrografia na condição 6 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com nital 2%..... | 138 |
| FIGURA 4.49 - Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação de uma fotomicrografia de uma amostra na condição 2 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com reagente LePera. | 139 |
| FIGURA 4.50 - Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação de uma fotomicrografia de uma amostra na condição 1 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio..... | 140 |
| FIGURA 4.51 - Variação da fração volumétrica da bainita em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida a partir dos ataques químicos com reagente nital e reagente LePera. | 143 |
| FIGURA 4.52 - Representação esquemática da Curva TTT do aço AISI 4340, mostrando prolongamento da linha de início de transformação da bainita para temperaturas inferiores à Ms (início de transformação martensítica) (Adaptado de CALLISTER, 2000). | 145 |

FIGURA 4.53 - Variação da quantidade de martensita em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida pela subtração do constituinte MA (a partir dos ataques químicos com reagente nital e reagente LePera) e austenita retida (a partir do ataque químico à base de metabissulfito de sódio). 146

FIGURA 4.54 - Variação da fração volumétrica da austenita retida em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida a partir do ataque químico à base de metabissulfito de sódio 148

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|-----|
| TABELA 2.1 - Propriedades mecânicas típicas de um aço AISI/SAE 4340 (temperado em óleo na temperatura de 845 °C) (ASM, 1985). | 38 |
| TABELA 2.2 - Termos usados para descrever a morfologia da bainita (BRAMFITT; SPEER, 1990). | 47 |
| TABELA 3.1 - Composição Química Padronizada do Aço AISI/SAE 4340 (ASM, 1990). | 75 |
| TABELA 3.2 - Principais características dos processos de ataques químicos. | 89 |
| TABELA 4.1 - Resultado da análise da composição química do aço utilizado neste trabalho. | 93 |
| TABELA 4.2 - Quantificação das fases presentes na microestrutura identificadas por meio de ataque químico com reagente nital 2%, LePera, LePera Modificado e solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio. | 141 |

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1. INTRODUÇÃO | 23 |
| 1.1. OBJETIVOS..... | 31 |
| 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 32 |
| 2.1. AÇOS ESTRUTURAIS..... | 32 |
| 2.1.1. Aços carbono | 33 |
| 2.1.2. Aços-liga | 35 |
| 2.1.3. Aços de ultra-alta resistência | 36 |
| 2.1.4. Aços AISI/SAE 4340 | 37 |
| 2.1.5. Diagramas de transformação isotérmica e de resfriamento contínuo | 38 |
| 2.2. ESTRUTURAS BAINÍTICAS..... | 40 |
| 2.2.1. Introdução | 40 |
| 2.2.2. Aplicações | 42 |
| 2.2.3. Definição e terminologia | 44 |
| 2.2.4. Morfologia | 47 |
| 2.2.4.1. Bainita superior..... | 47 |
| 2.2.4.2. Bainita inferior..... | 49 |
| 2.2.5. Transição da bainita superior para inferior | 51 |
| 2.2.6. Mecanismos de transformação da bainita | 52 |
| 2.2.6.1. Bainita superior..... | 53 |
| 2.2.6.2. Bainita inferior..... | 55 |
| 2.2.6.3. Mecanismos de transição da bainita superior para bainita inferior..... | 56 |
| 2.2.7. Outras formas de bainita | 57 |
| 2.2.7.1. Bainita inversa..... | 57 |
| 2.2.7.2. Bainita granular..... | 58 |
| 2.2.7.3. Bainita colunar..... | 59 |
| 2.2.7.4. Ferrita acicular..... | 60 |
| 2.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL..... | 63 |
| 2.3.1. Técnicas metalográficas para análise microestrutural | 63 |

| | |
|---|------------|
| 2.3.1.1. Ataques químicos corrosivos..... | 64 |
| 2.3.1.2. Ataques químicos <i>Tint Etching</i> | 68 |
| 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA..... | 75 |
| 3.1. MATERIAL..... | 75 |
| 3.2. AMOSTRAS..... | 76 |
| 3.3. TRATAMENTO TÉRMICO..... | 76 |
| 3.3.1. Seleção das rotas de tratamentos térmicos..... | 76 |
| 3.3.2. Execução dos tratamentos térmicos..... | 82 |
| 3.4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL..... | 85 |
| 3.4.1. Microscopia óptica..... | 85 |
| 3.4.1.1. Preparação das amostras metalográficas..... | 85 |
| 3.4.1.2. Ataque químico..... | 86 |
| 3.4.1.3. Obtenção e processamento das imagens metalográficas..... | 90 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES..... | 93 |
| 4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO MATERIAL..... | 93 |
| 4.2. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL..... | 93 |
| 4.2.1. Análise qualitativa..... | 93 |
| 4.2.1.1 Ataque químico: NITAL..... | 95 |
| 4.2.1.2. Ataque químico: LePera..... | 105 |
| 4.2.1.3. Ataque com Reagente LePera Modificado..... | 113 |
| 4.2.1.4. Contorno de Grão..... | 116 |
| 4.2.1.5. Reagente Contorno de Grão e Nital..... | 123 |
| 4.2.1.6. Metabissulfito de Sódio..... | 129 |
| 4.3. ANÁLISE QUANTITATIVA..... | 136 |
| 5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... | 150 |
| 5.1. CONCLUSÕES..... | 150 |
| 5.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... | 152 |
| REFERÊNCIAS..... | 153 |

1. INTRODUÇÃO

Voltando-se para um mundo antigo, em uma breve descrição cronológica da História, percebe-se que o surgimento dos metais foi determinante no modo de vida da nossa civilização.

Após 2.000 anos da descoberta do cobre e do bronze, o ferro passou a ser o novo metal a ser utilizado. Existem indícios da ocorrência e emprego deste material desde o segundo milênio antes de Cristo. Por longo período, permaneceu raro e dispendioso e seu uso só foi estabelecido tempos depois, por volta de 1200 a.C., início da Idade do Ferro (MILLER, 2002).

A princípio, o uso do cobre, depois do bronze e, posteriormente do ferro, foi difundindo-se pouco a pouco na evolução de culturas antigas, sem introduzir uma brusca modificação. Em meados da Idade do Ferro até o final da Idade Média, o ferro era feito em fornalha ou “forja para fiar o ferro”. Ocasionalmente resultava o aço, conhecido como “aço natural”. Porém, o que se obtinha de modo geral era o ferro doce e soldável, rico em escórias e impurezas. Considerado um metal raro, o ferro era empregado basicamente para fabricação de ferramentas, armas e armaduras (HISTORY OF FERROUS METALLURGY, 2008).

No final da era medieval, o emprego do ferro fundido, o uso do arame, cabos metálicos e de correias para transmissão mecânica, assim como o aperfeiçoamento das ligas metálicas começaram a mudar o cenário, com grande contribuição ao desenvolvimento de equipamentos técnicos.

Entretanto, foi a expansão da Revolução Industrial que modificou totalmente a metalurgia e o mundo. O uso de máquinas a vapor para injeção de ar em alto-forno, laminadores, tornos mecânicos e o aumento de produção transformaram o ferro e o aço no mais importante material de construção e outras inovações (BRAGA, 2003).

No século XIX, ainda durante a Revolução Industrial, o crescimento da indústria siderúrgica foi acelerado pelo imenso movimento de implantação de redes ferroviárias na Europa, onde a produção de ferro e aço surgia em uma escala nunca atingida anteriormente.

A partir do século XIX, um constante crescimento da produção de aço pôde ser visto através dos anos. A marca de um milhão de toneladas por ano foi atingida em 1876. Em 1926, já eram produzidos cerca de 100 milhões de toneladas/ano (BRAGA, 2003).

A atual demanda mundial do aço deve ainda apresentar grande crescimento. Segundo IISI - *International Iron and Steel Institute* (2006), o consumo global do aço deverá aumentar de 1.132 milhões de toneladas, registradas em 2005, para cerca de 1.201 milhões em 2010.

Dentro deste contexto, não seria surpresa constatar a existência de infinitas frentes de trabalho que investiram em desenvolvimento tecnológico e pesquisa científica voltados ao aprimoramento das propriedades e aplicações do aço.

Inovações tecnológicas buscam a substituição de processos convencionais, no sentido de modificar a microestrutura do material por meio de variações de composição química, por processamentos térmicos ou termomecânicos, visando um aperfeiçoamento das inúmeras características apresentadas pelos diferentes tipos de aços, tais como: maior resistência mecânica, maior resistência à fadiga, menor peso e custo, atendendo às exigências específicas do setor produtivo industrial.

Das modificações advindas de novos processamentos, um dos grandes desafios deparados é o conflito entre resistência mecânica e tenacidade, propriedades tipicamente excludentes.

Nas últimas décadas, observando-se pontos notáveis da evolução dos aços, percebem-se o reconhecimento da baixa tenacidade e baixa soldabilidade como fatores limitantes ao desempenho do material.

Frente à importância de obterem-se maiores níveis de resistência do aço, sem grandes perdas na tenacidade, grande foco foi dado ao tamanho do grão da microestrutura do material, com conseqüente desenvolvimento de aços com granulação mais fina (SILVA; MEI, 2006). Aumentos adicionais de resistência puderam ser obtidos nos aços de granulação fina através de endurecimento por precipitação, por meio da formação de carbonetos de vanádio, nióbio e titânio (SILVA; MEI, 2006). Além disso, a implantação de tratamentos termomecânicos, os quais efetuam significativas deformações em temperaturas inferiores à temperatura de recristalização, puderam proporcionar, ainda mais, o refinamento do grão (BARANI; ROMANO; PONGE; RAABE, 2006).

A adição intencional de elementos de liga propiciou aperfeiçoamentos significativos nas propriedades do aço, dando origem aos chamados aços microligas. Porém, a adição destes elementos correspondeu a considerável aumento de custo.

Com o surgimento da solda, estabeleceu-se a necessidade do controle do teor de microligas. Com relação à composição química, segundo Hashimoto (2004), houve uma tendência mundial de diminuir a quantidade de elementos de liga e também do teor de carbono.

Com a redução do teor de carbono, visto considerável vantagem em relação à soldabilidade do material, o teor de manganês foi aumentado, para compensar a perda da resistência, surgindo os aços C-Mn.

A evolução metalúrgica provocada por mecanismos de refino do grão e a maximização do aproveitamento de elementos de liga conduziram excelentes resultados de propriedades mecânicas, amplamente aplicadas na produção de aços para

tubulações (como oleodutos e gaseodutos), vasos de pressão, construção naval, construção automotiva etc.

A pesquisa e desenvolvimento tecnológico dos aços IF (*Interstitial-Free*), livre de intersticiais, iniciou-se na década de 70 (ELIAS; HOOK, 1970), com o objetivo de desenvolver chapas de aço com maior conformabilidade e soldabilidade. A estratégia adotada para elaboração destes aços foi a redução dos teores de intersticiais (para níveis na ordem de 15-20 ppm de C e 20-30 ppm de N) e a remoção destes elementos de solução por meio da formação de compostos estáveis, através da captura promovida por elementos adicionados intencionalmente, como Nióbio ou Titânio. Embora a eliminação de intersticiais tenha sido extremamente bem sucedida no desenvolvimento de aços com excelentes propriedades de conformação, a resistência mecânica destes aços era bastante baixa (SILVA; AVILLEZ, 2004).

Ainda na década de 1970, motivado pela demanda de diversos setores industriais, principalmente pelo setor automobilístico, surgiram novos desenvolvimentos de aços, com foco em alta resistência e ultra-alta resistência, para estruturas e aplicações de maior responsabilidade.

Esforços para se atingir condições de alta resistência, aliada a alta ductilidade e conformabilidade, permitiram o desenvolvimento dos aços bifásicos (*Dual-Phase Steels*), obtidos através de tratamentos térmicos intercríticos, baseado no conceito de reforçamento por fibras, na combinação das fases ferrita e martensita, consistindo na dispersão, em forma de ilhas, de uma fase dura, a martensita, em uma macia matriz ferrítica (SPEER, 2005).

Uma atraente gama de aplicações vem sendo exploradas pela utilização de aços multifásicos com efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) (ZHANG; LI; FU; KRIZAN; COOMAN, 2006; HUO; LONG; ZHOU; LI, 2006; WANG; HUANG; RONG; WANG, 2006). Quanto ao aspecto microestrutural, estes aços consistem de uma matriz ferrítica contínua com dispersão de segunda fase, de outros constituintes,

como a bainita e a martensita (PEREIRA, 2004). Esses aços, com plasticidade induzida por deformação, contêm austenita retida, que é metaestável a temperatura ambiente, mas que se transforma em martensita, induzida por uma deformação. Uma chapa de aço, por exemplo, estará sujeita a maior resistência após uma conformação, ou ainda, um automóvel que utilize aço com esta tecnologia, apresentará um conveniente aumento de resistência durante uma colisão (SPEER, 2005).

Caracterizados por apresentarem alta conformabilidade, alta capacidade de absorção de energia e deformação, os aços do tipo Complex Phase (CP) representam uma transição para aços de ultra-alta-resistência, exibindo níveis de resistência à tração na ordem de 800 MPa. Bastante similares aos aços TRIP, são obtidos por meio de tratamentos isotérmicos em temperaturas intermediárias, formando estruturas muito finas de ferrita e outros constituintes, reforçados por finos precipitados, visto a adição de pequenas quantidades de nióbio, titânio e vanádio (IISI – INTERNATIONAL IRON AND STEEL INSTITUTE, 2006).

Principalmente pelo desenvolvimento da indústria aeronáutica e aeroespacial, foi gerada maior demanda por aços de ultra-alta-resistência, onde relevantes características são requeridas do material, tais como, elevados níveis de tensão de escoamento, tenacidade, resistência à fadiga e aceitável soldabilidade (SILVA; MEI, 2006). Classificados como de ultra alta resistência, os aços martensíticos são produzidos a partir da fase austenítica pelo rápido resfriamento, transformando praticamente toda a austenita em martensita. Esta estrutura pode também ser desenvolvida posteriormente à estampagem, por tratamento térmico. Empregados na indústria aeroespacial em fixadores de alta resistência, carcaças de motores e mísseis, estruturas de trens de aterrissagem e outros, os aços martensíticos exibem alta resistência, atingindo níveis de tensão de escoamento superiores a 1700 MPa. Elevada resistência mecânica depende fundamentalmente do teor de carbono (IISI – INTERNATIONAL IRON AND STEEL INSTITUTE, 2006).

A Figura 1.1 exibe as curvas de resfriamento utilizadas na obtenção destes novos tipos de aços e representa, de forma simplificada, as variações de microestruturas que caracterizam estes materiais.

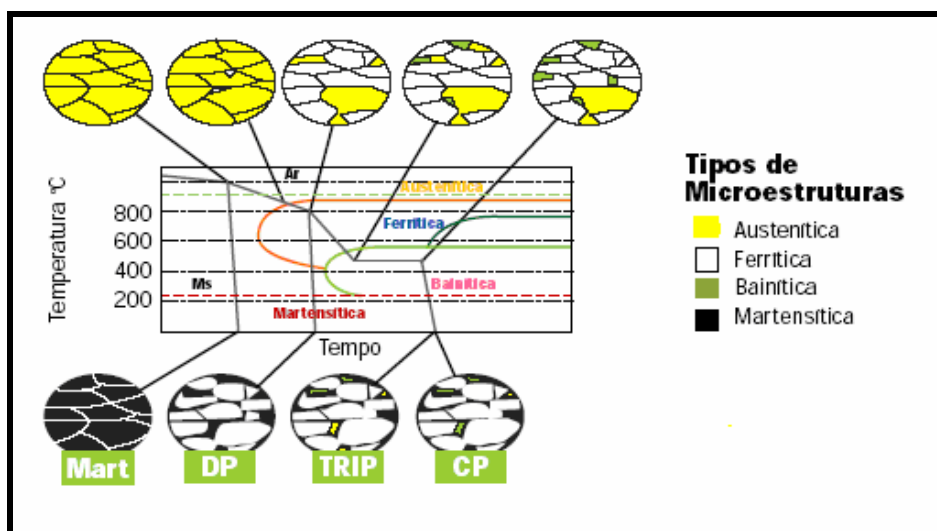


Figura 1.1. Curvas de resfriamento e evolução das microestruturas na produção de Aços Avançados de Alta Resistência. (Mart: aços martensíticos; DP: *Dual-Phase*; TRIP: *Transformation Induced Plasticity*; CP: *Complex Phase*) (ARMCO, 2006).

Evidentemente, a maior contribuição deste leque de novos tipos de aços no mercado foi dada pela indústria automobilística, grande incentivadora do projeto ULSAB (*Ultra-Light Steel Autobody*). O projeto ULSAB trata-se de um consórcio internacional envolvendo usinas siderúrgicas de diversos países, visando à criação de uma carroceria para veículo ultra leve, o qual obteve resultados bem sucedidos em pesquisa e avanço tecnológico, sobretudo no desenvolvimento de novos produtos.

A Figura 1.2 mostra uma classificação dos níveis de resistência em função do alongamento de diversos aços inseridos dentro do conceito de classificação de aços avançados de alta resistência para componentes automobilísticos, utilizados pelo projeto ULSAB.



Figura 1.2. Aços de alta resistência, conforme conceito de classificação do projeto ULSAB (ARMCO, 2006).

Pesquisadores (BHADESHIA, 2005a, BHADESHIA, 2005b; CABALLERO; BHADESHIA, 2004; CABALLERO; BHADESHIA; MAWELLA; JONES; BROWN, 2001) mostraram relevantes contribuições, envolvendo estruturas bainíticas, numa contínua busca de processos e variações de microestruturas que venham a aperfeiçoar ainda mais a relação entre alta resistência e alta tenacidade dos aços. Nessas pesquisas, constatou-se que é possível produzir uma estrutura bainítica muito resistente, com limites de resistência na ordem de 2500 MPa em tração, apresentando alta dureza (600-670 HV) e com excelente tenacidade (acima de $30\text{-}40 \text{ MPa m}^{1/2}$). Obtida por meio de transformação isotérmica em temperaturas extremamente baixas, próximas de $125\text{-}200 \text{ }^\circ\text{C}$, a Bainita Dura (*Hard Bainite*) consiste em uma mistura de apenas duas fases: a bainita e a austenita retida enriquecida de carbono. Uma das estruturas indesejáveis neste processo é a cementita que, nos aços de alta resistência, ajudam a nuclear trincas e vazios. Porém, a cementita é eliminada da microestrutura pela adição de cerca de 1,5 % de silício. (GARCIA-MATEO; CABALLERO; BHADESHIA, 2003). Ainda estão em andamento outros estudos sobre este aço.

Diante do espetacular cenário da evolução dos aços, mostrada até agora, torna-se desafiador investir em outros estudos que venham a contribuir com mais uma parcela de pesquisa que agregue ao conhecimento científico.

Pode-se considerar que os significativos efeitos da microestrutura, nas propriedades físicas e mecânicas dos aços, fazem da investigação microestrutural uma necessidade para entendimento e aperfeiçoamento de suas propriedades e que apresenta importância fundamental na pesquisa e no desenvolvimento de novos tipos de aços.

Também se percebe a importância das estruturas bainíticas e martensíticas em aços, as quais mostram características e propriedades extremamente atraentes para a aplicação industrial, assim como um leque de novas categorias de aços envolvendo ambas as estruturas.

Dessa forma, baseado no conceito de baixas temperaturas de transformação na obtenção da estrutura bainítica, somado a atraente característica da microestrutura martensítica em fornecer alta resistência ao material, a obtenção de um tipo de aço que associe ambas as microestruturas representa uma alternativa importante, tendo em vista que estas estruturas podem aumentar a resistência do material, mantendo bom nível de tenacidade.

1.1. OBJETIVOS

Em uma vasta pesquisa bibliográfica, é notória a escassez de trabalhos científicos que enfoquem atenção na caracterização microestrutural de aços que consistam na combinação de estruturas bainíticas e martensíticas, principalmente quando formadas em temperaturas mais baixas, próximas ao início de transformação martensítica. Esta lacuna, no conhecimento destes aços, é que se pretende preencher por meio desta pesquisa.

Portanto, este trabalho tem como objetivo a caracterização microestrutural, via microscopia óptica, de um aço com médio teor de carbono e baixa liga, submetido a tratamentos isotérmicos que permitam a coexistência das estruturas bainítica e martensítica, com formação da bainita em baixas temperaturas de transformação. A caracterização será realizada através de identificação e quantificação das fases presentes, analisando-se especialmente a morfologia e a fração volumétrica.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. AÇOS ESTRUTURAIS

O grande avanço de novos materiais concorrentes do aço, como o plástico e o alumínio, incentivou a indústria siderúrgica a promover melhorias nos produtos de aciaria, envolvendo processos de fabricação e alterações na composição química dos materiais, que os tornassem cada vez mais resistentes mecanicamente. O aumento da resistência do aço possibilitou uma redução de peso dos produtos finais e, conseqüentemente, expressiva redução de custo. Tal evolução favoreceu a utilização do aço, recolocando-o como um material competitivo frente a crescente concorrência.

Os chamados aços estruturais simbolizam parte desta importante evolução, pois representam a execução de peças e produtos com menor peso e custo.

Quando mencionado o termo aços estruturais, imediatamente relaciona-se a estruturas fixas de grande porte, como edifícios ou pontes, mas deve-se observar que tal conceito estende-se também a estruturas móveis. Portanto, os aços estruturais são amplamente empregados na construção civil, em veículos de transporte, em equipamentos ferroviários, navais, aeronáuticos, etc. (CHIAVERINI, 1990). Os principais requisitos para os aços destinados às aplicações estruturais são: alta tensão de escoamento, considerável tenacidade, boa soldabilidade, boa conformabilidade e baixo custo.

Os aços carbono comuns, simplesmente laminados, sem tratamentos térmicos, são plenamente suficientes para atender as condições exigidas pela maioria das aplicações nos segmentos mencionados. Estes constituem porcentagem notável dentro do grupo de aços para fins estruturais. Entretanto, para certas aplicações, existe a necessidade de características específicas.

A princípio, podem ser considerados alguns tipos fundamentais de aços para fins estruturais: os aços estruturais perlíticos laminados, com resistência ao escoamento entre 275 e 345 MPa, conhecidos comercialmente como aços de alta resistência ou aços de alta resistência e baixa liga; os aços de alta resistência e baixa liga microligados, com propriedades que resultam da combinação de adição de elementos de liga e laminação controlada; os aços-carbono, normalizados ou temperados e revenidos, que apresentam resistência ao escoamento entre 290 e 690 MPa e os aços de baixa liga temperados e revenidos, com resistência ao escoamento entre 552 e 758 MPa (AMERICAN SOCIETY FOR METALS - ASM, 1985).

Ainda dentro do contexto de aços estruturais, têm sido desenvolvidos os aços de ultra alta resistência, capazes de atingir resistência ao escoamento superior a 1.380 MPa (SILVA, MEI, 2006).

2.1.1. Aços carbono

Segundo Souza (2001), os aços carbono são geralmente utilizados quando não existem requisitos de resistência mecânica e resistência à corrosão muito severas, ou quando a temperatura de utilização do aço não seja muito elevada. O custo relativamente baixo e a pequena exigência de tratamentos elaborados para a sua produção, tornam a aplicação do aço carbono extremamente vantajosa.

Os aços carbono apresentam em sua composição apenas quantidades limitadas de alguns elementos como silício, manganês, cobre, enxofre e fósforo. Outros elementos podem existir em quantidades residuais, que permanecem em sua composição decorrentes do processo de fabricação.

Uma das maneiras de classificar os aços é por meio de sua composição química, especificamente pelo teor de carbono presente. Sendo assim, os aços baixo carbono possuem no máximo 0,30% de carbono, os aços médio carbono entre 0,30% e 0,60%

de carbono e os aços alto carbono possuem 0,60% a 1,00% de carbono (SOUZA, 2001).

Os aços de baixo carbono possuem baixa resistência e dureza e, em compensação, proporcionam alta tenacidade e ductilidade. São geralmente aplicados em chapas automobilísticas, perfis estruturais, placas para produção de tubos, construção civil, pontes, etc. Estes aços, normalmente, não são tratados termicamente.

Segundo Chiaverini (1978), os aços médio carbono possuem uma quantidade de carbono suficiente para a realização de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, embora seus tratamentos térmicos necessitem ser realizados com taxas de resfriamento elevadas e em seções finas para serem efetivos. Possuem maiores resistência e dureza e menores tenacidade e ductilidade do que os aços baixo carbono. São utilizados em rodas e equipamentos ferroviários, engrenagens, virabrequins e outras peças de máquinas que necessitam de elevada resistência mecânica, resistência ao desgaste e tenacidade.

Os aços de alto carbono apresentam menor ductilidade entre os aços carbono, porém possuem alta resistência e dureza. Na maioria das vezes são utilizados no estado temperado ou revenido. Normalmente aplicados na fabricação de talhadeiras, folhas de serrote, martelos e facas.

Em geral, considera-se que um aço carbono não contenha mais que 1,65% Mn, 0,30% Si, 0,040% P e 0,050% S. Se a porcentagem de elementos adicionados excederem esses teores máximos, serão considerados como elementos de liga que irão atuar em funções especiais no aço, atribuindo a estes características específicas.

2.1.2. Aços-liga

Para proporcionar melhores propriedades mecânicas, conforme a necessidade de cada aplicação, quantidades de elementos de liga podem ser adicionados intencionalmente ao aço carbono. Dessa forma, surgem os chamados aços-liga que, de acordo com a quantidade de elementos acrescentados em sua composição, podem ser classificados como aços de baixa, média ou alta liga.

Nestes aços, os seguintes elementos podem ser incorporados: manganês, silício, níquel, cromo, molibdênio, vanádio, nióbio, boro, alumínio, titânio, tungstênio, cobalto, cobre, zircônio, chumbo, etc. Tais elementos atuam de forma diferenciada e seus principais efeitos provocam alterações de propriedades mecânicas, tais como aumento de resistência, aumento da dureza, melhoria da temperabilidade, melhoria na tenacidade e usinabilidade e aumento da resistência à oxidação, à corrosão e à abrasão.

O aperfeiçoamento dos aços por meio da influência destes elementos se dá pela alteração de sua microestrutura através de diversos mecanismos, inclusive envolvendo tratamentos térmicos e termomecânicos. De modo geral, alguns desses elementos podem formar soluções sólidas ou compostos intermetálicos (que atuam no aumento de resistência do material); alterar a temperatura de ocorrência de transformação de fase; alterar a solubilidade do carbono na ferrita e austenita; alterar a velocidade de reação da decomposição da austenita e alterar a velocidade de solubilização da cementita na austenita (SOUZA, 2001).

Os aços-liga tratados termicamente, geralmente possuem melhores características que a classe de aços carbono, essencialmente melhor endurecibilidade, e podem promover alta resistência e boa tenacidade, principalmente em seções mais grossas.

A adição de elementos de liga, porém, pode apresentar algumas desvantagens: baixa soldabilidade, maior dificuldade de tratamentos térmicos em alguns casos e

geralmente tornam o aço mais caro que os aços carbono e os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL).

2.1.3. Aços de ultra-alta resistência

Motivado pelo crescimento e demanda da indústria aeronáutica e aeroespacial, foram desenvolvidos os aços de ultra-alta resistência, com tensão de escoamento superior a 1400 MPa, razoável alongamento (14 % em 50 mm de diâmetro) e considerável soldabilidade. O emprego desses aços, inicialmente utilizados para carcaças de foguetes e mísseis, logo se expandiu para outros setores da engenharia. Atualmente, são também utilizados para tubulações, vasos de pressão, equipamentos de transporte e outros (SILVA; MEI, 2006).

Na indústria aeroespacial, esses aços são empregados em fixadores de alta resistência, carcaças de motores e mísseis, estruturas de trens de aterrissagem, eixos, parafusos, pinos e molas.

Dentro da categoria de aços de ultra-alta resistência, a família de aços de médio carbono e baixa liga, tem sido foco em várias pesquisas (TOMITA; OKABAYASHI, 1985; SAEGLITZ; KRAUSS, 1997; LEE; SU, 1999; BABU et al., 2006; RODRIGUES-MARTIN et al, 2006), na busca incansável de melhores níveis de resistência conciliada a considerável nível de tenacidade, já que o maior inconveniente do aumento da resistência nesses aços é a perda de tenacidade.

Um exemplo é o aço AISI 4340 (AISI – *American Iron and Steel Institute*), que foi modificado com adições de elementos de liga como molibdênio, vanádio, e silício, chegando a atingir níveis de resistência na ordem de 2100 MPa. Este aço modificado, denominado aço AISI 300M, é considerado uma evolução do aço AISI 4340, pois representa um aperfeiçoamento no que diz respeito à tenacidade (atribuído principalmente pelo alto teor de silício), além de proporcionar maior temperabilidade, maior endurecimento por solução sólida e melhor resistência mecânica a altas

temperaturas (TOMITA; OKAWA, 1993; ASM, 1985). É razoável observar que a adição desses elementos ao aço certamente aumentam o custo final do material.

2.1.4. Aços AISI/SAE 4340

O aço AISI/SAE 4340 (SAE – *Society of Automotive Engineers*) é usado comercialmente desde 1955 como um aço de alta resistência. Atualmente, é empregado em aplicações estruturais críticas, nas indústrias aeroespacial e de energia nuclear (LIU; BHOLE; NORTHWOOD, 2003). Outras aplicações deste aço podem ser citadas, como parafusos, pinos e elementos de fixação em geral; engrenagens, pinhões, eixos e componentes de máquinas, bielas e virabrequim para motores.

O aço AISI/SAE 4340 combina profundo endurecimento (alta temperabilidade) com alta ductilidade, elevada resistência e razoável tenacidade, além de apresentar boa soldabilidade. Possui alta resistência à fadiga, e é frequentemente empregado em severas condições de serviço, sujeitas a cargas altas. Também é aplicado onde é requerida alta resistência em peças grandes e secções mais grossas.

Este aço ultra-resistente pode atingir valores de resistência na ordem de 1900 MPa quando devidamente temperado e revenido a 200-230 °C. Na Tabela 2.1 estão representadas as propriedades mecânicas típicas de um aço AISI/SAE 4340.

Tabela 2.1. Propriedades mecânicas típicas de um aço AISI/SAE 4340 (temperado em óleo na temperatura de 845 °C) (ASM, 1985).

| Temperatura Revenimento (°C) | Resistência à Tração (MPa) | Tensão de Escoamento (MPa) | Alongamento em 50 mm (%) | Redução de Área (%) | Dureza HB | Dureza HRC |
|------------------------------|----------------------------|----------------------------|--------------------------|---------------------|-----------|------------|
| 205 | 1.980 | 1.860 | 11 | 39 | 520 | 53 |
| 315 | 1.760 | 1.620 | 12 | 44 | 490 | 50 |
| 425 | 1.500 | 1.365 | 14 | 48 | 440 | 46 |
| 540 | 1.240 | 1.160 | 17 | 53 | 360 | 39 |
| 650 | 1.020 | 860 | 20 | 60 | 290 | 31 |
| 705 | 860 | 740 | 23 | 63 | 250 | 24 |

2.1.5. Diagramas de transformação isotérmica e de resfriamento contínuo

A microestrutura resultante da transformação de fase tem um papel fundamental na obtenção de propriedades mecânicas de aços, principalmente aços com alta resistência tratados termicamente, na maioria das vezes por têmpera e revenimento. Os vários constituintes dos aços já são conhecidos, como a ferrita, perlita, bainita e austenita. Na prática, a microestrutura resultante dessa transformação pode ser de uma só fase, como por exemplo, martensítica ou bainítica, ou pode ser mista, compondo duas ou mais fases. Combinações destas estruturas são responsáveis por atribuir diferentes características ao material.

Para acompanhar a formação dos constituintes em um aço, torna-se de suma importância a utilização das curvas TTT (Temperatura, Tempo, Transformação) do material de interesse. As curvas TTT são subdivididas em: ITT (referente ao termo em inglês *Isothermal, Time, Transformation*) para transformação isotérmica e CCT (*Continuous Cooling Transformation*) para transformação por resfriamento contínuo.

A obtenção das curvas TTT é feita utilizando-se um dilatômetro, equipamento que mede a variação do comprimento da amostra em função da dilatação ou contração térmica na transformação de fase. As transformações de fases resultam, normalmente,

em novas fases com densidades diferentes da fase original. Dessa forma, implicam em contração ou expansão da amostra devido as diferentes estruturas, sendo detectadas pelo dilatômetro.

Geralmente, para aços comerciais, os diagramas ITT e CTT são encontrados na literatura. Na Figura 2.1 está representado um diagrama ITT para o aço AISI 4340, material de interesse neste trabalho.

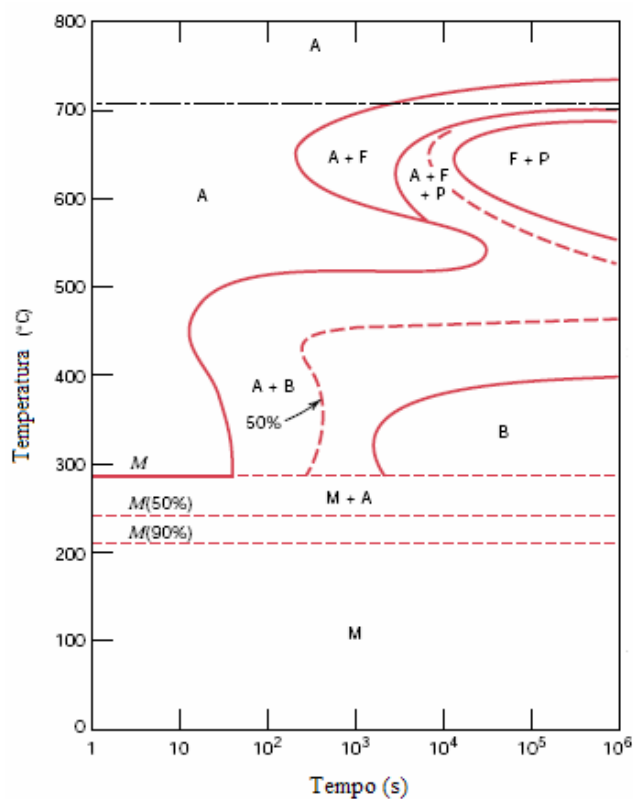


Figura 2.1. Diagrama de transformação isotérmica para um aço AISI 4340: A, austenita; B, bainita; P, perlita; M, martensita; F, ferrita (CALLISTER, 2002).

2.2. ESTRUTURAS BAINÍTIAS

2.2.1. Introdução

A denominação da microestrutura “bainita” trata-se de uma homenagem à brilhante pesquisa de E. C. Bain que, na década de 30, com a colaboração de Danvenport, desenvolveram pioneiro estudo e caracterização da microestrutura bainítica, por meio da observação da transformação isotérmica da austenita (BHADESHIA; CHRISTIAN, 1990).

Desde então, volume considerável de informação sobre a estrutura bainítica foi-se acumulando através dos anos, e continua despertando grande interesse na metalurgia.

No resfriamento de um aço, a bainita refere-se à microestrutura resultante da decomposição da austenita em temperaturas acima da transformação martensítica e abaixo da reação perlítica (HONEYCOMBE, 1985; EDMONDS, 1995). Na Figura 2.2 é ilustrado esquematicamente um diagrama TTT mostrando a região de transformação bainítica em um aço.

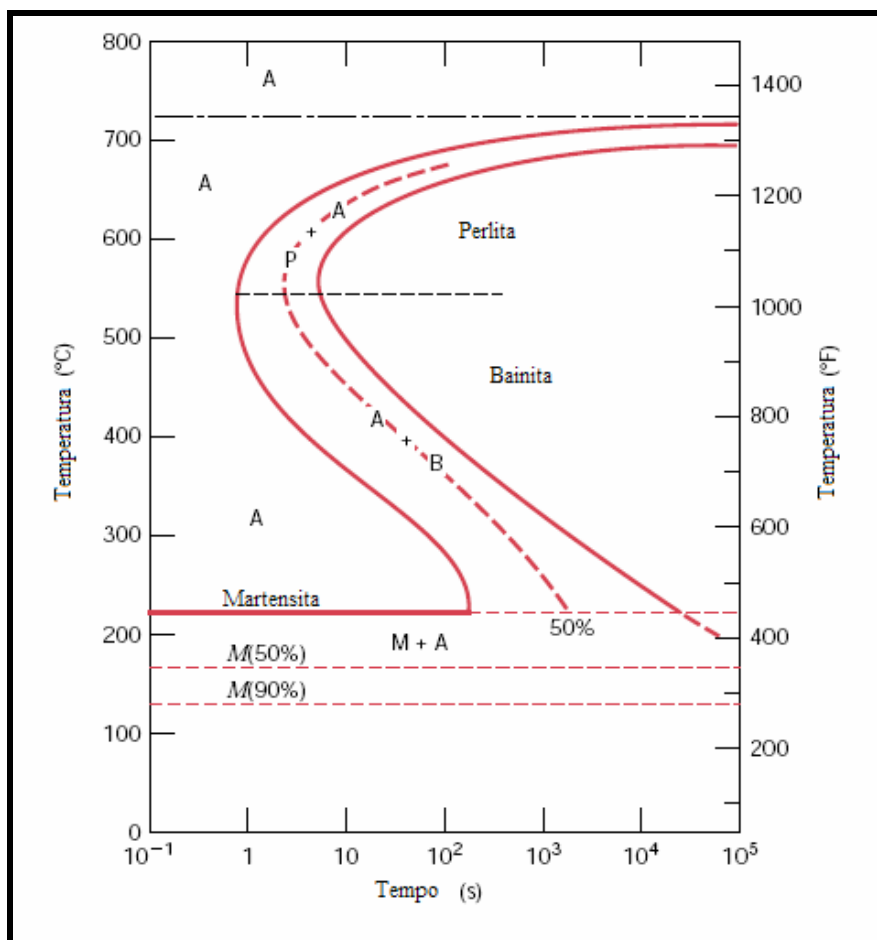


Figura 2.2. Representação esquemática de um diagrama TTT de um aço eutetóide, ilustrando a região de transformação da bainita (CALLISTER, 2000).

A transformação perlítica ocorre em temperaturas entre 550 °C e 720 °C. É essencialmente considerada uma transformação de altas temperaturas enquanto a formação da martensita ocorre em transformações a baixas temperaturas (que variam de acordo com a composição química do material, ocorrendo entre 150 °C e 220 °C para um aço com composição eutetóide).

A princípio, a bainita pode ser obtida por transformação isotérmica a partir de qualquer aço, porém, em aços contendo elementos de liga que retardem a reação da ferrita e da perlita, a bainita pode ser obtida por resfriamento contínuo (HASHIMOTO, 2004).

A presença destes elementos de liga no aço é responsável pelo deslocamento da transformação perlítica para tempos mais longos, permitindo a ocorrência da transformação bainítica, já que as transformações perlíticas e bainíticas são concorrentes. Dependendo da velocidade de resfriamento, normalmente a bainita não irá se formar quando um aço ao carbono (ou uma liga com composição eutetóide) for resfriado continuamente até a temperatura ambiente.

2.2.2. Aplicações

Muitos anos se passaram desde o trabalho de Bain e Danvenport até a efetiva exploração comercial de aços bainíticos, na década de 40. Houve uma inicial dificuldade para obtenção de aços com estrutura totalmente bainítica, já que a transformação isotérmica era considerada impraticável em escala comercial, existindo uma preferência, pela indústria, por tratamentos de resfriamento contínuo.

Nesta época, existia clara preferência pelos aços martensíticos, e quase nada se ousava em relação aos aços bainíticos. A morfologia dos aços martensíticos foi particularmente bem caracterizada nos anos 40. Conferências internacionais eram dedicadas exclusivamente à transformação martensítica, que comparada à microestrutura e propriedades da bainita, são muito menos complexas (BRAMFITT; SPEER, 1990; SCHASTLIVTSEV, 2005).

Também, a presença de precipitados associadas à estrutura bainítica aparentemente não atribuía ao aço bainítico melhores características, para que pudesse concorrer com o aço martensítico temperado e revenido, bem conhecido e que dominava o mercado de aços de alta resistência nesta época.

Somente com o início da utilização de aços de baixo carbono contendo boro ou molibdênio, que aços com estrutura totalmente bainítica puderam ser produzidos em escala comercial por meio de tratamentos térmicos de resfriamento contínuo (BHADESHIA, 2001).

Atualmente, os aços bainíticos são amplamente aplicados em estruturas que demandam alta resistência. Aços bainíticos contendo Ni-Cr-Mo ou Cr-Mo (por exemplo, HY-80) são preferencialmente aplicados em placas e peças forjadas com grandes dimensões, tais como núcleos de reatores e componentes de vasos de pressão. Aços bainíticos de baixo teor de carbono, contendo Cu-Ni-Cr-Mo (como a classe ASTM A710) são apropriados para construção naval. Aços Cr-Mo-V e Ni-Mo-V são indicados para peças forjadas como rotores de turbina a vapor (BRAMFFIT E SPEER, 1990). Largamente utilizados, os aços liga, como AISI 4340, são também produzidos com microestrutura bainítica em aplicações estruturais críticas na indústria aeronáutica, aeroespacial e de energia nuclear (LIU; BHOLE; NORTHWOOD, 2003).

Em pesquisa realizada por Bhadeshia (2005) foram apresentados aços bainíticos de alto desempenho utilizados em trilhos e blindagens, conforme ilustrado na Figura 2.3. Neste novo desenvolvimento, os carbonetos precipitados na bainita, que geralmente são prejudiciais às propriedades do material, são suprimidos por meio da adição de quantidades suficientes de silício, gerando uma microestrutura de bainita livre de carbonetos e austenita retida enriquecida de carbono. Essa combinação proporciona ao aço excelente resistência (na ordem de 1200 MPa) e destacável tenacidade.

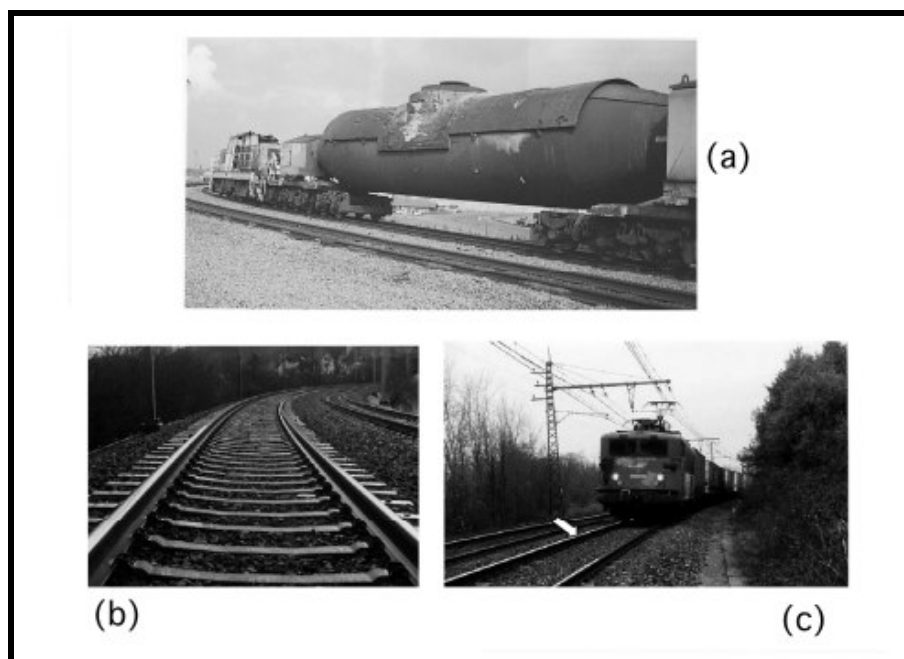


Figura 2.3. Exemplos de aplicações de aços com microestrutura constituída de bainita livre de carbonetos. (a) Torpedo transportador de 300 toneladas. (b) Trilhos de ferrovia na Suíça de aço bainítico livre de carbonetos (c) Ferrovia Nacional da França usando trilhos com aço bainítico livre de carbonetos (BHADESHIA, 2005).

2.2.3. Definição e terminologia

A bainita pode apresentar-se em duas, três ou mais formas, pois possui uma natureza complexa, motivo pelo qual ainda não se alcançou um total conhecimento das suas características e reações (YANG; FANG, 2005).

Segundo Bhadeshia (2001), numa tentativa de generalizar a definição da bainita, a descrição mais apropriada da microestrutura consiste em uma mistura não lamelar de ferrita e carbonetos, que podem ser classificados em dois tipos principais: bainita superior e bainita inferior.

Tanto a bainita superior quanto a bainita inferior formam agregados de pequenas placas ou ripas (subunidades) de ferrita. A essencial diferença entre elas é a distribuição dos carbonetos precipitados.

Os carbonetos na bainita superior frequentemente formam alongadas partículas entre as ripas de ferrita bainítica. Enquanto na bainita inferior, os carbonetos tendem a precipitar no interior da ripa de ferrita bainítica, em ângulo inclinado à direção principal de crescimento dessas ripas (eixo longitudinal) (HEHEMANN, 1973).

O grande volume de trabalhos publicados sobre a estrutura bainítica não foi suficiente para esclarecer totalmente suas transformações. Sua morfologia pode variar apreciavelmente em função do teor de carbono, fato que pode ainda ser complicado pelo efeito dos elementos de liga (PICKERING, 1967). Deve-se considerar também que as estruturas bainíticas são produzidas por transformação isotérmica ou resfriamento contínuo. Neste caso, embora os mecanismos de transformação não sejam necessariamente diferentes, as microestruturas produzidas apresentam características específicas (HASHIMOTO, 2004).

Os termos bainita superior e bainita inferior são originalmente usados para descrever a microestrutura bainítica obtida por transformações isotérmicas e segundo Bramfitt e Speer (1990), esta terminologia é bastante inadequada para descrever as diferentes estruturas que podem ser obtidas durante o resfriamento contínuo.

As microestruturas produzidas na região dos diagramas de resfriamento contínuo são bastante complexas e resultam de um crescimento da estrutura ferrita com morfologia acicular associada com um segundo constituinte que pode consistir de carbonetos, martensita e/ou austenita, dependendo do estado de supersaturação em carbono da austenita, da velocidade de difusão do carbono e da composição do aço (BRAMFITT; SPEER, 1990).

Dessa maneira, outras formas de bainita, além das variações clássicas de bainita superior e inferior, podem ser encontradas como a bainita granular, a bainita colunar, a bainita inversa, bainita livre de carbonetos, as quais estão restritas às distintas condições de temperatura de transformação e composição do aço.

Na mesma faixa de transformação da bainita, aparece outra microestrutura chamada ferrita acicular. Nessa estrutura, as placas de ferrita acicular nucleiam de forma heterogênea e intragranular, radialmente em diferentes direções a partir de inclusões não metálicas formando uma estrutura desorganizada e caótica (BHADESHIA, 2001).

A interpretação da estrutura bainítica e as terminologias usadas para descrever algumas de suas variações tem sido motivo de grandes controvérsias desde sua descoberta. Para se ter uma idéia, foi catalogada por Kennon¹ (1980 apud BRAMFITT; SPEER, 1990) uma lista de 30 diferentes termos usados para classificar a morfologia da bainita, citada na Tabela 2. Embora existam tantos termos que descrevam a estrutura bainítica, este trabalho limita-se a apresentar algumas formas básicas, as quais a autora, com base em vasta pesquisa, considera de maior importância.

¹ Kennon, N. F. **Optical Microscopy of Carbon Steels**. L.E. Samuels Ed. 1980 apud BRAMFITT, B.L.; SPEER, J. G. A perspective on the morphology of bainita. **Metallurgical Transactions A**, v.21, p.817-829, April, 1990.

Tabela 2.2. Termos usados para descrever a morfologia da bainita (BRAMFITT; SPEER, 1990).

| | |
|------------------------------|------------------------------------|
| Bainita Superior | Bainita Baixo Carbono e Baixa Liga |
| Bainita Inferior | Bainita I |
| Bainita de Alta Temperatura | Bainita II |
| Bainita de Baixa Temperatura | Bainita III |
| Bainita em Bloco de Coluna | Bainita Comum |
| Bainita em Bloco | Bainita Aparente |
| Bainita Colunar | Bainita como Formada |
| Bainita Granular | Bainita Revenida |
| Ilha de Bainita | Bainita Superior Revenida |
| Bainita Lenticular | Bainita Inferior Revenida |
| Bainita Massiva | Bainita Livre de Carbonetos |
| Bainita Acicular | Bainita Incompleta |
| Bainita Baixo Carbono | Bainita Clara |
| Bainita Médio Carbono | Bainita Contorno de Grão |
| Bainita Alto Carbono | Bainita Inversa |

2.2.4. Morfologia

2.2.4.1. Bainita Superior

A ocorrência da bainita superior está no intervalo de temperatura entre 550 °C e 350 °C, dependendo da composição química do aço.

A morfologia da bainita superior é muito semelhante a da ferrita de Widmanstätten, consistindo de longas placas de ferrita, agrupadas em ripas finas e paralelas, isentas de precipitação interna (HONEYCOMBE, 1985).

As ripas individuais de ferrita são denominadas subunidades da bainita e crescem de forma agrupada formando feixes. Normalmente, elas são separadas por contornos com pequenas diferenças de orientação relativa ou por carbonetos precipitados (BHADESHIA, 1987). As finas ripas da bainita superior apresentam

espessura na ordem de 0,2 micrometro e comprimento de 10 micrometros (BHADESHIA, 2001).

Na Figura 2.4 é ilustrada a distribuição de partículas de cementita entre as placas da bainita superior em uma micrografia de um aço AISI 4340.

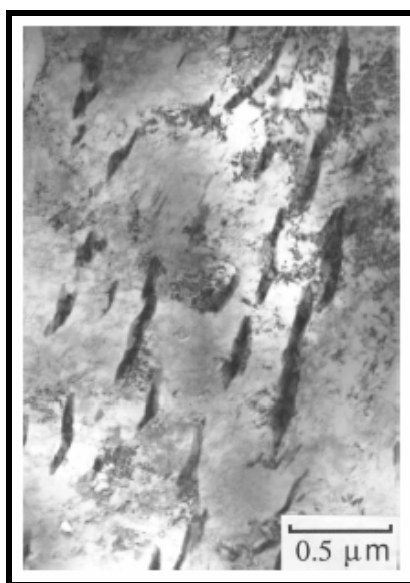


Figura 2.4. Distribuição das partículas de cementita entre as placas de bainita superior (Aço AISI 4340) (BHADESHIA, 2001).

Na bainita superior, os carbonetos precipitam da austenita supersaturada, que é enriquecida por carbono. O carboneto mais comum é a cementita, porém, dependendo da composição química do aço, existem outros tipos de carbonetos que podem precipitar. Por exemplo, em aços com alto teor de silício, o carboneto ϵ é geralmente encontrado entre as placas de ferrita bainítica (BHADESHIA, 1987).

Os carbonetos precipitam como partículas alongadas e geralmente são orientados paralelamente a direção do crescimento das placas de ferrita bainítica (HEHEMANN, 1973).

2.2.4.2. Bainita Inferior

A bainita formada em temperaturas abaixo de 350 °C é chamada de bainita inferior (HEHEMANN, 1973) e sua morfologia e características cristalográficas são similares às apresentadas pela bainita superior. Porém, a maior diferença está na precipitação de carbonetos no interior das ripas de ferrita (BHADESHIA, 1987).

A bainita inferior consiste de agregados não-lamelar de ferrita e carbonetos. Porém, existem dois tipos de precipitação desses carbonetos: como na bainita superior, a precipitação de carbonetos a partir da austenita saturada entre as placas de ferrita, e uma segunda precipitação, a partir da ferrita saturada, no interior das placas de ferrita (BHADESHIA, 1990). Na Figura 2.5 são ilustradas micrografias da bainita inferior.

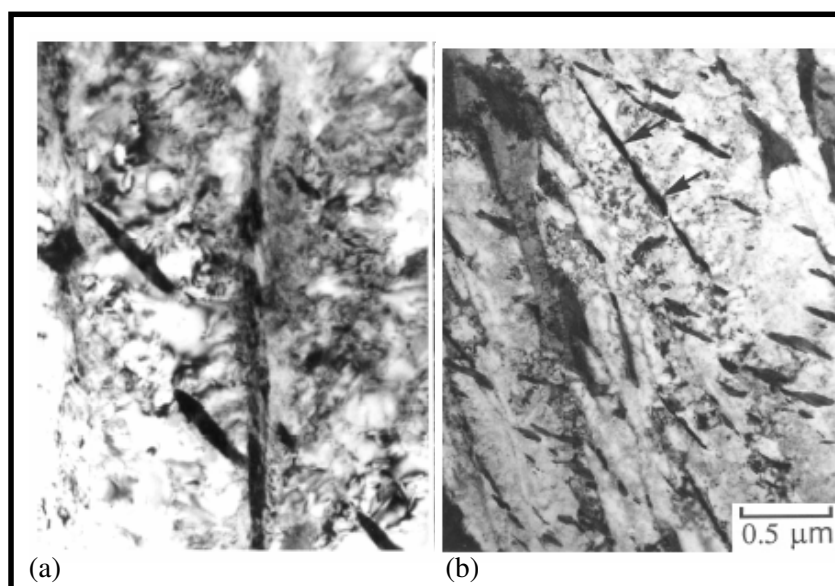


Figura 2.5. (a) Bainita inferior obtida por transformação isotérmica por um período curto de tempo (435 °C, 10 min). Mostra as partículas de cementita dentro das placas de ferrita, sem precipitação entre as placas. (b) a mesma amostra após tempo de tratamento térmico prolongado em temperatura de transformação isotérmica (435 °C, 30 min), provocando a precipitação de carbonetos entre as placas de ferrita (BHADESHIA, 2001).

Os carbonetos na bainita inferior são extremamente finos, com espessura na ordem de nanometro e, aproximadamente, 500 nm de comprimento. Na precipitação

de carbonetos no interior da ferrita bainítica, uma pequena quantidade é dividida com a austenita residual (BHADESHIA, 1987).

As partículas de carbonetos normalmente precipitam em uma única orientação cristalográfica tal que seu plano de hábito é inclinado em aproximadamente 60° com o eixo da ripa de bainita (BHADESHIA, 1980). Uma hipótese para explicar este modo peculiar de precipitação da bainita inferior é que os carbonetos nucleiam na interface ferrita-austenita, e tendem a adotar uma única variante de relação cristalográfica, a que melhor atende a austenita e a ferrita que estiver em contato. Outra hipótese seria que os carbonetos precipitados sofrem a influência da tensão gerada pelo crescimento da bainita inferior (BHADESHIA, 1987).

Hehemann (1973) sugere que os carbonetos que se formam inicialmente na bainita inferior são carbonetos ϵ , os quais subsequentemente são substituídos por cementita. Como na martensita revenida, esses carbonetos ϵ são convertidos em cementita em taxas de transformação que dependem da concentração de liga na austenita. Silício e alumínio retardam esta transformação e, conseqüentemente, os carbonetos ϵ podem ser observados mais claramente em aços que contenham esses elementos.

Devido à precipitação de finos carbonetos no interior das placas de ferrita, a bainita inferior apresenta maior tenacidade que a bainita superior, apesar de possuir maior resistência. Os carbonetos grosseiros de cementita na bainita superior tendem a formar pontos de nucleação de microcavidades e de trincas de clivagem.

2.2.5. Transição da bainita superior para inferior

A bainita inferior é obtida em temperaturas relativamente baixas enquanto a bainita superior ocorre em temperaturas mais elevadas. Existem pequenas divergências na literatura sobre a definição das temperaturas de formação da bainita superior e inferior.

Segundo Edmonds (1995), a transição entre a bainita superior e inferior é usualmente atingida entre aproximadamente 350 °C - 550 °C, em aços contendo baixo carbono até 0,8% C.

De acordo com Pickering (1967), em aços de alto carbono, a bainita superior é formada em temperaturas de transformação acima de 350 °C, enquanto abaixo desta temperatura ocorre a formação de bainita inferior. Entretanto, em aços de baixo carbono, a mudança de bainita superior para inferior ocorre em temperaturas mais altas do que 350 °C.

A temperatura de transição da bainita superior para a bainita inferior depende da concentração de carbono do aço. Pickering (1967) correlacionou dados experimentais com resultados encontrados na literatura das temperaturas de transição, em função da concentração de carbono do aço, como mostrado na Figura 2.6. A transição da bainita superior para inferior pode ocorrer em uma gama de temperaturas. Eventualmente, nestas faixas de temperaturas, identificou-se uma mistura de ambas as estruturas. Segundo Pickering (1967), pode-se observar que a máxima temperatura de ocorrência da bainita inferior aumenta com o aumento do teor de carbono até 0,5%, e então diminui rapidamente até a temperatura de 350 °C, permanecendo constante para qualquer novo aumento da concentração de carbono.

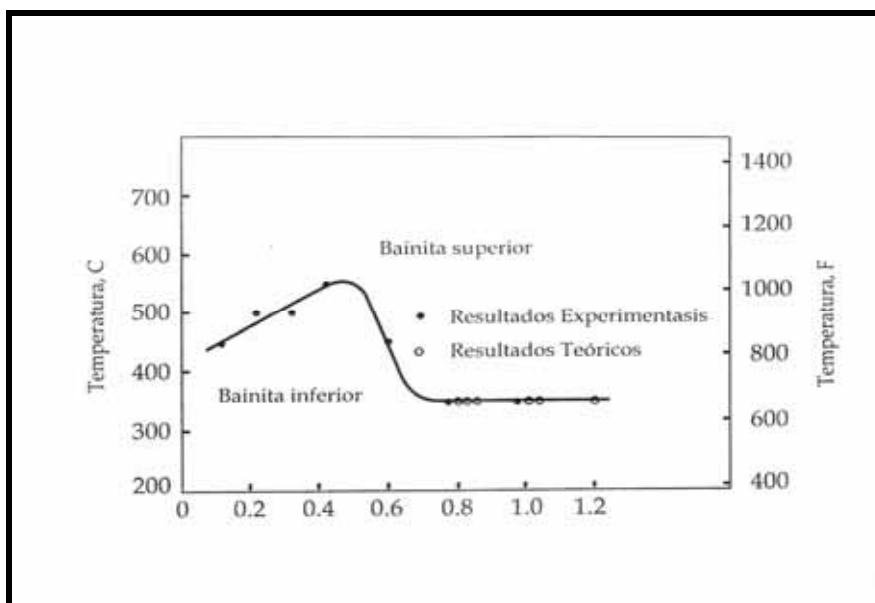


Figura 2.6. Efeito do teor de carbono na temperatura de transição da bainita superior para a bainita inferior (PICKERING, 1967).

Na descrição de Bhadeshia (2001), a transição entre bainita superior e inferior acontece em uma estreita faixa de temperatura onde é possível a ocorrência simultânea de ambas as formas durante a transformação isotérmica, próxima a temperatura de transição. A diferença entre bainita superior e inferior vem da concorrência entre a taxa de precipitação dos carbonetos na ferrita e a velocidade com que o carbono é expulso da ferrita supersaturada para dentro do grão de austenita.

2.2.6. Mecanismos de transformação da bainita

Existe um consenso de que a transformação de decomposição da austenita em bainita envolve a formação de ferrita, com morfologia de ripas que são agrupadas de forma paralela formando agregados. Também é aceito o fato das estruturas bainíticas serem classificadas em função da distribuição de carbonetos antes da transformação ser completada. Na bainita superior, carbonetos, usualmente cementita, estão localizados entre as ripas de ferrita, ao longo da interface ferrita-austenita. Na bainita inferior, os carbonetos são localizados dentro das ripas de ferrita.

Porém, o mecanismo de formação e crescimento da bainita, tema de inúmeros trabalhos de pesquisa (SPEER et al., 2004; TAKAHASHI, 2004; HILLERT, 2002; AARONSON; SPANOS; REYNOLDS, 2002; MUDDLE; NIE, 2002; LAWRYNOWICZ; BARBACKI, 2002; OHMORI et al., 2001; FANG; WANG; ZHENG, 1994), tem causado controvérsias no meio científico nesses quase 80 anos de descoberta. Diferentes linhas de pensamento defendem dois mecanismos: transformação por difusão (conhecido pelo termo em inglês “*diffusive*”) ou por cisalhamento (conhecido pelo termo em inglês “*displacive*”).

2.2.6.1. Bainita superior

A bainita superior forma-se em diferentes etapas. Pickering (1967) investigou a morfologia da bainita em aços, variando a concentração de carbono, tanto para condições de resfriamento contínuo como para transformações isotérmicas. De acordo com seu trabalho, o primeiro estágio de transformação da bainita consiste na formação de ripas de ferrita nos contornos do grão austenítico. Uma rápida e sucessiva ocorrência de ripas de ferrita, dispostas lado a lado, forma um feixe paralelo por um sistemático efeito de nucleação. Este efeito cresce com o aumento da concentração de carbono. Na etapa seguinte, como a ferrita bainítica possui uma solubilidade de carbono (< 0,03%) muito inferior à austenita, à medida que as ripas de ferrita crescem, o carbono é difundido para a interface ferrita-austenita, enriquecendo a região de contorno da austenita com carbono. Na Figura 2.7 estão representados os estágios de formação de bainita.

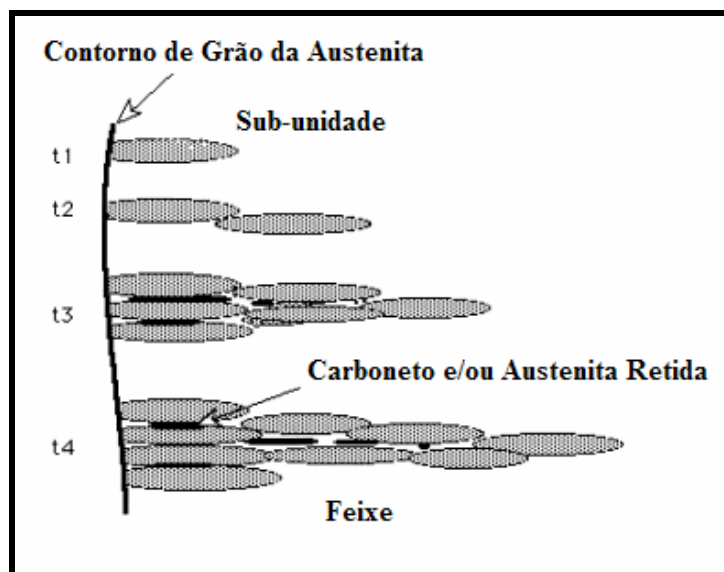


Figura 2.7. Representação dos estágios de formação de bainita (MATSUDA; BHADESHIA, 2004).

Devido ao enriquecimento de carbono entre as ripas de ferrita nucleadas paralelamente, regiões de alta concentração de carbono na austenita são aprisionadas ao longo dos contornos de grãos adjacentes de ferrita bainítica, e eventualmente transformadas em carbonetos (PICKERING, 1967).

Em alguns casos, este enriquecimento de carbono pode causar a retenção de austenita não transformada, particularmente quando a austenita ocorre entre duas ripas de ferrita que crescem juntas.

Outra importante característica do estudo de Pickering (1967) na observação da bainita superior é que, decorrente da formação de placas da ferrita bainítica, superfícies em relevo foram identificadas em amostras com a superfície polida, sendo consideradas como um indicativo de mudança de forma da região transformada, acompanhada por um componente de cisalhamento, similar ao encontrado na formação de placas de martensita.

Da mesma forma, em pesquisa mais recente, Bhadeshia (2004) encontrou superfícies em relevo ou discordâncias na superfície de amostras pré-polidas

submetidas a transformações isotérmicas, associadas à bainita superior, sugerindo que a propagação das subunidades de bainita é por cisalhamento.

Algumas publicações científicas como Bhadeshia e Edmonds (1980), Matsuda e Bhadeshia (2004), Bhadeshia (1999) explicam o crescimento das placas de ferrita bainítica através de um mecanismo sem difusão, conhecido como “*displacive*”. Este processo envolve uma mudança de forma da região transformada que pode ser descrita como um plano invariante de deformação, com uma grande componente de cisalhamento, idêntica a observada durante a transformação martensítica. As tensões geradas pela deformação provocam a deformação plástica na austenita adjacente. Em virtude dessa deformação plástica e do aumento da densidade de discordâncias na interface, cessa o crescimento das ripas de ferrita. Deste modo, cada subunidade de bainita atinge um tamanho limite, o qual é muito menor que o tamanho de grão da austenita.

Por outro lado, o mecanismo “*diffusive*”, defendido por Hillert (1995), Quidort e Brechet (2001) e Yang e Fang (2005) explica o crescimento das placas de ferrita bainítica através do movimento da interface ferrita-austenita, sob um completo equilíbrio (ou paraequilíbrio) entre essas fases. A concentração de carbono na ferrita bainítica é prescrita pelo limite de solubilidade das fases ferrita e ferrita-austenita do diagrama de fases. Neste caso, o crescimento só é possível por meio da difusão.

2.2.6.2. Bainita inferior

Uma seqüência de eventos da transformação da bainita inferior foi observada no trabalho de Pickering, 1967, em amostras de aços com diferentes concentrações de carbono. Em função da baixa taxa de difusão do carbono nas temperaturas de ocorrência da bainita inferior, as placas de ferrita bainítica são mais finas do que na bainita superior. Nesta faixa de temperatura, as placas de ferrita bainítica são supersaturadas de carbono. O crescimento de uma região de ferrita supersaturada somente pode prosseguir se a supersaturação diminuir através da precipitação de

carbonetos. Foi observado que cementita precipita rapidamente no interior das ripas da ferrita bainítica.

Outro aspecto das reações bainíticas que tem provocado divergências no meio científico é a respeito da origem dos precipitados de carbono na bainita inferior. Uma teoria desenvolvida no trabalho de Bhadeshia (1980) defende a precipitação de carbonetos na bainita inferior a partir da matriz de ferrita supersaturada.

2.2.6.3. Mecanismos de transição da bainita superior para a bainita inferior

A transição da bainita superior para a bainita inferior pode ser explicada por um rápido processo que ocorre após o crescimento e saturação de carbono das ripas de ferrita. O excesso de carbono da ferrita bainítica tende a ser difundido para a austenita remanescente.

Em temperaturas mais elevadas, a alta taxa de difusão, permite que o excesso de carbono seja difundido para fora da ferrita antes que ocorra a precipitação de carbonetos na ferrita, induzindo a formação da bainita superior.

A difusão lenta em consequência de temperaturas mais baixas de transformação permite que parte do carbono precipite dentro da ferrita supersaturada, na forma de carbonetos finos, antes de finalizar o processo total de difusão. Eventualmente, a quantidade restante do carbono pode sofrer partição na austenita.

Na Figura 2.8 é representada a transição da bainita superior para inferior, onde a ferrita bainítica superior é isenta de precipitação, ocorrendo concentração dos carbonetos entre as placas de ferrita. Na bainita inferior, além desse tipo de precipitação, ocorre a presença de carbonetos no interior da ferrita bainítica inferior.

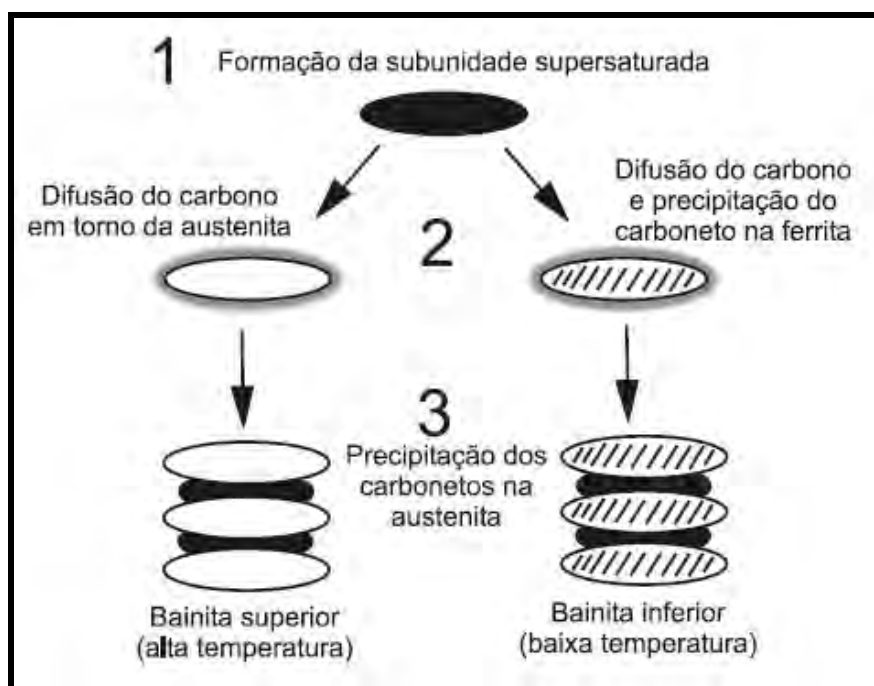


Figura 2.8. Representação esquemática da transição da bainita superior para a bainita inferior (BHADESHIA, 1999).

2.2.7. Outras formas de bainita

2.2.7.1. Bainita Inversa

A ferrita é a fase dominante na bainita convencional, a qual a nucleação ocorre primeiramente, enquanto a precipitação de carbonetos normalmente ocorre como uma fase secundária. Entretanto, em aços hipereutetóides, a fase de carbonetos nucleia primeiro, conduzindo a diferenças na aparência da microestrutura quando comparada à típica bainita.

A cementita precipita como ripas ou placas sendo envolvida pela ferrita. Esta formação atua como um núcleo para a decomposição adjacente da austenita, produzindo placas mais largas de ferrita e estruturas menores de cementita (EDMONDS, 1995). Este tipo de formação é conhecida como bainita inversa. O termo “inversa” reflete o fato que, diferente da bainita convencional, a cementita é a

primeira fase a precipitar da decomposição da austenita. Na Figura 2.9 são representadas micrografias da bainita inversa em um aço hipereutetóide.

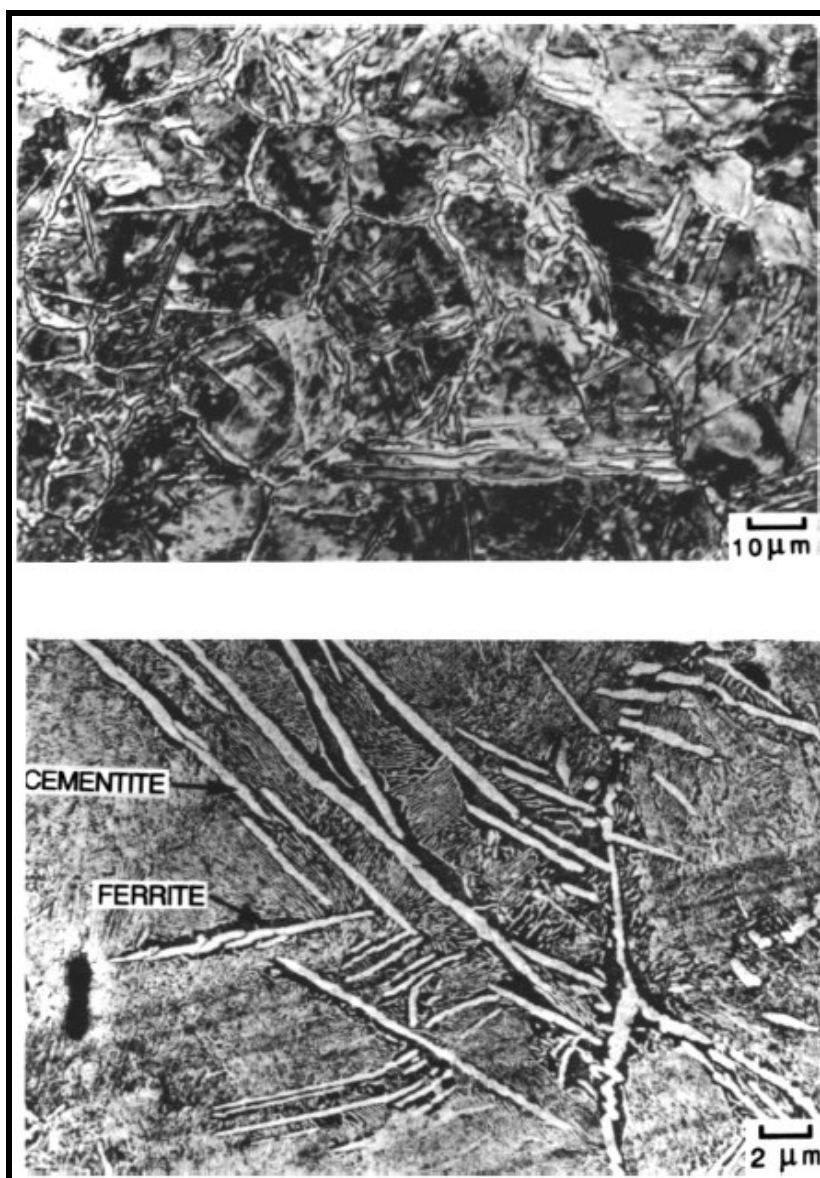


Figura 2.9. Fotomicrografias da bainita inversa em um aço hipereutetóide: (a) Microscopia óptica, (b) Micrografia de transmissão eletrônica (BHADESHIA, 2001).

2.2.7.2. Bainita Granular

A bainita granular refere-se à estrutura granular formada pela clássica bainita misturada com grãos relativamente grossos de ferrita massiva e poligonal, regiões de

martensita e austenita retida. Esta estrutura granular é observada somente em aços de baixa ou média liga, e é mais frequentemente produzida por resfriamento contínuo do que por transformação isotérmica. Na Figura 2.10 são representadas fotomicrografias da bainita granular.

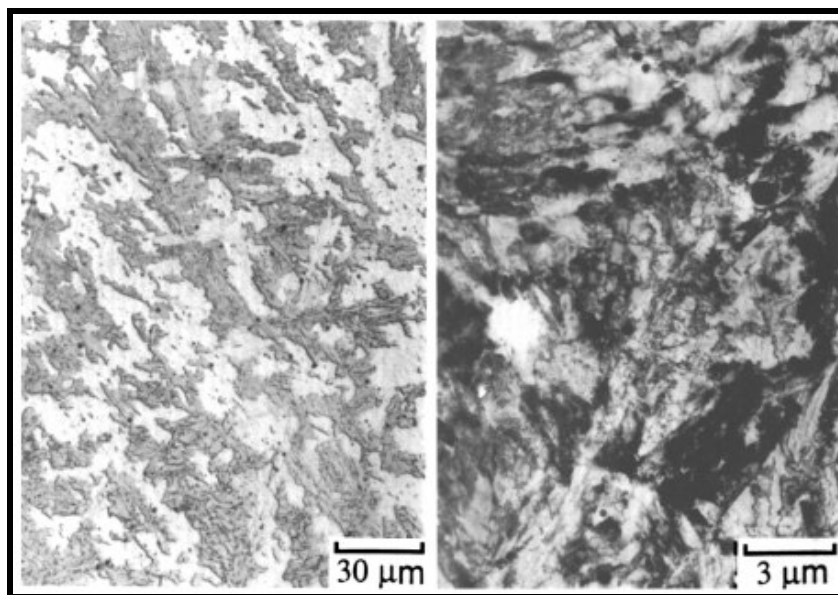


Figura 2.10. Bainita granular em um aço Fe-0,15C-2,25Cr-0,5Mo, % em peso. (a) micrografia obtida em microscópio óptico, (b) correspondente micrografia de transmissão eletrônica (BHADESHIA, 2001).

2.2.7.3. Bainita Colunar

A bainita colunar refere-se à morfologia de grãos de ferrita não-acicular contendo cementita precipitada, normalmente observada em aços de médio e alto carbono, particularmente transformada na faixa de temperatura bainítica sob alta pressão (EDMONDS, 1995). Na Figura 2.11 é representada uma fotomicrografia da bainita colunar.

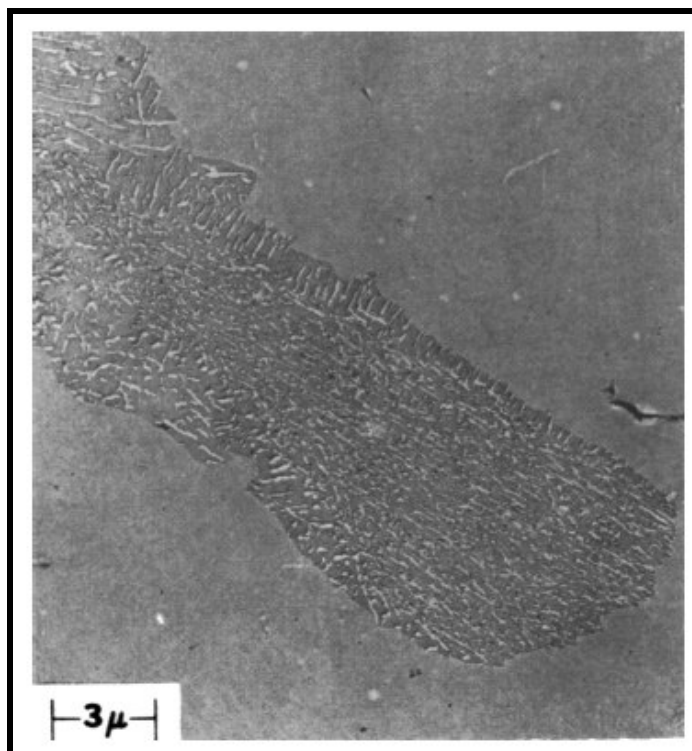


Figura 2.11. Microscopia eletrônica mostrando uma colônia de bainita colunar de uma amostra em aço Fe-0,82C (% em peso) sujeita a transformação isotérmica a 288 °C e a pressão de 30 Kbar (BHADESHIA, 2001).

2.2.7.4. Ferrita Acicular

A ferrita acicular é uma fase normalmente observada em transformações com resfriamento contínuo, principalmente em aços de baixo carbono.

É geralmente aceito que os mecanismos que controlam a transformação da austenita em ferrita acicular são idênticos aos mecanismos de formação de microestrutura bainítica. A diferença entre a ferrita acicular e a bainita está na forma como cada microestrutura sofre a nucleação (MADARIAGA; GUTIÉRREZ, 1999).

A bainita convencional cresce em feixes de placas paralelas os quais nucleiam nos contornos de grão da austenita. Por outro lado, a ferrita acicular forma-se a partir de um ponto de nucleação, normalmente em consequência de uma inclusão não metálica, crescendo de forma radial em diferentes direções. O desenvolvimento deste

crescimento é impedido pelas placas de ferrita que nucleiam em inclusões adjacentes (BABU; BHADSHIA, 1991). Na Figura 2.12 são representadas esquematicamente as diferenças morfológicas entre a ferrita acicular e a bainita.

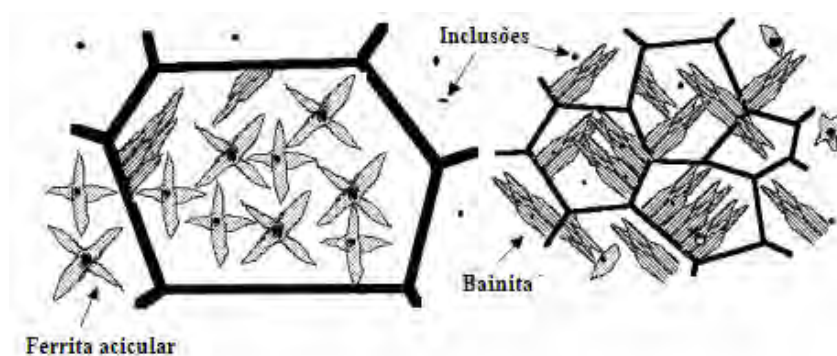


Figura 2.12. Representação esquemática das diferenças morfológicas entre a ferrita acicular e a bainita (BHADSHIA, 2001).

Dessa forma, a ferrita acicular pode ser descrita como um agregado de placas lenticulares com nucleação heterogênea e intragranular, a partir de pequenas inclusões não metálicas, formando uma microestrutura desorganizada e caótica. Na Figura 2.13 é representada uma micrografia da ferrita acicular (BHADSHIA, 2001).

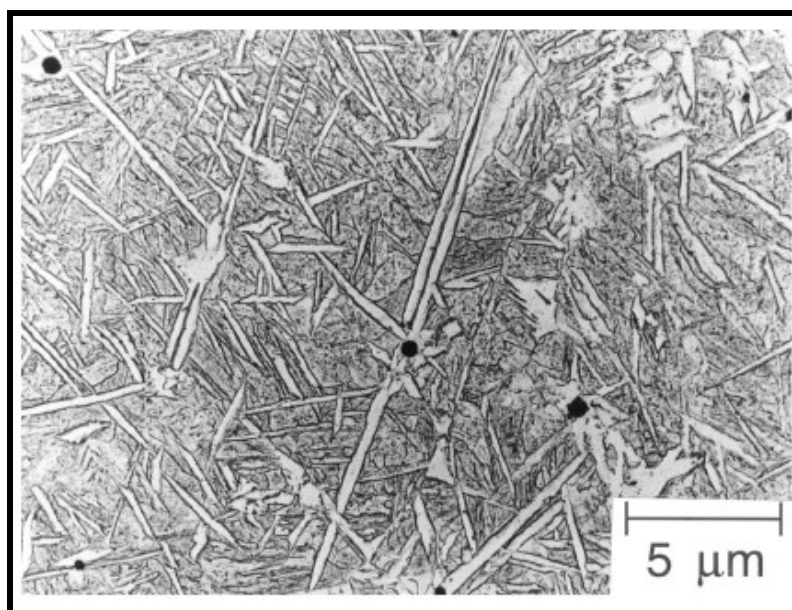


Figura 2.13. Micrografia de transmissão eletrônica mostrando as placas de ferrita acicular (BHADSHIA, 2001).

Microestruturas organizadas, como a bainita convencional, que crescem formando placas paralelas com a mesma orientação cristalográfica, muitas vezes são nocivas às propriedades mecânicas do material, pois trincas de clivagem podem se propagar justamente através das placas. Por isso, a nucleação intragranular da ferrita acicular promove melhorias em relação a tenacidade sem comprometer a resistência.

2.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

2.3.1. Técnicas metalográficas para análise microestrutural

Os significativos efeitos da microestrutura, nas características físicas e mecânicas dos aços, fazem da investigação metalográfica uma necessidade para entendimento e aperfeiçoamento de suas propriedades.

A correlação propriedade-microestrutura feita através da investigação metalográfica pode envolver uma análise qualitativa, tal como observação da morfologia e homogeneidade das estruturas, assim como uma análise quantitativa, através da medição de parâmetros microestruturais como, por exemplo, fração volumétrica das fases presentes, distribuição e tamanho de grão das microestruturas. Dessa forma, muitas vezes é de suma importância que a técnica metalográfica revele finos detalhes dessas estruturas, enquanto outras vezes, têm-se simplesmente como finalidade segregar, de maneira eficiente, os diferentes constituintes do material.

As técnicas empregadas na metalografia, entre elas os processos de preparação das amostras, os procedimentos de separação de fases como os ataques químicos, os métodos de análise qualitativa e quantitativa, requerem especial atenção, pois demandam certo grau de habilidade e paciência na execução da atividade pelo operador ou pesquisador. A importância de um trabalho minucioso e preciso são determinantes para minimizar possíveis erros de interpretação e garantir resultados confiáveis (VOORT, 1984). Segundo Voort (1984), a metalografia é uma arte e uma ciência, e ambas as áreas são cobertas de detalhes.

A microscopia óptica é a ferramenta comumente utilizada na investigação metalográfica das estruturas em ampliações que variam de 50 a 1000 vezes. Para ampliações maiores, esta análise pode ser auxiliada pela microscopia eletrônica (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004). A microscopia óptica envolve técnicas

convencionais de preparação de amostras tais como seccionamento, embutimento, lixamento e polimento.

No microscópio óptico, com a utilização de iluminação em campo claro é possível a observação de certas características e detalhes microestruturais em amostra simplesmente polida, sem que sua superfície tenha sido submetida a tratamentos ou processos químicos, desde que as estruturas constituintes do material examinado apresentem grandes diferenças de reflexibilidade da luz após polimento. Em aços ao carbono e aços liga, inclusões e precipitados podem ser perfeitamente examinados, sem maiores dificuldades, na condição polida da amostra (BRANFITT, LAWRENCE, 2004). Vários recursos da microscopia óptica como luz polarizada ou aplicação de campo escuro podem auxiliar na identificação de estruturas de amostras na condição polida (VOORT, 1984). Porém, em muitos materiais, as distinções entre as fases constituintes demandam aplicação de apropriados tratamentos ou processos químicos na superfície da amostra.

Na análise metalográfica de aços são geralmente utilizados processos químicos para a identificação ou segregação dos constituintes do material, os quais podem ser divididos em dois grupos, com base em seus princípios ativos: os ataques químicos corrosivos e os ataques químicos denominados *Tint Etching* (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004).

2.3.1.1. Ataques químicos corrosivos

Os reagentes corrosivos atacam quimicamente a superfície da amostra, através de um processo de corrosão controlada, resultante da diferença de potencial eletrolítico entre as áreas da superfície atacada (VOORT, 1984). Essas diferenças de potencial eletrolítico podem existir entre grãos com diferentes orientações cristalográficas, entre o contorno de grão e o interior do grão e, ainda, entre duas ou mais fases distintas.

Os ataques corrosivos tipicamente utilizados em aços carbono e aços liga são baseados em três famílias de reagentes químicos: soluções que usam como base o ácido nítrico (nital), soluções à base de ácido pícrico (picral) e soluções oxidantes (reagente Marshall).

A solução mais usada à base de ácido nítrico é o nital, em uma proporção de 2% de ácido nítrico e 98% de álcool etílico. Considerado um dos mais antigos reagentes aplicados em aços, revela os contornos de grãos da ferrita (VOORT, 1984). Porém, conforme a composição do material ou constituição microestrutural, este reagente responde de maneira distinta em cada grão atacado, dependendo das diferentes orientações cristalográficas da estrutura. Isto implica que nem sempre todos os contornos de grãos de ferrita são delineados, podendo levar a erros em medições e contagens (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004).

O nital também pode ser usado para realçar características da bainita e martensita através de escurecimento dessas estruturas. Porém, dependendo dos parâmetros de tratamentos térmicos ao qual o aço tenha sido submetido, a presença de microestruturas mais complexas, contendo outras fases além da ferrita e martensita, torna difícil a observação dessas estruturas em microscópio óptico, após ataque com nital.

Chang (2004), através do ataque químico com nital 2%, observou a formação de perlita, revelada com coloração preta, nos contornos de grãos da austenita, em aços carbono contendo adição de silício, submetidos a tratamentos térmicos em temperaturas de transformação isotérmica entre 480 °C e 500 °C.

De acordo com Girault et al. (1998), a observação em microscópio óptico de aços bifásicos atacados com nital, contendo fina dispersão de martensita em uma matriz ferrítica geralmente não é satisfatória.

Segundo Pereira (2004), o ataque com nital apresenta alguma limitação na identificação de determinadas fases em aços multifásicos, pois este ataque químico impossibilitou a diferenciação entre ferrita e austenita retida, assim como entre martensita e bainita.

O reagente Marshall (um tipo de solução oxidante) é um pouco mais complicado em sua preparação do que o nital. Ele consiste na mistura de duas soluções, a primeira, composta de 5ml de ácido sulfúrico e 8 g de ácido oxálico diluído em água e, a segunda, a mistura de 30% de solução de peróxido de hidrogênio (integrante que faz o reagente uma solução oxidante). Este reagente age de maneira similar ao nital nas aplicações em aços ao carbono revelando contornos de grão da ferrita porém, com mais precisão e contraste, também pode revelar carbonetos como a cementita (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004). É comum encontrar-se algumas variações deste reagente, como o reagente Marshall modificado, ao qual são adicionadas poucas gotas de ácido hidrófluorídrico.

As soluções a base de ácido pícrico são mais versáteis. A formulação mais comum é conhecida como picral, numa mistura de 4 g de ácido pícrico e 96ml de álcool etílico. O picral é tipicamente usado em aços ao carbono e aços liga para atacar a perlita, mas também pode revelar a bainita, martensita temperada, cementita e outros carbonetos (BRAMFIT, LAWRENCE, 2004).

Tomita (1994) utilizou um ataque com 5% de ácido pícrico diluído em álcool para delinear a estrutura bainítica obtida em tratamento térmico de resfriamento contínuo em um aço AISI 4340. As microestruturas obtidas em microscopia óptica são apresentadas na Figura 2.14, onde as regiões cinza claro e cinza escuro mostram a bainita e a martensita, respectivamente.

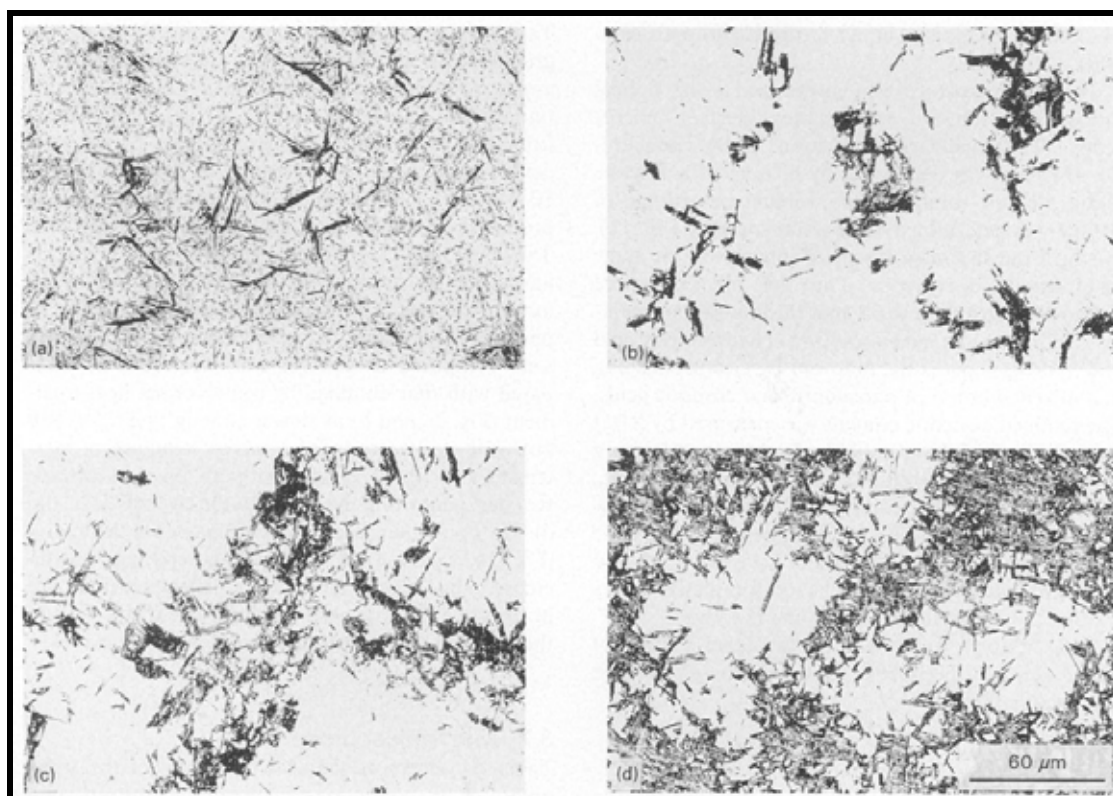


Figura 2.14. Micrografias ópticas de um aço AISI 4340 submetido a resfriamento contínuo em diferentes taxas de resfriamento: (a) 3,1; (b) 1,6; (c) 0,9; (d) 0,6 $K.s^{-1}$. Amostras atacadas com 5% de ácido pícrico diluído em álcool. As regiões brancas e pretas representam a bainita e a martensita, respectivamente. (TOMITA, 1994).

Capdevila et al. (2006) relatou o uso de ataque químico com nital 2% para revelar a microestrutura de aços de ultra baixo carbono e reagente picral 4% para identificar a presença de cementita, conforme apresentado na Figura 2.15.

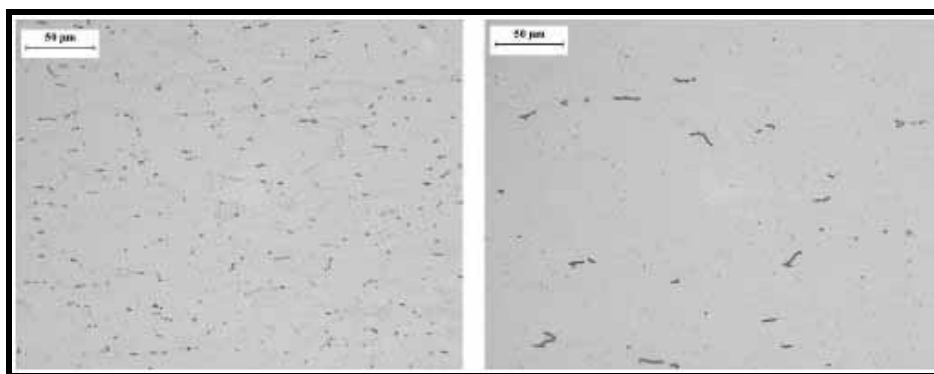


Figura 2.15. Ataque químico com picral revelando a distribuição de cementita em aços de ultra baixo carbono (CAPDEVILA et al., 2006).

Algumas variações do picral, como o reagente Vilella, que é composto por 1 g de ácido pícrico, 5ml de ácido clorídrico e 100ml de água, é usado para delinear os contornos dos grãos austeníticos e carbonetos em aços liga temperados e revenidos e aços martensíticos. Outra variação do picral, a solução aquosa saturada de ácido pícrico, é uma mistura à base de água (ao invés de álcool) e ácido pícrico, usada para revelar os contornos de grãos austeníticos em aços com estrutura totalmente martensítica (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004).

Tomita e Okabayashi (1983) realizaram uma caracterização microestrutural de um aço AISI 4140 (estrutura composta pela coexistência de bainita inferior e martensita), fazendo uso de um ataque químico com solução aquosa supersaturada de ácido pícrico e a adição de um agente ativo de superfície, não revelado na publicação. O resultado deste ataque químico, apresentado na Figura 2.16, permitiu a observação das estruturas bainita e martensita e ainda, dos contornos de grãos austeníticos.

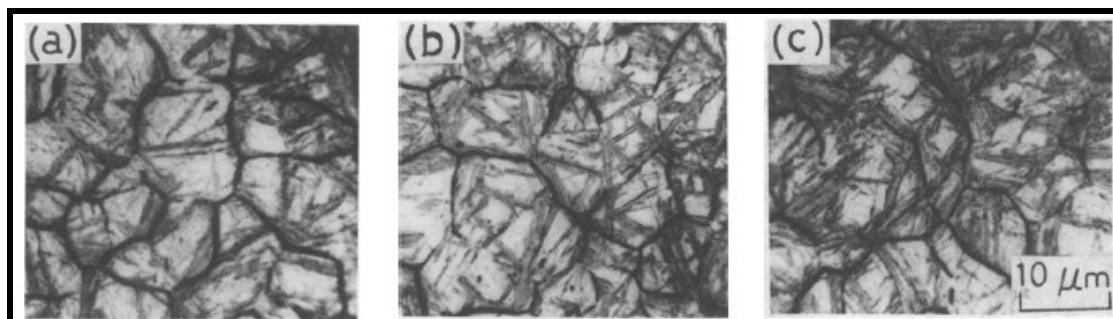


Figura 2.16. Micrografias ópticas mostrando as estruturas bainita e martensita e os contornos de grãos austeníticos revelados por ataque químico à base de solução aquosa supersaturada de ácido pícrico (TOMITA; OKABAYASHI, 1983).

2.3.1.2. Ataques químicos *Tint Etching*

De maneira distinta aos ataques químicos corrosivos, os ataques denominados *Tint Etchings*, produzem um fino filme estável (normalmente com espessura entre 40 e 500 nm), que é depositado seletivamente em diferentes áreas na superfície da amostra,

dependendo da sua natureza anódica ou catódica e da solução química utilizada. Para diferentes reagentes, a mesma fase pode ser anódica ou catódica.

As técnicas de ataques químicos *Tint Etching* são particularmente importantes na metalografia colorida. A espessura do filme controla a coloração produzida através da interferência da luz branca emitida pelo microscópio óptico. Em sistemas químicos anódicos, o filme forma-se somente sobre as fases de natureza anódica e a espessura do filme pode variar com a orientação cristalográfica da fase. Em sistemas catódicos, o filme é depositado somente sobre a fase catódica e sua espessura geralmente é constante, de forma que somente uma cor é produzida. A maioria dos sistemas químicos de ataques *Tint Etching* utilizados para segregação de fases em aços é de natureza catódica.

Os ataques químicos *Tint Etching* geralmente englobam componentes à base de metabissulfitos e triossulfatos. A solução mais usual para aço ao carbono e aços liga é o reagente metabissulfito de sódio, podendo ser usado em concentrações de até 20 g de metabissulfito de sódio diluído em 100 ml de água. Este ataque torna a estrutura martensita escura, em tonalidades de marrom e não ataca a austenita. Em aços bifásicos, com a presença das fases ferrita, martensita e austenita, o ataque com metabissulfito de sódio pode ser usado para distinguir a martensita da austenita.

Combinações dessas técnicas de ataques químicos, assim como, variações dos tipos e quantidades de reagentes, podem ser aplicadas para possibilitar a análise simultânea das características específicas e diferentes fases constituintes dos aços.

LePera (1979) usou um reagente, o qual foi denominado de reagente LePera, composto da mistura, em partes iguais, de duas soluções, 1% de metabissulfito de sódio diluído em água e de 4% de ácido pícrico diluído em álcool, para revelar a martensita em aços bifásicos de alta resistência. A metodologia consistiu em duas ou três seqüências de polimentos e pré-ataques com reagente nital 2%, com remoção total de todos os vestígios deste pré-ataque por meio de um polimento final mais criterioso,

antes do efetivo ataque com o reagente LePera. Este ataque revelou a ferrita com tonalidade castanho-amarelada, a bainita preta ou marrom escura e a martensita branca.

LePera (1980) propôs um aperfeiçoamento do método descrito anteriormente, substituindo o reagente nital 2%, utilizado nas seqüências de pré-ataques e polimentos, pela solução de 4% de ácido pícrico diluído em álcool. Após um polimento final para remoção de todos os vestígios do pré-ataque, a aplicação do Reagente LePera também resultou na ferrita com coloração castanho-amarelada, bainita preta ou marrom escura e martensita branca. A original aplicação do reagente nital 2% na etapa de pré-ataque implica que qualquer vestígio remanescente deste ataque impede que as fases bainita e martensita sejam delineadas uniformemente.

Marder e Benschoter (1982) comparam dois procedimentos de ataques químicos para segmentação e posterior medição da fração volumétrica da segunda fase em aços bifásicos. O primeiro procedimento consistiu de um pré-ataque de 1 a 2 segundos com reagente nital 2% seguido de ataque com solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio. Neste processo, para baixas porcentagens de volume da segunda fase, não foi possível distinguir as fases ferrita e austenita. O segundo procedimento consistiu em ataque com reagente LePera, que escurece o constituinte martensita-bainita quando a fração volumétrica de segunda fase é alta.

Girault et al. (1998) adaptaram a técnica de ataque químico colorido com reagente LePera para observação simultânea das fases constituintes da microestrutura de aços TRIP multifásicos. A aplicação do método, em quatro diferentes aços multifásicos, mostrou que a ferrita pode assumir uma coloração azul esverdeada ou marrom clara, dependendo da composição do aço, revelou a bainita com tonalidade marrom escura e as fases martensita e austenita permaneceram brancas. Estas diferenças de coloração do ataque podem ser visualizadas nas Figuras 2.17 e 2.18. Segundo os autores, as concentrações de carbono e silício do aço multifásico têm substancial influência na coloração da fase ferrita atacada. Conforme decresce a

concentração desses elementos, a coloração da ferrita torna-se gradualmente de azul para marrom.

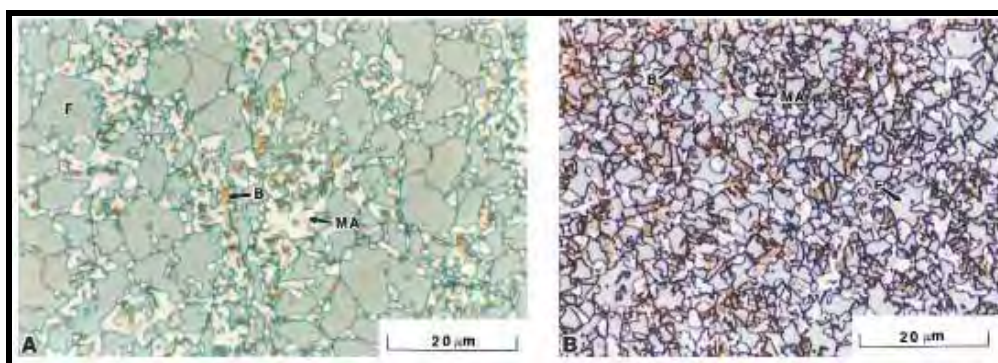


Figura 2.17. Micrografias de dois diferentes aços multifásicos após ataque químico adaptado da técnica de LePera. F, ferrita (verde-azulada); B, bainita (marrom); MA, constituinte martensita e austenita retida (branco). (a) Aço A (0,11C-1,50Si-1,53Mn, % em peso) e (b) Aço B (0,27C-1,40Si-1,40Mn, % em peso) (GIRAULT et al.,1998).

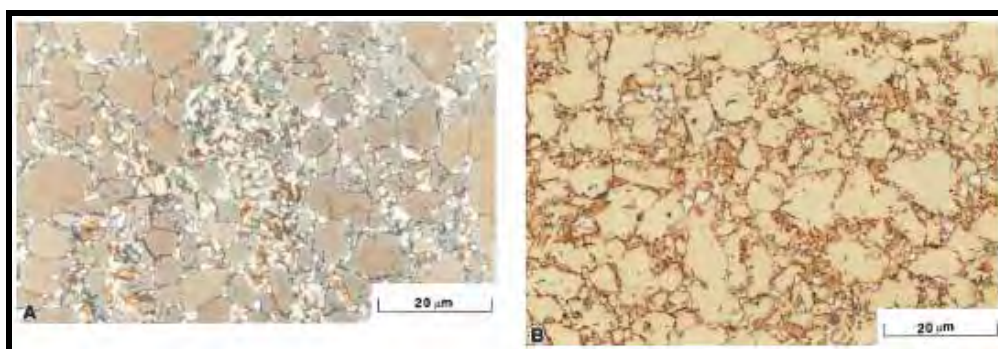


Figura 2.18. Micrografia de dois diferentes aços multifásicos após ataque químico adaptado da técnica de LePera mostrando a fase ferrita com coloração marrom clara. (a) Aço C (0,12C-0,78Si-1,51Mn, % em peso) e (b) Aço D (0,18C-0,39Si-1,30Mn, % em peso) (GIRAULT et al.,1998).

De, Speer e Matlock (2003) realizaram a caracterização microestrutural de aços multifásicos por um método de ataque químico composto por duas etapas. Na primeira etapa foi utilizado um ataque químico com 4% de picral misturado com algumas gotas de ácido clorídrico (1ml para 100ml da solução de picral). A segunda etapa consistiu de um ataque com solução de 10% de metabissulfito de sódio. Após a primeira etapa, o ataque com picral revela claramente os carbonetos e traços da perlita, porém as estruturas martensita e austenita não são reveladas neste estágio. Após a segunda etapa, ou seja, após ataque químico com metabissulfito de sódio, a martensita

é revelada com coloração palha e a austenita retida permanece branca, sendo possível a distinção entre essas duas fases.

Silva, Lopes e Santos (2006), para caracterização microestrutural de aços multifásicos de baixo teor de carbono, utilizaram ataque químico com nital 2% para revelar as estruturas ferrita e perlita e reagente LePera para revelar o constituinte martensita e austenita, correspondente as regiões brancas e partículas de cementita, que correspondem aos pontos escuros, conforme mostrado na Figura 2.19.

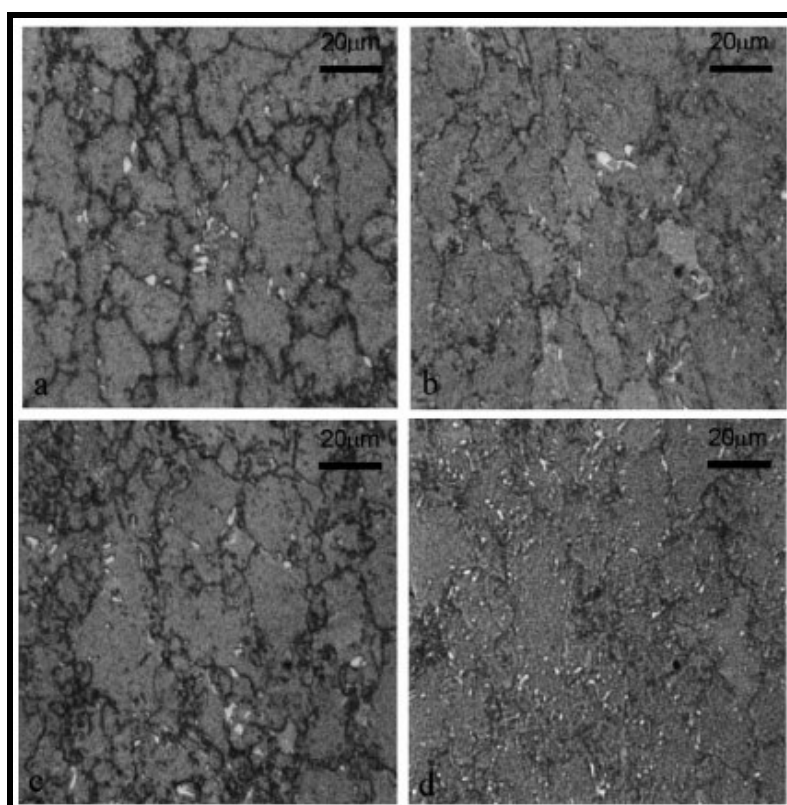


Figura 2.19. Pré-ataque químico com reagente nital 2% e ataque químico com reagente LePera, as áreas brancas correspondem ao constituinte martensita e austenita e os pontos pretos são as partículas de cementita (SILVA; LOPES; SANTOS, 2006).

Oliveira, Andrade e Cota (2007) mostraram a caracterização microestrutural por microscopia óptica de um aço baixo carbono submetido a tratamentos térmicos com resfriamento contínuo (taxas de resfriamento entre 0,1 °C/s e 1 °C/s), utilizando ataque

químico com reagente nital 2% e reagente LePera, conforme apresentado na Figura 2.20, onde foi identificado as estruturas ferrita, perlita, bainita e martensita.

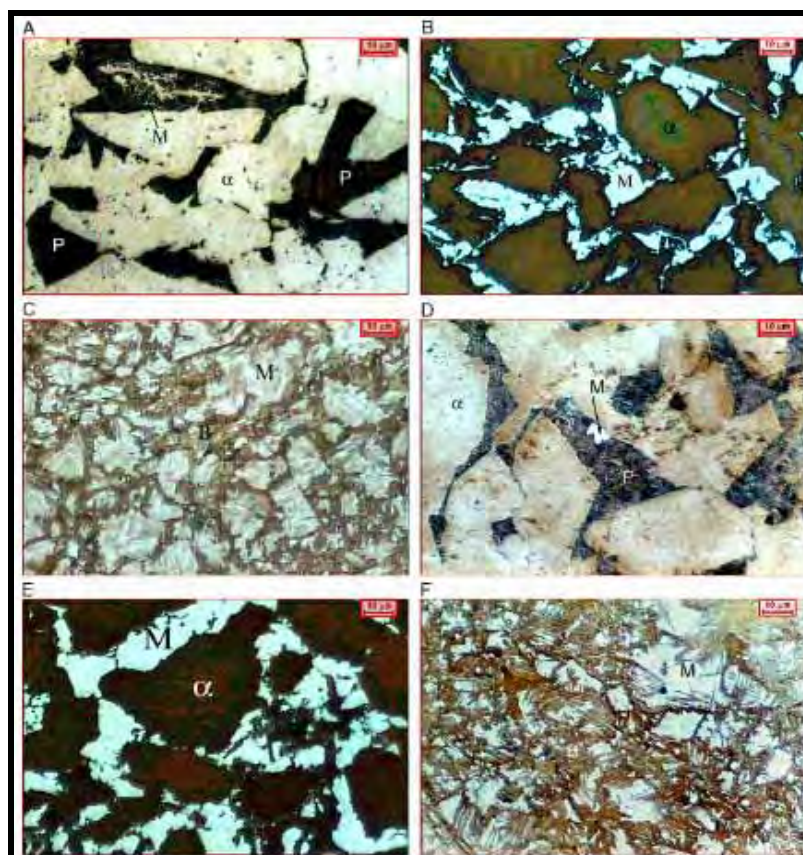


Figura 2.20. Ataque químico com nital 2% e reagente LePera. α é ferrita, P é perlita, B é bainita e M é martensita. Amostras de aço carbono resfriadas continuamente (taxa de resfriamento de 0,1 °C/s) a partir das seguintes temperaturas: A (720 °C), B (745 °C) e C (840 °C) e para a taxa de resfriamento de 1 °C/s, a partir das seguintes temperaturas: D (725 °C), E (750 °C) e F (860 °C) (OLIVEIRA; ANDRADE; COTA, 2007).

Timokhina, Hodgson e Pereloma (2004) pesquisaram a influência da austenita retida em aços TRIP após deformação, utilizando a técnica *heat-tinting* para distinguir a austenita e a martensita. As amostras foram atacadas com nital 2% por aproximadamente 15 s e, posteriormente, submetidas a aquecimento na temperatura de 260 °C por 2 h e 30 min, seguido de resfriamento ao ar. Com esta técnica foi possível identificar as estruturas ferrita poligonal e bainita na coloração bege, a austenita retida na coloração rosa e a martensita na coloração azul escuro, conforme apresentado na Figura 2.21.

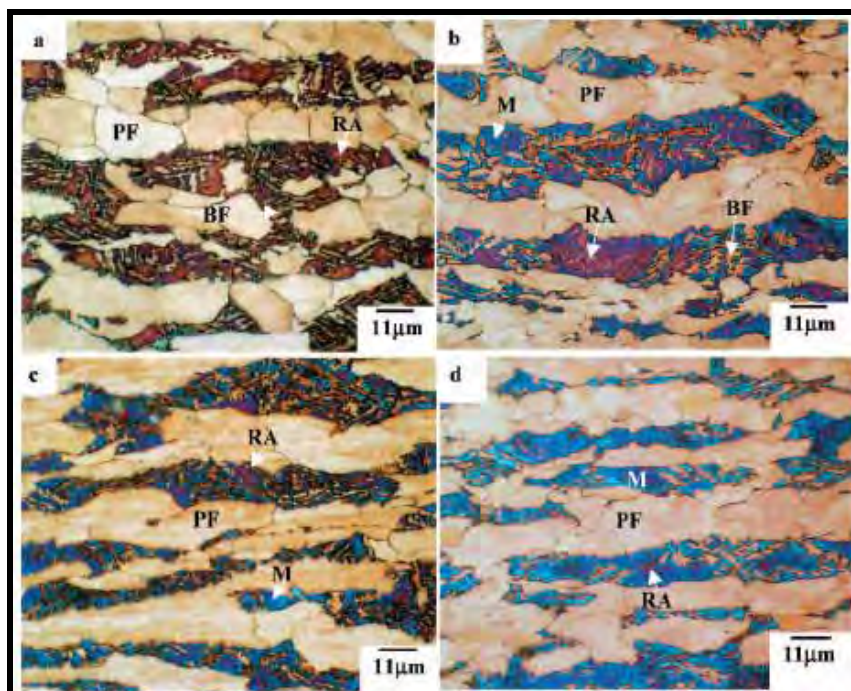


Figura 2.21. Micrografias obtidas a partir da técnica *heat-tinting*. As diferentes fases são identificadas na figura da seguinte forma: PF (ferrita poligonal), RA (austenita retida), M (martensita) e BF (ferrita bainítica). Micrografias (a) C-Mn-Si sem adição de Nb, (b) aço C-Mn-Si-Nb, (c) aço C-Mn-Si após deformação e (d) aço C-Mn-Si-Nb após deformação (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004).

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA

3.1. MATERIAL

O material utilizado neste trabalho é definido como um aço de médio carbono e baixa liga, normalizado como AISI/SAE 4340. Suas principais aplicações estão destinadas à fabricação de eixos, bielas, virabrequins e peças com alta sollicitação mecânica; nos setores de máquinas e equipamentos, na indústria aeroespacial e automobilística. A composição química padronizada para o aço AISI/SAE 4340 está representada pelas porcentagens dos elementos de liga (% em peso) na Tabela 1.

Tabela 3.1. Composição Química Padronizada do Aço AISI/SAE 4340 (ASM, 1990).

| Elemento de Liga | % em Peso |
|------------------|-------------|
| Carbono | 0,38 – 0,43 |
| Manganês | 0,60 – 0,80 |
| Fósforo | 0,035 Máx. |
| Enxofre | 0,040 Máx. |
| Silício | 0,15 – 0,30 |
| Cromo | 0,70 – 0,90 |
| Níquel | 1,65 – 2,00 |
| Molibdênio | 0,20 – 0,30 |

A análise da composição química deste material foi realizada no Laboratório Metalúrgico da empresa Amsted-Maxion, por espectrometria de emissividade óptica, no equipamento fabricado pela ARL (Apply Research Laboratories), modelo 3460, de 30 canais, para fins de comparação com a composição química padronizada.

3.2. AMOSTRAS

As amostras para execução do tratamento térmico foram extraídas de uma chapa com as seguintes dimensões: 4 mm de espessura, 565 mm de largura e 1.320 mm de comprimento. As amostras para tratamento térmico foram confeccionadas por usinagem, em formato retangular, nas dimensões de 100 mm de comprimento, 10 mm de largura e 2 mm de espessura, de modo que o eixo longitudinal da amostra coincidissem com a direção de laminação da chapa.

As amostras para tratamento térmico foram usinadas no Laboratório de Usinagem de Precisão e de Comando Numérico Computacional do Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP.

3.3. TRATAMENTO TÉRMICO

3.3.1. Seleção das rotas de tratamentos térmicos

Com a finalidade de obter-se uma estrutura combinada das fases bainita e martensita, a definição das temperaturas e dos tempos de permanência nas temperaturas de tratamentos térmicos foi baseada em:

- ampla pesquisa bibliográfica, referente à formação da estrutura bainita em baixas temperaturas por tratamento isotérmico (GARCIA-MATEU, CABALLERO, BHADSHIA, 2005; GARCIA-MATEO, CABALLERO, BHADSHIA, 2003a; GARCIA-MATEO, CABALLERO, BHADSHIA, 2003b; GARCIA-MATEO, CABALLERO, BHADSHIA, 2003c; CABALLERO, BHADSHIA, MAWELLA, JONES, BROWN, 2002);
- estimativas das temperaturas de transformação de fases, de acordo com as equações de Andrews (ANDREWS, 1965);

- análise do diagrama de fases Fe-C e da curva Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) do aço SAE 4340 (ASM, 1990).

As temperaturas de transformação de fases Ac3 (Temperatura Crítica Superior, onde acima desta temperatura, somente a fase austenita prevalece) e Ms (Temperatura de Início da Transformação Martensítica) foram calculadas pelas fórmulas empíricas de Andrews (ANDREWS, 1965), apresentadas a seguir:

$$Ac3 (^{\circ}C) = 910 - 203 \sqrt{C} - 15,2 Ni + 44,7 Si + 104V + 31,5 Mo + 13,1 W - (30 Mn + 11Cr + 20Cu - 700 P - 400 Al - 120 As - 400 Ti) \dots\dots\dots\text{Equação (1)}$$

$$Ms (^{\circ}C) = 512 - 453 C - 16,9 Ni + 15 Cr - 9,5 Mo + 217 (C)^2 - 71,5 (C) (Mn) + -67,6(C)(Cr) \dots\dots\dots\text{Equação (2)}$$

Dessa forma, foi estimada a temperatura mínima de austenitização $Ac3 = 774^{\circ}C$ e a temperatura de início da transformação da martensita $Ms = 311^{\circ}C$.

Estabeleceu-se uma temperatura de austenitização de $850^{\circ}C$ com tempo de permanência de 1800 segundos, condição considerada suficiente para homogeneização da estrutura e total transformação das fases em austenita, estando de acordo com o sugerido pela literatura (ASM, 1990; TOMITA; OKABAYASHI, 1983) e coerente com a estimativa da temperatura mínima de austenitização. A Figura 3.1 representa, no diagrama Fe-C, o resfriamento do aço a partir da temperatura de austenitização de $850^{\circ}C$.

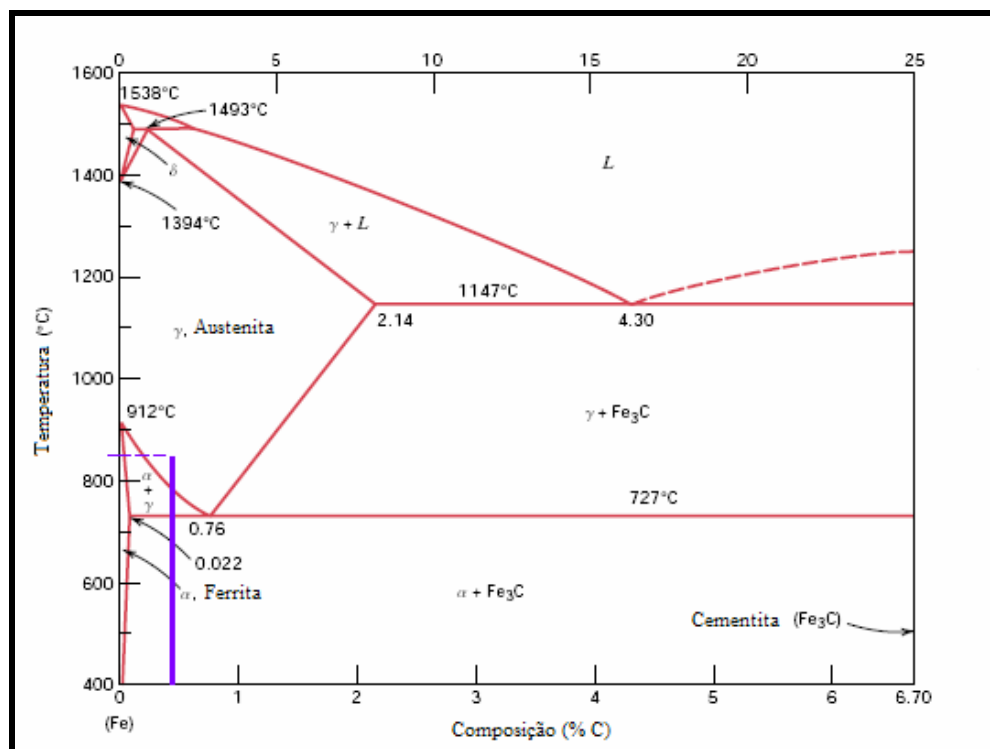


Figura 3.1. Diagrama Fe-C representando o resfriamento do aço a partir da temperatura de austenitização à 850 °C (CALLISTER, 2002).

Segundo Bhadeshia (2004), a bainita produzida em temperaturas de transformação isotérmicas muito baixas, na ordem de 125 °C a 325 °C, em aços de médio e alto carbono, pode apresentar características mecânicas muito atrativas como alta dureza (na ordem de 650 HV), alta resistência (até 2500 MPa), mantendo boa tenacidade (entre 30 e 40 MPa.m^{1/2}). A estrutura formada nesta faixa de temperatura é composta por placas de bainita extremamente finas (20-40 nm de espessura) e ficam dispersas em uma austenita estabilizada pelo enriquecimento em carbono.

Partindo deste princípio, definiu-se duas diferentes temperaturas de transformação isotérmica: uma temperatura logo acima da linha de início da transformação martensítica Ms, à 336 °C, e uma segunda situação, logo abaixo da temperatura Ms, à 286 °C, segundo o diagrama TTT. Ambas as temperaturas equidistantes 25 °C em relação à linha da temperatura Ms. Os tempos de permanência

selecionados para cada condição de temperatura isotérmica foram 60 s, 120 s, 300 s e 1800 s.

Outros parâmetros de tratamento térmico foram estabelecidos para a condição de têmpera (a 850 °C) e revenimento (a 300 °C) do material estudado, para fins de comparação. Uma amostra foi mantida sem processamento térmico, ou seja, estado fornecido do material.

Em síntese, as 10 diferentes condições de estudo realizadas neste trabalho são as seguintes:

Condições 1, 2, 3 e 4 - Tratamento isotérmico acima de Ms: as amostras foram inicialmente aquecidas até a região de austenitização à temperatura de 850 °C por 1800 segundos e posteriormente, resfriadas até a região de transformação bainítica, à temperatura de 336 °C, permanecendo nesta temperatura por 60 s, 120 s, 300 s e 1800 s, o resfriamento do material ocorreu em água. Este processamento térmico resultou em quatro diferentes rotas de tratamento, que foram denominadas Condição 1 (C1), Condição 2 (C2), Condição 3 (C3) e Condição 4 (C4), respectivamente para cada tempo de permanência. As rotas de tratamento térmico para obtenção das condições de 1 a 4 estão representadas na Figura 3.2.

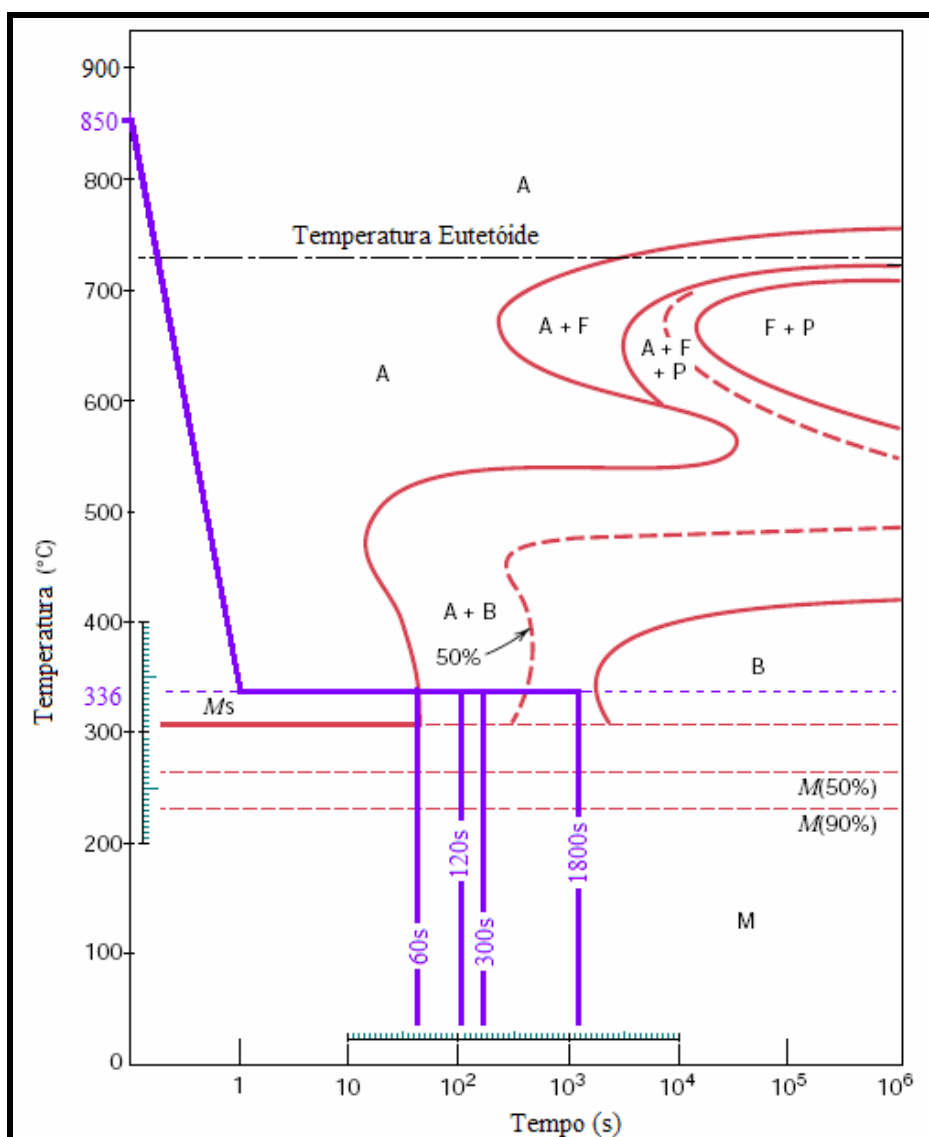


Figura 3.2. Representação esquemática do tratamento isotérmico acima da temperatura M_s (CALLISTER, 2002).

Condições 5, 6, 7, 8 - Tratamento Isotérmico abaixo de M_s : as amostras foram inicialmente aquecidas até a região de austenitização à temperatura de 850 °C por 1800 s e posteriormente, resfriadas até uma região abaixo da temperatura de início da transformação martensítica, à temperatura de 286 °C, permanecendo nesta temperatura por 60 s, 120 s, 300 s e 1800 s, o resfriamento do material ocorreu em água. Esta condição gerou outras quatro diferentes rotas de tratamento térmico, denominadas: Condição 5 (C5), Condição 6 (C6), Condição 7 (C7) e Condição 8 (C8),

respectivamente para cada tempo de permanência. As rotas de tratamento térmico para obtenção das condições de 5 a 8 estão representadas na Figura 3.3.

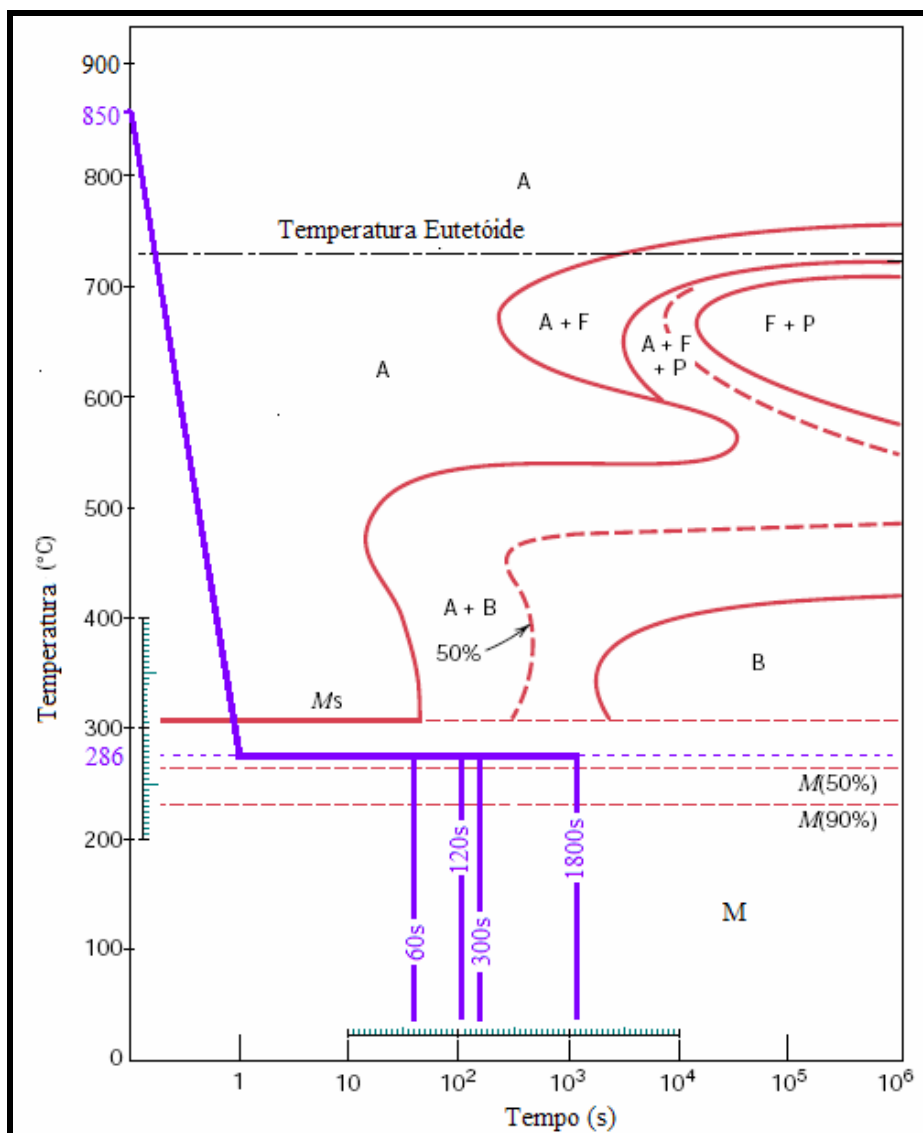


Figura 3.3. Representação esquemática do tratamento isotérmico abaixo da temperatura M_s . (CALLISTER, 2002).

Condição 9 - Têmpera e Revenimento: a amostra de aço foi inicialmente aquecida até a região de austenitização à temperatura de 850 °C por 1800 s e resfriada em óleo. Posteriormente, foi submetida a um aquecimento à 300 °C por um período de duas horas, seguido de resfriamento ao ar. Esta condição, representada na Figura 3.4,

foi considerada como uma rota de tratamento térmico de têmpera e revenimento e denominada Condição 9 (C9).

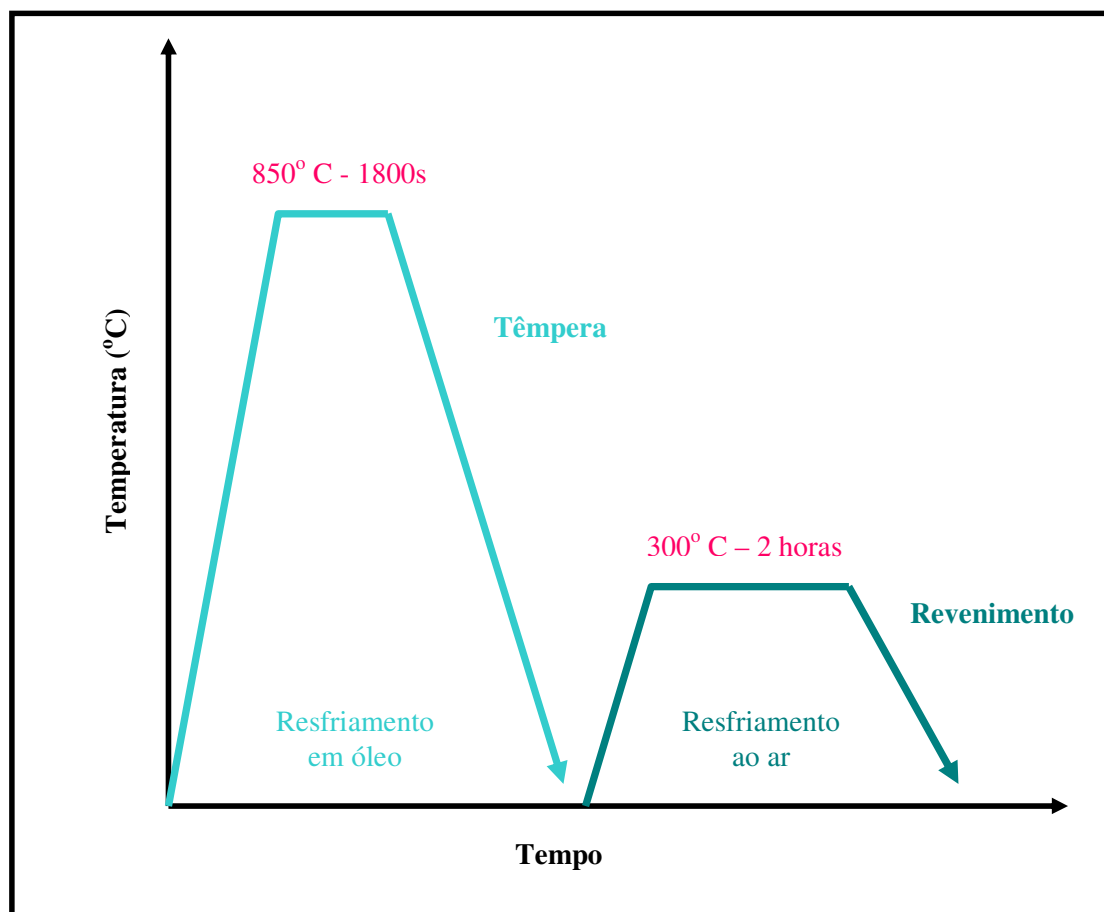


Figura 3.4. Representação esquemática do tratamento térmico de têmpera e revenimento.

Condição 10 - Estado fornecido do material: uma amostra foi mantida sem processamento térmico, denominação: Condição 10 (C10).

3.3.2. Execução dos tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos com transformação isotérmica foram realizados na empresa PROTERM – Projetos e Tecnologia em Tratamento Térmico Ltda., localizada na cidade de São José dos Campos.

A austenitização até a temperatura de 850 °C foi realizada em um forno banho de sal, mostrado na Figura 3.5. Neste forno foi utilizado um sal neutro para aquecimento, para a faixa de trabalho de 650 °C a 900 °C, produto TEC 580, da empresa Tecfar Comercial e Industrial Ltda.



Figura 3.5. Forno banho de sal utilizado na austenitização à 850° C.

Nos tratamentos térmicos com transformação isotérmica, correspondentes às temperaturas 336 °C e 286 °C, utilizou-se um forno banho de sal, mostrado na Figura 3.6, sendo o processamento térmico em banho de sal necessário para um resfriamento controlado a partir da temperatura de austenitização e para uma eficiente manutenção na faixa de temperatura isotérmica. Para ambas as temperaturas isotérmicas, usou-se um sal neutro, com especificação TEC 220, para a faixa de trabalho de 240 °C à 550 °C, fabricado pela empresa Tecfar Comercial e Industrial Ltda.



Figura 3.6. Forno banho de sal utilizado nos tratamentos isotérmicos à 286 °C e 336 °C.

O tratamento de têmpera e o revenimento (condição 9) foi realizado no Laboratório de Tratamento Térmico do Departamento de Materiais e Tecnologia – FEG/UNESP em um forno tipo mufla, modelo Q.318.24.D, fabricado pela Quimis Aparelhos Científicos Ltda, mostrado na Figura 3.7. Trata-se de um forno elétrico com controle digital, sem atmosfera controlada, com potência de 4.000 W, temperatura máxima de 1200 °C e dimensões da câmara de 150 mm de largura, 150 mm de altura e 250 mm de profundidade.



Figura 3.7. Forno mufla utilizado nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.4.1. Microscopia óptica

3.4.1.1. Preparação das amostras metalográficas

As amostras para análise metalográfica foram extraídas de cada uma das 10 condições estudadas. As técnicas utilizadas para a preparação das amostras metalográficas para microscopia óptica seguem as etapas convencionais de seccionamento, embutimento, lixamento e polimento. Essas etapas foram realizadas no Laboratório de Metalografia do Departamento de Materiais e Tecnologia – FEG/UNESP e são descritas detalhadamente a seguir:

- Seccionamento: as amostras para análise metalográfica foram cortadas a partir das extremidades das amostras de aço para tratamento térmico, em uma seccionadora convencional modelo MESOTOM fabricada pela PANAMBRA Industrial e Técnica SA, utilizando-se de um disco de corte abrasivo para materiais extraduros.
- Embutimento: posteriormente ao corte, as amostras foram submetidas a embutimento à quente no equipamento TEMPOPRESS – STRUERS, utilizando-se de baquelite para embutimento de amostras metalográficas da AROTEC Indústria e Comércio.
- Lixamento: no processo de lixamento foram utilizadas lixas d'água com granulometrias 100, 220, 320, 400, 600, 1000, 1500 e 2000 mesh, sucessivamente para acabamento da superfície das amostras. A avaliação qualitativa da superfície lixada foi controlada através de um microscópio óptico de bancada. A cada mudança de lixa, as amostras sofreram rotação de 90°, passando-se para uma lixa com menor tamanho de grão dos abrasivos somente quando a superfície observada apresentava-se isenta de riscos gerados pelo processo anterior de lixamento. Nesta etapa, a cada interrupção do lixamento para análise da superfície, a limpeza das amostras foi feita em água corrente e secagem com jato de ar frio.

- Polimento: o polimento da superfície das amostras foi realizado na POLITRIZ AP10 PANAMBRA, em rotação de 1000 rpm, com pano para polimento OP-NAP, fabricação STRUERS e a mistura de água destilada e suspensão de sílica coloidal para materiais ferrosos, OP-U Suspension, fabricação STRUERS. A avaliação qualitativa da superfície polida também foi controlada com auxílio de um microscópio óptico de bancada, objetivando-se uma superfície plana e com ausência de riscos. Nesta etapa, a limpeza das amostras foi feita com água destilada e secagem com jato de ar frio.

3.4.1.2. Ataque químico

Neste trabalho, para a caracterização microestrutural, foram utilizadas diferentes técnicas de ataques químicos, descritos a seguir:

- Nital 2%:

O nital é um reagente químico usualmente aplicado na revelação de microestruturas em aços, evidencia os contornos de grão de ferrita e produz maior contraste da bainita e martensita, tornando essas duas estruturas mais escuras.

A proporção utilizada na preparação deste reagente foi de 2% de ácido nítrico (HNO_3) e 98% de álcool etílico. O tempo de exposição do reagente na superfície da amostra foi entre 8 e 10 segundos. A forma de aplicação deste ataque foi através de um chumaço de algodão, embebido na solução, que foi friccionado contra a superfície da amostra. Para a interrupção do ataque químico utilizou-se água corrente, em seguida borrifou-se jatos de álcool etílico, finalizando-se com a secagem da amostra com jato de ar frio.

- LePera

O reagente LePera é composto da mistura, em partes iguais, de duas soluções, solução I: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada e solução II: 4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico. A aplicação do reagente foi realizada por imersão da amostra na solução, durante um tempo de 5 a 7 segundos. A interrupção do ataque químico foi feita em água corrente, seguida de álcool etílico e secagem com jato de ar frio.

- LePera Modificado:

O reagente LePera Modificado é composto das mesmas soluções do reagente LePera, porém com uma alteração, ao invés de partes iguais, foi utilizada a proporção de 1:2, ou seja, uma parte da solução I: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água e duas partes da solução II: 4 % de ácido pícrico diluído em álcool etílico. O procedimento do ataque químico foi o mesmo utilizado para o reagente LePera descrito anteriormente, utilizado especificamente nas condições de tratamentos térmicos C4 e C8. O tempo de exposição do reagente na superfície da amostra variou entre 15 e 20 s.

- Reagente para revelar Contorno de Grão:

Baseado em fórmulas convencionais e modificado pelo pesquisador do CTA, Olivério Moreira de Macedo Silva (informação verbal)², este reagente revela o contorno de grão austenítico do aço AISI 4340. O reagente é composto de ácido pícrico, ácido clorídrico, éter, detergente e água destilada. Os componentes deste reagente foram misturados continuamente em um agitador magnético. O ataque químico foi realizado por imersão das amostras na solução durante um tempo que variou de 3 min e 30 s a 4 min. Para a interrupção do ataque químico utilizou-se água corrente, em seguida álcool etílico e secagem com jato de ar frio.

² Informação fornecida por Olivério Moreira de Macedo Silva, no CTA, em julho de 2007.

- Reagente para revelar Contorno de Grão e Ataque com Nital.

Este procedimento consiste na realização de um pré-ataque químico com o reagente Contorno de Grão, utilizando-se da mesma metodologia descrita anteriormente, e posterior ataque com reagente nital, na proporção de 2% de ácido nítrico e 98% de álcool etílico. Realizou-se a aplicação do reagente nital conforme descrito no primeiro item, porém com tempo de ataque menor, que variou de 6 a 8 segundos.

- Metabissulfito de Sódio.

O ataque químico à base de metabissulfito de sódio (10% de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ diluído em água destilada) visa distinguir a austenita (que aparece na cor branca) das demais fases constituintes do aço, que aparecem em tonalidade escura. Este procedimento pode ser dividido em duas etapas: inicialmente, um pré-ataque com Nital 2%, com objetivo de escurecer levemente a bainita e a martensita; e posteriormente, um ataque químico com a solução de 10% de metabissulfito de sódio. O pré-ataque da amostra com nital 2% é similar ao que foi descrito no procedimento anterior: a forma de aplicação do reagente foi feita através de um chumaço de algodão embebido na solução e friccionado na superfície da amostra durante um tempo que variou de 8 a 10 segundos. O pré-ataque foi interrompido com água corrente, seguido de limpeza com álcool etílico e secagem com jato de ar frio. O ataque químico a base de metabissulfito de sódio foi realizado por imersão, agitando levemente a amostra na solução, durante um tempo que variou de 25 a 30 segundos. Após este procedimento, o ataque químico foi interrompido com água corrente, seguido de álcool etílico e secagem com jato de ar frio.

Na Tabela 3.2 está apresentado o resumo dos principais parâmetros dos ataques químicos utilizados.

Tabela 3.2. Principais características dos processos de ataques químicos.

| Ataque Químico | Utilização de pré-ataque químico | Composição do Reagente | Forma de Aplicação do reagente | Tempo de Ataque |
|-----------------------------|--|---|--------------------------------|----------------------|
| Nital 2% | - | 2% de ácido nítrico diluído em álcool etílico | Por esfregação | 8 a 10 s |
| LePera | - | Solução I: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada; Solução II: 4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico. | Por imersão | 5 a 7 s |
| LePera Modificado | - | Solução I: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada; Solução II: 4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico. | Por imersão | 15 a 20 s |
| Contorno de Grão | - | Ácido nítrico, ácido clorídrico, éter, detergente e água destilada | Por imersão | 3 min e 30 s a 4 min |
| Contorno de Grão + Nital 2% | Contorno de Grão (por imersão; 3 min e 30 s a 4 min) | 2% ácido nítrico diluído em álcool etílico | Por esfregação | 6 a 8 s |
| Metabissulfito de Sódio | Nital 2% (por esfregação; 8 a 10 s) | 10% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada | Por imersão | 25 a 30 s |

3.4.1.3. Obtenção e processamento das imagens metalográficas

A obtenção das imagens metalográficas foi realizada no Laboratório de Análise de Imagens de Materiais (LAIMAT) do Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP. As imagens foram fotografadas em campo claro, sem filtros ou luz polarizada, utilizando um microscópio óptico, marca Nikon, modelo Nikon EIPHOT 200, acoplado a um PC e a uma câmera Diagnostic Model 4.2, usando-se o software SPOT.

Após cada processo de ataque químico foram fotografados 50 campos para cada diferente condição de estudo, utilizando-se uma ampliação de 1000x; e 30 campos usando-se uma ampliação de 500x, de acordo com a norma ASTM E1382 (ASTM – *American Society for Testing and Materials*). O material estudado apresentou uma microestrutura com granulação muito fina, sendo a ampliação de 1000x mais adequada para análise da estrutura. Porém, em algumas situações, tornou-se conveniente a utilização de uma ampliação menor, de 500x, para obter-se uma visão mais ampla da estrutura, propiciando uma análise global da microestrutura, como por exemplo, a sua homogeneidade.

As imagens foram capturadas de forma aleatória ao longo de toda a superfície da amostra, evitando-se, eventualmente, as regiões que apresentassem alguma imperfeição de polimento e as regiões muito próximas às bordas, que na maioria das vezes não apresentava homogeneidade do ataque químico. As imagens foram armazenadas em formato TIFF.

Uma análise quantitativa das fases presentes na estrutura das amostras foi realizada por meio de processamento das imagens com o auxílio do *software Image J (Image Processing and Analysis in Java)*.

O *Image J* consiste em um programa que possui ferramentas para as principais formas de manipulação, processamento e filtragem de imagens, encontra-se disponível

na internet (<http://rsb.info.nih.gov/ij>), com acesso livre e gratuito. Ele suporta imagens em 8-bit, 16-bit, 32-bit e pode trabalhar com imagens nos formatos TIFF, GIG, JPEG, entre outros.

Este programa foi desenvolvido com arquitetura aberta, permitindo que seus usuários construam macros e *pluggings* em linguagem de programação Java, auxiliando na criação de recursos adicionais ou na execução de rotinas específicas para o processamento de imagens.

Na análise quantitativa, utilizou-se de recursos do programa *Image J* que pudessem separar as diferentes fases presentes e contabilizar suas porcentagens, como descrito a seguir:

- Primeira etapa – determinação dos níveis de segmentação das fases: de cada amostragem de 30 ou 50 campos (conjunto de imagens fotografadas em uma mesma condição, ampliação e ataque químico), foi selecionada uma imagem aleatoriamente. Esta imagem foi duplicada (*Duplicate*) e convertida para 8-bits (*Type – 8-bits*), ou seja, convertida para uma imagem em escala de cinza. Esta inversão da imagem para tons de cinza facilitou a segmentação (*Threshold*) das fases presentes, diferenciadas pela tonalidade apresentada, como entre regiões brancas (não atacadas pelo reagente químico) e regiões escuras (atacadas pelo reagente químico). Este procedimento foi efetuado para uma primeira imagem para cada amostragem e serviu como referência na definição do valor (em uma escala de 0 a 255) do nível de segmentação (*Limit to Threshold*) das fases, ou seja, para estabelecer o limiar entre as fases brancas e escuras da imagem e, posteriormente, aplicar este parâmetro para as demais imagens da mesma amostragem.
- Segunda etapa – determinação da fração de área das fases presentes na amostra: cada imagem de uma amostragem foi duplicada (*Duplicate*), transformada em uma imagem com escala de cinza (8-bits) e submetida à segmentação das fases

(*Threshold*), conforme parâmetros definido na primeira etapa. Configurou-se a medição desejada (fração de área) utilizando-se a ferramenta *Set Measure* e, em seguida, usou-se o comando *Measure* para a realização da contagem da fração de área de uma das fases (considera-se a fração de área contabilizada aproximadamente igual à fração volumétrica da fase).

- Terceira etapa – cálculo da média e desvio padrão: Os resultados obtidos da fração de área de cada imagem de uma amostragem foram contabilizados com auxílio do programa Excel, onde foram efetuados os cálculos da média e desvio padrão para cada conjunto de imagens.

Desenvolveu-se uma rotina em linguagem Java, vinculada ao programa Image J, que executou toda a seqüência de processamento da segunda etapa descrita acima, para cada amostragem, composta por conjuntos de 30 ou 50 imagens, sem que houvesse a necessidade de contabilizar individualmente a porcentagem de fase de cada imagem. Os resultados das porcentagens de área de cada imagem foram disponibilizados em seqüência, em uma tabela facilmente exportada para o programa Excel.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Composição química do material

Tabela 4.1. Resultado da análise da composição química do aço utilizado neste trabalho.

| ELEMENTO DE LIGA | % EM PESO |
|------------------|-----------|
| Carbono | 0,39 |
| Manganês | 0,66 |
| Fósforo | 0,011 |
| Enxofre | 0,002 |
| Silício | 0,26 |
| Cromo | 0,85 |
| Níquel | 1,87 |
| Molibdênio | 0,21 |

Os teores de manganês, silício, cromo, níquel e molibdênio, presentes no aço AISI 4340, estão em conformidade com a composição química padronizada, apresentada na Tabela 4.1. O teor de carbono está dentro do limite especificado pela norma. A presença de enxofre e fósforo, que são considerados como impurezas, encontram-se dentro dos limites esperados, especificados até o limite de 0,011% e 0,002%, respectivamente.

4.2. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.2.1. Análise qualitativa

Nesta primeira etapa são apresentados e discutidos os resultados obtidos no trabalho experimental de metalografia, sob um aspecto qualitativo, referente à

identificação das fases constituintes do material e observações morfológicas dessas estruturas, por meio de diferentes ataques químicos realizados.

Em geral, a bibliografia não relata detalhes sobre métodos metalográficos e procedimentos de ataques químicos utilizados na caracterização microestrutural de aços com estrutura predominantemente composta por bainita e martensita ou estruturas multifásicas, o que torna difícil a reprodutibilidade desses processos.

Foi constatado que o processo de preparação de amostras para análise metalográfica, assim como os procedimentos de ataques químicos, são extremamente sensíveis às diversas variáveis, tais como a temperatura de realização do ataque, a proporção dos reagentes químicos utilizados, período de armazenagem dos reagentes químicos, o tempo de ataque, o modo como a amostra foi atacada. Dessa forma, também são discutidos, detalhadamente, parâmetros metalográficos e técnicas de ataques químicos utilizados, viabilizando a reprodutibilidade do experimento em outros laboratórios.

As técnicas de preparação das amostras para observação em microscopia óptica, que foram realizadas conforme as etapas convencionais de seccionamento, embutimento à quente em baquelite, lixamento e polimento, mostraram-se eficientes, visto que as imagens das micrografias obtidas não apresentaram defeitos provenientes do processo de preparação metalográfica.

Dentro do contexto de preparação de amostras metalográficas, apresentam-se algumas observações relevantes envolvendo os processos de lixamento e polimento:

- o processo de lixamento em lixas d'água com granulometria 2000 mesh foi efetuado, preferencialmente, em lixas mais gastas, o que facilitou consideravelmente a obtenção de melhores resultados (redução de tempo) no processo posterior de polimento;

- no processo de polimento, com a mistura de água destilada e suspensão de sílica coloidal (OP-U), eventualmente, os resíduos de sílica na superfície da amostra não eram removidos pelo processo de limpeza utilizado posteriormente ao polimento (água corrente e jatos de álcool etílico), afetando a qualidade das micrografias. A adição de algumas gotas de detergente, diretamente no pano de polimento, reduziu as tensões superficiais e, conseqüentemente o atrito do processo, além de impedir a precipitação dos resíduos de sílica na superfície do pano, garantindo qualidade dos resultados finais.

4.2.1.1 Ataque químico: NITAL

O nital é um reagente químico usualmente aplicado na revelação de microestruturas em aços e possui alto grau de reprodutividade. Evidencia os contornos de grão de ferrita e produz maior contraste da bainita e martensita, ou seja, torna essas estruturas mais escuras. Porém, somente sua utilização não é eficiente para identificação de todas as fases constituintes do aço.

O ataque químico com reagente nital foi utilizado na proporção de 2% de ácido nítrico (HNO_3) e 98% de álcool etílico. As amostras foram atacadas com reagente nital imediatamente após polimento, caso contrário, não se obteve um ataque efetivo da amostra.

A forma de aplicação mais adequada para este reagente foi através de um chumaço de algodão, embebido na solução, que foi friccionado contra a superfície da amostra. Porém, a reutilização do mesmo chumaço de algodão para ataques químicos subseqüentes, alterou significativamente o tempo de ataque com este reagente. Desta forma, considerou-se o processo mais apropriado, a cada novo ataque, a utilização de novo algodão embebido na solução, descartando-se o chumaço de algodão utilizado no ataque anterior.

Utilizou-se de um controle visual da superfície atacada, evitando-se pouca ou excessiva exposição ao reagente químico. O tempo de exposição do reagente na superfície da amostra entre 8 e 10 segundos foi suficiente para que a microestrutura apresentasse um contraste adequado para a observação via microscopia óptica.

As condições de processamento térmico interferiram no tempo de ataque das amostras, sendo que para as amostras que permaneceram nos tratamentos isotérmicos por tempos mais longos (1800 s) apresentaram tempo de ataque químico ligeiramente menor.

Observou-se que a solução preparada de nital 2% pode ser armazenado por aproximadamente 20 dias, sem que ocorram significativas alterações na qualidade dos ataques, sendo que, um período maior de armazenamento deste reagente diminui o poder corrosivo do reagente, tornando a coloração dos ataques mais clara.

O ataque químico com reagente nital 2% revelou as tonalidades preta, marrom claro e branca. Na Figura 4.1 é apresentada uma fotomicrografia óptica ilustrando a microestrutura de uma amostra na condição 1 de tratamento térmico, ou seja, após austenitização à 850 °C, durante 1800 s e posterior tratamento isotérmico na temperatura de 336 °C, durante 60 s. A bainita aparece com morfologia em forma de finas ripas isoladas, em tonalidade preta, indicada na Figura 4.1 pela letra B (bainita). Percebe-se também a formação de feixes de pequenas ripas paralelas de bainita, possivelmente nucleados a partir dos contornos de grãos austeníticos, em diferentes orientações cristalográficas, mais evidenciadas pelo ataque químico, em função do maior tamanho do aglomerado. As ripas de bainita estão dispersas em uma matriz constituída de regiões com tonalidade marrom claro, caracterizada como martensita e representada com a letra M.



Figura 4.1. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita).

Baseando-se nas rotas de tratamentos térmicos efetuadas, não se espera a presença da estrutura ferrita, porém esta estrutura pode aparecer em quantidades residuais. As regiões brancas podem representar a austenita retida e estas quantidades residuais da fase ferrita, entretanto, a técnica de ataque com reagente nital não se mostrou apropriada para distinguir estas estruturas.

O ataque com nital apresentou pouca nitidez entre as duas regiões em tonalidades marrom claro e branca, tornando difícil a distinção entre as fases martensita e as fases austenita retida e ferrita (se houver), sendo necessários outros tipos de ataques químicos para uma identificação eficaz entre essas fases.

Na Figura 4.2 é ilustrada uma fotomicrografia obtida através do reagente nital 2%, para a condição 2 de tratamento térmico, ou seja, austenitização à 850 °C por 1800 s e subsequente tratamento isotérmico à 336 °C, durante 120 s. Percebe-se que, conforme aumenta o período de permanência no patamar isotérmico, à temperatura de transformação bainítica, é visível um aumento da quantidade de áreas pretas,

representando um crescimento da estrutura bainita, em feixes de ripas paralelas, assim como finas ripas isoladas e novos pontos de nucleação dessa estrutura.

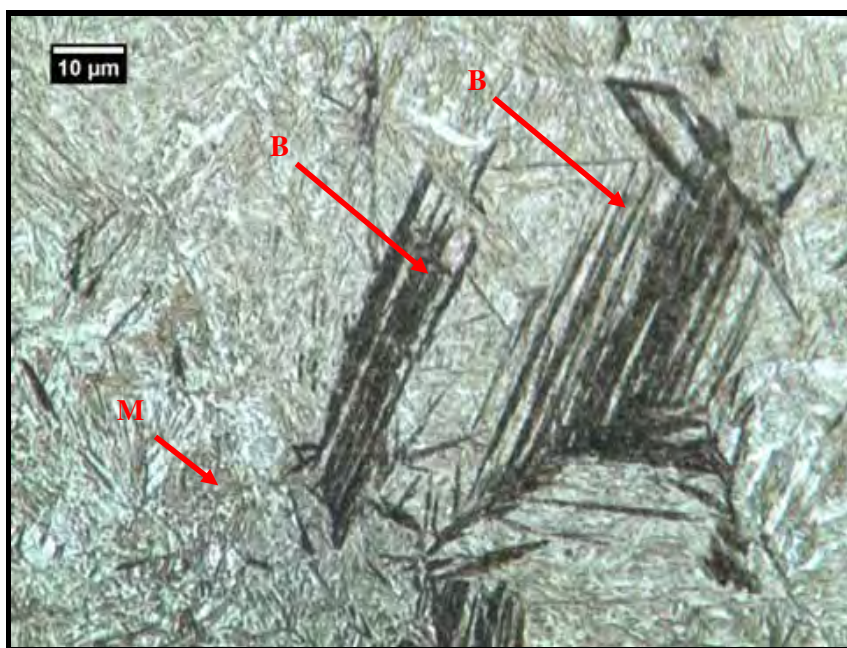


Figura 4.2. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita).

Na Figura 4.3 é apresentada uma fotomicrografia de uma amostra submetida à condição 3 de tratamento térmico, ou seja, austenitização à 850 °C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, durante 300 s. Percebe-se considerável aumento da estrutura bainítica com predominância de aglomerados de ripas paralelas, crescendo em diferentes orientações cristalográficas e poucas ripas finas isoladas.

O ataque com reagente nital 2% revela as estruturas bainíticas com coloração escura, porém nesta condição, a bainita apresenta uma coloração tendendo ao marrom escuro, em tonalidade mais clara do que as apresentadas nas condições 1 e 2. Portanto, percebe-se que a quantidade da estrutura bainita na microestrutura interfere na coloração revelada pelo ataque com reagente nital para esta estrutura.

Com o aumento do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C é possível perceber uma diminuição das regiões marrom claro e branca, caracterizadas, respectivamente, como martensita e as fases austenita retida e ferrita.

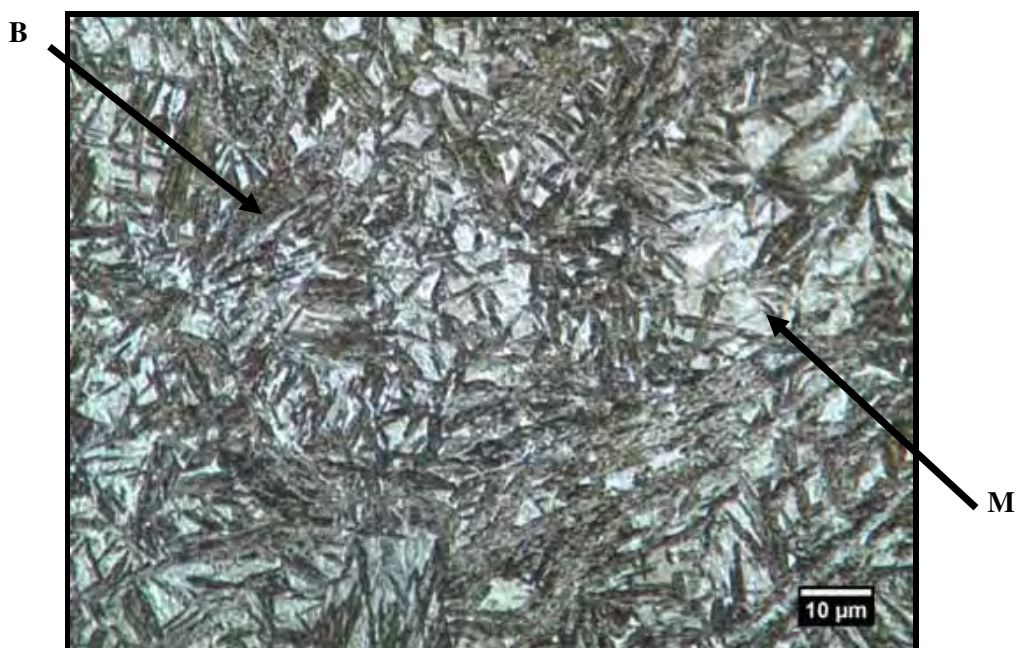


Figura 4.3. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). B (bainita), M (martensita).

Na Figura 4.4 é apresentada uma fotomicrografia de uma amostra submetida ao tratamento térmico na condição 4, ou seja, austenitização à 850 °C, durante 1800 s, seguido de tratamento isotérmico à 336 °C, durante 1800 s. Nesta condição, percebe-se que quase toda a microestrutura é formada pela estrutura bainítica. A morfologia da estrutura é de grossos feixes de ripas de bainita, dispostos em diferentes orientações cristalográficas, que aparecem na coloração marrom escuro. Entre os feixes de ripas de bainita aparecem pequenas regiões em coloração mais clara que correspondem a martensita e a austenita retida, porém, nesta condição, torna-se difícil a distinção entre essas fases, representadas como constituinte MA.

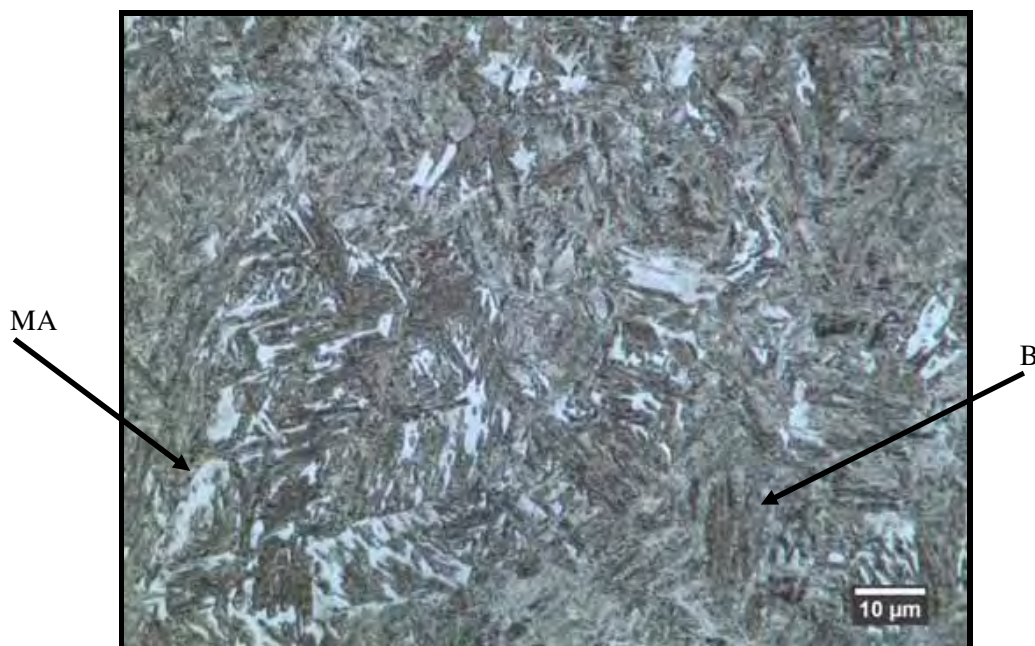


Figura 4.4. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). B (bainita), MA (constituente martensita-austenita retida).

O ataque com reagente nital 2% em microestruturas que apresentem alta porcentagem de área da estrutura bainítica, revela esta estrutura não mais na tonalidade preta, conforme foi observado nas condições 1 e 2, mas em tonalidade marrom escuro, também observada na condição 3, apresentada anteriormente.

Ataques realizados com maior tempo de exposição ao reagente nital 2% (entre 10 e 12 s), a fim de revelar a estrutura bainítica em tonalidade mais escura, conforme o padrão alcançado nas condições 1 e 2, faz com que a fotomicrografia obtida apresente pouca nitidez referente a observação da morfologia da estrutura bainita, porém favorece a segmentação entre a fase bainita e o constituinte MA.

Analogamente aos resultados mostrados para as amostras submetidas ao tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, discutidos anteriormente, para as fotomicrografias obtidas em amostras tratadas isotermicamente à temperatura de 286 °C, o reagente nital 2% revela as tonalidades preta ou marrom escuro, marrom claro e branco.

A estrutura bainítica aparece em forma de finas ripas ou feixes de ripas paralelas, em diferentes orientações cristalográficas, com tonalidade preta para amostras que apresentam pequena porcentagem de fração de área da fase bainítica e tendendo à tonalidade marrom escura conforme cresce a porcentagem de fração de área da fase bainita na constituição da microestrutura da amostra analisada.

A martensita é caracterizada pelas regiões em tonalidade marrom clara, que tendem a diminuir à medida que aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 286 °C.

Para a caracterização das regiões brancas há necessidade de outros ataques químicos, além do nital, que auxiliem na identificação de fases. Essas regiões brancas podem corresponder às fases ferrita e austenita retida.

As Figuras 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8 representam as fotomicrografias obtidas de amostras atacadas quimicamente com reagente nital 2%, que foram submetidas ao tratamento térmico de austenitização a 850 °C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, com tempos de permanência nesta temperatura de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente.



Figura 4.5. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita).

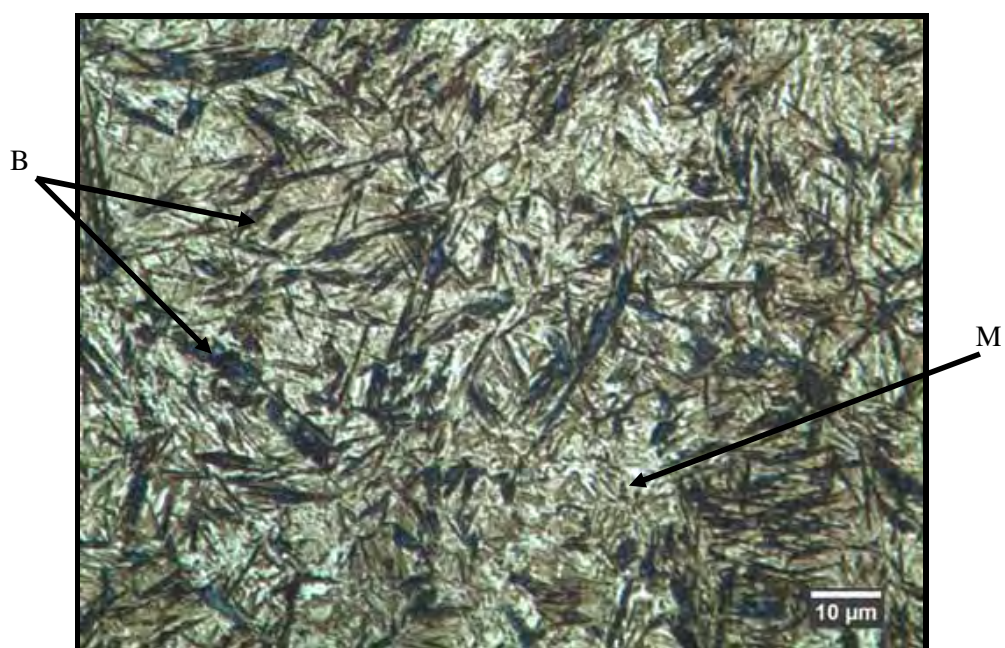


Figura 4.6. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita).

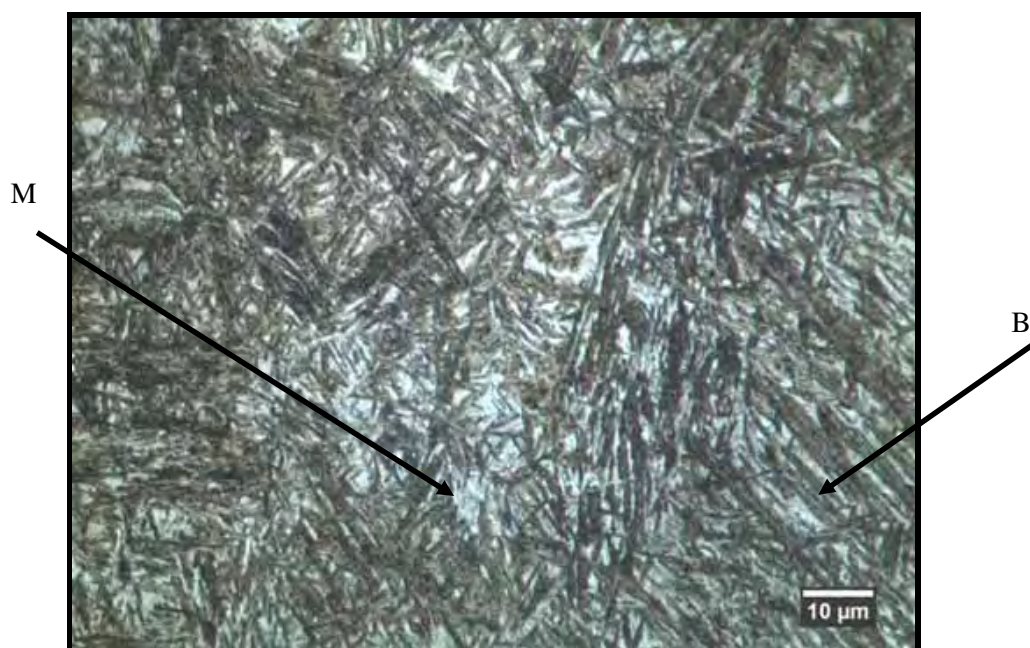


Figura 4.7. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). B (bainita), M (martensita).

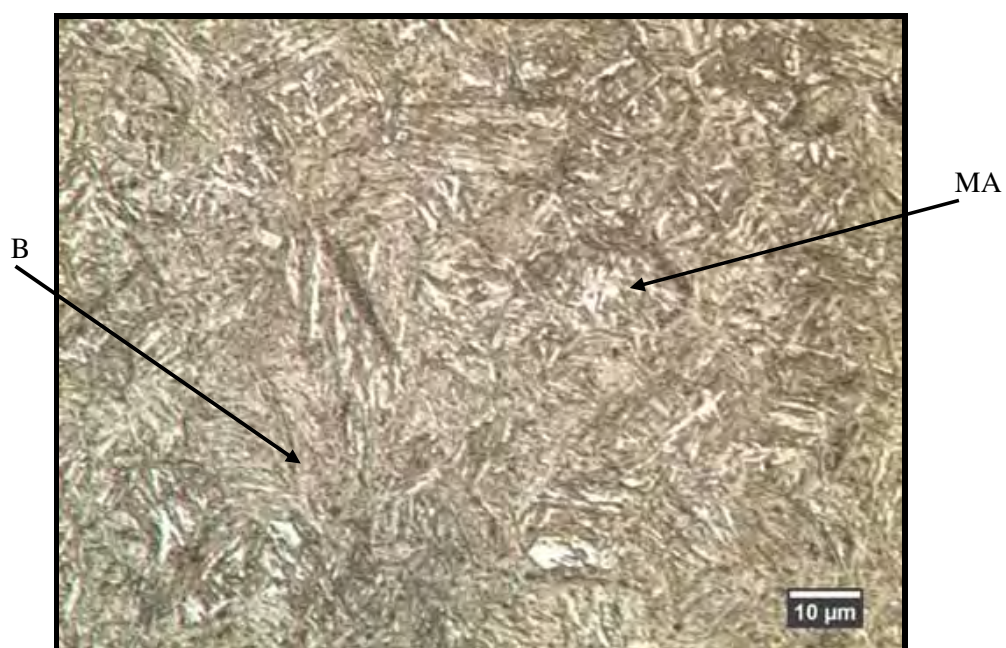


Figura 4.8. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). B (bainita), MA (constituente martensita-austenita retida).

Uma comparação entre as fotomicrografias obtidas das amostras nas condições de tratamento térmico 1, 2, 3, 4 (submetidas à tratamento isotérmico à temperatura de

336 °C) e das amostras nas condições de tratamento térmico 5, 6, 7, 8 (submetidas à tratamento isotérmico à 286 °C) permite afirmar, apenas através de uma percepção visual, que a quantidade de bainita é maior nas amostras com tratamento isotérmico à 286 °C. Ainda, a estrutura bainita, assim como a estrutura martensita apresentam morfologia similares quando se comparam estes dois grupos de amostras em diferentes patamares de tratamento isotérmico.

Na Figura 4.9 está representada uma fotomicrografia de uma amostra na condição 9, ou seja, submetida ao tratamento de têmpera e revenimento. A estrutura predominante é a martensita revenida que é revelada pelo ataque químico com nital 2% na coloração marrom claro.

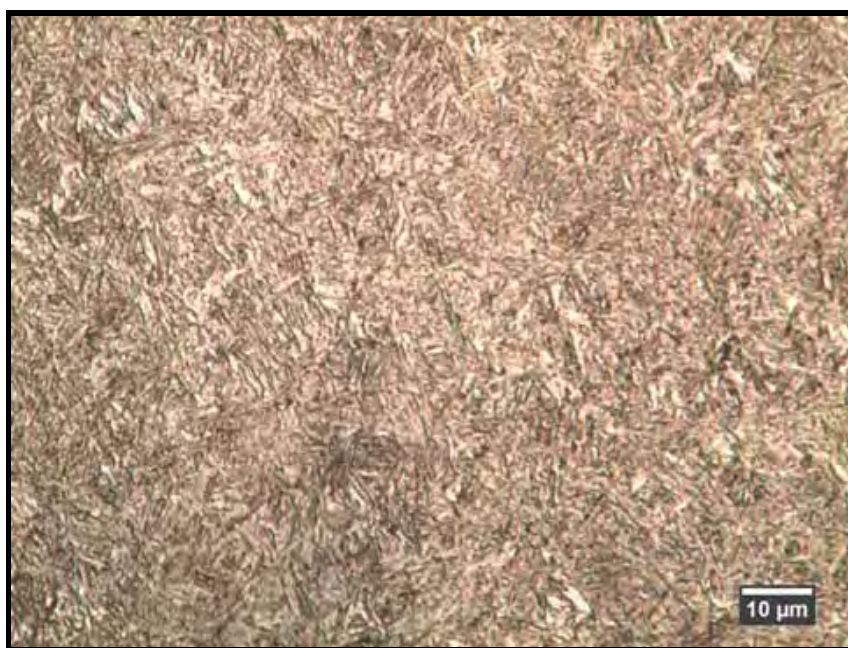


Figura 4.9. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 9 (Temperado e Revenido).

Na Figura 4.10 está representada uma fotomicrografia de uma amostra do aço AISI 4340 no estado fornecido (condição 10). O ataque com reagente químico nital 2% revela a estrutura perlita, constituída de lamelas finas e lamelas grosseiras, com tonalidade escura (preta ou marrom escuro) e a estrutura ferrita caracterizada pelas regiões brancas.

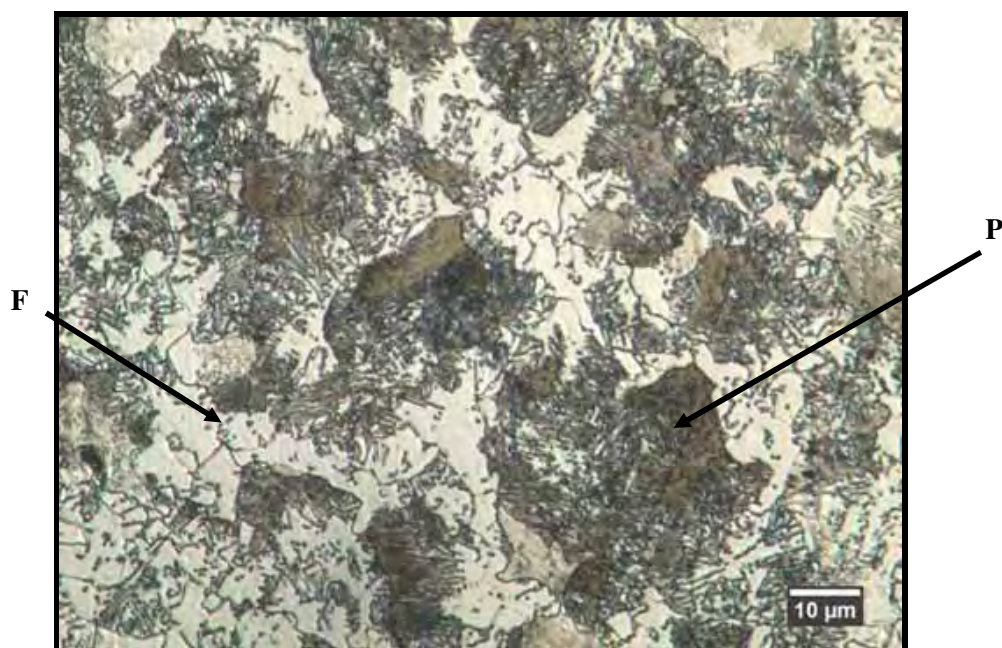


Figura 4.10. Ataque com nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 10 (Estado fornecido). F (ferrita), P (perlita).

4.2.1.2. Ataque químico: LePera

O ataque com reagente LePera, composto pela mistura, em parte iguais, das soluções de 1% de metabissulfito de sódio diluída em água destilada (solução I) e 4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico (solução II), mostrou-se eficiente para a identificação da fase bainita, revelada na coloração marrom escuro e do constituinte formado pelas fases martensita e austenita retida (observadas em tonalidade clara).

As amostras foram atacadas imediatamente após o polimento, caso contrário, não se obtém um ataque efetivo. O tempo adequado de ataque variou entre 5 e 7 segundos.

O reagente LePera está inserido dentro do conceito de ataques químicos *Tint Etching*, os quais produzem um fino filme que é depositado seletivamente sobre a superfície da amostra, causando um contraste de cores entre as diferentes fases, quando observada sob a iluminação de um microscópio óptico.

Para assegurar um depósito uniforme e efetivo do filme químico sobre a superfície da amostra, a técnica de aplicação considerada mais adequada para o reagente LePera foi por meio da imersão da amostra na solução. Neste processo é importante ressaltar que a amostra não deve ser agitada durante a imersão na solução, mas movimentada suavemente na solução. Também é importante salientar que o processo de limpeza da amostra após o ataque químico deve ser efetuado cuidadosamente para evitar danos ao filme depositado, evitando-se friccionar chumaço de algodão sobre a superfície da amostra.

O reagente LePera mostrou-se extremamente sensível as variações que envolvem o processo de ataque químico e portanto, de difícil reprodutibilidade.

A preparação do reagente LePera, ou seja, a mistura das soluções I e II, foi realizada imediatamente antes da realização do ataque, não sendo possível o reaproveitamento do reagente para ataques subsequentes. Porém, as soluções I e II, que compõem o reagente LePera puderam ser armazenados, separadamente, em recipientes bem fechados, por período de aproximadamente 20 dias, sem que resultassem em alterações significativas na eficiência de ataque químico.

Em geral, os ataques químicos com reagente LePera para as condições com períodos mais longos de permanência no patamar isotérmico (1800 s) apresentaram pouca nitidez entre a fase bainítica e o constituinte martensita e austenita retida, dificultando uma identificação precisa dessas fases.

Na Figura 4.11 é apresentada uma fotomicrografia de uma amostra na condição 1 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, durante 1800 s e tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, durante 60 s). O ataque com reagente LePera revelou a estrutura bainita em tonalidade marrom escura, com morfologia de finas ripas ou feixes de ripas paralelas dispersas em uma matriz com tonalidade clara, caracterizada como o constituinte martensita e austenita retida. Com base no ataque químico com reagente LePera, não há indícios da existência da estrutura ferrita nesta condição de tratamento térmico.



Figura 4.11. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

Nas Figuras 4.12 e 4.13 são apresentadas fotomicrografias de amostras atacadas com reagente LePera, nas condições 2 e 3, ou seja, austenitização à 850 °C por 1800 s e tratamento isotérmico à 336 °C, durante 120 s e 300 s, respectivamente. À medida que aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico (de 120 s para 300 s) percebe-se um aumento significativo da quantidade da estrutura bainita, que é revelada pelo ataque químico LePera na coloração marrom escuro. Da mesma forma, percebe-se uma diminuição das regiões com tonalidade clara, caracterizadas como o constituinte martensita e austenita retida (MA). Comparando as duas condições, observam-se pequenas alterações na morfologia da estrutura bainítica, de finas ripas e pequenos feixes de ripas paralelas (Figura 4.12) para grossos aglomerados de feixes de ripas paralelas em diferentes orientações e praticamente inexistência de finas ripas isoladas (Figura 4.13).

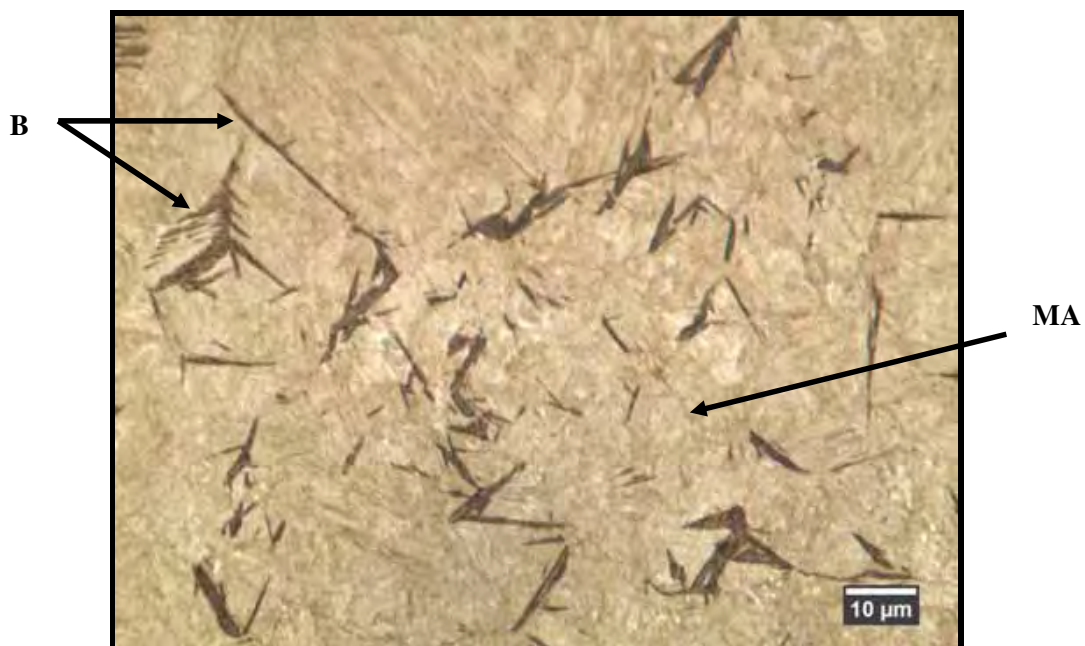


Figura 4.12. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

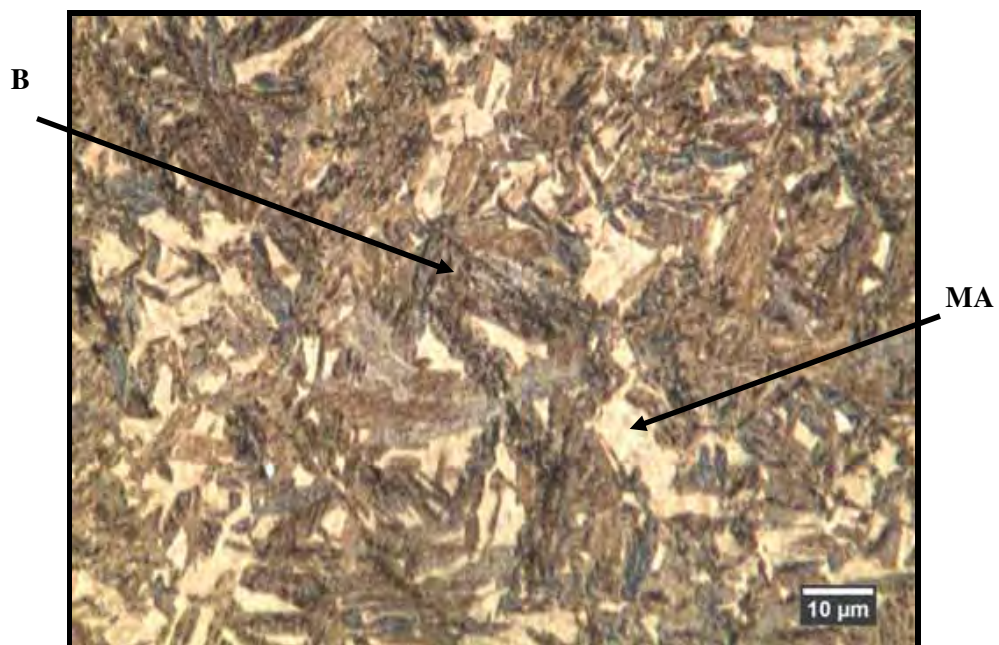


Figura 4.13. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

Na Figura 4.14 está representada a fotomicrografia de uma amostra na condição 4 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, seguida de tratamento isotérmico à 336 °C, durante 1800s), com ataque químico LePera. Nesta condição percebe-se que a microestrutura é constituída quase que totalmente pela estrutura bainita, que aparece na coloração marrom.

No ataque químico com reagente LePera, assim como observado no ataque químico com nital, a quantidade da fase bainita influencia na coloração do ataque apresentada por essa estrutura. O ataque químico com reagente LePera em amostras que apresentem alta porcentagem da estrutura bainítica, revela a bainita em tonalidade mais clara de marrom do que as amostras constituídas de baixa porcentagem dessa estrutura.

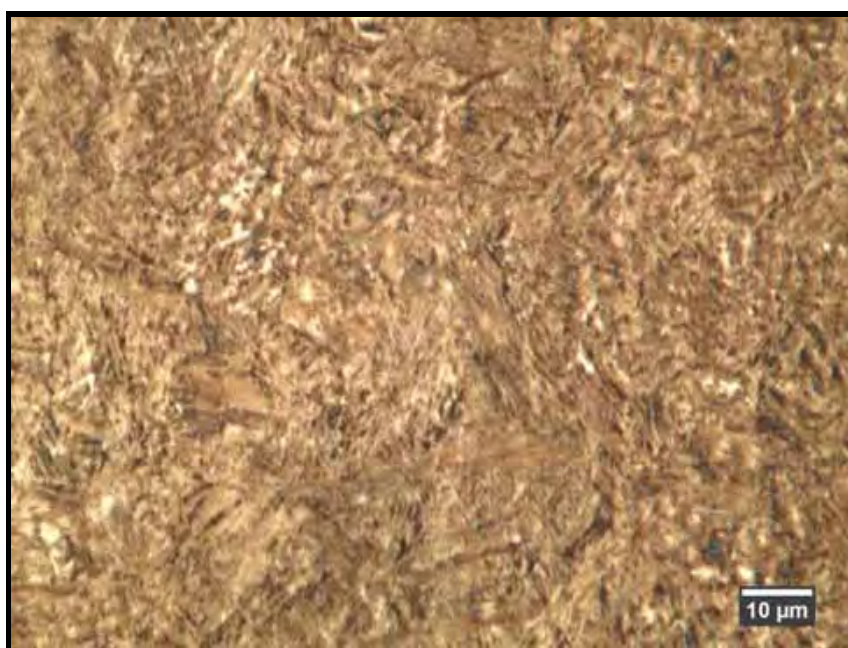


Figura 4.14. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s).

As Figuras 4.15, 4.16, 4.17 e 4.18 representam as fotomicrografias obtidas de amostras atacadas quimicamente com reagente LePera, que foram submetidas ao tratamento térmico de austenitização à 850 °C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, nos tempos de permanência de 60, 120, 300 e 1800 s,

respectivamente. Exceto a condição 8 de tratamento térmico (Figura 4.18), o ataque com reagente LePera permitiu, de maneira eficiente, a distinção entre a fase bainítica, revelada na coloração preta ou marrom escuro, e o constituinte martensita e austenita retida (MA), caracterizado pelas regiões claras nas micrografias. A estrutura ferrita não está presente nestas condições.

Notou-se pouca nitidez para a separação da fase bainítica e o constituinte MA para as condições de tratamento térmico 4 (Figura 4.14) e 8 (Figura 4.18) atacadas com reagente LePera, porém algumas modificações no processo de ataque químico permitiram uma melhor distinção entre a fase bainítica e o constituinte MA, as quais serão discutidas mais adiante.

Comparando os dois grupos de amostras nos diferentes patamares de tratamento isotérmico, atacadas com reagente LePera, as condições de tratamento térmico 1, 2, 3 e 4 (submetidas ao tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C) mostraram menor quantidade da estrutura bainítica do que as condições 5, 6, 7 e 8 (tratadas no patamar isotérmico à temperatura de 286 °C) para um mesmo tempo de permanência na temperatura isotérmica.

Como o ataque químico com reagente LePera é utilizado principalmente para realçar as estruturas bainíticas e o constituinte martensita e austenita retida, não se achou necessário apresentar este ataque químico para as condições de tratamento térmico 9 (temperado e revenido) e 10 (estado fornecido) por não estarem presentes estas estruturas em coexistência.

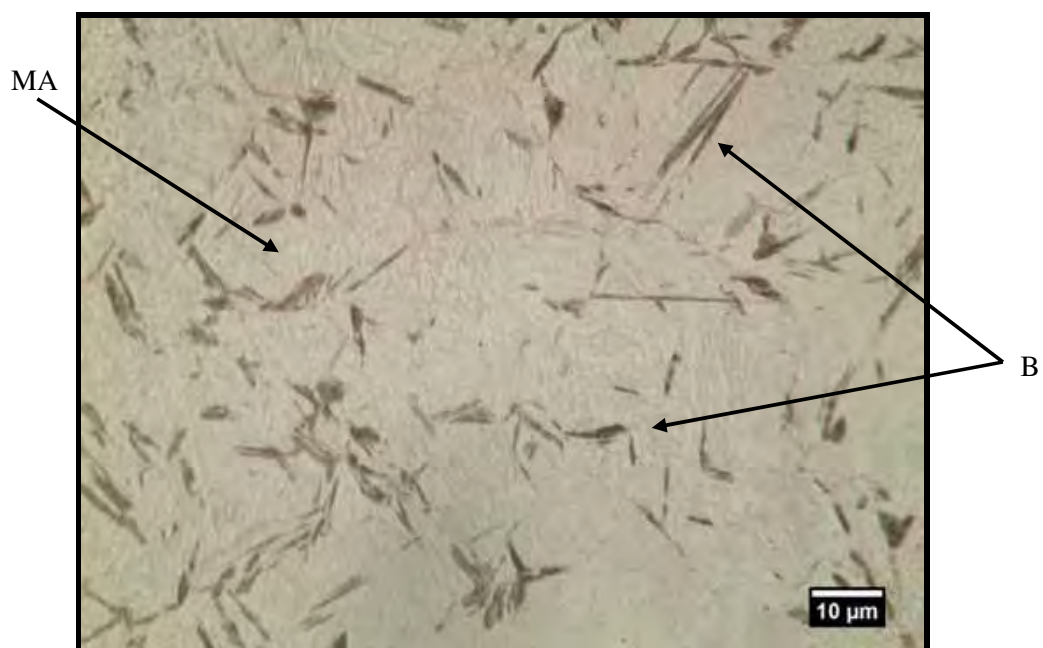


Figura 4.15. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

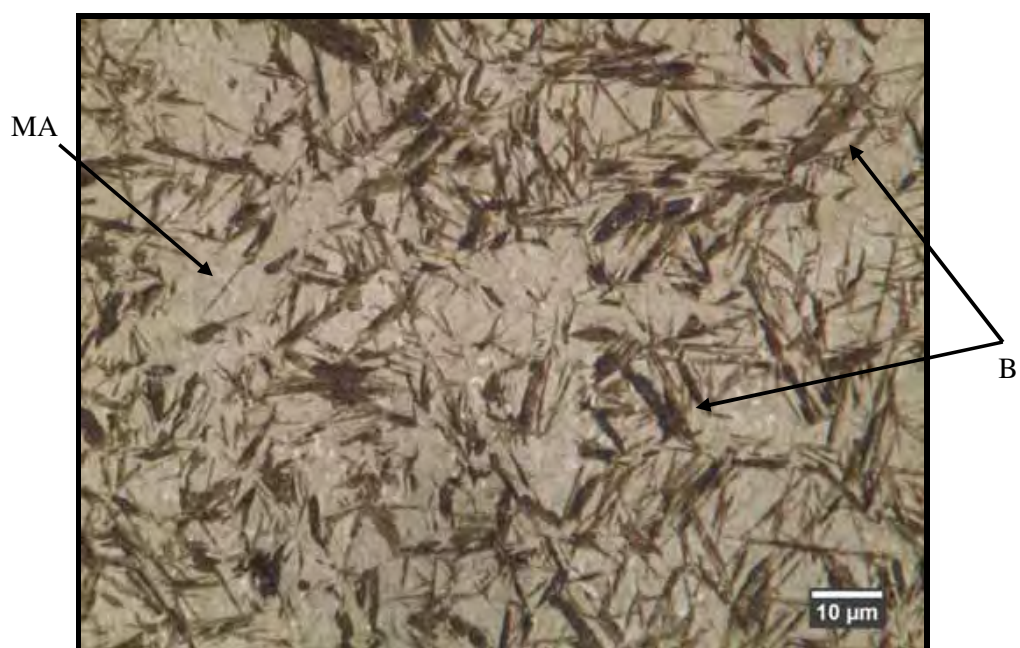


Figura 4.16. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

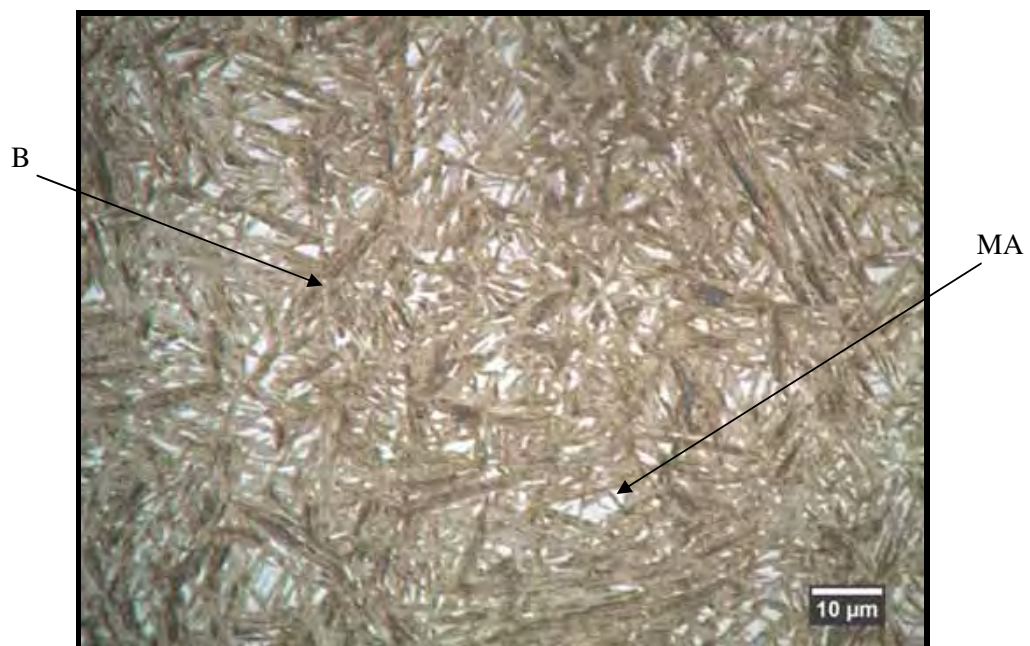


Figura 4.17. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).



Figura 4.18. Ataque com reagente LePera. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s).

4.2.1.3. Ataque com reagente LePera Modificado

Como mencionado anteriormente, os ataques químicos com reagente LePera para as condições 4 e 8 de tratamento térmico (tempo de permanência de 1800 s no patamar isotérmico à 336 °C e 286 °C, respectivamente) apresentaram pouca nitidez entre a fase bainítica e o constituinte martensita e austenita retida, tornando difícil uma identificação precisa dessas fases. Entretanto, algumas alterações no processo de ataque químico proporcionaram uma maior nitidez do constituinte MA, permitindo a distinção com a fase bainítica.

Girault et al (1998), em uma adaptação da técnica de ataque químico de LePera (1980) para revelar a microestrutura de aços multifásicos, observaram que este ataque químico pode ser influenciado pela proporção das duas soluções que o compõem.

Pereira et al (2002) realizaram variações no procedimento metalográfico desenvolvido por LePera (1980), visando a perfeita identificação e quantificação das fases ferrita, bainita, martensita e austenita retida em aços baixo carbono microligado com estrutura multifásica, por meio de microscopia óptica. De acordo com esta pesquisa, o ataque químico com reagente LePera Modificado é influenciado principalmente pela variação das proporções das soluções que compõem este reagente, sendo os melhores resultados obtidos pela proporção de 12:7 (solução de metabissulfato de sódio : solução de ácido pícrico) revelando a fase ferrita em tonalidade marrom claro, a bainita na coloração marrom escuro e as fases martensita e austenita retida em branco.

Segundo Anazawa et al (2006), a utilização do reagente LePera modificando suas proporções originais proporciona melhores resultados na distinção entre as fases ferrita, bainita e o constituinte formado pelas fases martensita e austenita retida de um aço AISI 300M com estrutura multifásica. Dessa forma, as quantidades do reagente I e II, que compõem o reagente LePera, podem ser alteradas, realizando ajustes de proporção até que as amostras submetida ao ataque químico revelem a ferrita em azul,

a bainita em marrom e a martensita e austenita retida em branco, sendo a proporção mais adequada de 2:1 (solução de metabissulfito de sódio: solução de ácido pícrico) (ANAZAWA, 2006).

O ataque químico com reagente LePera Modificado foi utilizado neste trabalho especificamente para as condições 4 e 8 de tratamento térmico, na proporção de 1:2, respectivamente da solução I (1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada) e solução II (4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico). Em decorrência da alteração das proporções originais do reagente LePera (diminuição da quantidade do reagente I) o reagente modificado revelou regiões claras, possibilitando uma nítida identificação dos constituintes presentes. É importante ressaltar que as condições 4 e 8 de tratamento térmico são constituídas por maior fração da fase bainita quando comparada as demais condições estudadas.

O ataque com reagente LePera Modificado, na proporção 1:2, mostrou-se mais eficiente do que o reagente composto pela mistura, em partes iguais, das soluções I e II, proposto inicialmente por LePera (1980), quando aplicado em amostras constituídas quase que totalmente pela estrutura bainita, permitindo a identificação da fase bainita, revelada na coloração marrom e do constituinte formado pelas fases martensita e austenita retida, com morfologia bem definida (reveladas em tonalidade clara).

O procedimento de ataque com o reagente LePera Modificado seguiu os mesmos parâmetros utilizados com o reagente LePera porém, o tempo adequado de ataque variou entre 15 e 20 segundos. As amostras foram atacadas imediatamente após o polimento e para assegurar um depósito uniforme e efetivo do filme químico sobre a superfície da amostra, a técnica de aplicação utilizada para o reagente LePera Modificado foi por meio da imersão da amostra na solução.

Na Figura 4.19 está representada uma micrografia de uma amostra na condição 4 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, seguida de tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, durante 1800 s), atacada quimicamente com o reagente LePera Modificado. Percebem-se pequenas regiões nitidamente claras, que são caracterizadas

pelo constituinte MA (martensita e austenita retida) e regiões reveladas com coloração marrom caracterizadas pela fase bainita.

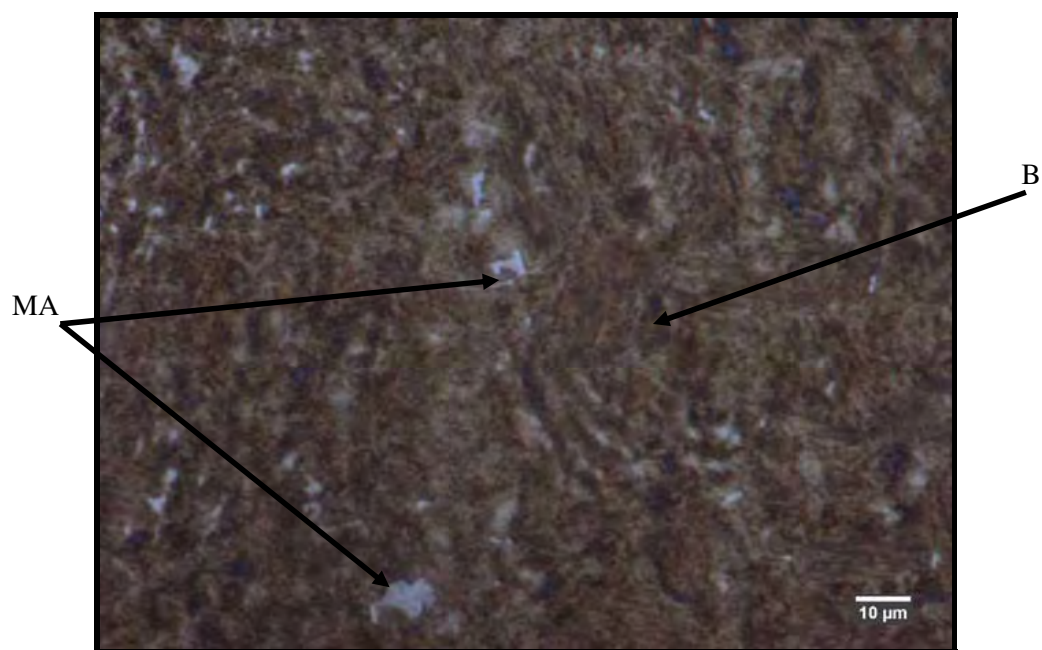


Figura 4.19. Ataque com reagente LePera Modificado. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

Na Figura 4.20 está representada uma micrografia de uma amostra submetida à condição 8 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, seguida de tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, durante 1800 s) atacada com reagente LePera Modificado. As regiões com coloração marrom são caracterizadas pela fase bainita e as pequenas regiões com tonalidade mais clara são caracterizadas pelo constituinte martensita e austenita retida.

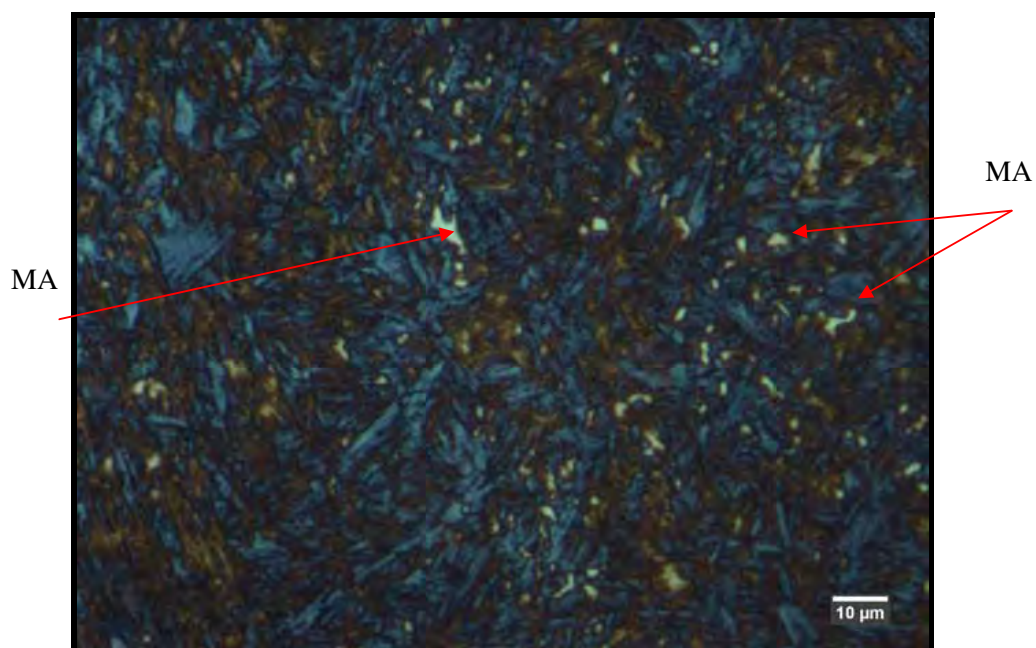


Figura 4.20. Ataque com reagente LePera Modificado. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). MA (constituente martensita e austenita retida).

4.2.1.4. Contorno de grão

O reagente Contorno de Grão, desenvolvido pelo pesquisador do CTA, Olivério Moreira de Macedo Silva, é utilizado para revelar o contorno de grão da estrutura austenita, formada previamente na zona de austenitização. A identificação dos contornos de grãos austeníticos tem por finalidade verificar a homogeneidade e distribuição dos grãos originados na temperatura de austenitização, e propiciar, por meio de posterior ataque químico, observação da nucleação das demais estruturas que se formam a partir da decomposição da austenita.

O reagente Contorno de Grão é composto de ácido pícrico, ácido clorídrico, éter, detergente e água destilada. Os componentes deste reagente foram misturados continuamente em um agitador magnético por aproximadamente duas horas, ou até que a mistura, que era transparente, se tornasse turva. A partir deste estágio, o reagente torna-se eficiente para revelar o contorno de grão austenítico, porém em torno de duas

a três horas a mistura perde a eficiência de ataque, visto um dos seus componentes ser extremamente volátil.

Ataques químicos realizados imediatamente após a mistura dos componentes deste reagente (antes da mistura se tornar turva), não revelaram o contorno de grão austenítico, escurecendo a superfície da amostra ou revelando muitas manchas escuras com formato esférico.

O ataque químico foi realizado por imersão das amostras na solução (posicionando a amostra de forma que o agitador não riscasse a superfície polida), durante um tempo que variou de 3 min e 30 s a 4 min. Para tempos de ataque químico inferiores à 3 min e 30 s, a superfície da amostra não apresentou sinais de ataque químico ou, muitas vezes, revelou pequenas regiões com contornos de grãos insuficientemente delineados. Para tempos de ataque superiores à 4 min, toda a superfície da amostra escurece, dificultando a visualização do contorno do grão austenítico.

As amostras foram atacadas imediatamente após polimento e não foi possível realizar um controle visual da superfície da amostra atacada, pois este reagente não altera a coloração da superfície da amostra, de modo que a qualidade do ataque seja perceptível a olho nu, sendo necessário o uso de microscópio óptico para efetiva verificação da eficiência do processo.

O ataque químico com reagente Contorno de Grão é de difícil reprodução e as condições de tratamento térmico não interferem na reprodutividade dos resultados. Este ataque químico mostrou-se eficiente para revelar os contornos de grão austeníticos em todas as condições estudadas.

Nas figuras 4.21, 4.22, 4.23 e 4.24 estão representadas as fotomicrografias com ataque químico Contorno de Grão para as condições de tratamento térmico 1, 2, 3 e 4 (austenitização à 850 °C por 1800 s seguida de tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, com tempo de permanência de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente).

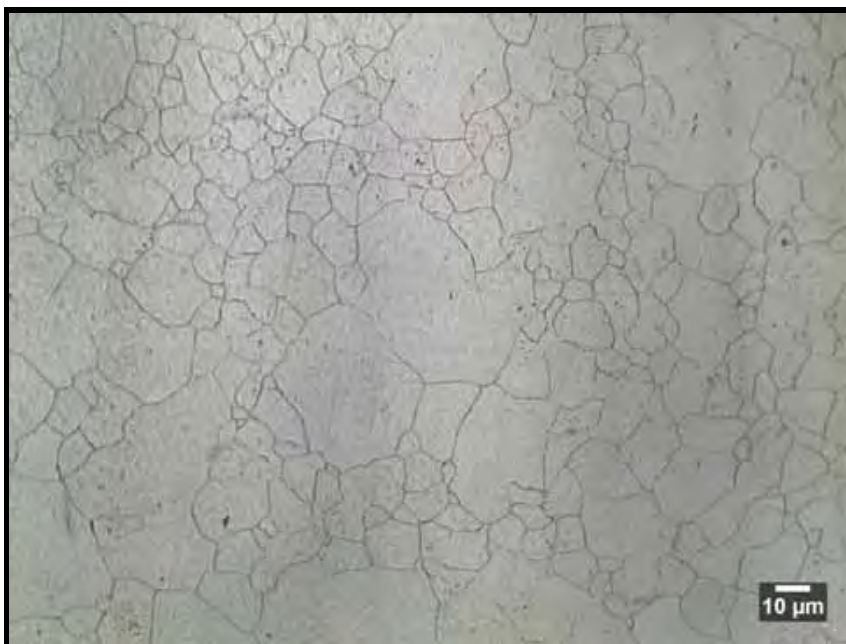


Figura 4.21. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s).

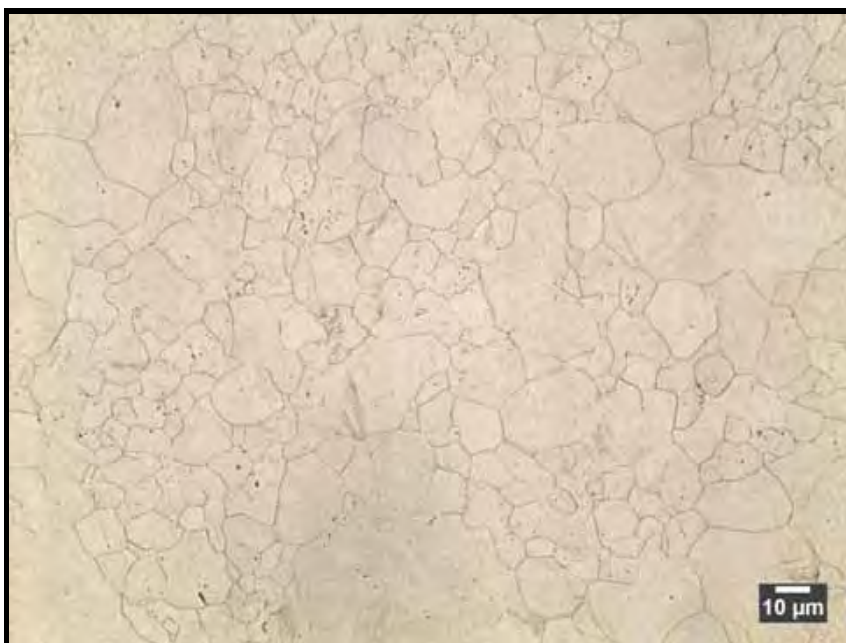


Figura 4.22. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s).

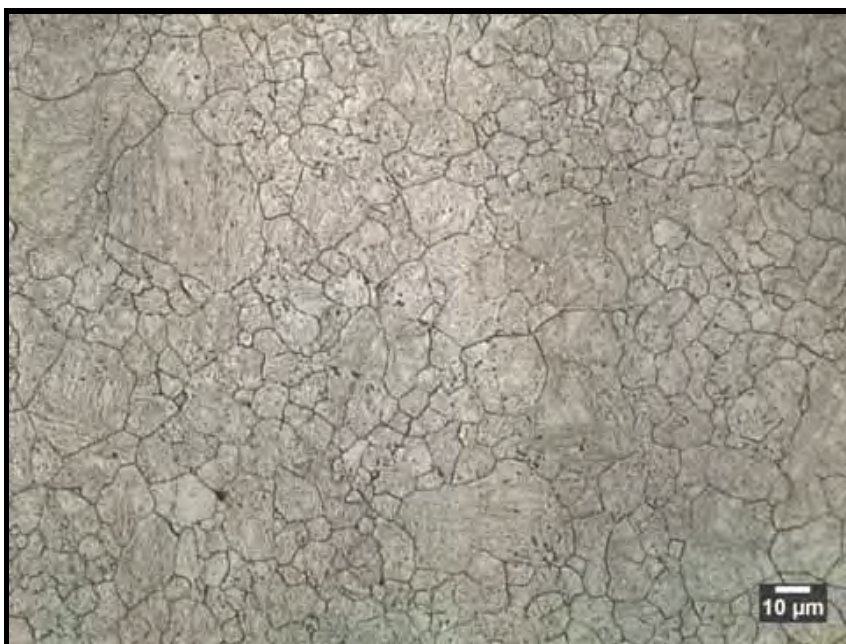


Figura 4.23. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s).

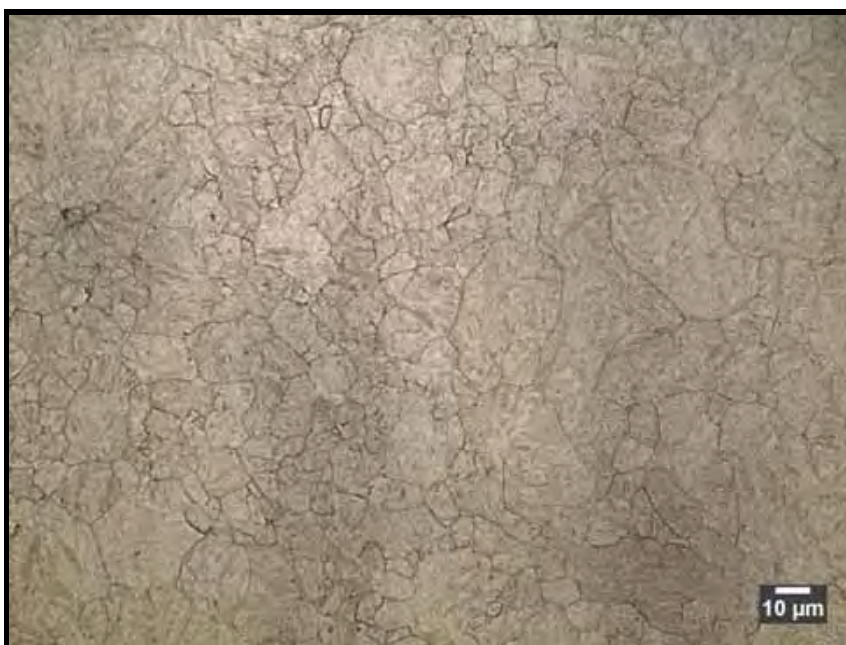


Figura 4.24. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s).

Nas Figuras 4.25, 4.26, 4.27 e 4.28 estão representadas as fotomicrografias com ataque químico Contorno de Grão para as condições de tratamento térmico 5, 6, 7 e 8

(austenitização à 850 °C por 1800 s seguida de tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, com tempo de permanência de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente).



Figura 4.25. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s).

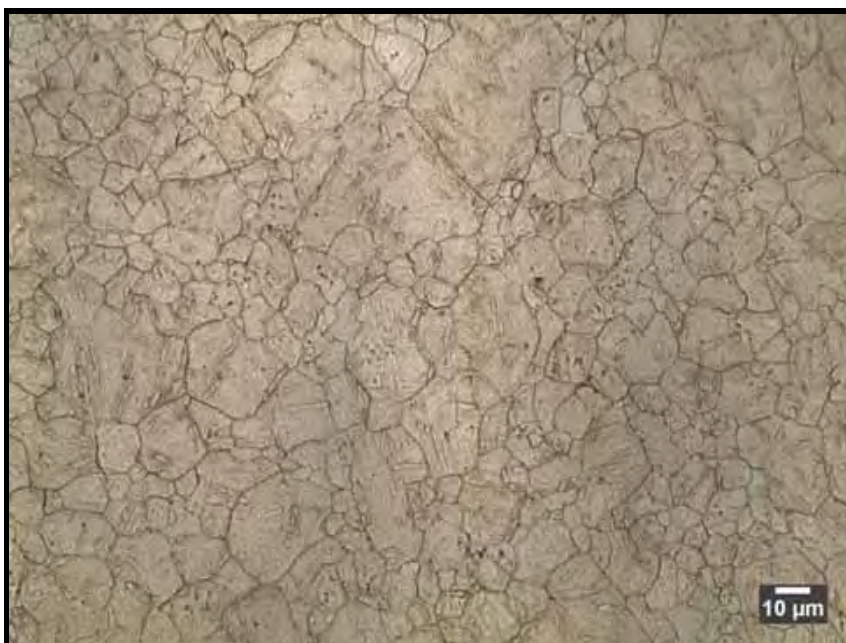


Figura 4.26. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s).



Figura 4.27. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s).

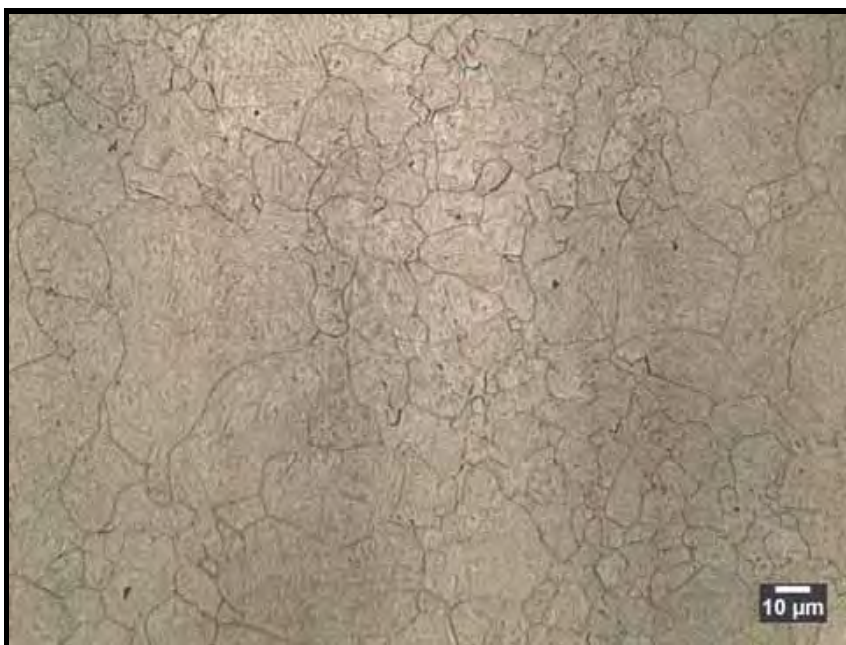


Figura 4.28. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s).

Nas Figuras 4.29, 4.30 estão representadas as fotomicrografias com ataque químico Contorno de Grão, respectivamente, para a condição 9 (temperado e revenido) e condição 10 (estado fornecido). Pode-se observar na Figura 4.30, que o reagente Contorno de Grão escurece as lamelas da estrutura perlita, revelando-a em tonalidade marrom. Os contornos de grão austeníticos aparecem nitidamente em tonalidade preta.

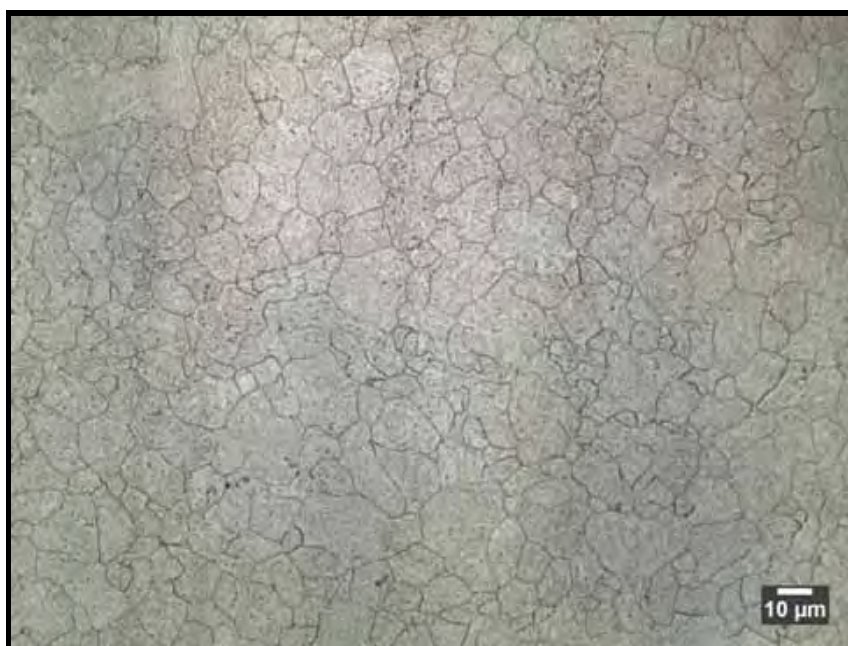


Figura 4.29. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 500x. Condição 9 (temperado e revenido).

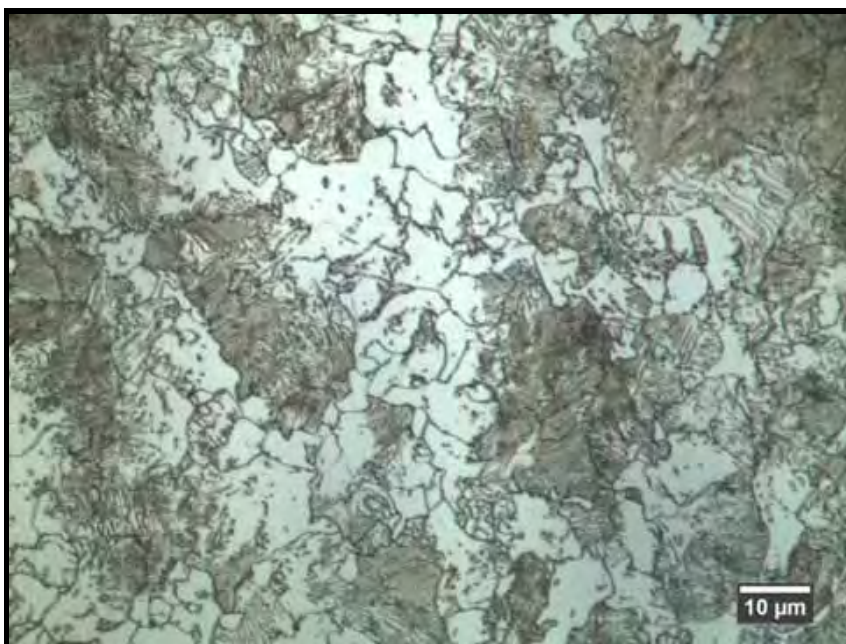


Figura 4.30. Ataque Contorno de Grão Austenítico. Ampliação 1000x. Condição 10 (estado fornecido).

4.2.1.5. Reagente Contorno de Grão e nital

Neste procedimento metalográfico utilizou-se um pré-ataque químico com o reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2% .

No ataque com reagente Contorno de Grão, assim como no ataque com reagente nital 2% os procedimentos foram análogos aos descritos anteriormente, para cada reagente, exceto quanto ao tempo de exposição do reagente nital à superfície da amostra, que foi ligeiramente menor, variando entre 6 e 8 segundos. Tempos maiores de exposição ao reagente nital tornou difícil ou totalmente oculta a observação dos contornos de grãos, revelados pelo pré-ataque.

O pré-ataque químico com reagente Contorno de Grão revelou os contornos de grãos austeníticos, formados à temperatura de austenitização e o posterior ataque químico com reagente nital 2% revelou a estrutura bainita na coloração preta ou marrom escuro e a martensita na coloração marrom claro.

A combinação destas duas técnicas metalográficas permitiu a observação da nucleação e crescimento da estrutura bainita a partir dos contornos de grãos austeníticos.

Nas Figuras 4.31 e 4.32 são apresentadas fotomicrografias ópticas ilustrando a microestrutura das amostras nas condições 1 e 2 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, durante 1800 segundos e posterior tratamento isotérmico na temperatura de 336 °C, durante 60 s e 120 s, respectivamente), após pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com nital 2%. A bainita aparece com morfologia em forma de finas ripas isoladas, em tonalidade preta, indicada na Figura 4.31 e 4.32 pela letra B (bainita). Percebe-se a nucleação da estrutura bainita principalmente a partir dos contornos de grãos austeníticos (formação de feixes de ripas paralelas). Em grãos austeníticos com maior tamanho, observa-se que a nucleação da estrutura bainita também ocorre no interior do grão. As ripas de bainita estão dispersas em uma matriz constituída de regiões com tonalidade marrom claro, caracterizada como martensita e representada com a letra M.

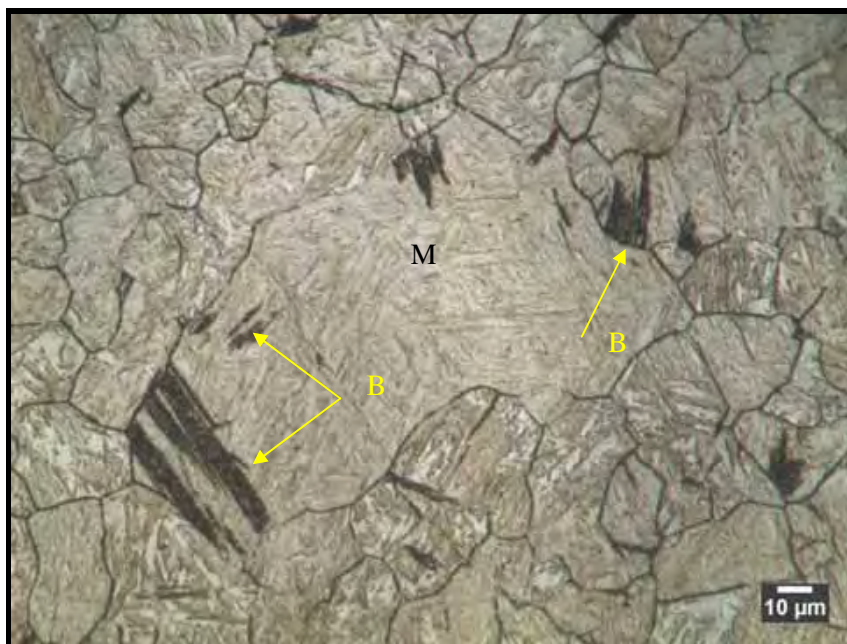


Figura 4.31. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). B (bainita), M (martensita).

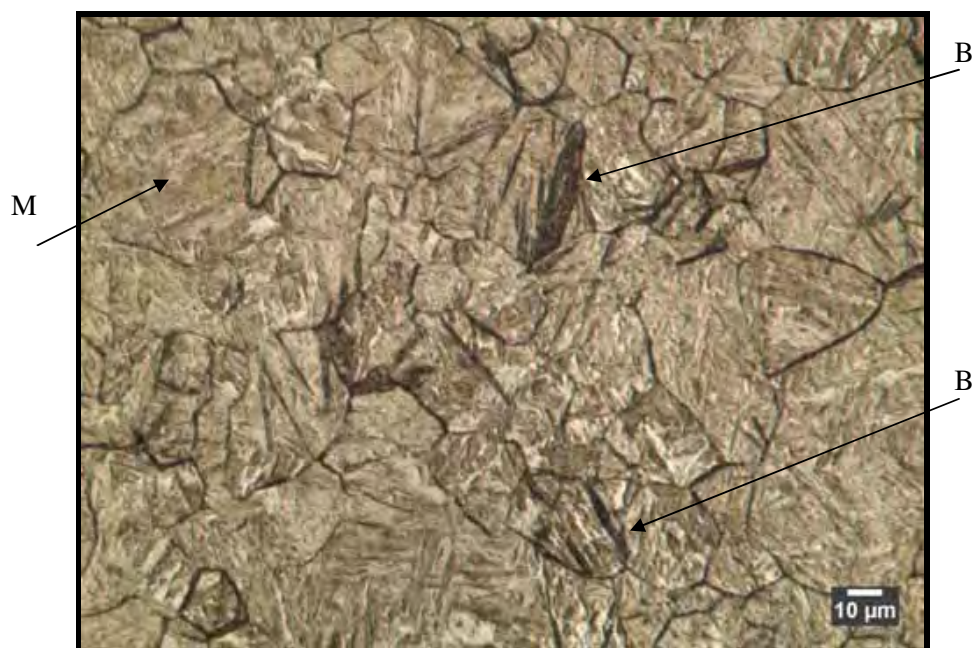


Figura 4.32 Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). B (bainita), M (martensita).

Nas Figuras 4.33 e 4.34 estão representadas as amostras submetidas às condições 3 e 4 de tratamento térmico (austenitização à 850 °C, seguida de tratamento isotérmico à 336 °C durante 300 s e 1800 s), com pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Como já discutido anteriormente, o ataque com nital 2% em amostras com maior porcentagem da estrutura bainita revela essa estrutura em tonalidade marrom escuro, e não mais na coloração preta, como observado nas condições 1 e 2. Nas condições 3 e 4, as regiões em tonalidade mais clara são caracterizadas como constituinte MA, formado pela martensita e austenita retida.

As ripas da estrutura bainita, nucleadas principalmente nos contornos de grãos austeníticos, crescem em diferentes orientações cristalográficas, tendendo a preencher todo o grão, conforme aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico. Na Figura 4.34, quase que totalmente formada pela estrutura bainita, torna-se difícil a identificação das regiões mais claras (martensita e austenita retida).

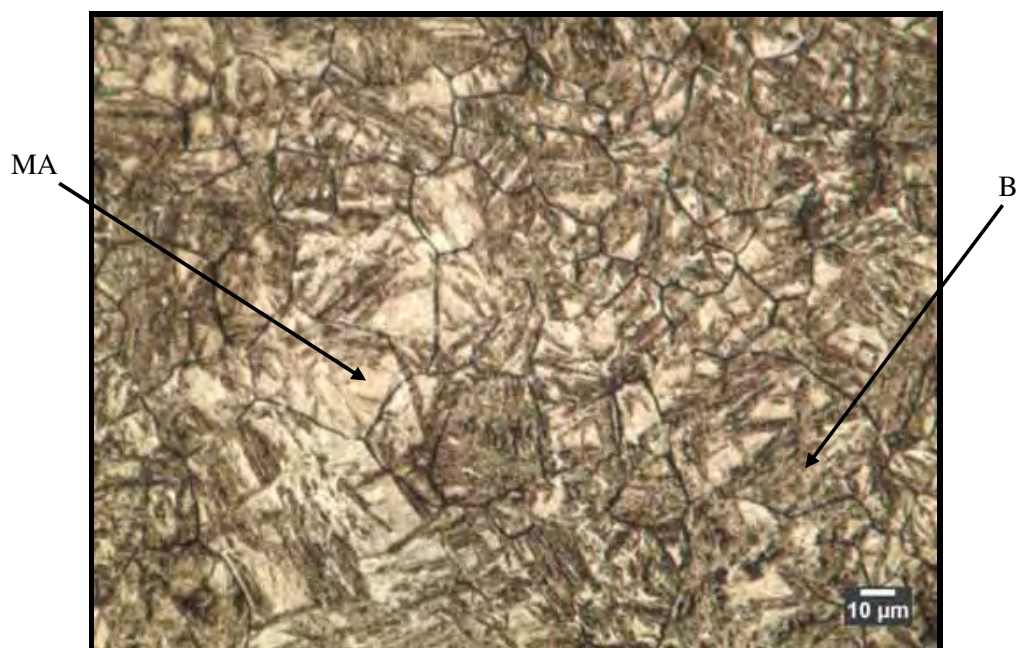


Figura 4.33. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). B (bainita), MA (constituente martensita-austenita retida).



Figura 4.34. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s).

Analogamente, o resultado do ataque químico com nital 2% e prévio ataque químico com reagente Contorno de Grão permite observar a nucleação da estrutura bainita a partir dos contornos de grãos austeníticos nas amostras submetidas às condições de tratamento térmico 5, 6, 7 e 8 (austenitização à 850 °C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, com tempos de permanência nesta temperatura de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente) representadas nas Figuras 4.35, 4.36, 4.37 e 4.38.

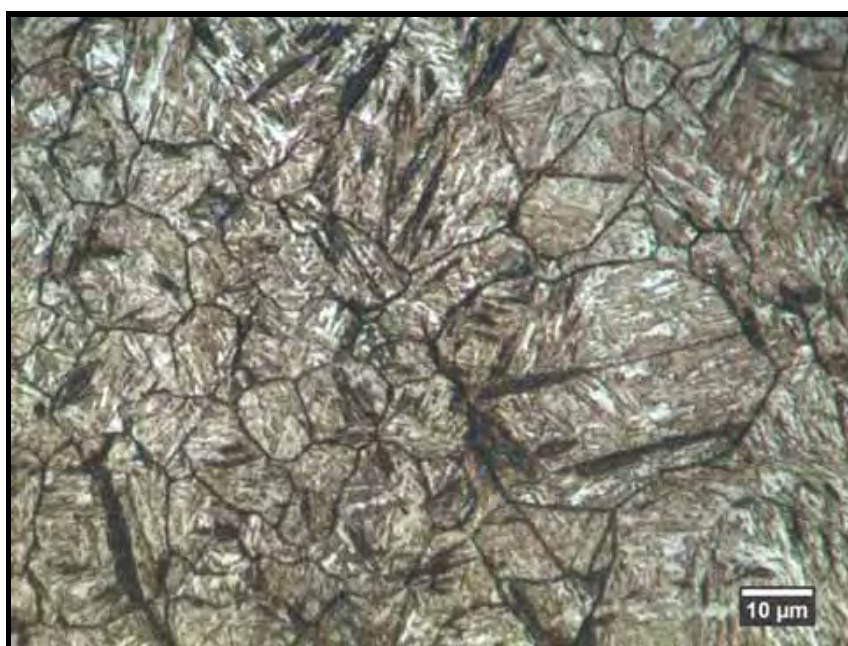


Figura 4.35. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s).

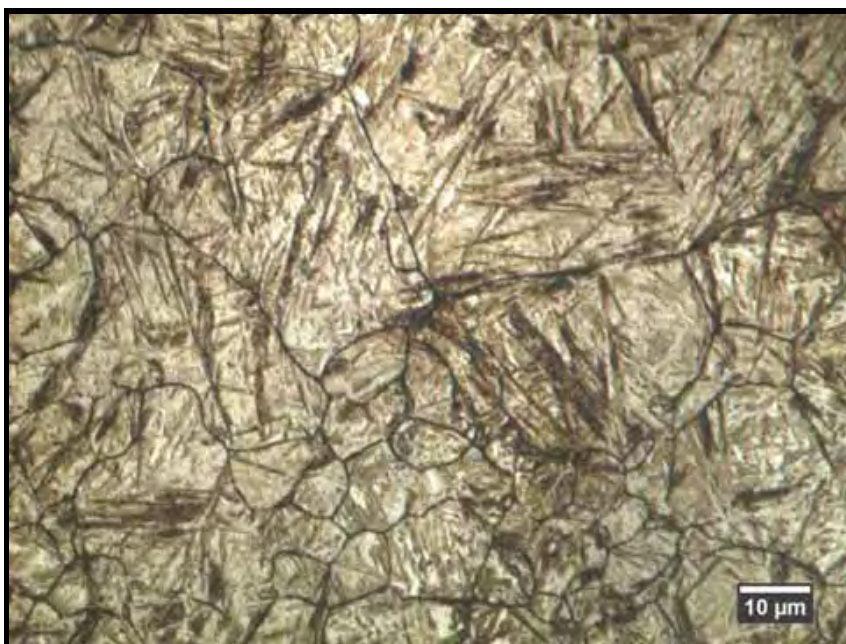


Figura 4.36. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s).

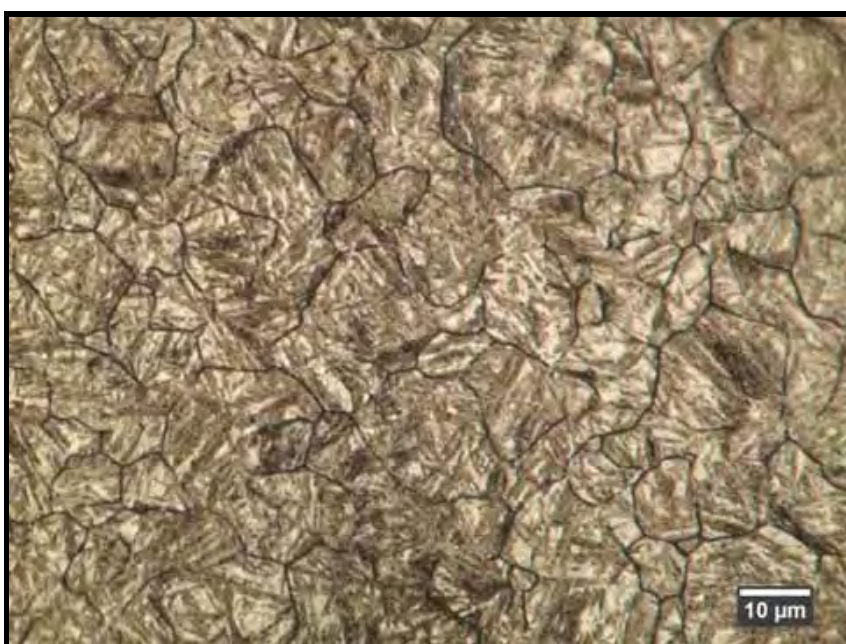


Figura 4.37 Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s).

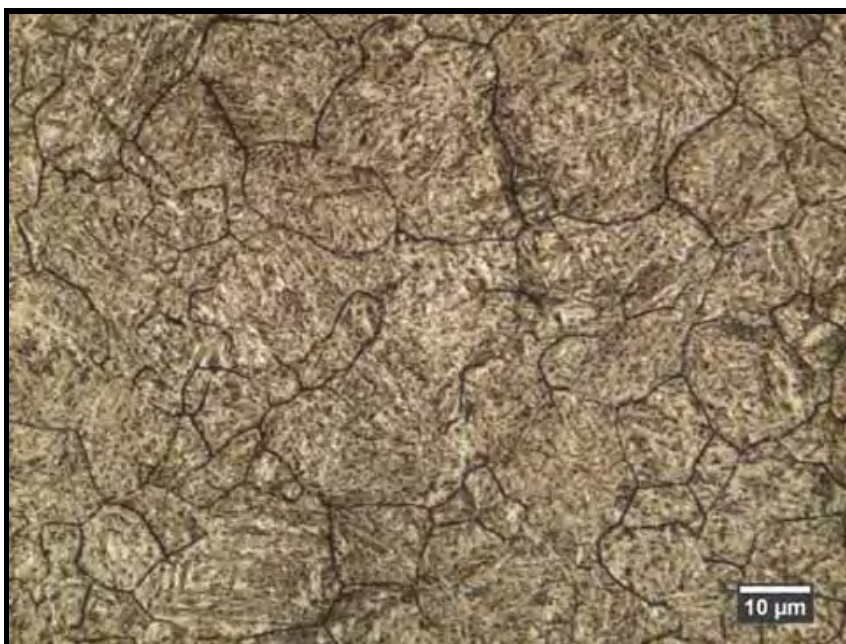


Figura 4.38. Pré-ataque com reagente Contorno de Grão e posterior ataque com reagente nital 2%. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s).

Apesar do reagente Contorno de Grão não sofrer interferência das condições de tratamentos térmicos, o ataque químico com reagente nital 2% é influenciado pelos tratamentos térmicos realizados e as estruturas resultantes, tornando mais difícil a reprodução do ataque químico nas condições 4 e 8, as quais permaneceram maior tempo no patamar isotérmico (1800 s), conseqüentemente com maior tempo de permanência em temperaturas de transformação bainítica.

4.2.1.6. Metabissulfito de sódio

O ataque químico com reagente metabissulfito de sódio tem por finalidade identificar a austenita retida presente na microestrutura.

Nesta técnica metalográfica, utiliza-se inicialmente de um pré-ataque com reagente nital 2% e posterior ataque químico com solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio que revelou a austenita retida em tonalidade clara ou branca enquanto as demais fases apareceram em tonalidade escura.

As amostras foram atacadas imediatamente após polimento, caso contrário não se obteve um ataque efetivo.

Reagentes à base de metabissulfito de sódio são enquadrados dentro do conceito de reagentes *Tint Etchings*, os quais formam um fino filme químico sobre a superfície da amostra, que revelam diferentes colorações entre as fases sob a interferência da luz branca do microscópio óptico.

Desta forma, a técnica de aplicação considerada mais adequada para o reagente metabissulfito de sódio foi por meio da imersão da amostra na solução, de maneira a garantir um depósito uniforme do filme químico sobre a superfície da amostra.

O tempo de exposição da superfície da amostra ao reagente variou entre 25 e 30 s. Pelo controle visual da superfície atacada foi possível verificar que na situação mais adequada à observação da fase austenita, a superfície da amostra apareceu com uma coloração que variou de marrom claro à marrom acobreado. O surgimento de uma coloração azulada na superfície atacada significou exposição excessiva ao reagente metabissulfito de sódio, mostrando-se ineficiente para identificação da austenita, quando observado em microscópio óptico.

Para cada amostra atacada, a solução do reagente foi descartada após o uso.

As amostras foram fotografadas logo após o ataque, visto a superfície da amostra sofrer significativas alterações pela exposição ao ar.

Considerou-se a técnica de ataque químico com reagente metabissulfito de sódio de difícil reprodução. As condições de tratamento térmico 4 e 8 são críticas sob o aspecto de reprodutividade do ataque químico.

Nas Figuras 4.39, 4.40, 4.41 e 4.42 estão representadas as fotomicrografias com pré-ataque químico com reagente nital 2% e posterior ataque com metabissulfito de sódio para as condições de tratamento térmico 1, 2, 3 e 4 (austenitização à 850 °C por 1800 s seguida de tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C, com tempo de

permanência de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente). Observa-se a austenita retida com morfologia acicular caracterizada pelas regiões brancas. Percebe-se que ocorre uma diminuição da austenita retida conforme aumenta o período de permanência no patamar isotérmico.

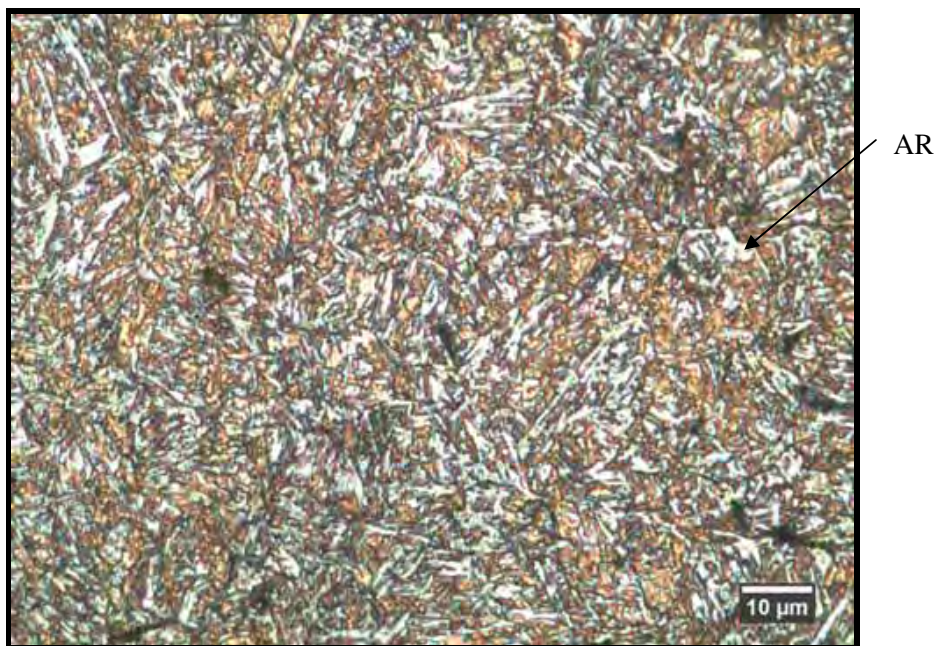


Figura 4.39. Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 1 (850 °C / 336 °C / 60 s). AR (Austenita Retida).

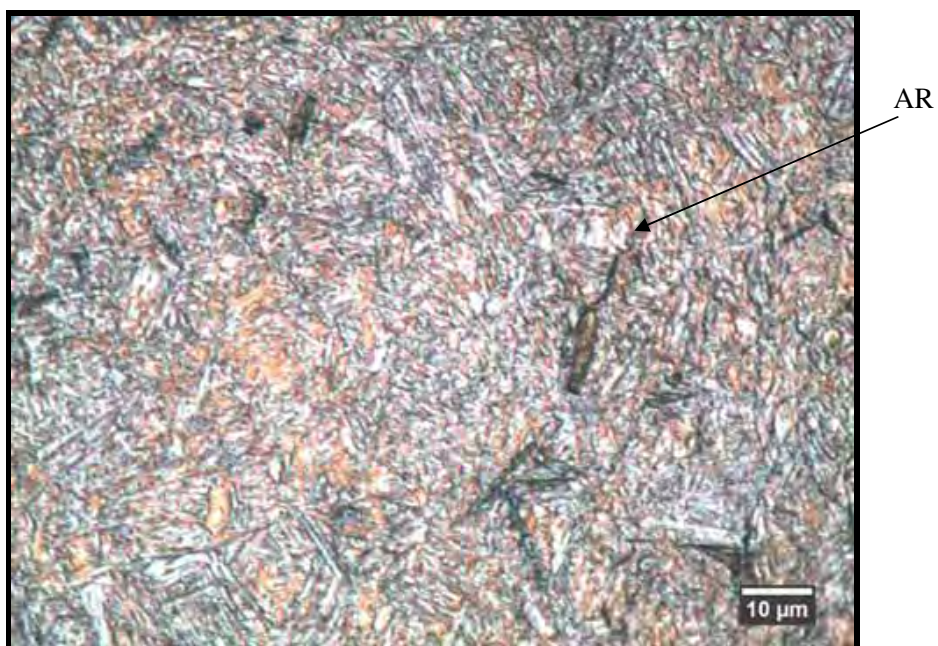


Figura 4.40. Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 2 (850 °C / 336 °C / 120 s). AR (Austenita Retida).

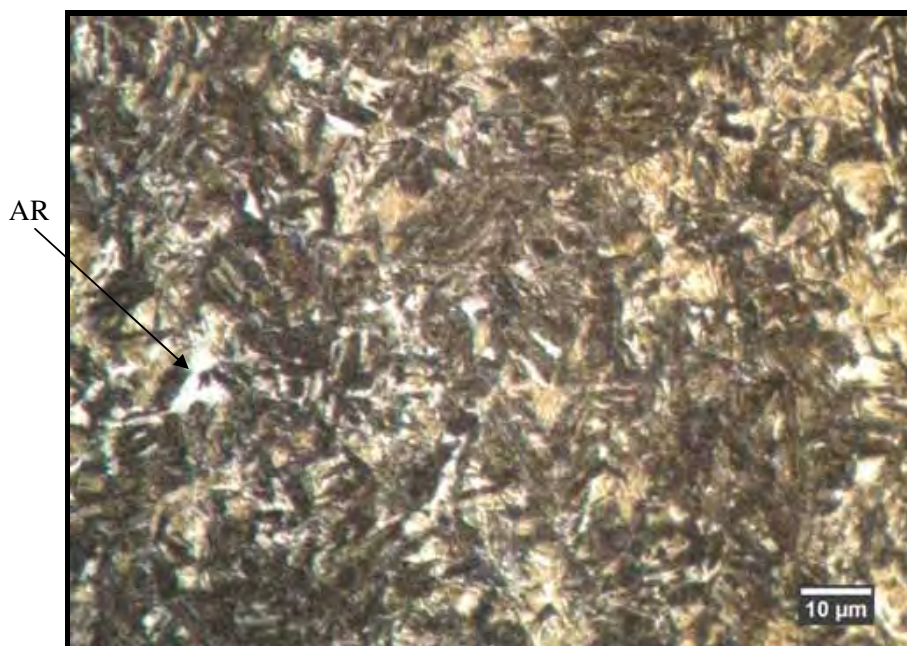


Figura 4.41. Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 3 (850 °C / 336 °C / 300 s). AR (Austenita Retida).

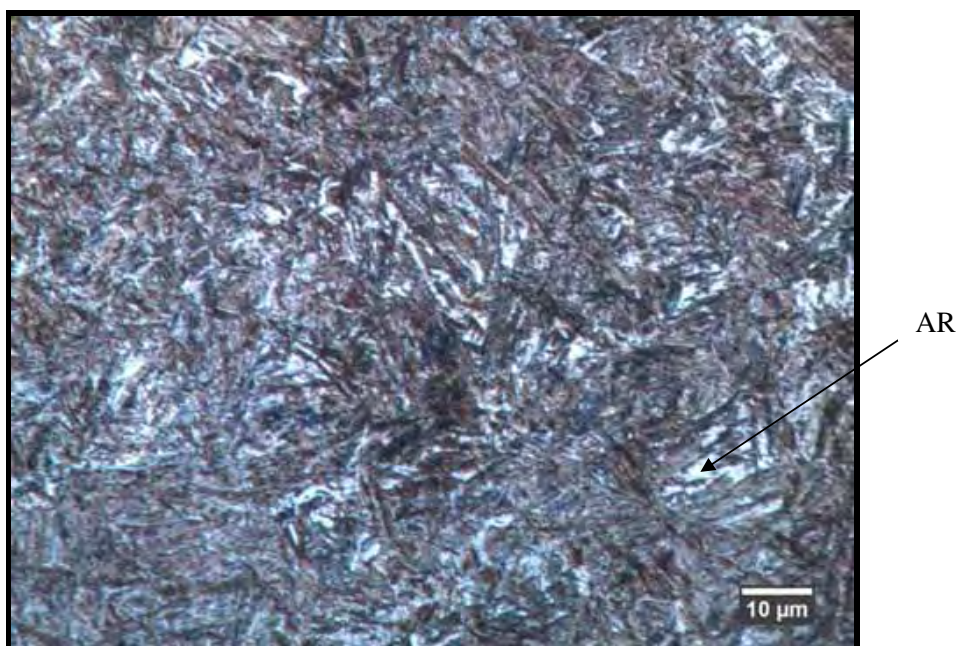


Figura 4.42. Ataque com metabissulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 4 (850 °C / 336 °C / 1800 s). AR (Austenita Retida).

Analogamente, pode-se observar a austenita retida caracterizada pelas regiões brancas nas Figuras 4.43, 4.44, 4.45 e 4.46, que representam as fotomicrografias obtidas de amostras pré-atacadas quimicamente com reagente nital 2% e posteriormente atacadas com metabissulfito de sódio, nas condições de tratamento térmico 5, 6, 7 e 8 (austenitização à 850 °C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 286 °C, com tempos de permanência nesta temperatura de 60, 120, 300 e 1800 s, respectivamente). Nestas condições, nota-se também a diminuição da austenita retida conforme aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico.

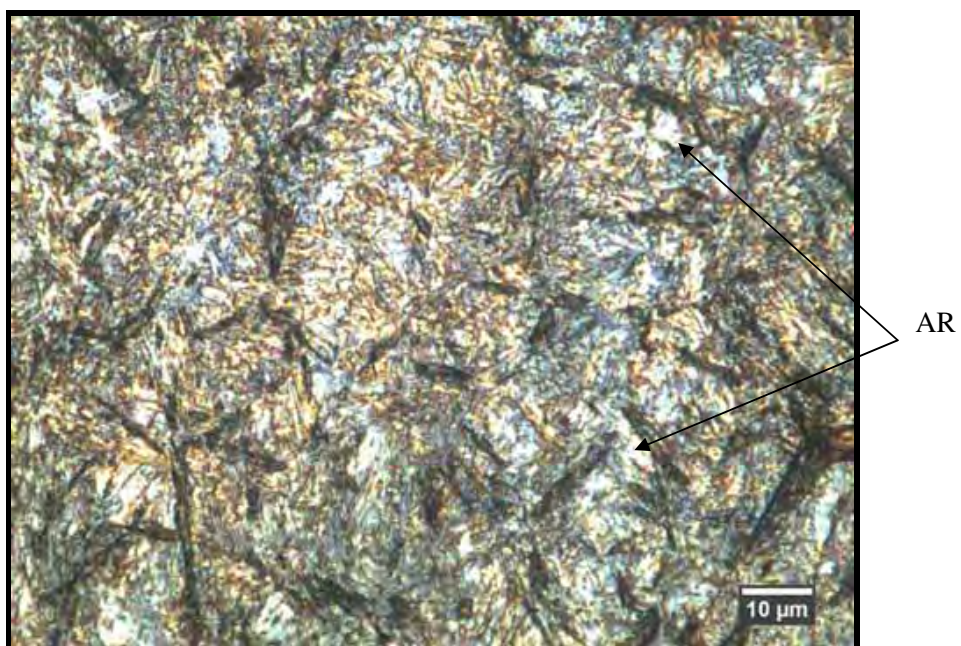


Figura 4.43. Ataque com metabisulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 5 (850 °C / 286 °C / 60 s). AR (Austenita Retida).

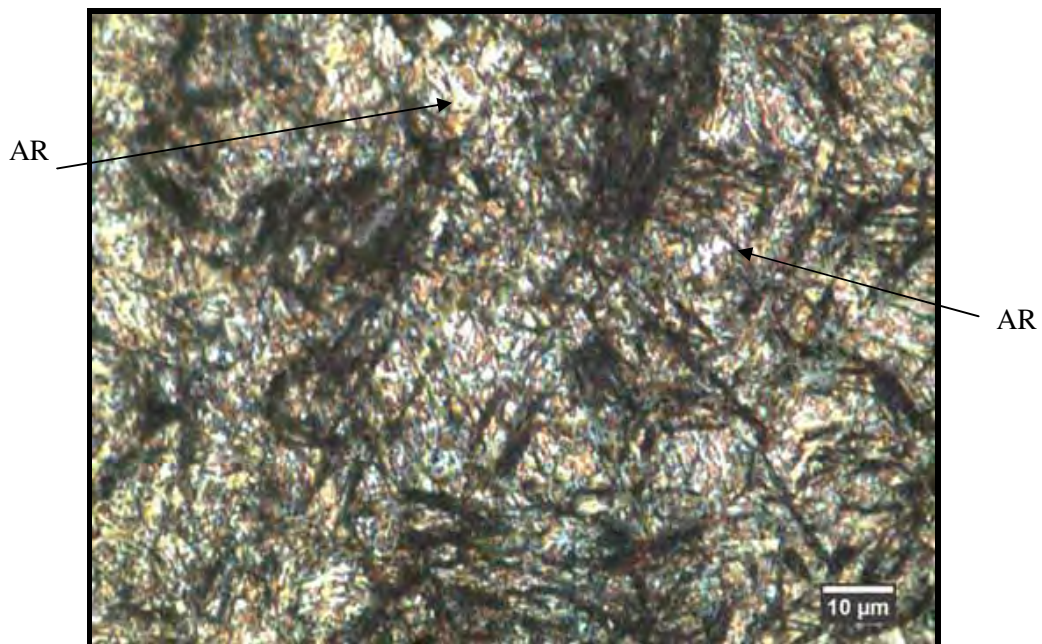


Figura 4.44. Ataque com metabisulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 6 (850 °C / 286 °C / 120 s). AR (Austenita Retida).

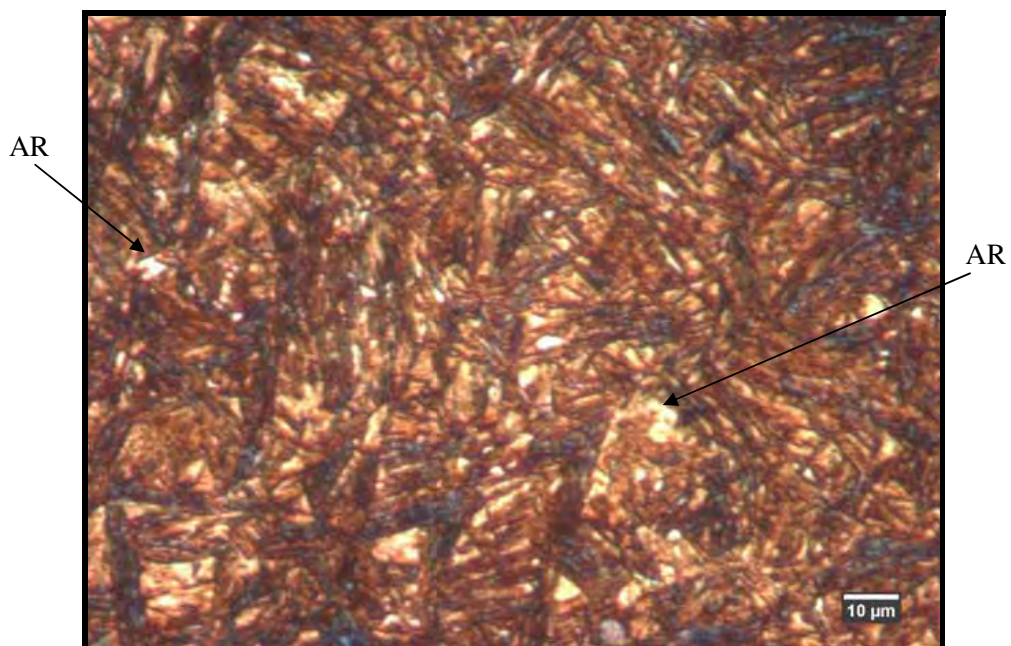


Figura 4.45. Ataque com metabisulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 7 (850 °C / 286 °C / 300 s). AR (Austenita Retida).

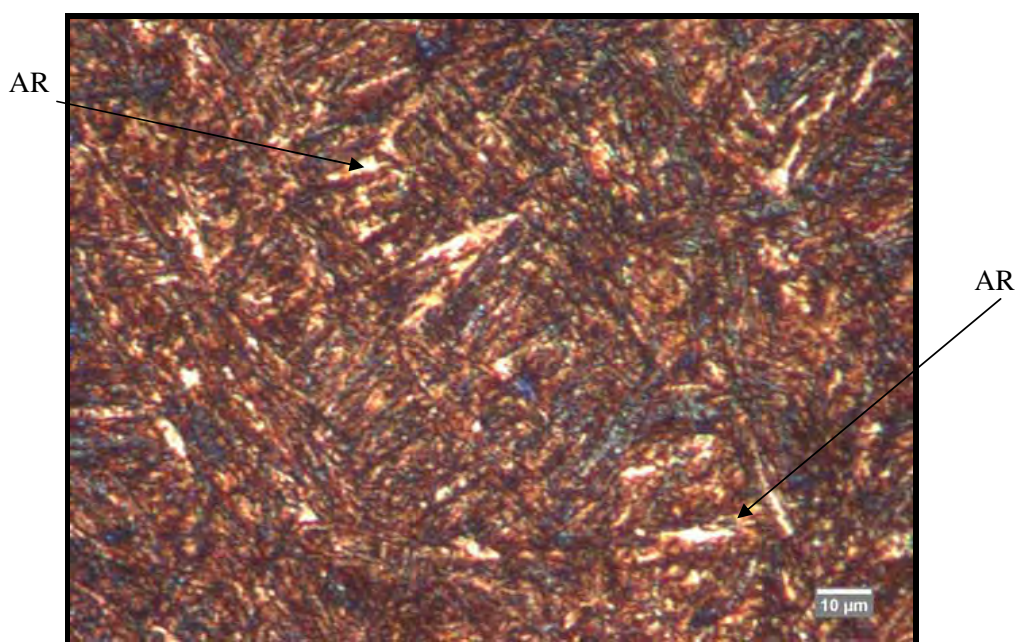


Figura 4.46. Ataque com metabisulfito de sódio. Ampliação 1000x. Condição 8 (850 °C / 286 °C / 1800 s). AR (Austenita Retida).

4.3. ANÁLISE QUANTITATIVA

Na segunda etapa deste trabalho são apresentados e discutidos os resultados referentes à quantificação das fases presentes na microestrutura do material.

Com auxílio de ferramentas de processamento digital de imagens foi possível calcular as frações volumétricas da bainita, do constituinte MA e da austenita retida, correspondentes às diferentes condições de tratamento térmico, a partir das fotomicrografias ópticas obtidas pelos ataques químicos com reagente nital 2%, reagente LePera e solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio.

No processamento digital de imagem, através do *software Image J*, a conversão da imagem original em uma imagem em escala de cinza (8-bits), e a utilização de um histograma relacionando os valores máximos e mínimos dos tons de cinza da imagem analisada, facilitou o processo de distinção entre as fases constituintes e a definição dos níveis de segmentação. O nível de segmentação significa o limiar em que toda a fase (foco da quantificação) é demarcada pelo usuário, de modo que o *software Image J* possa contabilizar a área selecionada.

O ataque com reagente nital 2% possibilitou a distinção entre a estrutura bainita e o constituinte MA, formado pelas fases martensita e austenita retida. Na Figura 4.47 está exemplificado o processamento digital de imagem e a definição de parâmetros de segmentação de uma fotomicrografia obtida por meio de ataque químico com nital 2% na condição 6 de tratamento térmico. As regiões escuras na fotomicrografia, caracterizadas pela fase bainita, foram demarcadas pela cor vermelha em uma imagem duplicada, definindo-se um parâmetro de segmentação (que foi aplicado às demais imagens que compõem toda a amostragem). O histograma, posicionado no canto inferior esquerdo da Figura 4.47, representa um nível de segmentação na escala de cinza aplicado à micrografia em questão. Dependendo da imagem analisada, torna-se fundamental uma comparação visual entre a micrografia original e a micrografia demarcada em vermelho, realizando ajustes manuais necessários no nível de

segmentação apresentado pelo histograma, até que toda a estrutura foco da quantificação esteja preenchida pela cor vermelha.

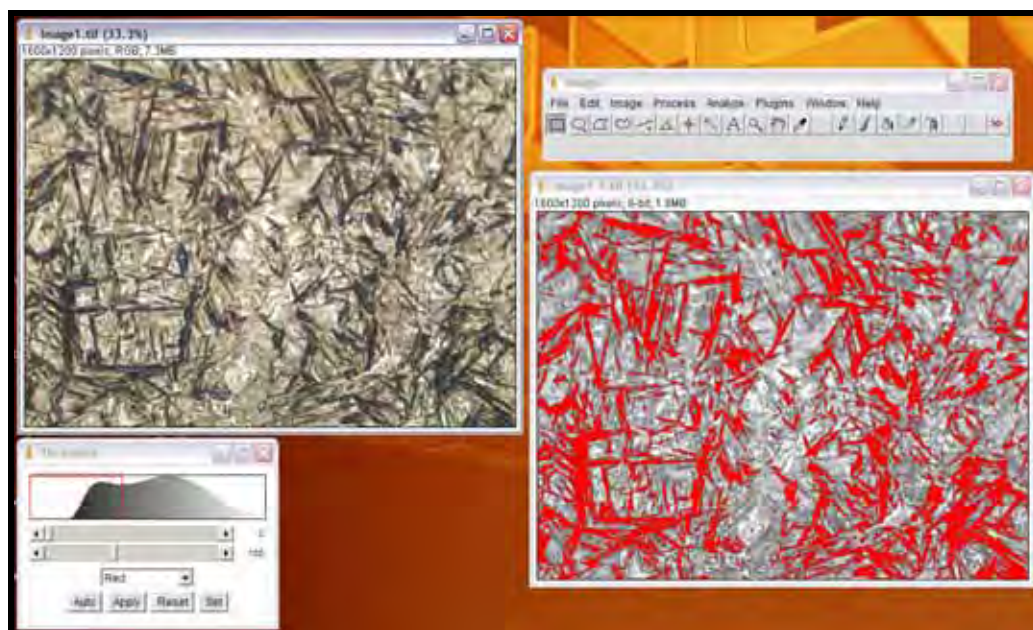


Figura 4.47. Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação, utilizando-se o *software Image J*, de uma fotomicrografia na condição 6 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com nital 2%.

A quantificação da fase é realizada pelo *software Image J* sobre uma imagem binária, representada na Figura 4.48, convertida a partir da imagem demarcada, onde as regiões escuras representam a fase bainita e as regiões brancas, o constituinte MA.



Figura 4.48. Imagem binária utilizada pelo *software Image J* para a quantificação da fração volumétrica. Imagem resultante da segmentação da fase bainita (área escura) e constituinte MA (regiões brancas) de uma fotomicrografia na condição 6 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com nital 2%.

De maneira análoga, o ataque com reagente LePera possibilitou a segmentação da fase bainita e do constituinte MA, os quais foram quantificados por meio de processamento digital de imagens. Na Figura 4.49 está representada uma fotomicrografia original, obtida por ataque com reagente LePera e sua imagem duplicada, em escala de cinza, onde foi preenchida pela cor vermelha a fase bainita, foco da quantificação na imagem analisada. No canto inferior esquerdo da Figura 4.49, o histograma utilizado para auxiliar na definição do nível de segmentação, usado como parâmetro na contagem da fase bainita nas demais micrografias que compõem a amostragem.

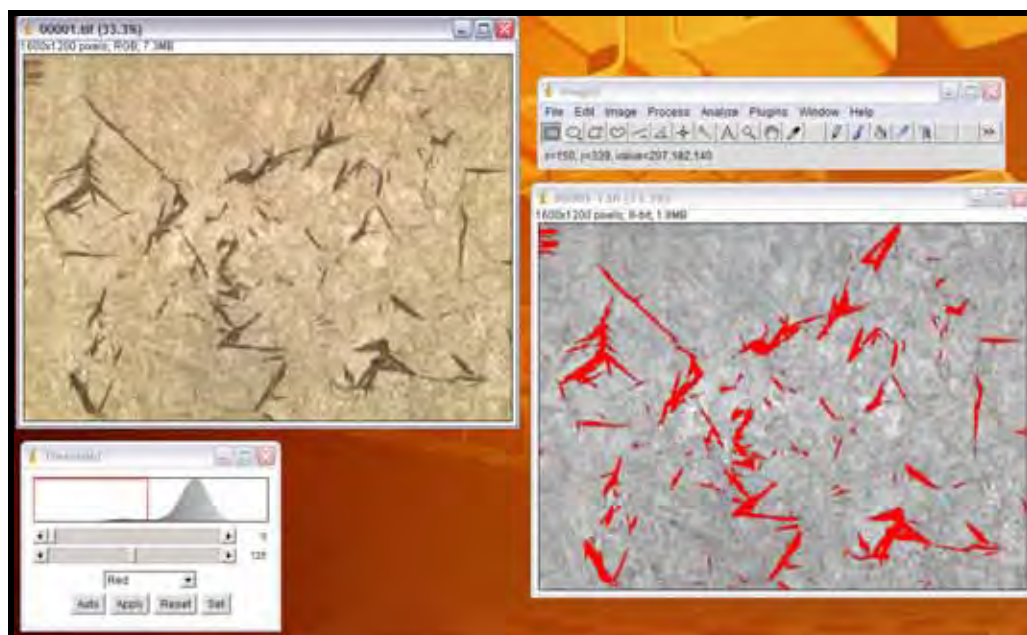


Figura 4.49. Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação de uma fotomicrografia de uma amostra na condição 2 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com reagente LePera.

A Figura 4.50 representa um exemplo do processamento de imagem e a definição do parâmetro de segmentação utilizado na quantificação da austenita retida, identificada por meio do ataque químico a base de metabissulfito de sódio, caracterizada pelas regiões brancas na fotomicrografia.

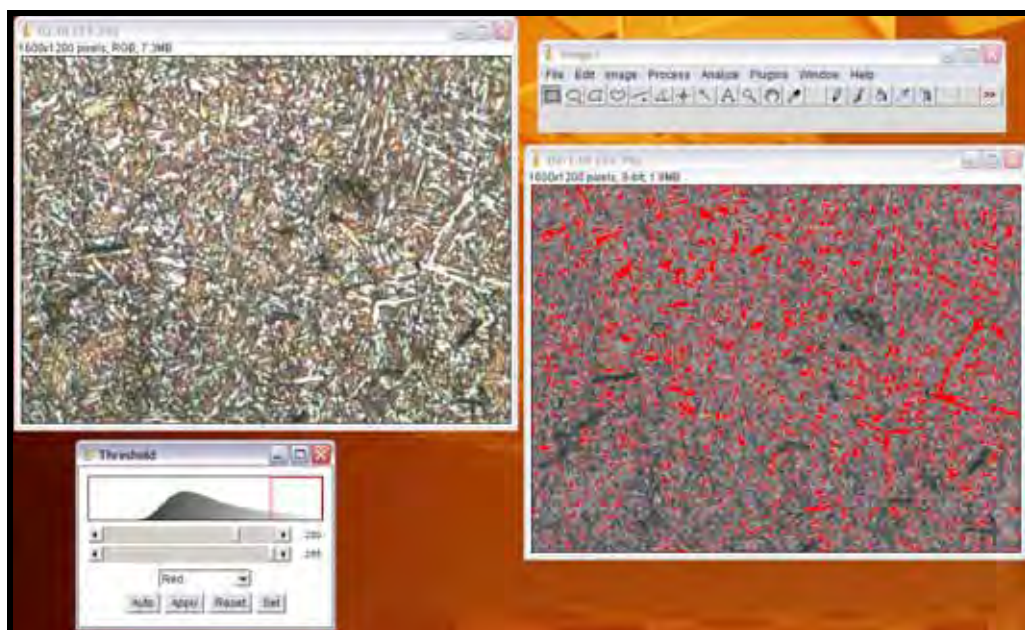


Figura 4.50. Exemplo do processamento de imagem e definição de parâmetros de segmentação de uma fotomicrografia de uma amostra na condição 1 de tratamento térmico, obtida por meio de ataque químico com solução aquosa de 10% de Metabissulfito de Sódio

As frações volumétricas da martensita e austenita retida, obtidas pelo ataque químico com o reagente nital 2% e também obtidas pelo ataque químico com reagente LePera, foram subtraídas das frações volumétricas obtidas pelo ataque químico a base de Metabissulfito de Sódio, informando, de maneira aproximada, a quantidade de martensita presente na estrutura do material, para cada condição estudada.

Os resultados apresentados na Tabela 4.2 representam a quantificação das frações volumétricas da fase bainita e do constituinte MA, obtidos pelos ataques químicos com nital 2%, reagente LePera e reagente LePera Modificado. Também são apresentados os resultados das frações volumétricas da austenita retida, obtidos pelo ataque à base de metabissulfito de sódio e o resultado do cálculo da quantidade de martensita.

Tabela 4.2. Quantificação das fases presentes na microestrutura identificadas por meio de ataque químico com reagente nital 2%, LePera, LePera Modificado e solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio.

| Condição de Tratamento Térmico | Temperatura Tratamento Isotérmico | Tempo de Permanência no patamar isotérmico (s) | Microestrutura, Fração Volumétrica (%) | | | | | | | | | | | |
|--------------------------------|-----------------------------------|--|--|------------|-------------|-------------------------------|------------|-------------|-------------------------|------------|------------------------|-------------|-------------|--|
| | | | Bainita | | | Martensita + Austenita Retida | | | Austenita Retida | | Martensita (Subtração) | | | |
| | | | Nital | LePera | LePera Mod. | Nital | LePera | LePera Mod. | Metabissulfito de Sódio | Nital | LePera | LePera Mod. | LePera Mod. | |
| C1 | 336° C | 60 | 1,8 ± 0,8 | 2,3 ± 0,7 | - | 98,2 ± 0,8 | 97,7 ± 0,7 | - | 14,2 ± 2,1 | 84,0 ± 2,2 | 83,5 ± 2,2 | - | | |
| C2 | | 120 | 4,6 ± 1,8 | 4,7 ± 1,4 | - | 95,4 ± 1,8 | 95,3 ± 1,4 | - | 11,9 ± 3,0 | 83,5 ± 3,5 | 83,4 ± 3,3 | - | | |
| C3 | | 300 | 75,5 ± 3,0 | 75,5 ± 5,2 | - | 24,5 ± 3,0 | 24,5 ± 5,2 | - | 5,6 ± 0,6 | 18,9 ± 3,1 | 18,9 ± 5,2 | - | | |
| C4 | | 1800 | 96,0 ± 0,7 | 95,8 ± 2,7 | 96,5 ± 1,6 | 4,0 ± 0,7 | 4,2 ± 2,7 | 3,5 ± 1,6 | 3,1 ± 0,4 | 0,9 ± 0,8 | 1,1 ± 2,7 | 0,4 ± 1,6 | | |
| C5 | 286° C | 60 | 11,0 ± 3,4 | 12,3 ± 1,8 | - | 89,0 ± 3,4 | 87,7 ± 1,8 | - | 5,8 ± 1,7 | 83,2 ± 3,8 | 81,9 ± 2,5 | - | | |
| C6 | | 120 | 20,7 ± 2,2 | 22,6 ± 4,9 | - | 79,3 ± 2,2 | 77,4 ± 4,9 | - | 5,4 ± 1,2 | 73,9 ± 2,5 | 72,0 ± 5,0 | - | | |
| C7 | | 300 | 88,4 ± 2,2 | 90,2 ± 1,1 | - | 11,6 ± 2,2 | 9,8 ± 1,1 | - | 1,4 ± 1,4 | 10,2 ± 2,6 | 8,4 ± 1,8 | - | | |
| C8 | | 1800 | 97,9 ± 0,6 | 98,6 ± 0,5 | 98,3 ± 0,5 | 2,1 ± 0,6 | 1,4 ± 0,5 | 1,7 ± 0,5 | 0,7 ± 0,5 | 1,4 ± 0,8 | 0,7 ± 0,7 | 1,0 ± 0,7 | | |

Nas condições de tratamento térmico C4 e C8 (tempo de permanência de 1800 s no patamar isotérmico), atacadas com reagente LePera, embora existência de pouca nitidez nas fotomicrografias para a segmentação da fase bainita e do constituinte MA, apresentaram resultados da quantificação de fases similares aos resultados obtidos através do ataque químico com reagente LePera Modificado, mostrados na Tabela 4.2. Porém considera-se a quantificação de fases com o ataque químico com reagente LePera Modificado mais precisa.

Comparando-se os resultados obtidos pelos ataques químicos com reagente nital e reagente LePera, na Tabela 4.2, para todas as condições estudadas, as diferentes técnicas de ataque químicos utilizadas na quantificação da fase bainita e do constituinte MA, mostraram resultados similares (considerando-se as variações dos respectivos desvios padrões), comprovando a eficiência de ambas as técnicas metalográficas, conforme era esperado.

Os valores da quantificação da fase bainita, obtidos pelo ataque com reagente nital e pelo ataque químico com reagente LePera foram relacionados graficamente em função do tempo de permanência no patamar isotérmico, à temperatura de 336 °C e à temperatura de 286 °C, os quais são representados na Figura 4.51.

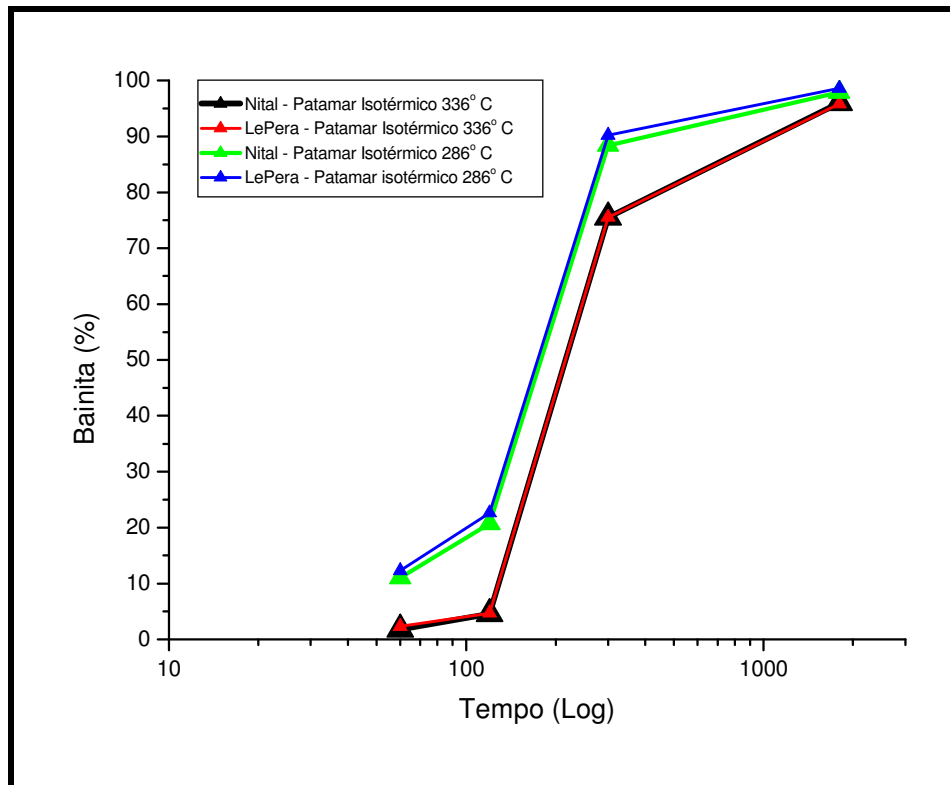


Figura 4.51. Variação da fração volumétrica da bainita em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida a partir dos ataques químicos com reagente nital e reagente LePera.

Baseando-se na análise da fração volumétrica da bainita (Figura 4.51), percebe-se que à temperatura de 336 °C, assim como à temperatura de 286 °C, ocorre um crescimento da quantidade de bainita, conforme aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico, resultado consistente com uma avaliação teórica feita através da respectiva curva TTT do aço AISI 4340. Na decomposição da austenita, a fração volumétrica da bainita aumenta em função do maior tempo de permanência na transformação isotérmica. Na transformação isotérmica, a reação não se completa devido a estabilização da austenita residual por saturação de carbono, gerado pela rejeição de carbono da ferrita bainítica.

Quando se compara os valores quantificados para a bainita, referentes aos dois patamares isotérmicos (336 °C e 286 °C), percebe-se maior quantidade de bainita transformada à temperatura de 286 °C, para os mesmos tempos de permanência nas

temperaturas de transformação bainítica. Este fato pode ser explicado sugerindo um prolongamento da curva de transformação bainítica, para temperaturas inferiores à temperatura M_s , mostrado na curva TTT do aço AISI 4340 (Figura 4.52). Para temperaturas inferiores à temperatura M_s (início da transformação martensítica) é possível que o início de transformação bainítica ocorra em tempos menores. Desta forma, a quantidade de bainita transformada à temperatura de 286 °C é maior do que a quantidade encontrada à 336 °C, para os mesmos tempos de permanência na temperatura de tratamento térmico.

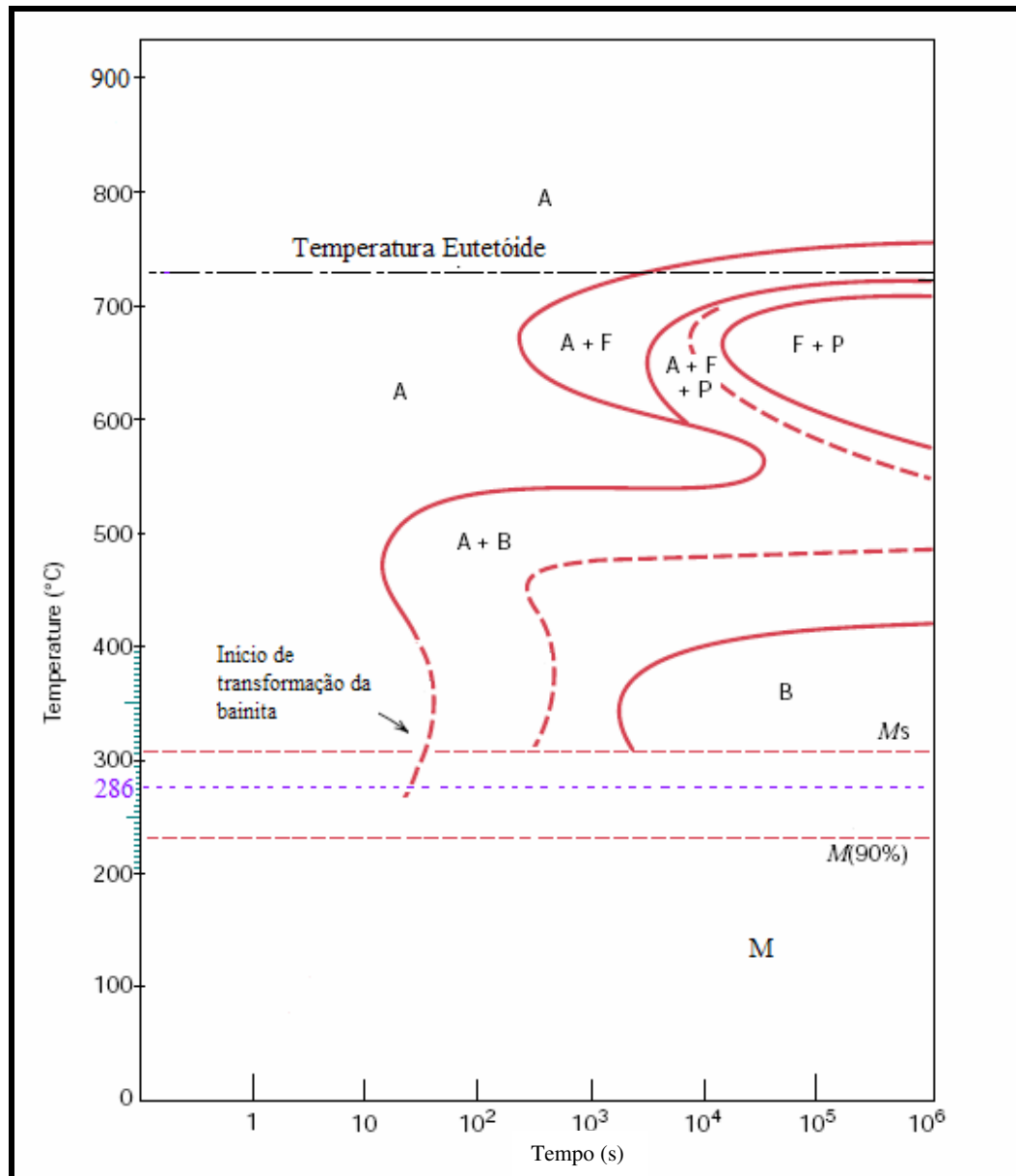


Figura 4.52. Representação esquemática da Curva TTT do aço AISI 4340, mostrando prolongamento da linha de início de transformação da bainita para temperaturas inferiores à M_s (início de transformação martensítica) (Adaptado de CALLISTER, 2000).

Em uma análise dos resultados obtidos pelo cálculo aproximado da martensita, apresentado na Tabela 4.2, à temperatura de 336 °C, para os tempos de permanência de 60 s e 120 s, a quantidade de martensita permanece constante (considerando-se os valores com os respectivos desvios padrão). No entanto, em tempos superiores, 300 s e 1800 s, a fração de martensita diminui conforme aumenta o tempo de permanência no patamar

isotérmico, à temperatura de 286 °C, assim como à temperatura de 336 °C. A presença de martensita está associada com a última etapa do tratamento térmico, o resfriamento rápido, posterior ao tratamento isotérmico. Na decomposição da austenita, parte da austenita residual, a qual ainda não se tornou suficientemente estável, transforma-se durante o resfriamento rápido em água.

A quantidade de martensita (resultante da subtração da fração de área do constituinte MA, obtida por meio dos ataques químicos com nital e LePera e da austenita retida, obtida por meio do ataque químico à base de metabissulfito de sódio), foi relacionada graficamente em função do tempo de permanência no patamar isotérmico, à temperatura de 336 °C e à temperatura de 286 °C e estão representados na Figura 4.53.

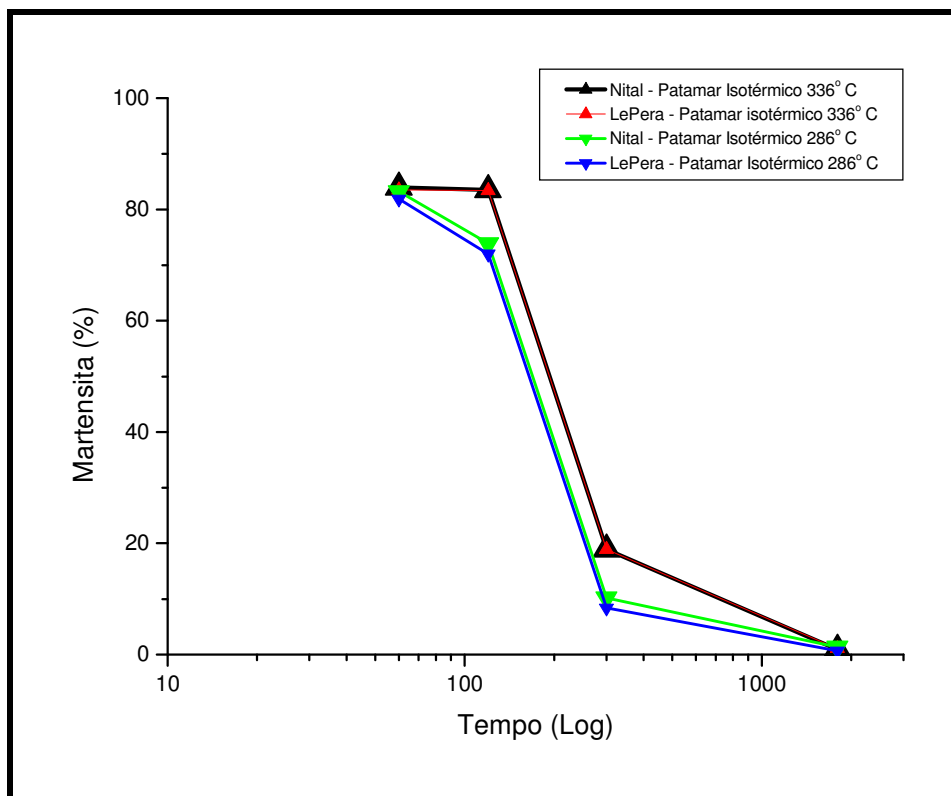


Figura 4.53. Variação da quantidade de martensita em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida pela subtração do constituinte MA (a partir dos ataques químicos com reagente Nital e reagente LePera) e austenita retida (a partir do ataque químico à base de metabissulfito de sódio).

Na análise da Figura 4.53, comparando-se as condições de tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C e à temperatura de 286 °C, para o tempo de 60 s no patamar isotérmico, as frações de martensita são similares em ambas as temperaturas, considerando os respectivos desvios padrões. Porém, para os tempos de permanência no patamar isotérmico de 120 s, 300 s e 1800 s, nota-se que a fração de martensita é maior para as condições de tratamento térmico à temperatura de 336 °C. Este fato justifica-se também pelo prolongamento da linha de início de transformação bainítica da curva TTT do aço AISI 4340, mostrado na Figura 4.52, sugerindo que o início de transformação bainítica ocorre em tempos menores, para temperaturas inferiores à temperatura M_s (início da transformação martensítica), existindo maior transformação bainítica à temperatura de 286 °C, referente aos mesmos tempos de permanência no patamar isotérmico. Na transformação isotérmica, a reação bainítica é acompanhada por uma redução da temperatura M_s , gerada pela estabilização da austenita residual por saturação de carbono, rejeitado da ferrita bainítica. Desta forma, menor fração de austenita residual se transforma em martensita no resfriamento subsequente à transformação isotérmica.

Os valores da quantificação da austenita retida, obtidos pelo ataque com reagente à base de metabissulfito de sódio foram relacionados graficamente em função do tempo de permanência no patamar isotérmico, à temperatura de 336 °C e à temperatura de 286 °C, representados na Figura 4.54.

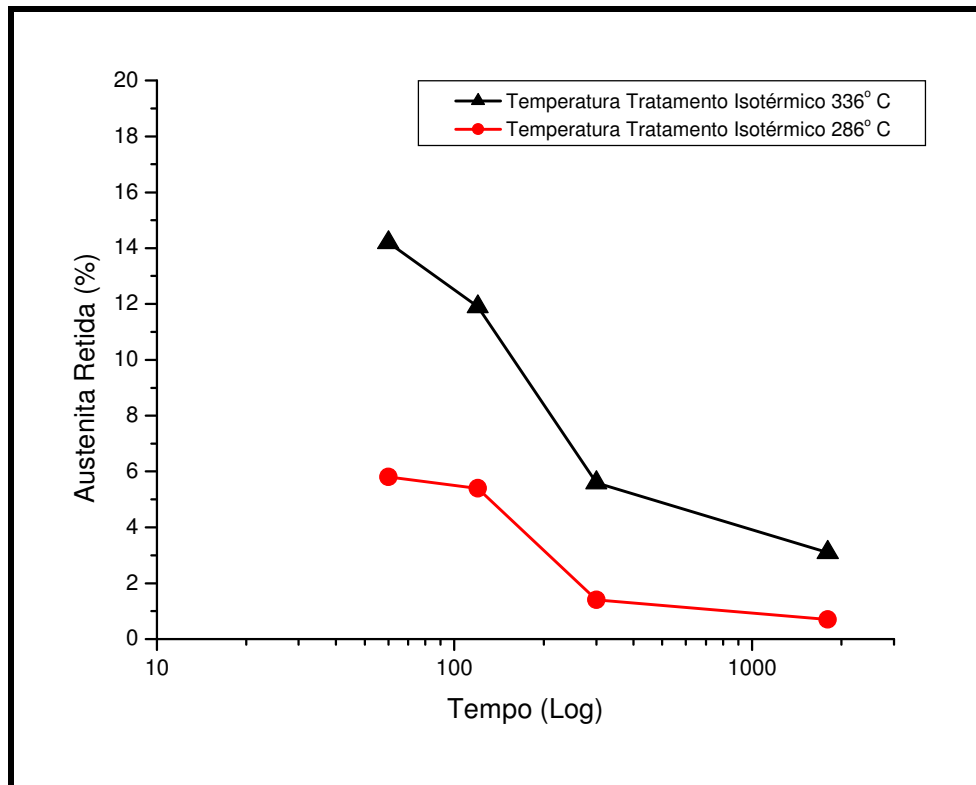


Figura 4.54. Variação da fração volumétrica da austenita retida em função do tempo de permanência no patamar isotérmico à temperatura de 336 °C e 286 °C, obtida a partir do ataque químico à base de metabissulfito de sódio.

A quantidade de austenita retida, medida à temperatura ambiente, está relacionada com dois fatores: a decomposição da austenita em bainita, decorrente da transformação isotérmica, e a transformação por cisalhamento da austenita em martensita, sob rápido resfriamento, subsequente à transformação isotérmica.

Através da análise metalográfica realizada com reagente à base de metabissulfito de sódio (Tabela 4.2), observa-se que a quantidade de austenita retida permanece praticamente constante em tempos curtos de permanência no patamar isotérmico (60 s e 120 s), com frações volumétricas variando no intervalo de 16,3% a 8,9% para a temperatura de 336 °C e no intervalo de 7,5% a 4,2% para a temperatura de 286 °C. Com o aumento do tempo de transformação isotérmica, para os tempos de 300 s e 1800 s, a

fração volumétrica da austenita retida decresce em função do tempo de permanência no patamar isotérmico, tanto à temperatura de 336 °C quanto à temperatura de 280 °C.

Conforme análise da Figura 4.53, quando comparadas as condições de tratamento isotérmico à temperatura de 336 °C e à temperatura de 286 °C, para os mesmos tempos de permanência no patamar isotérmico, percebe-se que à temperatura de 336 °C apresenta maior quantidade de austenita retida.

5. CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1. CONCLUSÃO

Os tratamentos térmicos do aço AISI 4340, submetido a austenitização à temperatura de 850 °C por 1800 s, seguido de tratamento isotérmico, à temperatura de 336 °C e 286 °C, em diferentes tempos de permanência em temperatura de transformação bainítica, permitiram a obtenção de uma estrutura com coexistência da fase bainita, martensita e austenita retida.

Com relação à caracterização microestrutural, via microscopia óptica, do aço AISI 4340, submetido aos tratamentos isotérmicos nas temperaturas, 336 °C e 286 °C, em diferentes tempos de permanência, pode-se concluir que:

- a) As técnicas de ataque químico com reagente nital e reagente Lepera mostraram-se eficiente na identificação da fase bainita e do constituinte MA, formado pelas fases martensita e austenita retida.

- b) A técnica de ataque químico com reagente LePera Modificado, na proporção de 1:2 (metabissulfito de sódio : ácido pícrico) mostrou-se mais eficiente do que o reagente composto pela mistura em partes iguais, quando aplicado em amostras constituídas quase que totalmente pela estrutura bainita, permitindo a identificação da fase bainita, revelada em coloração escura e do constituinte formado pelas fases martensita e austenita retida (reveladas em tonalidade clara).

- c) O reagente metabissulfito de sódio possibilitou a identificação da austenita retida, de forma isolada, aparecendo com tonalidade branca.

- d) A técnica de ataque químico com reagente Contorno de Grão possibilitou a revelação do contorno de grão da estrutura austenita, formada previamente na zona de austenitização.

- e) A combinação das técnicas de ataque químico com reagente Contorno de Grão e nital possibilitaram a observação da nucleação e crescimento das ripas da estrutura bainita a partir dos contornos de grãos austeníticos.

- f) A quantificação de fases presentes na estrutura do material mostrou que a fração volumétrica da estrutura bainita aumenta em função do aumento do tempo de permanência no patamar isotérmico. A quantidade de martensita, assim como de austenita retida, decrescem à medida que aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico.

- g) Para os mesmos tempos de permanência, as amostras tratadas isotermicamente à 286 °C apresentaram valores mais altos de fração volumétrica da bainita, quando comparado aos valores da fração volumétrica da bainita das amostras tratadas à 336 °C, sugerindo que em temperaturas inferiores à temperatura M_s , o início de transformação bainítica ocorra em tempos menores.

5.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Aplicação de recursos de microscopia eletrônica de varredura para caracterização de aços com coexistência das estruturas bainítica e martensítica.

- b) Utilização de microscopia eletrônica de transmissão para caracterização da estrutura bainítica formada isotermicamente em temperaturas próximas a temperatura de transformação martensítica.

- c) Caracterização da austenita retida utilizando-se técnicas de difração de Raio X.

- d) Combinação das técnicas de ataque químico Contorno de Grão austenítico e metabissulfito de sódio para caracterização da morfologia da austenita retida em relação ao grão austenítico, formado na temperatura de austenitização.

- e) Utilização da técnica de ataque químico Contorno de Grão austenítico para estudo e avaliação da influência da temperatura e tempo de austenitização na homogeneidade e tamanho do grão austenítico.

REFERÊNCIAS

AARONSON, H. I., SPANOS, G., REYNOLDS, W. T. Jr. A Progress Report on the Definitions of Bainite. **Scripta Materialia**, v. 47, p. 139-144. 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS - ASM. High-Strength Steels. In: _____. **Metals Handbook**. Ohio: ASM, 1985. p. 4.50-4.56.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS – ASM. **Steel - Products**. In: _____. Properties and Selection: Irons and Steels - Metals Handbook. 9th Edition. Metals Par, Ohio: ASM, 1990. p.117-143.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS – ASM. **Steel - Products**. In: _____. Properties and Selection: Irons and Steels - Metals Handbook. 9th Edition. Metals Par, Ohio: ASM, 1990. p. 422-425.

ANAZAWA, R. M.; ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M. S. Efeito dos Tratamentos Intercrítico e Isotérmico Sobre as Propriedades Mecânicas e a Estrutura no Aço 300M, **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 25, n. 2, 93-97, jun. 2006.

ANDREWS, K. W. Empirical Formulae for the Calculation of Some Transformation Temperatures. **Journal of The Iron and Steel Institute**, p. 721-727, July. 1965.

ARMCO, disponível em: <www.armco.com.br>. Acesso em: 09 julho 2006.

BABANI, A. A.; LI, F. ROMANO, P.; PONGE, D.; RAABE, D. Design of High-Strength Steels by Microalloying and Thermomechanical Treatment. **Materials Science and EngineeringA**, v.463, p. 138-146. 2006.

BABU, K. N.; SURESH, M. R.; SINHA, P. P.; SARMA, D. S. Effect of Austenitizing Temperature and Cooling Rate on the Structure and Properties of Ultrahigh Strength Low Steel. **J Mater CSI**, v. 41, p. 2971-2980. 2006.

BABU, S. S.; BHADESHIA, H. K. D. H. Mechanism of the Transition from Bainite to Acicular Ferrite. **Materials Transaction**, v.32, n. 8 p. 679-688. 1991.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in Steels**. 2nd Edition. London: IOM Communications Ltd. 2001. 454p.

BHADESHIA, H. K. D. H. Aços Muito Resistentes em Peças de Grandes Dimensões. **Metalurgia & Materiais**, março. 2005b;

BHADESHIA, H. K. D. H. Diffusional and Displacive Transformations. **Scripta Metallurgic.**, v. 21, p. 1605-1609. 1987.

BHADESHIA, H. K. D. H. Hard Bainite. **The Minerals, Metals & Materials Society**, v.1, p. 469-484. 2005a.

BHADESHIA, H. K. D. H. High Performance Bainitic Steels. **Materials Science Forum**, n. 500-501. p. 63-74. 2005.

BHADESHIA, H. K. D. H. Large Chunks of Very Strong Steel. **Millenium Steel**, v.5, p.25-28. 2004.

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

BHADESHIA, H. K. D. H. The Lower Bainita Transformation and the Significance of Carbide Precipitation. **Acta Metallurgica**, v. 28, p. 1103-1114. January. 1980.

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

BHADESHIA, H. K. D. K.; EDMONDS, D. V. The Mechanism of Bainite Formation in Steels. **Acta Metallurgic.**, V. 28, p. 1265-1273, January. 1980.

BRAGA, T. M. G. Cronologia do Uso dos Metais. **Usiminas**, 2003. Disponível em: http://www.estruturametalica.com.br/pg-dinamica.phpid_pag=107
Acesso em 16/08/2006.

BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. In: ASM Handbook. **Metallography and Microstructures**. Metals Park, Ohio: ASM, 2004. V.9, p.608-627.

BRAMFITT, B. L.; SPEER, J. G. A Perspective on the Morphology of Bainita. **Metallurgical Transactions A**, v.21, p.817-829, April, 1990.

CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G.; BROWN, P. Design of Novel High Strength Bainitic Steels: Part 1. **Materials Science and Technology**, v. 17, p. 512-516, May. 2001.

CABALLERO F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G.; BROWN, P. Very Strong Low Temperature Bainite. **Materials Science and Technology**, v. 18, p. 279-284, May. 2002.

CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H. Very Strong Bainite. **Current Opinion in Solid State & Materials Science**, v. 8, p. 251-257. 2004.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5ª Edição. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002. 589p.

CAPDEVILA, C. et al. Influence of Processing Parameters on the Recrystallized Microstructure of Extra-Low-Carbon Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, p. 2059-2068, July. 2006.

CHANG, L. C. Microstructures and Reaction Kinetics of Bainite Transformation in Si-Rich Steels. **Materials Science and Engineering A**, n. 368, p. 175-182. 2004.

CHIAVERINI, V. Aços Estruturais. In: _____. **Aços e Ferros Fundidos**. São Paulo: ABM, 1990. p. 203-218.

CHIAVERINI, V. Aços para Construção Mecânica. In: _____. **Tecnologia Mecânica**. São Paulo: Ed. McGraw-Hill do Brasil, 1978. p. 119-142.

DE, A. K.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Color Tint-Etching for Multiphase Steels. **Advanced Materials & Processes**. P. 27-30, February. 2003.

EDMONDS, D. V. Bainite Structures. In: _____. **ASM Handbooks**. Metals Park, Ohio: ASM, 1995. v.9, p.662-667.

ELIAS, J. A.; HOOK, R. E. Interstitial-free Steels. **Mechanical Working and Steel Processing**, v.9, p.348-368. 1970.

FANG, H. S.; WANG, J. J.; ZHENG, Y. K. Formation Mechanism of Bainitic Ferrite and Carbide. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 25A, p. 2001-2007, September. 1994.

GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Acceleration of Low-Temperature Bainite. **ISIJ International**, v.43, n.11, p.1821-1825, May. 2003.

GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Low Temperature Bainite. **Journal de Physique IV**, v. 112, p. 285-288. 2003.

GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Development of Hard Bainite. **ISIJ International**, v.43, n.8, p.1238-1243, February. 2003.

GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Mechanical Properties of Low-Temperature Bainite. **Materials Science Forum**, v. 500-501, p. 495-502. 2005.

GIRAULT, E.; JACQUES, P.; HARLET, Ph.; MOLS, K.; HUMBEECK, J. V.; AERNOUDT, E.; DELANNAY, F. Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructure of TRIP-Assisted Steels. **Materials Characterization**. N.40, p.111-118. 1998.

HASHIMOTO, T. M. **Caracterização Mecânica e Microestrutural de um Aço Médio Carbono com Estruturas Bainíticas e Multifásicas**. 2004. 98f. Tese (Livre Docência em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

HEHEMANN, R. F. Ferrous and Nonferrous Bainitic Structure. In:____. **Metallography, Structures and Phase Diagrams - ASM - Metals Handbook**. Ohio: ASM, 1973. v. 8, p. 194-196.

HILLERT, M. The Nature of Bainite. **ISIJ International**, v. 35, n. 9, p. 1134-1140, April. 1995.

HILLERT, M. Paradigm Shift for Bainite. **Scripta Materialia**, v. 47, p. 175-180. 2002.

HISTORY of Ferrous Metallurgy, disponível em:
http://en.wikipedia.org/wiki/Iron_industry. Acesso em 19/03/2008.

HONEYCOMBE, R. W. K. A transformação bainítica. In:____. **Aços – Microestrutura e Propriedades**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian. 1985. P. 155-173.

HUO, Y. Q.; LONG, X. H.; ZHOU, Z. H.; LI, J. G. Bainite Transformation and TRIP Effect in 20Mn2SiVB Steel. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440, p. 158-161. 2006.

IISI – INTERNATIONAL IRON AND STEEL INSTITUTE, disponível em:
<www.worldautosteel.org>. Acesso em: 09 julho 2006.

LAWRYNOWICZ, Z.; BARBACKI, A. Features of Bainite Transformation in Steels. **Advances in Materials Science**, v. 2, n. 1, p. 5-32, November. 2002.

LEE, Woei-Shyan; Su, Tzay-Tian. Mechanical Properties and Microestructural Features of AISI 4340 High-Strength Steel Under Quenched and Tempered Conditions. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 87, p.198-206. 1999.

LEPERA, F. S. Improved Etching Technique for the Determination of Percent Martensite in High-Strength Dual-Phase Steels. **Metallography**, n.12, p.263-268. 1979.

LEPERA, F. S. Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel. **Journal of Metals**, p. 38-39, March. 1980.

LIU, C.; BHOLE, S.; NORTHWOOD, D. The effects of ferrita content and morphology on the mechanical properties and room temperature creep of quenched and tempered SAE 4340 steel. **JSME International Journal**, Series A, v.46, n.3, p. 272-277. 2003.

MADARIAGA, I.; GUTIÉRREZ, I. Role of the Particle-matrix Interface on the Nucleation of Acicular Ferrite in a Medium Carbon Microalloyed Steel. **Acta Materialia**, v. 47. n. 3. p. 951-960. 1999.

MARDER, A. R.; BENSCOTER, A. O. Quantitative Microanalysis of Dual-Phase Steels. **Metallography**, n.15, p.73-85. 1982.

MATSUDA, H.; BHADESHIA, H. K. D. H. Kinetics of the Bainite Transformation. **Proc. R. Soc. Lond. A**, n. 460. p.1707-1722. 2004.

MILLER, D. Smelter and Smith: Iron Age Metal Fabrication Tecnilyg in Southern Africa. **Journal Archaeological Science**, v. 29, p. 1083-1131. 2002.

MUDDLE, B. C.; NIE, J. F. Formation of Bainite as a Diffusional-Displacive Phase Transformation. **Scripta Materialia**, v. 47, p. 187-192. 2002.

OLIVEIRA, F. L. G.; ANDRADE, M. S.; COTA, A. B. Kinetics of Austenite Formation During Continuous Heating in a Low Carbon Steel. **Materials Characterization**, n. 58, p. 256-261. 2007.

PEREIRA, M. S. **Caracterização Microestrutural e Mecânica de um Aço Multifásico, em Consonância com o Projeto ULSAB - AVC**. 2004. 98f. Tese (Livre Docência em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

PEREIRA, M. S.; GARCIA, P. E. L.; HASHIMOTO, T. M. **Microscopy Society of América**, Metallographic Procedure to Microstructural Characterization of a multiphase Steel Applied to Pipelines Industry by Optical Microscopy, v. 8, n. 2, 1328-1331. 2002.

PICKERING, F. B. The Structure and Properties of Bainite in Steels. In:____. **Transformations and Hardenability in Steels**. Ann Arbor: Climax Molybdenum Co. p.109-132. 1967.

QUIDORT, D.; BRECHET, Y. J. M. Isothermal Growth Kinetics of Bainite in 0.5% C Steels. **Acta Materialia**, v.49, p. 4161-4170, August. 2001.

RODRIGUES-MARTIN, R.; OCANA, I; MARTIN-MEIZOSO, A. Brittle Fracture of High-Strength Steels at Very Low Temperatures. **Fatigue Fract Engng Mater Struct**, v. 30, p. 664-670. 2006.

SAEGLITZ, M.; KRAUSS, G. Deformation, Fracture and Mechanical Properties of Low-Temperature-Tempered in SAE 43xx Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.28A, p.377-387, February. 1997.

SCHASTLIVTSEV, V. M., Phase Transformations and Defects in Alloys – New Concepts of the Nature of Bainitic Transformations in Steels. **Metal Science and Heat Treatment**, v.47, p. 276-281. 2005.

SILVA, A. L. V. C; AVILLETZ, R. R. Um Banco de Dados Termodinâmicos para Aços IF (Interstitial-Free). **Revista ABM**, São Paulo, v.1, n.1, p.64-68, junho. 2004.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. Classificação e Seleção de Aços. In:____. **Aços e Ligas Especiais**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 2006. 315-361.

SILVA, F.; LOPES, N. I. A.; SANTOS, D. B. Microstructural Characterization of the C-Mn Multiphase High Strength Cold Rolled Steel. **Materials Characterization**, n. 56, p. 3-9. 2006.

SOUZA, S. A. Classificação dos Aços Carbono e Aços de Baixa Liga. In:____. **Composição Química dos Aços**. São Paulo: Ed. Edgard Blücher Ltda., 2001. p. 53-74.

SOUZA, S. A. Aços de Baixa Liga. In: _____. **Composição Química dos Aços**. São Paulo: Ed. Edgard Blücher Ltda., 2001. p. 19-52.

SPEER, G. J. Aços Avançados de Alta Resistência para Aplicações Automotivas – O Processo “Têmpera e Partição” Promete Alta Resistência para Aplicações Automotivas. **Metalurgia e Materiais**, p. 103-105, março. 2005.

SPEER, G. J.; EDMONDS, D. V.; RIZZO, F.C.; MATLOCK, D. K. Partitioning of Carbon from Supersaturated Plates of Ferrite, with Application to Steel Processing and Fundamentals of the Bainite Transformation. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, p. 219-237. 2004.

TAKAHASHI, M. Recent Progress: Kinetics of the Bainite Transformation in Steels. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, p. 213-217. 2004.

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, August. 2004.

TOMITA, Y. Effect of Continuous-cooling Transformation Structure on Mechanical Properties of 0.4C-Cr-Mo-Ni Steel. **Journal of Materials Science**. n.29, p.1612-1616. 1994.

TOMITA, Y.; OKABAYASI, K. Heat treatment for Improvement in Lower Temperature Mechanical Properties of 0.40C-Cr-Mo Ultrahigh Strength Steel. **Metallurgical Transactions A**, v.14A, p.2387-2393, November. 1983.

TOMITA. Y.; OKABAYASHI, K. Improvement in Lower Temperature Mechanical Properties of 0.40 Pct C-Ni-Cr-Mo Ultrahigh Strength Steel with the Second Phase Lower Bainite. **Metallurgical Transactions A**, v14A, p. 485-492, March. 1983.

TOMITA, Y.; OKABAYASHI, K. Modified Heat Treatment for Lower Temperature Improvement of the Mechanical Properties of Two Ultrahigh Strength Low Alloy Steels. **Metallurgical Transactions A**, v.16A, p.83-91, January. 1985.

TOMITA, Y.; OKAWA, T. Effect of Microstructure on Mechanical Properties of Isothermally Bainite-Transformed 300M Steel. **Materials Science and Engineering A**, n.172, p.145-151, April.1993.

VOORT, Vander. Microstructure. In:__. **Metallography Principles and Practice**. New York: McGraw-Hill.1984. p.165-266.

WANG, X. D.; HUANG, B. X.; RONG, Y. H.; WANG, L. Microstructures and Stability of Austenite in TRIP Steels. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440. p. 300-305. 2006.

YANG, ZHI-GANG; FANG, HONG-SHENG. An Overview on Bainite Formation in Steels. **Current Opinion in Solid State & Materials Science**, v. 9 p. 277-286. 2005.

ZHANG, M.; LI, L.; FU, R.Y.; KRIZAN, D.; DE COOMAN, B. C. Continuous Cooling Transformation Diagrams and Properties of Micro-Alloyed TRIP Steels. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440, p. 296-299. 2006.