

**CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI**

**Estudo dos Principais Parâmetros da Caracterização Microestrutural de Aços  
de Alta Resistência utilizando o Método de Taguchi**

Guaratinguetá - SP  
2016

**Cristina Sayuri Fukugauchi**

**Estudo dos Principais Parâmetros da Caracterização Microestrutural de Aços  
de Alta Resistência utilizando o Método de Taguchi**

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

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Guaratinguetá  
2016

F961e Fukugauchi, Cristina Sayuri  
Estudo dos principais parâmetros da caracterização microestrutural de aços de alta resistência utilizando o método de Taguchi / Cristina Sayuri Fukugauchi. – Guaratinguetá, 2016.  
232 f. : il.  
Bibliografia : f. 217-232

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016.  
Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

1. Aço de alta resistência 2. Micrografia 3. Taguchi, Metodo de (Controle de qualidade) I. Título

CDU 669.14 (043)

*CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI*

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

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA  
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

  
Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri  
Coordenador

*BANCA EXAMINADORA:*

  
Prof. Dr. MARCELOS DOS SANTOS PEREIRA  
Orientador / UNESP/FEG

  
Prof. Dr. MESSIAS BORGES SILVA  
UNESP/FEG

  
Prof. Dr. ANTONIO JORGE ABDALLA  
UNESP/FEG

  
Prof.ª Dr.ª. CRISTINA DE CARVALHO ARES ELISEI  
FATEC/Pindamonhangaba

  
Prof. Dr. ROSINEI BATISTA RIBEIRO  
FATEA/Lorena

*Junho de 2016*

**DADOS CURRICULARES**  
**CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI**

NASCIMENTO	07.02.1979 – OSASCO / SP
FILIAÇÃO	Jorge Fukugauchi Helena Satio Hirayama Fukugauchi
1994/1998	Curso Técnico em Metalurgia Escola SENAI “Nadir Dias de Figueiredo”
1999/2007	Curso de Graduação Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá - Universidade Estadual Paulista
2009-2010	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

## AGRADECIMENTOS

Um longo caminho foi percorrido antes de este trabalho ser impresso: muita pesquisa, discussão, dúvidas, dedicação, suor e noites de sono perdidas. E mesmo com todo este esforço, ainda assim, as discussões que são realizadas neste trabalho não foram esgotadas, tampouco, são definitivas. Como poderiam ser? Se a cada década, ano, mês, semana, dias, ... as inovações na área de Materiais nos surpreendem!

Contudo, (como é necessário) do melhor modo possível, fecho este trabalho e esta etapa da minha vida, agradecendo a todas as pessoas que contribuíram para essa conquista:

ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira, pelo constante apoio, incentivo, aprendizado, "puxões de orelha" e pelas "constantes" conversas;

ao Prof. Dr. Messias Borges Silva pelo inestimável apoio, paciência e conhecimento compartilhados durante a realização de todo Projeto;

ao Prof. Dr. Rosinei Batista Ribeiro por todos os momentos de discussão deste trabalho;

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

agradecimento especial ao aluno de graduação Antonio dos Reis de Faria Neto pela amizade e colaboração em todas as etapas deste projeto;

às funcionárias da biblioteca pela ajuda constante na busca por referências bibliográficas;

às funcionárias da seção de Pós-Graduação;

e, por fim, mas não menos importante: agradeço aos meus amigos que me ampararam e me suportaram nos bons e maus momentos, maus momentos esses muitas vezes ocasionados pelas palavras: "**ineditismo, pró-ativo e inovação**".

## RESUMO

O desempenho dos aços multifásicos é estreitamente relacionado com seus microconstituintes. Assim, a caracterização e controle efetivo da microestrutura desses materiais são cruciais, sendo que os processos de ataques químicos são essenciais para que isso ocorra. Neste contexto, com o intuito de discutir como os fatores envolvidos nos processos de ataques químicos com os reagentes de Nital e LePera influenciam na caracterização metalográfica dos aços TRIP800, DP600 e CP800, este estudo foi realizado. A utilização do Método de Taguchi para a realização deste trabalho possibilitou a geração de resultados com respaldo estatístico, confiabilidade, ao mesmo tempo em que o estudo foi otimizado, tanto no que concerne ao número de ensaios realizados quanto pela existência de ferramentas para a realização da análise dos resultados. Para os experimentos com o reagente Nital, os fatores considerados foram: concentração da solução de reagente, tempo e modo de ataque, e modo de limpeza. Para os ensaios realizados com o reagente LePera, as variáveis analisadas foram: concentração da solução de picral e metabissulfato de sódio, pré-ataque, modo de secagem e tempo de ataque. Comprovou-se a influência do fator concentração da solução de Nital nos experimentos realizados com os três materiais analisados, contudo, para o aço CP 800, o fator tempo de ataque não apresentou impacto relevante para o processo. A realização de limpeza utilizando solução de bicarbonato de sódio das amostras após ataque com o reagente Nital se mostrou relevante para os processos envolvendo os aços DP e CP. Em relação aos experimentos envolvendo o reagente LePera, sugeriu-se o emprego de uma escala qualitativa (IQ - índice de qualidade) para classificar as imagens obtidas nos experimentos realizados. O uso do IQ possibilitou a análise dos dados de maneira quantitativa e identificação das variáveis que possuem maior impacto sobre o processo. Comprovou-se também, a influência dos fatores ruído (temperatura e umidade relativa).

**PALAVRAS-CHAVE:** Aços Avançados. Aço TRIP. Aço Complex Phase. Aço Dual Phase. Micrografia. Ataque químico. Nital. LePera. Taguchi.

## ABSTRACT

The performance of the multiphase steels is closely related to their microconstituents. Therefore, the characterization and effective control of these materials microstructure are crucial, being that the processes of chemical etching are essential for this to occur. In order to discuss how the factors involved in the chemical etching with the Nital and LePera reagents influence in the metallographic characterization of the TRIP800, DP600 and CP800 steels, this study was conducted. The use of the Taguchi method for conducting of this study allowed the generation of results with statistical support, reliability, and at the same time the study was optimized, both as regards to the number of tests carried out as for existence of tools for carrying out the analysis of the results. For the experiments with Nital reagent, the considered factors were: concentration of the reagent solution, time and method of etching besides cleaning method. For the tests performed with LePera reagent, the analyzed variables were: concentration of picral and sodium metabisulfite solution, pre-etching, drying method and the etching time. It was proved the influence of the concentration of Nital solution in the carried experiments with the three analyzed materials, however, for the CP 800 steel, the etching time factor showed no significant impact on the process. The performance of cleaning using sodium bicarbonate the samples after etching with Nital reagent proved to be relevant for processes involving DP and CP steels. Regarding the experiments involving the LePera reagent, it was suggested the use of a qualitative scale (IQ - Quality Index) to classify the images obtained in the experiments. The use of IQ allowed the analysis of the data in a quantitative manner and the identification of the variables that have the most impact on the process. It also proved the influence of noise factors (temperature and relative humidity).

**KEYWORDS:** Advanced Steels. TRIP Steel. Complex Phase Steel. Dual Phase Steel. Micrography. Chemical Etching. Nital. LePera. Taguchi.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 -	Composição média da distribuição de materiais em um veículo - 2014.....	20
Figura 1.2 -	Participação em peso de diferentes materiais em um automóvel norte americano, em 1995 e em 2020 (estimativa) .....	22
Figura 1.3 -	Previsão de utilização de AHSS e UHSS em veículos norte-americanos ...	22
Figura 2.1 -	Classificação dos aços automotivos quanto à resistência mecânica .....	25
Figura 2.2 -	Desenvolvimento de aços avançados - 3ª geração (2017-2025) .....	26
Figura 2.3 -	Caracterização das microestruturas dos AHSS - 1ª geração via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura .....	27
Figura 2.4 -	Diagrama TTT de materiais classificados como AHSS de 1ª geração .....	28
Figura 2.5 -	Efeitos dos principais elementos de liga no processamento de aços assistidos pelo efeito TRIP, CP, DP e martensíticos .....	29
Figura 2.6 -	Microestrutura típica de um aço DP. Ataque: reagente Nital .....	29
Figura 2.7 -	Exemplo de aplicação de aços DP em carroceria de um automóvel .....	32
Figura 2.8 -	Exemplo de aplicação de aços DP: roda - aço DP600 laminado a quente ..	32
Figura 2.9 -	Microscopia eletrônica de varredura de uma microestrutura típica de um aço ferrítico-bainítico. Ataque: reagente Nital .....	33
Figura 2.10 -	Microestrutura típica de um aço assistido pelo efeito TRIP: Ferrita Poligonal ( $\alpha$ ), Bainita ( $\alpha_b$ ), Martensita e Austenita Retida ( $\gamma$ ) .....	34
Figura 2.11 -	Formação da martensita durante deformação plástica (ensaio de tração) ...	35
Figura 2.12 -	Tratamentos térmicos utilizados para gerar a microestrutura de aços assistidos pelo efeito TRIP .....	38
Figura 2.13 -	Exemplos de aplicações de aços assistidos pelo efeito TRIP .....	38
Figura 2.14 -	Microestrutura típica de um aço CP: Ferrita (F); Bainita (B), Martensita (M) e Austenita Retida (R.A.) .....	39
Figura 2.15 -	Exemplos de aplicações de aços CP .....	41
Figura 2.16 -	Microscopia óptica de uma microestrutura típica de um aço martensítico. Ataque: reagente Nital .....	42
Figura 2.17 -	Exemplos de aplicações de aços martensíticos .....	43
Figura 2.18 -	Microestruturas de aços: a) TRIP; b) TWIP e c) TRIPLEX .....	44
Figura 2.19 -	Diferente tipos de plasticidade induzida por deformação devido a mudanças microestruturais .....	45

Figura 2.20 - Microscopia óptica de um aço laminado a quente, após deformação a 300°C. As setas indicam a ocorrência de maclas ( <i>twins</i> ). Ataque: reagente Nital .....	46
Figura 2.21 - Diagrama tensão-deformação- aços TRIP e TWIP .....	47
Figura 2.22 - Aços HMS em estudo .....	48
Figura 2.23 - Exemplos de aplicações de aços HF1050 .....	51
Figura 2.24 - Microscopia Eletrônica de Varredura - aço DP: $d_f$ : tamanho de grão da ferrita .....	51
Figura 2.25 - Microestrutura de aços TRIP. Ataque: reagente Klemm .....	53
Figura 2.26 - Microscopia óptica de microestruturas bainíticas obtidas por transformação isotérmica a 250°C (T=tempo de reação; V=dureza).....	54
Figura 2.27 - Representação esquemática do processo Q&P em dois estágios .....	55
Figura 2.28 - Microscopia Eletrônica de Transmissão da microestrutura de um aço Q&P .....	56
Figura 2.29 - Comparação de propriedades mecânicas de aços obtidos via Q&P e outros AHSS.....	57
Figura 2.30 - Microscopia eletrônica de transmissão de um aço Fe-0,2C-5Mn (% em peso) .....	58
Figura 2.31 - Aço DP .....	59
Figura 2.32 - Modelo de ataque de fases seletivo para aços multifásicos .....	62
Figura 2.33 - Ilha de austenita retida em uma matriz ferrítica - aço TRIP, ataque: nital. Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	62
Figura 2.34 - Aço DP - martensita em uma matriz ferrítica: ataque seletivo da fase com nital .....	63
Figura 2.35 - Aço DP600 .....	64
Figura 2.36 - Aço TRIP 800 .....	65
Figura 2.37 - Microscopia óptica de um aço CP, com 0,1% C (em peso), atacado com o reagente nital .....	66
Figura 2.38 - Microscopia óptica de aços CP atacados com o reagente nital .....	66
Figura 2.39 - Aços TRIP e DP. Ataque: reagente nital 5% .....	67
Figura 2.40 - Microestruturas das amostras atacadas com nital 3% .....	68
Figura 2.41 - Microestruturas das amostras atacadas com reagente LePera .....	68
Figura 2.42 - Representação esquemática do sistema de interferência formado entre ar-	

	filme-metal .....	69
Figura 2.43 -	Amostra atacada com reagente Beraha I .....	71
Figura 2.44 -	Amostra atacada com reagente Beraha I .....	72
Figura 2.45 -	Amostra antes e após ser atacada com reagente Beraha I.....	73
Figura 2.46 -	Microscopia da amostra atacada .....	74
Figura 2.47 -	Micrografias do aço SAE 4118HM, atacado durante diferentes intervalos de tempo com o reagente Beraha I .....	75
Figura 2.48 -	Formação de linhas de ataque nos grãos de ferrita de um aço baixo carbono, devido ao prolongado tempo de ataque, reagente: Beraha .....	76
Figura 2.49 -	Modelo de ataque anódico e catódico em um aço multifásico envolvendo depósitos de reagente .....	78
Figura 2.50 -	Aço TRIP .....	78
Figura 2.51 -	Aço DP atacado com o reagente LePera .....	79
Figura 2.52 -	Aço TRIP - Imagens do efeito do ataque com LePera .....	80
Figura 2.53 -	Aço DP atacado com o reagente LePera .....	80
Figura 2.54 -	Aço DP600 atacado com reagente LePera .....	81
Figura 2.55 -	Aço TRIP800 atacado com reagente LePera .....	83
Figura 2.56 -	Aços DP atacados com o reagente LePera .....	84
Figura 2.57 -	Microscopia óptica de aços após ataque com o reagente LePera .....	85
Figura 2.58 -	Microscopia óptica dos aços (c) e (d) .....	86
Figura 2.59 -	Aços DP com diferentes composições químicas atacados com reagente LePera .....	86
Figura 2.60 -	Aço TRIP800 .....	87
Figura 2.61 -	Modelo geral de um processo ou sistema .....	89
Figura 2.62 -	Matriz de experimentos .....	91
Figura 2.63 -	Experimento fatorial .....	92
Figura 2.64 -	Matriz ortogonal considerando fatores de ruído ( <i>outer array</i> ).....	96
Figura 2.65 -	Gráficos lineares do arranjo ortogonal $L_8$ .....	97
Figura 2.66 -	Função perda de Taguchi.....	99
Figura 2.67 -	Representação gráfica dos efeitos médios dos fatores .....	100
Figura 3.1 -	Fluxograma da metodologia empregada.....	104
Figura 3.2 -	Arranjo Ortogonal $L_8$ de Taguchi e respectivo Gráfico Linear - Experimento A.....	107

Figura 3.3 -	Arranjo Ortogonal $L_{16}$ de Taguchi e respectivo Gráfico Linear - Experimento B.....	108
Figura 3.4 -	Nomenclatura das localizações de áreas mostradas em fotomicrografias....	112
Figura 4.1 -	Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento 500x.....	118
Figura 4.2 -	Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.....	119
Figura 4.3 -	Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento 1000x.....	120
Figura 4.4 -	Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 1000x.....	120
Figura 4.5 -	Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%.....	121
Figura 4.6 -	Aço CP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.....	122
Figura 4.7 -	Aço DP600: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento de 500x.....	122
Figura 4.8 -	Aço DP600: Fração volumétrica da fase escura (martensita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.....	123
Figura 4.9 -	Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 500x.....	124
Figura 4.10 -	Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 1000x.....	124
Figura 4.11 -	Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 1000x.....	125
Figura 4.12 -	Aço TRIP800: Fração volumétrica x número de campos. Imagens com aumento de 1000x.....	126
Figura 4.13 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.....	127
Figura 4.14 -	Aço TRIP800: Aplicação do <i>auto threshold "Moments"</i> para estimativa da fração volumétrica.....	130
Figura 4.15 -	Aço TRIP800: Fração volumétrica x imagens (Experimento 6, triplicata).	131
Figura 4.16 -	Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a média das medianas da fração volumétrica.....	137
Figura 4.17 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 14s. ....	138
Figura 4.18 -	Aço TRIP800: Concentração da solução de nital x modo de ataque.....	140
Figura 4.19 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.....	140
Figura 4.20 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 11s.....	141
Figura 4.21 -	Aço TRIP800: Concentração da solução de nital x tempo de ataque.....	142
Figura 4.22 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 14s.....	142
Figura 4.23 -	Aço TRIP800: Interação entre os fatores modo de ataque e tempo de	

	ataque.....	143
Figura 4.24 -	Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 14s.....	143
Figura 4.25 -	Aço TRIP800: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 2%) sobre a mediana da fração volumétrica do aço TRIP.....	144
Figura 4.26 -	Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a média das medianas da fração volumétrica.....	146
Figura 4.27 -	Aço DP600: Tempo de ataque 11s. Reagente: nital 2%.....	147
Figura 4.28 -	Aço DP600: Tempo de ataque: 15s. Reagente: nital 3%.....	147
Figura 4.29 -	Aço DP600: Tempo de ataque 15s. Reagente: nital 2%.....	148
Figura 4.30 -	Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 2%) sobre a média da fração volumétrica.....	148
Figura 4.31 -	Aço DP600: Tempo de ataque 15s. Reagente: nital 3%.....	149
Figura 4.32 -	Aço DP600: Tempo de ataque x modo de ataque.....	151
Figura 4.33 -	Aço DP600: Concentração da solução de nital x tempo de ataque.....	151
Figura 4.34 -	Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital) sobre a média da fração volumétrica.....	152
Figura 4.35 -	Aço DP600: Modo de ataque: imersão. Tempo: 15s.....	153
Figura 4.36 -	Aço DP600: Concentração da solução de nital x modo de ataque.....	153
Figura 4.37 -	Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 3%) sobre a média da fração volumétrica.....	154
Figura 4.38 -	Aço DP600: Tempo de ataque 11s. Reagente: nital 3%.....	154
Figura 4.39 -	Aço CP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a mediana das médias da fração volumétrica.....	156
Figura 4.40 -	Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 3%.....	157
Figura 4.41 -	Aço CP800: Reagente: nital 2%. Modo de ataque: imersão.....	157
Figura 4.42 -	Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 3%.....	158
Figura 4.43 -	Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 2%. .....	159
Figura 4.44 -	Aço CP800: Concentração da solução de nital x modo de ataque.....	159
Figura 4.45 -	Aço CP800: Tempo de ataque 6s. Modo de ataque: esfregamento.....	160

Figura 4.46 - Aço CP800: Concentração da solução de nital e tempo de ataque.....	161
Figura 4.47 - Aço TRIP800: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória...	168
Figura 4.48 - Aço DP600: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória.....	169
Figura 4.49 - Aço DP600: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.....	170
Figura 4.50 - Aço CP800: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória.....	171
Figura 4.51 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno ( <i>Inner Array</i> ).....	179
Figura 4.52 - Aço TRIP800: Condições de ataque: pré-ataque (nital 2%), secagem natural, temperatura: 15 ±25°C, umidade relativa: 55±90%.....	180
Figura 4.53 - Aço TRIP800: Condições de ataque: LePera (picral 4%, mb sódio 1%), pré-ataque (nital 2%), temperatura: 25 ±40°C, umidade relativa: 55±90%.	181
Figura 4.54 - Aço TRIP800: Imagens dos experimentos com índice de qualidade igual a 5.....	183
Figura 4.55 - Aço TRIP800: Imagens dos experimentos com índice de qualidade igual a 4. ....	184
Figura 4.56 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a razão SN - Arranjo Interno .....	187
Figura 4.57 - Aço TRIP800: Concentração da solução de picral x modo de secagem.....	188
Figura 4.58 - Aço TRIP800: Experimento 9 - condições de ataque: LePera (picral 4%, mb sódio 0,5%), sem pré-ataque, secagem natural, tempo 25s.....	189
Figura 4.59 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo ( <i>Outer array</i> ).....	190
Figura 4.60 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a razão SN do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo.....	190
Figura 4.61 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno.....	193
Figura 4.62 - Aço DP600: Condições de ataque: sem pré-ataque, secagem natural, temperatura: 15 ±25°C, umidade relativa: 30±55%.....	194
Figura 4.63 - Aço DP600: Condições de ataque: LePera (picral 2%, mb sódio 0,5%), secagem natural, temperatura: 25±40°C, umidade relativa: 55±90%.....	195
Figura 4.64 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a razão SN – Arranjo Interno.....	198

Figura 4.65 - Aço DP600: Concentração da solução de picral x pré-ataque .....	199
Figura 4.66 - Aço DP600: Relação dos experimentos realizados e seus respectivos resultados.....	200
Figura 4.67 - Aço DP600: Pré-ataque x tempo de secagem.....	201
Figura 4.68 - Aço DP600: Imagens dos experimentos 13 e 14.....	203
Figura 4.69 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo.....	205
Figura 4.70 - Aço CP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno.....	206
Figura 4.71 - Aço CP800: Condições de ataque: LePera (picral 4%; mb sódio 0,50%), sem pré-ataque, temperatura:25 ±40°C, umidade relativa: 55±90%.....	208
Figura 4.72 - Aço CP800: Imagens dos experimentos 12 e 15.....	209
Figura 4.73 - Aço CP800: Concentração da solução de picral x pré-ataque.....	211
Figura 4.74 - Aço CP800: Modo de secagem x tempo de ataque .....	212
Figura 4.75 - Aço CP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo.....	213

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 -	Composição química e propriedades mecânicas de aços bifásicos.....	30
Tabela 2.2 -	Composições químicas de aços de baixa liga assistidos pelo efeito TRIP (% em peso) .....	36
Tabela 2.3 -	Composição química e propriedades mecânicas de aços CP800.....	40
Tabela 2.4 -	Composição química e propriedades mecânicas de aços martensíticos.....	42
Tabela 2.5 -	Composições químicas típicas de aços Q&P (barras e chapas).....	56
Tabela 2.6 -	Composições químicas das amostras analisadas (% em peso).....	68
Tabela 2.7 -	Características das diversas composições de reagentes LePera testadas.....	88
Tabela 2.8 -	Arranjos ortogonais de Taguchi.....	95
Tabela 2.9 -	Matriz ortogonal $L_4$ .....	95
Tabela 2.10 -	Matriz ortogonal $L_8$ .....	95
Tabela 2.11 -	Arranjo ortogonal $L_4$ utilizado como exemplo para cálculo do efeito médio do fator.....	99
Tabela 2.12 -	Efeito médio dos fatores.....	100
Tabela 2.13 -	Dados típicos para um experimento com um fator.....	101
Tabela 3.1 -	Composição química dos materiais utilizados (% em peso).....	103
Tabela 3.2 -	Propriedades mecânicas dos materiais utilizados.....	103
Tabela 4.1 -	Aço TRIP800: Estimativa da fração volumétrica da fase escura (Experimento 6, triplicata).....	130
Tabela 4.2 -	Aço DP600: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital).....	132
Tabela 4.3	Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital) .....	133
Tabela 4.4 -	Aço CP800: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital) .....	134
Tabela 4.5 -	Aço TRIP800: Efeito médio dos fatores. Experimento A. ....	136
Tabela 4.6 -	Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média das medianas da fração volumétrica da fase escura). ....	139
Tabela 4.7 -	Aço TRIP800: Resumo: interações entre os fatores em estudo sobre a fração volumétrica da fase escura - Experimento A .....	144
Tabela 4.8 -	Aço DP600: Efeito médio dos fatores. Experimento A.....	145

Tabela 4.9 - Aço DP600: ANOVA (em relação à média). .....	150
Tabela 4.10 - Aço DP600: Resumo: interações entre os fatores em estudo - Experimento A.....	155
Tabela 4.11 - Aço CP800: Efeito médio dos fatores. Experimento A.....	155
Tabela 4.12 - Aço CP800: Resumo: interações entre os fatores em estudo - Experimento A.....	161
Tabela 4.13 - Aço CP800: ANOVA (em relação à média). .....	161
Tabela 4.14 - Comparação entre os efeitos médios dos fatores dos aços TRIP, DP e CP.	162
Tabela 4.15 - Fatores que impactam a variável de resposta nos materiais analisados.....	163
Tabela 4.16 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído) .....	165
Tabela 4.17 - Aço CP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído).....	166
Tabela 4.18 - Aço DP600: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído).....	166
Tabela 4.19 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis. ....	185
Tabela 4.20 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído) dos fatores controláveis.....	186
Tabela 4.21 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis. ....	190
Tabela 4.22 - Aço TRIP800: Porcentagem de contribuição.....	191
Tabela 4.23 - Aço DP600: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis.....	196
Tabela 4.24 - Aço DP600: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído) dos fatores controláveis .....	197
Tabela 4.25 - Aço DP600: Porcentagem de contribuição .....	202
Tabela 4.26 - - Aço DP600: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis .....	205
Tabela 4.27 - Aço CP800: Efeito médio dos fatores. Experimento B.....	207
Tabela 4.28 - Aço CP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis.....	210
Tabela 4.29 - Aço CP800: Porcentagem de contribuição.....	211
Tabela 4.30 - Aço CP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis .....	213

## LISTA DE QUADROS

Quadro 2.1 - Principais elementos de liga presentes nos aços DP .....	30
Quadro 2.2 - Materiais utilizados - Composição química (% em massa) .....	61
Quadro 2.3 - Diferenças de potencial calculadas para componentes microestruturais ....	61
Quadro 2.4 - Reagentes para ataque micrográfico, suas composições e indicações .....	77
Quadro 2.5 - Resultados da quantificação das fases presentes no aço DP600.....	82
Quadro 2.6 - Resultados da quantificação das fases presentes no aço TRIP800 .....	84
Quadro 2.7 - Composições químicas (% em peso) dos aços estudados .....	85
Quadro 2.8 - Análise de variância para um experimento com um fator .....	101
Quadro 3.1 - <i>Check list</i> para o planejamento dos experimentos: ataques químicos dos aços AHSS .....	105
Quadro 3.2 - Descrição de fatores e níveis para o Arranjo Ortogonal do método de Taguchi - Experimento A .....	106
Quadro 3.3 - Descrição de fatores e níveis do Arranjo Ortogonal do método de Taguchi - Experimento B (arranjo interno) .....	106
Quadro 3.4 - Descrição de fatores e níveis do Arranjo Ortogonal $L_4$ do método de Taguchi - Experimento B (arranjo externo) .....	107
Quadro 3.5 - Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A .....	109
Quadro 3.6 - Arranjo ortogonal para a realização do Experimento B .....	110
Quadro 4.1 - Aço DP600: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A .....	132
Quadro 4.2 - Aço TRIP800: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A.....	133
Quadro 4.3 - Aço CP800: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A.....	134
Quadro 4.4 - Escala para classificação das imagens - Experimento B (LePera).....	174
Quadro 4.5 - Aço TRIP800: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera.....	176
Quadro 4.6 - Aço DP600: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera.....	177
Quadro 4.7 - Aço CP800: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera.....	178

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	20
1.1	MOTIVAÇÃO.....	21
1.2	OBJETIVOS.....	24
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>25</b>
2.1	AÇOS AVANÇADOS AUTOMOTIVOS .....	25
<b>2.1.1</b>	<b>Aços Avançados - 1ª geração</b> .....	27
2.1.1.1	Aços bifásicos ( <i>Dual Phase Steels - DP</i> ) .....	29
2.1.1.1.1	<i>Microestrutura e composição química</i> .....	29
2.1.1.1.2	<i>Processamento</i> .....	31
2.1.1.1.3	<i>Propriedades mecânicas e aplicações</i> .....	31
2.1.1.2	Aços com plasticidade induzida por transformação ( <i>Transformation Induced Plasticity Steels - TRIP</i> ) .....	34
2.1.1.2.1	<i>Microestrutura e composição química</i> .....	34
2.1.1.2.2	<i>Processamento</i> .....	37
2.1.1.2.3	<i>Propriedades mecânicas e aplicações</i> .....	38
2.1.1.3	Aços de fase complexa ( <i>Complex Phase Steels - CP</i> ) .....	39
2.1.1.3.1	<i>Microestrutura e composição química</i> .....	<b>39</b>
2.1.1.3.2	<i>Processamento</i> .....	40
2.1.1.3.3	<i>Propriedades mecânicas e aplicações</i> .....	40
2.1.1.4	Aços martensíticos ( <i>Martensitic Steels</i> ) .....	41
2.1.1.4.1	<i>Microestrutura e composição química</i> .....	41
2.1.1.4.2	<i>Processamento</i> .....	43
2.1.1.4.3	<i>Propriedades mecânicas e aplicações</i> .....	43
<b>2.1.2</b>	<b>Aços Avançados - 2ª geração</b> .....	44
2.1.2.1	HMS-TWIP / HMS-TRIP.....	46
2.1.2.2	AÇOS TRIPLEX.....	49
<b>2.1.3</b>	<b>Aços Avançados - 3ª geração</b> .....	50
2.1.3.1	Aços bifásicos aprimorados ( <i>Enhanced DP Steels</i> ) .....	51
2.1.3.2	Aços TRIP modificados .....	52
2.1.3.3	Aços bainíticos com grãos ultrafinos .....	53
2.1.3.4	Têmpera e Partição ( <i>Quenching &amp; Partitioning - Q&amp;P</i> ) .....	54

2.1.3.5	Aços TRIP com médio teor de Mn .....	57
2.2	PRÁTICAS METALOGRAFICAS - MICROSCOPIA ÓPTICA (CAMPO CLARO) .....	58
<b>2.2.1</b>	<b>Ataque por dissolução seletiva de fases</b> .....	59
2.2.1.1	Caracterização microestrutural de aços multifásicos utilizando o reagente de nital.....	63
<b>2.2.2</b>	<b>Ataque por deposição química</b> .....	69
2.2.2.1	Principais reagentes empregados para obtenção de metalografia colorida....	76
2.3	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS.....	88
<b>2.3.1</b>	<b>Introdução</b> .....	88
<b>2.3.2</b>	<b>Fundamentos e conceitos</b> .....	90
<b>2.3.3</b>	<b>Método de Taguchi</b> .....	93
2.3.3.1	Matriz/Arranjo ortogonal ( <i>Orthogonal array</i> ) .....	94
2.3.3.2	Razão sinal-ruído - SN ( <i>Signal-to-noise ratio</i> ) .....	97
2.3.3.3	Função perda ( <i>Loss function</i> ) .....	98
<b>2.3.4</b>	<b>Análise das observações experimentais</b> .....	99
2.3.4.1	Efeito médio do fator ou efeito sobre a média .....	99
2.3.4.2	ANOVA (acrônimo para <i>analysis of variance</i> ) .....	101
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E METODOLOGIA</b> .....	103
3.1	MATERIAIS.....	103
3.2	METODOLOGIA.....	104
<b>3.2.1</b>	<b>Planejamento experimental - Fase Pré-Planejamento</b> .....	104
<b>3.2.2</b>	<b>Delineamento do planejamento experimental (Determinação de um modelo de planejamento de experimento)</b> .....	107
<b>3.2.3</b>	<b>Execução dos experimentos</b> .....	111
3.2.3.1	Especificação dos dados a serem coletados e os procedimentos para sua coleta.....	111
3.2.3.2	Preparação das amostras metalográficas.....	111
3.2.3.2.1	<i>Seccionamento</i> .....	112
3.2.3.2.2	<i>Embutimento</i> .....	112
3.2.3.2.3	<i>Lixamento</i> .....	113
3.2.3.2.4	<i>Polimento</i> .....	114
3.2.3.2.5	<i>Ataques químicos</i> .....	115

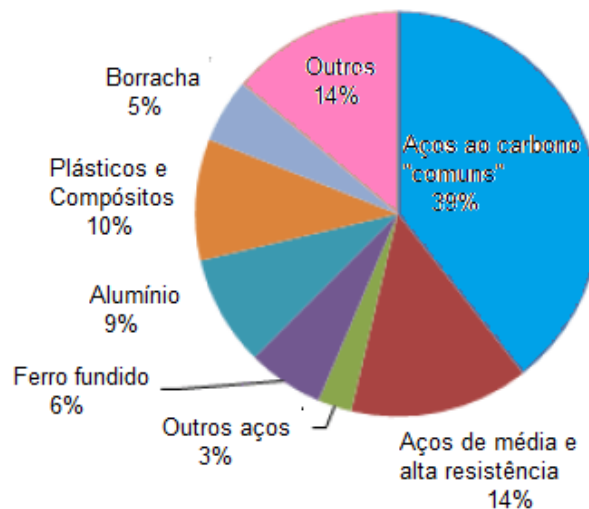
3.2.3.2.6	<i>Obtenção de imagens (Microscopia Óptica)</i> .....	116
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	117
4.1	DETERMINAÇÕES DO NÚMERO DE IMAGENS NECESSÁRIAS PARA ANÁLISE DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA .....	117
<b>4.1.1</b>	<b>Experimento A - Ataques utilizando o reagente de nital</b> .....	118
<b>4.1.2</b>	<b>Experimento B - Ataques utilizando o reagente LePera</b> .....	123
<b>4.1.3</b>	<b>Considerações relativas aos itens 4.1.1 e 4.1.2</b> .....	126
4.2	EXPERIMENTO A (REAGENTE NITAL) .....	128
<b>4.2.1</b>	<b>Estimativas das frações volumétricas</b> .....	128
<b>4.2.2</b>	<b>Aço TRIP800</b> .....	136
<b>4.2.3</b>	<b>Aço DP600</b> .....	145
<b>4.2.4</b>	<b>Aço CP800</b> .....	155
<b>4.2.5</b>	<b>Análise comparativa entre os aços TRIP800, DP600 e CP800</b> .....	162
<b>4.2.6</b>	<b>Cálculo do efeito dos fatores em relação à taxa/razão sinal-ruído</b> .....	165
<b>4.2.7</b>	<b>Caracterização dos materiais analisados</b> .....	166
4.3	EXPERIMENTO B (REAGENTE LEPERA) .....	172
<b>4.3.1</b>	<b>Elaboração e definição do "Índice de Qualidade - IQ"</b> .....	173
<b>4.3.2</b>	<b>Aço TRIP800</b> .....	179
<b>4.3.3</b>	<b>Aço DP600</b> .....	192
<b>4.3.4</b>	<b>Aço CP800</b> .....	206
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	214
	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	216
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	217

## 1 INTRODUÇÃO

O aço é um material caracterizado pelas amplas propriedades (resistência à tração de 100 a 5000 MPa, temperaturas de utilização de até 650°C, podendo ser submetidos a atmosferas de corrosão ácidas, alcalinas e salinas), amplas aplicações (do setor de construção a transporte, máquinas e equipamentos, energia, marítima, proteção ambiental, bélica, entre outros), de fácil reciclagem (a sucata de aço sendo utilizada para produzir aços de alta qualidade) e baixo custo (DONG et al., 2011). Além disso, é caracterizado pela produção em massa, sendo que, em 2015, a produção mundial de aço bruto foi de 1,622 bilhões de toneladas, dos quais 33,2 milhões de toneladas foram produzidos no Brasil (*WORLD STEEL ASSOCIATION - WSA*, 2016).

Estes materiais compõem aproximadamente 60% da massa total de um automóvel, Figura 1.1, e é sem dúvida a base para os veículos terem alto desempenho, menor peso e segurança. Eles são usados na produção da carroceria do carro e carcaça do motor (*enclosure*), sistema de transmissão, chassi, partes da suspensão, etc (BELLO, 2014; DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011; GAN, 2011; KIM et al, 2009).

Figura 1.1 - Composição média da distribuição de materiais em um veículo - 2014



Fonte: Adaptado de Bello (2014)

Atualmente, o desenvolvimento de aços automotivos ocorre de maneira tão acelerada que não se pode imaginar o progresso futuro precisamente. A partir da década de 2000, os aços da série AHSS (*Advanced High Strength Steel*), como os aços assistidos pelo efeito TRIP

(*TRIP-aided steel* - TRIP: *Transformation Induced Plasticity*), DP (Bifásicos - *Dual-Phase*) e aços martensíticos estampados a quente passaram a ser empregados.

A principal característica desses materiais encontra-se em suas microestruturas. Os aços da série AHSS possuem microestruturas multifásicas, podendo conter ferrita e diferentes frações volumétricas de martensita, bainita e/ou austenita retida em quantidades suficientes para produzir propriedades mecânicas únicas (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008).

É possível alterar as propriedades mecânicas dos aços multifásicos, e adaptá-los para a respectiva aplicação prevista ajustando fases, morfologia, orientação e, acima de tudo, frações volumétricas, tamanho e distribuição das diferentes fases. Além disso, a microestrutura ou algumas fases dentro da microestrutura podem ser mecanicamente instáveis, o que resulta em transformações induzidas por deformação. Estas transformações melhoram a conformabilidade por significativo encruamento e favorecem o comportamento de deformação uniforme (BLECK; PHU-ON, 2009).

A aplicação destes aços modernos permite a redução de massa do automóvel, por meio da diminuição da espessura das chapas dos materiais e/ou reduzindo suas densidades específicas, permitindo reduções consideráveis de emissões a custos acessíveis (MATLOCK et al, 2012; SAMEK; KRIZAN, 2012).

Além da redução de peso, as normas relativas à segurança dos automóveis também têm estado em foco (BLECK; PHU-ON, 2009; MATLOCK et al, 2012).

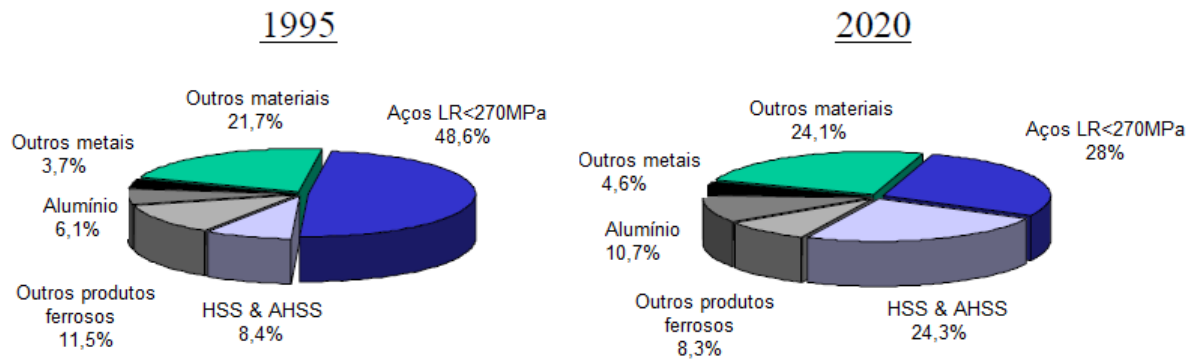
Esses materiais são usados em componentes da produção do *body-in-white*, sistema de transmissão, chassis, suspensão, entre outras partes (DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011).

A pesquisa de aços destinados à indústria automobilística em um futuro próximo poderia ser principalmente focada nas propriedades relativas à colisão e economia de energia (combustível), com boas propriedades não apenas de resistência, mas também alta ductilidade (DONG et al., 2011).

## 1.1 MOTIVAÇÃO

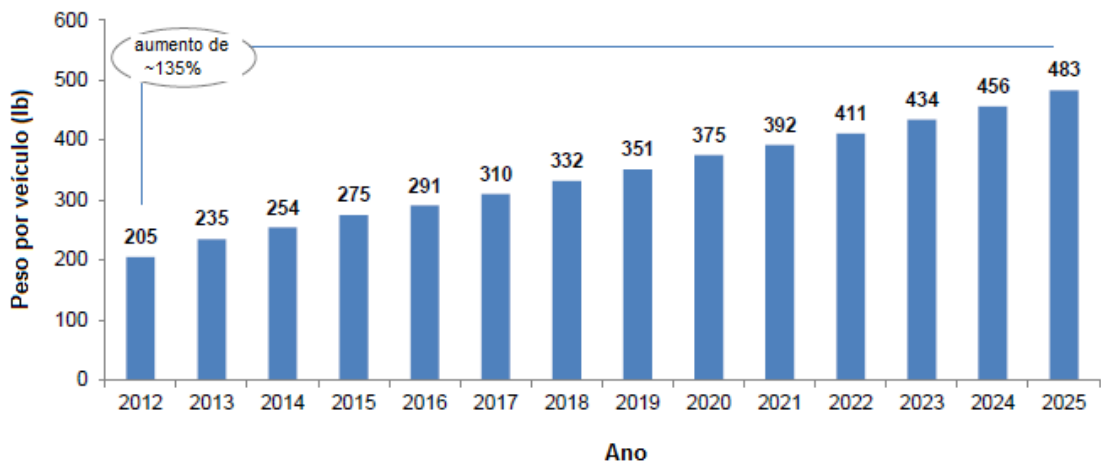
Como aludido na seção anterior, as estruturas automotivas projetadas atualmente se beneficiam de relevante e crescente aplicação dos aços de alta resistência (*High Strength Steel* - HSS e *Advanced High Strength Steel* - AHSS), como pode ser observado nas Figuras 1.2 e 1.3 (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008).

Figura 1.2 - Participação em peso de diferentes materiais em um automóvel norte americano, em 1995 e em 2020 (estimativa).



Fonte: Adaptado de Schultz; Abraham (2009).

Figura 1.3 - Previsão de utilização de AHSS e UHSS em veículos norte-americanos



Fonte: Adaptado de Abraham (2015).

O desempenho destes materiais é estreitamente relacionado com os constituintes e a morfologia dos microconstituintes (DONG et al., 2011). Portanto, o conhecimento detalhado da fração, morfologia e composição química dos constituintes das fases presentes e seus efeitos nas propriedades mecânicas são cruciais. Atualmente, a caracterização e controle efetivo da microestrutura são de micro a nano escala (RADWAŃSKI; WROŻYNA; KUZIĄK, 2015).

Em função da necessidade de se isolar as diferentes fases dos aços multifásicos, a fim de se caracterizar os mesmos, estão sendo empregados ataques químicos corrosivos (nital, picral, metabissulfato de sódio, etc), além dos chamados *tint etch* (GIRAULT et al., 1998).

Os diversos ataques com os reagentes descritos na literatura têm sido desenvolvidos por meio de método de tentativa e erro, desde que o entendimento existente dos mecanismos dos processos de ataque para cada material não é suficientemente preciso para permitir a previsão das composições, tempos e condições apropriadas, como já era descrito por Kehl e Metlay (1953) e em seguida por Greene, Rudaw e Lee (1966), Kilpatrick, Bencotter e Marder (1971), Beraha (1977), LePera (1980), e amplamente empregados por diversos pesquisadores, no decorrer dos anos, como Girault et al (1998), VanderVoort (2004), Dimatteo et al (2006), Angeli et al (2006), Hashimoto et al (2006), Santofimia et al (2008), Szabó e Kardos (2010), Füreder et al (2010), Sodjit e Uthaisangsuk (2012), Kang et al (2013), entre outros.

A dificuldade da reprodutibilidade do processo de ataque químico se deve ao grande número de variáveis/parâmetros envolvidos, tais como o material a ser caracterizado, o modo de ataque, modo de secagem, tempo de exposição da amostra ao reagente, realização ou não do pré-ataque, concentração dos reagentes, entre outros fatores, que afetam significativamente os resultados deste processo, o que torna necessária a análise dos efeitos dos mesmos na caracterização metalográfica do material em estudo (BRITZ; HEGETSCHWEILER; MÜCKLICH, 2014; FUKUGAUCHI, 2010; LEUNIS et al, 2006).

Em situações como esta, na qual há um grande número de variáveis (fatores) envolvidas, o emprego de técnicas de Projeto de Experimentos (*Design of Experiments - DOE*) tornaria o estudo desses fatores e suas possíveis interações mais ampla e eficiente, além de, reduzir o número de experimentos a serem realizados. Dentre essas técnicas, o método de Taguchi vem sendo amplamente empregado em diversos campos industriais e fornece uma abordagem simples, eficiente e sistemática para otimizar os projetos em relação ao desempenho, qualidade e custo (MASON; PREVÉY, 2000; YANG; TARNG, 1997).

Ao se aplicar esse método, o tempo necessário para a realização das investigações experimentais pode ser significativamente reduzido, além de existir maior efetividade na investigação dos efeitos dos múltiplos fatores envolvidos no processo analisado, como observado por Çiçek; Kivak; Samtas (2012).

A fim de identificar a porcentagem de contribuição dos diferentes fatores que afetam o processo de ataque químico, o método de Taguchi foi utilizado. Este método é uma combinação de técnicas matemáticas e estatísticas usadas em um estudo empírico e pode determinar a condição experimental que possui a menor variabilidade como a condição ideal (KAMYABI-GOL; SHEIKH-AMIRI, 2010).

Entretanto, não há referências bibliográficas relativas ao uso das técnicas de Taguchi em práticas metalográficas, o que torna esta pesquisa um projeto desafiador, inovador e interdisciplinar, envolvendo as áreas de Engenharia de Materiais, Engenharia de Produção e Engenharia da Qualidade.

## 1.2 OBJETIVOS

No contexto apresentado na seção 1.1, o presente trabalho visa:

1. Caracterizar a microestrutura dos aços assistidos pelo efeito TRIP, *Complex Phase* e *Dual Phase* com o uso de diferentes reagentes químicos, via microscopia óptica.
2. Avaliar, com o emprego do método de Taguchi, os processos de ataques químicos com finalidade de:
  - a) Ataques químicos com o reagente nital: identificar/comprovar quais são os fatores mais significantes desse processo para o resultado obtido ao final do experimento (grau/intensidade do ataque).
  - b) Experimentos com o reagente LePera: investigar a influência de diversas variáveis do processo, bem como das interações entre as mesmas, na qualidade da imagem obtida após ataque.
  - c) Propor uma escala para classificação das imagens obtidas após a realização dos ataques químicos.

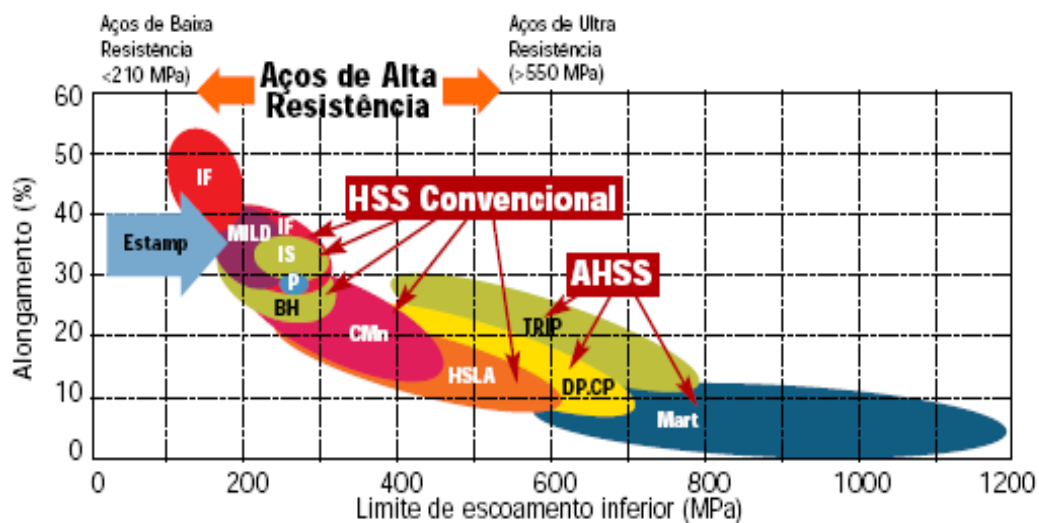
## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 AÇOS AVANÇADOS AUTOMOTIVOS

De acordo com a *World Auto Steel - WAS* (2014), os aços automotivos podem ser classificados de diversas formas, como por exemplo, metalurgicamente (quanto à microestrutura dos materiais).

Por outro lado, grande parte da literatura utiliza estritamente intervalos definidos para categorizar diferentes níveis de resistência dos aços automotivos: HSS (aços de alta resistência convencionais - *Conventional High Strength Steels*); UHSS (aços de ultra-alta resistência - *Ultra High Strength Steels*), e AHSS (aços avançados de alta resistência - *Advanced High Strength Steel*), Figura 2.1 (BLECK; PHIU-ON, 2009; SHAW; ZUIDEMA, 2001; WAS, 2014; ZUIDEMA et al, 2001).

Figura 2.1 - Classificação dos aços automotivos quanto à resistência mecânica



Fonte: Adaptado de Flaxa; Shaw ( 2002).

Um terceiro método de classificação considera várias propriedades mecânicas ou parâmetros de conformação distintos. Como um indicador de plasticidade e energia absorvida dos materiais, o produto da resistência à tração ( $R_m$ ) e o alongamento total ( $A$ ) tem sido aplicado para classificar os aços automobilístico em 1ª, 2ª e 3ª geração (CAO et al, 2011).

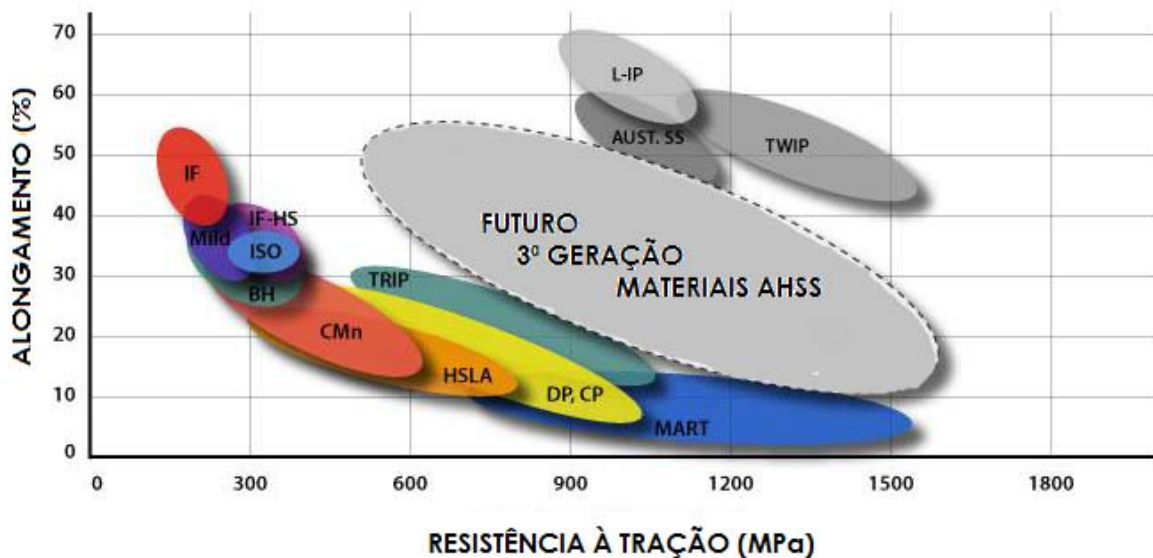
De acordo com Cao et al (2011); Dong et al (2011); Han et al (2009), Matlock et al (2012) e Radwański, Wrożyna, Kuziak (2015), os aços automotivos com  $R_m \times A$  de  $15 \pm 10$

GPa%, como os aços assistidos pelo efeito TRIP, DP, CP e martensíticos são classificados como aços automotivos de 1ª geração ou aços avançados de alta resistência convencionais (*Conventional AHSS*), enquanto que os aços de alta liga com  $R_m \times A$  de  $50 \pm 10$  GPa%, como os aços TWIP (aços com plasticidade induzida por maclação - *Twinning-Induced Plasticity*), e outros aços com microestrutura totalmente austenítica são classificados como sendo de 2ª geração ou U-AHSS (aços avançados de ultra alta resistência - *Ultra-Advanced High Strength Steel*).

O custo e a dificuldade na produção dos aços automotivos de 2ª geração representam uma evidente desvantagem quando comparados aos de 1ª geração. Este fato promoveu pesquisas mundiais de desenvolvimento dos aços automotivos de 3ª geração ou aços avançados de extra alta resistência (X-AHSS), cuja relação  $R_m \times A$  não é inferior a  $30 \pm 10$  GPa%, contudo, com um custo viável (CAO et al, 2011; JIN, 2011; MATLOCK; SPEER, 2009).

A 3ª geração de aços avançados apresenta elevada resistência e ductilidade, com níveis de resistência à tração de 1,0 - 1,5 GPa, como pode ser observado na Figura 2.2 (CAO et al, 2011; DONG et al, 2011).

Figura 2.2 - Desenvolvimento de aços avançados - 3ª geração (2017-2025)



Fonte: Adaptado de Branagan et al. (2013)

De acordo com Larry Kavanagh, presidente do *Steel Market Development Institute* (SMDI), a pesquisa da 3ª geração dos AHSS encontra-se no início. Virtualmente todos os

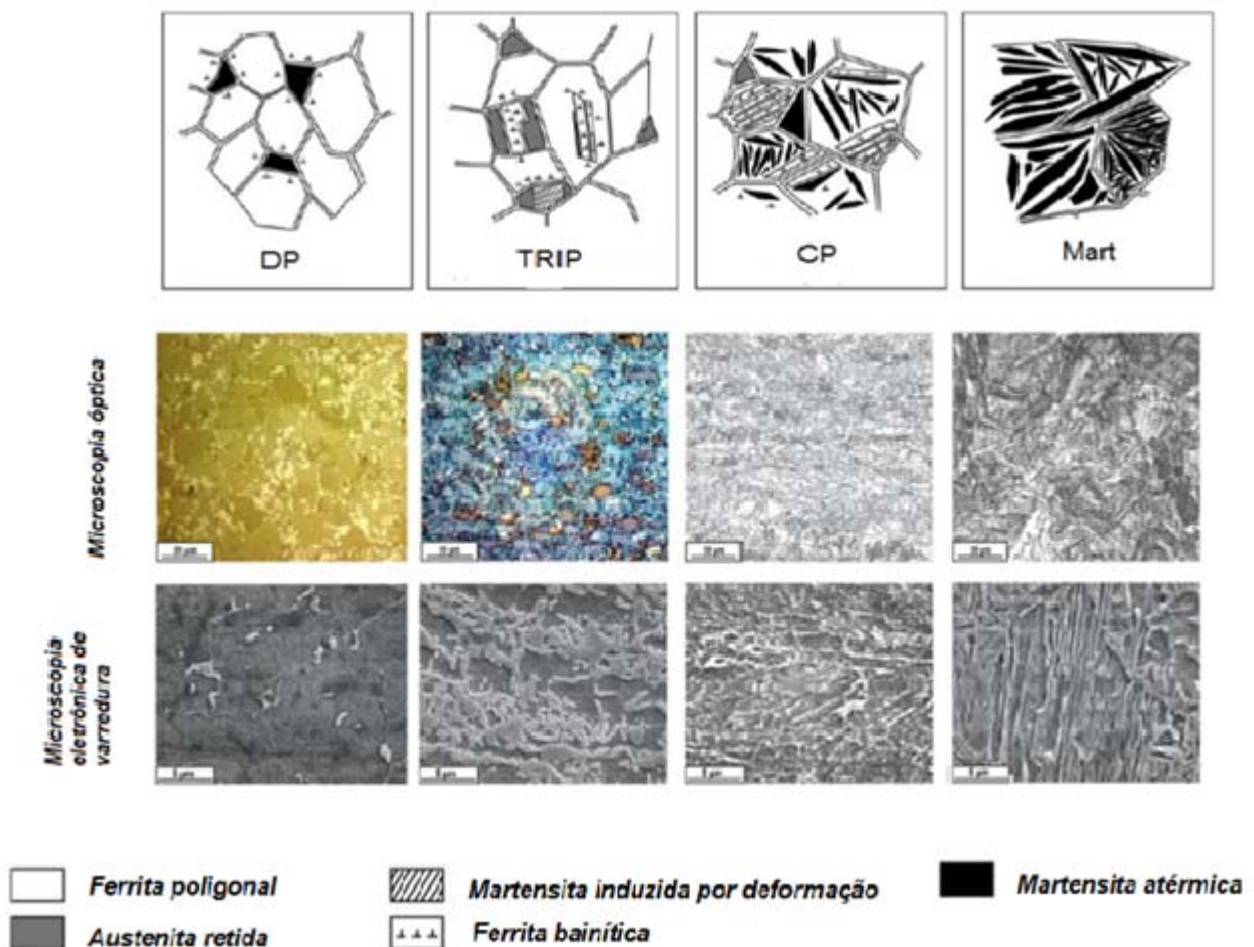
AHSS utilizados atualmente na indústria automotiva são ligas de 1ª geração, como aços assistidos pelo efeito TRIP, DP, ferrítico-bainíticos, CP e martensíticos, não havendo realmente uma 2ª geração de AHSS (PINKHAM, 2013).

A seguir são descritas as características e propriedades de algumas das principais ligas de 1ª geração, bem como, as de 2ª geração mais pesquisadas. Quanto às ligas classificadas como sendo de 3ª geração, uma síntese das pesquisas destes materiais é descrita.

### 2.1.1 Aços Avançados - 1ª geração

Segundo Matlock e Speer (2009), a "1ª geração" de AHSS incluem os aços assistidos pelo efeito TRIP, DP, CP, e martensíticos, Figura 2.3.

Figura 2.3 - Caracterização das microestruturas dos AHSS - 1ª geração via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

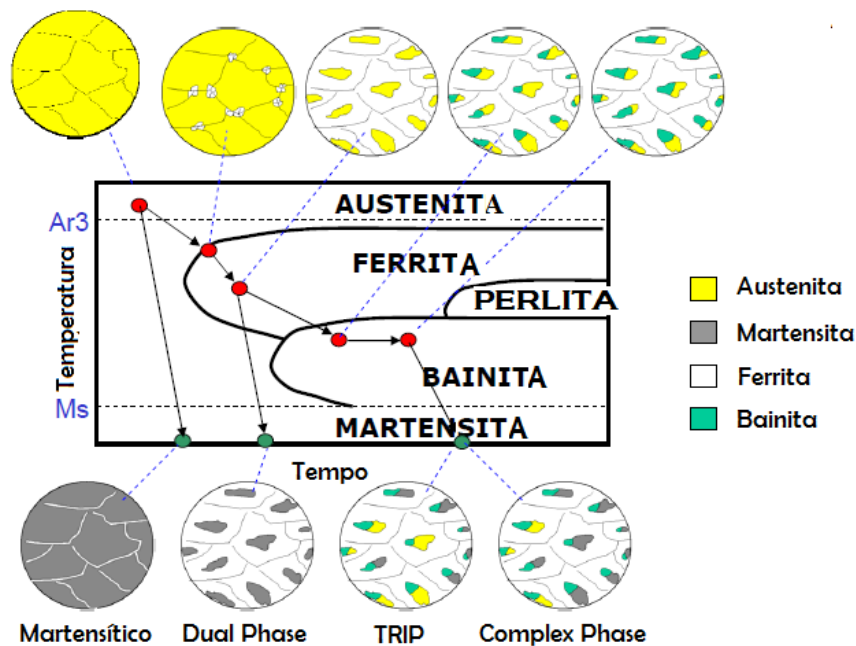


Fonte: Adaptado de Samek; Krizan (2012).

A faixa de propriedades que inclui estes materiais incorpora outros aços que também possuem microestruturas compostas principalmente de ferrita. A Figura 2.2 apresenta a relação entre resistência e alongamento de típicos AHSS e os compara aos aços "convencionais" de baixa resistência (IF, BH ou Mild) ou alta resistência (CMn ou HSLA). Esta figura tem sido amplamente utilizada como referência para avaliar novos desenvolvimentos em AHSS.

Estes materiais envolvem combinações de liga e de processamento para produzir combinações microestruturais únicas, resultantes de ciclos de tratamentos térmicos que são especialmente importantes na produção destes materiais. Temperatura e taxas de resfriamento devem ser cuidadosamente controladas dentro de parâmetros rigorosos para desenvolver as microestruturas desejadas, como ilustrada pelo diagrama tempo-temperatura-transformação (TTT), Figura 2.4 (MATLOCK et al, 2012; TAMARELLI, 2011).

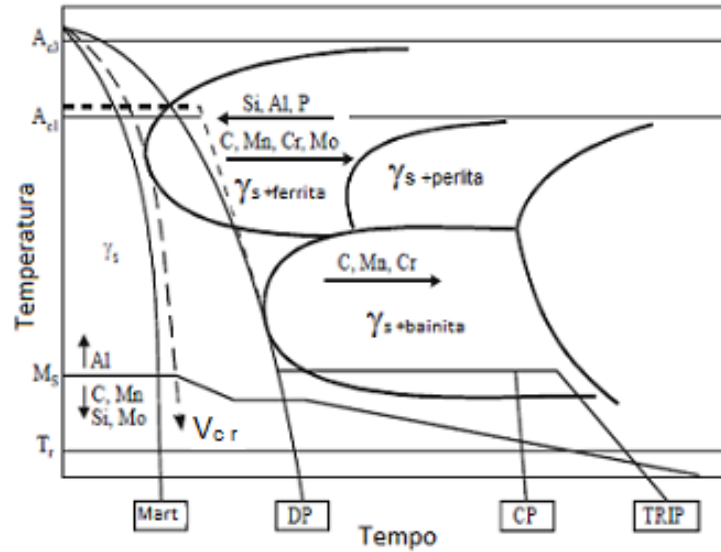
Figura 2.4 - Diagrama TTT de materiais classificados como AHSS de 1ª geração



Fonte: Adaptado de Bhat (2008).

Elementos de liga como: alumínio, boro, nióbio, vanádio podem ser utilizados para otimizar a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas dos AHSS. A Figura 2.5 mostra como alguns elementos podem influenciar na curva TTT destes materiais.

Figura 2.5 - Efeitos dos principais elementos de liga no processamento de aços assistidos pelo efeito TRIP, CP, DP e martensíticos.



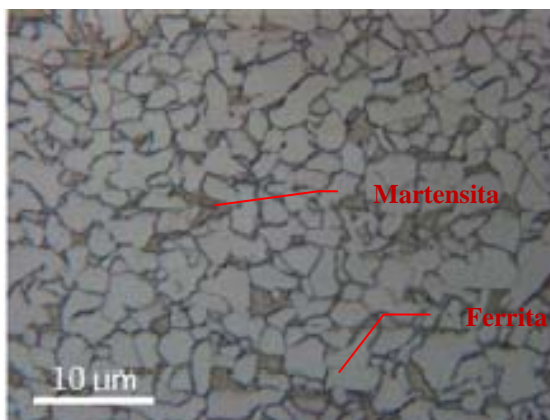
Fonte: Adaptado de Adamczyk; Grajcar (2007).

#### 2.1.1.1 Aços bifásicos (*Dual Phase Steels - DP*)

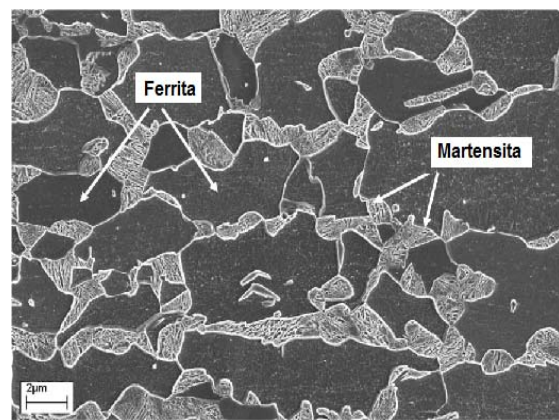
##### 2.1.1.1.1 Microestrutura e composição química

Segundo a norma ASTM A1088 (2013), os aços DP possuem uma microestrutura que consiste essencialmente de ilhas de martensita ( $\alpha'$ ) dispersa em uma matriz macia de ferrita ( $\alpha$ ), Figura 2.6.

Figura 2.6 - Microestrutura típica de um aço DP. Ataque: reagente Nital.



(a) Microscopia Óptica



(b) Microscopia Eletrônica de Varredura

Fonte: Adaptado de Ahiale et al. (2013).

Fonte: Adaptado de Granbom (2010).

Entretanto, austenita retida, perlita, carbonetos ou mesmo bainita podem ser fases presentes neste material de acordo com os parâmetros do recozimento intercrítico e a composição da liga, Figura 2.4 e Tabela 2.1 (GRANBOM, 2010; HÜSEYIN; HAVVA; CEYLAN, 2010; KUBILAY; ZEYTIN; AYDIN, 2008; MAFFEI; SALVATORE; VALENTINI, 2007; SINHA; WU; LIU, 2007; SAMEK; KRIZAN, 2012).

Tabela 2.1 - Composição química e propriedades mecânicas de aços bifásicos

Material	Composição Química [% em peso]								
	C	Mn+Al+Si	P	S	Cu	Ni	Cr+Mo	V+Nb+Ti	N
450T/250Y	0,15	3,00	0,080	0,015	0,20	0,50	1,00	0,35	--
490T/290Y	0,15	3,40	0,080	0,015	0,20	0,50	1,00	0,35	--
590T/340Y	0,17	4,75	0,080	0,015	0,20	0,50	1,40	0,35	--
780T/420Y	0,18	5,40	0,080	0,015	0,20	0,50	1,40	0,35	--
980T/550Y	0,23	6,00	0,080	0,015	0,20	0,50	1,40	0,35	--

Fonte: Adaptado de ASTM - 1088 (2013)

Há diversas combinações de elementos de liga, tais como manganês, silício, cromo, molibdênio e vanádio, Quadro 2.1, que podem ser adicionados ao aço com baixo teor de carbono a fim de obter a microestrutura bifásica (ferrita-martensita) planejada (TSIPOURIDIS, 2006).

Quadro 2.1 - Principais elementos de liga presentes nos aços DP

Elemento de liga (% em peso)	Razão / influência da adição
C	Estabilizador da austenita Enrijecedor da martensita Determina a distribuição das fases
Mn	Estabilizador da austenita Enrijecedor da ferrita Retarda a formação da ferrita
Cr e Mo	Estabilizador da ferrita Retarda a formação da perlita e da bainita
V	Estabilizador da ferrita Endurecedor por precipitação Refina a microestrutura
Nb	Estabilizador da ferrita Reduz a temperatura Ms Refina a microestrutura
Si	Abaixa a solubilidade do carbono na ferrita Piora a molhabilidade

Fonte: Adaptado de Marra (2008).

### **2.1.1.1.2 Processamento**

Durante a produção dos aços DP, tanto através da laminação de tiras a quente como de recozimento contínuo, a matriz ferrítica se forma em primeiro lugar, Figura 2.4, enriquecendo a austenita remanescente com carbono e outros elementos de liga (SHAW; ZUIDEMA, 2001; TAMARELLI, 2011). Esta, por sua vez, ganha temperabilidade suficiente para se transformar mais tarde em martensita, sob temperaturas bem mais baixas. Essa transformação posterior da martensita induz tensões residuais de compressão na matriz ferrítica, as quais facilitam o processo de escoamento e, dessa forma, reduzem o valor do limite de escoamento e suprimem a ocorrência de patamar.

Um resfriamento lento após a formação da martensita pode proporcionar a redução da fragilidade da martensita recém-formada através de efeitos de revenido. Durante a deformação plástica o escoamento da matriz ferrítica através das “ilhas” de martensita encrua significativamente o material, contribuindo para aumentar sua resistência mecânica (GORNI, 2009).

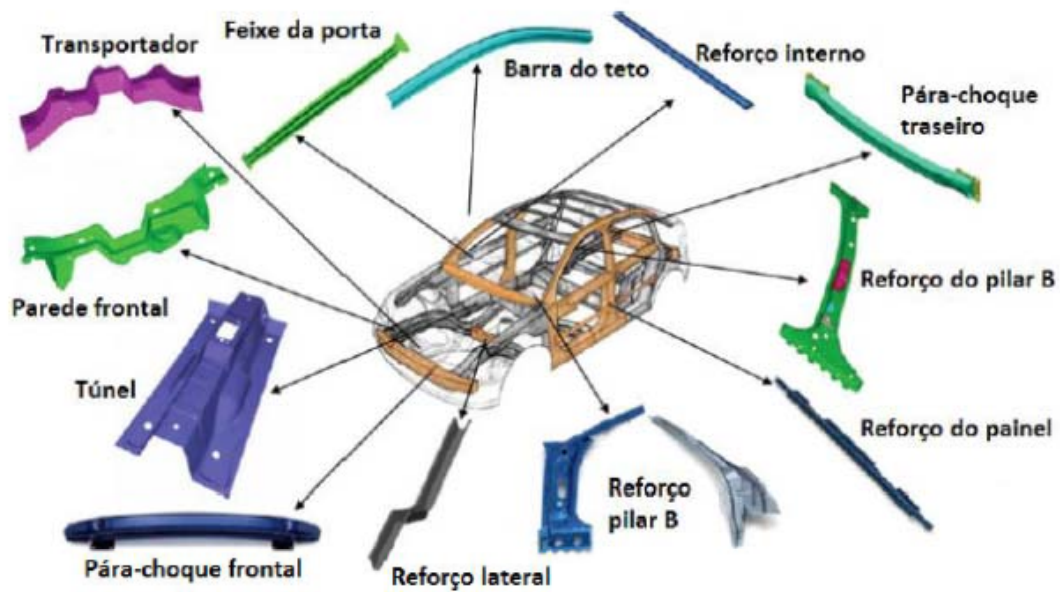
### **2.1.1.1.3 Propriedades mecânicas e aplicações**

De acordo com Fonstein (2015), vários mecanismos podem contribuir individualmente ou em conjunto para a resistência dos aços bifásicos: endurecimento por partículas duras de martensita, endurecimento por solução sólida de carbono na martensita, endurecimento da ferrita por contornos de grãos, endurecimento por precipitação da ferrita, bem como têmpera e envelhecimento por deformação.

De acordo com Radwański, Wroźyna, Kuziak (2015), esta classe de material apresenta uma série de características mecânicas que lhe assegura boa conformabilidade: escoamento contínuo; limite de escoamento (a 0,2% de deformação) entre 300 e 380 MPa; alto coeficiente de encruamento "n", entre 0,2 e 0,3; baixa razão elástica, entre 0,5 e 0,6; e alongamento total superior a 27%. Possuem um importante efeito BH (*bake hardening*) promovendo aumento do limite de escoamento durante o ciclo de cura no processo de pintura e alta resistência ao amassamento (*dent resistance*) em painéis externos (GORNI, 2009; SHAW; ZUIDEMA, 2001). A resistência deste aço atinge a faixa de 500 - 1200 MPa (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008).

Os aços DP com maior resistência têm grande propensão a apresentar variação dimensional, empeno ou distorção angular por retorno elástico após prensagem. Excelentes resultados foram obtidos em operações de estampagem, tornando possível a produção de peças mesmo muito difíceis, como os pilares B, Figura 2.7. No entanto, esse tipo de aço é mais recomendado para aplicações de estampagem profunda (SAMEK; KRIZAN, 2012).

Figura 2.7 - Exemplo de aplicação de aços DP em carroceria de um automóvel



Fonte: Adaptado de Marra (2008).

Segundo Galán et al (2012), a demanda por estes aços para aplicações automotivas está aumentando significante e continuamente, especialmente para a produção de rodas, Figura 2.8.

Figura 2.8 - Exemplo de aplicação de aços DP: roda - aço DP600 laminado a quente

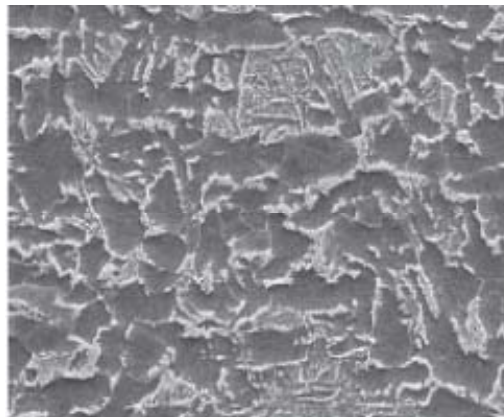


Fonte: ArcelorMittal (2015).

Apesar da resistência e ductilidade dos aços DP dependerem do teor de martensita presente no material, há um grande número de propriedades tecnológicas e funcionais destes aços que dependem de características microestruturais discretas que não estão normalmente sujeitos a um exame de rotina. Por exemplo, pesquisas relatam que a resistência ao choque destes materiais melhora à medida que o grau de refinamento da das ilhas de martensita aumentam (RADWAŃSKI; WROŻYNA; KUZIĄK, 2015).

Em meados da década de 1980 foi desenvolvida uma variante de aço bifásico, na qual a martensita presente como segunda fase na ferrita foi substituída pela bainita, como observado na Figura 2.9. A microestrutura ferrítica-bainítica (FB) apresenta menor número de locais em que ocorre concentração de tensão e deformação, uma vez que é mais uniforme do que a ferrítica-martensítica. Um aço ferrítico-bainítico ideal para a fabricação de rodas, por exemplo, deve apresentar deformação média de 85% e alongamento total mínimo de 25% (GORNI, 2009). As propriedades mecânicas destes materiais são intermediárias entre os aços DP e TRIP (COLPAERT, 2008).

Figura 2.9 - Microscopia eletrônica de varredura de uma microestrutura típica de um aço ferrítico-bainítico. Ataque: reagente Nital



Fonte: Tamarelli (2011)

A siderúrgica Benxi Iron & Steel Group Co. Ltd. desenvolveu um aço ferrítico-bainítico - FB600 visando a produção de rodas leves. A microestrutura deste material é homogênea e com grãos refinados. Consiste de ferrita (60-70%) e bainita (30-40%). O alongamento total apresentado foi superior a 30% e o limite de resistência, superior a 600MPa (BIAN et al, 2015).

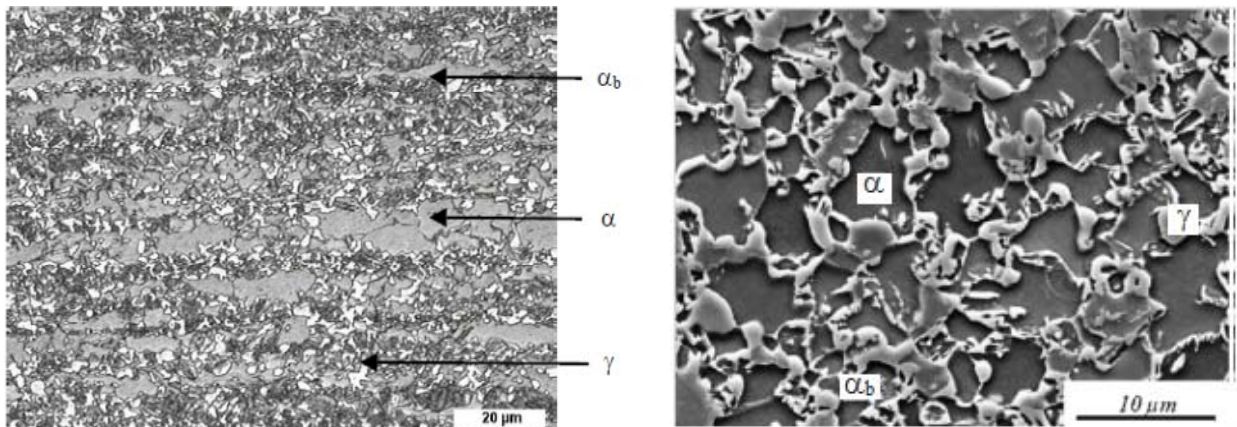
### 2.1.1.2 Aços com plasticidade induzida por transformação (*Transformation Induced Plasticity Steels - TRIP*)

#### 2.1.1.2.1 *Microestrutura e composição química*

Aços que possuem microestrutura totalmente austenítica devido a grandes quantidades de solutos estabilizadores de austenita, mas se transformam em martensita quando submetidos à tensão, são chamados de aços TRIP. Entretanto, quando a austenita é uma fase de menor fração volumétrica na microestrutura do material, mas sofre transformação martensítica durante a deformação, estes aços são conhecidos como TRIP-L ou aços assistidos pelo efeito TRIP e são usualmente materiais de baixa liga (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006; RODRÍGUEZ-MARTÍNEZ et al, 2010).

Os aços assistidos pelo efeito TRIP, ou TRIP-L, possuem microestrutura complexa composta por diferentes fases: ferrita poligonal ( $\alpha$ ), bainita ( $\alpha_b$ ), martensita e austenita retida ( $\gamma$ ), como observado na Figura 2.10 (POLAT; ÖZTÜRK; TOROS, 2012; SUH et al, 2010).

Figura 2.10 - Microestrutura típica de um aço assistido pelo efeito TRIP: Ferrita Poligonal ( $\alpha$ ), Bainita ( $\alpha_b$ ), Martensita e Austenita Retida ( $\gamma$ ).



a) Microscopia Óptica, ataque: reagente LePera

b) Microscopia Eletrônica de Varredura: ataque: reagente Nital

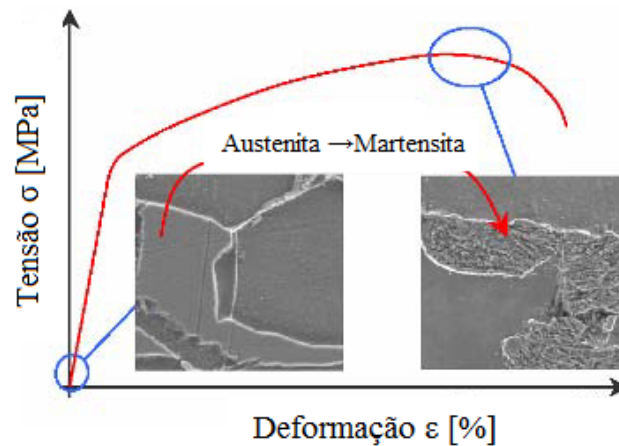
Fonte: Mesplont (2002)

Fonte: Jacques et al. (2001)

Diversos estudos publicados abordam a relação microestrutura-propriedades dos aços assistidos pelo efeito TRIP, sendo que grandes partes dos mesmos, destacam o papel da austenita retida. A austenita retida neste material desempenha um papel vital no efeito de

plasticidade induzida por transformação (TRIP) - a sua transformação gradual em martensita durante a deformação, Figura 2.11 - o que permite alto grau de encruamento do material e por sua vez permite atingir alta ductilidade mantendo elevada resistência (DURAND-CHARRE, 2004; MAŠEK et al, 2009; POLAT; ÖZTÜRK; TOROS, 2012; ROS-YÁÑEZ; HOUBAERT; MERTENS, 2001; SAMEK; KRIZAN, 2012; SHERIF et al, 2004).

Figura 2.11 - Formação da martensita durante deformação plástica (ensaio de tração)



Fonte: Adaptado de Staufner (2003).

Por outro lado, uma maior quantidade de austenita retida não necessariamente resulta em um maior alongamento uniforme, pois a maior quantidade de austenita retida pode ter um menor teor médio de carbono, levando à baixa estabilidade durante deformação. Assim, existe uma quantidade ótima de austenita retida necessária para aumentar o alongamento dos aços assistidos pelo efeito TRIP (DIMATTEO et al, 2006; TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004).

Pesquisas realizadas mostraram que os grãos de austenita retida maiores que 1 μm são instáveis e não contribuem significativamente para a ductilidade do material, uma vez que cristais menores de austenita retida contêm menos sítios de nucleação potenciais para a transformação em martensita e, conseqüentemente, requerem uma maior força motriz total para a nucleação da martensita. Por outro lado, as ilhas de austenita retida, que possuem grãos submicrométricos ou menores, têm uma baixa tendência em se transformar em martensita, mesmo se ocorrer estiramento, e, assim, não contribuem para a ductilidade. A austenita retida somente com um teor ótimo de carbono (>0,5-0,6% e <1,8%) pode proporcionar o efeito

TRIP e o aumento do alongamento (DIMATTEO et al, 2006; TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004).

A morfologia da austenita retida é importante para sua estabilidade. O melhor comportamento de alongamento foi observado quando a austenita retida está presente na forma de filmes entre as subunidades da bainita, ao invés de regiões como ilhas de austenita retida em blocos entre feixes de ferrita bainítica (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004).

Diversas composições químicas desses aços multifásicos foram desenvolvidas nos últimos anos, com a finalidade de ajustar sua microestrutura e obter as propriedades mecânicas desejadas, conforme mostra a Tabela 2.2 (BLECK, 2002).

Tabela 2.2 - Composições químicas de aços de baixa liga assistidos pelo efeito TRIP (% em peso)

Grau	C	Mn	Si	Al	P	Nb	V
Mn-Si	0,20	1,50	1,50	-	-	-	-
Mn-Al	0,20	1,50	0,10	1,80	-	-	-
Mn-P	0,15	2,00	-	-	0,03	-	-
Mn-Si-Al	0,30	1,50	0,30	1,20	-	-	-
Mn-Si-P	0,15	1,50	0,60	-	0,01	-	-
Mn-Si-Nb	0,20	1,50	1,50	-	-	0,04	-
Mn-Si-V	0,15	1,50	0,60	-	-	-	0,06

Fonte: Bleck (2002)

Os elementos de liga desempenham um importante papel na estabilidade termodinâmica e na cinética das transformações de fase, como mostra a Figura 2.5. E os principais elementos presentes neste material são:

Carbono: principal elemento de liga destes materiais determina a quantidade de austenita intercrítica e acarreta a retenção de austenita nos aços TRIP. Exigências como a soldabilidade limitam seu teor em torno de 0,25 % (DIMATTEO et al, 2006; FERRER, 2003).

Silício: importante na estabilização da austenita retida, pois previne e retarda a precipitação de carbonetos durante a formação da bainita, além de promover a formação de ferrita pró-eutetóide durante o resfriamento. Teores de até 1,5% retardam ligeiramente a reação perlítica (JANG; KIM; BHADESHIA, 2010; SHERIF et al, 2004).

Segundo Bhadeshia; Honeycombe (2006); Bleck (2002); Speer; Matlock (2002), a adição substancial de silício nesta classe de material favorece a formação de óxido aderente e

duro ( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ), de difícil remoção antes do processo de laminação a quente, resultando em uma superfície final com mau acabamento. Para solucionar esta questão, existem os aços com baixo teor de silício que, são produzidos através de rigoroso tratamento térmico, pois nestas ligas a austenita é mais difícil ser retida devido à tendência de precipitação da cementita.

Alumínio: tem sido utilizado para substituir o silício em aços assistidos pelo efeito TRIP (DIMATTEO et al, 2006). Como desvantagem do uso do alumínio, pode-se mencionar o aumento acentuado da temperatura  $M_s$  (GIRAULT et al., 2001).

Fósforo: baixas concentrações deste elemento (menores que 0,1%) são suficientes para retardar a cinética de precipitação de carbonetos de ferro e conferir um aumento na resistência do material. Os efeitos benéficos do fósforo podem somente ser consumados junto ao silício ou ao alumínio (BLECK, 2002).

Nióbio ou titânio: efeito de redução de tamanho de grãos, supressão da formação indesejada de perlita e atraso da produção isotérmica da bainita, através dos quais maiores quantidades de austenita residual podem ser formadas (DIMATTEO et al, 2006),

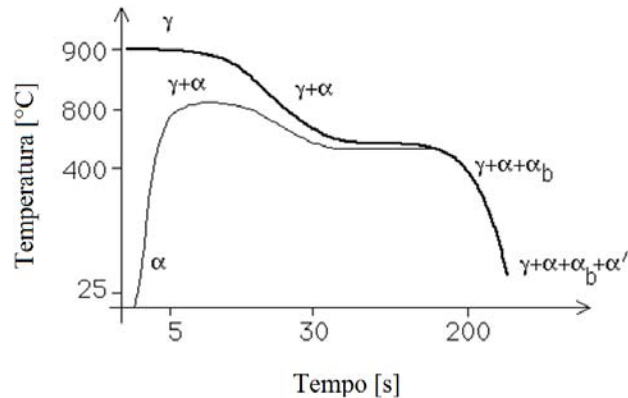
Manganês: aumenta a temperabilidade e resistência desses aços, pois retarda a formação da perlita e aumenta a resistência do material por endurecimento de solução sólida (FERRER, 2003). Possui efeito inibidor na formação da ferrita durante o resfriamento, uma vez que este minimiza um possível enriquecimento de carbono desta fase (BLECK, 2002).

#### ***2.1.1.2.2 Processamento***

Ao contrário dos aços bifásicos, os aços TRIP não são fabricados por qualquer siderúrgica, tampouco são utilizados por qualquer montadora de automóveis. Existem algumas razões para este fato. Primeiro, os aços TRIP normalmente possuem teor de carbono de cerca de 0,20%, fato que dificulta unir as bobinas ou partes por meio de solda. Em segundo lugar, ainda existem algumas contradições em relação ao comportamento mecânico destes aços, especialmente no que tange ao flangeamento e fratura retardada (FONSTEIN, 2015).

Os aços assistidos pelo efeito TRIP podem ser produzidos diretamente da laminação de tiras a quente, na qual o resfriamento lento da bobina garante o enriquecimento de carbono da austenita remanescente, ou laminados a frio e recozidos, Figura 2.12 (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006; GORNI, 2009; JACQUES et al, 2001; SPEER; MATLOCK, 2002; ZHUANG; DI, 2008).

Figura 2.12 - Tratamentos térmicos utilizados para gerar a microestrutura de aços assistidos pelo efeito TRIP



Fonte: Adaptado de Bhadeshia; Honeycombe (2006).

### 2.1.1.2.3 Propriedades mecânicas e aplicações

Atualmente, a resistência à tração dos aços assistidos pelo efeito TRIP produzidos comercialmente atingem cerca de 1000 MPa (SUH et al, 2010). Esta classe de material possui superior comportamento ao impacto (*crash test*), excelente efeito BH e propriedades de resistência à indentação com espessuras reduzidas de chapas. Como um resultado da sua elevada capacidade de absorção de energia e de resistência à fadiga, os aços assistidos pelo TRIP são particularmente utilizados na produção de partes estruturais e peças de segurança automotiva, Figura 2.13, tais como barras de para choques, barras de proteção, travessas, vigas longitudinais, pilar B, reforços, soleiras (ARCELORMITTAL, 2013; DOBRZANSKI; GRAJCAR; BOREK, 2009; GALÁN et al, 2012; MUKHERJEE; SINGH; MOHANTY, 2008; WANG et al, 2010).

Figura 2.13 - Exemplos de aplicações de aços assistidos pelo efeito TRIP



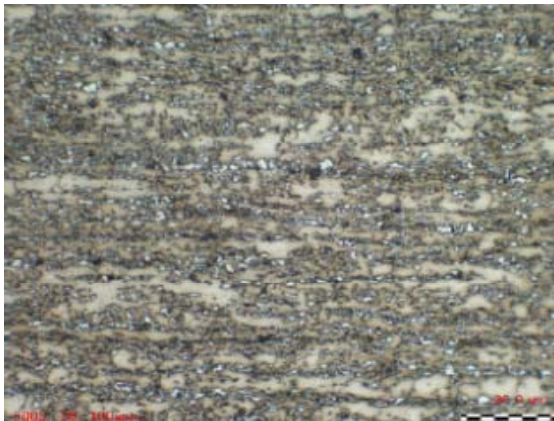
Fonte: ArcelorMittal (2013).

### 2.1.1.3 Aços de fase complexa (*Complex Phase Steels - CP*)

#### 2.1.1.3.1 *Microestrutura e composição química*

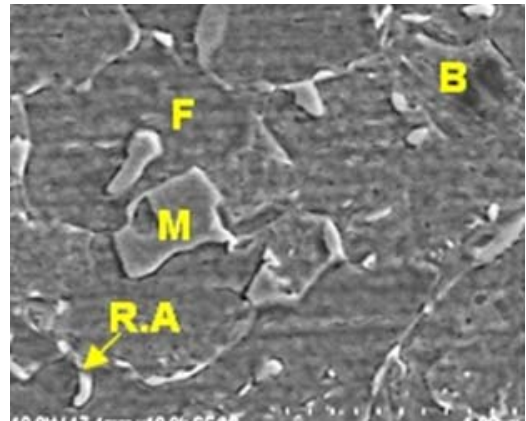
A microestrutura dos aços CP é multifásica e constituída de uma matriz ferrítica/bainítica contendo pequenas quantidades de austenita retida, ou perlita, ou ambos, conforme observado na Figura 2.14 (ASTM A1079-13<sup>e2</sup>, 2013; HAIRER et al, 2008).

Figura 2.14 - Microestrutura típica de um aço CP: Ferrita (F); Bainita (B), Martensita (M) e Austenita Retida (R.A.).



(a) Microscopia Óptica,  
ataque: reagente LePera;

Fonte: (RYDE et al, 2012)



(b) Microscopia Eletrônica de Varredura,  
ataque: reagente LePera

Fonte: (KONG et al, 2014)

A composição química dos aços CP, bem como sua microestrutura, é muito similar ao de aços assistidos pelo efeito TRIP. Os elementos de liga desempenham um papel importante na determinação da microestrutura, Figura 2.5, contribuindo para a resistência final do produto, exercendo efeito de retardamento sobre a austenita para transformação ferrítica levando a formação de bainita e martensita (LOMBARDO, 2011; SARKAR, 2008).

Além disso, este material contém quantidades de nióbio, titânio e/ou vanádio, o que causa o efeito de aumento de resistência por precipitação (KUZIYAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008; MESPLONT, 2002; TAMARELLI, 2011). Estes elementos microligantes exercem um forte efeito de retardamento na transformação da austenita em ferrita durante o resfriamento levando à formação da bainita e martensita (SARKAR, 2008).

A microestrutura deste material é de natureza complexa e o seu desenvolvimento é muito sensível às condições de processamento, Figura 2.3 (SARKAR, 2008).

### 2.1.1.3.2 Processamento

Em geral, os aços CP são produzidos através de processo de laminação a quente e resfriamento controlado. No entanto, tem sido proposta a obtenção desta classe de material através de laminação a frio, na qual o aço laminado a frio é recozido intercriticamente seguido de uma transformação isotérmica a uma temperatura superior à do início da temperatura de transformação martensítica a fim de controlar a reação bainítica (SARKAR, 2008).

De acordo com Ryde et al (2012), há três rotas de processamento para se obter este material por meio de laminação a frio: recozimento contínuo com resfriamento a gás (*continuous annealing line with gas cooling - CAL-GQ*), recozimento contínuo com têmpera (*continuous annealing line with water quenching - CAL-WQ*) e galvanização por imersão a quente (*hot dip galvanizing - HDG*).

A Tabela 2.3 relaciona cinco diferentes composições químicas de aços CP800 produzidos por duas siderúrgicas com suas respectivas propriedades mecânicas, bem como os processo de fabricação utilizada para produzi-los.

Tabela 2.3 - Composição química e propriedades mecânicas de aços CP800

Fornecedor	Rota de processamento	Espessura	Composição química [% em peso]						Propriedades Mecânicas			
			C	Mn	Si	Cr	Mo	Nb	Rp 0,2 [MPa] *	Rm [MPa] **	A80 [%]***	
Rautaruukki	HDG	1,20	0,17	1,70	0,18	0,30	0,15			626	855	16
Rautaruukki	HDG	2,50	0,17	1,70	0,18	0,30	0,15			574	846	14
Rautaruukki	HDG	1,20	0,17	1,70	0,18	0,30	0,16			568	836	14
voestalpine	CAL	1,50	0,11	2,10	0,15	0	0,20	0,20		720	920	11
voestalpine	CAL	1,50	0,14	2,10	0,20	0,30	0	0,20		620	790	16

\*tensão de escoamento

\*\*limite de resistência à tração

\*\*\*alongamento total

Fonte: Adaptado de Ryde et al (2012)

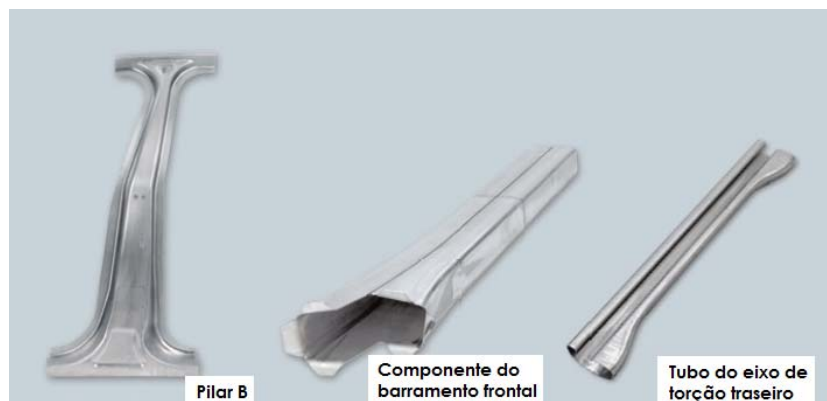
### 2.1.1.3.3 Propriedades mecânicas e aplicações

Estes materiais exibem uma elevada taxa de escoamento, alta capacidade de absorção de energia, boa conformabilidade, e um baixo encruamento. Propriedades relativas à fadiga e ao dobramento são excelentes, devido a sua microestrutura mais homogênea, o que resulta em menores deformações localizadas entre os seus microconstituintes. Apresentam excelentes características quanto à soldabilidade (solda por pontos), bom comportamento quanto aos ensaios de expansão de furo (SHAW; ZUIDEMA, 2001).

A presença de significativa fração volumétrica de bainita neste material proporciona limites de resistência da ordem de 800 a 1000 MPa, Tabela 2.2, com alongamento total de aproximadamente 10 - 15% (SARKAR, 2008).

Portanto, esse material é adequado para a fabricação de peças automotivas relacionadas com a segurança, que exigem operações de dobramento, conformação perfilada de tiras a frio e outros tipos de conformação na qual alta tensão localizada ocorre como barras anticollisão em portas, para-choques e o chamado pilar “B”, Figura 2.15. (GORNI, 2009; SAMEK; KRIZAN, 2012; TAMARELLI, 2011; THYSSENKRUPP STEEL, 2009).

Figura 2.15 - Exemplos de aplicações de aços CP



Fonte: Adaptado de ThyssenKrupp (2009).

#### 2.1.1.4 Aços martensíticos (*Martensitic Steels*)

##### **2.1.1.4.1 Microestrutura e composição química**

Os aços martensíticos de baixo carbono apresentam microestrutura constituída predominantemente de martensita, Figura 2.16 (WORLD AUTO STEEL, 2014). Contudo, a microestrutura desses aços também pode conter outros constituintes, tais como bainita, ferrita acicular e/ou austenita retida; por esse motivo, algumas de suas variantes são designadas pela expressão parcialmente martensítico. A martensita presente neste aço apresenta morfologia em ripas (GORNI, 2008; 2009; KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008).

Figura 2.16 - Microscopia óptica de uma microestrutura típica de um aço martensítico. Ataque: reagente Nital



Fonte: Bhat (2008).

O nível de resistência desse material pode ser ajustado pelo teor de carbono, já que o principal mecanismo de endurecimento da martensita decorre do efeito da solução sólida desse elemento. As demais fases presentes na microestrutura são usadas para um ajuste fino das características mecânicas. O tamanho de grão da austenita que dá origem à martensita também altera as características mecânicas. Outra possibilidade de influenciar as propriedades mecânicas dos aços martensíticos consiste no endurecimento a partir da precipitação de elementos microligantes (BHATTACHARYA, 2011; GORNI, 2008).

Manganês, cromo, silício, molibdênio, boro, níquel e vanádio também são utilizados em diversas combinações a fim de aumentar a temperabilidade deste material (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008; WORLD AUTO STEEL, 2014).

A Tabela 2.4 relaciona cinco diferentes composições químicas de aços martensíticos produzidos por uma siderúrgica com suas respectivas propriedades mecânicas.

Tabela 2.4 - Composição química e propriedades mecânicas de aços martensíticos

Material	Composição Química [% em peso]					Propriedades mecânicas		
	C	Mn	P	S	Outros	Limite de escoamento [MPa]	Limite de resistência à tração [MPa]	Alongamento total [%]
M900	0,08	0,45	0,01	0,015	B, Ti	877	1015	6
M1100	0,12	0,45	0,01	0,015	B, Ti	1018	1179	6
M1300	0,19	0,45	0,01	0,015	B, Ti	1212	1423	6
M1500	0,25	0,45	0,01	0,015	B, Ti	1370	1629	6
M1700	0,30	0,45	0,01	0,015	B, Ti	1520	1820	5

Fonte: Adaptado de ArcelorMittal (2014a)

#### **2.1.1.4.2 Processamento**

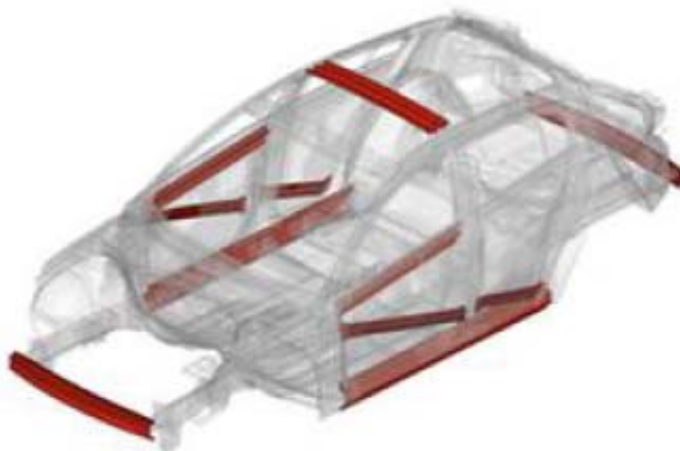
Esse material é obtido através de laminação de tiras a quente, sendo necessário manter taxas de resfriamento altas o suficiente no final da conformação e temperaturas de bobinamento abaixo do ponto Ms. Uma vez que o teor de carbono desse material é relativamente baixo, seu ponto Ms é elevado, da ordem de 300 a 400°C (GORNI, 2009; SHAW; ZUIDEMA, 2001).

#### **2.1.1.4.3 Propriedades mecânicas e aplicações**

As propriedades típicas das chapas de aço martensítico são: limite de escoamento de 1150 MPa, limite de resistência superior a 1200 MPa, razão elástica de 0,85 e alongamento total de 5-6%. A conformabilidade por dobramento desse material é muito boa, apesar da baixa ductilidade observada no ensaio de tração: o raio mínimo de curvatura é da ordem de 1,5 vezes a espessura da chapa (GALÁN et al, 2012; GORNI, 2009).

De acordo com Gorni (2009), nos últimos anos vem-se constatando um aumento da fabricação de componentes automotivos através de estampagem a quente seguida de têmpera na própria matriz usada na conformação mecânica, que geralmente são usadas como proteção contra colisões, como por exemplo, para-choques e seus suportes, reforços para as colunas “A”, “B” e “C”, reforço interior de portas e túnel da transmissão, como mostra a Figura 2.17.

Figura 2.17 - Exemplos de aplicações de aços martensíticos



Fonte: ArcelorMittal (2014a).

### 2.1.2 Aços Avançados - 2ª geração

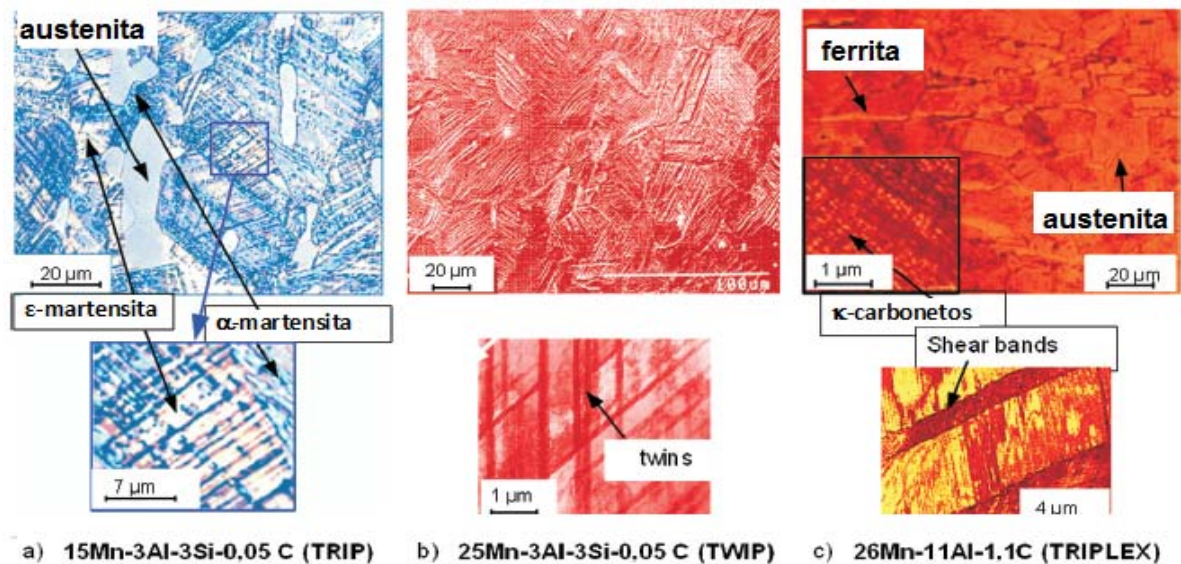
Resistência sem perda de ductilidade tem sido uma vantagem no desenvolvimento de aços, mas, diminuir a densidade do material através da adição de elementos leves torna estes aços mais competitivos (KIM; SUH; KIM, 2013).

As ligas austeníticas de alta resistência classificadas como AHSS de 2ª geração são conhecidas como aços de baixa densidade (*lightweight steels*) e proporcionam um grande potencial para a indústria automotiva (CHOI et al, 2010, DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011).

De acordo com Engl (2011), desde a década de 1990, o interesse e pesquisas relacionadas a esta classe de materiais aumentou consideravelmente.

Segundo Bleck; Phiu-On (2009); Dobrzański e Borek (2012), um novo grupo de aços com adições de elementos de liga de média a alta e com uma concentração de manganês de 12-35% em peso tem sido desenvolvido (*high manganese steel - HMS*). Este grupo de aços com alto teor de manganês pode ser dividido em aços TWIP, TRIP e TRIPLEX, Figura 2.18 (DOBRZAŃSKI; BOREK; ONDRULA, 2012). O aço TWIP é o material mais desenvolvido nesta categoria (MATLOCK et al, 2012; SAMEK; KRIZAN, 2012).

Figura 2.18 - Microestruturas de aços: a) TRIP; b) TWIP e c) TRIPLEX

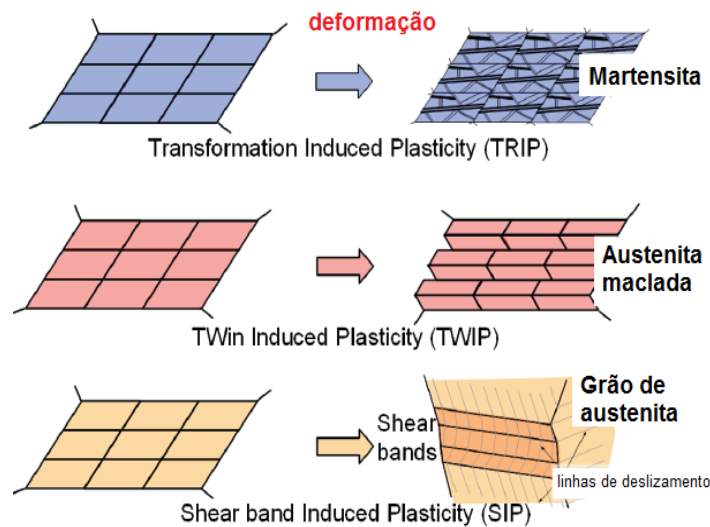


Fonte: Adaptado de Engl (2011).

Outra maneira de se categorizar as ligas baseadas no sistema Fe-Mn-C refere-se ao mecanismo de transformação, ou seja, TRIP (*Transformation-Induced Plasticity*), TWIP (*Twinning-Induced Plasticity*) ou SIP (*Shear Band-Induced Plasticity* - aços endurecíveis por

banda de cisalhamento) (ENGL, 2011; RANA; LIU; RAY, 2013). Esses mecanismos de deformação encontram-se ilustrados na Figura 2.19.

Figura 2.19 - Diferente tipos de plasticidade induzida por deformação devido a mudanças microestruturais.



Fonte: Adaptado de Engl (2011).

Entretanto, apesar das excelentes propriedades mecânicas dos aços austeníticos pertencentes a esta geração, suas aplicações serão limitadas especialmente para partes geometricamente projetadas para absorção de energia durante o impacto, devido a vários problemas tecnológicos relacionados à resistência a corrosão, conformação a quente acima de 1150°C e custo devido ao elevado teor de manganês (GRAJCAR; KUZIAK; ZALECKI, 2012).

Além disso, de acordo com Billur, Dykeman e Altan (2014), esses materiais possuem tendência a ter uma fissuração retardada (fratura após ser conformada e armazenada).

Entretanto, diversos estudos têm mostrado que é possível conformar a frio componentes complexos (tais como pilares B). Siderúrgicas estão avaliando diretrizes que possam solucionar os problemas de soldagem e a ocorrência de fissuração retardada que ocorrem em aços TWIP, por exemplo. Uma solução para as fissuras seria adicionar mais elementos de liga tais como o alumínio.

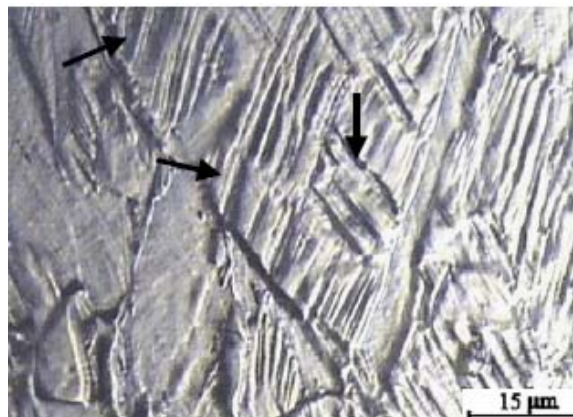
Apesar destes aços não serem amplamente aplicados na indústria automotiva, de acordo com pesquisas, 87% dos participantes da indústria automotiva acreditam que os aços TWIP possam ser empregados largamente em aplicações específicas (BILLUR; DYKEMAN; ALTAN, 2014).

### 2.1.2.1 HMS-TWIP / HMS-TRIP

Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006) e Gorni (2009), do modo de deformação através de maclação mecânica, na qual a estrutura cristalina do aço é preservada, mas a região maclada é reorientada no processo, resultou uma classe de ligas ferrosas com extraordinária ductilidade, designadas pela sigla TWIP (*Twinning Induced Plasticity*).

Esta plasticidade induzida por maclação, ou seja,  $\gamma \rightarrow \gamma'_T$ , é observada em aços altamente ligados, Figura 2.20. Estes materiais eventualmente também podem apresentar um efeito TRIP mais sofisticado, através de ocorrência de múltiplas transformações martensíticas:  $\gamma_{\text{cfcc}} \rightarrow \epsilon_{\text{hcc}}^{Ms} \rightarrow \alpha_{\text{ccc}}^{Ms}$  (CURTZE; KUOKKALA, 2010; DOBRZAŃSKI; BOREK; ONDRULA, 2012; FROMMEYER; BRÜX; NEUMANN, 2003; HAMADA, 2007).

Figura 2.20 - Microscopia óptica de um aço laminado a quente, após deformação a 300°C. As setas indicam a ocorrência de maclas (*twins*). Ataque: reagente Nital



Fonte: Asghari; Zarei-Hanzaki; Eskandari (2013).

Geralmente, as adições de alumínio às ligas ferrosas com alto teor de manganês aumentam a SFE (energia de falha de empilhamento: *stacking fault energy* - SFE) da austenita e suprimem a transformação martensítica  $\gamma_{\text{cfcc}} \rightarrow \epsilon_{\text{hcc}}^{Ms}$ , enquanto o silício diminui a energia de falha de empilhamento e sustenta a transformação da fase martensítica (DOBRZAŃSKI; BOREK; ONDRULA, 2012; FROMMEYER; BRÜX; NEUMANN, 2003; HAMADA, 2007; JIN, 2011).

O mecanismo TWIP ocorre na austenita estável quando a  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  (energia livre de Gibbs) da reação martensítica é positiva (110-250 J/mol) e a SFE é relativamente baixa (20-25 mJ/m<sup>2</sup>). Já o efeito TRIP se revela na austenita metaestável quando  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é negativa (-20

J/mol) e  $SFE \leq 16 \text{ mJ/m}^2$  (ASGHARI; ZAREI-HANZAKI; ESKANDARI, 2013; DOBRZAŃSKI; BOREK, 2009; FROMMEYER; BRÜX; NEUMANN, 2003; GORNI, 2009).

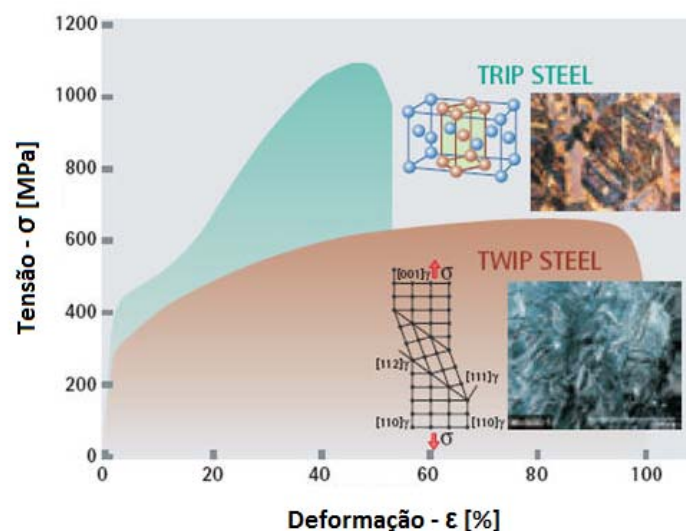
A composição química típica de HMS-TRIP é de um aço de baixa liga com teor de manganês inferior a 20% combinado com baixo teor de carbono. Os aços TWIP podem ser divididos em dois grupos: aços com aproximadamente 0,6%C e 18%Mn e aços baixo carbono e teor de manganês superior a 20%. (ENGL, 2011).

De acordo com Engl (2011), no início do desenvolvimento de aços com alto teor de manganês ( $Mn > 15\%$ ), a liga continha um teor inferior a 0,7% de carbono, alumínio e outros elementos eram opcionais, proporcionando uma microestrutura austenítica com superiores propriedades de conformação e resistência devido à formação de maclas.

Até agora, três tipos principais de aços TWIP com elevado teor de manganês têm sido amplamente estudados: Fe-Mn-C, Fe-Mn-C-Al e Fe-Mn-Si-Al (CHEN; ZHAO; QIN, 2013).

O efeito TRIP em aços com alto Mn eleva não só o coeficiente de encruamento "n", que atinge valor máximo igual a 0,8, como também o limite de resistência, de aproximadamente 1100 MPa, Figura 2.21, e o alongamento total, que pode chegar a 55% (FROMMEYER; BRÜX; NEUMANN, 2003).

Figura 2.21 - Diagrama tensão-deformação- aços TRIP e TWIP



Fonte: Adaptado de KeytoMetals (2007)

Os aços TWIP apresentam tipicamente uma relação  $R_m \times A$  entre 40 - 60 GPa% (CHEN; ZHAO; QIN, 2013). As primeiras aplicações dos aços TWIP para componentes automotivos, tais como pára-choques estão sendo avaliados (SAMEK; KRIZAN, 2012). Possuem alta

tenacidade, mantendo fratura dúctil na faixa de temperaturas entre  $-196^{\circ}\text{C}$  e  $400^{\circ}\text{C}$  (GORNI, 2009).

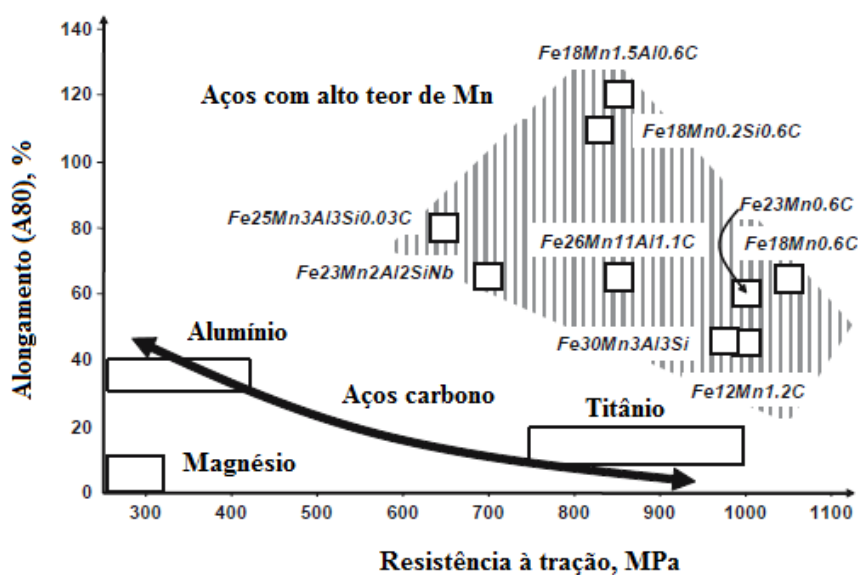
Por plasticidade induzida por maclação, estes aços atingem excelente combinação de propriedades mecânicas, o que os torna muito atraente para aplicações automotivas, especialmente onde é necessária alta resistência e alta ductilidade. Estes aços são ideais para a fabricação de peças automotivas complexas, como, longarinas (DOBRZAŃSKI; BOREK, 2009).

Dependendo do sistema de liga metálica, o teor de carbono ou é baixo, isto é, menor do que 0,05 % em massa, ou elevado, tipicamente na faixa de 0,5-1,0 % em massa. Silício e alumínio podem ser adicionados para obter uma microestrutura austenítica completamente estável (DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011).

A elevada taxa de endurecimento pela aplicação de tensão associada com o fenômeno TWIP permite a combinação de resistência mais elevada e alongamento uniforme superiores (BOUAZIZ; GUELTON, 2001; DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011; KIM et al, 2009).

Diversas composições de aço TWIP têm sido extensivamente investigadas: Fe-15Mn-3Al-3Si (efeito TRIP), Fe-25Mn-3Al-3Si (efeito TWIP), Fe-20Mn-3Al-3Si (revela comportamento TRIP e TWIP) (FROMMEYER; BRÜX; NEUMANN, 2003); Fe-22% Mn-0.6% C, Fe-18% Mn-0,6% C, Fe-18%Mn-0,6%-C -1,5% Al (KIM et al., 2009) e Fe-25% a 30% Mn -3% Si - Al (GRASSEL et al, 2000), Figura 2.22.

Figura 2.22 - Aços HMS em estudo.



Fonte: Adaptado de Kim et al. (2009).

Posteriormente, desenvolveram-se ligas especialmente destinadas para aplicação na indústria automotiva. Baseia-se em um aço de com baixa densidade e apresentando mecanismos de deformação TRIP e TWIP, sendo conhecidos como aços de baixa densidade com plasticidade induzida (*Lightweight steels with Induced Plasticity* - LIP). De acordo com Hamada (2007), esta classe de aços possui elevado teor de alumínio (<12% em peso) e silício (<6% em peso).

### 2.1.2.2 AÇOS TRIPLEX

De acordo com Dobrzański; Borek (2012); Kim; Suh; Kim (2013) e Mazancová (2008), os aços triplex contém entre 0,5-1,2% C, 18-28% Mn e 9-12% Al. Estes aços possuem uma microestrutura trifásica consistindo de grãos de austenita [ $\gamma$ -Fe(Mn,Al,C)], dispersão de nano  $\kappa$ -carbonetos [(Fe,Mn)<sub>3</sub>AlC] e ferrita [ $\alpha$ -Fe(Mn,Al,C)] em diferentes frações volumétricas.

Frommeyer e Brück (2006) observaram a ocorrência de deslizamento planar em uma liga Fe-28Mn-10Al-0.5C com alta energia de falha de empilhamento e sugeriram que a presença de nanopartículas de precipitados de carbonetos (Fe, Mn)<sub>3</sub>AlC é responsável pela formação de bandas de cisalhamento, acompanhados por deslizamento planar, resultando em uma plasticidade melhorada pelo assim chamado SIP (CHOI et al, 2010; HOWELL, 2009; MAZANCOVÁ, 2008).

Estes materiais possuem propriedades características em termos de escoamento e resistência combinadas com alta ductilidade que é causada pelo efeito SIP. Este efeito é observado em aços austeníticos TRIPLEX que possuem valores de  $\Delta G$  relativamente altos (cerca de 1757 J/mol) e SFE na faixa de 110-115 mJ/m<sup>2</sup> (FROMMEYER; BRÜX, 2006).

Apresentam densidade específica entre 6,4 e 7,1 g/cm<sup>3</sup>. Estes materiais podem oferecer uma resistência à tração de 600 MPa a 2000 MPa, alongamento total de 25% -70%, alta energia de absorção (0,43J/mm<sup>3</sup>) e taxa de deformação de 10<sup>2</sup>s<sup>-1</sup> (HOWELL, 2009). Apesar dos aços TRIPLEX oferecerem à indústria automotiva uma interessante combinação de propriedades mecânicas e de peso reduzido, nenhuma aplicação em carrocerias automotivas tem sido considerada até agora (DOBRZAŃSKI; BOREK; ONDRULA, 2012; SAMEK; KRIZAN, 2012).

### 2.1.3 Aços Avançados - 3ª geração

Segundo Speer et al (2011), a 3ª geração de AHSS encontra-se no estágio conceitual ou de desenvolvimento inicial, e os requisitos de propriedades específicas ainda não estão estabelecidos, embora, seja considerada que uma importante lacuna existente entre a 1ª e 2ª geração de aços, represente uma futura oportunidade.

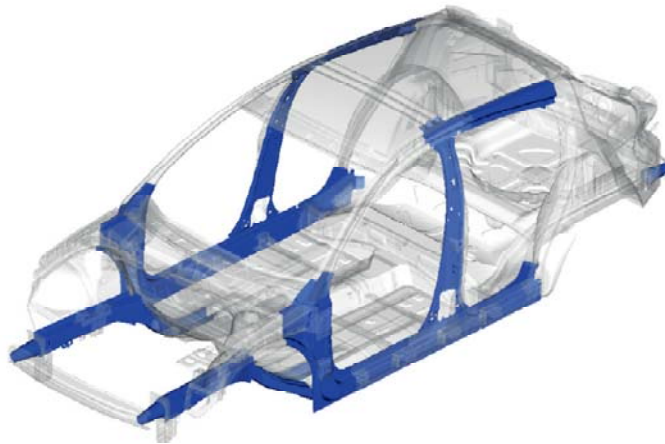
O principal fator que descreve esta nova geração de materiais é "*NanoSteel*" (BRANAGAN et al, 2013). De acordo com Grajcar; Kuziak; Zalecki (2012), a 3ª geração de AHSS combina as vantagens das estruturas multifásicas (características da 1ª geração) e fase austenítica, especialmente adequado para melhorar diferentes mecanismos de endurecimento, transformação martensítica induzida por deformação e maclação mecânica (característica da 2ª geração de AHSS).

Uma das estratégias para obter a matriz bainítica contendo uma alta fração volumétrica de austenita retida metaestável é adicionar manganês, mas em muito menor escala do que em aços da 2ª geração. O manganês é o principal estabilizador da austenita e seu teor deve ser de até 12% em peso (DE MOOR et al, 2011; GIBBS et al, 2011; GRAJCAR; KUZIAK; ZALECKI, 2012; SPEER et al, 2011).

Algumas estratégias para a obtenção destes aços estão sendo desenvolvidas e incluem: processamento para melhorar as propriedades dos aços DP, modificações no processamento de aços TRIP tradicionais, desenvolvimento de aços de alta resistência com microestruturas bainíticas ultrafinas, implementação de novas rotas de processamento - incluindo têmpera e partição (*Quenching & Partitioning* - Q&P), e desenvolvimento de aços TRIP/TWIP com médio teor de manganês (MATLOCK et al, 2012; SAMEK; KRIZAN, 2012).

A siderúrgica ArcelorMittal, no fim de 2013, anunciou o desenvolvimento do aço HF1050, considerado seu primeiro produto da série de 3ª geração de AHSS. De acordo com a empresa, esse material poderá substituir os aços bifásicos existentes. Em relação às propriedades mecânicas, a capacidade de conformação é similar ao aço DP780. Combina excelentes propriedades mecânicas e conformabilidade, e poderia gerar uma redução em peso entre 10 e 20% em partes do automóvel, em comparação com as atuais classes de aços bifásicos. Essa nova classe de aços é adequada para a fabricação de partes estruturais da carroceria do veículo, Figura 2.23 e será utilizada nas linhas de produção de automóveis em 2017 (ARCELORMITTAL, 2014b).

Figura 2.23 - Exemplos de aplicações de aços HF1050



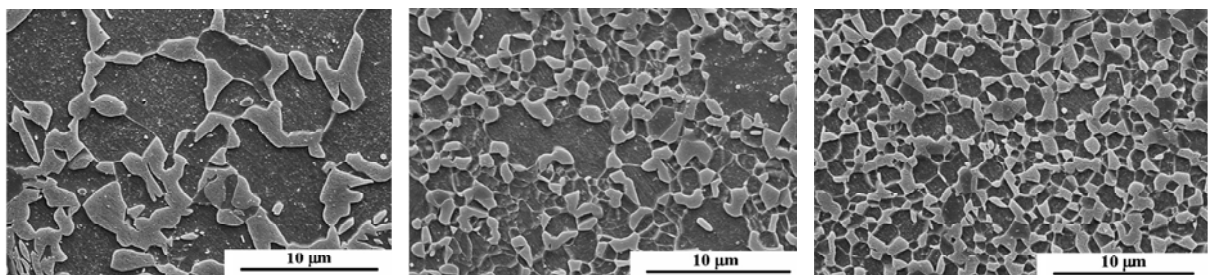
Fonte: ArcelorMittal (2014b)

### 2.1.3.1 Aços bifásicos aprimorados (*Enhanced DP Steels*)

De acordo com Matlock et al (2012), um aumento na resistência de aços bifásicos pode ser facilmente obtido através do aumento da fração volumétrica de martensita, alterando o teor de carbono e/ou temperatura de recozimento intercíticos. Desta forma, aços DP780 e DP980 têm sido desenvolvidos e estão disponíveis comercialmente.

O aumento da resistência também tem sido obtido por meio de refinamento microestrutural resultante das práticas especiais de deformação a quente, conforme descrito por Delincé et al (2007), Figura 2.24, e Yue et al (2005), outros pesquisadores como: Song et al (2006) que descreveram várias técnicas para produzir aços com grãos ultrafinos, suas propriedades e microestruturas. Mukherjee; Hazra e Militzer (2009) relataram a produção de aços DP de menor granulação (1-2  $\mu\text{m}$ ) com base na transformação da ferrita induzida por deformação.

Figura 2.24 - Microscopia Eletrônica de Varredura - aço DP:  $d_f$ : tamanho de grão da ferrita



a) grãos grosseiros ( $d_f=6,6 \mu\text{m}$ )

b) grãos finos ( $d_f=1,7 \mu\text{m}$ )

c) grãos ultrafinos ( $d_f=1,1 \mu\text{m}$ )

Fonte: Mukherjee; Hazra e Militzer (2009)

Da mesma forma, Okitsu; Takata e Tsuji (2008, 2009) descreveram uma nova rota para produção de aços ferríticos com granulação ultrafina, na qual o aço DP é laminado a frio (a 91% da espessura inicial) e, em seguida, recozido a 620-655 ° C, obtendo uma microestrutura com tamanho médio do grão de ferrita de 0,49-0,85µm. Calcagnotto et al (2010) produziram dois aços bifásicos com granulação ultrafina com diferentes tamanhos de partículas e fração volumétrica de martensita (24% e 38%) e com tamanho médio do grão de ferrita de 1,4 e 1,2 µm.

### 2.1.3.2 Aços TRIP modificados

Segundo Matlock et al (2012) e Speer et al (2011), no início, a pesquisa de aços TRIP modificados foi realizada em aços contendo teores de carbonos mais altos (aproximadamente 0,4% em peso) dos que os utilizados nas classes disponíveis no mercado (cerca de 0,2%C).

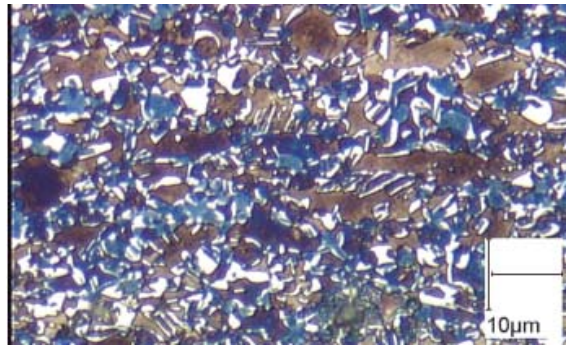
A adição de elementos microligantes em aços assistidos pelo efeito TRIP também tem sido pesquisada, visando analisar sua influência na microestrutura (como o refino dos grãos) e nas propriedades mecânicas destes materiais.

De acordo com Bian et al (2015), as microadições de nióbio têm sido utilizadas para melhorar a homogeneidade da microestrutura por meio do refino de grão, melhorando a tenacidade do material. Hanzaki; Hodgson; Yue (1995) analisaram a influência da adição de nióbio em Fe- 0,2C-1,5Mn-1,5Si, tal como Pereloma; Timokhina; Hodgson (1999, 2004) que concluíram que a adição de nióbio aumenta a fração de austenita retida quando comparado com um material processado sob as mesmas condições, mas sem a adição do microligante.

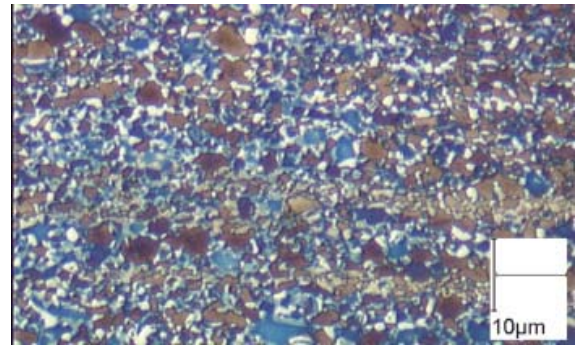
Wang et al (2004) investigaram os efeitos da adição de cobre em uma liga 0,2C-1,5Mn-1,5Si sobre o comportamento BH do material, bem como, em suas propriedades mecânicas. E, concluíram que a adição desta liga aumenta a resistência do material, mas não influi sobre o efeito BH do mesmo.

Scott; Perrard; Barges (2005) discutiram o efeito da adição de diferentes porcentagens de vanádio (V) e nitrogênio (N) na microestrutura do aços assistido pelo efeito TRIP, utilizando como referência para comparação o aço TRIP 800. Houve um aumento na resistência do material sem perda significativa da ductilidade, devido ao efeito de refino de grãos, como observado na Figura 2.25.

Figura 2.25 - Microestrutura de aços TRIP. Ataque: reagente Klemm



a) TRIP 800 - 50ppm V/15ppm N



b) TRIP 800 modificado (1550ppm V/90 ppm N)

Fonte: Adaptado de Scott; Perrard; Barges (2005)

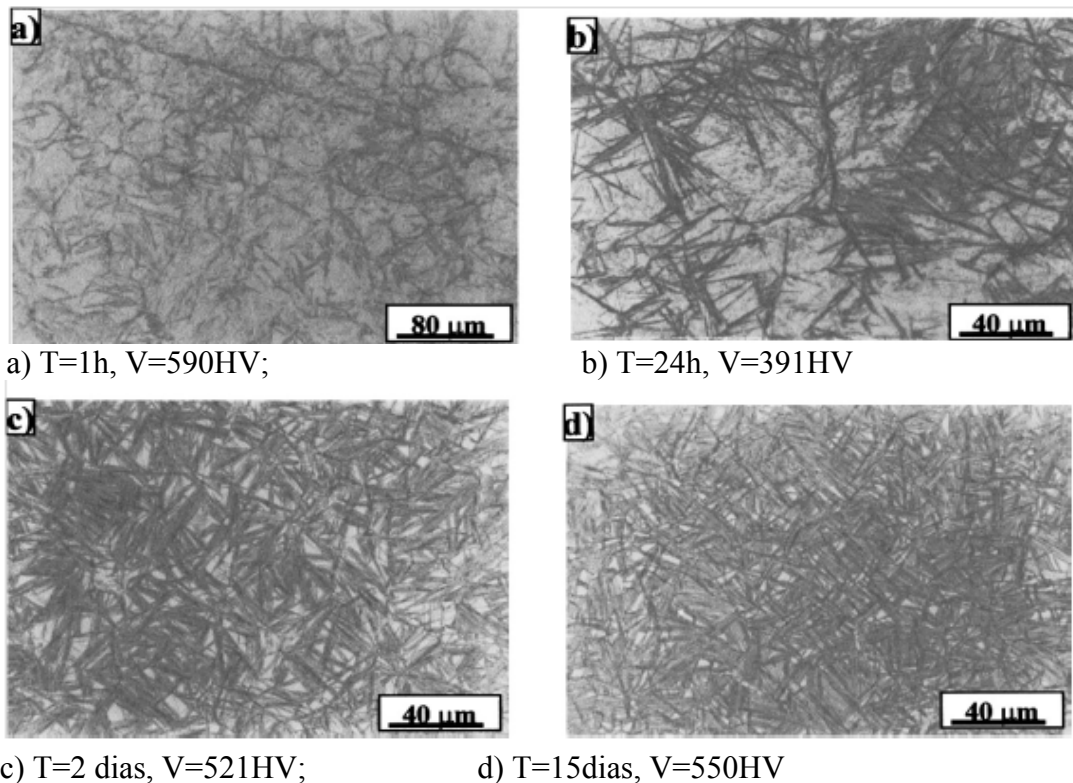
Yue et al (2005) avaliaram a adição de alumínio como uma alternativa para substituir o silício, a fim de melhorar a qualidade do acabamento superficial, bem como a galvaneabilidade do material.

### 2.1.3.3 Aços bainíticos com grãos ultrafinos

Pesquisas têm sido realizadas visando desenvolver microestruturas bainíticas ultrafinas. Caballero et al (2001a, 2001b) analisaram a combinação de termodinâmica, cinética, princípios de metalurgia física e propriedades mecânicas, a fim de demonstrar que modelos baseados na teoria de transformação de fases podem ser aplicados com sucesso para o design destes materiais.

Caballero e Bhadeshia (2004), Garcia-Mateo; Caballero e Bhadeshia (2003a, 2003b, 2003c) e García-Mateo e Caballero (2005) por sua vez, discutem a temperatura e o tempo, na qual a bainita pode ser obtida por meio de transformação isotérmica em diversas ligas, além de apresentar as propriedades e microestruturas resultantes de cada processo. Por exemplo, Garcia-Mateo; Caballero e Bhadeshia (2003a) demonstraram que, para uma liga 0,98C-1,89Mn-1,46Si-1,26Cr-0,26Mo-0,09V (% em peso), o microconstituente bainita poderia ser obtido por transformação isotérmica a baixas temperaturas (na faixa de 125-325°C). Entretanto, o tempo necessário para nucleação a esta temperatura pode ser de dias. O resultado foi um material que apresentou dureza de 550HV e resistência superior a 2,5 GPa, Figura 2.26.

Figura 2.26 - Microscopia óptica de microestruturas bainíticas obtidas por transformação isotérmica a 250°C (T=tempo de reação; V=dureza).



Fonte: Garcia-Mateo; Caballero e Bhadeshia (2003a)

Além destas pesquisas, Caballero et al (2009a, 2009b) realizaram estudos visando à melhoria das propriedades mecânicas de diversas composições de aços avançados bainíticos de alta resistência.

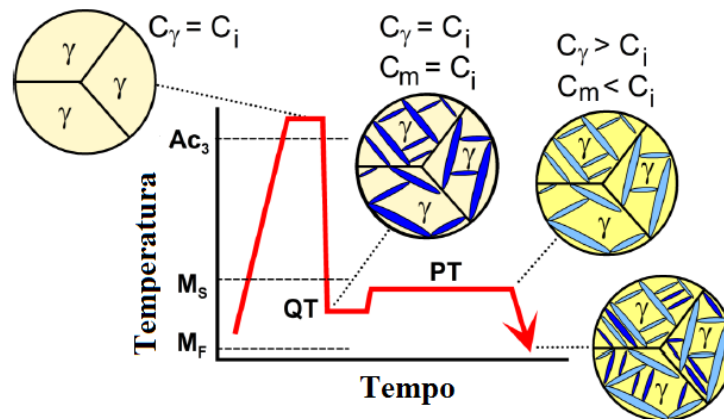
#### 2.1.3.4 Têmpera e Partição (*Quenching & Partitioning - Q&P*)

De acordo com Liu et al (2015) e Pastore et al (2011), apesar de as pesquisas em Q&P ainda encontrarem-se em progresso, os primeiros resultados sugerem a possibilidade de se obter aços com propriedades mecânicas adequadas para aplicações que visam aumentar a segurança e economia de combustível em aplicações automotivas a custos acessíveis.

Têmpera e Partição (Q&P) foi proposto por Speer et al (2003, 2011) como um novo método para produzir aços martensíticos contendo níveis elevados de austenita retida. De acordo com De Moor et al (2008, 2012) e Li et al (2010), o elevado volume de fração da austenita retida resulta na melhor resistência e ductilidade do material.

O processo, que se mostra esquematicamente na Figura 2.27, consiste num tratamento térmico de duas etapas: inicialmente, o aço é temperado a uma temperatura pré-determinada (QT), para produzir uma microestrutura parcialmente martensítica, parcialmente austenítica. Na etapa seguinte, conhecida como particionamento, ocorre o transporte de carbono da martensita supersaturada para a austenita. Assim, a austenita estabilizada de carbono é retida na microestrutura após o final da têmpera à temperatura ambiente. O particionamento pode ser realizado a uma temperatura mais elevada do que a do intervalo QT, o chamado Q&P em dois estágios, ou mantendo a temperatura de têmpera, Q&P em um estágio (LIU et al, 2015; MATLOCK; SPEER, 2009; MATLOCK et al, 2012; SANTOFIMIA et al, 2008; SPEER et al, 2011; WANG et al, 2010).

Figura 2.27 - Representação esquemática do processo Q&P em dois estágios



Fonte: Adaptado de Matlock et al (2012).

No processo de Q&P, a formação de carbonetos de ferro é intencionalmente suprimida, e a austenita é intencionalmente estabilizada ao invés de ser decomposta (SPEER et al, 2003, 2011). A formação da cementita pode ser efetivamente suprimida pela adição de elementos de liga como Si, Al ou P. Entretanto, o Si é conhecido por deteriorar a galvanabilidade do material devido à formação de óxidos aderentes ao substrato. Tem-se então demonstrado que a substituição parcial de Si por Al ou P retardam efetivamente a formação de cementita (DE MOOR et al, 2008).

Segundo Santofimia et al (2008), os requisitos do processo Q&P indicam que ligas com composições químicas similares aos aços TRIP convencionais são apropriadas para este novo tratamento térmico.

As composições químicas mais frequentes destas ligas são apresentadas na Tabela 2.5 (PASTORE et al, 2011). A necessidade de se evitar a precipitação de carbonetos na microestrutura é uma condição que deve ser considerada na concepção de ligas apropriadas para a aplicação deste novo processo.

Tabela 2.5 - Composições químicas típicas de aços Q&P (barras e chapas)

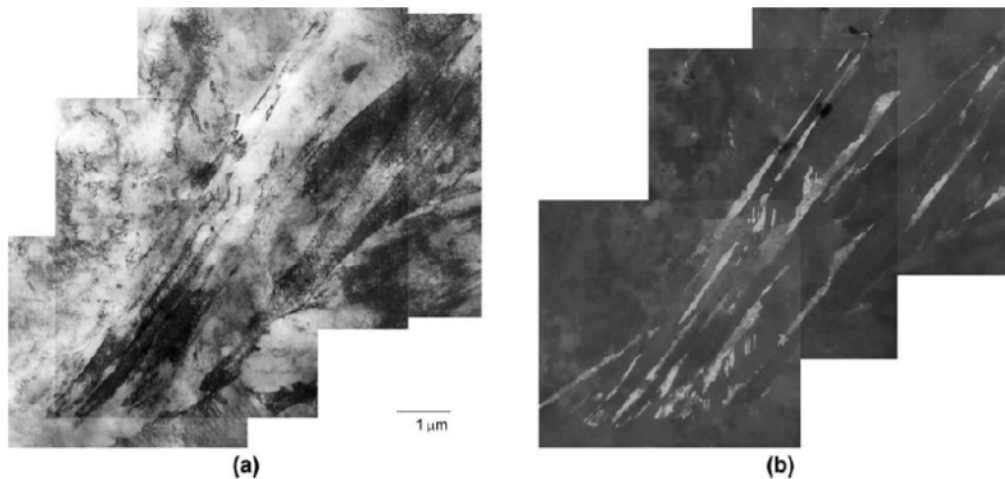
Tipo de material	Elemento (% em peso)		
	C	Mn	Si
Barras	0,35	1,30	0,74
Chapas	0,19	1,46	1,63

Fonte: Adaptado de Pastore et al. (2011).

O teor de carbono deve ser alto o suficiente para permitir o processo de Partição; no caso de chapas, a relação entre o teor de carbono e a soldabilidade do material deve ser observada (PASTORE et al, 2011).

A microestrutura de um aço obtido pelo processo Q&P analisada por microscopia eletrônica de transmissão pode ser observada na Figura 2.28. A microestrutura consiste de finas ripas de martensita separadas por austenita retida (DE MOOR et al, 2008).

Figura 2.28 - Microscopia Eletrônica de Transmissão da microestrutura de um aço Q&P



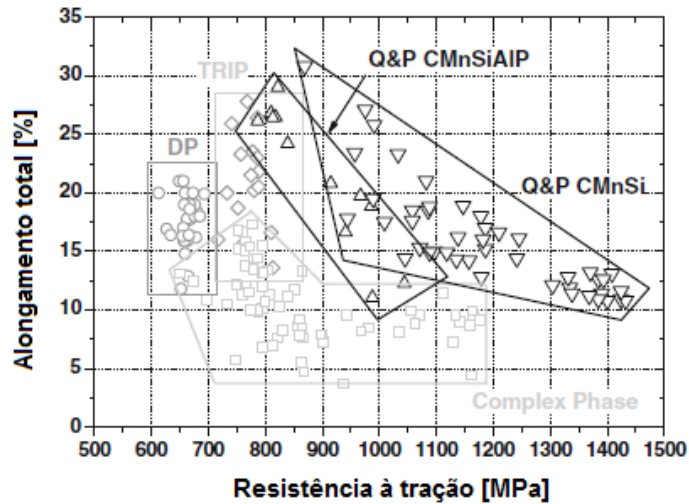
a) imagem obtida em campo claro

b) imagem obtida em campo escuro

Fonte: De Moor et al (2008)

Na Figura 2.29 pode ser observada a relação de resistência e alongamento de aços obtidos via processo Q&P.

Figura 2.29 - Comparação de propriedades mecânicas de aços obtidos via Q&P e outros AHSS.



Fonte: Adaptado de De Moor et al. (2008)

A fim de melhorar a resistência dos aços e manter adequada ductilidade, o processo de têmpera-partição-revenimento (*quenching-partitioning-tempering* Q-P-T) também tem sido desenvolvido para modificar a tecnologia Q&P (LIU et al, 2015).

#### 2.1.3.5 Aços TRIP com médio teor de Mn

Os tratamentos térmicos demonstraram ser capazes de introduzir austenita na microestrutura de um aço, tais como o recozimento intercrítico seguido de tratamento isotérmico no campo bainítico aplicado na fabricação de aços TRIP, têmpera e partição (Q&P) para produzir aços de ultra alta resistência com relativa ductilidade e *ART-annealing* (*austenite reverted transformation from annealing*) para produzir aços com médio teor de manganês de alta resistência e alta ductilidade, com microestrutura de grãos ultrafinos (SHI et al, 2014; WANG et al, 2011).

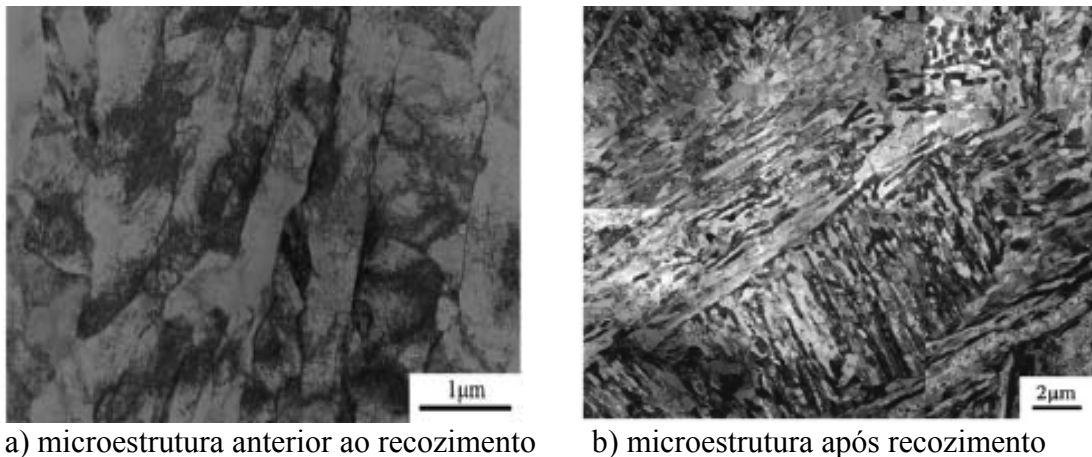
O processo *ART-annealing* é originalmente uma técnica que visa obter uma microestrutura totalmente martensítica, seguida de recozimento na região intercrítica ( $AC_1$ - $AC_3$ ) ou subintercrítica (inferior a  $Ac_1$ ). Este processo foi proposto por Miller (1972) e, posteriormente diversos pesquisadores, como Han et al (2009), Wang et al (2011), Cao et al (2012) e Shi et al (2014), o utilizaram como referência para o desenvolvimento de aços C/Mn com teor de manganês de 5-7 % em peso e baixo teor de carbono, visando à obtenção de uma

microestrutura bifásica (CAO et al, 2011; DONG et al, 2011; MERWIN, 2008; WANG et al, 2011).

De maneira similar, baseando-se em Miller (1972), um método alternativo para a produção de aços TRIP foi apresentado por Merwin (2008), para produzir microestruturas com grãos muito finos ou ultrafinos de ferrita, martensita e austenita, com composições baseadas em médio teor de manganês (5-7 % em peso) e baixo carbono (0,1% em peso).

Como exemplo de aço C-Mn processado por *ART-annealing*, uma microestrutura lamelar ultrafina ferrita/martensita de Fe-0,2C-5Mn (% em peso), Figura 2.30a, foi processada por Dong et al (2011). Após 1 h de recozimento a 650°C, a estrutura lamelar claro/escuro do material transformou-se em ripas paralelas de austenita (com largura de 0,2-0,3µm) e ripas de martensita ligeiramente grosseiras, Figura 2.30b.

Figura 2.30 - Microscopia eletrônica de transmissão de um aço Fe-0,2C-5Mn (% em peso)



a) microestrutura anterior ao recozimento

b) microestrutura após recozimento

Fonte: Dong et al. (2011)

## 2.2 PRÁTICAS METALOGRAFICAS - MICROSCOPIA ÓPTICA (CAMPO CLARO)

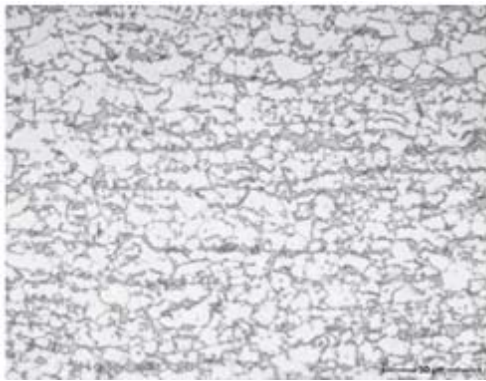
De acordo com Bramfitt; Benschoter (2006) e Vander Voort (1999), a maioria dos materiais a serem analisados é atacado para revelar constituintes microestruturais, sendo que diversas técnicas estão disponíveis para produzir uma condição de "ataque" para análise da estrutura. O emprego de soluções químicas é o mais comumente empregado, e ao longo das décadas, muitos reagentes foram desenvolvidos por tentativa e erro. Dentre esses reagentes, as soluções utilizadas para se realizar ataques químicos corrosivos são amplamente utilizadas.

Entretanto, os ataques químicos corrosivos tipicamente utilizados em aços carbono e aços liga revelam a microestrutura com um contraste em branco e preto. Apesar de muitos

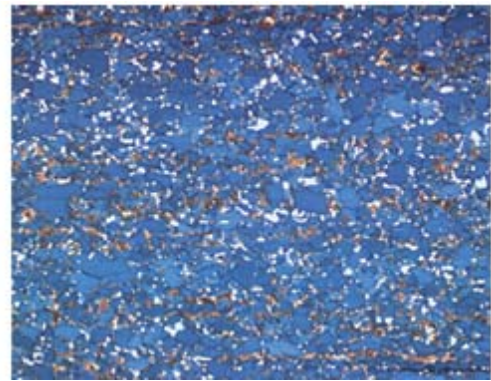
constituintes microestruturais normalmente serem revelados em imagens possuindo adequado contraste, quando são utilizados reagentes químicos corrosivos comuns como nital, picral e Villela, a identificação de fases com tons de cinza pode ser difícil e enganoso quando se analisa, por exemplo, materiais com microestrutura refinada ou multifásicos (DE; SPEER, 2003; RAY; DHUA, 1996).

É neste aspecto que a discriminação de cores na microestrutura apresenta possibilidades de revelar mais informações relevantes e confiáveis (DE; SPEER, 2003; RAY; DHUA, 1996), como observado na Figura 2.31. Na Figura é possível observar uma amostra de aço DP que foi submetida a ataques com os reagentes de nital e Klemm. Nota-se que o reagente colorido permite distinguir os contornos de grãos entre as fases presentes, bem como, as diferentes partículas de segunda fase presentes no material.

Figura 2.31 - Aço DP



(a) reagente nital



(b) reagente Klemm.

Fonte: ThyssenKrupp (2008).

### 2.2.1 Ataque por dissolução seletiva de fases

Esta técnica utiliza um processo de corrosão controlada conduzida pelas diferenças de potencial eletroquímico entre as áreas de superfícies com heterogeneidades químicas ou físicas (*AMERICAN SOCIETY FOR METALS - ASM*, 2004; GIRAULT et al, 1998; VANDER VOORT, 1999).

Os reagentes utilizados para esses ataques fornecem uma ação eletrolítica que resulta em diferentes taxas de redução-oxidação para as diferentes fases na superfície da amostra.

Todos os metais em contato com a solução de ataque tende a se tornar ionizado pela liberação de elétrons (ASM, 2004).

O grau de ataque é dependente da composição química das fases individuais da microestrutura e a taxa de dissolução a qual esses metais são submetidos é regida pela estrutura cristalina da superfície (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; PETZOW, 2001).

Segundo a norma ASM (2004), para metais puros ou ligas de uma única fase, a diferença de potencial existe entre os contornos de grãos e grãos com diferentes orientações, entre fases de impurezas e matriz, ou em gradientes de concentração em ligas de fase simples. Entretanto, para ligas multifásicas, um potencial também existe entre fases. Essas diferenças de potenciais alteram a taxa de ataque, revelando a microestrutura quando o ataque químico é utilizado.

Para compreender a dissolução seletiva das fases presentes em um dado material, Kehl e Metlay (1953) realizaram medidas potenciais das fases  $\alpha$  e  $\beta$  de uma liga 0,6Cu-0,4Zn (% em peso) utilizando nove reagentes distintos. A diferença de 0,01 a 0,03 V foi consistentemente observada entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  do material, com a fase  $\beta$  sempre anódica em relação à  $\alpha$ . Todos os reagentes utilizados, exceto uma solução aquosa de  $\text{NH}_4\text{OH}$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$ , preferencialmente atacaram a fase  $\beta$  (anódica). A solução de  $\text{NH}_4\text{OH}$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$  atacou a fase  $\alpha$ , mas as medidas do potencial foram consideradas "adivinhações" devido às rápidas e erráticas medições causadas pela evolução de gás. Kehl e Metlay também realizaram medidas em uma liga de fase única de 0,9Cu-0,1Zn (% em peso), que revelaram que os limites dos grãos são anódicos em relação aos centros dos grãos (VANDER VOORT, 1999).

Concluiu-se, portanto, que durante o ataque, a fase mais eletropositiva (anódica) é atacada enquanto a fase catódica (eletronegativa) não é consideravelmente atacada. Quando a diferença de potencial entre duas fases aumenta, o tempo de ataque deve ser controlado para evitar um ataque excessivo (ASM, 2004; BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; PETZOW, 2001; VANDER VOORT, 1999).

Entretanto, de acordo com Vander Voort (1999), se o ataque continuar após o tempo necessário para delinear a estrutura, a fase que era inicialmente anódica pode passar por uma mudança de potencial, talvez pela deposição de produtos da reação ou formação de outras camadas anódicas de proteção. Se isso ocorrer, a fase que era originalmente catódica pode passar por dissolução, resultando em uma estrutura super atacada.

Para se caracterizar materiais multifásicos utilizando reagentes químicos e realizar a correta interpretação dos resultados, é necessário, portanto, identificar as diferenças de potencial das fases presentes em relação ao potencial padrão eletroquímico.

Para tanto, Angeli; Füreder e Kneissl (2006) analisaram dois aços multifásicos (Quadro 2.2), visando compreender os mecanismos do ataque químico e a correta interpretação da configuração microestrutural desses materiais.

Quadro 2.2 - Materiais utilizados - Composição química (% em massa)

Material	Composição química (% em massa)			
	C	Si	Mn	Cr+Mo
Dual Phase	0,10	~0,15	1,2 - 1,6	~0,80
TRIP	0,20	~1,50	~1,50	---

Fonte: Adaptado de Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Os pesquisadores calcularam os potenciais de cada um dos componentes microestruturais, conforme relacionados no Quadro 2.3. Esta avaliação foi realizada linearmente, combinando o potencial padrão e composições químicas. As hipóteses adotadas (de 0,40% em massa de carbono e 1,00% em massa de carbono na martensita (M) / residual austenita (AR) e 0,20% em massa de carbono para ferrita bainítica) são baseadas com referência em estudos publicados por Bhadeshia e Edmont (1979).

Quadro 2.3 - Diferenças de potencial calculadas para componentes microestruturais

Componente microestrutural	Ferrita (0,02%C)	Bainita (0,2%C)	* Martensita/ Austenita Retida (0,4%C)	* Martensita/ Austenita Retida (1,0%C)	Cementita (6,67%C)
Diferença de potencial	0	+1,6 mV	+3,5 mV	+8,9 mV	+75,3 mV
	anódicos ←—————→ catódicos				
* a mesma composição foi pressuposta para martensita e austenita residual					

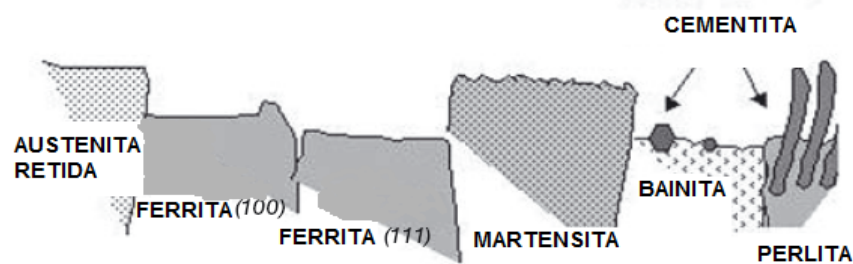
Fonte: Adaptado de Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Esse cálculo dos potenciais dos constituintes da microestrutura foi realizado a fim de demonstrar que o teor de carbono dentro das fases individuais domina a diferença de potencial em relação à ferrita. Fases ricas em carbono são mais inertes. Esta consideração negligencia quaisquer possíveis diferenças químicas entre os elementos de ligas dos aços em dependência das fases. Assim, de uma forma qualitativa, os resultados no que diz respeito à intensidade da erosão dos componentes microestruturais são: ferrita – ferrita bainítica – martensita /austenita residual – carbonetos/cementita (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006).

De acordo com Angeli; Füreder; Kneissl (2006), no entanto, qualquer corrosão localizada não pode ser atribuída somente às composições químicas locais diferentes. Isso é resultado também dos efeitos físicos ou como consequência de uma mistura de influências químicas e físicas.

Com base nos fundamentos apresentados e considerações feitas sobre o comportamento do ataque apresentado por diferentes fases em aços multifásicos, é possível conceber o modelo indicado na Figura 2.32.

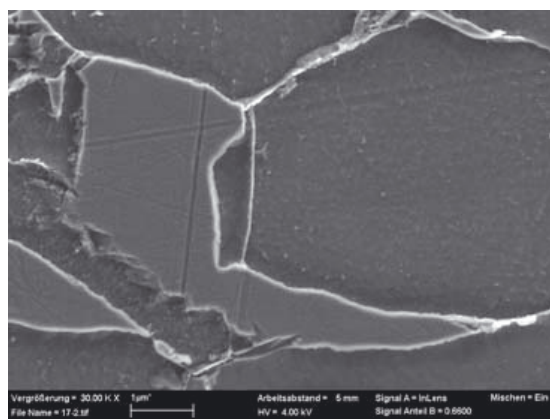
Figura 2.32 - Modelo de ataque de fases seletivo para aços multifásicos.



Fonte: Adaptado de Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

A fim de se verificar esse modelo, as amostras dos aços TRIP e DP foram atacadas com o reagente nital. A Figura 2.33 mostra as áreas de austenita retida em relevo (não atacada), do aço TRIP. As ilhas de austenita exibem uma diferença de profundidade quando comparada a matriz ferrítica (intensamente atacada).

Figura 2.33 - Ilha de austenita retida em uma matriz ferrítica - aço TRIP, ataque: nital. Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV).



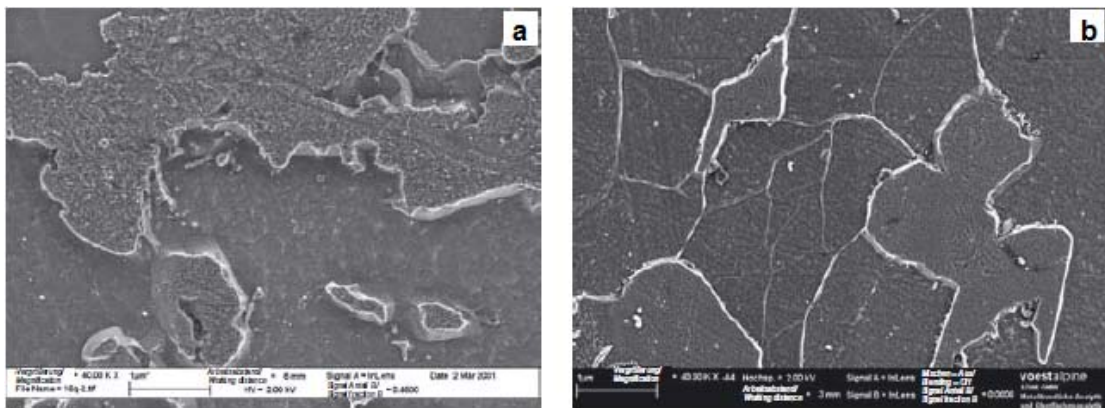
Fonte: Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Da mesma forma, as imagens obtidas por MEV da amostra do aço DP atacada com o reagente nital mostra que as regiões de ferrita sofreram erosão e as de martensita permanecem

intactas (na Figura 2.34 essas regiões aparecem em relevo), confirmando a ideia do modelo de ataque seletivo da ferrita e martensita.

A martensita de baixo teor de carbono ( $\sim 0,4\%$  C, em massa) mostra claramente um ataque, Figura 2.34a, na qual a diferença de profundidade entre as fases é mais pronunciada quando comparada à variedade de martensita de alto teor de carbono ( $\sim 0,8\%$  C, em massa), Figura 2.34b, apesar do tempo de ataque ser o mesmo.

Figura 2.34 - Aço DP - martensita em uma matriz ferrítica: ataque seletivo da fase com nital



(a) martensita com cerca de 0,4%C

(b) martensita com cerca de 0,8%C

Fonte: Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

### 2.2.1.1 Caracterização microestrutural de aços multifásicos utilizando o reagente de nital

Apesar de diferentes reagentes terem sido desenvolvidos, dois são mais frequentemente utilizados: nital e picral. O picral é geralmente utilizado com uma concentração de 4%, sendo utilizado como um reagente geral para perlita, bainita, martensita temperada, cementita e outros carbonetos. Ataca a interface entre as fases de ferrita e carboneto. O nital tem sido empregado em concentrações que variam de 0,5 - 10%, mas 2 - 3% são mais comuns (VANDER VOORT, 1999).

O reagente nital é utilizado com a finalidade de se realizar pré-ataque, removendo quaisquer pequenas deformações na amostra após o polimento. Para esse propósito, a concentração de 2% é empregada (LEUNIS et al, 2006).

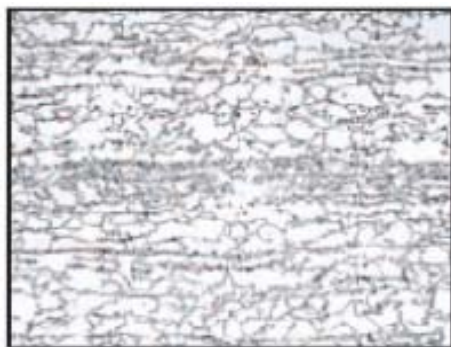
O nital é também utilizado para revelar os contornos de grãos da ferrita e constituintes. Entretanto, conforme a composição do material ou constituição microestrutural, este reagente responde de maneira distinta em cada grão atacado, dependendo das diferentes orientações

cristalográficas da estrutura. 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 este reagente (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004; SAMUELS, 2003; VANDER VOORT, 1999).

O tempo de ataque é, usualmente, determinado empiricamente e só pode ser estabelecido através da experiência do pesquisador. O controle do mesmo é importante na obtenção de uma imagem exata e nítida, que permita a visualização de detalhes da microestrutura do material (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; VANDER VOORT, 1999).

Leunis et al (2006) reportaram um experimento no qual quatro empresas siderúrgicas (Arcelor Research Industry Gent (OCAS NV), Corus, Arcelor Research SA (ARSA) e Voestalpine Stahl) deveriam atacar amostras de um aço DP600 com o reagente nital com o intuito de identificar os constituintes da mesma. O resultado pode ser observado na Figura 2.35.

Figura 2.35 - Aço DP600.



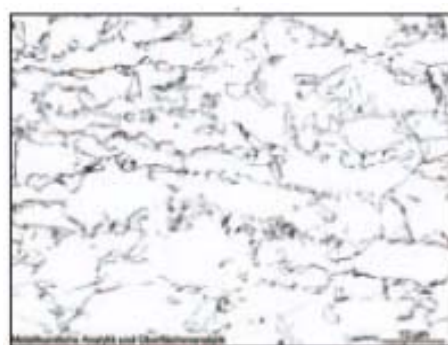
(a) reagente nital 2%, t=20s



(b) reagente nital 2%, t=15s;



(c) nital 5%, t=5s



(d) nital 2%, t=10s.

\* Imagens com diferentes aumentos (não especificados pelos autores).

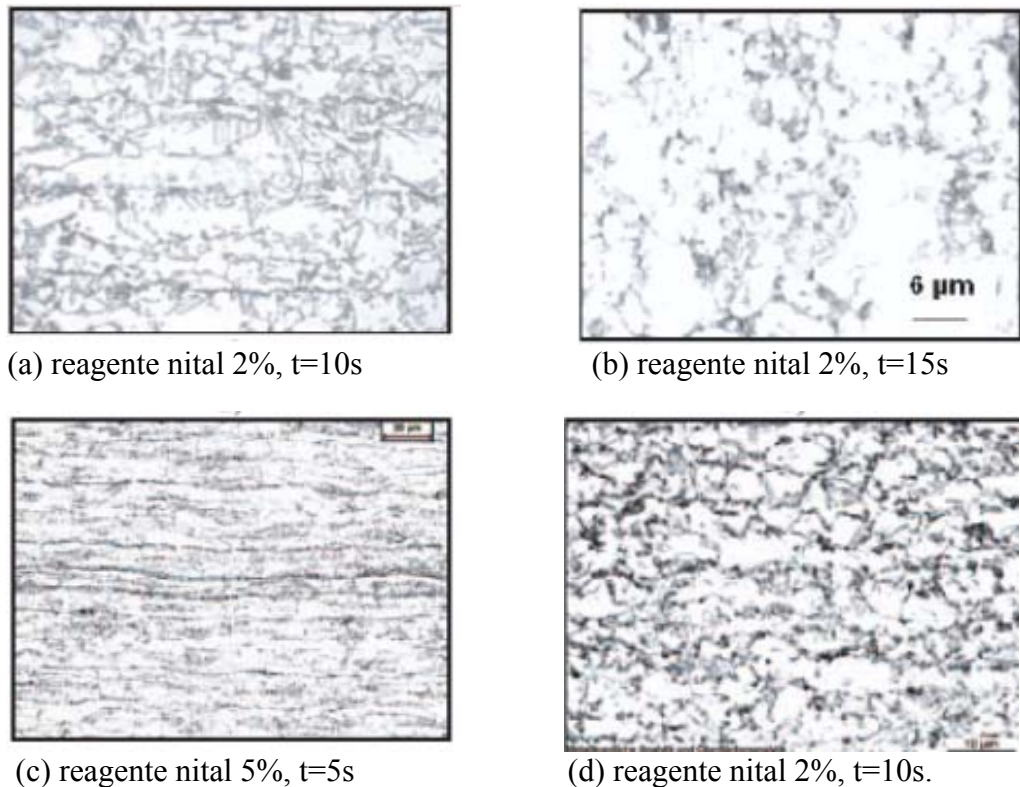
Fonte: Leunis et al. (2006).

Como pode ser notada, a escolha da concentração do reagente não foi unanimidade entre os pesquisadores, tampouco, o tempo de ataque considerado suficiente para identificação das fases presentes no material. Resultando em diferentes graus de ataque nas amostras do material analisado.

O mesmo experimento com amostras de aço TRIP 800 foi realizado, e o resultado indicado na Figura 2.36.

Nas Figuras 2.35 e 2.36 nota-se que os contornos de grãos foram atacados e o bandeamento da estrutura é visível. Os constituintes da segunda fase foram delineados, mas não é possível identificá-los. Não é possível distinguir entre austenita e martensita.

Figura 2.36 - Aço TRIP 800.



\* Imagens com diferentes aumentos (não especificados pelos autores).

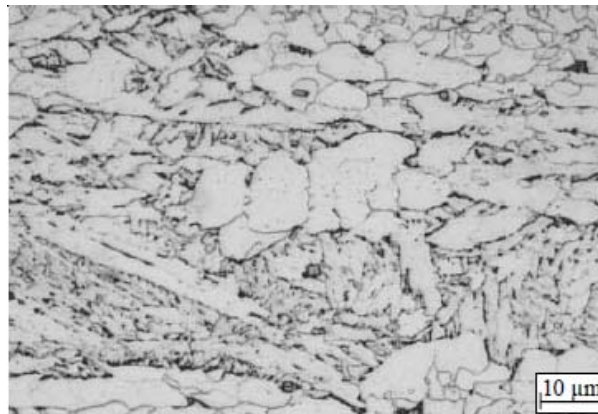
Fonte: Leunis et al. (2006).

De maneira geral, de acordo com Girault et al (1998), para os aços multifásicos que são geralmente compostos por mais de duas fases (formando uma microestrutura refinada), as aplicações de reagentes para ataque corrosivo, como o nital dificulta a diferenciação entre

ferrita e austenita retida, assim como entre martensita e bainita, como pode ser visualizado na Figura 2.37 publicada por Aarnts et al (2011).

De acordo com os autores, ao analisar a imagem, que apresenta a microestrutura de um aço *complex phase* atacado com o reagente nital, é possível apenas identificar regiões bainíticas baseados na aparência das partículas de cementita e ferrita acicular, mas a quantificação das fases pela análise das imagens é difícil.

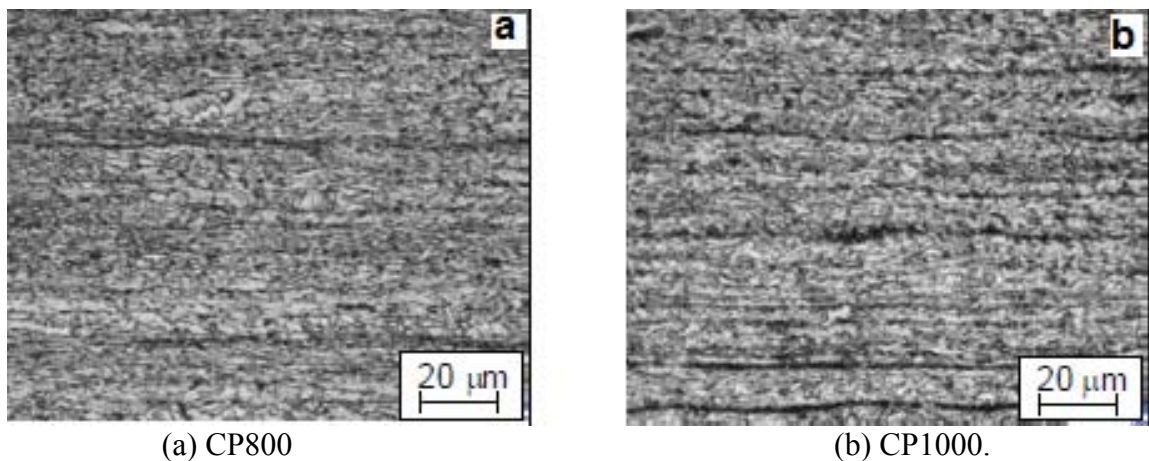
Figura 2.37 - Microscopia óptica de um aço CP, com 0,1% C (em peso), atacado com o reagente nital.



Fonte: Aarnts et al. (2011).

Aarnts et al (2011) ainda atacaram outros dois aços CP distintos com o mesmo reagente, Figura 2.38. De acordo com os pesquisadores, baseados nas imagens obtidas, os experimentos mostraram-se inadequado para quantificar as propriedades da matriz ferríticas e as características dos constituintes das fases secundárias.

Figura 2.38 - Microscopia óptica de aços CP atacados com o reagente nital.



(a) CP800

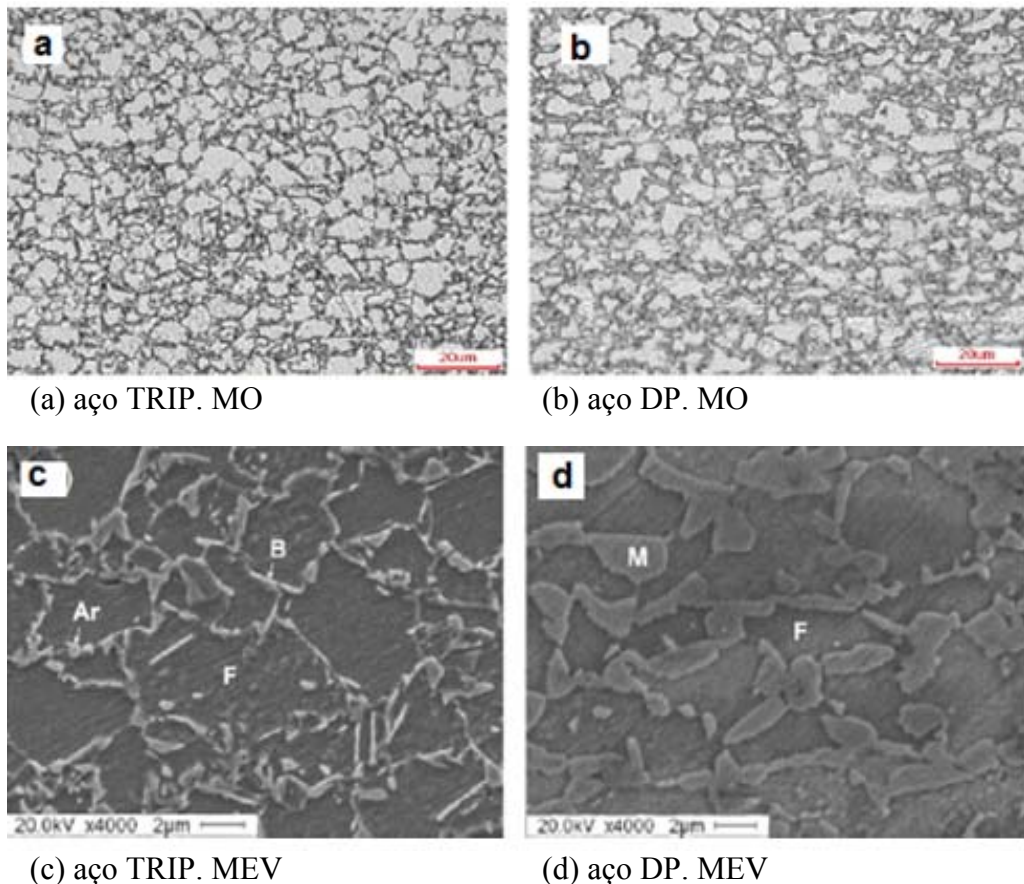
(b) CP1000.

Fonte: Aarnts et al. (2011).

Dificuldade similar também foi encontrada por He et al (2012) que, a fim de analisar os efeitos da taxa de deformação nos aços TRIP e DP, submeteram os materiais (antes e após a deformação), a ataque químico com o reagente nital 5% a fim de caracterizar o material e quantificar suas fases. Entretanto, como pode ser visto na Figura 2.39 (a; b), a imagem obtida por microscopia óptica (MO) não permitiu identificar as fases presentes nos aços com clareza. Para quantificar as fases presentes, os autores utilizaram microscopia eletrônica de varredura (MEV), Figura 2.39 (c; d), e ainda, espectrômetro de dispersão de energia.

Após as análises constataram que a microestrutura do aço TRIP era composta por 60,4% de ferrita (F), 10,1% de austenita retida (Ar) e 29,5% de bainita (B). E a microestrutura do aço DP era 60,8% de ferrita e 39,2% de martensita.

Figura 2.39 - Aços TRIP e DP. Ataque: reagente nital 5%.



Fonte: He t al. (2012) .

Do mesmo modo, Kubilay, Zeytin e Aydin (2008) analisaram três diferentes aços bifásicos submetidos a um tratamento de recozimento intercrítico a 785°C por 3 minutos. As composições das ligas são listadas na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 - Composições químicas das amostras analisadas (% em peso)

Material	Composição química [% em peso]									
	C	Mn	P	S	Si	Al	Cr	Mo	Zr	C <sub>Eq</sub>
S1	0,1	1,2	0,015	0,015	0,03	0,022	--	--	--	0,32
S2	0,08	1,35	0,045	0,005	0,35	0,02	0,7	--	--	0,66
S3	0,1	1,2	0,015	0,015	0,03	--	0,5	0,5	<0,1	0,51

Fonte: Kubilay; Zeytin; Aydin (2008)

Após a preparação das amostras metalográficas, as amostras foram atacadas com uma solução de nital 3% e o resultado é apresentado na Figura 2.40.

Figura 2.40 - Microestruturas das amostras atacadas com nital 3%.



(a) S1

(b) S2

(c) S3

Fonte: Kubilay; Zeytin; Aydin (2008)

De acordo com os autores, é facilmente notada ao se observar a Figura 2.40 que os contornos de grãos e todos os constituintes de segunda fase foram afetados pelo ataque químico e apresentam coloração escura. Como resultado, a fase martensítica não pode ser determinada precisamente.

Em seguida, os autores submeteram os materiais a ataques químicos com o reagente LePera, Figura 2.41. Segundo os pesquisadores, todas as partículas de segunda fase destes materiais são diferenciadas pelos tons mais claros (brancos).

Figura 2.41 - Microestruturas das amostras atacadas com reagente LePera



(a) S1

(b) S2

(c) S3

Fonte: Kubilay; Zeytin; Aydin (2008)

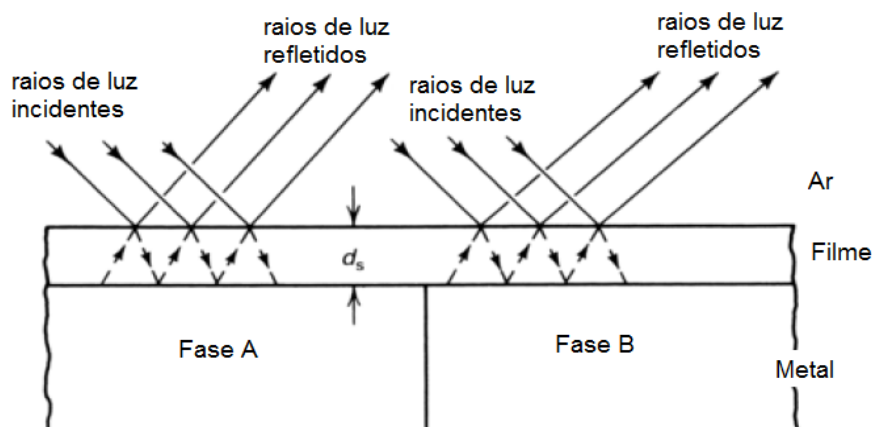
Com base nestes resultados, considera-se que para estimar a fração volumétrica das fases presentes, de maneira confiável, em aços multifásicos atacados com o reagente de nital, a análise por meio de microscopia ótica somente pode não ser suficiente, sendo necessário o emprego de outras técnicas de microscopia. Em contrapartida, os ataques químicos utilizando reagentes que permitem distinções dos constituintes da microestrutura em diferentes cores têm se mostrado mais eficazes na caracterização destes materiais, principalmente, no que concerne à estimativa das frações volumétricas dos constituintes de segunda fase.

### 2.2.2 Ataque por deposição química

A coloração das fases presentes na microestrutura do material pode ser produzida empregando métodos ópticos, iluminação em campo escuro, iluminação em luz polarizada e contraste de interferência diferencial (DIC). Há alguns ataques químicos padronizados que produzem imagens em escala de cinza no campo claro, mas quando visto com tonalidade de luz polarizada e sensível, produzem imagens coloridas (GIRAULT et al 1998; VANDER VOORT, 2004).

O contraste microestrutural também pode ser obtido pela formação de um fino filme na superfície da amostra. A luz incidente é parcialmente absorvida pelo filme e é repetidamente refletida na interface filme/amostra. Esse efeito óptico pode produzir a diferença de refletividade entre diferentes fases, Figura 2.42. Os raios refletidos podem também interferir uns com os outros e produzir contraste colorido (ASM, 2004).

Figura 2.42 - Representação esquemática do sistema de interferência formado entre ar-filme-metal



Fonte: Adaptado de Vander Voort (2004).

De acordo com a ASM (2004), na metalografia há diversos métodos para a formação de filmes na superfície da amostra: *heat tinting; color (tint) etching; anodizing; potentiostatic etching; vapor deposition; film deposition by sputtering*. Mas, de acordo com Girault et al (1998) e Vander Voort (2004), a principal forma de produção de micrografias coloridas é o uso de reagentes específicos para esse fim (*color etchants*).

De acordo com Angeli; Füreder; Kneissl (2006) e Vander Voort (2004) as soluções reativas quimicamente, quando em contato com superfícies metálicas, causam uma erosão a qual é retardada pela polarização. Se a solução reativa é escolhida de tal forma que o produto da reação não seja a da superfície metálica, então, resulta num filme depositado quimicamente sobre a superfície do material. Se este sistema químico é aplicado a dimensões microscópicas torna-se possível o contraste de diferentes componentes microestruturais por seus depósitos e a interferência de cores assim produzida.

Essas soluções de sais, principalmente metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) e metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), passaram a ser estudada a partir da década de 1950 (KILPATRICK; BENSCOTER; MARDER, 1971).

Os reagentes coloridos mais comuns são soluções aquosas de metabissulfito de sódio ou de potássio e/ou tiosulfato de sódio, ou seja, íons de metabissulfito ( $\text{S}_2\text{O}_5^{2-}$ ) e tiosulfato ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ) são os componentes ativos desses reagentes. Em soluções aquosas ou ácidas, os íons de metabissulfito e tiosulfato podem se decompor em dióxido de enxofre ( $\text{SO}_2$ ), sulfeto de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{S}$ ), enxofre (S) e hidrogênio ( $\text{H}_2$ ). A presença de enxofre e seus compostos favorecem a formação de íons de enxofre ( $\text{S}^{2-}$ ) que formam, juntamente com os íons do material analisado (Fe, Ni, Co, por exemplo), uma camada de sulfeto na superfície da amostra (ASM, 2004; BERHAHA, 1977; BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

De acordo com Beraha (1977), essa precipitação de sulfeto forma o que aparece como filmes ou matizes.

Para compreender o processo de ataque com esses reagentes coloridos, Kilpatrick; Bencoter; Marder (1971) utilizaram um espectrômetro de massa acoplado com microsonda iônica para determinar a natureza da película depositada sobre uma estrutura martensítica de uma liga de Fe-C por ataque colorido com bissulfito sódico de acetona ( $\text{C}_3\text{H}_7\text{NaO}_4\text{S}$ ).

Os resultados mostraram que o sódio estava presente em toda a película que recobria a amostra, possivelmente, como um sulfato. Ferro também foi encontrado como um traço de sulfato de ferro na camada exterior e, como óxido de ferro e sulfeto de ferro ao longo da formação da película. Desse modo, os pesquisadores cogitaram que esta película/filme seria

um depósito complexo de sulfato de sódio, óxido de ferro, e de sulfeto de ferro, com uma camada de superfície de sulfato de ferro.

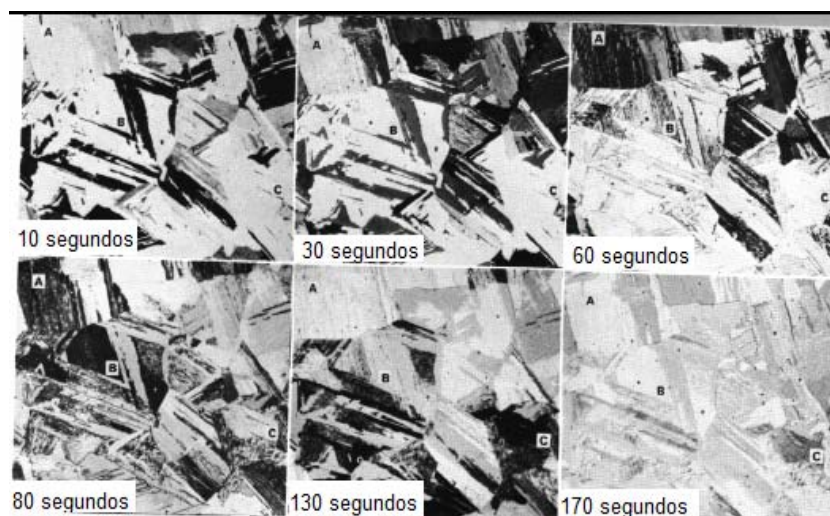
A fim de complementar a teoria que descreve a formação do filme de reagente sobre a amostra atacada, outros experimentos foram realizados e descritos pelos mesmos autores. Uma liga Fe-Ni foi atacada com metabissulfito de sódio a 35% e avaliada, sendo que no filme formado detectaram compostos de ferro e níquel combinados com enxofre e oxigênio.

Posteriormente, uma liga Fe-Mn temperada foi imersa em reagente Beraha I (3g  $K_2S_2O_5$ , 10g  $Na_2S_2O_3$  diluído em 100 mL de água destilada) e levada ao microscópio, onde foram tiradas fotomicrografias em intervalos de 5 segundos, Figura 2.43. O desenvolvimento de camadas complexas de sulfetos, óxidos e sulfatos foram observados.

Após 10 segundos, diversas áreas foram coloridas/matizadas rapidamente, mas outras permaneceram inalteradas. A estrutura fina da área A começou a ser colorida após 30 segundos. Após 60 e 80 segundos, as áreas B e C, respectivamente, foram coloridas. Após 130 segundos a amostra apresentou características de tempo de ataque excessivo.

Dessa forma, Kilpatrick; Bencoter; Marder (1971) concluíram que, aparentemente, o reagente utilizado para obter metalografia colorida é atraído para certas orientações mais rápido do que para outras. Como estas diferentes orientações são coloridas alternadamente, há o desenvolvimento de sulfeto, óxido e sulfato. Camadas se acumulam com o tempo de ataque, produzindo mudanças contínuas na cor ou sombreamento. Uma vez que diferentes orientações desenvolvem cores ou tons diferentes em diferentes momentos, devido às variações de espessura, há um tempo ótimo na qual todas as orientações são atacadas.

Figura 2.43 - Amostra atacada com reagente Beraha I

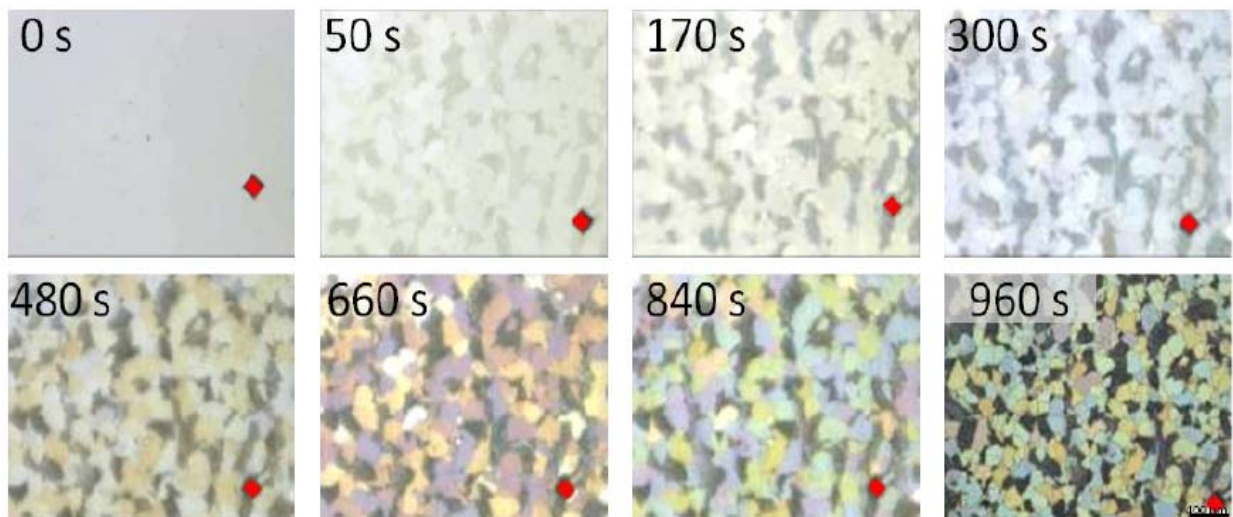


Fonte: Adaptado de Kilpatrick; Bencoter; Marder (1971).

Para melhor compreensão, comprovação das hipóteses levantadas por Kilpatrick; Bencoter; Marder (1971) e análise quantitativa do ataque realizado com o reagente Beraha, Britz; Hegetschweiler e Mücklich (2014) combinaram diferentes técnicas de microscopia em diferentes escalas e com diferentes mecanismos de contraste, correlativamente com EBSD (*electron backscatter diffraction*) para analisar amostras de um aço baixo carbono atacadas com o reagente Beraha, com o intuito de obter uma visão quantitativa sobre os mecanismos químicos presentes durante o ataque.

Por meio de testes que permitiram uma investigação do contraste em tempo real (*in-situ*), inicialmente, os autores comprovaram que a microestrutura do material é revelada "passo a passo", ou seja, o contraste da segunda fase do material seguida pela coloração da matriz, Figura 2.44.

Figura 2.44 - Amostra atacada com reagente Beraha I

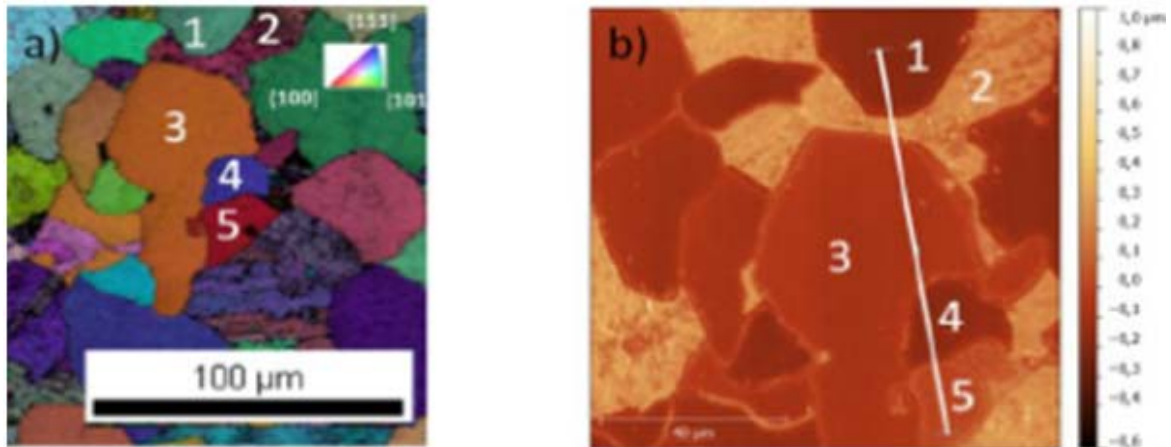


Fonte: Britz; Hegetschweiler; Mücklich (2014).

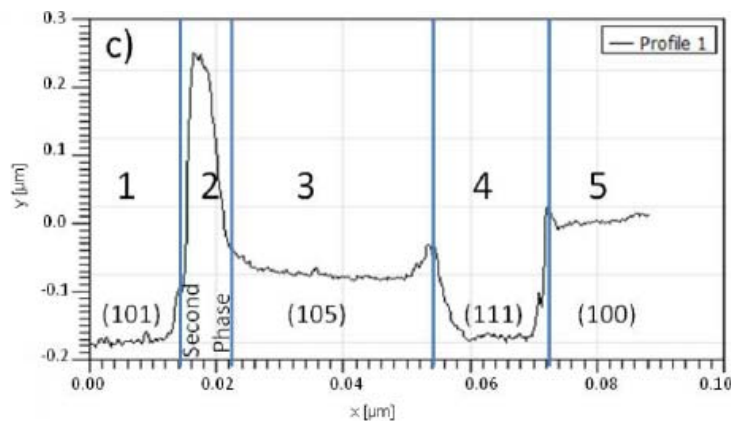
De acordo com os autores, a indentação (losango vermelho) nas imagens garante que as micrografias são de uma mesma região da amostra analisada.

Os correlativos resultados obtidos por difração de elétron retroespalhado (EBSD - *Electron Backscatter Diffraction*) e microscopia de força atômica (AFM - *Atomic Force Microscopy*) permitiram avaliar a dependência entre a orientação dos grãos e a espessura da camada formada. Na Figura 2.45a é possível observar a imagem de uma amostra sem ataque químico, as diferentes colorações indicam as direções cristalográficas dos grãos.

Figura 2.45 - Amostra antes e após ser atacada com reagente Beraha I



(a) mapa de EBSD (IQ+IPF) antes do ataque (b) mapa de relevo obtido por AFM após o ataque



c) perfil do relevo ao longo da linha branca em (b)

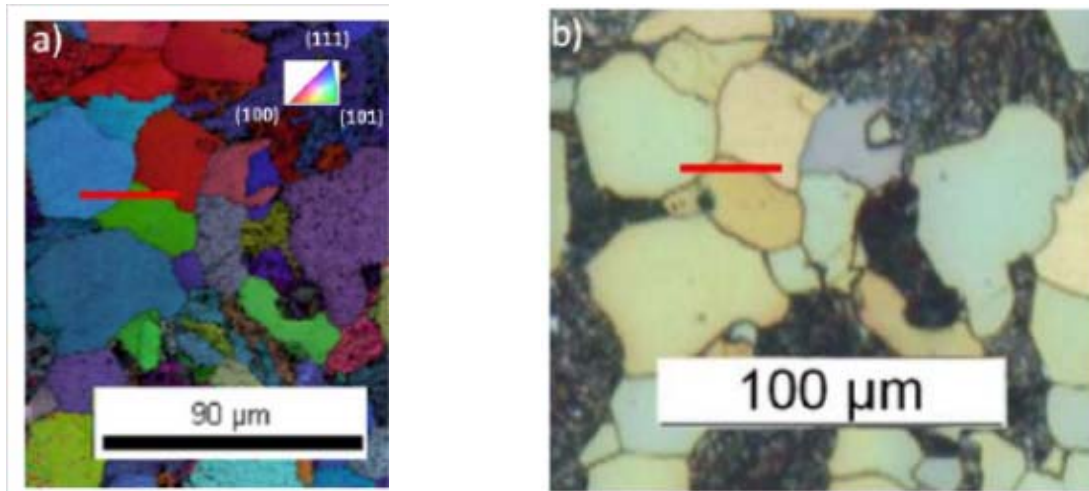
Fonte: Britz; Hegetschweiler; Mücklich (2014).

Após o ataque com o reagente Beraha, a mesma região da amostra é representada na Figura 2.45b, na qual é possível notar diversas tonalidades devido a diferentes profundidades, Figura 2.45c, causadas tanto pela corrosão ocorrida durante o ataque químico quanto pela deposição de camadas que formam o filme de reagente sobre a amostra atacada.

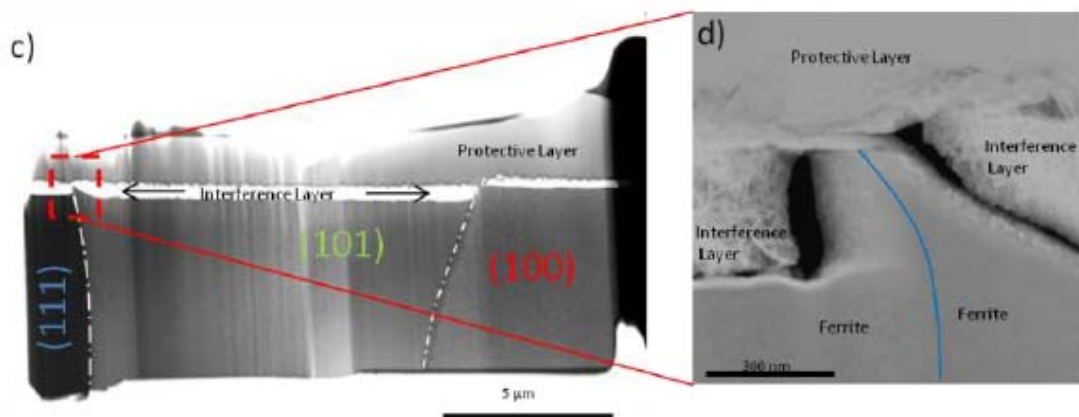
Pela análise da Figura 2.45c pode-se observar que os grãos da matriz do material apresentaram corrosão em diferentes graus, sendo que os grãos de direções [101] e [111] apresentaram resultados semelhantes. Aparentemente, o constituinte de segunda fase apresentou menor erosão e uma camada de deposição de reagente.

A fim de realizar um estudo complementar da camada formada pelo reagente Beraha foram realizadas análises adicionais utilizando feixes de íons focalizados (FIB - *Focused Ion Beam*) e os resultados podem ser vistos na Figura 2.46.

Figura 2.46 - Microscopia da amostra atacada.



(a) mapa de EBSD (IQ+IPF) antes do ataque (b) mapa de relevo obtido por AFM após o ataque;



c) imagem obtida por STEM

d) imagem obtida por STEM de um contorno de grão (linha azul) na camada/linha de interferência.

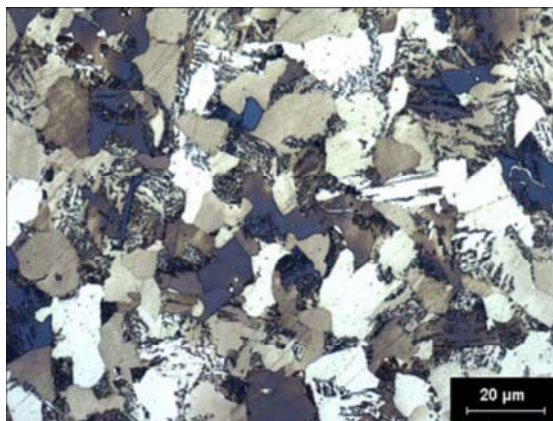
Fonte: Britz; Hegetschweiler; Mücklich (2014).

Na Figura 2.46c é possível constatar que os grãos de direções [101] e [111] possuem erosão/corrosão similares, além disso, sob os mesmos há camadas do filme de reagente depositado (*interference layer*). O grão de direção [100] possui menor erosão e uma camada de filme menos espessa.

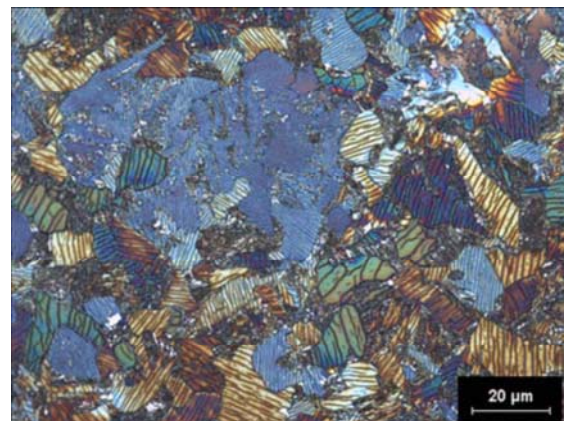
Comprova-se a partir destes resultados que o reagente utilizado para obter metalografia colorida realmente é atraído para certas orientações mais rápido do que para outras.

Kilpatrick; Benscoter; Marder (1971) também constataram que, enquanto a amostra permanece na solução, as camadas continuam a se acumular até que se tornem tão espessas que a imagem do material analisado parece lavada (desbotada), com a mesma coloração em toda a sua superfície, como pode ser observado na imagem obtida por Vurobi Júnior (2007), Figura 2.47d. Com o aumento do tempo de imersão da amostra de um aço SAE 4118HM no reagente Beraha I, o pesquisador relatou que a coloração dos grãos de ferrita variou em função do tempo de ataque até o momento em que o filme tornou-se espesso, de modo que os grãos apresentaram a mesma coloração, Figura 2.47.

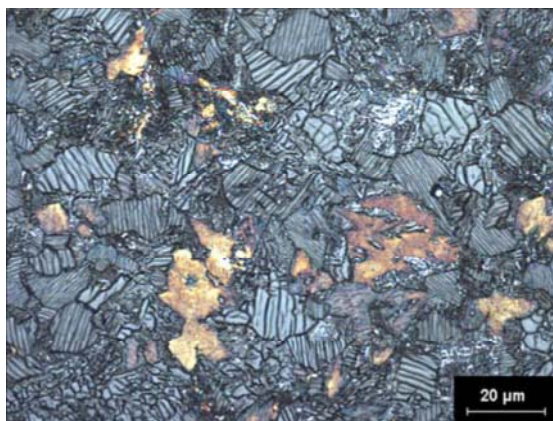
Figura 2.47 - Micrografias do aço SAE 4118HM, atacado durante diferentes intervalos de tempo com o reagente Beraha I.



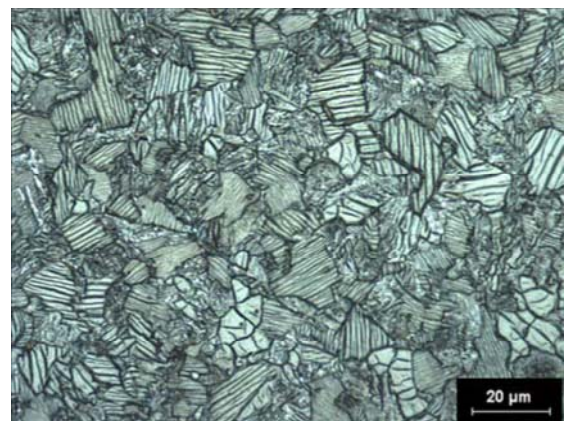
(a) 1 min



(b) 4min



(c) 10 min

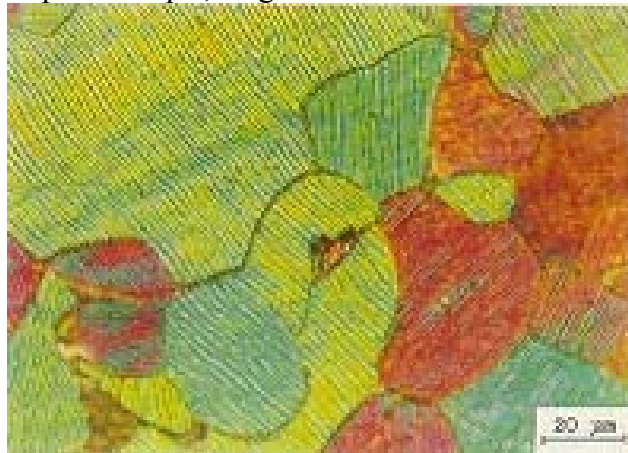


(d) 15 min

Fonte: Vurobi Júnior (2007).

Além disso, outro efeito do tempo prolongado de imersão é a formação de linhas de ataque nos grãos de ferrita, como mostra as Figuras 2.47d e 2.48. Nota-se que os padrões das linhas são claramente distinguidos nos grãos de ferrita (RAY; DHUA, 1996).

Figura 2.48 - Formação de linhas de ataque nos grãos de ferrita de um aço baixo carbono, devido ao prolongado tempo de ataque, reagente: Beraha



Fonte: Ray; Dhua (1996).

De acordo com Ray e Dhua (1996), observações microscópicas a elevadas resoluções indicam que estas linhas são causadas por micro trincas geradas no filme, devido ao excessivo aumento na sua espessura. A ocorrência destas linhas em certas direções para cada grão de ferrita está possivelmente relacionada com a orientação cristalográfica dos grãos (VUROBI JÚNIOR, 2007).

Dessa forma, pode-se afirmar que o efeito da coloração do ataque formando depósitos é essencialmente dependente da espessura do filme formado. Em conformidade com esta espessura, os seguintes espectros de cores são esperados: amarelo (cerca de 45 nm), vermelho (cerca de 55nm), violeta (cerca de 60 nm), azul (cerca de 70nm) até marrom (maior do que 70 nm) (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; SZABÓ; KARDOS, 2010).

Geralmente, um tempo de ataque de 15 a 30 segundos é usado. No entanto, o pesquisador deve determinar o tempo correto com base na composição do aço e o tipo de microestrutura sendo revelado. É aconselhável a utilização de um curto período de tempo, porque repetir o ataque é mais fácil do que repolir uma amostra super atacada (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; GIRAULT et al, 1998).

#### 2.2.2.1 Principais reagentes empregados para obtenção de metalografia colorida

De acordo com Vander Voort (2004), diferentes versões de *tint etch* para caracterização de aços e ferros fundidos são referenciadas na prática, como por exemplo: metabissulfito de sódio, Klemm, Beraha e LePera, Quadro 2.4.

Quadro 2.4 - Reagentes para ataque micrográfico, suas composições e indicações

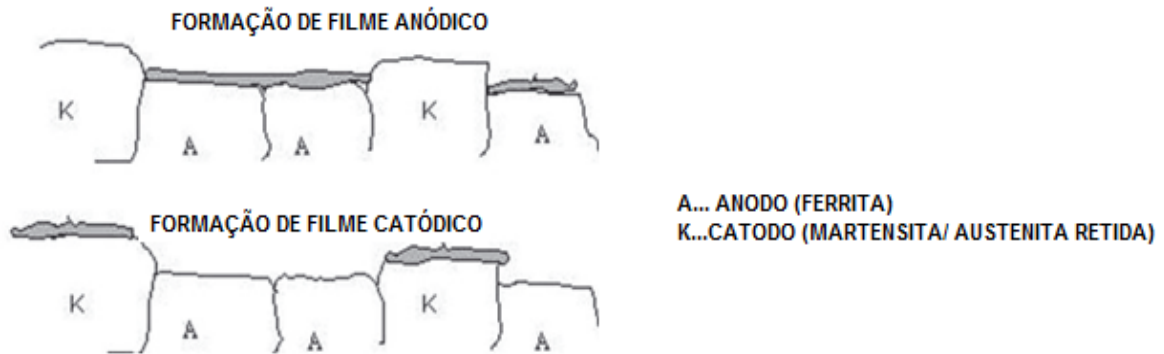
Reagente	Composição	Indicações
Klemm	Solução aquosa saturada de tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 1 g de metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )	Colore a ferrita. Revela segregação de fósforo. Útil para destacar carbonetos em matriz ferrítica
Beraha I	100 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) 10g de tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 3g de metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )	Colore ferrita, martensita e bainita.
Beraha II	<b>Solução I:</b> 800 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) 400 mL de ácido clorídrico ( $\text{HCl}$ ) 48 g bifluoreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ )  Para uso, adicionar a 100 mL da solução I, 1-2g de metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) antes do ataque.	Aços inoxidáveis. Aços inoxidáveis duplex.
Metabissulfito de potássio	800 mg de metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) 100 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ )	Colore diferentemente ferrita e perlita. Uso em aços bifásicos ou multifásicos.
Metabissulfito de sódio	8-15 g de metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) 100 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ )	Diferencia ferrita e martensita.
LePera	<b>Solução I:</b> 1 g metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) 100 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) <b>Solução II:</b> 100 mL etanol 4 g ácido pícrico ( $(\text{C}_6\text{H}_2)_3(\text{NO}_2)\text{OH}$ ) Misturar 1:1	Diversas aplicações em aços bifásicos, multifásicos.

Fonte: Adaptado de Bramfitt; Benschoter ( 2006).

Esses reagentes têm sido classificados como anódicos, catódicos ou sistemas complexos dependendo da natureza do filme precipitado (ASM, 2004). Geralmente, são utilizados à temperatura ambiente, no entanto, alguns reagentes são aquecidos para se obter melhores resultados (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

Baseando-se nesses princípios e em estudos anteriores apresentados na seção 2.2.2, Angeli; Füreder; Kneissl (2006) propuseram um modelo para ataques anódicos e catódicos envolvendo depósitos em materiais multifásicos, Figura 2.49.

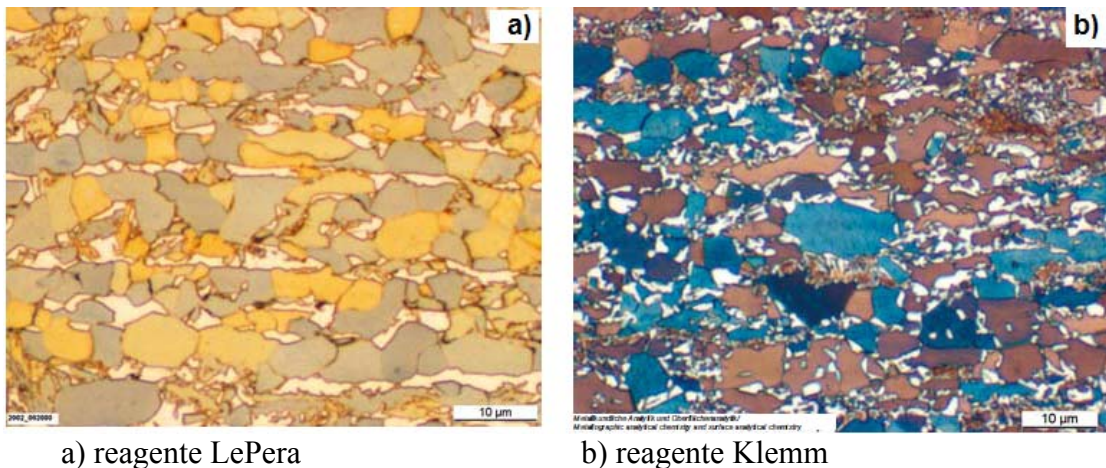
Figura 2.49 - Modelo de ataque anódico e catódico em um aço multifásico envolvendo depósitos de reagente



Fonte: Adaptado de Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Os pesquisadores observaram que em diferentes amostras de um aço TRIP atacadas com os reagentes LePera e Klemm, Figura 2.50, há a coloração das áreas ferríticas (anódicas) devido à formação de um fino filme de depósito de sulfeto e as áreas de martensita/austenita residual não são coloridas, por não ocorrer depósito de sulfeto sobre essas regiões, sendo visualizadas como um componente microestrutural branco/claro quando a superfície do material for analisada com o auxílio de microscopia óptica. A fase bainítica, e ferrita bainítica, encontram-se entre esses potenciais e são notadas pela coloração em tom marrom.

Figura 2.50 - Aço TRIP



a) reagente LePera

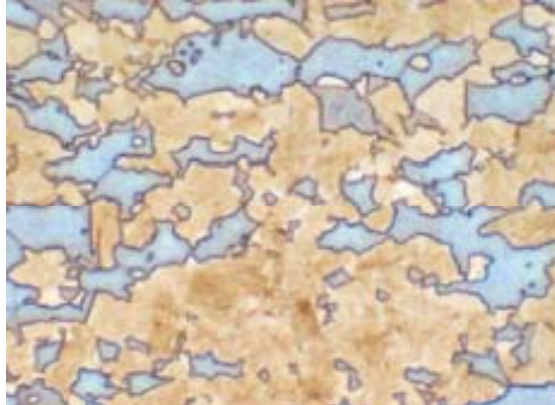
b) reagente Klemm

Fonte: Adaptado de Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Quando amostras de aço DP, compostas de ferrita e martensita com teor de carbono de cerca de 0,4 % em massa, foram atacadas com reagente LePera, as regiões anódicas (ferrita)

tornaram-se azul, mas as regiões de martensita não seguiram o modelo de formação de depósito, como pode ser verificado na Figura 2.51

Figura 2.51 - Aço DP atacado com o reagente LePera



Fonte: Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

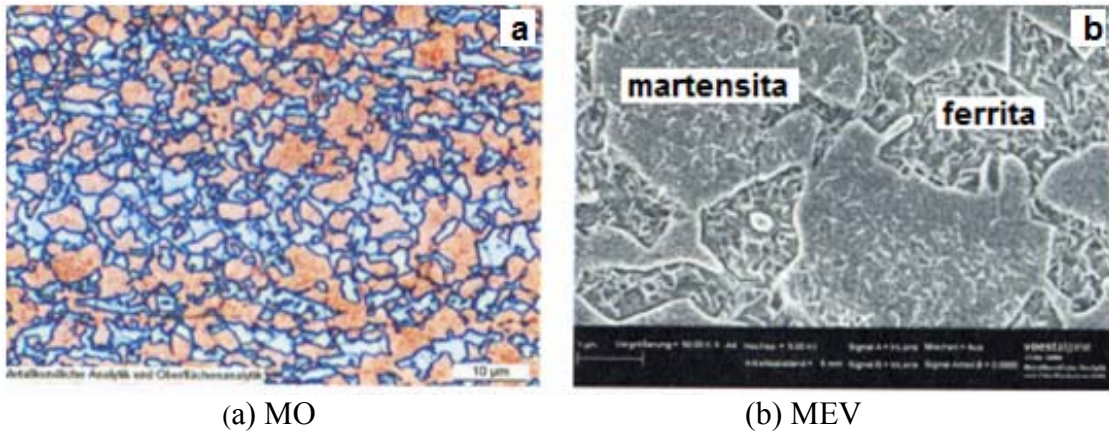
A Figura 2.51 apresenta uma imagem com uma porcentagem muito grande da fase martensítica (superior a 50% em volume). No entanto, a fase (catódica) martensítica não apresenta tonalidade clara/brilhante como era esperado, mas assume um aspecto acastanhado, não colorido homogeneamente.

Esclarecimentos adicionais a este fato foram publicados por Füreder et al (2010). Os pesquisadores publicaram um estudo a fim detalhar os fundamentos de ataques utilizando o reagente LePera, no qual um aço DP, cujas fases são ferrita e martensita de baixo teor de carbono, foi atacado com o reagente e analisado com o auxílio de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

Como observado na Figura 2.52a, a ferrita pode ser identificada com tons de azul e a martensita de baixo carbono em tons de marrom claro. Na imagem obtida por MEV é possível identificar a formação de filme em ambas as fases da microestrutura. Entretanto, a formação de filme na fase martensita é muito menos pronunciada do que na fase ferrita.

Na Figura 2.52b também se observa a remoção de fases, ou seja, a dissolução seletiva do material, conforme mencionado por Angeli, Füreder, Kneissl (2006).

Figura 2.52 - Aço TRIP - Imagens do efeito do ataque com LePera



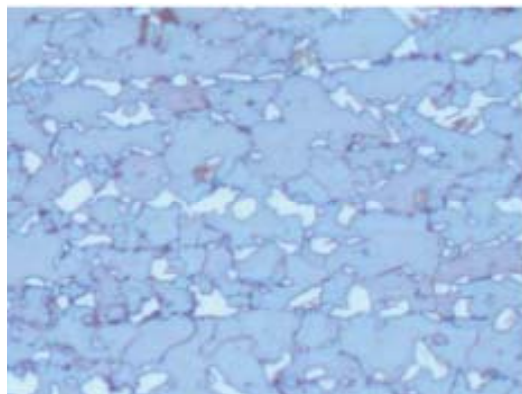
Fonte: Adaptado de Füreder et al. (2010).

Portanto, para o contraste da imagem deste material atacado com LePera obtida por microscopia óptica, a formação de filme e essa remoção provavelmente contam em igual proporção.

Quando comparada as imagens, pode-se visualizar o efeito da formação de filme e a influência da espessura do mesmo na coloração da imagem obtida em microscopia óptica.

Angeli, Füreder, Kneissl (2006) analisaram ainda uma variante do aço DP, na qual o teor de carbono na martensita foi determinado em cerca de 0,80% em massa, Figura 2.53. As ilhas de martensita apresentam coloração branca e a ferrita, tons de azul. Este aspecto corresponde ao ideal do modelo concebido para ataque com solução anódica com deposição de acordo com LePera.

Figura 2.53 - Aço DP atacado com o reagente LePera



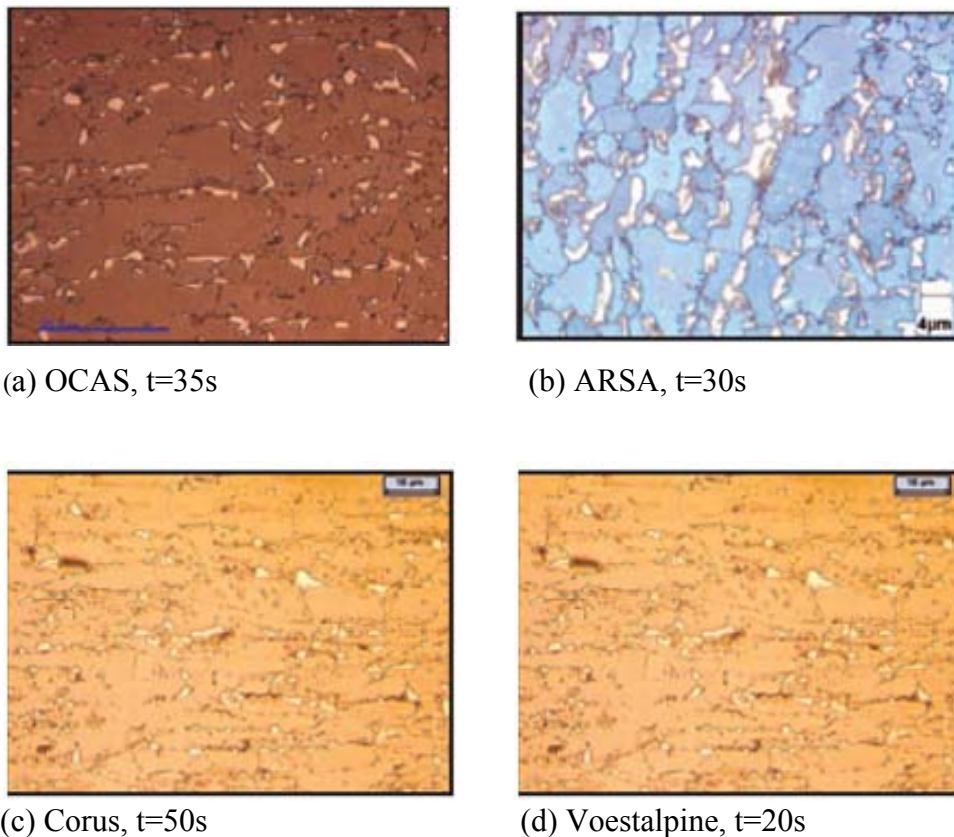
Fonte: Angeli; Füreder; Kneissl (2006).

Quanto mais alto o teor de carbono, obviamente, não causa ataque significativo à fase martensita. Portanto, o procedimento de ataque com LePera atua em alto teor de carbono da martensita (a partir de aproximadamente 0,6% em massa) como um procedimento de deposição anódica e se o conteúdo mais baixo (inferior a 0,6% em massa) é bem possível que a martensita de baixo teor de carbono sofra um ataque seletivo, causando assim uma ligeira coloração.

Outras relevantes discussões estão sendo realizadas acerca dos resultados obtidos e suas interpretações, quando da utilização desses reagentes destinados à obtenção de metalografias coloridas, como ilustrado na Figura 2.55.

A Figura 2.54 mostra a microestrutura de amostras de um mesmo aço DP600 após ataque com o reagente LePera realizado por quatro diferentes empresas siderúrgicas: Arcelor Research Industry Gent (OCAS NV), Corus, Arcelor Research SA (ARSA) e Voestalpine Stahl. É possível observar que as colorações diferem entre si. Esse fato poderia ser explicado devido ao tempo de ataque, aos ajustes da câmera, etc (LEUNIS et al, 2006).

Figura 2.54 - Aço DP600 atacado com reagente LePera



Nota-se que através dessas imagens podem-se identificar as fases: azul/marrom - matriz ferrítica; marrom - bainita/perlita; branco - martensita/austenita retida. Não é possível distinguir entre martensita e austenita e entre os diferentes tipos de bainita.

A quantificação das fases presentes nestas amostras foi realizada pelas empresas e os resultados são apresentados no Quadro 2.5.

Quadro 2.5 - Resultados da quantificação das fases presentes no aço DP600

Empresa	Reagente	Fases				
		Ferrita	Bainita	Martensita	Austenita	Perlita Globular
OCAS	LePera	93 ± 1		7 ± 1		
	Nital+Klemm			8 ± 1		
	Nital+Bisulfito de sódio	76 ± 3	21 ± 2			
	Total	<b>93</b>		<b>7</b>		
ARSA	LePera	83	5	13		
	Bisulfito de sódio+Klemm				2	
	Picral+Bisulfito de sódio			9		
	Total	<b>84</b>	<b>5</b>	<b>9</b>	<b>2</b>	
Corus	LePera	84		6		10
	Nital+Klemm	82			8	
	Total	<b>83</b>		<b>7</b>		<b>10</b>
Voestalpine	LePera - ponto		1	6		
	LePera-linear		1	7		
	Total	<b>93</b>	<b>1</b>	<b>6</b>		

Fonte: Leunis et al. (2006).

Nota-se que a fim de estimar a fração volumétrica de todas as fases presentes neste material, as empresas optaram por realizar outros ataques químicos utilizando outros reagentes além do LePera, visando tornar a quantificação mais simples e confiável. O Quadro 2.5 apresenta uma síntese destes resultados.

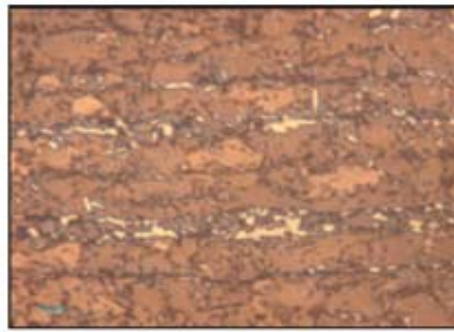
Além de resultados diversos encontrados na quantificação das fases presentes, diferentes resultados também foram obtidos no que concerne à interpretação e identificação destas fases, conforme pode ser observado no Quadro 2.5. Dessa forma, a repetibilidade dos ataques utilizando reagente colorido tornou-se difícil.

Amostras do aço TRIP800 também foram atacadas e novamente a coloração das imagens apresentada por todos os pesquisadores foi totalmente distinta, Figura 2.55.

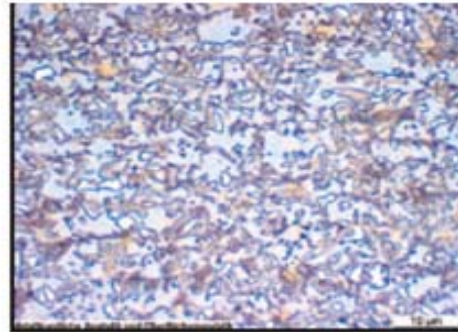
Para o ataque de aços TRIP com LePera, os pesquisadores afirmam que o tom azul/marrom claro / laranja representa a matriz ferrítica; marrom escuro/preto - perlita/bainita; branco/amarelo - martensita/ austenita retida. Uma questão sem solução para o autor da imagem 2.56b é a cor marrom clara/laranja na fase ferrita.

A interpretação e identificação das fases presentes no aço TRIP800 não foi consenso entre os pesquisadores, como é possível observar no Quadro 2.6. A estimativa de fração volumétrica do constituinte martensita/austenita retida, bem como, da bainita apresentaram notável diferença.

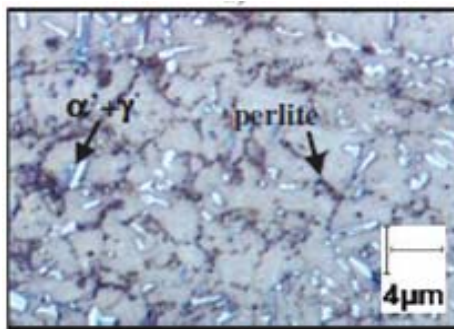
Figura 2.55 - Aço TRIP800 atacado com reagente LePera.



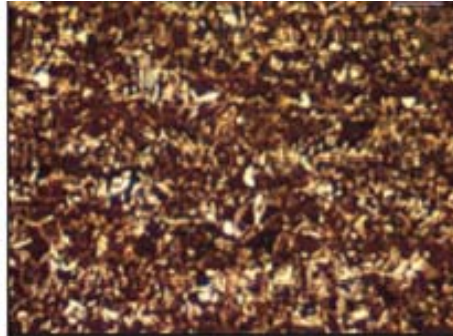
(a) OCAS, t=15s



(b) ARSA, t=20s;



(c) Corus, t=30s



(d) Voestalpine, t=50s

Fonte: Leunis et al. (2006).

A identificação e quantificação das fases presentes nestas amostras foi realizada pelas empresas e os resultados são apresentados no Quadro 2.6.

A impossibilidade de distinguir entre martensita e austenita retida em amostras de aços multifásicos atacadas com o reagente LePera torna necessário realizar ataques com outros reagentes ou adotar diferentes técnicas para a quantificação dessas fases. Como pode ser observado no Quadro 2.6, os pesquisadores empregaram outros reagentes e técnicas para identificação e quantificação das fases presentes no aço.

Quadro 2.6 - Resultados da quantificação das fases presentes no aço TRIP800

Empresa	Reagente	Fases				
		Ferrita	Bainita	Perlita	Martensita	Austenita
OCAS	LePera	79 ± 3		18 ± 3		4 ± 2
	Nital+Klemm			17 ± 3		6 ± 1
	Nital+Bisulfito de sódio			19 ± 4		
	Total	<b>79</b>		<b>17</b>		<b>4</b>
ARSA	Nital	81				
	LePera			12		7
	Klemm					6
	Total	<b>81</b>		<b>12</b>		<b>7</b>
Corus	LePera		86			14
	Nital+Klemm			93		7
	Total		<b>86</b>		<b>7</b>	<b>7</b>
Voestalpine	LePera - ponto			11		2
	LePera-linear			5		3
	Nital+Klemm - ponto			5		4
	Nital+Klemm - linear					5
	Nital+Klemm - KS400					4,38
	Total	<b>88</b>		<b>7</b>		<b>5</b>

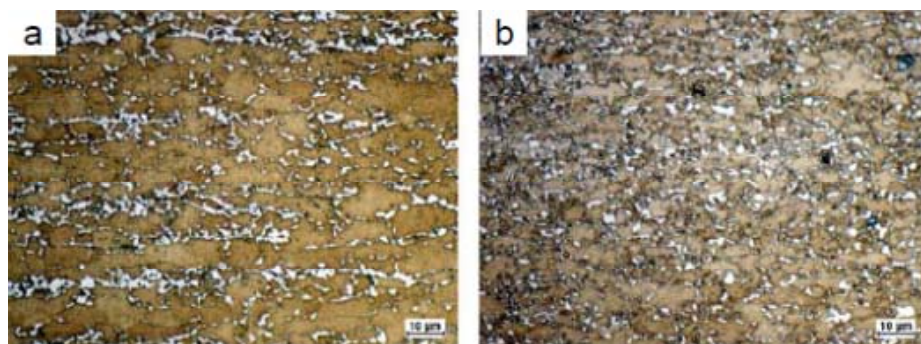
Fonte: Leunis et al. (2006).

Devido à dificuldade na distinção dessas fases quando realizados ataques com reagente LePera, a fração volumétrica da austenita retida é em muitos casos negligenciada, de acordo com Kang et al (2013).

Kang et al (2013) publicaram um estudo no qual estimam a fração volumétrica em aços DP através de técnicas de caracterização microscópica e análise dilatométrica. Para a caracterização, as amostras foram atacadas com o reagente LePera, Figura 2.56.

A fase ferrita aparece em tons de marrom, martensita e austenita retida apresentam coloração branca e a bainita é preta. Quanto à quantificação dos constituintes, os autores consideraram a fase branca como martensita, apesar de incluir porcentagem da fase austenita retida.

Figura 2.56 - Aços DP atacados com o reagente LePera



Fonte: Kang et al. (2013).

Outra consideração relacionada à coloração foi descrita por Girault et al (1998). Quatro diferentes composições de aços assistidos pelo efeito TRIP, Quadro 2.7, foram atacadas com o reagente LePera e analisadas.

Quadro 2.7 - Composições químicas (% em peso) dos aços estudados

Aço	C	Si	Mn	P	S	Sol. Al	N
a	0,11	1,50	1,53	0,008	0,006	0,043	0,0035
b	0,27	1,40	1,40	0,010	0,008	0,039	0,0080
c	0,12	0,78	1,51	0,010	0,006	0,039	0,0035
d	0,18	0,39	1,30	0,020	0,010	0,029	0,0070

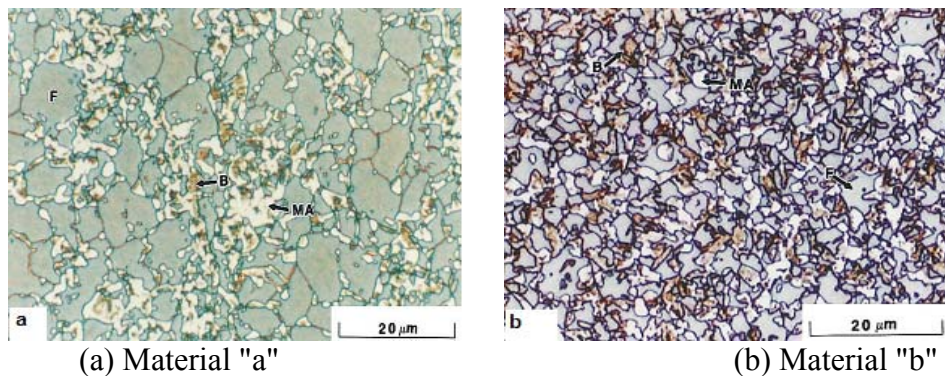
Fonte: Girault et al. (1998).

Os materiais foram laminados a quente e a frio em espessuras entre 0,8 e 1,0 milímetros de acordo com rotas de processamento clássicas para obter típicas microestruturas multifásicas. E então foram realizados ataques com o reagente LePera (30 ± 2mL de metabissulfito de sódio 1% e 30 ± 2mL de ácido pícrico 4%). As amostras foram então imersas na mistura e mantidas ali entre 10 e 20s.

Os autores notaram que em alguns casos, o aspecto das superfícies atacadas pode ser bastante sensível em relação à quantidade das duas soluções que foram misturadas. Se toda a superfície aparecer em tons de azul, isto significa que a mistura requer uma proporção ligeiramente maior de ácido pícrico (dentro dos intervalos especificados no procedimento). Se, pelo contrário, todos os grãos apresentam uma cor marrom, uma pequena adição de metabissulfito de sódio é necessária.

Os resultados dos ataques realizados podem ser observados nas Figuras 2.57 e 2.58.

Figura 2.57 - Microscopia óptica de aços após ataque com o reagente LePera



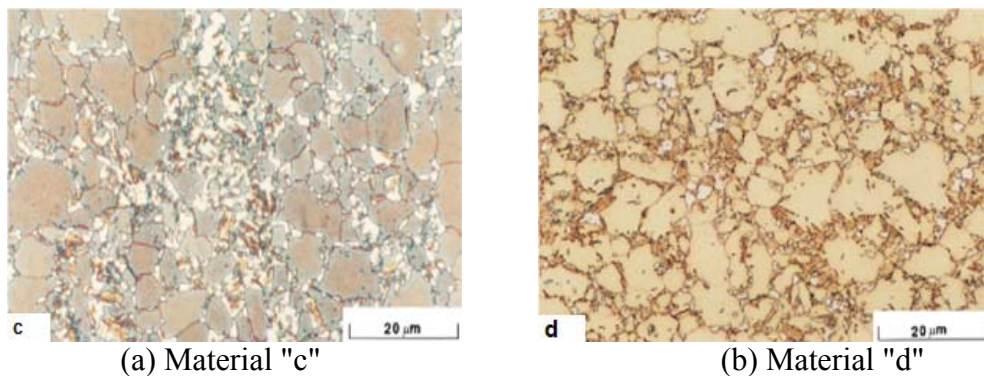
Fonte: Girault et al. (1998).

A Figura 2.57 ilustra as microestruturas dos aços (a) e (b) em que a ferrita aparece como azul esverdeada, a bainita possui tom marrom, austenita retida e martensita são brancas.

Outra observação dos autores foi de que a composição química dos aços afeta a intensidade das cores apresentadas na imagem das superfícies atacadas. Um aço de alta liga (b), Figura 2.57b, exibe tonalidades mais contrastadas. A quantidade de carbono e silício tem uma influência substancial sobre a cor da matriz ferrítica.

Pode ser observado nas Figuras 2.57 e 2.58 que a ferrita muda gradualmente de azul para marrom quando o teor de carbono e silício diminui.

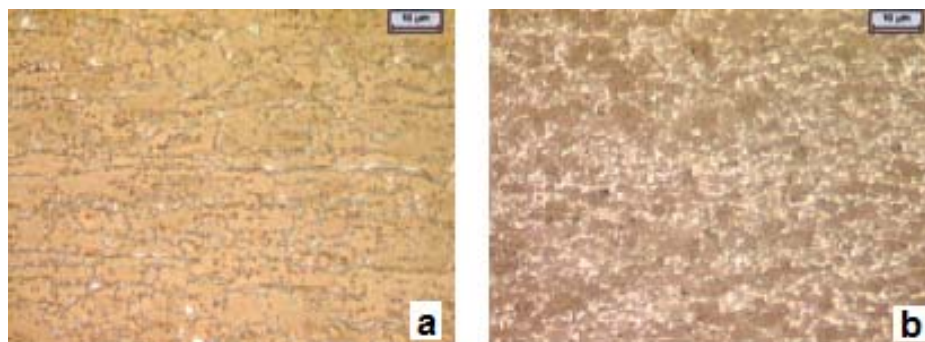
Figura 2.58 - Microscopia óptica dos aços (c) e (d)



Fonte: Girault et al. (1998).

Experimentos realizados pela siderúrgica Corus confirmam a influência dos elementos de liga na variação de intensidade da coloração obtida após ataque com o reagente LePera. A Figura 2.59 ilustra um exemplo desse efeito. Na imagem há dois aços DP com diferentes composições químicas, que foram embutidos em uma mesma amostra e submetidos a condições idênticas de ataque (LEUNIS et al, 2006).

Figura 2.59 - Aços DP com diferentes composições químicas atacados com reagente LePera



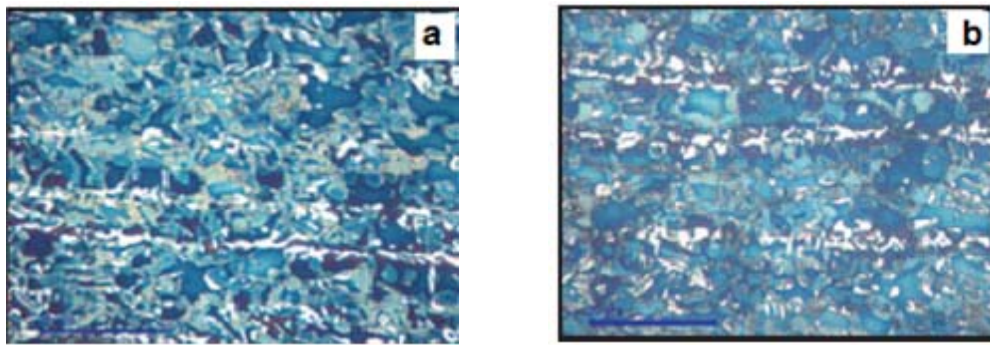
Fonte: Leunis et al. (2006).

Na Figura 2.59a, um aço DP baseado no cromo como maior elemento de liga e na Figura 2.59b, o maior teor é o do elemento de liga molibdênio. A micrografia da esquerda apresenta uma microestrutura atacada de forma adequada, sendo possível distinguir os seus constituintes, enquanto que a da direita mostra uma microestrutura super atacada.

Considerações sobre a realização ou não de pré-ataque também tem sido realizadas. De acordo com Vander Voort (1999), o emprego de pré-ataque frequentemente contribui para a obtenção de imagens mais nítidas.

Imagens obtidas por pesquisadores da Arcelor Research Industry Gent (OCAS NV), Figura 2.60, mostram um aço TRIP800 atacado com o reagente Klemm com e sem o emprego de pré-ataque com o reagente nital 2% (LEUNIS et al, 2006).

Figura 2.60 - Aço TRIP800.



a) ataque: reagente Klemm

b) pré-ataque: nital,  
ataque: reagente Klemm.

Fonte: Leunis et al. (2006).

Em ambas as imagens, a fase ferrítica é revelada pelos tons de azul; bainita/perlita aparecem em marrom/preto e as fases martensita/austenita retida, em branco. Nota-se, portanto, que com ou sem a realização de pré-ataque não é possível identificar isoladamente a fase martensita ou austenita retida. E, segundo os autores, o pré-ataque com nital não modifica as colorações das fases, somente acentua os contornos de grãos.

Modificações e variantes do reagente LePera, muitas envolvendo diferentes proporções das soluções I (metabissulfito de sódio 1%) e II (picral 4%) no ataque final também estão sendo estudadas (COLPAERT, 2008).

Pesquisadores da siderúrgica Corus investigaram os efeitos de alguns parâmetros de ataque com LePera na qualidade das imagens obtidas, devido a inconsistências e dificuldades associadas com a repetibilidade de resultados durante estudos realizados pela empresa

(LEUNIS et al, 2006). Entre essas avaliações, diversas variações baseadas na composição do reagente LePera padrão foram utilizadas para atacar o aço TRIP800. Optou-se por alterações na concentração da solução I e variação do tempo de ataque, Tabela 2.7.

Tabela 2.7 - Características das diversas composições de reagentes LePera testadas

Tentativa	Pré-ataque	Tempo de pré-ataque [s]	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> [g/50mL]	Picral 4% [mL]	Tempo de ataque [s]
1	Nital 5%	5	0,50	50	50
2	Nital 5%	5	0,50	50	15
3	Nital 5%	5	0,50	50	25
4	Nital 5%	5	0,50	50	80
5	Nital 5%	5	0,50	50	120
6	Nital 5%	5	0,25	50	50
7	Nital 5%	5	1,00	50	50
8	Nital 5%	5	1,00	50	120

Fonte: Adaptado de Leunis et al. (2006).

Todas as amostras de aço TRIP800 atacadas de acordo com as condições descritas na Tabela 2.7 foram super atacadas. A redução ou aumento da concentração do metabissulfito de sódio no reagente, sem modificar o tempo de ataque, não melhorou os resultados obtidos.

Da mesma forma, há divergências quanto ao modo de secar a amostra após o ataque químico. Girault et al. (1998) sugerem que a secagem deva ser realizada com ar frio forçado.

Entretanto, LePera (1980) afirma que com o modo de secagem natural é possível a visualização das fases presentes. Bramfitt; Bencoter (2006) e Vander Voort (1999), por sua vez, sugerem que a secagem das amostras atacadas com o reagente LePera deve ser realizada com ar parado aquecido, de forma que o mesmo nunca toque o filme do reagente formado na superfície da amostra.

## 2.3 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

### 2.3.1 Introdução

Um dos objetivos do pesquisador é determinar a influência que variáveis diversas têm na resposta do sistema. Uma abordagem geral para planejar e conduzir o experimento é chamado de estratégia de experimentação.

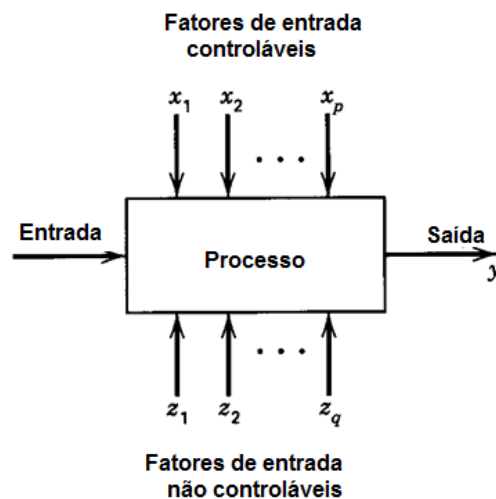
De acordo com Montgomery (2012), há diversas maneiras de se determinar os efeitos dos fatores na resposta do sistema. Uma possível abordagem seria selecionar uma combinação

arbitrária de níveis para os fatores, testá-los, e observar o que ocorre. Essa abordagem poderia continuar quase indefinidamente, modificando os níveis de um ou dois fatores (ou talvez de vários) para a realização do próximo teste. Essa estratégia de experimentação é frequentemente utilizada na prática por engenheiros e cientistas e funciona razoavelmente bem, porque os pesquisadores têm um grande conhecimento teórico e técnico do sistema que está sendo estudado, bem como considerável experiência prática. Entretanto, essa estratégia pode requerer um número elevado de experimentos e a uma convergência prematura do estudo.

Outra estratégia utilizada extensivamente na prática é a abordagem "um fator de cada vez". O método consiste em selecionar um ponto inicial de operação, ou seja, fixar um conjunto de dados e então sucessivamente variar os demais. A maior desvantagem dessa estratégia é que falha ao considerar qualquer possível interação entre os fatores.

O processo de planejamento experimental, por sua vez, possibilita a descoberta das variáveis-chave que influenciam as características da qualidade de interesse no processo, além de possibilitar verificar se há ou não interação entre essas variáveis. Nessa abordagem, o processo ou sistema pode ser representado pelo modelo ilustrado na Figura 2.61 (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010; MONTGOMERY, 2004).

Figura 2.61 - Modelo geral de um processo ou sistema



Fonte: Adaptado de Montgomery (2012).

Um experimento planejado é uma abordagem de variação sistemática de variáveis de entrada (fatores de entrada controláveis no processo) e de determinação do efeito que esses fatores têm nos parâmetros do produto de saída (MONTGOMERY, 2004).

Como pode ser observado, o experimento frequentemente envolve diversos fatores. A estratégia correta para lidar com um processo em que há diversos fatores é conduzir um experimento fatorial. Essa é uma estratégia experimental na qual os fatores são variados conjuntamente, ao invés de um por vez. Em cada tentativa completa, ou replicação do experimento, são investigadas todas as combinações possíveis dos níveis dos fatores (DEAN; VOSS, 1999; MONTGOMERY, 2004, 2012).

Três técnicas básicas são fundamentais para o planejamento de experimentos (*design of experiments* - DOE): replicação, randomização e técnica dos blocos (DEAN; VOSS, 1999; GALDÁMEZ, 2002; MONTGOMERY, 2004).

### 2.3.2 Fundamentos e conceitos

Alguns conceitos e termos são fundamentais para a aplicação das técnicas de planejamento de experimentos, como os definidos por Barros Neto; Scarminio; Bruns (2010); Dean; Voss (1999), Galdámez (2002), Ledolter; Burrill (1999), Montgomery (2004, 2012); Taguchi; Chowdhury; Wu (2005):

Planejamento fatorial: são aqueles nos quais são estudados, ao mesmo tempo, os efeitos de dois ou mais tratamentos. Geralmente, se há  $k$  fatores, cada um com dois níveis, o projeto fatorial requer  $2^k$  experimentos, sendo que cada replicação completa tem  $2^k$  rodadas. O tipo mais simples desse tipo de planejamento é o  $2^2$  (dois fatores: A e B, cada um com dois níveis).

Planejamento fatorial fracionado: é uma variação do projeto fatorial básico no qual somente um subconjunto de experimentos é utilizado. Pode ser empregado quando se conhece previamente que a interação de algumas variáveis não apresentará influência significativa sobre a variável de resposta. É representado pela seguinte nomenclatura  $2^{k-p}$  (significa:  $\frac{1}{2^p} \times 2^k$ ), ou seja, para um planejamento fatorial  $2^{3-1}$  são necessários 4 experimentos, para a análise de 3 fatores distintos, com 2 níveis cada um.

Fatores controláveis: são aqueles em que os níveis podem ser ajustados pelo experimentador durante a condução dos experimentos. Podem ser divididos em fatores quantitativos, como velocidade, pressão, ou qualitativos, como máquina utilizada, operador. Podem ser representados por números arábicos ou letras.

Níveis de fatores: são as intensidades com que cada fator é ajustado para a realização dos experimentos. Nas matrizes de experimentos geralmente são indicados com os numerais

1,2 e 3 como sendo baixo, médio e alto, respectivamente. Caso existam dois níveis podem ser indicados por "+" e "-".

Fatores não controláveis ou ruídos: são fatores que sofrem variações naturais e não controláveis, influenciando na variável de resposta.

Variáveis de resposta: são as variáveis dependentes do processo ou sistema que sofrem influência das entradas e dos fatores controláveis e não controláveis. Um mesmo experimento pode ter diversas variáveis de resposta.

Tratamentos: é a combinação dos níveis dos fatores de controle, isso significa que cada uma das corridas do experimento representará um tratamento, Figura 2.62.

Figura 2.62 - Matriz de experimentos

Tratamento	Bloco			
	1	2	...	b
1	$y_{11}$	$y_{12}$	...	$y_{1b}$
2	$y_{21}$	$y_{22}$	...	$y_{2b}$
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
k	$y_{k1}$	$y_{k2}$	...	$y_{kb}$

Fonte: Azevedo (2013).

Matriz de experimentos: é uma matriz que relaciona os fatores de controle com os níveis utilizados em cada tratamento, Figura 2.62.

Blocos: é um conjunto de condições experimentais relativamente homogêneas, Figura 2.62.

Randomização ou Aleatorização: é o processo de definir a ordem dos tratamentos da matriz experimental, através de sorteios ou limitações específicas dos testes. Evita que tendências se infiltrem nos dados, para tanto, a alocação e a ordem dos experimentos devem ser determinadas aleatoriamente. Essa técnica garante a premissa de independência dos erros.

Replicação: é a repetição do experimento básico, necessário para a estimativa do erro experimental.

Erros sistemáticos: erros que afetam o resultado sempre numa mesma direção.

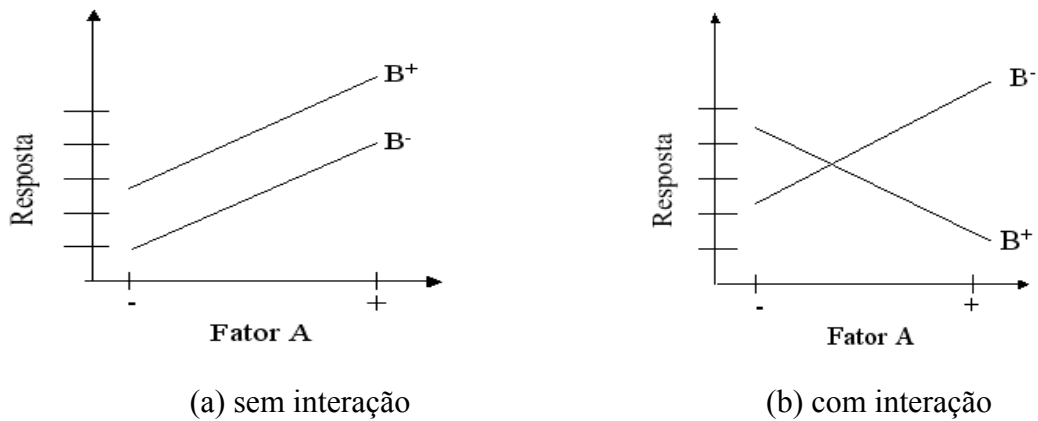
Erros aleatórios: erros decorrentes da ação conjunta de diversas variações, ora eles alteram o resultado para mais, ora para menos, mas a sua influência parece se dar ao acaso.

Efeito principal de um fator: é definido como a mudança na variável de resposta devido à mudança no nível do fator.

Interação entre fatores: ocorre quando a diferença na resposta entre os níveis de um fator não é a mesma em todos os níveis dos outros fatores.

O conceito de interação pode ser ilustrado graficamente. A Figura 2.63a representa um experimento fatorial sem interação, as retas que representam os fatores B, tanto no nível alto quanto no baixo, são praticamente paralelas, indicando que os fatores A e B não interagem. Entretanto, na Figura 2.63b, as retas  $B^-$  e  $B^+$  não são paralelas, indicando a interação entre os fatores A e B.

Figura 2.63 - Experimento fatorial



Fonte: Adaptado de Montgomery (2012).

Os experimentos planejados são uma importante abordagem para a melhoria de um processo. Entretanto, para utilizá-los é necessário ter uma ideia clara do objetivo do experimento, de quais fatores exatamente devem ser estudados, de como os experimentos devem ser conduzidos e, ter ao menos, uma compreensão qualitativa de como os dados será analisada. Montgomery (2012) propõe um esboço do procedimento recomendado.

1. Reconhecimento e definição do problema: é absolutamente essencial desenvolver completamente todas as ideias sobre o problema e sobre os objetivos específicos do experimento. Um relato claro do problema e dos objetivos do experimento costuma contribuir substancialmente para uma melhor compreensão do processo e para uma eventual solução do problema

2. Escolha dos fatores e dos níveis: quem conduz o experimento deve escolher os fatores que devem variar os intervalos entre os quais esses fatores irão variar e os níveis

específicos nos quais cada rodada será realizada. Quando o objetivo é a varredura dos fatores ou caracterização do processo é, em geral, melhor manter baixo o número de níveis de fatores (em geral, são usados dois níveis).

3. Seleção da variável de resposta: na seleção dessa variável, o experimentador deve ter certeza de que aquela variável realmente fornece informação útil sobre o processo em estudo. Muitas vezes, a média ou o desvio padrão da característica medida será a variável de resposta.

4. Delineamento do planejamento experimental: essa etapa envolve considerações sobre o tamanho da amostra (número de replicações), seleção de uma ordem adequada de rodadas para as tentativas experimentais, ou se a formação de blocos ou outras restrições de aleatorização estão envolvidas.

5. Execução dos experimentos: é de vital importância monitorar o processo, para garantir que tudo esteja sendo feito de acordo com o planejamento. Erros no procedimento experimental nesse estágio, em geral, destruirão a validade do experimento.

6. Análise dos dados: métodos estatísticos devem ser usados para analisar os dados, de modo que os resultados e conclusões sejam objetivos e não de opinião.

7. Conclusões e recomendações: uma vez analisados os dados, o experimento deve acarretar conclusões práticas sobre os resultados e recomendar um curso de ação. Métodos gráficos são, em geral, usados nesse estágio.

De acordo com Coleman; Montgomery (1993), os três primeiros passos constituem a fase de planejamento pré-experimento.

### **2.3.3 Método de Taguchi**

O Método de Taguchi serve como base a um projeto robusto baseado em três procedimentos: matriz ortogonal (*orthogonal array*), razão sinal ruído (*SN ratio*) e função perda (*loss function*) (DEAN; VOSS, 1999; MALLAIAH et al, 2012; TAGUCHI; CHOWDHURY; WU, 2005).

O planejamento fatorial de experimentos utilizando o Método de Taguchi é um método sistemático de abordagem para planejamento e análise de experimentos com o propósito de melhorar as características de qualidade. O Método de Taguchi tem se tornado uma ferramenta para melhorar a qualidade do produto/processo sem aumento de custos, tendo

aplicações nas áreas de Informática, Química, Elétrica, Mecânica e Biológica, como reportado por Ledolter; Burrill (1999); Mallaiah et al (2012); Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

Exemplos de aplicações das técnicas propostas por Taguchi são encontrados em diversos estudos como os publicados por Mason e Prevéy (2000) que empregaram as técnicas de Taguchi para otimizar a quantidade de austenita retida e dureza em um aço 52100. Mallaiah et al (2012) estudaram a influência dos elementos de refino de grão (cobre, titânio e alumínio) nas propriedades mecânicas das juntas soldadas do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com o auxílio do método. Camposeco-Negrete (2013) otimizou os parâmetros de corte para minimizar o consumo de energia no torneamento da liga de alumínio AISI 6061 T6 utilizando a metodologia de Taguchi e ANOVA. A cinética de esferoidização e otimização dos parâmetros de tratamento térmico de um aço CK60 foram investigadas por Kamyabi-Gol e Sheikh-Amiri (2010) utilizando técnicas do planejamento robusto de Taguchi.

Kim et al (2009) também utilizaram esse método para desenvolver um aço bifásico (*Dual Phase - DP*) para aplicações automotivas, aplicando o método de arranjo ortogonal para otimizar os parâmetros de tratamento térmico a serem empregados e Kechagias; Petropoulos; Vaxevanidis (2012) investigaram a influência de diversos fatores (como a espessura do material e velocidade do processo) na usinagem a jato de água abrasivo de chapas de aços TRIP.

A seguir serão apresentados os conceitos dos procedimentos nos quais o Método de Taguchi se baseia. Entretanto, para este estudo, a função perda não é relevante, sendo assim, apenas uma breve definição será apresentada.

#### 2.3.3.1 Matriz/Arranjo ortogonal (*Orthogonal array*)

De acordo com Ayaz; Khaki; Arab (2013), o Método de Taguchi é mais efetivo quando comparado com os planejamentos fatoriais fracionados devido ao emprego dos chamados arranjos ortogonais.

Matrizes ortogonais, ou arranjos ortogonais, é um conjunto de tabelas contendo informações sobre como determinar o menor número de experimentos possíveis e as suas condições para estudar um processo (MASON; PREVÉY, 2001; ROY, 2001).

Os arranjos ortogonais de Taguchi são identificados pela letra "L" seguida de um número que indica o número de experimentos, Tabela 2.8 (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

Tabela 2.8 - Arranjos ortogonais de Taguchi

Arranjo Ortogonal	Número de experimentos	Número de níveis	Número máximo de fatores
L4	4	2	3
L8	8	2	7
L9	9	3	4
L12	12	2	11
L16	16	2	15
L18	18	3	8
L27	27	3	13
L32	32	2	31

Fonte: Adaptado de Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

A escolha do arranjo ortogonal mais adequado ao planejamento de experimento é realizada em função do número de fatores e interações que se almeja analisar

As matrizes ortogonais mais simples são a  $L_4(2^3)$  e  $L_8(2^7)$ , Tabelas 2.9 e 2.10.

Tabela 2.9 - Matriz ortogonal  $L_4$

Experimento	Fatores		
	1	2	3
1	1	1	1
2	1	2	2
3	2	1	2
4	2	2	1

Número de ensaios necessário para o AO, nesse caso, são 4 experimentos para analisar 3 fatores distintos.

níveis atribuídos a cada fator, nesse caso, nível alto (2) e nível baixo (1)

Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

Tabela 2.10 - Matriz ortogonal  $L_8$

$L_8(2^7)$

número de fatores

número de níveis dos fatores

número de experimentos

Experimento	Fatores						
	1	2	3	4	5	6	7
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

Se o planejamento do processo/sistema analisado possuir fatores de ruído a ser considerada, a metodologia de Taguchi irá girar em torno do uso de um planejamento ortogonal para os fatores controláveis - arranjo interno (*inner array*), que é "cruzado" com um planejamento ortogonal separado para os fatores de ruído - arranjo externo (*outer array*), Figura 2.64.

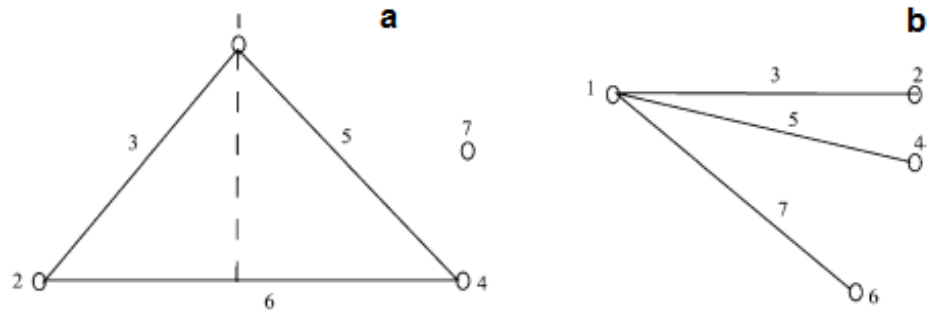
Figura 2.64 - Matriz ortogonal considerando fatores de ruído (*outer array*)

Run	Inner Array								Outer Array																		
	Control Factor Level								$M_1$		$M_2$		$M_3$		$M_4$		$M_5$		$M_6$		$M_7$		$M_8$		$M_9$		
	A	B	C	D	E	F	G	H	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	$N_1$	$N_2$	
1	1	1	1	1	1	1	1	1																			
2	1	1	2	2	2	2	2	2																			
3	1	1	3	3	3	3	3	3																			
4	1	2	1	1	2	2	3	3																			
5	1	2	2	2	3	3	1	1																			
6	1	2	3	3	1	1	2	2																			
7	1	3	1	2	1	3	2	3																			
8	1	3	2	3	2	1	3	1																			
9	1	3	3	1	3	2	1	2																			
10	2	1	1	3	3	2	2	1																			
11	2	1	2	1	1	3	3	2																			
12	2	1	3	2	2	1	1	3																			
13	2	2	1	2	3	1	3	2																			
14	2	2	2	3	1	2	1	3																			
15	2	2	3	1	2	3	2	1																			
16	2	3	1	3	2	3	1	2																			
17	2	3	2	1	3	1	2	3																			
18	2	3	3	2	1	2	3	1																			

Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

De acordo com Taguchi; Chowdhury; Wu (2005), uma importante ferramenta utilizada no Método de Taguchi são os gráficos lineares que podem ser utilizados para designar interações entre fatores em um arranjo ortogonal.

Na Figura 2.65 estão ilustrados os dois gráficos lineares correspondentes ao arranjo ortogonal representado na Tabela 2.10. O gráfico 2.65a significa que a interação entre a coluna 1 e a coluna 2 resulta na coluna 3; a interação entre a coluna 1 e a 4 resulta na coluna 5. A coluna 7 é independente. Nesse caso, o uso desses arranjos ortogonais implicaria na possibilidade de se estudar 4 fatores (1, 2, 4, 7) e 3 interações (entre os fatores: 1 e 2, 1 e 4, 2 e 4).

Figura 2.65 - Gráficos lineares do arranjo ortogonal  $L_8$ 

Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005).

O gráfico linear 2.65b é usado para um experimento nas quais as interações entre um fator particular e outros fatores são importantes.

### 2.3.3.2 Razão sinal-ruído - SN (*Signal-to-noise ratio*)

Segundo Taguchi; Chowdhury; Wu (2005), a razão SN representa a sensibilidade à variabilidade do desempenho do produto/processo.

Uma alta razão SN significa que há grande sensibilidade no processo com o mínimo de erros de medição (ROY, 2001).

A razão sinal ruído é utilizada para examinar os efeitos dos fatores de controle. A reprodutibilidade dos efeitos dos fatores de controle é checada usando arranjos ortogonais (TAGUCHI; CHOWDHURY; WU, 2005).

Há três razão SN que são mais utilizadas: nominal é melhor (*nominal-the best*), maior é melhor (*larger-the-better*) e menor é melhor (*smaller-the-better*)

Nominal é melhor: Nominal é melhor: existe um objetivo fixo, por exemplo, as dimensões de um produto. Há tipicamente limites de especificação superiores e inferiores. O primeiro passo é maximizar a razão SN e, assim, minimizar a variabilidade em torno da média. O segundo passo consiste em ajustar a média para o objetivo.

$$SN_N = 10 \log \left( \frac{\bar{y}^2}{s^2} \right)$$

Maior é melhor: é utilizada quando a intenção é maximizar a produção e não há dados negativos. Em tal caso, o objetivo é "infinito". Por exemplo, maximizar a potência de um motor ou a resistência de um material.

$$SN_L = -10 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^n 1/y_i^2}{n} \right)$$

Menor é melhor: aplicado quando o objetivo é minimizar o valor de saída e não há dados negativos. Em tal caso, a meta é zero. Por exemplo, minimizar o nível de ruído do motor ou minimizar o número de impurezas.

$$SN_S = -10 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^n y_i^2}{n} \right)$$

onde:

$n$  = número de repetições.

$y_i$  =  $i$ -ésima resposta observada

$\bar{y}$  = média das respostas observadas

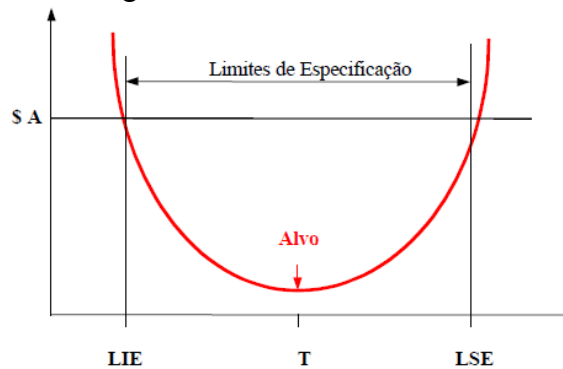
$s^2$  = variância das respostas observadas

### 2.3.3.3 Função perda (*Loss function*)

Fórmula matemática proposta por Taguchi para quantificar, de forma monetária, as economias oriundas da aplicação do planejamento de experimentos e, conseqüente redução da variação (McCONNEL; NUNNALLY; MCGARVEY, 2011; ROY, 2001).

O conceito da função perda é demonstrado na Figura 2.66.

Figura 2.66 - Função perda de Taguchi



Fonte: Collin; Pamplona (1997).

O gráfico demonstra a função perda associada com a ideia de estar dentro ou fora dos limites de especificação. O alvo central, T, representa o nível ideal do parâmetro de projeto. Os dois limites de especificação LSE e LIE, são os limites de especificação simétricos padronizados. O eixo vertical é a medida do valor de perda devido ao desvio da característica do nível desejado (COLLIN; PAMPLONA, 1997).

### 2.3.4 Análise das observações experimentais

Obtidos os dados experimentais a partir da execução do planejamento de experimentos idealizados nas seções 2.3.2 e 2.3.3, a análise das variáveis de resposta é realizada.

#### 2.3.4.1 Efeito médio do fator ou efeito sobre a média.

Corresponde a resposta média do fator em cada nível de experimento. De acordo com Rao et al (2013), para cada fator de influência, o efeito de seus diversos níveis é calculado separadamente. Um exemplo desse cálculo é citado por Viana (2012), Tabela 2.11.

Tabela 2.11 - Arranjo ortogonal L4 utilizado como exemplo para cálculo do efeito médio do fator

Experimento	Fator			Resultados (Y)
	A	B	C	
1	1	1	1	30
2	1	2	2	25
3	2	1	2	34
4	2	2	1	27

Fonte: Viana (2012).

Sendo o fator B1, fator B no nível 1, utilizado nos experimentos 1 e 3, o efeito médio do fator é:

$$\overline{B_1} = \frac{Y_1 + Y_3}{2} = \frac{30 + 34}{2} = 32,0$$

O efeito médio dos demais fatores é calculado de forma semelhante e são apresentados na Tabela 2.12. Os resultados obtidos são apresentados graficamente, Figura 2.67.

Tabela 2.12 - Efeito médio dos fatores

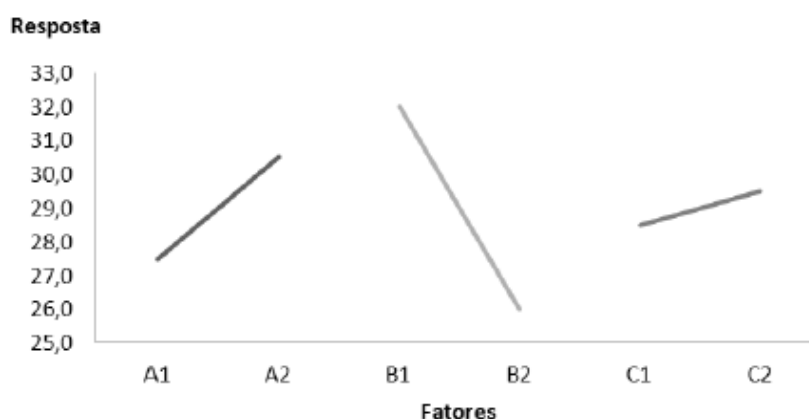
Fator	1	2
A	27,5	30,5
B	32,0	26,0
C	28,5	29,5

Fonte: Viana (2012).

Em seguida são identificados os níveis dos fatores que possuem a melhor resposta de acordo com a característica de qualidade analisada.

No exemplo, se a característica da qualidade requerida for do tipo maior é melhor, pode-se concluir que os fatores A2, B1 e C2 produzem a melhor resposta para o processo.

Figura 2.67 - Representação gráfica dos efeitos médios dos fatores



Fonte: Viana (2012).

### 2.3.4.2 ANOVA (acrônimo para *analysis of variance*)

É uma técnica de tratamento de dados estatístico utilizado para distinguir a influência relativa dos fatores na variação dos resultados. A variação total observada é atribuída a cada fator significativo ou interação, refletindo na porcentagem de contribuição (p), que indica a influência de cada fator ou interação na redução da variação (RAO et al, 2013; ROY, 2001).

Para a aplicação desta técnica, alguns conceitos e variáveis devem ser estabelecidos. Dessa forma, inicialmente os dados típicos de um experimento com um fator são apresentados na Tabela 2.13.

Tabela 2.13 - Dados típicos para um experimento com um fator

Tratamentos	Observações			Totais	Médias	
1	$y_{11}$	.	.	$y_{1n}$	$y_1$	$\bar{y}_1$
2	$y_{21}$	.	.	$y_{2n}$	$y_2$	$\bar{y}_2$
.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.
a	$y_{a1}$	.	.	$y_{an}$	$y_a$	$\bar{y}_a$

O termo  $y_{ij}$  refere-se à  $j^{\text{a}}$  observação feita sobre o tratamento  $i$ .

Fonte: Montgomery (2004)

O Quadro 2.8 sintetiza os cálculos realizados, os quais são detalhados a seguir:

Quadro 2.8 - Análise de variância para um experimento com um fator

Fontes de variação	Soma de quadrados (SQ)	Graus de liberdade (GL)	Média quadrática (MQ)	$F_0$
Tratamentos	$SQ_{\text{Tratamentos}}$	a-1	$MQ_{\text{Tratamentos}}$	$\frac{MQ_{\text{Tratamentos}}}{MQ_E}$
Erro / Resíduo	$SQ_E$	a(n-1)	$MQ_E$	
Total	$SQ_T$	an-1		

O termo a refere-se ao número de níveis de cada um dos fatores

Fonte: Montgomery (2004)

De acordo com Taguchi; Chowdhury; Wu (2005) e Giesbrecht; Gumpertz (2004) define-se:

**Graus de liberdade:** é a medida da quantidade de informação que pode ser determinada a partir de um conjunto de dados.

**Soma dos quadrados:** é a medida do desvio de um dado experimental a partir do valor médio dos dados.

$$SQ_{Tratamentos} = n \sum_{i=1}^a (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2$$

$$SQ_E = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_j)^2$$

$$SQ_T = SQ_{Tratamentos} + SQ_E$$

**Variância ou Média quadrática:** mede a distribuição dos dados ao redor da média e, sendo os dados representativos de apenas uma parte dos dados possíveis, o cálculo é feito utilizando o grau de liberdade.

$$MQ_{Tratamentos} = \frac{SQ_{Tratamento}}{a - 1}$$

$$MQ_E = \frac{SQ_E}{a(n - 1)}$$

**Taxa de variância ou teste F:** é a razão entre a variância do fator e a variância do erro, e mede a significância do fator analisado em relação à variância de todos os fatores incluídos no termo de erro. O valor obtido na análise deve ser comparado com uma tabela padrão para a determinação do nível de confiança. Quando o valor calculado é menor que o valor da tabela F, o valor não contribui para a soma dos quadrados dentro do nível de confiança estabelecido.

$$F_0 = \frac{MQ_{Tratamentos}}{MQ_E}$$

### 3 MATERIAIS E METODOLOGIA

#### 3.1 MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizados os aços com estrutura multiconstituída TRIP800, CP800 e DP600 destinados à indústria automotiva. A composição química destes materiais está representada na Tabela 3.1 e suas propriedades mecânicas, na Tabela 3.2.

Tabela 3.1 - Composição química dos materiais utilizados (% em peso)

Elemento de Liga	TRIP800	CP800	DP600
Carbono (C)	0,205	0,120	0,133
Silício (Si)	0,870	0,560	0,370
Manganês (Mn)	0,280	1,570	1,410
Fósforo (P)	0,027	0,013	0,016
Enxofre (S)	0,003	0,006	0,003
Cromo (Cr)	0,015	0,300	0,194
Níquel (Ni)	<0,001	0,018	0,001
Molibdênio (Mo)	0	0,005	0,102
Alumínio (Al)	0,040	0,034	0,037
Cobre (Cu)	0	0	0,007
Titânio (Ti)	<0,001	0,096	0,012
Vanádio (V)	<0,001	0,005	0,002
Nióbio (Nb)	<0,001	<0,005	0,003
Estanho (Sn)	0	0	0
Boro (B)	0	<0,005	0,004

Fonte: Renault (2009).

Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas dos materiais utilizados

Material	Limite de Ruptura (N/mm <sup>2</sup> )	Limite de Escoamento (N/mm <sup>2</sup> )	Alongamento (%) Lo=80 mm Espessura <3 mm	Coefficiente de Anisotropia - r	Coefficiente de Encruamento - n
TRIP 800 T	855,0	538,1	23,4	1,00	0,18
TRIP 800 L	854,2	548,2	23,1	1,09	0,19
TRIP 800 45°	849,4	539,0	19,1	1,01	0,19
CP 800 T	953,1	722,0	12,3	0,72	0,08
CP 800 L	962,4	706,1	12,9	0,69	0,07
CP 800 45°	952,6	713,5	13,0	0,69	0,07
DP 600 T	623,8	408,4	24,41	1,21	0,15
DP 600 L	621,6	400,6	25,3	1,19	0,16
DP 600 45°	628,7	409,7	22,01	1,35	0,15

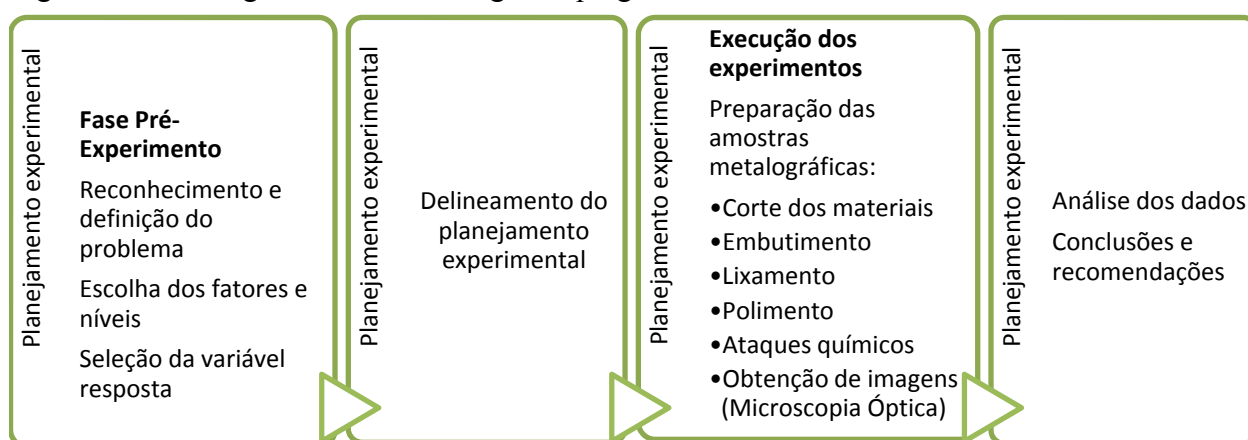
Fonte: Renault (2009).

## 3.2 METODOLOGIA

Foi realizado um planejamento de experimentos a fim de se definir os objetivos do estudo, selecionar os fatores (controláveis e não controláveis) dos processos e as variáveis respostas, bem como, o delineamento do planejamento experimental, a execução dos experimentos e a análise dos dados.

Dessa maneira, o procedimento para a obtenção dos dados experimentais foi definido e seguiu as etapas descritas na Figura 3.1.

Figura 3.1 - Fluxograma da metodologia empregada



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Cada uma das etapas mencionadas na Figura 3.1 será definida e/ou descrita nas seções 3.2.1 a 3.2.3.

### 3.2.1 Planejamento experimental - Fase Pré-Planejamento

Nessa etapa foram definidos os três primeiros passos propostos por Montgomery (2012) para o planejamento de experimentos: reconhecimento e definição do problema (caracterização do problema), escolha dos fatores e dos níveis (identificação das fontes de variação) e seleção das variáveis de resposta, Quadro 3.1.

A definição das fontes de variação dos processos (fatores) que seriam analisadas foi realizada com base em referências bibliográficas diversas, citadas na seção 2.2, e em experimentos realizados anteriormente e descritos em Fukugauchi (2010).

Quadro 3.1 - *Check list* para o planejamento dos experimentos: ataques químicos dos aços AHSS

Etapas / Reagente estudado		Nital (Experimento A)	LePera (Experimento B)	
Caracterização do problema (objetivos do estudo)		Quais os fatores que mais influenciam o processo de ataque químico utilizando os reagentes Nital e LePera?		
Identificação de fontes de variação (Escolha dos fatores de influência e níveis)	Fatores	Concentração - Nital	Arranjo Interno ( <i>Inner Array</i> )	Concentração - Picral
		Modo de ataque		Concentração - Metabissulfito de Sódio
		Tempo de ataque		Pré-ataque
				Modo de secagem
	Modo de limpeza (após ataque químico)	Arranjo Externo ( <i>Outer Array</i> )	Temperatura	
			Umidade relativa	
	Níveis	Foram definidos dois níveis para cada fator avaliado		
Seleção das variáveis de resposta		<p><b>Variável de resposta:</b> Fração volumétrica das fases presentes nas imagens obtidas por meio de microscopia óptica - variável quantitativa contínua</p>	<p><b>Variável de resposta:</b> Imagens obtidas por microscopia óptica após a realização de cada experimento</p> <p>A influência dos fatores sobre a variável de resposta será abordada de maneira qualitativa para cada experimento. Os experimentos que apresentarem melhor resultado, ou seja, imagens/fotos nas quais as fases presentes na microestrutura dos materiais possam ser distinguidas serão reavaliadas posteriormente.</p>	

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Tendo sido definidos quais as fontes de variação avaliadas, seus fatores e níveis foram selecionados, Quadros 3.2 e 3.3.

Quadro 3.2 - Descrição de fatores e níveis para o Arranjo Ortogonal do método de Taguchi - Experimento A

Fatores	Níveis	
	(-) ou (1)	(+) ou (2)
1: concentração da solução de Nital	2%	3%
2: modo de ataque	imersão	esfregamento
4: tempo de ataque	varia de acordo com o material	
7: modo de limpeza, após ataque químico	modo convencional	solução de 1% de bicarbonato de sódio
<b>Interações</b>		
3: concentração da solução de Nital x modo de ataque		
5: concentração da solução de Nital x tempo de ataque		
6: modo de ataque x tempo de ataque		

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Não foram consideradas as interações do fator modo de limpeza com os demais fatores ao se planejar os experimentos, pois, acreditava-se que este fator não seria significativo para a variável de resposta devido ao fato de não se ter encontrado menção à influência deste fator nas referências bibliográficas pesquisadas.

Quadro 3.3 - Descrição de fatores e níveis do Arranjo Ortogonal do método de Taguchi - Experimento B (arranjo interno)

Fatores	Níveis	
	(-) ou (1)	(+) ou (2)
1: concentração da solução de picral	2%	4%
2: concentração da solução de metabissulfito de sódio	0,50%	1%
4: pré-ataque	não	Nital 2% / t=2s
8: modo de secagem	natural	com ar frio forçado
15: tempo de ataque	varia de acordo com o material	
<b>Interações</b>		
3: concentração da solução de picral x concentração da solução de metabissulfito de sódio		
5: concentração da solução de picral x pré-ataque		
6: concentração da solução de metabissulfito de sódio x pré-ataque		
7: modo de secagem x tempo de ataque		
9: concentração da solução de picral x modo de secagem		
10: concentração da solução de metabissulfito de sódio x modo de secagem		
11: pré-ataque x tempo de ataque		
12: pré-ataque x modo de secagem		
13: concentração da solução de metabissulfito de sódio x tempo de ataque		
14: concentração da solução de picral x tempo de ataque		

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A determinação dos valores relativos aos níveis do fator "tempo de ataque" baseou-se em pesquisas anteriores, referências bibliográficas, e principalmente em experimentos prévios, publicados em Fukugauchi (2010). Experimentos esses que foram realizados com o intuito de delimitar o intervalo de tempo de ataque a qual as amostras seriam submetidas.

Quadro 3.4 - Descrição de fatores e níveis do Arranjo Ortogonal  $L_4$  do método de Taguchi - Experimento B (arranjo externo)

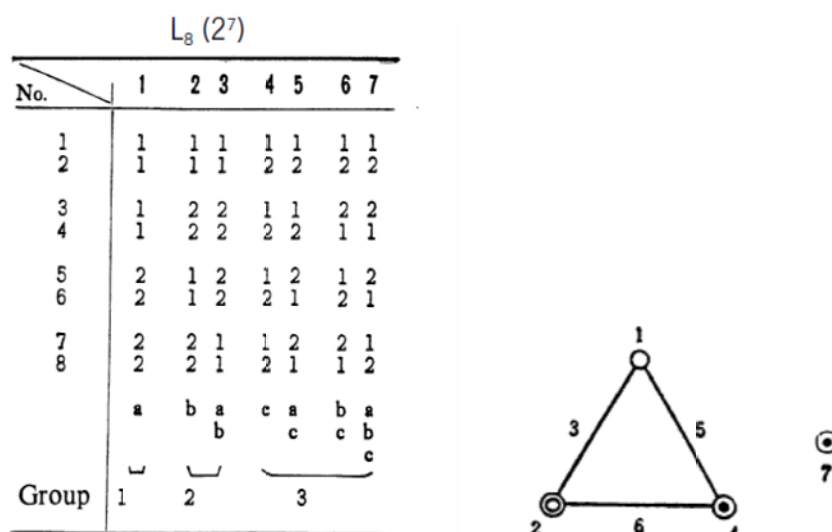
Fatores	Níveis	
	(-)	(+)
16: Temperatura (°C)	15I---25	25I---40
17: Umidade relativa (%)	30I---55	55I---90

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

### 3.2.2 Delineamento do planejamento experimental (Determinação de um modelo de planejamento de experimento)

Com base no número de fontes de variação (fatores controláveis), seus níveis e, interações entre os mesmos, de acordo com o Método de Taguchi, os Arranjos Ortogonais padrões, denominados  $L_8$  e  $L_{16}$  foram utilizados para a realização dos Experimentos A e B, respectivamente. Como interações entre os fatores foram previstas, gráficos lineares correspondentes a esses arranjos ortogonais também foram selecionados, como mostram as Figuras 3.2 e 3.3.

Figura 3.2 - Arranjo Ortogonal  $L_8$  de Taguchi e respectivo Gráfico Linear - Experimento A

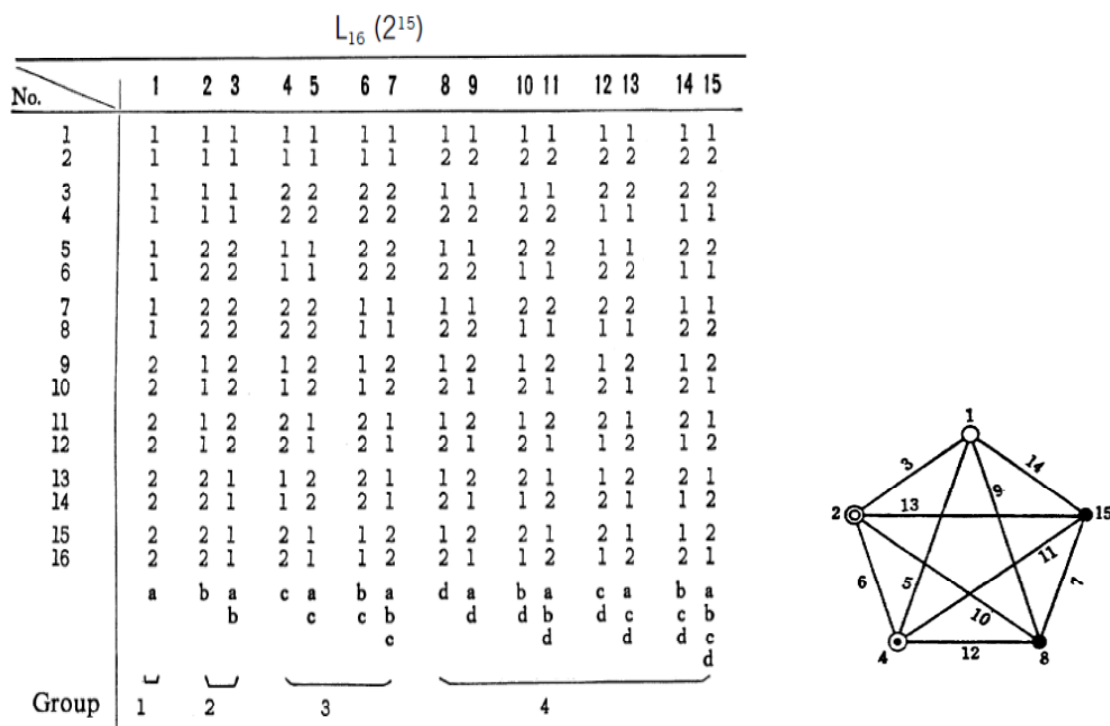


Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005)

Caso não se optasse pela utilização do Método de Taguchi e sim pelo uso de um planejamento fatorial completo, o número de experimentos a serem realizados para o estudo utilizando o reagente nital, considerando o estudo dos fatores e interações selecionadas, seriam  $2^7$  (a designação refere-se ao número fatores e/ou interações: 7, e o número de níveis de cada fator: 2), ou seja, 128 experimentos, sem considerar as a realização de réplicas necessárias para o cálculo do erro experimental.

Para o estudo do processo de ataque químico utilizando o reagente LePera optou-se por não realizar o planejamento fatorial fracionado pois não havia conhecimento prévio se a interação de algumas variáveis não apresentaria influencia significativa na variável de resposta. Portanto, conforme descrito no Quadro 3.3 optou-se por analisar a interação entre todas as variáveis selecionadas. Ao optar pela realização de um planejamento fatorial completo, o número de experimentos seria  $(2)^{15}$ , ou 32.768 experimentos, sendo que o Método de Taguchi requer 16 experimentos.

Figura 3.3 - Arranjo Ortogonal  $L_{16}$  de Taguchi e respectivo Gráfico Linear - Experimento B



Fonte: Taguchi; Chowdhury; Wu (2005)

Desta forma, foram estabelecidos os arranjos ortogonais para a realização dos experimentos utilizando os reagentes Nital e LePera, Quadros 3.5 e 3.6.

Quadro 3.5 - Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A

Exp.	Concentração da solução de Nital (%)	Modo de ataque	3	Tempo de ataque (s)			5	6	Modo de limpeza
				CP	DP	TRIP			
1	2%	imersão	1	6	11	11	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	10	15	14	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	6	11	11	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	10	15	14	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	6	11	11	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	10	15	14	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	6	11	11	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	10	15	14	1	1	água com bicarbonato de sódio

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quadro 3.6 - Arranjo ortogonal para a realização do Experimento B

															Arranjo externo (fatores ruído)						
															16: Temperatura						
															15I---25	25I---40	15I---25	25I---40			
															17: Umidade relativa						
															30I---55	30I---55	55I---90	55I---90			
	picral	metab sódio	3	pré ataque	5	6	7	modo de secagem	9	10	11	12	13	14	Tempo [s]			Variável de Resposta			
															TRIP	DP	CP	Imagem	Imagem	Imagem	Imagem
1	2%	0,50%	1	não	1	1	1	natural	1	1	1	1	1	1	15	10	15				
2	2%	0,50%	1	não	1	1	1	com ar frio forçado	2	2	2	2	2	2	25	20	25				
3	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	natural	1	1	1	2	2	2	25	20	25				
4	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	com ar frio forçado	2	2	2	1	1	1	15	10	15				
5	2%	1%	2	não	1	2	2	natural	1	2	2	1	1	2	25	20	25				
6	2%	1%	2	não	1	2	2	com ar frio forçado	2	1	1	2	2	1	15	10	15				
7	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	natural	1	2	2	2	2	1	15	10	15				
8	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	com ar frio forçado	2	1	1	1	1	2	25	20	25				
9	4%	0,50%	2	não	2	1	2	natural	2	1	2	1	2	1	25	20	25				
10	4%	0,50%	2	não	2	1	2	com ar frio forçado	1	2	1	2	1	2	15	10	15				
11	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	natural	2	1	2	2	1	2	15	10	15				
12	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	com ar frio forçado	1	2	1	1	2	1	25	20	25				
13	4%	1%	1	não	2	2	1	natural	2	2	1	1	2	2	15	10	15				
14	4%	1%	1	não	2	2	1	com ar frio forçado	1	1	2	2	1	1	25	20	25				
15	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	natural	2	2	1	2	1	1	25	20	25				
16	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	com ar frio forçado	1	1	2	1	2	2	15	10	15				

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

### 3.2.3 Execução dos experimentos

#### 3.2.3.1. Especificação dos dados a serem coletados e os procedimentos para sua coleta.

Dados a serem coletados: após cada ensaio/experimento foram tiradas fotomicrografias para posterior análise.

Procedimentos para a coleta de dados: após a avaliação descrita nos itens anteriores, na qual foi definido como os experimentos seriam realizados, iniciou-se a preparação metalográfica das amostras para posteriores ataques químicos conforme os arranjos ortogonais já estabelecidos.

Ressalta-se que os experimentos foram conduzidos de forma aleatória, de modo a reduzir os erros sistemáticos. A fim de tornar possível a estimativa do erro experimental e diminuir a margem de erros dos ensaios foi estabelecido replicações para os experimentos: triplicatas para os experimentos A e, devido a consideração de fatores de ruídos (*outer array*), quadruplicatas foram consideradas para os Experimentos B, conforme comentado na seção 2.3.

#### 3.2.3.2 Preparação das amostras metalográficas

A preparação metalográfica usualmente requer uma sequência específica de operações que incluem: escolha e localização da seção a ser analisada; obtenção de uma superfície plana e polida na seção selecionada; ataque da superfície por um reagente químico adequado; exame ao microscópio para a observação e obtenção de fotografias (ALIYA, 2004; COLPAERT, 2008; PETZOW, 2001).

Cada uma dessas etapas pode ser realizada utilizando diferentes métodos e podem variar de acordo com as propriedades específicas do material. Deve-se realizar cada uma das fases de preparação com grande cuidado, pois cada etapa pode afetar os estágios posteriores (PETZOW, 2001).

A preparação de amostras para a realização de técnicas de metalografia colorida requer mais cuidados do que a preparação de amostras para ataques com reagentes convencionais, pois o filme depositado na superfície da amostra no ataque colorido é sensível aos danos que não foram removidos pela preparação metalográfica (VANDER VOORT, 2004), uma vez que a microestrutura real pode ser parcialmente ou totalmente obscurecida por técnicas ou procedimentos mal realizados (VANDER VOORT, 1999).

Neste trabalho, as técnicas utilizadas para a preparação metalográfica seguiram os processos normatizados pela ASTM E 3-11 de seccionamento, embutimento, lixamento, polimento e foram realizados no Laboratório de Metalografia do DMT/FEG/UNESP.

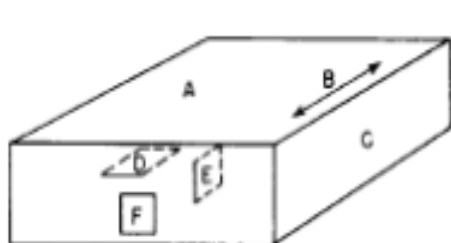
### 3.2.3.2.1 Seccionamento

De acordo com Petzow (2001), a primeira etapa na preparação das amostras metalográficas - a seleção e seccionamento do material - é de especial importância. E o mais versátil e econômico método é o corte abrasivo.

Dessa forma, 16 amostras de cada um dos materiais analisados (aços TRIP800, CP800 e DP600) foram extraídas de chapas de com auxílio de uma máquina de corte por serra de fita vertical, modelo RMF 400-S, fabricada pela ROMARFRA, do Laboratório de Usinagem do DMT/FEG/UNESP.

Foram extraídas amostras da seção longitudinal paralela à direção de laminação, item (D) da Figura 3.4.

Figura 3.4 - Nomenclatura das localizações de áreas mostradas em fotomicrografias



- A- Superfície de laminação
- B- Direção de laminação
- C- Borda de laminação
- D- Seção longitudinal paralela a direção de laminação
- E- Seção longitudinal perpendicular a direção de laminação
- F- Seção transversal

Fonte: Adaptado de ASTM E3 (2011)

A operação de seccionamento com serra de fita não gera calor suficiente para alterar a microestrutura do material. Entretanto, durante a operação de corte, houve o cuidado para que não ocorresse excessivo aquecimento do material, controlando a velocidade de corte e avanço durante o seccionamento.

### 3.2.3.2.2 Embutimento

Após o seccionamento do material em um tamanho adequado, as amostras foram submetidas a embutimento a quente.

Esta etapa foi realizada para facilitar o manuseio e armazenamento das amostras, evitar a danificação da lixa e/ou do pano de polimento e manter a planicidade dos corpos de prova (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; BRANDON; KAPLAN, 1999).

O embutimento foi realizado no equipamento PANPRESS 30 – PANAMBRA TÉCNICA IMP. EXP. LTDA, do Laboratório de Metalografia do DMT/FEG/UNESP. Foi utilizada resina fenólica (baquelite) para embutimento de amostras metalográficas, fornecida pela AROTEC Indústria e Comércio. O uso de vaselina sólida ou de grampos de fixação de aço inoxidável, da STRUERS, fez-se necessário para o correto posicionamento das amostras no equipamento.

### **3.2.3.2.3 Lixamento**

Esse processo tem como objetivo a redução de riscos e deformações induzidas na superfície da amostra provenientes do processo de seccionamento do material, de maneira a obter uma superfície plana cuja profundidade de deformação seja suficientemente pequena, de maneira que permita seu desaparecimento após a etapa de polimento (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

De acordo com Petzow (2001), a técnica consiste no lixamento da amostra, sucessivamente, com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção (90°) em cada lixa subsequente, até desaparecerem os traços da lixa anterior.

Seguindo as orientações de Bramfitt; Bencoter (2006), o lixamento da amostra deve ser realizado durante um intervalo de tempo suficiente para obter um conjunto uniforme de riscos, então se deve continuar o processo por igual período, a fim de remover a zona de deformação gerada pela lixa anterior.

Para se obter um lixamento eficaz é necessário o uso adequado da técnica de lixamento (pressão de trabalho e velocidade de lixamento), pois caso contrário podem surgir deformações na superfície da amostra, que podem dar uma imagem falseada (sombras) e, conseqüentemente, não representativa da microestrutura da amostra. Além disso, um lixamento incompleto ou agressivo pode causar alterações na microestrutura, como referido por Bramfitt; Bencoter (2006), na qual é mencionado que o uso de uma lixa gasta pode tender a transformar a austenita retida presente em um aço bifásico em martensita.

Considerando-se as informações acima, neste estudo, para o processo de lixamento foram utilizadas lixas d'água com diferentes granulometrias: #100, 220, 320, 400, 600, 1000 e

1200 mesh, sucessivamente. E foi realizado em uma lixadeira manual para metalografia STRUERS, no DMT/FEG/UNESP.

A cada interrupção do lixamento para análise da superfície, foi realizada a limpeza das amostras em água corrente e álcool etílico e a avaliação qualitativa da superfície lixada foi controlada por meio de um estereomicroscópio STEMI 2000 – ZEISS com ampliação de 50x.

#### **3.2.3.2.4 Polimento**

A finalidade desta etapa do processo mecânico é remover todos os traços de deformação gerados na etapa anterior de preparação da amostra, visando obter uma superfície plana, sem riscos e com alta refletividade. A existência de riscos atrapalha o exame da superfície da amostra (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

Antes de se realizar o polimento, a superfície da amostra foi limpa e seca com ar quente (para minimizar a formação de um filme de resíduo na superfície da amostra), de modo a deixá-la isenta de traços abrasivos, solventes, poeiras e outros.

O polimento manual foi realizado na POLITRIZ AP10 PANAMBRA em rotação de 150 rpm, pois de acordo com Ray e Dhua (1996), a pressão moderada e baixa velocidade de polimento (120 – 150 rpm) são recomendadas para prevenir imagens falseadas (sombas) e abaulamento nas superfícies das amostras.

Foi utilizado pano para polimento OP-NAP, fabricação STRUERS e suspensão de sílica coloidal para materiais ferrosos (*Colloidal Silica Suspension, Non-Crystallizing* - 0,05 $\mu$ m), fabricação ALLIED. Uma vez que a solução coloidal é aplicada, deve-se evitar que o pano de polimento fique seco, pois uma forma de esmalte pode ocorrer na superfície do pano, e dessa forma, comprometer o polimento da amostra (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006). Por este motivo, para melhoria do processo e melhor deslizamento das amostras, utilizou-se água destilada, que foi borrifada, intercalando-se com as adições de OP-U. Procurou-se evitar polimentos demorados com fricção e pressão excessiva sobre a amostra, bem como, girar a amostra sobre o disco da politriz de modo que não haja direção preferencial nessa operação.

Nesta etapa, a limpeza das amostras foi feita esfregando-se levemente algodão na superfície da amostra sob água corrente e secagem com ar quente forçado.

A avaliação qualitativa da superfície polida também foi controlada com auxílio do microscópio óptico de bancada STEMI 2000 - ZEISS, objetivando-se uma superfície plana e com ausência de riscos.

### 3.2.3.2.5 Ataques químicos

Após a amostra metalográfica ser apropriadamente preparada, a próxima etapa é a de revelar a microestrutura. Ao se examinar a amostra polida no microscópio, constituintes microestruturais, tais como perlita, ferrita, bainita e martensita não podem ser observadas, pois a luz emitida pelo microscópio sobre a superfície da amostra é uniformemente refletida (ASM, 2004; BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

Para criar diferenças de refletividade na superfície da amostra metalográfica polida pode-se submeter a mesma a um ataque químico corrosivo ou a um ataque químico denominado *tint etching* ou *color etching* (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004).

Dessa forma, as amostras dos aços assistidos pelo efeito TRIP, CP e DP foram submetidas a ataques químicos com o reagente nital, conforme descrito pela Tabela 3.5, e com o reagente LePera, cujos experimentos estão discriminados na Tabela 3.6. Ambos os ataques (realizados com o reagente nital e com o reagente LePera) foram realizados de acordo com a norma ASTM E407-07 (2015).

De acordo com Bramfitt; Bencoter (2006), para se obter resultados satisfatórios ao se utilizar reagentes coloridos (*tint etchants*), deve-se considerar que a condição de superfície da amostra é extremamente importante, a fim de assegurar um depósito químico uniforme e eficaz. A película quimicamente depositada é muito frágil e requer procedimentos de ataque diferentes. Além disso, recomenda-se que as sugestões a seguir sejam seguidas para se obter um ataque adequado:

- Sugestão 1: Usar sempre uma solução recentemente misturada. Geralmente, os *tint etchants* não são armazenadas para uso futuro.
- Sugestão 2: Sempre usar uma superfície recém polida. Se nenhuma reação ocorrer na superfície da amostra ou se a reação for irregular, a amostra pode ter sido exposta ao ar por muito tempo, e uma película passiva pode ter sido formada sobre a superfície.
- Sugestão 3: Ao atacar, sempre observar a superfície da amostra. Isso é importante para se obter a cor correta da superfície atacada.
- Sugestão 4: Não agitar a amostra na solução. O movimento da amostra pode perturbar o frágil filme químico depositado na superfície.
- Sugestão 5: Não esfregar a superfície da amostra enquanto atacar, pois poderá danificar e remover fisicamente a película superficial quimicamente depositada.

- Sugestão 6: Se a superfície da amostra for atacada por pouco tempo, deve-se iniciar o ataque novamente. Nunca colocar a amostra de volta para a solução sem polir novamente a superfície.
- Sugestão 7: Nunca lavar a superfície da amostra com um fluxo de água. Lavar a amostra por imersão suave em um recipiente com água.
- Sugestão 8: Gentilmente lavar a superfície da amostra com uma quantidade mínima de álcool. Muito álcool pode mudar as características do ataque.
- Sugestão 9: Nunca limpar a amostra seca. Secar delicadamente a superfície da amostra.

#### ***3.2.3.2.6 Obtenção de imagens (Microscopia Óptica)***

Após a realização de cada experimento, as amostras foram fotografadas. Foram capturadas 20 imagens para cada ataque realizado com o reagente nital e 15 imagens para os ataques com o reagente LePera (conforme descrito na seção 4.1) de forma aleatória ao longo de toda a superfície das amostras.

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, utilizando um microscópio óptico NIKON MODELO EPIPHOT 200, acoplado a um PC e a uma câmera digital AXIO CAM 1CC3 ZEISS, usando-se o software AXIO VISIO – ZEISS.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 DETERMINAÇÕES DO NÚMERO DE IMAGENS NECESSÁRIAS PARA ANÁLISE DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA

De acordo com Brandon; Kaplan (1999), a mensuração da fração volumétrica é baseada no volume de segunda fase presente no material analisado. Há normas que descrevem metodologias para que esta estimativa seja realizada. Dentre essas normas, a ASTM E562-11 descreve o procedimento para a determinação da fração volumétrica de um constituinte por meio de contagem manual de pontos. De acordo com esta norma, deve-se traçar uma grade na imagem a ser analisada e a contagem é realizada a partir do número de grãos da fase de interesse que interceptam os pontos de intersecção das retas traçadas. Essa contagem pode ser feita em fotos ou diretamente no microscópio. Para o cálculo da fração volumétrica divide-se o número de grãos pelo número total de intersecções.

Por sua vez, a norma ASTM E1245-03 estabelece um procedimento para determinação de inclusão ou constituintes de segunda fase de metais por meio automático de análise de imagens. A publicação menciona que a prática pode ser utilizada para obter medidas estereoscópicas para descrever inclusões em aços e outros metais, além de constituintes de segunda fase. Entretanto, conforme ressalta Fazano (2007), tal procedimento é cansativo para a contagem de várias amostras diretamente no microscópio, o que termina por afetar a precisão dos resultados.

De acordo com Dias (2008), apesar da importância e padronização que as normas ASTM representam, poucos são os trabalhos que as referenciam ou seguem seus critérios, sendo que o emprego de *softwares* para a análise automática de imagens é comumente utilizado. Esta afirmação endossa a publicação de Kurzydtowski e Ralph (1995), na qual os autores justificam o emprego da automação e procedimentos assistidos por computador na caracterização dos materiais devido à necessidade de analisar um grande número de imagens.

Com base nestas informações e ao se considerar o grande número de imagens a serem analisadas (experimento A - nital: 72 ataques; experimento B - LePera: 192 ataques), além da microestrutura refinada dos materiais avaliados, o que torna necessário o aumento da magnitude das imagens a serem analisadas e conseqüentemente aumenta o número de campos necessários, optou-se por não empregar as normas ASTM E562-11 e/ou ASTM 1245-03. As imagens das amostras atacadas foram analisadas com o auxílio do *software* livre *Image J*.

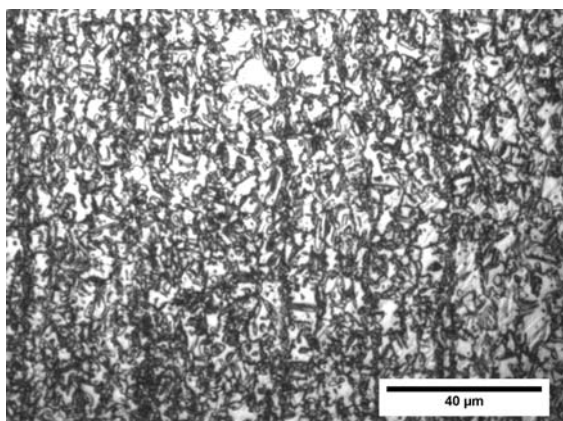
Para a determinação do número de campos a serem capturados em cada experimento para a estimativa da fração volumétrica (variável de resposta) foi realizado o procedimento descrito nas seções 4.1.1 e 4.1.2.

#### 4.1.1 Experimento A - Ataques utilizando o reagente de nital

O número de campos da amostra a ser obtido após a realização de cada ataque químico foi definido pelo critério descrito a seguir.

Para o experimento A, foram obtidas de forma aleatória, 100 fotomicrografias de campos distintos de amostras atacadas com o reagente de Nital 2% do aço TRIP800. A ampliação das imagens empregada foi de 500x. Essa magnitude foi escolhida por permitir avaliar a fração volumétrica da fase escura de forma satisfatória, pois há contraste entre as fases (clara e escura), como pode ser observado na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento 500x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

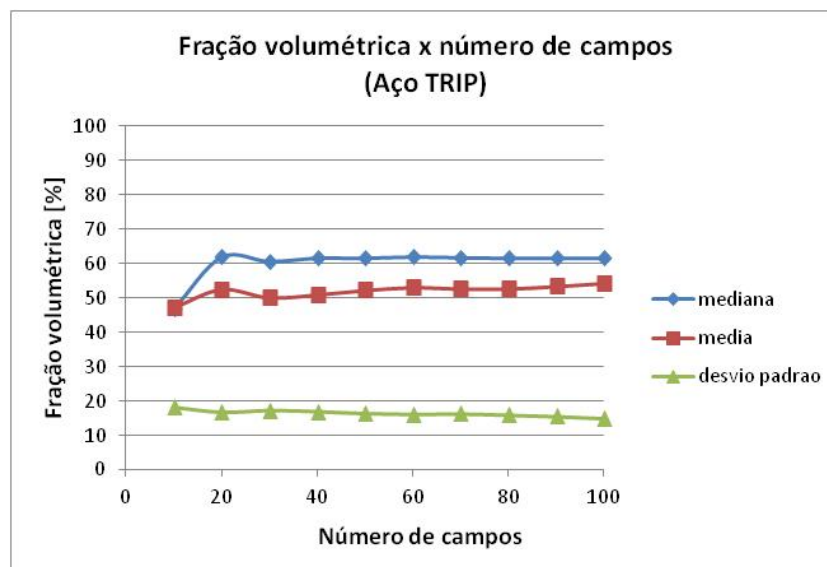
Ressalta-se que essas imagens foram obtidas com o particular intuito de se realizar esta análise, não sendo utilizadas nos demais tópicos deste trabalho. A intensidade do ataque realizado não deve modificar o resultado ao qual este estudo se destina. Apenas o contraste entre as fases presentes e a uniformidade do ataque realizado poderia influenciar no resultado desta análise. A homogeneidade do ataque em toda a amostra é um parâmetro importante para determinação do número de campos necessários visando quantificar a fração volumétrica e por consequência uma confiabilidade dos dados obtidos.

Dessa forma, das imagens foram estimadas as frações volumétricas dos campos escuros e plotados gráficos - fração volumétrica das fases martensita e bainita (tons de cinza escuro) x

número de campos - utilizando a média e mediana dos dados obtidos, com o intuito de verificar qual seria o número de campos necessários a serem utilizados para se obter uma estimativa confiável das frações volumétricas dos materiais analisados.

O resultado obtido para a fração volumétrica do aço TRIP é apresentado na Figura 4.2

Figura 4.2 – Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.



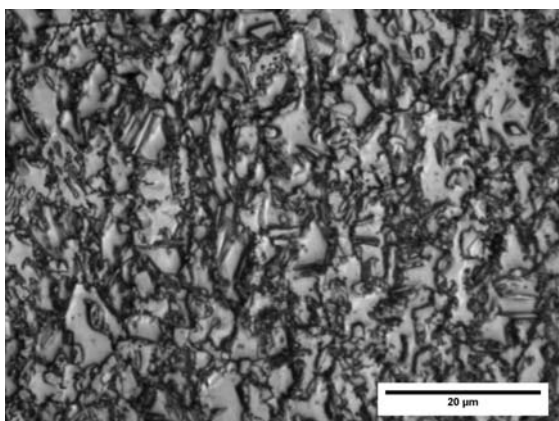
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se observar o gráfico da Figura 4.2 é possível notar que não há grande variação da fração volumétrica, sendo que a maior diferença é notada quando se compara a média da fração volumétrica estimada com 10 campos distintos (47,3% de fase escura) e 20 campos (52,5% de fase escura), aumento de 10,9%. À medida que se considera um número maior de imagens/campos, essa variação diminui, como pode ser comprovado pela Figura 4.2: a fração volumétrica de 30 campos é de 50,1% e de 40 campos é igual a 50,9%. Quando se compara a mediana da fração volumétrica estimada, o mesmo comportamento se verifica: com 10 campos distintos utilizados, a mediana da fração volumétrica foi de 47,3% e, ao se considerar 20 campos, a fração é de 61,9%, aumento de 30,9%. Ao se considerar 30 e 40 campos, as medianas foram de 60,7% e 61,6%, respectivamente, aumento de 1,6%.

Nota-se, pela análise da Figura 4.2, que o desvio padrão das estimativas das frações volumétricas, independente do número de campos considerado, pouco se altera. Ao se considerar que o desvio padrão é uma medida do grau de dispersão dos valores em relação ao valor médio, a pouca variabilidade dessa medida representa a homogeneidade dos dados analisados.

Com o intuito de comprovar se o aumento de 500x utilizado para a realização da análise do número de imagens necessárias é eficaz, foi realizado estudo similar utilizando-se 80 fotomicrografias de campos distintos de amostras atacadas com o reagente de Nital 2% do aço TRIP800, com ampliação de 1000x, Figura 4.3.

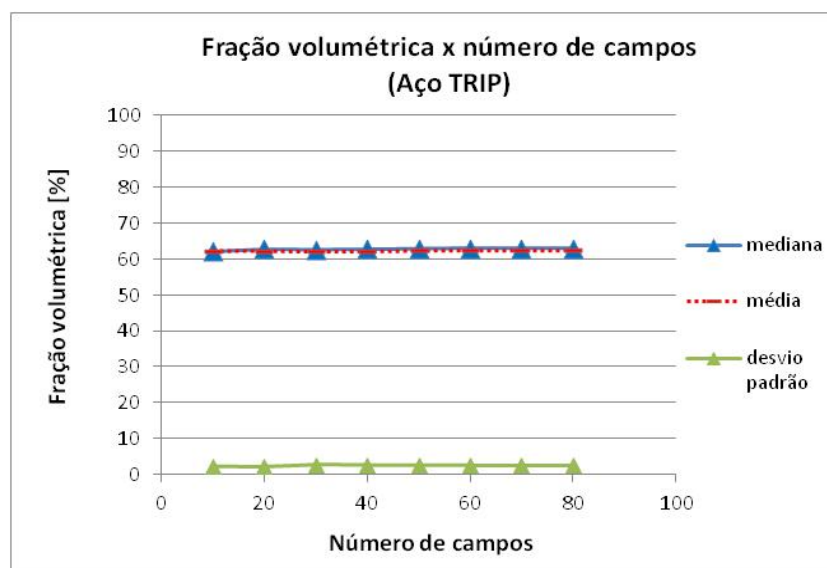
Figura 4.3 - Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento 1000x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

O resultado obtido para a fração volumétrica das fases escuras do aço TRIP com aumento de 1000x é apresentado na Figura 4.4.

Figura 4.4 - Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 1000x.



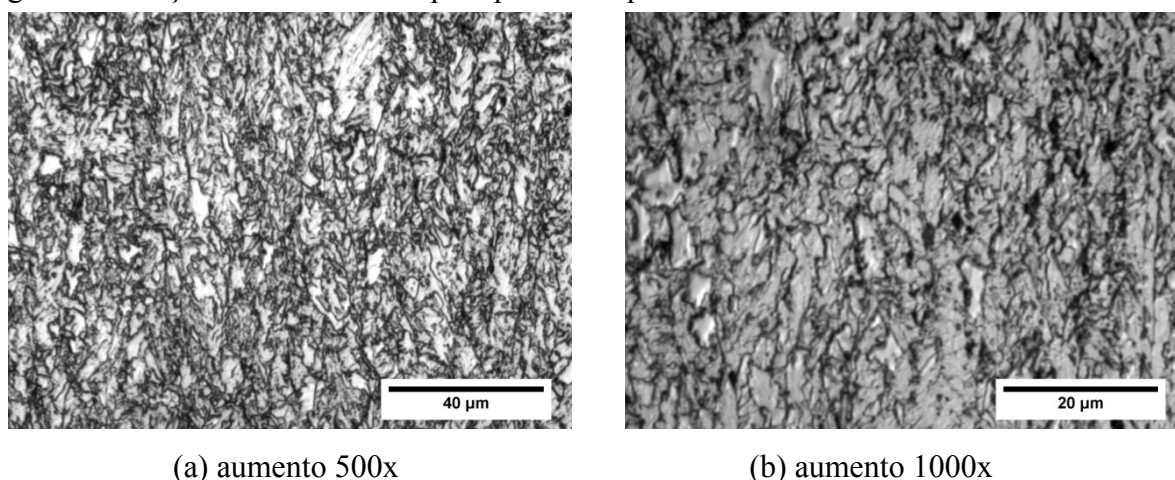
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se analisar os resultados apresentados nas Figuras 4.2 e 4.4 comprova-se que a mediana da fração volumétrica da fase escura do material analisado não difere de modo significativo quando utilizadas imagens ampliadas em 500x ou 1000x. Deste modo, demonstra-se que, para este estudo, análise de imagens com ampliação de 500x é válida e eficaz.

Para os aços CP e DP também foram realizados estudos acerca do número de campos necessários para se obter uma estimativa da fração volumétrica da fase escura adequada.

De amostras do aço CP800 e DP600 atacadas com o reagente de nital 2%, foram obtidas fotomicrografias como observado nas Figuras 4.5 e 4.7.

Figura 4.5 – Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%.

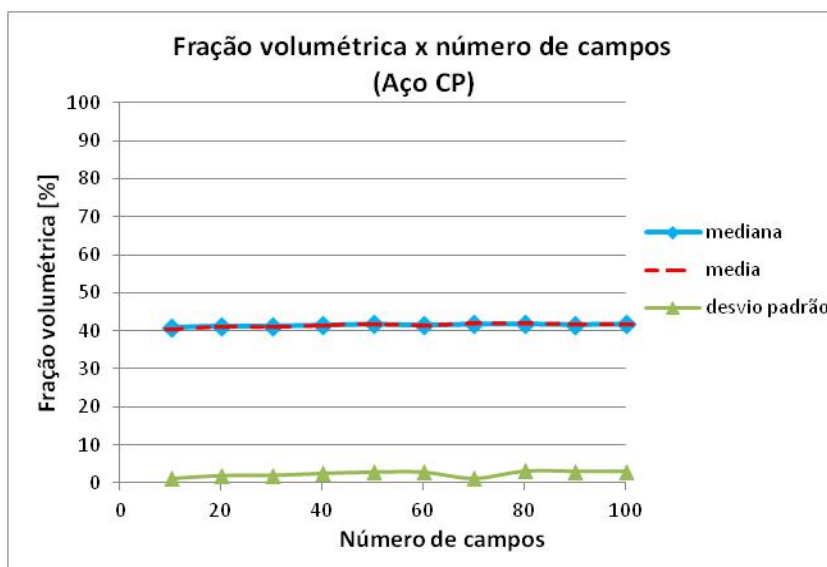


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A estimativa da fração volumétrica das fases que apresentam tons escuros no aço CP800 foi obtida com mais facilidade quando utilizadas imagens com aumento de 500x, pois as mesmas apresentaram melhor contraste em relação às imagens obtidas com maior magnitude, como pode ser observado nas Figuras 4.5a e 4.5b.

A Figura 4.6 mostra o gráfico da fração volumétrica estimada para a fase escura (martensita+bainita) do aço CP.

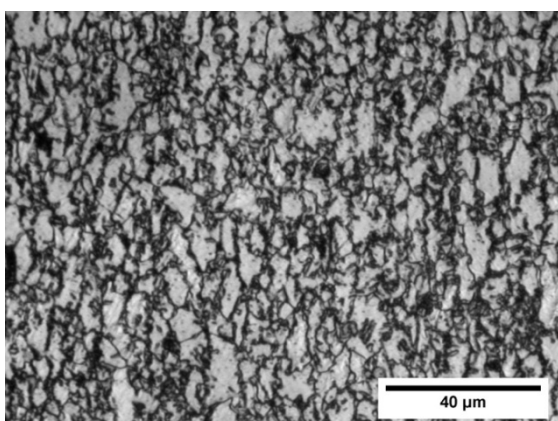
Figura 4.6 – Aço CP800: Fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

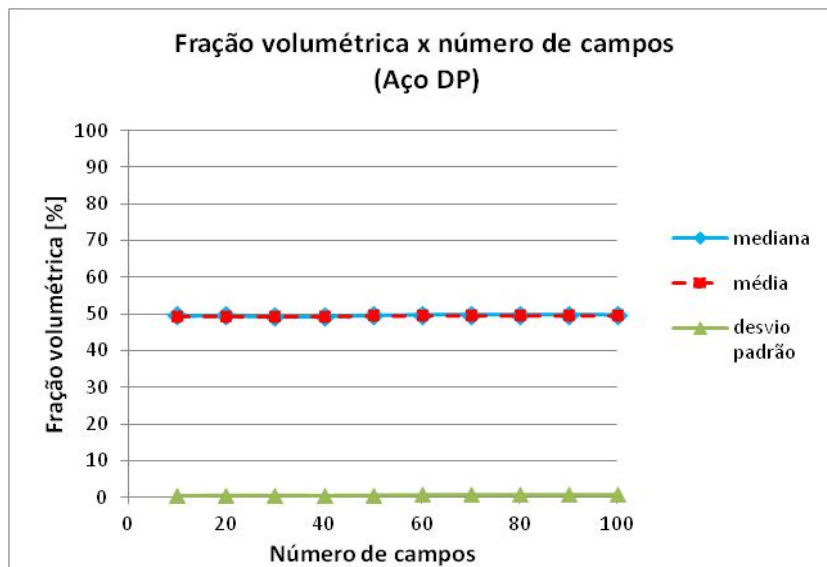
Comprovado que o aumento de 500x é adequado para a análise das amostras, também foram analisadas imagens do aço DP600, Figura 4.7 e os resultados obtidos para a estimativa da fração volumétrica da fase escura (provavelmente martensita) é apresentada na Figura 4.8.

Figura 4.7 – Aço DP600: Microscopia óptica. Ataque: nital 2%. Aumento de 500x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.8 – Aço DP600: Fração volumétrica da fase escura (martensita) x número de campos. Imagens com aumento de 500x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Nos gráficos que apresentam as fases escuras dos aços DP e CP, Figuras 4.6 e 4.8, nota-se baixa variabilidade da fração volumétrica da fase analisada independentemente do número de campos utilizados para se efetuar a estimativa.

Como pode ser observada nas curvas apresentadas nas Figuras 4.2, 4.6 e 4.8, a fração volumétrica dos materiais analisados possui baixa variação conforme o aumento no número de campos utilizados, isso ocorre devido aos materiais estudados possuírem microestrutura homogênea. Nota-se, também, que a variação diminui ainda mais, tornando praticamente constante a fração volumétrica, quando analisados 20 campos distintos ou mais da mesma amostra.

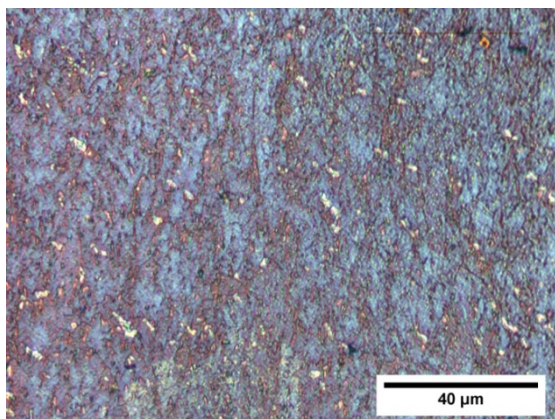
Com base nestas observações, optou-se por utilizar 20 campos para mensurar a fração volumétrica dos aços TRIP, CP e DP a serem estudados neste trabalho.

#### 4.1.2 Experimento B - Ataques utilizando o reagente LePera

Procedimento similar foi realizado para se definir o número de imagens necessárias para análises do Experimento B, ou seja, ataques dos materiais em estudo utilizando o reagente de LePera. Entretanto, houve dificuldade em se estimar as frações volumétricas dos constituintes de segunda fase dos aços TRIP e CP, principalmente da fase bainita, em imagens com aumento de magnitude de 500x, devido ambos os materiais apresentarem uma microestrutura refinada.

A Figura 4.9 exibe a micrografia do aço CP800 atacado com o reagente de LePera com um aumento de 500x, é possível identificar com facilidade a fase clara/branca (austenita retida), entretanto, o mesmo não ocorre com a fase marrom (bainita), que se confunde com os contornos de grãos de outros microconstituintes e mesmo com tons de azul mais escuros presentes na imagem.

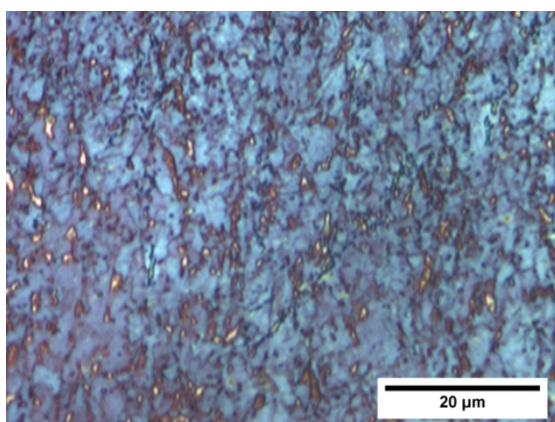
Figura 4.9 – Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 500x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com Wojnar (2000), a escolha adequada da ampliação é sempre um aspecto importante e exige uma análise cuidadosa. Por essa razão, imagens da mesma amostra com aumento de 1000x foram obtidas e utilizadas para estimar as frações volumétricas dos constituintes presentes no material, conforme pode ser observado na Figura 4.10.

Figura 4.10 – Aço CP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 1000x.



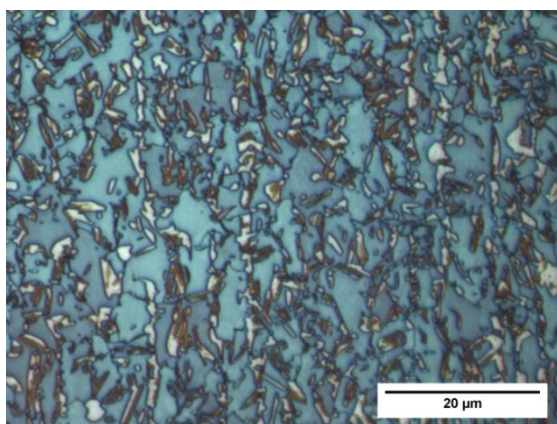
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Nota-se que com o aumento de 1000x, a fase bainita é mais evidente, fato que facilita a visualização e identificação para estimativa de sua fração volumétrica. Desse modo, a ampliação das imagens utilizadas foi de 1000x.

Tendo sido definida a magnitude do aumento das imagens a serem analisadas, outra consideração foi realizada. Ao se considerar que essa análise não difere dos estudos realizados anteriormente para amostras utilizando o reagente de nital, nos quais os números de campos necessários para os materiais analisados foram semelhantes devido à homogeneidade dos três materiais em estudo, o procedimento para se definir o número de imagens necessárias para análise do Experimento B foi realizado apenas para amostra do aço TRIP e o resultado obtido estendido para os outros materiais abordados.

Dessa maneira, foram obtidas 100 micrografias, com aumento de 1000x, de campos distintos de uma amostra de aço TRIP800 atacada com o reagente de LePera (solução 1:1 de metabissulfito de sódio 1% e picral 4%), Figura 4.11. E em seguida, foram estimadas as frações volumétricas das fases presentes no material com o intuito de verificar qual seria o número de campos necessários a serem utilizados para se obter uma estimativa confiável das frações volumétricas do material analisado.

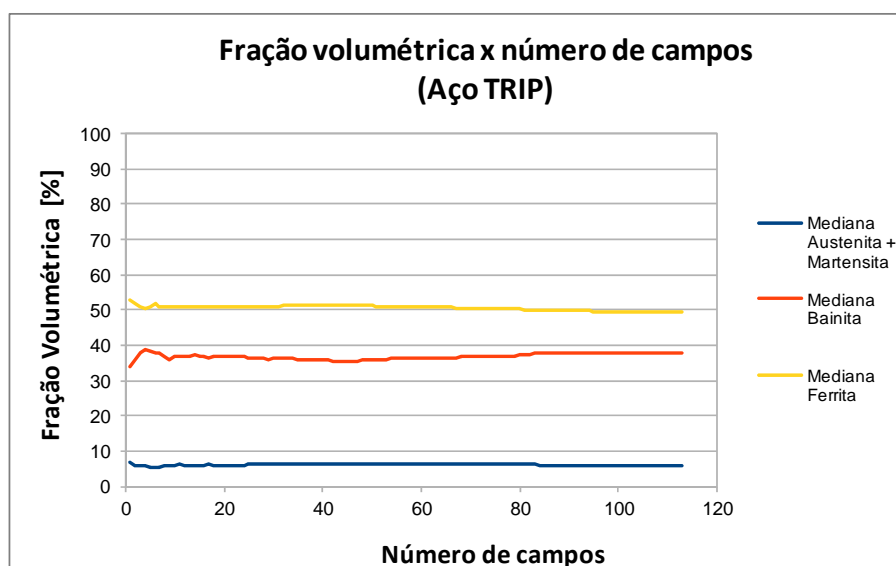
Figura 4.11 – Aço TRIP800: Microscopia óptica. Ataque: LePera. Aumento 1000x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A análise das imagens deste material foi realizada em etapas. Inicialmente, foi estimada a fração volumétrica da fase clara (martensita+austenita retida), seguida da fase que apresenta tonalidade marrom (bainita). A curva plotada é apresentada na Figura 4.12 - fração volumétrica das fases x número de campos - utilizando a mediana dos dados obtidos.

Figura 4.12 – Aço TRIP800: Fração volumétrica x número de campos. Imagens com aumento de 1000x.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

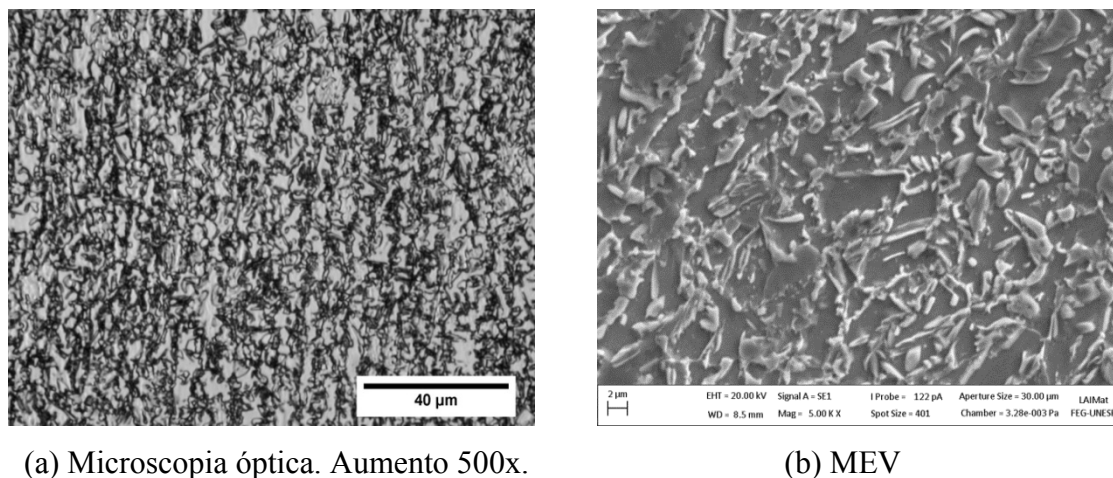
Como pode ser observado na Figura 4.12, a fração volumétrica do material analisado possui pouca variação ao longo da amostra, conforme esperado, visto que possui microestrutura homogênea. Nota-se, também, que a variação diminuiu ainda mais, tornando praticamente constante a fração volumétrica, quando analisados 10 campos distintos ou mais da mesma amostra. Com base nestas observações, optou-se por utilizar 20 campos para mensurar a fração volumétrica do aço TRIP.

#### 4.1.3 Considerações relativas aos itens 4.1.1 e 4.1.2

Para a amostra atacada com o reagente nital, a mediana da fração volumétrica da fase escura (martensita e bainita) foi de aproximadamente 60% tanto quando utilizadas as imagens obtidas com aumento de 500x quanto com aumento de 1000x.

Considerando que a amostra utilizada para a realização da discussão na seção 4.1.1 foi atacada por tempo excessivo (o que não influi na discussão para a qual foi utilizada), foi analisada outra amostra de aço TRIP atacada por um tempo inferior e estimada a fração volumétrica da fase escura, Figura 4.13a, que é de aproximadamente 46%.

Figura 4.13 - Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.



(a) Microscopia óptica. Aumento 500x.

(b) MEV

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A fim de se confirmar a estimativa da fração volumétrica obtida por meio de microscopia óptica, Figura 4.13a, e do *software ImageJ*, foi realizada uma análise com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura, como pode ser observado na Figura 4.13b.

Na Figura 4.13b é possível observar a matriz ferrítica e os constituintes de segunda fase em relevo.

Quando amostra do mesmo material (aço TRIP800) foi atacada com o reagente LePera, a mediana da fração volumétrica da fase bainítica foi de cerca de 40% e a das fases austenita retida + martensita foi de aproximadamente 10%. Resultado similar aos apresentados por He et al (2012).

Uma observação deve ser feita em relação às estimativas destas frações volumétricas. Houve particular dificuldade em se distinguir as regiões que apresentam tons de azul mais escuro das áreas que possuem tons de marrom claro. Dessa forma, o valor real da fração de bainita possivelmente é menor que 40%.

Ao se comparar os resultados das frações volumétricas obtidas em amostras do mesmo material (aço TRIP800) atacadas com os reagentes de nital (seção 4.1.1) e LePera (seção 4.1.2), nota-se que há variação entre as frações estimadas, mas a mesma não é elevada e possivelmente possa ser explicada devido a dificuldade em se distinguir o interior dos grãos dos seus contornos, portanto, optou-se por tratar ambos da mesma maneira conforme referenciado por alguns autores como Wojnar (2000), que afirma que ao se estimar a fração volumétrica dos constituintes de um dado material, grãos e contornos de grãos são tratados, do ponto de vista da análise de imagens, como sinônimos.

De acordo com Wojnar (2000) é absolutamente impossível desenvolver um algoritmo único, universal para a detecção de grãos e contornos de grãos, tendo sido relatadas diversas soluções, como os descritos em Burger e Burge (2008), Jähne (1997), Russ (2011) e Wojnar (2000), Entretanto, estes procedimentos são complexos e não é o foco deste trabalho.

Discussão aprofundada acerca dessa diferença apresentada não foi encontrada na literatura consultada, tampouco, foram encontradas pesquisas/artigos nos quais exista qualquer ponderação ou comparação entre as frações volumétricas de todos os microconstituintes de um material multifásico obtidas por meio do uso de diferentes reagentes químicos. De fato, a caracterização de um ou mais materiais por diferentes ataques químicos coloridos (*tint etching*) a fim de identificar diferentes fases foi explorado por diversos pesquisadores como Girault et al (1998) e Hairer et al (2008). Além de pesquisas envolvendo diferentes métodos para quantificar a fase de um microconstituente de diferentes aços TRIP, como o realizado por Jacques et al (2009).

Com base na extensa pesquisa bibliográfica realizada, é possível afirmar que os resultados das estimativas das frações volumétricas do aço TRIP800 realizada e apresentada nas seções anteriores condizem com os resultados obtidos por outros autores.

## 4.2 EXPERIMENTO A (REAGENTE NITAL)

Tendo sido definido o número de campos a serem obtidos para a estimativa da variável de resposta, os experimentos foram realizados de acordo com o planejamento experimental descrito na seção 3.2. Reitera-se que os ensaios foram realizados em ordem totalmente aleatória (para impedir que erros atípicos sejam obrigatoriamente associados a determinadas combinações de níveis) e em triplicatas para que fosse possível estimar o erro experimental e, a partir daí, a significância estatística dos efeitos.

### 4.2.1 Estimativas das frações volumétricas

Após a realização de cada experimento, foram obtidas 20 fotomicrografias de cada amostra atacada e estimada as frações volumétricas da fase mais escura de cada uma das imagens obtidas com o *software* livre *ImageJ*. O modo como a fração volumétrica dos ensaios com o reagente de nital foi estimada foi determinado conforme descrito nesta seção.

De acordo com Russ (2011) e Wojnar (2000), o ajuste manual dos *threshold* para produzir um resultado que é considerado correto com base em inspeção visual por um

operador humano é comum, mas na maioria dos casos deve ser evitado. Além de levar tempo e ser incompatível com o processamento automático, resultados diferentes são susceptíveis de serem obtidos em momentos diferentes ou por pessoas diferentes. Erros devido ao *threshold* manual são, provavelmente, responsáveis por mais problemas na análise de imagem posterior do que qualquer outra causa.

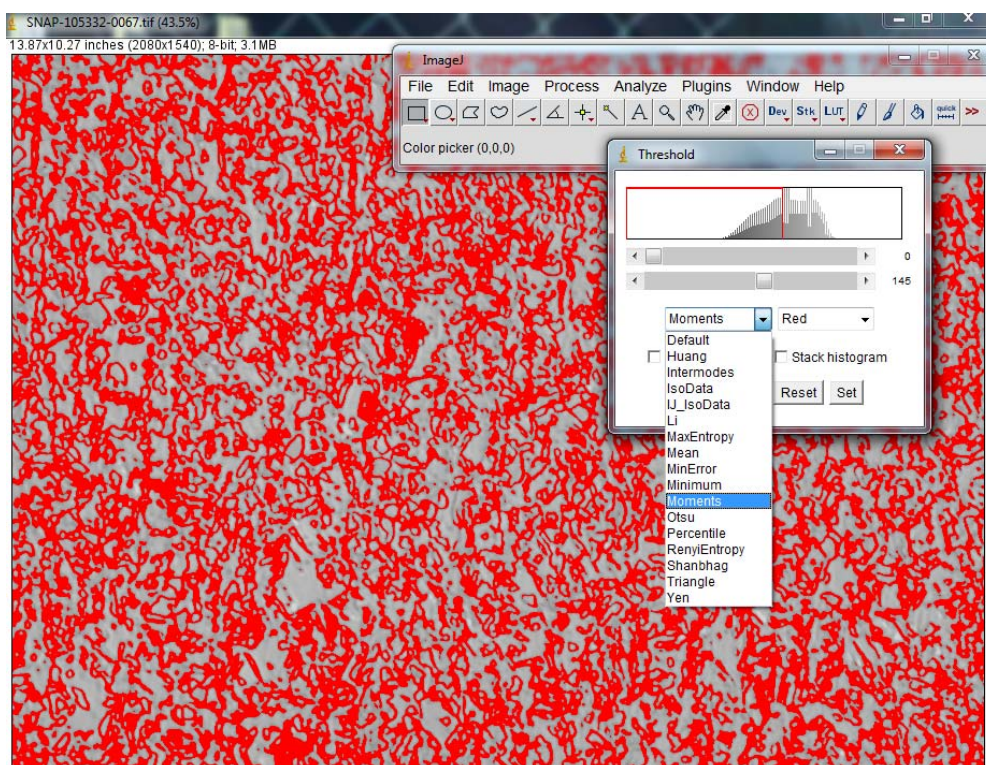
Portanto, para cada um dos materiais analisados, foi utilizado um determinado *auto threshold* (*threshold* automático) para estimar a fração volumétrica das imagens de todos os experimentos realizados. A seleção do *auto threshold* de cada material foi realizada da maneira descrita a seguir:

Dos experimentos realizados com o reagente nital foram escolhidos aleatoriamente dez ensaios de cada material. Para cada um desses experimentos foi realizado o *threshold* para a estimativa da fração volumétrica da fase escura de modo manual, ou seja, o *threshold* do experimento foi realizado imagem a imagem por três pessoas envolvidas diretamente nesta pesquisa e a média foi calculada. Em seguida, no mesmo conjunto de imagens foi aplicado o *auto threshold* (*Huang*, *Intermodes*, *IsoData*, *Li*, *MaxEntropy*, *Mean*, *MinError*, *Minimum*, *Moments*, *Otsu*, *Percentile*, *RenyEntropy*, *Shanbhag*, *Triangle*, *Yen*), sendo o valor médio entre as 20 imagens também obtido.

Os valores obtidos em todos os *auto threshold* foram comparados com a média do *threshold* obtido manualmente, sendo que a estimativa de *auto threshold* que mais se aproximou do valor obtido manualmente foi selecionada. Buscou-se, dessa maneira, diminuir/amenizar a variação da estimativa da fração volumétrica dos experimentos no que concerne ao operador, equipamento no qual se está realizando a estimativa, iluminação do ambiente, entre outros fatores.

Para os ensaios realizados com o aço TRIP800, o *auto threshold "Moments"* foi selecionado, Figura 4.14. Sendo assim, para cada experimento realizado neste material, a estimativa da fração volumétrica das 20 imagens obtidas das fases mais escuras foi obtida com o auxílio do *software Image J* e utilizando, para seleção das áreas a serem estimadas, o *auto threshold* já mencionado.

Figura 4.14 – Aço TRIP800: Aplicação do *auto threshold "Moments"* para estimativa da fração volumétrica.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Das estimativas das frações volumétricas da fase escura obtidas das 20 imagens utilizadas foi então calculada a média, mediana e seus respectivos desvios, Tabela 4.1, e plotada uma curva a fim de avaliar esses dados, Figura 4.15.

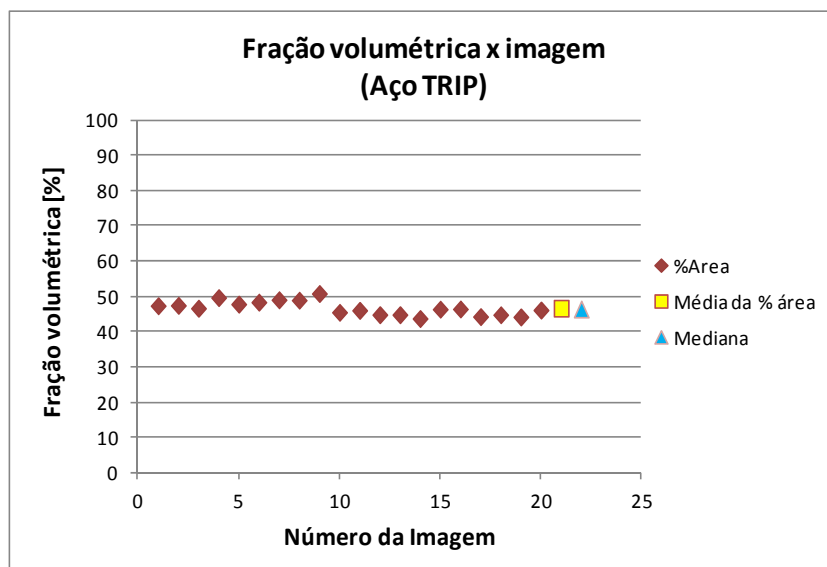
Tabela 4.1 – Aço TRIP800: Estimativa da fração volumétrica da fase escura (Experimento 6, triplicata).

Média da % área	Mediana da % área	Desvio padrão da média	Desvio padrão da mediana
46,5	46,2	2,0	0,7

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

É possível observar pelos dados apresentados na Figura 4.15 que, em diferentes regiões de uma mesma amostra, a fração volumétrica das fases presentes possui pouca variação.

Figura 4.15 – Aço TRIP800: Fração volumétrica x imagens (Experimento 6, triplicata)



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

O mesmo procedimento foi realizado para todos os experimentos do aço TRIP. Para o aço CP, o *auto threshold* "Huang" foi escolhido e para o aço DP foi o "Yen". Os resultados encontram-se listados nas Tabelas 4.2 a 4.4.

Além da estimativa da média da fração volumétrica das imagens obtidas ao final de cada experimento, Quadros 4.1, 4.2 e 4.3, bem como seu respectivo desvio padrão/erro, também foram estimadas as medianas e suas incertezas, como observado nas Tabelas 4.2 a 4.4.

Optou-se por efetuar o cálculo das medianas pois, de acordo com Müller (2000), os valores médios, tradicionalmente usados como um parâmetro local na análise de intercomparações, são conhecidos pela falta de estabilidade contra o efeito de valores extremos (outliers), comumente conhecidos como "pontos fora da curva". E por essa razão, Müller propõe substituí-los (ou complementá-los) pelo uso de medianas, que têm melhor "robustez" estatística. Adicionalmente, o autor sugere uma estimativa para a incerteza correspondente, a qual também foi aplicada neste trabalho e cujo resultado consta das Tabelas 4.2 a 4.4.

Nos resultados apresentados nas Tabelas 4.2 a 4.4 observa-se que ambos os parâmetros (média e mediana) se aproximam. Entretanto, devido às incertezas apresentadas pela mediana serem inferiores, os cálculos posteriores realizados neste trabalho será baseado na mediana das frações volumétricas das imagens obtidas nos experimentos.

Quadro 4.1 – Aço DP600: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	11	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	15	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	11	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	15	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	11	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	15	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	11	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	15	1	1	água com bicarbonato de sódio

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Tabela 4.2 - Aço DP600: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital)

Experimento	Fração volumétrica dos experimentos												Média das medianas ( $\bar{Y}$ )
	1				2*				3*				
	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	
1	33,0	4,8	31,5	0,8	29,4	1,5	29,1	0,5	26,7	5,6	28,3	1,9	29,6
2	41,2	6,4	41,1	0,9	41,4	5,0	40,4	1,0	43,3	2,7	42,6	0,6	41,4
3	38,9	3,8	37,3	0,8	39,9	2,1	40,0	0,4	44,8	2,3	44,9	0,8	40,8
4	52,7	3,2	52,7	1,2	43,1	1,7	43,3	0,6	51,0	1,6	50,8	0,4	48,9
5	38,0	3,2	38,0	0,7	40,7	6,7	40,0	2,2	41,8	1,1	41,5	0,3	39,8
6	42,5	2,1	42,3	0,6	36,5	1,8	36,3	0,6	38,7	2,6	38,1	0,6	38,9
7	40,4	1,3	40,0	0,3	38,3	2,6	37,9	0,6	41,6	3,4	41,3	0,8	39,7
8	63,3	3,0	62,7	1,3	56,2	2,4	56,2	0,8	55,7	2,3	55,3	0,9	58,1
													$\bar{Y}=42,2$

\*referem-se às réplicas dos experimentos

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quadro 4.2 - Aço TRIP800: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	11	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	14	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	11	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	14	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	11	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	14	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	11	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	14	1	1	água com bicarbonato de sódio

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Tabela 4.3 - Aço TRIP800: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital)

Experimento	Fração volumétrica dos experimentos												Média das medianas ( $\bar{Y}$ )
	1				2*				3*				
	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	
1	45,7	5,0	45,5	1,5	46,9	5,3	47,6	2,0	37,8	4,7	38,8	0,9	44,0
2	45,7	4,2	46,3	1,2	44,1	3,2	44,5	1,2	48,3	4,4	47,4	1,1	46,1
3	48,1	4,5	48,5	1,6	53,7	2,6	54,1	0,9	50,5	2,6	51,0	0,8	51,2
4	56,5	5,0	56,0	1,4	54,6	2,1	54,5	0,3	54,2	2,6	53,6	0,7	54,7
5	43,2	4,4	42,3	1,3	41,7	4,2	42,2	1,0	41,2	4,2	41,2	0,9	41,9
6	54,9	2,1	55,4	0,6	51,7	5,5	52,2	1,7	46,5	2,0	46,2	0,7	51,3
7	64,6	2,7	64,5	1,0	56,8	3,5	55,7	1,3	61,0	2,3	61,1	0,5	60,4
8	61,2	1,9	61,4	0,4	59,1	4,6	59,4	1,1	65,3	2,3	65,4	0,7	62,1
													$\bar{Y}=51,5$

\*referem-se às réplicas dos experimentos

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quadro 4.3 - Aço CP800: Arranjo ortogonal para a realização do Experimento A

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	6	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	10	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	6	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	10	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	6	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	10	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	6	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	10	1	1	água com bicarbonato de sódio

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Tabela 4.4 - Aço CP800: Fração volumétrica da fase escura (Experimento A - reagente: nital)

Experimento	Fração volumétrica dos experimentos												Média das medianas ( $\bar{Y}$ )
	1				2*				3*				
	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	média	erro/desvio da média	mediana	erro/desvio da mediana	
1	46,9	16,7	41,2	5,2	46,5	10,1	44,8	3,0	43,1	14,0	42,5	3,8	42,8
2	42,0	9,4	40,9	2,5	48,7	12,3	47,4	3,9	45,8	3,1	45,3	1,1	44,5
3	41,8	6,8	43,2	2,9	41,3	6,7	42,2	2,2	50,9	3,2	51,2	0,9	45,5
4	42,0	8,7	42,0	2,6	39,6	6,4	40,4	2,1	47,3	3,4	46,8	0,6	43,1
5	46,2	6,5	45,0	1,8	45,9	4,5	46,7	1,0	52,0	8,1	52,5	3,0	48,0
6	48,3	10,3	49,8	1,8	40,7	5,1	41,0	1,5	40,4	5,8	40,2	1,5	43,7
7	55,4	6,9	54,0	2,8	44,1	6,7	42,9	1,4	49,3	7,2	49,7	2,1	48,9
8	59,6	5,5	59,4	1,7	51,6	3,5	52,0	1,4	58,1	7,4	56,0	1,8	55,8
													$\bar{Y}=46,5$

\*referem-se às réplicas dos experimentos

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao analisar as Tabelas 4.2, 4.3 e 4.4 e os Quadros 4.1, 4.2 e 4.3 é possível notar que para os três materiais em estudo, o experimento 8 apresenta o maior valor médio de fração volumétrica (TRIP: 62,1%, DP: 58,1%, CP: 55,8%), ou seja, nesse experimento a intensidade/grau de ataque foi consideravelmente maior quando comparado aos demais experimentos. Entretanto, ao se analisar esse fator isoladamente, não é possível fazer outras afirmações.

Quando se compara o experimento 8 ao experimento 6 (que possui os fatores concentração da solução de nital e tempo de ataque nos mesmos níveis que o experimento 8 e modo de ataque diferente) nota-se que as frações volumétricas obtidas no experimento 6 diferem bastante dos resultados apresentados no experimento 8. Esse fato indica que o fator modo de ataque influencia de forma significativa o processo. Mas, não nos permite afirmar se há ou não interação entre os fatores modo de ataque, concentração da solução de nital e tempo de ataque. Por esse motivo, análises posteriores foram realizadas, incluindo o efeito dos fatores em relação ao valor médio das medianas e a análise da variância (ANOVA) em relação à média e ao sinal-ruído. A possibilidade de executar essas análises estatísticas, a fim de se obter dados confiáveis acerca da influência dos diversos fatores analisados no processo de ataque químico em questão, foi a razão de se optar pelo emprego de técnicas de Planejamento de Experimentos.

Dessa forma, com o objetivo de se identificar quais são os fatores que mais influenciam o processo de ataque químico utilizando o reagente nital foram realizados ataques químicos definidos pelo arranjo ortogonal descrito na seção 3.2.2. A variável de resposta escolhida foi a fração volumétrica da fase escura das imagens obtidas, seção 3.2.1. Quanto maior for a fração volumétrica da fase mais escura, maior a intensidade/grau de ataque da amostra, conforme descrito na seção 2.2.

Inicialmente, os resultados obtidos para os experimentos de cada um dos materiais analisados são discutidos de maneira particular, em seguida, uma comparação entre os três materiais analisados será realizada.

Faz-se necessário ressaltar que neste trabalho, os fatores bem como os efeitos das interações entre os mesmos são identificados e/ou quantificados, entretanto, nem sempre foi possível justificar/explicar com certeza os mesmos. Nestes casos, pressuposições e hipóteses foram levantadas a fim de explicar tais ocorrências, considerando que seria necessária a realização de outras pesquisas para ser possível fazer afirmações acerca destes tópicos.

### 4.2.2 Aço TRIP800

Conforme enunciado na seção 2.3.4.4.1, o efeito médio do fator corresponde à resposta média do fator em cada nível de experimento. Assim, o efeito médio do fator 1<sub>1</sub> (ou seja, o fator 1: concentração da solução de nital, no nível 1: concentração de 2%) para o aço TRIP será:

$$\bar{1}_1 = \frac{\bar{Y}_1 + \bar{Y}_2 + \bar{Y}_3 + \bar{Y}_4}{4} = \frac{44,0 + 46,1 + 51,2 + 54,7}{4} = 49,0\%$$

Este resultado indica que a fração volumétrica média da fase escura do aço TRIP quando este material é atacado com o reagente nital na concentração de 2% é de 49%.

O efeito médio dos demais fatores é calculado de forma semelhante e são apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Aço TRIP800: Efeito médio dos fatores. Experimento A.

Material	Concentração da solução de nital		Modo de ataque		Tempo de ataque		Modo de limpeza	
	2%	3%	Imersão	esfregamento	TRIP		Convencional	Solução de bicarbonato de sódio 1%
					11	14		
TRIP	49,0%	53,9%	45,8%	57,1%	49,4%	53,5%	52,6%	50,3%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

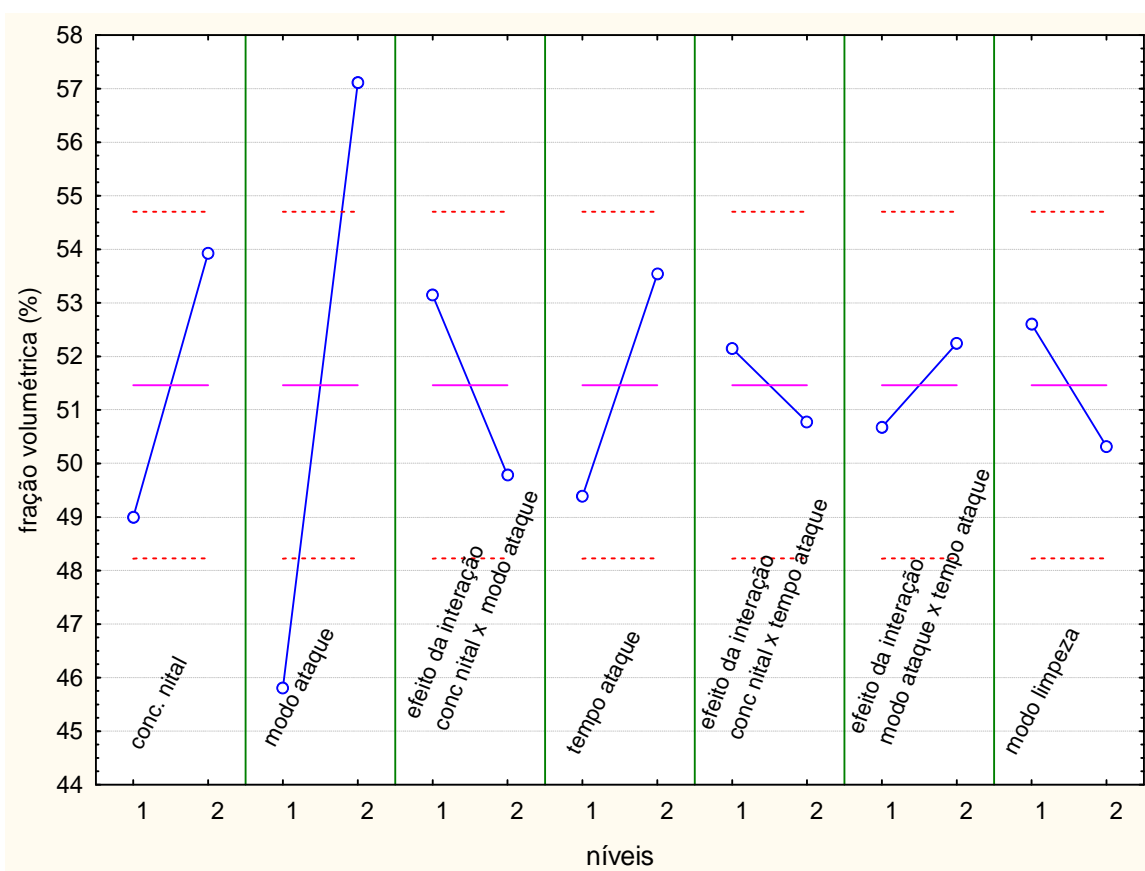
Esses dados também podem ser representados graficamente, o que simplifica a interpretação dos resultados, como observado na Figura 4.16.

Desse modo, ao se analisar a Figura 4.16 e a Tabela 4.5 é possível compreender como os fatores discriminados influem no processo de ataque químico empregando o reagente nital. A fração volumétrica da fase escura do material passa de 49,0% a 53,9%, ao se modificar a concentração do reagente de 2% para 3%.

Ao se realizar o experimento com a variável modo de ataque no nível 1 (imersão), a média das frações volumétricas obtidas foi de 45,8%. Quando esse fator é ajustado no nível 2 (esfregamento), a fração volumétrica média foi de 57,1%.

Ao se analisar os fatores dessa forma, ou seja, um a um, é possível afirmar que o parâmetro que possui maior impacto sobre a variável de resposta do processo é o modo de ataque, seguido da concentração da solução de nital, tempo de ataque e modo de limpeza.

Figura 4.16 – Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a média das medianas da fração volumétrica.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Assim, se não houvesse o efeito das interações entre os fatores citados e o objetivo do processo fosse unicamente maximizar a variável de resposta (fração volumétrica da fase escura), a melhor combinação destes fatores seria:

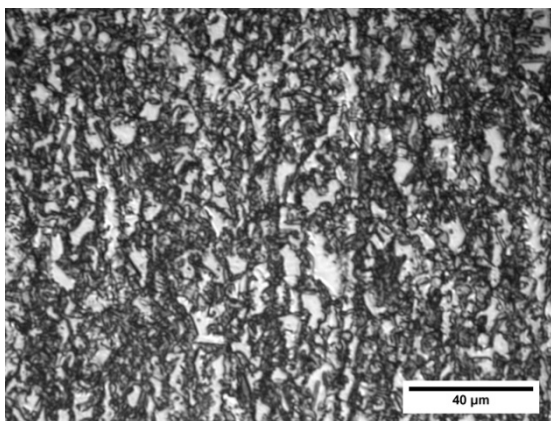
- concentração da solução de nital no nível 2 (3%);
- modo de ataque no nível 2 (esfregamento);
- tempo de ataque no nível 2 (tempo maior - 14s);
- modo de limpeza no nível 1 (modo convencional).

Conforme observado pelos dados da Tabela 4.3, quando o ataque é realizado em condições semelhantes a esta, Experimento 8 (Figura 4.17), a fração volumétrica é maior do que nos demais Experimentos. Como a matriz de Taguchi é uma matriz fracionada, não necessariamente esta condição encontra-se contemplada na matriz, como de fato, não está, visto que o modo de limpeza associado ao Experimento 8 encontra-se no nível 2. Portanto,

um ensaio de verificação foi proposto e o resultado obtido ( $\bar{Y} = 66,8\%$ ) confirmou que o melhor ajuste para se maximizar a variável de resposta é:

$$1_2 2_2 4_2 7_1$$

Figura 4.17 - Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 14s.



modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 8 - fração volumétrica: 59,4%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A Tabela 4.5 e a Figura 4.16 indicam que os fatores analisados têm influência em maior ou menor grau sobre a variável de resposta, no entanto, não é possível distinguir por meio dos resultados apresentados quais dentre esses fatores variam de maneira significativa a fração volumétrica da fase escura do material, ou seja, influenciam o grau de ataque do aço TRIP800. Por este motivo, a fim de se determinar quais dentre os fatores e suas interações são, de fato, relevantes para a variável de resposta do processo, foi realizado um tratamento estatístico dos dados utilizando a técnica de análise de variância (ANOVA).

Os cálculos foram realizados com os dados contidos na Tabela 4.3 com o auxílio do *software STATISTICA*. A definição dos itens calculados na tabela ANOVA encontra-se na seção 2.3.4.4.2. O p-valor, com uma significância de 0,05 ( $\alpha=0,05$ ), foi o critério utilizado para definir a relevância de cada um dos fatores analisados e suas interações.

Dessa forma, a análise da variância dos dados relativos ao aço TRIP foi calculada e é apresentada na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média das medianas da fração volumétrica da fase escura).

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	146,0242	1	146,0242	13,91289	0,001823	99,82
Modo de ataque	766,2247	1	766,2247	73,00433	0,000000	100,00
Interação: concentração nital x modo ataque	67,7057	1	67,7057	6,45086	0,021847	97,82
Tempo ataque	103,2748	1	103,2748	9,83981	0,006369	99,36
Interação: concentração nital x tempo de ataque	11,2210	1	11,2210	1,06912	0,316522	68,35
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	14,7040	1	14,7040	1,40096	0,253850	74,62
Modo de limpeza	31,2143	1	31,2143	2,97404	0,103872	89,61
Erro	167,9297	16	10,4956			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

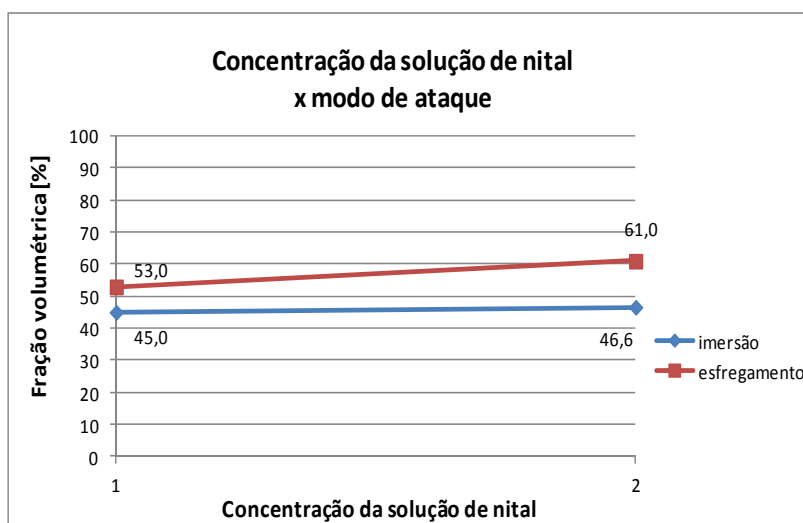
De acordo com o critério estabelecido para se determinar a significância ou não dos parâmetros no processo, os fatores concentração da solução de nital, modo de ataque, tempo de ataque e a interação entre a concentração da solução de nital e o modo de ataque impactam de maneira significativa a variável de resposta do processo para este material, ou seja, a alteração destes parâmetros resulta em aumento/diminuição na fração volumétrica do material de maneira tal que são considerados significantes, como pode ser comprovado com os resultados apresentados na Tabela 4.5.

Uma observação é relevante quanto à interpretação do termo "interação de fatores": estatisticamente, somente há interação entre dois ou mais termos se a diferença que ocorre na resposta entre os níveis de um fator não é a mesma em todos os níveis dos outros fatores, ou seja, o feito de duas ou mais variáveis não é simplesmente aditivo, conforme definido na seção 2.3.2, portanto, no texto deste trabalho será utilizado o termo "efeito das interações" para descrever a relação que há entre dois ou mais fatores, independente da resposta nos níveis dos mesmos. Quando houver interação dos fatores conforme definido estatisticamente, o mesmo será referido no texto como "interação dos fatores".

Esclarecido o uso de termos, nota-se que por meio da análise dos efeitos médios dos fatores é possível, apenas, avaliar o efeito que cada fator exerce de maneira isolada na variável de resposta. A influência que dois fatores geram na variável de resposta, no entanto, é melhor compreendida quando os dados de ambas as variáveis envolvidas são analisadas como na Figura 4.18.

Pela análise do gráfico da Figura 4.18 é possível comprovar que há interação entre os fatores concentração da solução e modo de ataque, visto que a diferença na resposta entre os níveis de um fator não é a mesma em todos os níveis dos outros fatores.

Figura 4.18 - Aço TRIP800: Concentração da solução de nital x modo de ataque

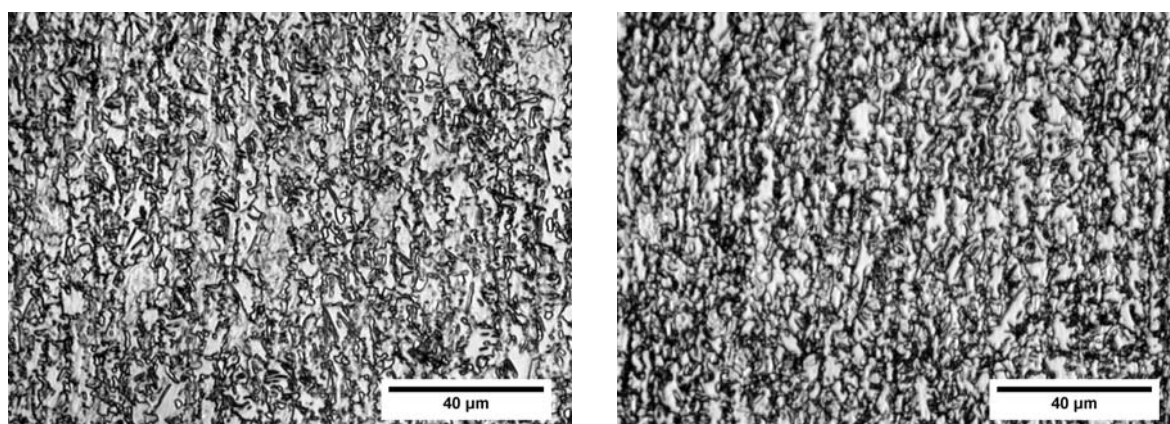


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quando o fator concentração da solução de nital encontra-se no nível 1 (2%), a fração volumétrica da fase escura do material foi em média de 45,0% quando a amostra foi atacada por imersão e de 53,0% quando atacada por esfregamento, Figura 4.19. A amostra atacada por imersão, Figura 4.19a, possibilita a visualização de detalhes da microestrutura do material devido à maior nitidez da imagem obtida.

Quando o fator concentração da solução de nital encontra-se no nível 2 (3%), a fração volumétrica da fase escura do material foi em média de 46,6% quando atacado por imersão e em média de 61,0% quando o método de ataque foi o esfregamento, Figura 4.20.

Figura 4.19 - Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.



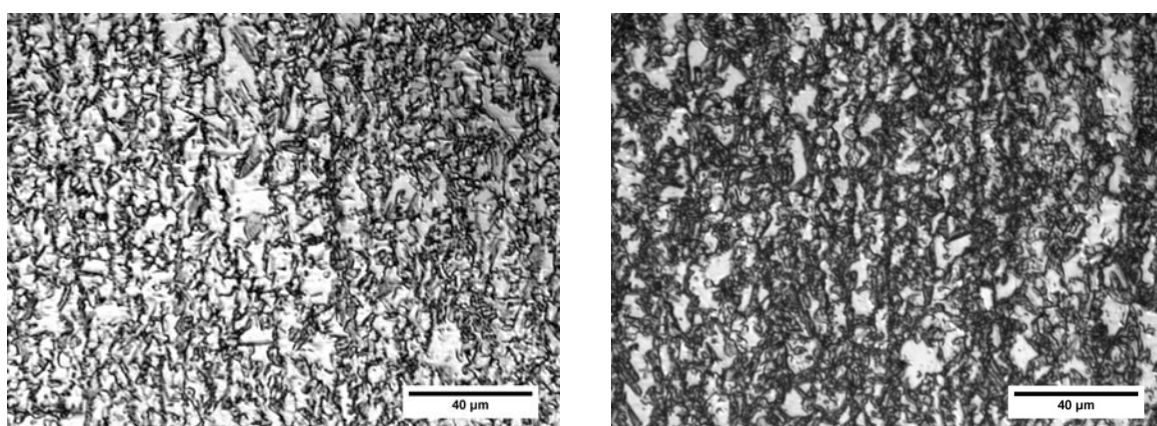
a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 1 - fração volumétrica: 45,5%)

b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 3 - fração volumétrica: 51,0%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Em outras palavras, quando se opta por realizar o ataque por imersão, alterar a concentração da solução de nital de 2% para 3% ocasiona um aumento da fração volumétrica de cerca de 45% para 46,6%, ou seja de 4%, mas, se a mesma alteração for realizada quando o modo de ataque utilizado for esfregamento, este aumento passa a ser de 15%. Em vista desta constatação, é coerente afirmar que, para amostras do aço TRIP800 atacadas com o reagente nital, o fator modo de ataque possui maior influência que a concentração da solução de nital, como havia sido suposto na análise da Tabela 4.5.

Figura 4.20 - Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 11s.



a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 5 - fração volumétrica: 42,3%)

b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 7- fração volumétrica: 64,5%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

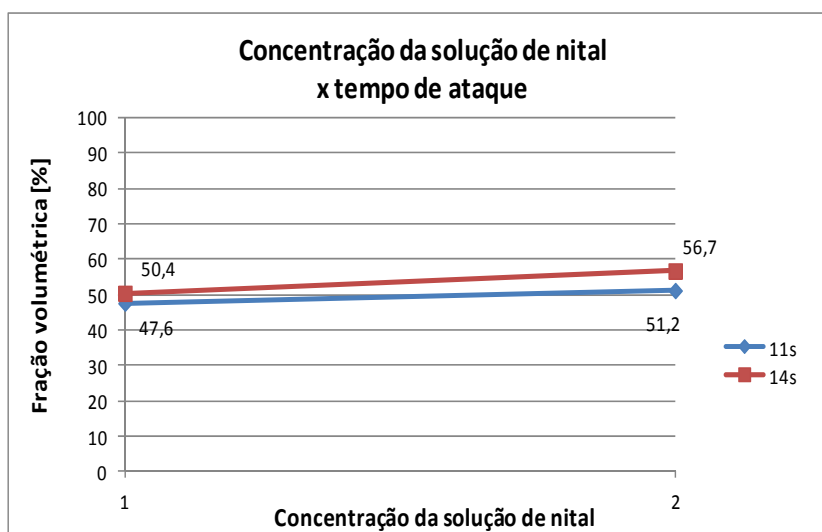
Com base nestas observações, é possível notar a importância tanto do fator modo de ataque quanto da interação entre este fator e a concentração da solução utilizada.

Esta análise resulta em informações mais detalhadas acerca da importância que a interação entre os fatores analisados têm na resposta do processo, entretanto, o fator tempo de ataque não foi considerado, ou seja, esta análise considera a fração volumétrica média quando os fatores modo de ataque e concentração da solução de nital são variados independentes do tempo de ataque. A fim de considerar a variável tempo de ataque, as imagens das Figuras 4.22 e 4.24 e os gráfico das Figuras 4.21 e 4.23 foram plotados.

A Figura 4.21 ilustra a influência que a combinação entre os fatores concentração da solução de nital e tempo de ataque possuem no processo. Apesar das retas não serem tão acentuadas quanto às da interação entre os fatores concentração da solução e modo de ataque, ainda assim, a variação destes fatores resulta em aumento na fração volumétrica. Entretanto,

nota-se que não há interação entre estes fatores, pois o comportamento dos fatores é o mesmo em ambos os níveis analisados.

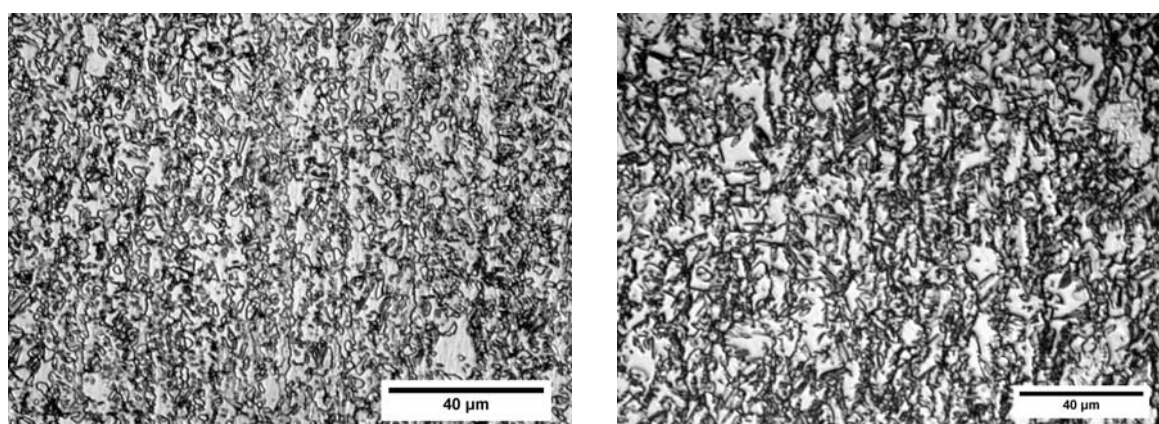
Figura 4.21 - Aço TRIP800: Concentração da solução de nital x tempo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A influência do fator tempo de ataque é observada quando comparadas as Figuras 4.17a e 4.20a ou 4.17b e 4.20b, por exemplo, nota-se uma variação de 4% e 5%, respectivamente, ao se alterar este parâmetro.

Figura 4.22 - Aço TRIP800: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 14s.



a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 2 - fração volumétrica: 47,4%)

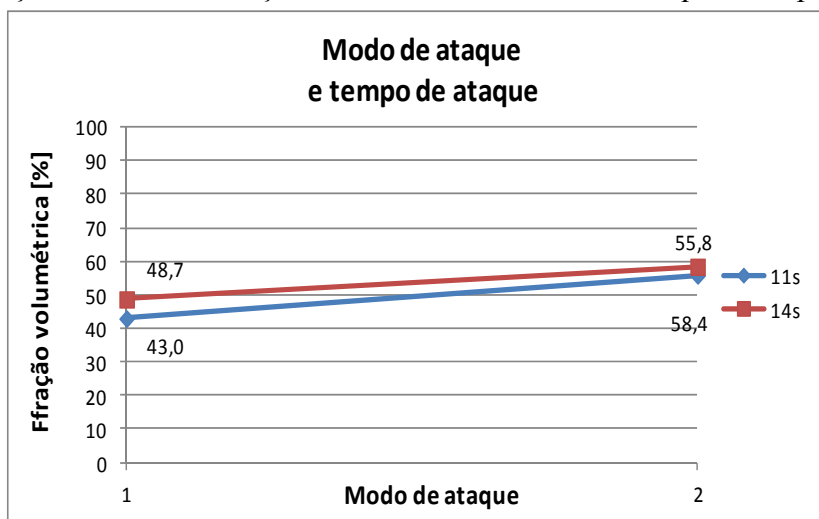
b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 4 - fração volumétrica: 53,6%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A relação entre os fatores modo de ataque e tempo de ataque também foi analisada. A Figura 4.23 indica a relação entre os fatores modo de ataque e tempo de ataque. Do gráfico

tem-se: para o modo de ataque no nível 1 (imersão) e tempo de 11 segundos, a fração volumétrica média é de 43,0%; para o modo de ataque no nível 1 (imersão) e tempo de 14 segundos, a fração volumétrica média é de 48,7%. Para o modo de ataque no nível 2 (esfregamento) e tempo de 11 segundos, a fração volumétrica média é de 55,8%; e para o tempo de 14 segundos, a fração volumétrica média é de 58,4% .

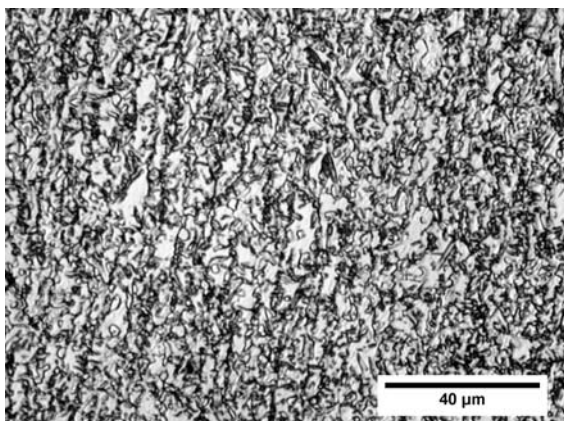
Figura 4.23 - Aço TRIP800: Interação entre os fatores modo de ataque e tempo de ataque



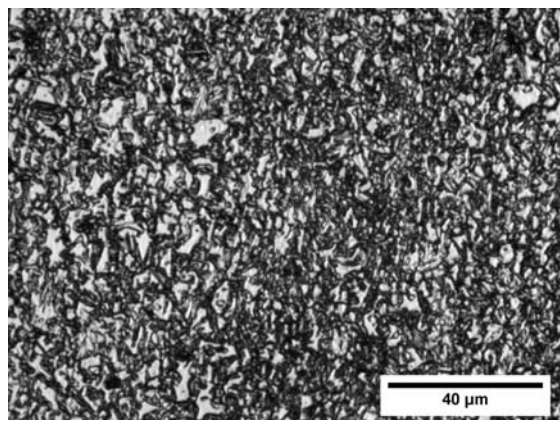
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se confrontar as Figuras 4.18 e 4.22 pode-se constatar a relação entre estes dois fatores.

Figura 4.24 - Aço TRIP800: Reagente: nital 3%. Tempo de ataque 14s.



a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 6 - fração volumétrica: 46,2%)



b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 8 - fração volumétrica: 65,4%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A influência do fator modo de ataque também é visível ao se comparar as imagens das Figuras 4.24a e 4.24b. Apesar de ambas as amostras terem sido atacadas com o mesmo reagente, por 14s, nota-se um grau de ataque maior na Figura 4.24b.

A relação entre os fatores modo de ataque e tempo de ataque do mesmo modo que entre os fatores concentração da solução de nital e tempo de ataque resultou em alterações menores na resposta do sistema do que as ocorridas na interação entre o modo de ataque e concentração.

A fim de tornar mais simples a comparação entre os resultados obtidos, a Tabela 4.7 foi elaborada.

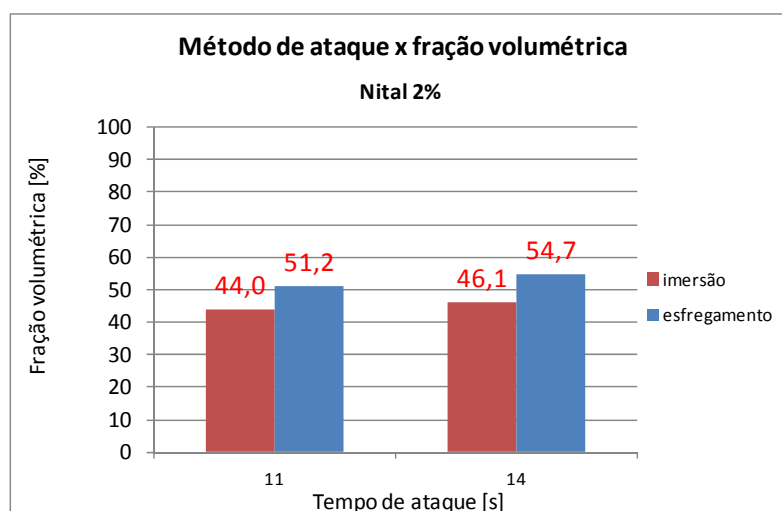
Tabela 4.7 - Aço TRIP800: Resumo: interações entre os fatores em estudo sobre a fração volumétrica da fase escura - Experimento A

		Modo de ataque		Concentração da solução de nital	
		Imersão	Esfregamento	2%	3%
Tempo de ataque	11s	43,0%	55,8%	47,6%	51,2%
	14s	48,7%	58,4%	50,4%	56,7%
Concentração da solução de nital	2%	45,0%	53,0%		
	3%	46,6%	61,0%		

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A análise da relação entre os fatores concentração da solução de nital, tempo de ataque e modo de ataque (efeito das interações de 3ª ordem) também foi realizada, conforme mostra a Figura 4.25.

Figura 4.25 - Aço TRIP800: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 2%) sobre a mediana da fração volumétrica do aço TRIP.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se atacar o aço TRIP800 com nital 2% por 11s, Figura 4.19, constata-se que as frações volumétricas são maiores quando a amostra é atacada por esfregamento. O mesmo ocorre quando o tempo aumenta. Essa diferença da variável de resposta quando o modo de ataque é alterado não difere em grande magnitude conforme há aumento no tempo de ataque.

As demais relações entre dois fatores não foram consideradas relevantes, ou seja, é possível afirmar com um índice de confiabilidade de 95% que, embora possam influir na fração volumétrica do material em estudo, o impacto que causam na variável de resposta é pequeno e não significativo.

### 4.2.3 Aço DP600

Os dados relativos aos experimentos com o aço DP600 também foram analisados e discutidos. Os cálculos dos efeitos médios dos fatores foram efetuados e os resultados encontram-se na Tabela 4.8, além de terem sido plotados e apresentados na Figura 4.26.

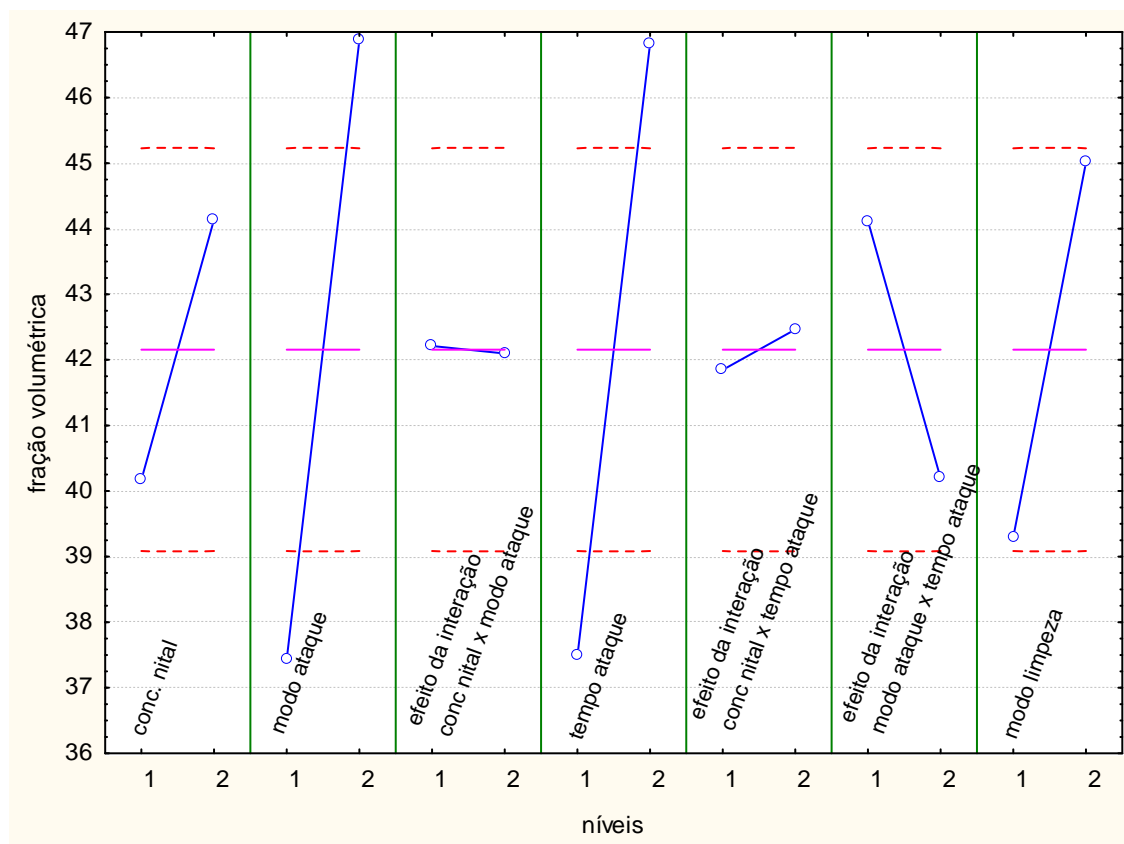
Tabela 4.8 - Aço DP600: Efeito médio dos fatores. Experimento A.

Material	Concentração da solução de nital		Modo de ataque		Tempo de ataque		Modo de limpeza	
	2%	3%	Imersão	esfregamento	Varia com o material		Convencional	Solução de bicarbonato de sódio 1%
					11	15		
DP	40,2%	44,1%	37,4%	46,9%	37,5%	46,8%	39,3%	45,0%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Observa-se, principalmente pelo gráfico da Figura 4.26, que os fatores modo e tempo de ataque possuem grande importância na variável de resposta (fração volumétrica). Fato notado pelo acentuado aumento da resposta a cada vez que um destes fatores varia e que pode ser conferido nas Figuras 4.27 e 4.28.

Figura 4.26 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a média das medianas da fração volumétrica.

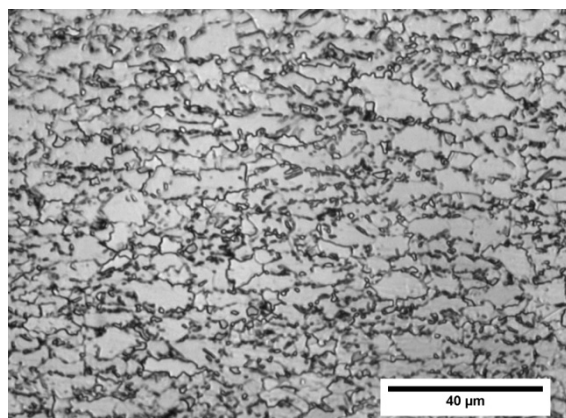


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

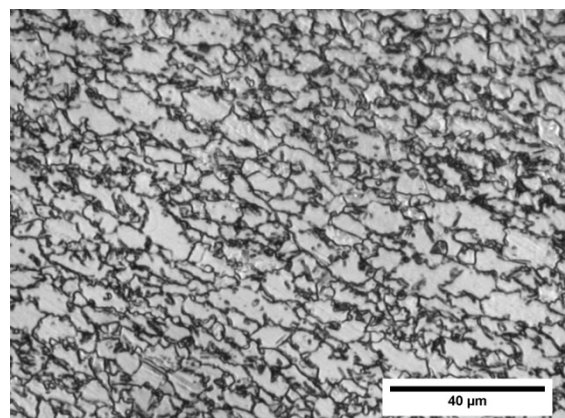
Os experimentos 1 e 3, 6 e 8 diferem pelo modo de ataque e modo de limpeza a que as amostras foram submetidas. Não é possível afirmar que o modo de ataque foi o único fator responsável pelo aumento da fração volumétrica que ocorreu quando se compara as Figuras 4.27a e 4.27b, e 4.28a e 4.28b. Sabe-se, no entanto, que o aumento da resposta em razão do modo de ataque é maior do que deve ocorrer devido ao modo de limpeza, de acordo com a Tabela 4.8.

A importância do fator tempo de ataque pode ser comprovada ao se comparar as Figuras 4.27a e 4.29a. Como no caso descrito anteriormente, não é possível separar o quanto o fator modo de limpeza influenciou no resultado, mas, é visível a diferença de fração volumétrica entre as duas imagens, resultado da combinação de ambos os fatores, do mesmo modo que o resultado apresentado nas Figuras 4.27b e 4.29b.

Figura 4.27 - Aço DP600: Tempo de ataque 11s. Reagente: nital 2%.



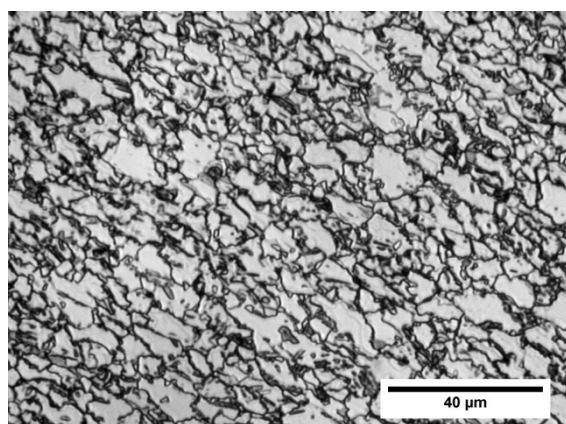
a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 1 - fração volumétrica: 29,1%)



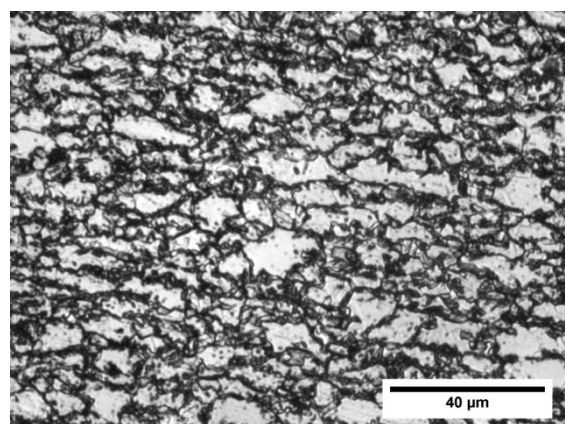
b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 3- fração volumétrica: 40,0 %)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.28 - Aço DP600: Tempo de ataque: 15s. Reagente: nital 3%.



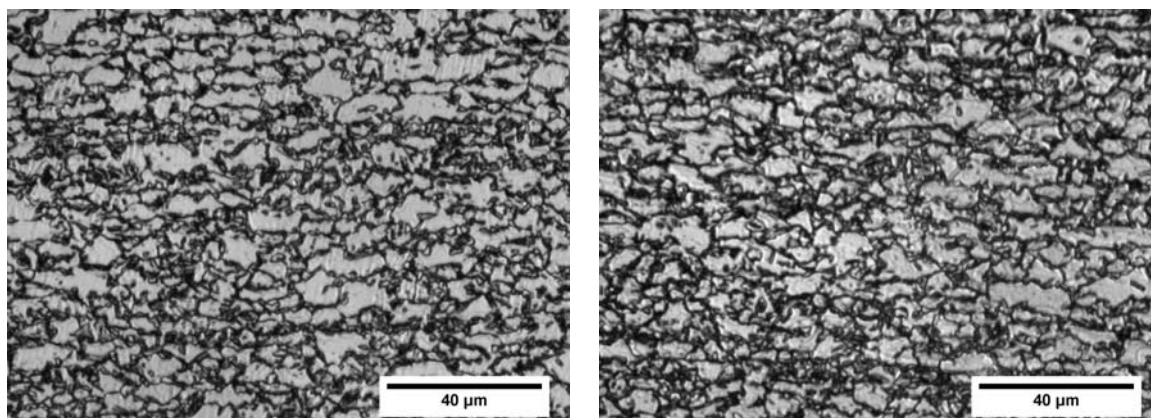
a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 6 - fração volumétrica: 42,3%)



b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 8 - fração volumétrica: 56,2 %)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.29 - Aço DP600: Tempo de ataque 15s. Reagente: nital 2%.



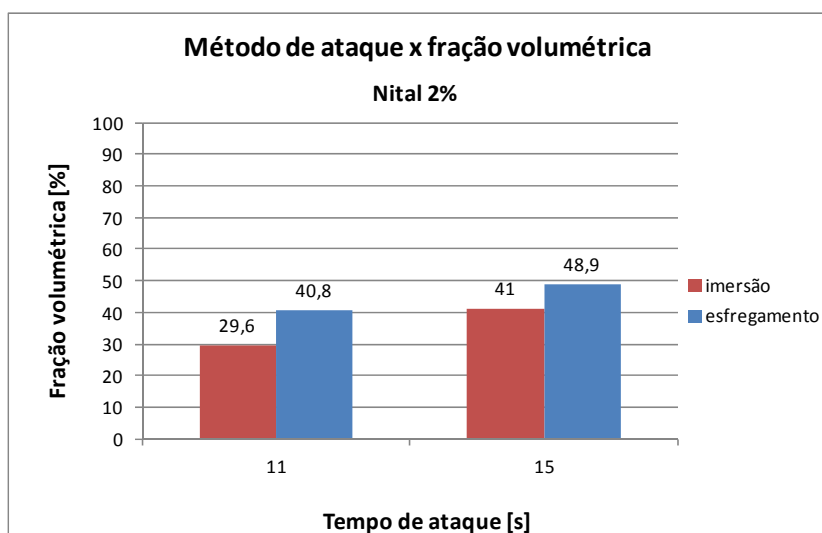
a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 2 - fração volumétrica: 40,4%)

b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 4 - fração volumétrica: 50,8%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A interação entre estes fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração do reagente de 2%) foi analisada e o resultado plotado no gráfico da Figura 4.30.

Figura 4.30 - Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 2%) sobre a média da fração volumétrica.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

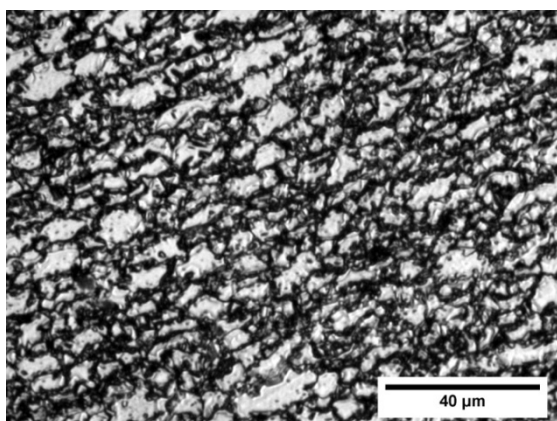
A alteração da concentração da solução de nital também se mostrou determinante para o aumento da fração volumétrica, quando a amostra foi atacada com o reagente nital 2% por 15s, a fração volumétrica foi de 40,4%, mas, quando a concentração foi de 3%, a variável de resposta foi de 42,3%.

Tendo sido comprovada a influência de alguns fatores na variável de resposta do processo, verificando assim, os resultados obtidos até o momento, o melhor ajuste para o processo, com o intuito de se maximizar a intensidade/grau de ataque será:

- concentração da solução de nital no nível 2 (3%)
- modo de ataque no nível 2 (esfregamento);
- tempo de ataque no nível 2 (tempo maior);
- modo de limpeza no nível 2 (solução de bicarbonato de sódio 1%).

Este ajuste ( $1_2$   $2_2$   $4_2$   $7_2$ ) está contemplado na matriz de experimentos, sob a denominação Experimento 8 e, de fato, apresenta a maior fração volumétrica do arranjo ortogonal ( $\bar{Y} = 58,1\%$ ), Figura 4.31. Ou seja, ao realizar o ataque utilizando estes parâmetros nos níveis citados obteve-se a maior estimativa de fração volumétrica da fase escura dentre os experimentos realizados.

Figura 4.31 - Aço DP600: Tempo de ataque 15s. Reagente: nital 3%.



modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 8- fração volumétrica: 62,7 %)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Note que a fração volumétrica da imagem apresentada não é a mesma que consta como média do Experimento 8, pelo simples fato de que o valor  $\bar{Y} = 58,1\%$  é a média obtida entre os três experimentos que compõem este experimento (as triplicatas).

A fração volumétrica elevada deste experimento indica que os parâmetros utilizados neste ataque químico foram ajustados de forma a se obter um alto grau de ataque, ou seja, a variável de resposta do processo foi maximizada. No entanto, visando à caracterização microestrutural do material, este ataque não foi satisfatório, pois é perceptível que houve ataque excessivo do material.

Com os dados da Tabela 4.2 foram efetuados os cálculos da análise da variância (ANOVA) com o intuito de identificar quais são os fatores que possuem significância comprovada para o processo, dessa forma, tornando possível o controle dos mesmos de maneira a obter os resultados esperados dos ataques químicos realizados. Os resultados da ANOVA são apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Aço DP600: ANOVA (em relação à média).

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	94,4384	1	94,4384	10,01933	0,005999	99,40
Modo de ataque	535,1537	1	535,1537	56,77647	0,000001	100,00
Interação: concentração nital x modo ataque	0,0749	1	0,0749	0,00795	0,930062	6,99
Tempo ataque	523,4042	1	523,4042	55,52993	0,000001	100,00
Interação: concentração nital x tempo de ataque	2,2792	1	2,2792	0,24181	0,629581	37,04
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	92,4102	1	92,4102	9,80415	0,006445	99,36
Modo de limpeza	196,0188	1	196,0188	20,79637	0,000321	99,97
Erro	150,8100	16	9,4256			

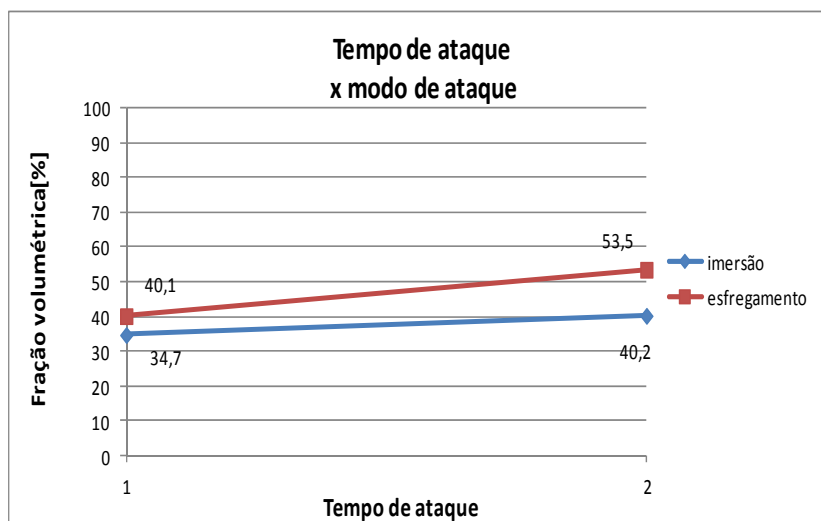
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Os fatores concentração da solução de nital, modo de ataque, tempo de ataque, modo de limpeza e a interação entre o modo de ataque e o tempo de ataque impactam a variável de resposta do processo, de acordo com o critério estabelecido para se determinar a significância ou não dos fatores no processo ( $p\text{-valor} \leq 0,05$ ). Esta afirmação encontra-se em acordo com os dados apresentados na Tabela 4.8 e Figura 4.26.

Percebe-se que além dos fatores, o efeito da interação entre o modo e tempo de ataque mostrou ter impacto na fração volumétrica da fase escura do material. O nível de confiança de que este fator tenha relevância para o processo do ataque do aço DP600 foi de 99,4%. Por este motivo, traçou-se o gráfico ilustrado na Figura 4.32 para melhor entender como interagem estes fatores.

Os experimentos mostrados nas Figuras 4.27 e 4.29 ilustram a situação descrita na Figura 4.32. Quando uma amostra de aço DP600 é atacada com o reagente nital 2% por 11s, por imersão, a fração volumétrica foi de 29,1%. Entretanto, quando a amostra do material foi atacada por esfregamento, a fração passou a 40,0%. Modificando o tempo de ataque, para 15s, Figura 4.29, nota-se que a fração volumétrica do material aumenta de maneira mais acentuada quando o ataque ocorre por esfregamento, visto que a velocidade de reação quando o ataque é realizado por este método deve ser maior.

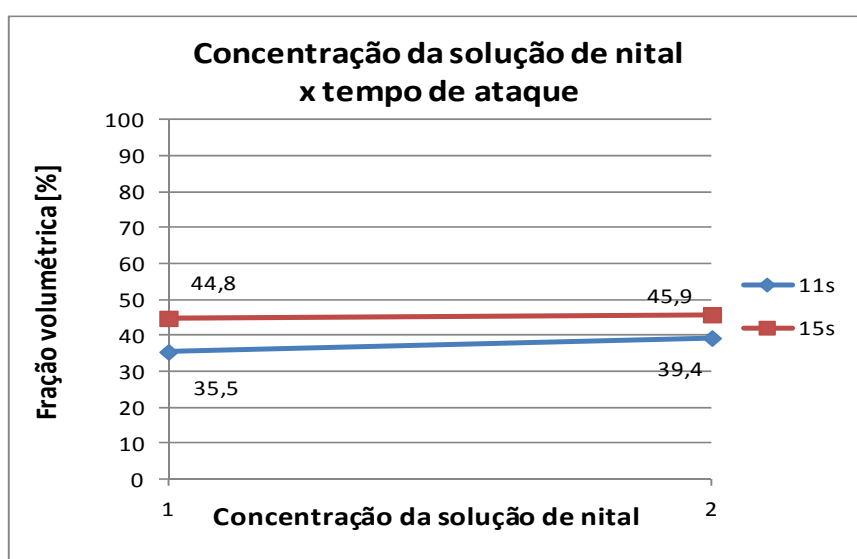
Figura 4.32 - Aço DP600: Tempo de ataque x modo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

As demais combinações entre fatores não apresentaram resultados relevantes. No entanto, o estudo das mesmas foi realizado, pois, apesar de não terem sido considerados significantes, ambos ocasionam aumento na variável de resposta do processo, o que contribui para o melhor entendimento do mesmo. Os gráficos destas interações podem ser observados nas Figuras 4.33 e 4.34.

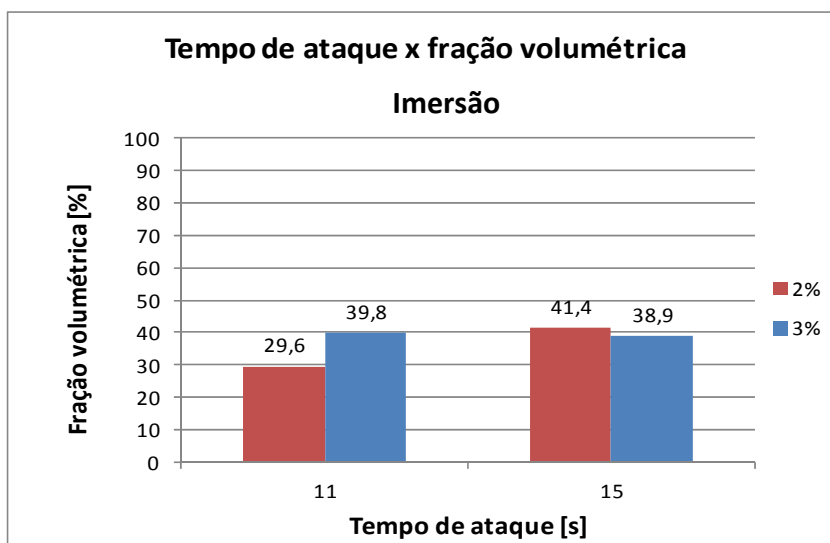
Figura 4.33 - Aço DP600: Concentração da solução de nital x tempo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Fato interessante se observa na curva da Figura 4.33, quando o ataque é realizado por 15s, com o reagente nital tanto na concentração de 2% quanto de 3%, a fração volumétrica das amostras possui pouca variação, sendo quase constante. Este comportamento pode ser melhor visualizado pela análise da Figura 4.34.

Figura 4.34 - Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital) sobre a média da fração volumétrica.

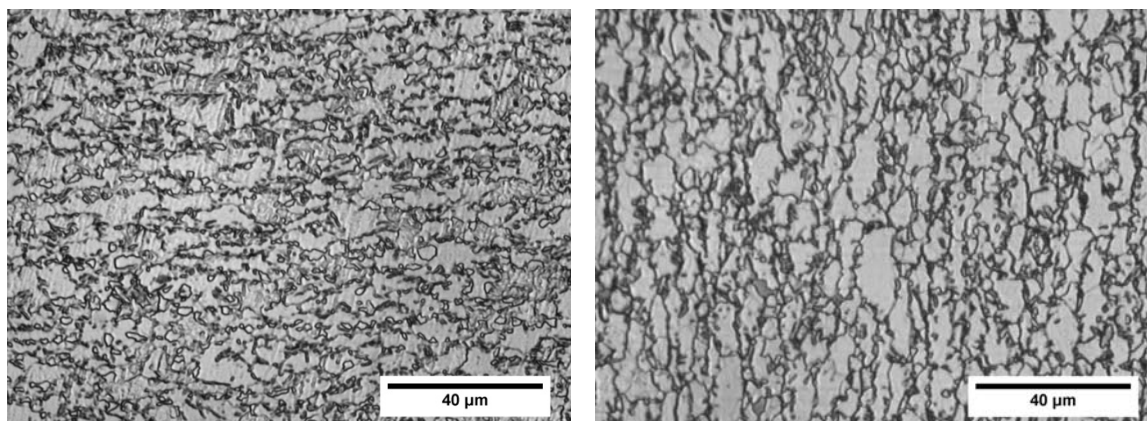


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

As imagens da Figura 4.35 ilustram duas amostras atacadas nas condições mencionadas. Nota-se que mesmo que a concentração de nital tenha aumentado as frações volumétricas praticamente não se alteraram. O que se observou foi a qualidade das imagens obtidas. Ambas as Figuras não apresentam todos os grãos de sua microestrutura definidos, sendo possível verificar alguns contornos sombreados nas mesmas, porém a Figura 4.35a apresentou um delineamento menor das fases microconstituíntes, o que dificulta a visualização da microestrutura característica do aço bifásico.

Apesar de ambas as amostras possuírem frações volumétricas semelhantes, isso não indica que o mesmo número de grãos foram delineados, ou que as mesmas fases foram atacadas.

Figura 4.35 - Aço DP600: Modo de ataque: imersão. Tempo: 15s.



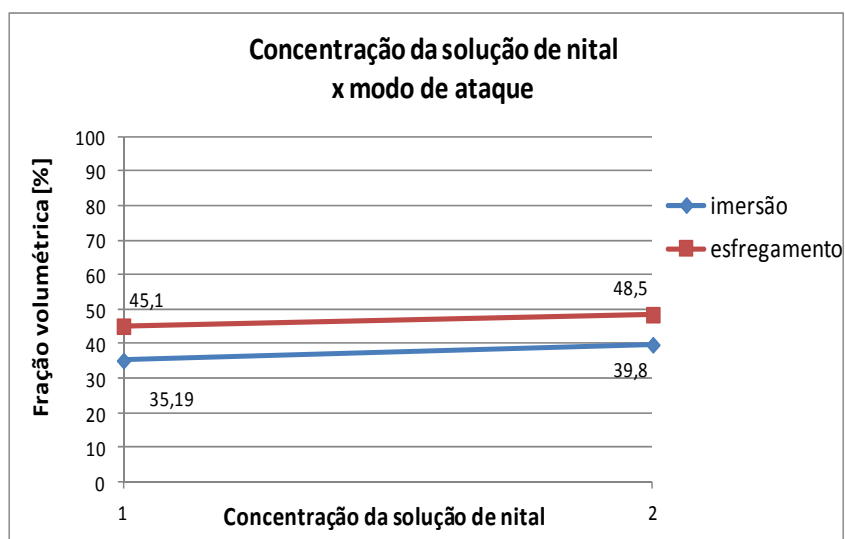
a) reagente: nital 2%  
(Experimento 2 - fração volumétrica: 42,6%)

b) reagente: nital 3%  
(Experimento 6 - fração volumétrica: 42,3%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Pela análise da Figura 4.36 não se observa qualquer particularidade na relação entre os fatores concentração da solução de nital e modo de ataque. Ou seja, de uma maneira geral, ao se alterar a concentração da solução de nital de 2% para 3%, a porcentagem de fração volumétrica aumenta, o mesmo ocorre se o modo de ataque for alterado. Desse modo, pode-se afirmar que não há interação entre estes dois fatores.

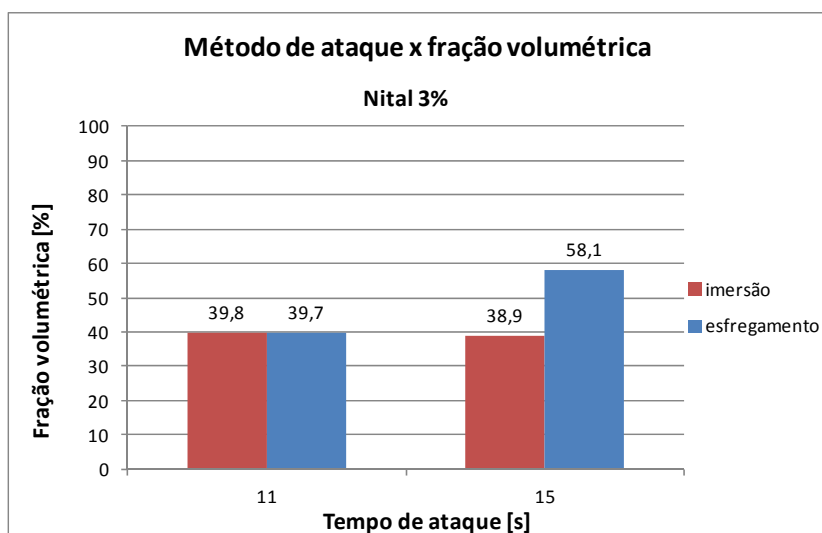
Figura 4.36 - Aço DP600: Concentração da solução de nital x modo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se realizar o ataque químico do aço DP600 com o reagente nital 3% por 11s, a variável de resposta foi similar quando se realizou o ataque tanto por imersão quanto por esfregamento, conforme mostra a Figura 4.37.

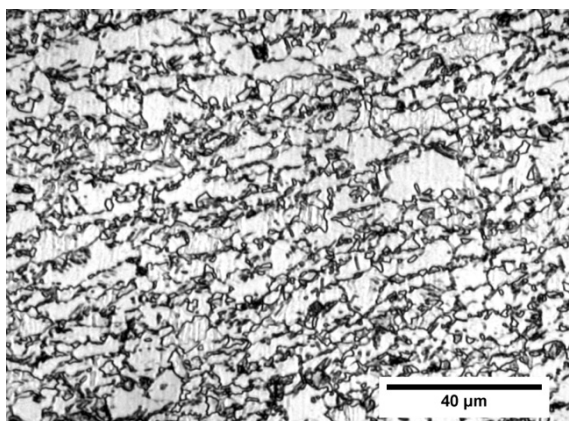
Figura 4.37 - Aço DP600: Efeitos e interações dos fatores (modo de ataque, tempo de ataque e concentração da solução de nital 3%) sobre a média da fração volumétrica.



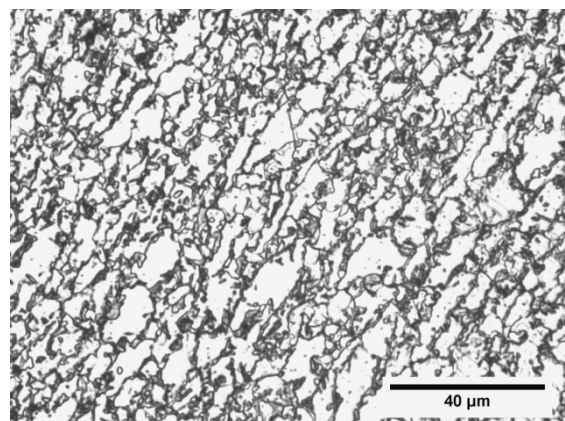
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Note que tal comportamento não ocorreu quando a concentração de 2% foi utilizada. A Figura 4.38 mostra amostras atacadas com o reagente nital 3% por 11s.

Figura 4.38 - Aço DP600: Tempo de ataque 11s. Reagente: nital 3%.



a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 5 - fração volumétrica: 40,0%)



b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 7 - fração volumétrica: 40,0%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A Tabela 4.10 apresenta uma relação das interações entre os fatores discutidas nesta seção.

Tabela 4.10 - Aço DP600: Resumo: interações entre os fatores em estudo - Experimento A

		Modo de ataque		Concentração da solução de nital	
		Imersão	Esfregamento	2%	3%
Tempo de ataque	11s	34,7%	40,1%	35,5%	39,4%
	15s	40,2%	53,5%	44,8%	45,9%
Concentração da solução de nital	2%	35,2%	45,1%		
	3%	39,8%	48,5%		

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

#### 4.2.4 Aço CP800

Para a análise das imagens obtidas nos experimentos realizados com este material, ressalta-se a dificuldade em se caracterizar as fases presentes, devido, principalmente a coexistência de fases em uma microestrutura com grãos mais refinados do que os aços DP e TRIP. Contudo, as frações volumétricas da fase escura do material foram estimadas em todos os experimentos realizados e o efeito médio dos fatores foi calculado, conforme descrito na Tabela 4.11 e plotado na Figura 4.39.

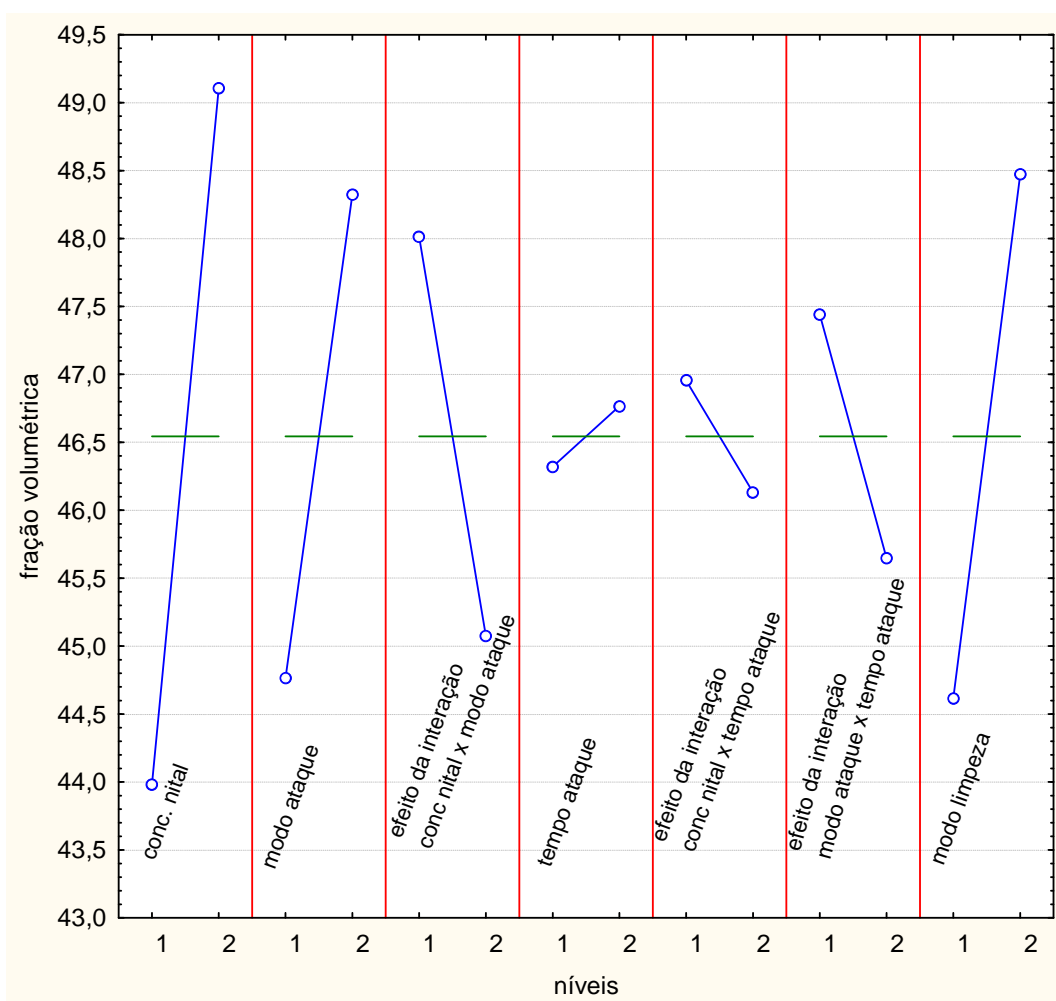
Tabela 4.11 – Aço CP800: Efeito médio dos fatores. Experimento A.

Material	Concentração da solução de nital		Modo de ataque		Tempo de ataque		Modo de limpeza	
	2%	3%	Imersão	esfregamento	CP		Convencional	Solução de bicarbonato de sódio 1%
					6s	10s		
CP	44,0%	49,1%	44,8%	48,3%	46,3%	46,8%	44,6%	48,5%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com a Tabela 4.11 e a Figura 4.39, o fator que possui maior impacto na variável de resposta deste processo é a concentração da solução de nital. De modo similar ao resultado do aço DP600, o fator modo de limpeza também aparenta alterar de maneira considerável a fração volumétrica. O fator modo de ataque e o efeito da interação entre a concentração da solução de nital e modo de ataque seguem estes fatores em ordem de relevância para a resposta do processo. Análises posteriores irão comprovar se estes fatores e possível interação entre fatores possuem real significância para o processo.

Figura 4.39 - Aço CP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a mediana das médias da fração volumétrica.



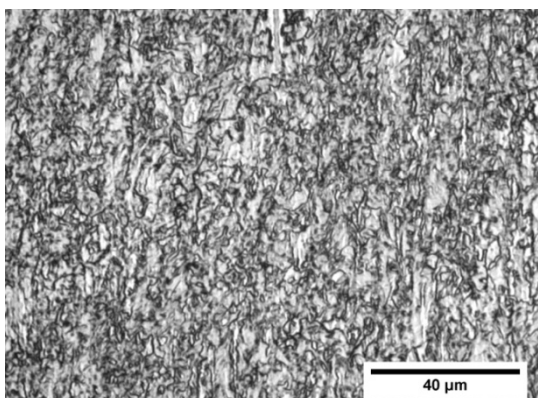
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com as informações contidas na Figura 4.39, o melhor ajuste dos fatores para se obter um elevado grau de ataque nesse processo seria:

- concentração da solução de nital no nível 2 (3%)
- modo de ataque no nível 2 (esfregamento);
- tempo de ataque no nível 2 (10s);
- modo de limpeza no nível 2 (solução de bicarbonato de sódio 1%).

Na Figura 4.40, uma amostra atacada com este ajuste é mostrada. Observa-se a presença de áreas mais escuras (pretas), provavelmente regiões que foram super atacadas.

Figura 4.40 - Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 3%.



(Experimento 8- fração volumétrica: 59,4 %)

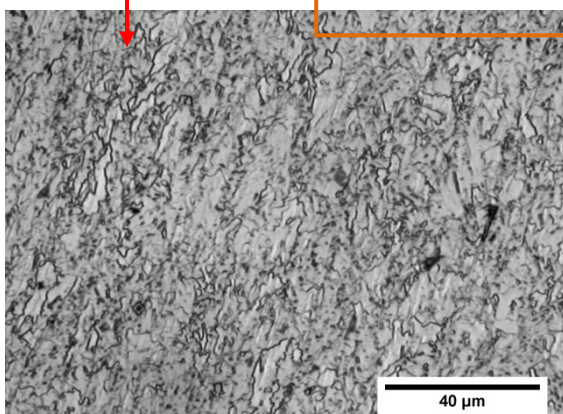
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

O tempo de ataque químico como um fator isolado não ocasionou variação na resposta do processo, como pode ser observado pelos dados da Tabela 4.11.

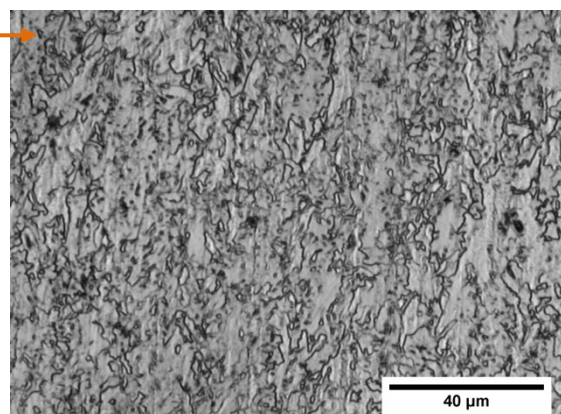
Na Figura 4.41 é possível visualizar duas amostras que foram atacadas com o reagente com uma mesma concentração, mas, com tempos distintos de imersão do material.

Figura 4.41 - Aço CP800: Reagente: nital 2%. Modo de ataque: imersão.

Exp.	Concentração da solução de Nital (%)	Modo de ataque	3	Tempo de ataque (s)	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	6	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	10	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	6	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	10	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	6	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	10	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	6	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	10	1	1	água com bicarbonato de sódio



a) fração volumétrica: 44,7%



b) fração volumétrica: 47,3%

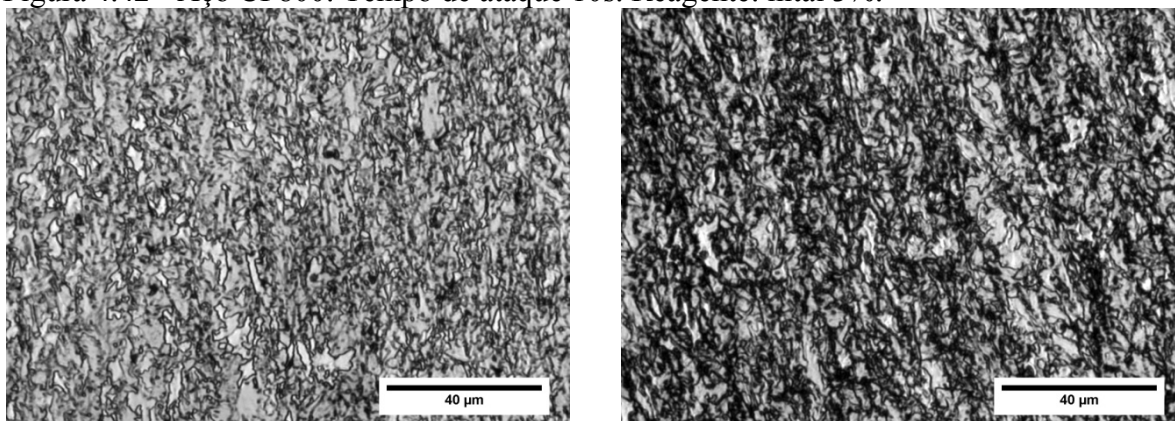
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com os dados contidos na Figura 4.39, a maior fração volumétrica estimada na amostra relativa ao Experimento 2 se deve em maior proporção ao modo de limpeza a qual foi submetida do que ao fator tempo de ataque.

Na Figura nota-se que em ambos os experimentos não é possível distinguir as fases presentes no material.

Outro fator cuja variação ocasiona aumento/diminuição na fração volumétrica da amostra ensaiada é o modo de ataque. Nas imagens da Figura 4.42, a variação da resposta é perceptível. Apesar de ambas as amostras terem indícios de super ataque, o grau/intensidade do ataque realizado é diferente nas imagens mostradas. O modo de ataque por esfregamento foi mais eficaz quando se discute a maximização da variável de resposta, devido à velocidade de reação do ataque químico realizado.

Figura 4.42 - Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 3%.



a) modo de ataque: imersão  
(Experimento 6 - fração volumétrica: 49,8%)

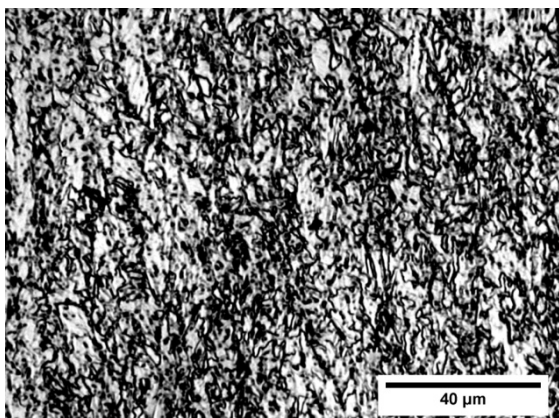
b) modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 8 - fração volumétrica: 59,4%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

É questão a ser considerada também, o fato de que o Experimento 8 teve como modo de limpeza o emprego da solução de bicarbonato de sódio 1%, portanto, possivelmente, a diferença entre as respostas dos experimentos se deve a adição das influências de ambos os fatores.

Outra situação na qual não há possibilidade de se separar a influência do modo de limpeza na variável de resposta do outro fator consideravelmente significativa são os Experimentos 4 e 8, Figuras 4.42b e 4.43. Ambas as amostras foram atacadas por imersão durante 10s, sendo que a imagem da Figura 4.43 mostra o material atacado com nital 2% e a da Figura 4.42b foi ensaiada com nital 3%.

Figura 4.43 - Aço CP800: Tempo de ataque 10s. Reagente: nital 2%.



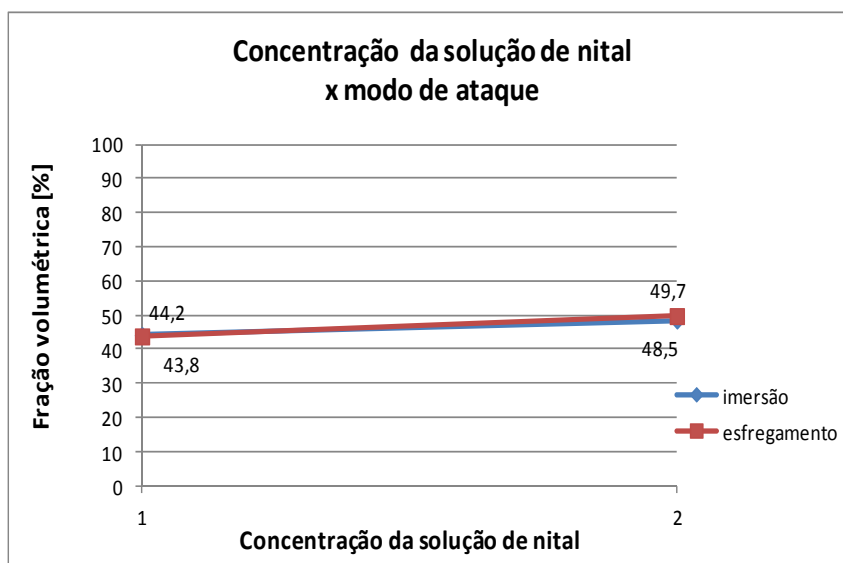
modo de ataque: esfregamento  
(Experimento 4 - fração volumétrica: 42,0%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Como pode ser observado, o aumento da concentração do reagente contribui para o aumento da fração volumétrica da fase escura do material atacado, contudo, não há possibilidade de afirmar qual a contribuição devido a cada fator.

As relações entre os fatores citados também foi analisada. Na Figura 4.39 é possível observar que a combinação entre a concentração da solução de nital e o modo de ataque se destaca entre as demais, sendo assim, foi plotada o gráfico da Figura 4.44 a fim de visualizar esta relação.

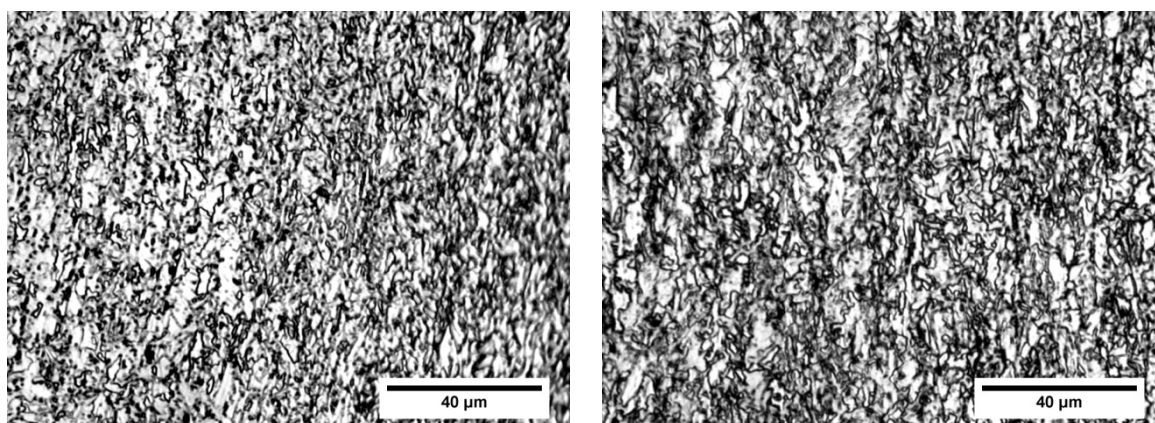
Figura 4.44 - Aço CP800: Concentração da solução de nital x modo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Observa-se que os fatores concentração da solução de nital e modo de ataque não interagem entre si. Apresentam apenas variação de fração volumétrica quando a concentração de nital aumenta independente do modo de ataque. Quando a amostra é atacada por esfregamento, a resposta do experimento é de 43,8% quando atacada com nital 2% e de 49,7% quando atacada com nital 3%, como comprovam as imagens da Figura 4.45.

Figura 4.45 - Aço CP800: Tempo de ataque 6s. Modo de ataque: esfregamento.



a) reagente: nital 2%  
(Experimento 3 - fração volumétrica: 43,2%)

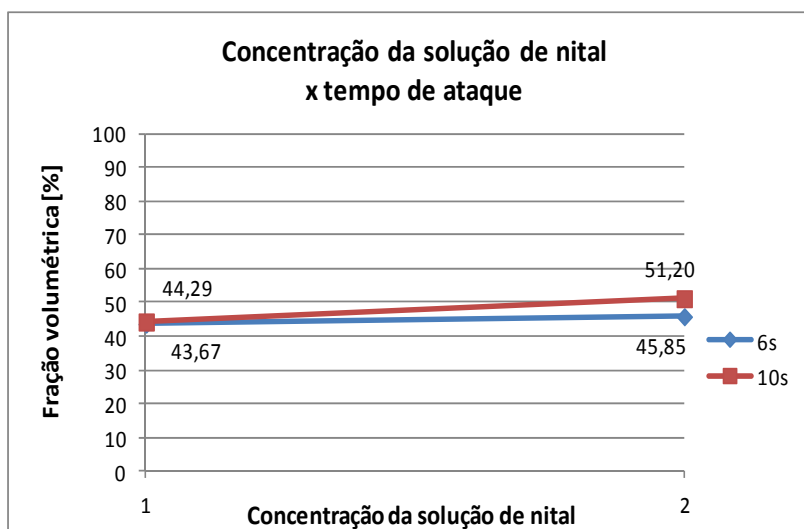
b) reagente: nital 3%  
(Experimento 7 - fração volumétrica: 49,7%)

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Visto o resultado do gráfico da Figura 4.39, e tendo notado que o fator tempo de ataque não apresentou relevância quando analisado de maneira isolada, a relação do tempo de ataque e concentração da solução também foi analisada, Figura 4.46. Nota-se que ao se considerar a relação entre estes fatores, a variação do tempo de ataque ocasionou um aumento na resposta do processo

É possível observar que há interação entre os fatores analisados no gráfico da Figura 4.46. Quando a amostra é atacada por 6s, a fração volumétrica varia de 43,67% a 45,85%. No entanto, ao se aumentar o tempo de ataque, a diferença resultante na variável de resposta é maior, de 44,29% a 51,20%.

Figura 4.46 - Aço CP800: Concentração da solução de nital e tempo de ataque.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Em resumo, os resultados dos efeitos das interações são apresentados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 - Aço CP800: Resumo: interações entre os fatores em estudo - Experimento A

		Modo de ataque		Concentração da solução de nital	
		Imersão	Esfregamento	2%	3%
Tempo de ataque	6s	45,44%	44,09%	43,67%	45,85%
	10s	47,21%	49,44%	44,29%	51,20%
Concentração da solução de nital	2%	44,17%	43,79%		
	3%	48,47%	49,74%		

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A análise da variância dos experimentos realizados com o aço CP também foi calculada e o resultado consta na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 - Aço CP800: ANOVA (em relação à média).

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	157,4324	1	157,4324	9,121929	0,008129	99,19
Modo de ataque	76,0968	1	76,0968	4,409192	0,051960	94,80
Interação: concentração nital x modo ataque	51,8807	1	51,8807	3,006067	0,102176	89,78
Tempo ataque	1,1906	1	1,1906	0,068986	0,796172	20,38
Interação: concentração nital x tempo de ataque	4,0743	1	4,0743	0,236071	0,633645	36,64
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	19,2810	1	19,2810	1,117179	0,306225	69,38
Modo de limpeza	89,1681	1	89,1681	5,166567	0,037163	96,28
Erro	276,1387	16	17,2587			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com a análise da variância, pode-se afirmar, com nível de confiança igual ou superior a 95%, que somente os fatores concentração da solução de nital, modo de ataque e modo de limpeza são significantes para o processo. Pode ser observado que entre os fatores concentração da solução de nital e tempo de ataque há interação, e conseqüente, alteração da variável de resposta do processo.

#### 4.2.5 Análise comparativa entre os aços TRIP800, DP600 e CP800

Tendo analisado as imagens obtidas nos experimentos com base nos arranjos ortogonais e constatado quais são os fatores e combinações entre fatores que influem na variável de resposta do processo de ataque químico com o reagente nital em cada um dos materiais em estudo, uma comparação entre os três aços foi realizada e os resultados, discutidos.

A Tabela 4.14 sintetiza os resultados obtidos quando comparadas as variações de níveis dos três principais fatores analisados: concentração da solução de nital, modo de ataque e tempo de ataque.

Tabela 4.14 - Comparação entre os efeitos médios dos fatores dos aços TRIP, DP e CP

Material	Concentração da solução de nital			Modo de ataque			Tempo de ataque		
	2%	3%	aumento	Imersão	esfregamento	aumento	Nível 1	Nível 2	aumento
TRIP	49,0%	53,9%	10,0%	45,8%	57,1%	24,7%	49,4%	53,5%	8,3%
DP	40,2%	44,1%	9,7%	37,4%	46,9%	25,4%	37,5%	46,8%	24,8%
CP	44,0%	49,1%	11,6%	44,8%	48,3%	7,8%	46,3%	46,8%	1,1%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Com o intuito de complementar a discussão, foi elaborada a Tabela 4.15 que resume os resultados obtidos pelas análises realizadas utilizando a ANOVA, cujo resultado possibilita identificar os fatores que possuem relevância no grau de ataque dos materiais analisados.

Tabela 4.15 - Fatores que impactam a variável de resposta nos materiais analisados

Fatores	Material		
	TRIP	DP	CP
Concentração nital	X	X	X
Modo de ataque	X	X	X
Interação: concentração nital x modo ataque	X	---	---
Tempo ataque	X	X	---
Interação: concentração nital x tempo de ataque	---	---	---
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	---	X	---
Modo de limpeza	---	X	X

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ressalta-se que nesta Tabela 4.15 encontram-se assinalados apenas os fatores, combinações e interações entre fatores que tenham tido sua significância para o processo confirmada pela análise estatística, ou seja, que resultaram em nível de confiabilidade igual ou superior a 95% na análise da variância.

Observa-se que o fator concentração da solução de nital, bem como o modo de ataque possui significância no ataque químico de todos os aços em estudo, conforme discutido nas seções 4.2.3.1 a 4.2.3.3.

O fator concentração da solução de nital mostrou alterar, de modo significativo a variável de resposta, quando o mesmo teve sua concentração aumentada. Fato explicado por Gentil (2011), que afirma que a corrosão será tanto mais intensa quanto menor o valor de pH, isto é, teor de  $H^+$  da solução, e quanto maior a concentração de oxigênio no meio corrosivo. Em outras palavras, como afirmam Bramfitt e Benscoter (2006), quanto maior for a concentração de ácido nítrico, mais intensa será a corrosão (mais rápido o ataque ocorrerá).

Outro fator, que influenciou o processo foi o modo de ataque. Este fator, quando considerado de forma isolada, apresentou maior influência na variável de resposta quando empregado no nível (2), ou seja, quando o ataque foi realizado por esfregamento.

De uma maneira geral, considera-se que o ataque por esfregamento é mais eficiente quando comparado ao ataque por imersão, ou seja, a dissolução das fases do material ocorre de forma mais acentuada no mesmo intervalo de tempo. Possível justificativa para esse comportamento é dado por Gentil (2011) que afirma que como a corrosão é uma reação que ocorre na superfície dos materiais, o composto metálico que é formado sobre a mesma pode agir como uma barreira entre o meio corrosivo e o metal, diminuindo a velocidade de corrosão. Mas, se este produto for removido (devido ao arraste dos resíduos/produtos do processo de corrosão pelo algodão durante o processo de esfregamento), a velocidade de

corrosão não sofre com o tempo. Além disso, a ausência desses resíduos poderia permitir um contraste maior da superfície atacada.

Quanto ao fator tempo de ataque, constatou-se que o mesmo possui relevância para os aços DP600 e TRIP800, contudo, não para o aço CP800. Este fator, de maneira isolada, apresentou maior importância no ataque químico do aço bifásico (quando houve o aumento deste fator, a fração volumétrica média do material foi de 37,5% para 46,8%). Para o aço TRIP800, a variação foi menor, mas, não deixou de ser significativa (de 49,4% para 53,5%).

Como pode ser observado pelos resultados descritos nos parágrafos anteriores, o fator tempo de ataque, considerando os níveis definidos de 6s e 10s, não se mostrou relevante estatisticamente quando considerado o aço CP, entretanto, é possível notar que o grau de ataque neste material não é irrelevante. Esse fato permite afirmar que a corrosão no material ocorre, mas o fator tempo não se mostrou relevante, pois as reações entre o reagente e a superfície da amostra atacada ocorreram em um intervalo de tempo muito curto. Fato que possivelmente pode ser explicado por Gentil (2011). De acordo com o autor, materiais com grãos mais refinados possuem energia interna superior a um material com grãos grosseiro, portanto, pode-se esperar maior diferença de potencial nesses materiais, e maior velocidade de reação quando em meio corrosivo.

Além disso, as regiões de contornos de grãos funcionam como área anódica em relação ao grão, tendo o aço CP uma microestrutura multifásica, com grãos mais refinados quando comparado aos aços TRIP e DP, supõe-se que este fato colabore com o aumento da velocidade da erosão da superfície do material.

Baseado nessas premissas é razoável supor que o modo de ataque tenha influência inferior no aço CP800 do que nos demais aços analisados, pois, devido a maior velocidade de reação, o modo como a amostra for atacada deve ter menos relevância. Caso comprovado pelos resultados obtidos e expostos na Tabela 4.14. Enquanto a alteração do modo de ataque (de imersão para esfregamento) acarreta um aumento de 24,7% e 25,4% na fração volumétrica da fase escuras dos aços TRIP e DP, respectivamente, a alteração desse fator produz um aumento de apenas 7,8% no aço CP.

A significância do fator modo de limpeza, também, foi observada na ANOVA dos aços CP e DP. As amostras imersas em solução de bicarbonato de sódio com concentração de 1% apresentaram maior contraste entre as fases presentes na microestrutura. Possivelmente, isso ocorra devido a mudança de pH do meio em que a amostra se encontra, do meio ácido (durante a realização do ataque químico) para o meio alcalino (solução de bicarbonato de sódio), promovendo a remoção de produtos de reação que ocorreram durante o ataque

químico, mas que não são solúveis em meio ácido. Além disso, possivelmente, a imersão da amostra atacada na solução de bicarbonato de sódio inibe/retarda a formação da camada passiva sobre a superfície da mesma.

#### 4.2.6 Cálculo do efeito dos fatores em relação à razão sinal-ruído

A razão sinal-ruído utilizada foi a maior é melhor, pois o objetivo do estudo foi maximizar a variável de resposta do sistema (fração volumétrica) a fim de identificar os fatores e interações de influência no mesmo.

Conforme definido na seção 2.3.4.2, a razão SN representa a razão de sensibilidade à variabilidade do desempenho do produto/processo. A fim de minimizar a variabilidade do processo, a razão SN deve ser maximizada.

Nas Tabelas 4.16 a 4.18 são apresentadas as análises da variância em relação a razão SN dos dados dos materiais analisados.

Ao se adotar o mesmo critério para definir a significância dos fatores e interações que foi utilizado para a análise dos dados em relação à média das frações volumétricas (ou seja,  $p\text{-valor} \leq 0,05$ ), observa-se que os mesmos fatores que influem no processo de ataque do aço TRIP, também influenciam na variabilidade do processo.

Tabela 4.16 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído)

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	3,47944	1	3,47944	11,27406	0,004002	99,60
Modo de ataque	22,13655	1	22,13655	71,72675	0,000000	100,00
Interação: concentração nital x modo ataque	1,49551	1	1,49551	4,84575	0,042738	95,73
Tempo ataque	3,33641	1	3,33641	10,81063	0,004635	99,54
Interação: concentração nital x tempo de ataque	0,34888	1	0,34888	1,13045	0,303464	69,65
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	0,66279	1	0,66279	2,14757	0,162171	83,78
Modo de limpeza	1,00134	1	1,00134	3,24452	0,090538	90,95
Erro	4,93797	16	0,30862			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Resultado similar ocorre no processo de ataque do aço CP, os fatores que mais impactam o processo, também, são os que mais influenciam a variabilidade do mesmo, Tabela 4.17.

Tabela 4.17 – Aço CP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído).

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	5,033975	1	5,033975	8,518029	0,010046	99,00
Modo de ataque	2,356821	1	2,356821	3,987997	0,063127	93,69
Interação: concentração nital x modo ataque	1,621651	1	1,621651	2,744008	0,117096	88,29
Tempo ataque	0,012762	1	0,012762	0,021595	0,885006	11,50
Interação: concentração nital x tempo de ataque	0,080015	1	0,080015	0,135393	0,717727	28,23
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	0,577791	1	0,577791	0,977685	0,337489	66,25
Modo de limpeza	2,967292	1	2,967292	5,020978	0,039581	96,04
Erro	9,455661	16	0,590979			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quanto ao aço DP, a interação entre a concentração da solução de nital e modo de ataque, de acordo com os resultados da ANOVA mostrados na Tabela 4.18, é uma variável que impacta na variabilidade do processo, mas, não mostrou significância quanto à variável de resposta. A interação entre o modo de ataque e o tempo de ataque, por sua vez, não influi na variabilidade do processo, mas, é significativa para a variável de resposta.

Tabela 4.18 - Aço DP600: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído).

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	Nível de confiança
Concentração nital	3,47944	1	3,47944	11,27406	0,004002	99,60
Modo de ataque	22,13655	1	22,13655	71,72675	0,000000	100,00
Interação: concentração nital x modo ataque	1,49551	1	1,49551	4,84575	0,042738	95,73
Tempo ataque	3,33641	1	3,33641	10,81063	0,004635	99,54
Interação: concentração nital x tempo de ataque	0,34888	1	0,34888	1,13045	0,303464	69,65
Interação: modo de ataque x tempo de ataque	0,66279	1	0,66279	2,14757	0,162171	83,78
Modo de limpeza	1,00134	1	1,00134	3,24452	0,090538	90,95
Erro	4,93797	16	0,30862			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

#### 4.2.7 Caracterização dos materiais analisados

Nas seções 4.2.3 e 4.2.4 foram realizadas discussões acerca de quais dentre os fatores analisados e as possíveis interações entre os mesmos possuem maior relevância na variável de resposta do problema, ou seja, quais são os fatores e possíveis interações entre os mesmos que maximizam o grau de ataque dos materiais em estudo. O objetivo dessa análise foi identificar os fatores mais relevantes a fim de melhor administrá-los durante o processo.

Apesar da importância dessa discussão, não menos importante é aplicar esse conhecimento na prática, a fim de identificar o melhor ajuste entre as variáveis que conduz a

condições "ideais" para realizar ataques químicos que possibilitem a caracterização microestrutural dos materiais em estudo.

Assim, dentre os experimentos realizados, houve imagens que permitiram a distinção das fases presentes nos materiais analisados. É evidente que essa diferenciação foi limitada pelas características inerentes ao reagente químico utilizado, ou seja, distinção das fases em duas tonalidades (fase escura: martensita e bainita; fase clara: austenita retida e ferrita).

É possível que outros experimentos fossem eleitos por outro (s) pesquisador (es) para representar os materiais em estudo, conforme discutido na seção 2.2.1, visto que o grau de ataque ideal não é unanimidade entre os pesquisadores. Contudo, para este estudo, os experimentos citados nesta seção foram considerados satisfatórios e representativos para os materiais em análise.

Vale ressaltar que a escolha dos experimentos que permitem caracterizar de maneira adequada os materiais foi baseada na possibilidade de distinção das fases presentes, no contraste e na fração volumétrica média encontrada em referências bibliográficas citadas no capítulo 2. Assim sendo, para o aço TRIP800, os experimentos que melhor possibilitaram a caracterização desse material foram os experimentos 3, 4 e 6, conforme mostra a Figura 4.47.

Nota-se que duas variáveis distinguem os experimentos 3 e 4, o tempo de ataque e o modo de limpeza. Possível explicação para a obtenção de resultados da variável de resposta semelhantes, apesar da diferença entre os parâmetros utilizados, é que a da solução de água com bicarbonato de sódio utilizada na limpeza da amostra no experimento 3 tenha reduzido a quantidade de resíduos (produtos da reação) sobre a superfície do material atacado, tornando as regiões de contornos de grãos mais evidentes, além de retardar a formação da camada passiva sobre a superfície da amostra. Dessa forma, o maior tempo de ataque utilizado no experimento 4 foi compensado pela utilização da solução de água com bicarbonato de sódio.

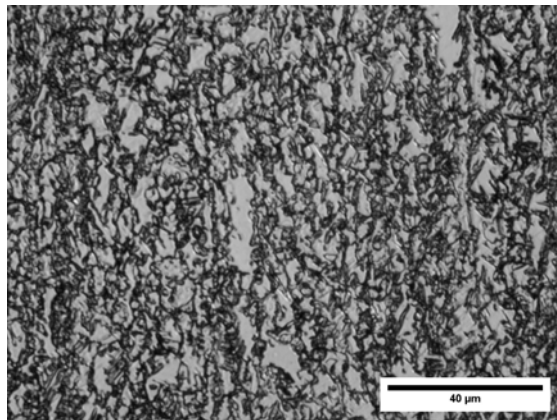
Quando se comparam os experimentos 4 e 6 nota-se que os fatores modo de ataque e concentração da solução de nital são distintas, entretanto, a combinação desses fatores conduzem para valores de variável de resposta similares, o que faz supor que há uma compensação/balanceamento entre esses dois parâmetros. De fato, conforme mostrado na Figura 4.18 existe interação entre esses fatores, ou seja, há um efeito conjugado na variável de resposta conforme se alteram os níveis de um ou de ambos os fatores.

De maneira similar, a análise para o aço DP600 foi realizada. O resultado consta da Figura 4.48.

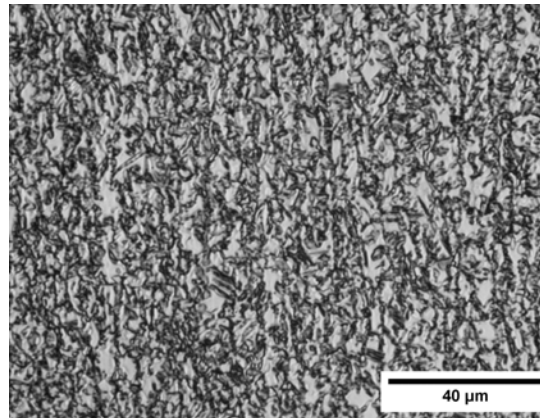
Figura 4.47 – Aço TRIP800: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória.

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	11	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	14	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	11	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	14	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	11	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	14	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	11	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	14	1	1	água com bicarbonato de sódio

Microscopia óptica - aço TRIP.  
Aumento 500x



Microscopia óptica - aço TRIP.  
Aumento 500x



Microscopia óptica - aço TRIP.  
Aumento 500x

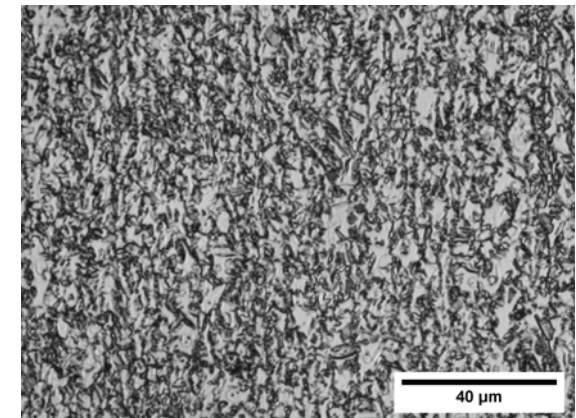
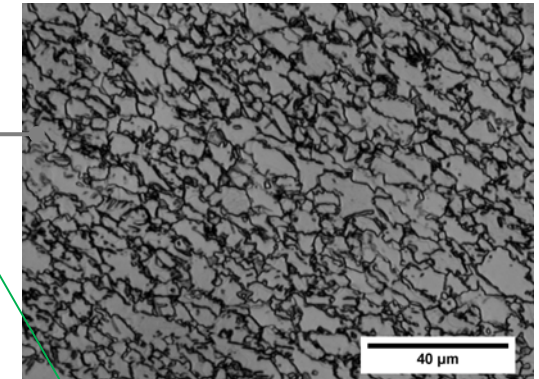


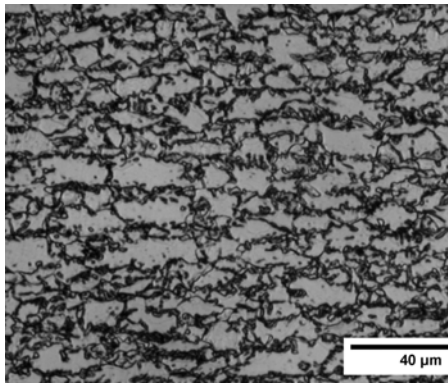
Figura 4.48 - Aço DP600: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória.

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	11	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	15	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	11	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	15	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	11	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	15	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	11	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	15	1	1	água com bicarbonato de sódio

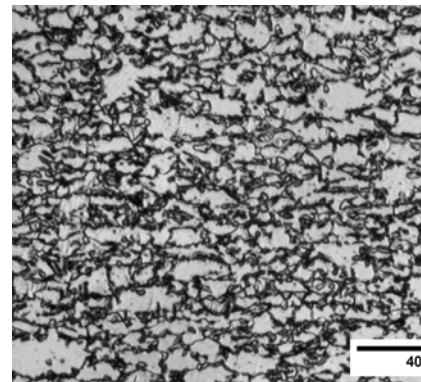
Microscopia óptica - aço DP.  
Aumento 500x



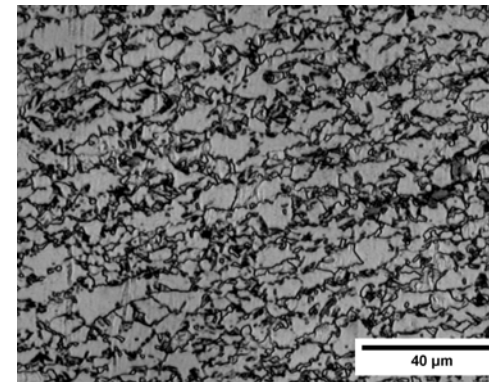
Microscopia óptica - aço DP  
Aumento 500x



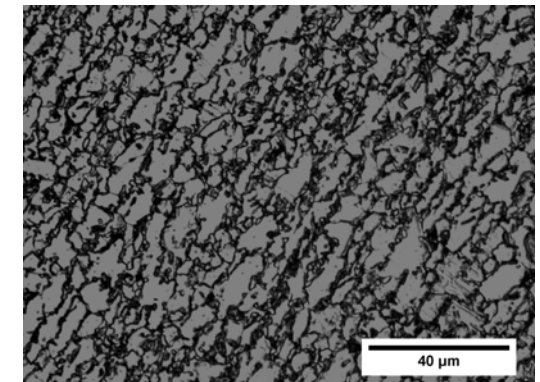
Microscopia óptica - aço DP.  
Aumento 500x



Microscopia óptica - aço DP.  
Aumento 500x



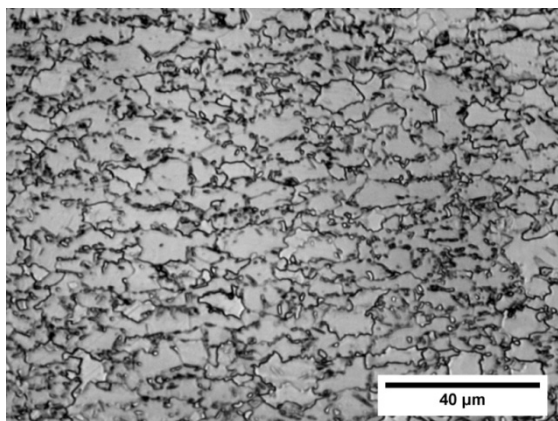
Microscopia óptica - aço DP.  
Aumento 500x



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Para a caracterização do aço DP600, apenas três experimentos realizados não apresentaram bons resultados quanto à identificação de fases presentes. O experimento 1 não foi capaz de delinear o constituinte da fase escura (martensita, e talvez, austenita retida), como se verifica na Figura 4.49. E os parâmetros utilizados nos experimentos 4 e 8 ocasionaram um ataque excessivo na amostra.

Figura 4.49 - Aço DP600: Reagente: nital 2%. Tempo de ataque 11s.



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Os experimentos 2, 3, 5, 6 e 7 foram adequados, conforme mostra a Figura 4.48. Dessa forma, assume-se que a caracterização desse material é obtida de maneira mais simples e rápida quando comparada ao aço TRIP, devido ao menor número de constituintes presentes em sua microestrutura e maior tamanho de grãos.

Apesar de possuírem níveis dos fatores modo de ataque e tempo de ataque distintos, os experimentos 2 e 3 obtiveram variáveis respostas semelhantes. Resultado similar ao ocorrido com os experimentos 6 e 7. Isso ocorreu devido à existência da interação entre os fatores envolvidos (modo e tempo de ataque) como foi verificado na seção 4.2.3.2 por meio da Figura 4.26 e Tabela 4.9.

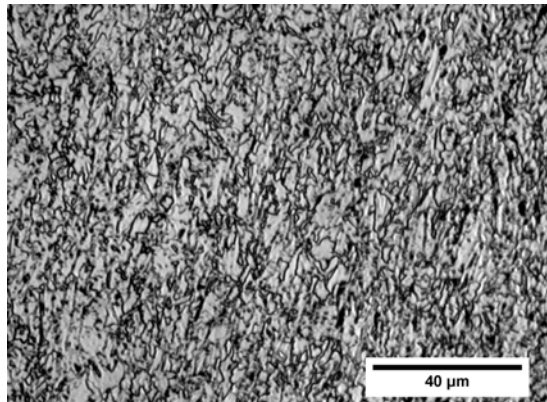
Ao se comparar os experimentos 2 e 6, 3 e 7 verifica-se que entre os fatores concentração da solução de nital e modo de limpeza (os quais de maneira isolada possuem significância para a variável de resposta do processo) possivelmente, existe uma relação de interação, a qual ocasiona alteração no ataque químico realizado. Em outras palavras, esses dois fatores não possuem apenas efeito aditivo na variável de resposta, e sim, possuem uma ação mutua, a ação de um fator provoca uma reação no outro, alterando a variável de resposta.

Para a caracterização do aço CP800, os experimentos 3, 4 e 6 foram adequados, conforme mostra a Figura 4.50.

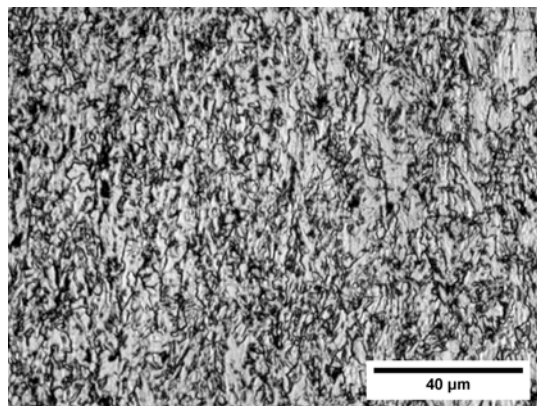
Figura 4.50 - Aço CP800: Experimentos que permitiram caracterização satisfatória.

Exp.	Concentração da solução de Nital [%]	Modo de ataque	3	Tempo de ataque [s]	5	6	Modo de limpeza
1	2%	imersão	1	6	1	1	modo convencional
2	2%	imersão	1	10	2	2	água com bicarbonato de sódio
3	2%	esfregamento	2	6	1	2	água com bicarbonato de sódio
4	2%	esfregamento	2	10	2	1	modo convencional
5	3%	imersão	2	6	2	1	água com bicarbonato de sódio
6	3%	imersão	2	10	1	2	modo convencional
7	3%	esfregamento	1	6	2	2	modo convencional
8	3%	esfregamento	1	10	1	1	água com bicarbonato de sódio

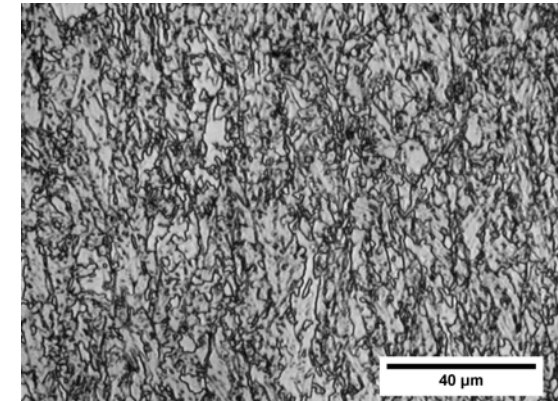
Microscopia óptica - aço CP.  
Aumento 500x



Microscopia óptica - aço CP.  
Aumento 500x



Microscopia óptica - aço CP.  
Aumento 500x



Os experimentos 3 e 4 diferem pelos fatores tempo de ataque e modo de limpeza. Uma vez que o fator tempo de ataque não mostrou ser significativo para a variável de resposta deste processo e o modo de ataque tem relevância, possivelmente, o efeito da interação entre esses dois fatores possa ser relevante para o processo de ataque químico desse material, pois ambos os experimentos apresentam variável de resposta satisfatória e não apenas um deles.

Entre os experimentos 4 e 6, o efeito da interação entre os fatores concentração da solução de nital e modo de ataque (que apesar de não ter apresentado relevância, o estudo da ANOVA mostra que a combinação entre esses fatores possui cerca de 90% de ser significativa para a variável de resposta do processo) mostra ser a explicação para a obtenção das variáveis respostas similares apesar dos diferentes parâmetros utilizados.

#### 4.3 EXPERIMENTO B (REAGENTE LEPERA)

Tendo sido definido o número de campos a serem obtidos para a análise da variável de resposta (20 campos distintos, conforme descrito na seção 4.1.2), os experimentos utilizando o reagente LePera foram realizados de acordo com o planejamento experimental descrito na seção 3.2.

Diferente do arranjo ortogonal  $L_8$  destinado ao estudo dos ataques químicos com o reagente de nital que consistia na realização de triplicatas de cada um dos oito experimentos, a matriz selecionada para os ataques com o reagente LePera foi a  $L_{16}$  para o estudo dos fatores controláveis e a  $L_4$  para a análise dos fatores não controláveis (temperatura e umidade relativa).

Para a avaliação das imagens obtidas em cada um dos experimentos realizados (para cada material: 64 experimentos), nem sempre foi possível realizar a análise quantitativa das frações volumétricas das imagens, pois, diferente do que ocorre nos ataques com reagentes corrosivos (mesmo as amostras tendo sido atacadas por pouco e/ou muito tempo sempre resultam em erosão de fases da amostra em estudo), os resultados dos ataques com reagentes coloridos nem sempre resultam em imagens na qual é possível a distinção de qualquer fase/microconstituente ou parte destes. Por este motivo, e tendo em vista a necessidade de se avaliar as imagens obtidas ao menos qualitativamente, foi elaborada, após o término dos ensaios, uma escala experimental para classificar as fotomicrografias obtidas em todos os ensaios.

### 4.3.1 Elaboração e definição do "Índice de Qualidade - IQ"

Para cada material em estudo, quatro pesquisadores (envolvidos de maneira direta ou indireta neste projeto) analisaram todas as imagens obtidas e atribuíram um índice a cada um dos experimentos, a qual se denominou IQ (Índice de Qualidade), Quadro 4.4.

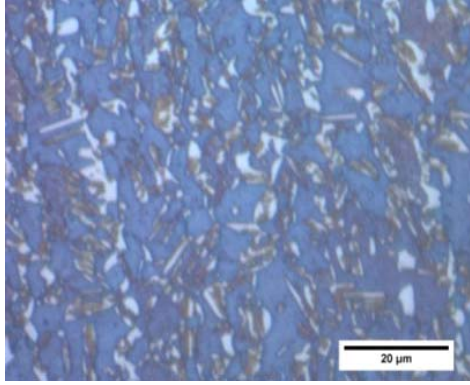
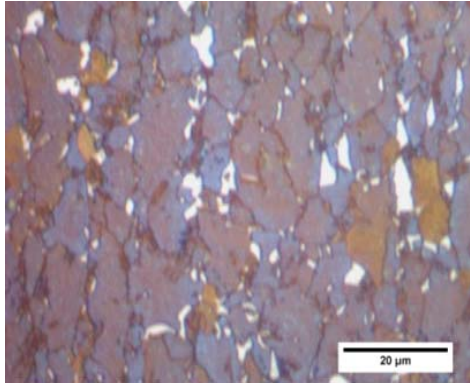
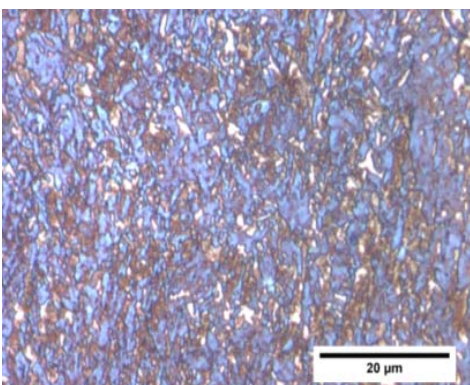
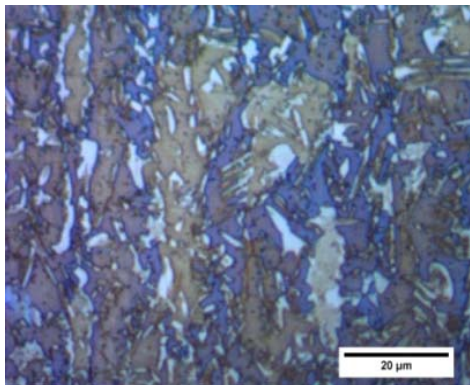
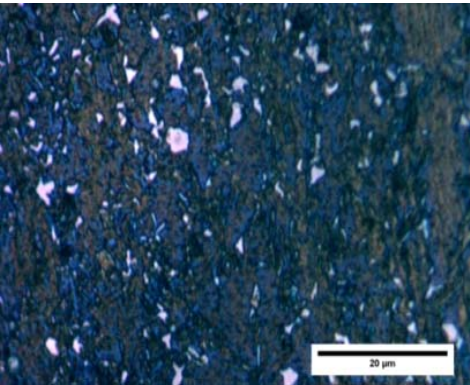
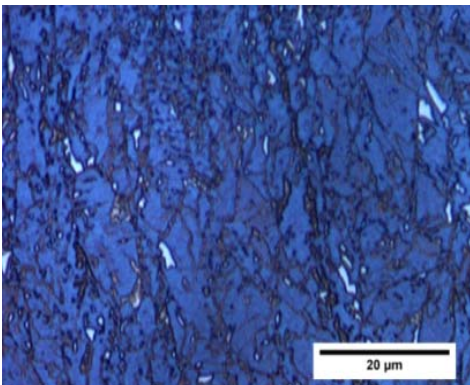
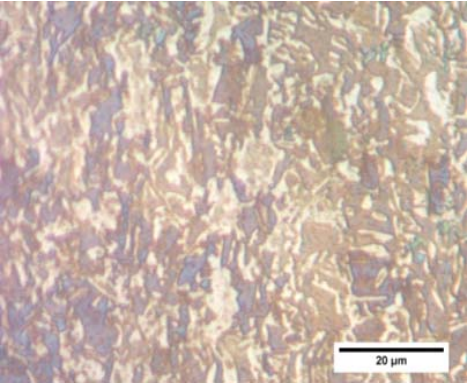
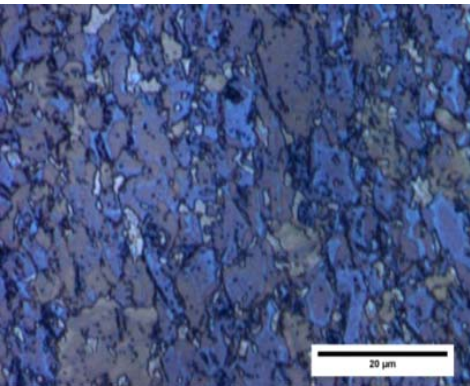
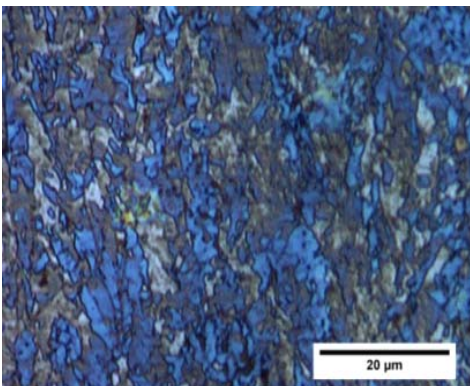
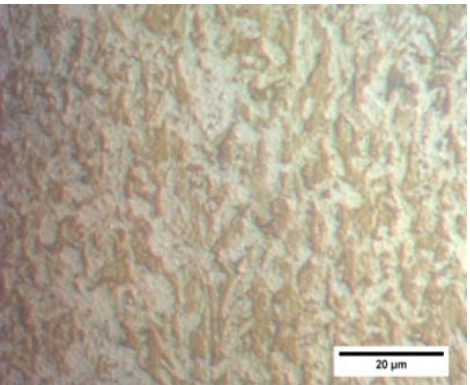
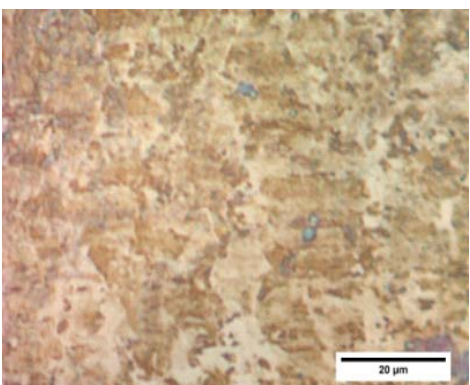
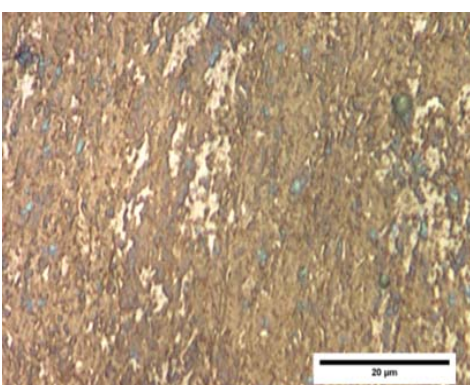
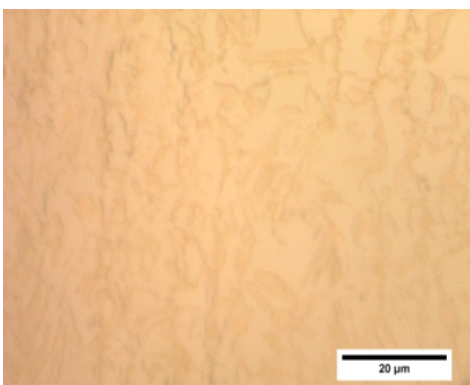
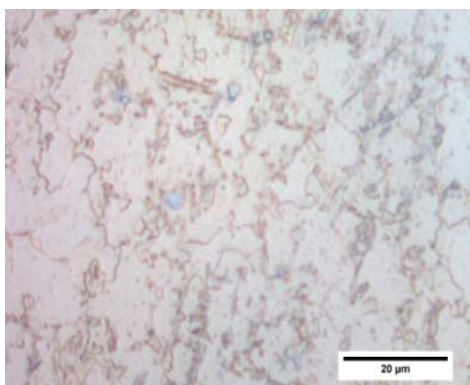
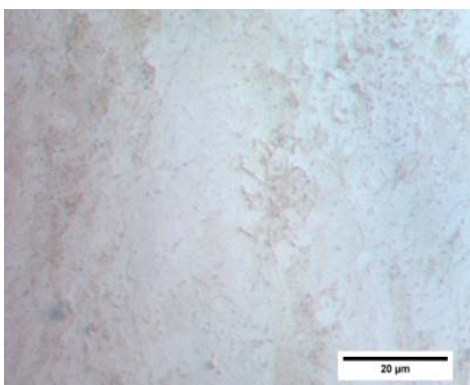
Os IQs foram divididos em classes (1 a 5). O critério para a elaboração desse índice foi o grau de ataque químico das amostras analisadas, ataque tanto corrosivo quanto por deposição de filme.

A escolha das imagens de referência (IQ 5) se deve à semelhança das mesmas quando comparadas com as Figuras apresentadas na seção 2.2.2.1, às quais foram reproduzidas de artigos que buscam caracterizar materiais semelhantes aos utilizados neste estudo. Além disso, as imagens citadas permitem estimar a fração volumétrica das fases presentes, mesmo que com certa margem de erro, pois possuem contornos de grãos bem definidos e diferentes tonalidades que caracterizam as fases distintas presentes nestes materiais (azul: matriz ferrítica, marrom: bainita, branco/claro: austenita retida + martensita).

Uma das principais características que distinguem as imagens com IQ 5 das imagens às quais foram atribuídos IQ 4, Quadro 4.4, é a delimitação da tonalidade marrom (fase bainítica). Em regiões nas quais se supõe ser a matriz ferrítica há coloração marrom, o que pode indicar tempo excessivo de ataque que resultou em deposição de camada adicional de filme de reagente ou erosão excessiva de fases devido ao ataque corrosivo. Experimentos que resultaram em imagens com ausência de regiões com tons de marrom também ocorreram (como exemplificado no Quadro 4.4, aço CP com IQ 4). Além disso, não é possível distinguir claramente as regiões onde os tons de azul são mais escuros e regiões de tonalidade marrom. Distinguem-se nas imagens com IQ 4, a tonalidade clara (martensita+austenita retida) e os contornos de grãos podem não ser totalmente delimitados.

Experimentos classificados como IQ 3 resultaram em imagens nas quais é possível distinguir diferentes tonalidades, incluindo tons de azul, fato que evidencia a ocorrência de deposição seletiva do reagente de LePera. Entretanto, não é possível distinguir os contornos de grãos, tampouco, identificar nitidamente as diferentes fases presentes no material. Há dificuldade em distinguir regiões de tonalidade bege/branca, que evidencia os microconstituintes martensita+austenita retida, das áreas caracterizadas por tons de marrom ou mesmo azul claros.

Quadro 4.4 - Escala para classificação das imagens - Experimento B (LePera)

Índice de Qualidade - IQ	Imagens		
	Aço TRIP	Aço DP	Aço CP
5			
4			
3			
2			
1			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Imagens cuja classificação foi IQ 2 apresentaram características de ataque corrosivo por tempo excessivo (evidenciado pela coloração exibida), tendo apresentado diferentes tonalidades, entretanto, não existe indício de regiões nas quais uma camada de filme de reagente foi depositada, apenas ocorrência pontual que sugere a deposição de filme (tons de azul).

Se o experimento resultou em ataque corrosivo insuficiente que permite distinguir apenas contornos de grãos, delineamento de fases presentes, ou mesmo indícios de deposição de filme (tons de azul) e/ou manchas provenientes de oxidação na superfície ou manchas ocasionadas devido à secagem da amostra, o IQ 1 foi atribuído, como pode ser observado no Quadro 4.4.

Após a atribuição de classes a cada experimento realizado por cada um dos quatro pesquisadores, a média dos IQ's atribuídos foi efetuada e, desse modo, cada experimento foi classificado. Essas categorias, denominadas de "índice de qualidade - IQ", foram utilizadas como um parâmetro para realizar o estudo quantitativo dos efeitos dos fatores envolvidos no processo com o auxílio das técnicas de Taguchi.

Os índices atribuídos a cada um dos experimentos realizados com os aços TRIP800, DP600 e CP800 e o reagente LePera são mostrados nos Quadros 4.5, 4,6 e 4,7, respectivamente.

Quadro 4.5 – Aço TRIP800: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera

Arranjo externo (fatores ruído)				
<b>16: Temperatura</b>	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
<b>17: Umidade relativa</b>	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90

	picral	metab sódio	3	pré ataque	5	6	7	modo de secagem	9	10	11	12	13	14	Tempo [s]	Variável de Resposta (Índice de Qualidade)			
															TRIP				
1	2%	0,50%	1	não	1	1	1	natural	1	1	1	1	1	1	15	3	1	2	3
2	2%	0,50%	1	não	1	1	1	com ar frio forçado	2	2	2	2	2	2	25	2	1	3	2
3	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	natural	1	1	1	2	2	2	25	2	1	2	2
4	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	com ar frio forçado	2	2	2	1	1	1	15	2	1	2	2
5	2%	1%	2	não	1	2	2	natural	1	2	2	1	1	2	25	1	2	2	2
6	2%	1%	2	não	1	2	2	com ar frio forçado	2	1	1	2	2	1	15	1	1	2	2
7	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	natural	1	2	2	2	2	1	15	1	2	1	1
8	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	com ar frio forçado	2	1	1	1	1	2	25	2	2	1	1
9	4%	0,50%	2	não	2	1	2	natural	2	1	2	1	2	1	25	3	3	1	4
10	4%	0,50%	2	não	2	1	2	com ar frio forçado	1	2	1	2	1	2	15	1	2	2	1
11	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	natural	2	1	2	2	1	2	15	3	2	4	3
12	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	com ar frio forçado	1	2	1	1	2	1	25	1	2	5	1
13	4%	1%	1	não	2	2	1	natural	2	2	1	1	2	2	15	3	3	2	2
14	4%	1%	1	não	2	2	1	com ar frio forçado	1	1	2	2	1	1	25	2	2	1	2
15	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	natural	2	2	1	2	1	1	25	1	2	5	2
16	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	com ar frio forçado	1	1	2	1	2	2	15	2	1	3	1

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quadro 4.6 – Aço DP600: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera

															Arranjo externo (fatores ruído)				
															15: Temperatura	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
															16: Umidade relativa	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90
	picral	metab sódio	3	pré ataque	5	6	7	modo de secagem	9	10	11	12	13	14	Tempo [s]	Variável Resposta (Índice de Qualidade)			
															DP				
1	2%	0,50%	1	não	1	1	1	natural	1	1	1	1	1	1	10	1	2	1	2
2	2%	0,50%	1	não	1	1	1	com ar frio forçado	2	2	2	2	2	2	20	1	2	1	1
3	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	natural	1	1	1	2	2	2	20	1	3	1	1
4	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	com ar frio forçado	2	2	2	1	1	1	10	1	2	1	1
5	2%	1%	2	não	1	2	2	natural	1	2	2	1	1	2	20	4	1	1	1
6	2%	1%	2	não	1	2	2	com ar frio forçado	2	1	1	2	2	1	10	4	1	1	1
7	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	natural	1	2	2	2	2	1	10	1	4	1	1
8	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	com ar frio forçado	2	1	1	1	1	2	20	1	1	2	1
9	4%	0,50%	2	não	2	1	2	natural	2	1	2	1	2	1	20	3	3	2	4
10	4%	0,50%	2	não	2	1	2	com ar frio forçado	1	2	1	2	1	2	10	1	2	1	2
11	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	natural	2	1	2	2	1	2	10	2	2	1	2
12	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	com ar frio forçado	1	2	1	1	2	1	20	2	3	1	2
13	4%	1%	1	não	2	2	1	natural	2	2	1	1	2	2	10	2	4	5	2
14	4%	1%	1	não	2	2	1	com ar frio forçado	1	1	2	2	1	1	20	2	4	5	2
15	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	natural	2	2	1	2	1	1	20	1	1	1	1
16	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	com ar frio forçado	1	1	2	1	2	2	10	1	4	1	1

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Quadro 4.7 – Aço CP800: Resultado do Índice de Qualidade das imagens obtidas por ataque com o reagente LePera

Arranjo externo (fatores ruído)				
<b>15: Temperatura</b>	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
<b>16: Umidade relativa</b>	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90

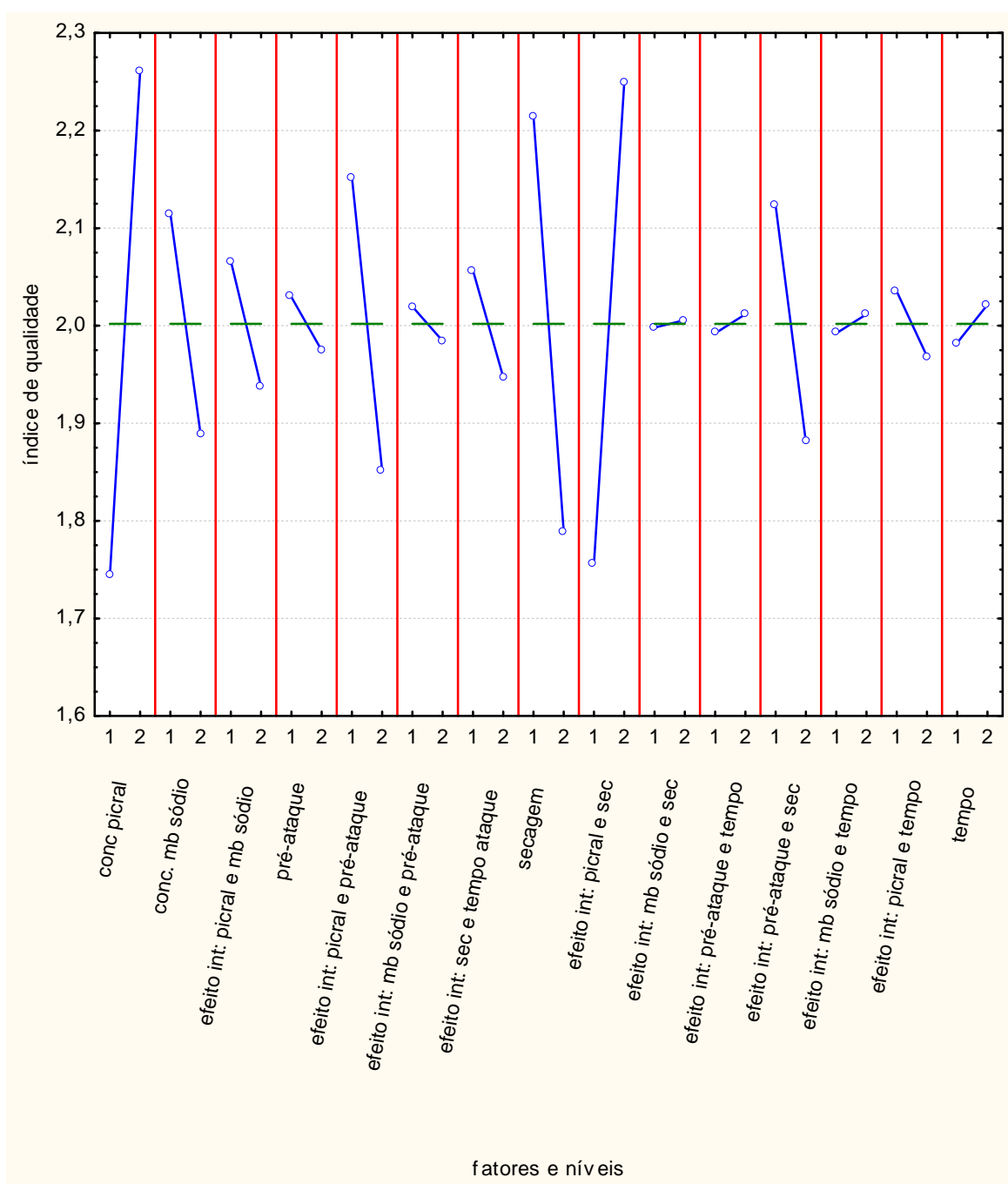
	picral	metab sódio	3	pré ataque	5	6	7	modo de secagem	9	10	11	12	13	14	Tempo [s]	Variável Resposta (Índice de Qualidade)			
															CP				
1	2%	0,50%	1	não	1	1	1	natural	1	1	1	1	1	1	15	2	1	1	2
2	2%	0,50%	1	não	1	1	1	com ar frio forçado	2	2	2	2	2	2	25	5	1	1	1
3	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	natural	1	1	1	2	2	2	25	1	1	1	1
4	2%	0,50%	1	Nital 2% / t=2s	2	2	2	com ar frio forçado	2	2	2	1	1	1	15	1	2	1	1
5	2%	1%	2	não	1	2	2	natural	1	2	2	1	1	2	25	4	1	2	5
6	2%	1%	2	não	1	2	2	com ar frio forçado	2	1	1	2	2	1	15	4	1	1	3
7	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	natural	1	2	2	2	2	1	15	1	3	1	1
8	2%	1%	2	Nital 2% / t=2s	2	1	1	com ar frio forçado	2	1	1	1	1	2	25	1	1	2	1
9	4%	0,50%	2	não	2	1	2	natural	2	1	2	1	2	1	25	1	3	2	4
10	4%	0,50%	2	não	2	1	2	com ar frio forçado	1	2	1	2	1	2	15	1	2	1	2
11	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	natural	2	1	2	2	1	2	15	1	1	1	2
12	4%	0,50%	2	Nital 2% / t=2s	1	2	1	com ar frio forçado	1	2	1	1	2	1	25	2	2	1	3
13	4%	1%	1	não	2	2	1	natural	2	2	1	1	2	2	15	1	2	3	2
14	4%	1%	1	não	2	2	1	com ar frio forçado	1	1	2	2	1	1	25	1	2	1	3
15	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	natural	2	2	1	2	1	1	25	1	4	4	5
16	4%	1%	1	Nital 2% / t=2s	1	1	2	com ar frio forçado	1	1	2	1	2	2	15	1	1	2	2

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

### 4.3.2 Aço TRIP800

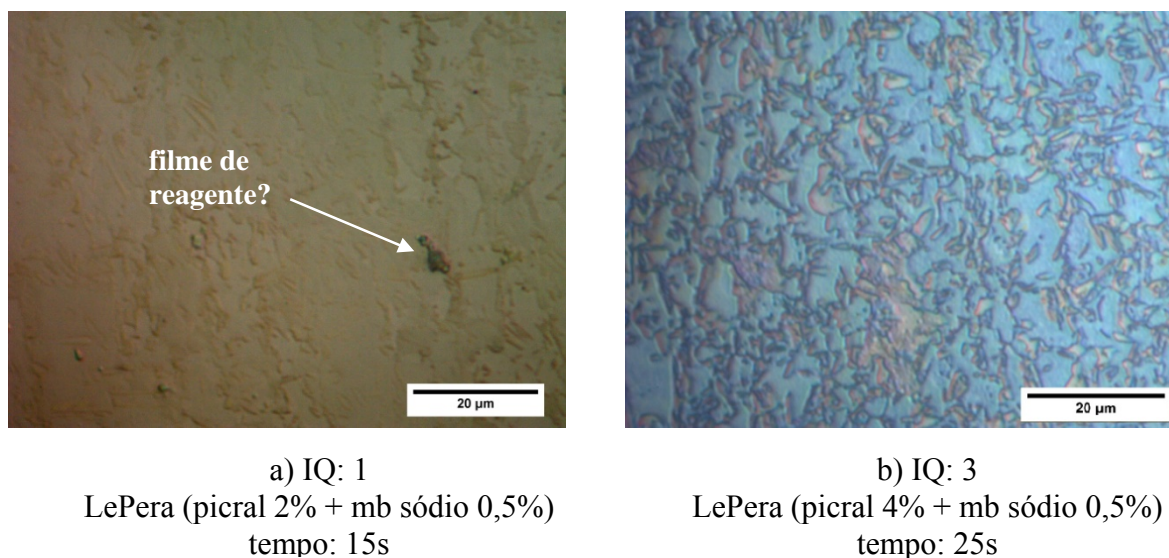
Como calculado para o Experimento A (ataques com o reagente nital), o efeito médio do fator também foi estimado para o Experimento B com o auxílio do software STATISTICA. Os resultados relativos ao aço TRIP800 encontram-se na Figura 4.51.

Figura 4.51 – Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno (*Inner Array*)



Ao se observar a Figura 4.51 nota-se que os fatores concentração de picral e modo de secagem se destacam. O fator concentração da solução de picral tem um impacto maior na variável de resposta do processo. Com uma concentração de 2%, a média do IQ obtida foi de 1,74, no entanto, quando foi utilizada a concentração de 4%, o índice aumentou para 2,26. O impacto que a alteração da concentração deste fator ocasiona pode ser observado na Figura 4.52.

Figura 4.52 - Aço TRIP800: Condições de ataque: pré-ataque (nital 2%), secagem natural, temperatura: 15 ± 25°C, umidade relativa: 55 ± 90%.



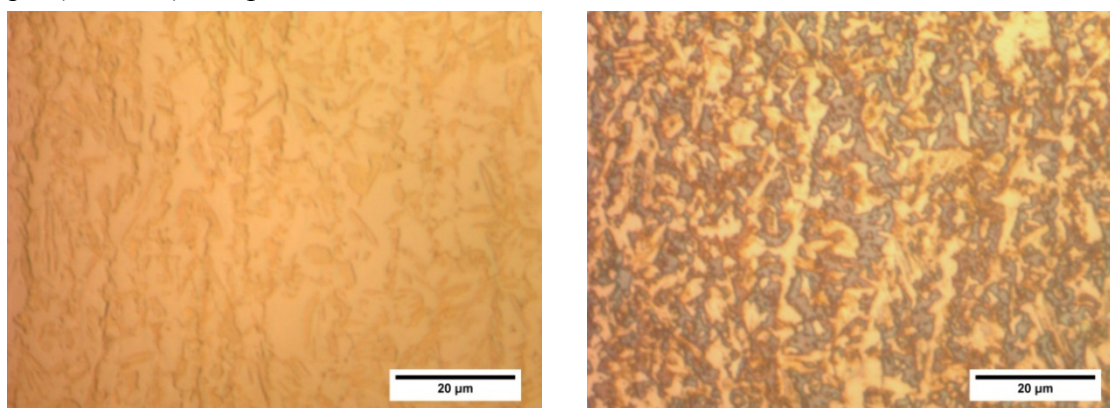
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Os fatores que diferem os experimentos representados nas imagens da Figura 4.52 são a concentração da solução de picral e o tempo de ataque. Visto que o fator tempo de ataque e o efeito da interação deste fator com os demais fatores não são consideráveis, como mostra a Figura 4.51, assume-se que a diferença entre as imagens obtidas se deve ao fator picral.

Na Figura 4.52a é possível constatar que houve ataque químico corrosivo devido à diferença de profundidade e, conseqüentemente, de tonalidade na amostra. Entretanto, verifica-se que o mesmo não foi suficiente para destacar fases do material. Há indício de formação de filme de reagente na superfície da amostra. Em contrapartida, na Figura 4.54b distingue-se diferentes tonalidades de azul e marrom, no entanto, não é possível visualizar claramente tonalidades mais claras (brancas), o que caracterizaria a presença do constituinte martensita + austenita retida no material.

Outro fator cuja variação também se mostrou importante para a melhoria do processo foi o modo de secagem, quando o modo de secagem natural foi utilizado, o IQ foi de 2,21, e de 1,79 quando a amostra foi seca com ar forçado, Figura 4.53.

Figura 4.53 - Aço TRIP800: Condições de ataque: LePera (picral 4%, mb sódio 1%), pré-ataque (nital 2%), temperatura: 25 | 40°C, umidade relativa: 55 | 90%.



a) IQ: 1  
secagem: ar forçado; tempo: 15s

b) IQ: 2  
secagem: natural; tempo: 25s

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

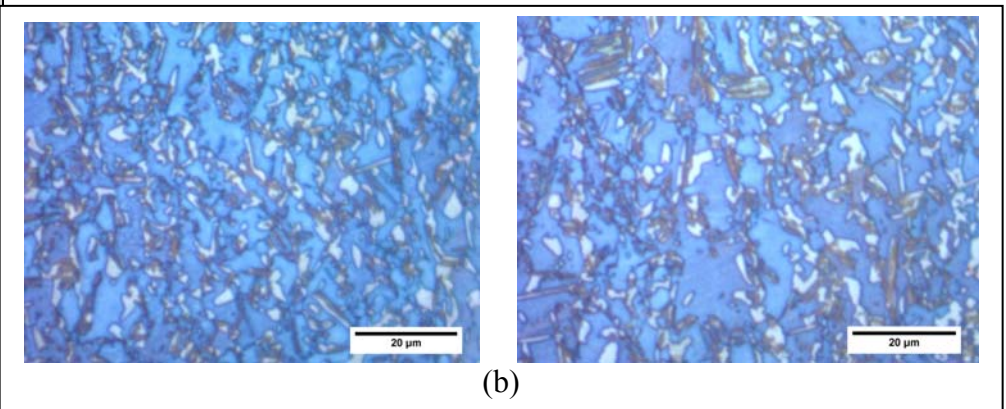
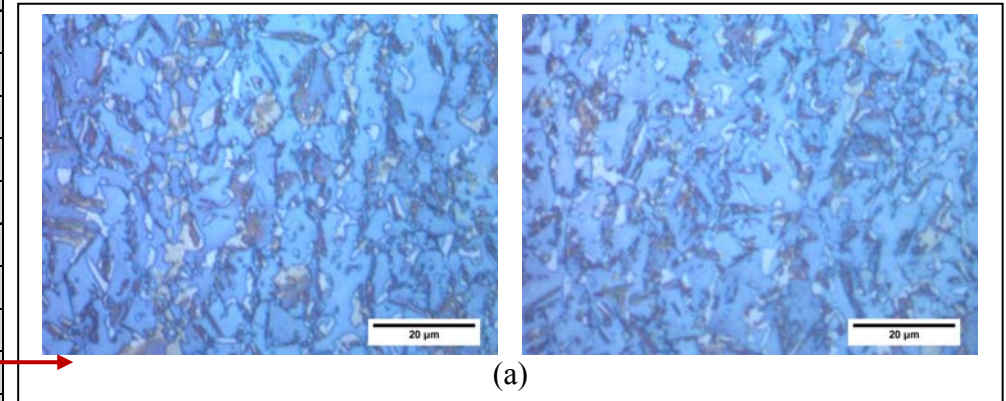
Como o tempo de ataque é um fator que apresentou pouca variação na variável de resposta (alteração de IQ de 1,98 a 2,02), novamente, admite-se que o modo de secagem propiciou a diferença entre as imagens apresentadas na Figura 4.53. Nota-se que a amostra seca com ar forçado apresenta o delineamento dos grãos, resultado de ataque corrosivo na superfície da amostra, provavelmente resultado do pré-ataque, não houve formação de filme de reagente. Por outro lado, a amostra seca naturalmente, Figura 4.53b apresenta características de uma amostra que foi super atacada, há indícios de formação de filme na superfície do material (regiões que apresentam tonalidade azul).

Os demais fatores: concentração da solução de metabissulfito de sódio, pré-ataque e tempo de ataque não apresentaram variação tão acentuada. A variação do IQ quando se alterou o fator metabissulfito de sódio foi de 1,89 (concentração de 1%) a 2,12 (concentração de 0,5%). A realização de ataques químicos sem o prévio ataque das amostras com nital resultou em IQ de 2,03, sendo que quando tal processo foi realizado o IQ das imagens foi de 1,97. O tempo de ataque foi o fator que resultou na menor variação da variável resposta, IQ de 1,98 (quanto utilizado este fator no nível baixo-15s) e 2,02 (quando utilizado o nível alto-25s).

Fica evidente que as variáveis de entrada do processo não são os únicos parâmetros a serem considerados para a obtenção de imagens que propicie a caracterização do material, visto que quaisquer que seja o nível empregado, o índice de qualidade não atinge o valor máximo, conforme mostra a Figura 4.51. Comprova-se desta maneira, que para a obtenção de fotomicrografias com índice de qualidade ideal (IQ 5) ou mesmo para imagens consideradas próximas ao ideal (IQ4), mostradas nas Figura 4.54 e 4.55 respectivamente, é necessário não apenas a ação de fatores isolados, mas, a combinação que haverá entre os mesmos.

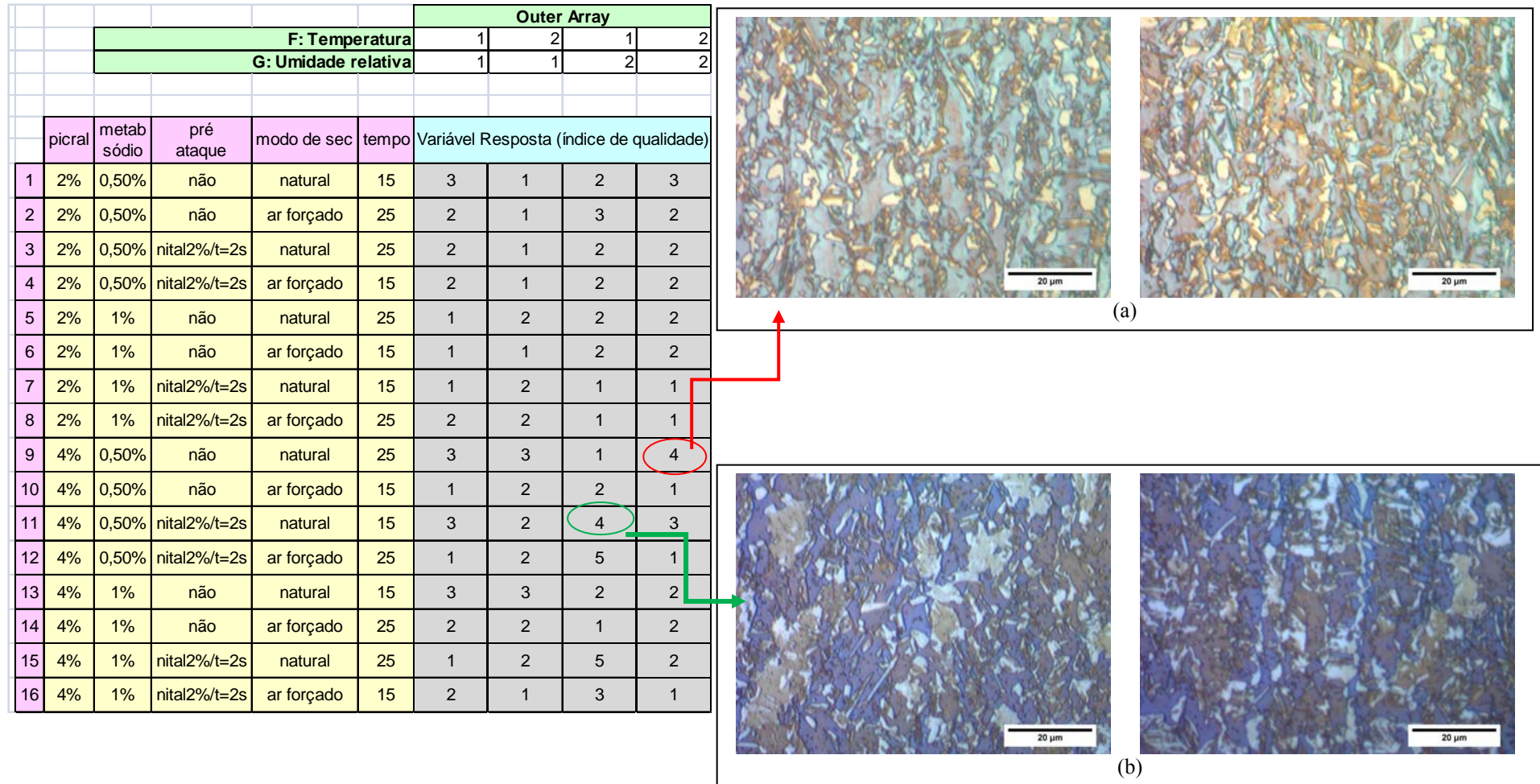
Figura 4.54 – Aço TRIP800: Imagens dos experimentos com índice de qualidade igual a 5.

						Outer Array			
						F: Temperatura			
						G: Umidade relativa			
	picral	metab sódio	pré ataque	modo de sec	tempo	Variável Resposta (índice de qualidade)			
1	2%	0,50%	não	natural	15	3	1	2	3
2	2%	0,50%	não	ar forçado	25	2	1	3	2
3	2%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	25	2	1	2	2
4	2%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	15	2	1	2	2
5	2%	1%	não	natural	25	1	2	2	2
6	2%	1%	não	ar forçado	15	1	1	2	2
7	2%	1%	nital2%/t=2s	natural	15	1	2	1	1
8	2%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	25	2	2	1	1
9	4%	0,50%	não	natural	25	3	3	1	4
10	4%	0,50%	não	ar forçado	15	1	2	2	1
11	4%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	15	3	2	4	3
12	4%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	25	1	2	5	1
13	4%	1%	não	natural	15	3	3	2	2
14	4%	1%	não	ar forçado	25	2	2	1	2
15	4%	1%	nital2%/t=2s	natural	25	1	2	5	2
16	4%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	15	2	1	3	1



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.55 – Aço TRIP800: Imagens dos experimentos com índice de qualidade igual a 4.



Dessa forma, o efeito da interação entre a concentração de picral e pré-ataque, bem como, entre o efeito da interação entre a concentração de picral e pré-ataque talvez devam ser considerados também. Para confirmar ou não essas possibilidades foram aplicadas ferramentas para análise da variância (ANOVA).

Pelo fato do Método de Taguchi utilizar experimentos fatoriais fracionados, sua análise deve considerar a avaliação de confiança dos resultados, para tanto, faz-se uso da ANOVA. De acordo com Viana (2012), a análise da variância é útil para determinar a influência dos parâmetros de entrada nos resultados experimentais, o que permite a interpretação dos dados. Os testes foram realizados com a estatística F. Os valores críticos de F foram retirados das tabelas apresentadas por Montgomery (2012). Utilizou-se o nível de significância de 5% e os resultados são apresentados na Tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis.

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]
Concentração da solução de picral	4,25391	1	4,253906	5,214165	0,026871	97,31
Concentração da solução de mb de sódio	0,82129	1	0,821289	1,006683	0,320730	67,93
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	0,26587	1	0,265869	0,325885	0,570755	42,92
Pré-ataque	0,04785	1	0,047852	0,058653	0,809669	19,03
Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque	1,44751	1	1,447510	1,774264	0,189146	81,09
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	0,01978	1	0,019775	0,024239	0,876930	12,31
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	0,19141	1	0,191406	0,234614	0,630327	36,97
<b>Modo de secagem</b>	<b>2,90063</b>	<b>1</b>	<b>2,900635</b>	<b>3,555412</b>	<b>0,065411</b>	<b>93,46</b>
<b>Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem</b>	<b>3,87598</b>	<b>1</b>	<b>3,875977</b>	<b>4,750923</b>	<b>0,034220</b>	<b>96,58</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	0,00098	1	0,000977	0,001197	0,972544	2,75
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	0,00610	1	0,006104	0,007481	0,931433	6,86
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	0,93848	1	0,938477	1,150324	0,288844	71,12
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	0,00610	1	0,006104	0,007481	0,931433	6,86
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	0,07056	1	0,070557	0,086484	0,769964	23,00
Tempo de ataque	0,02441	1	0,024414	0,029925	0,863387	13,66
Erro	39,16016	48	0,815837			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Assim, a análise de variância para os IQs demonstra com 95% de confiança que os fatores que influenciam o desempenho do processo são: a concentração da solução de picral e o efeito da interação entre a concentração de picral e o modo de secagem. Ao mesmo tempo, verifica-se que o modo de secagem tem efeito significativo alto. Para as outras variáveis percebe-se que com o teste da estatística F não é possível concluir com segurança sobre os efeitos principais desses parâmetros. Isso ocorre porque os resultados demonstram que existe a probabilidade (valor p próximo do nível de significância) de desprezar os efeitos principais desses fatores sendo significativos no processo.

A análise da razão SN também foi realizada e o resultado é mostrado na Tabela 4.20 e na Figura 4.56. A razão sinal-ruído utilizada foi a maior é melhor. A maior relação SN corresponde à menor variância da variável de resposta em torno do valor desejado.

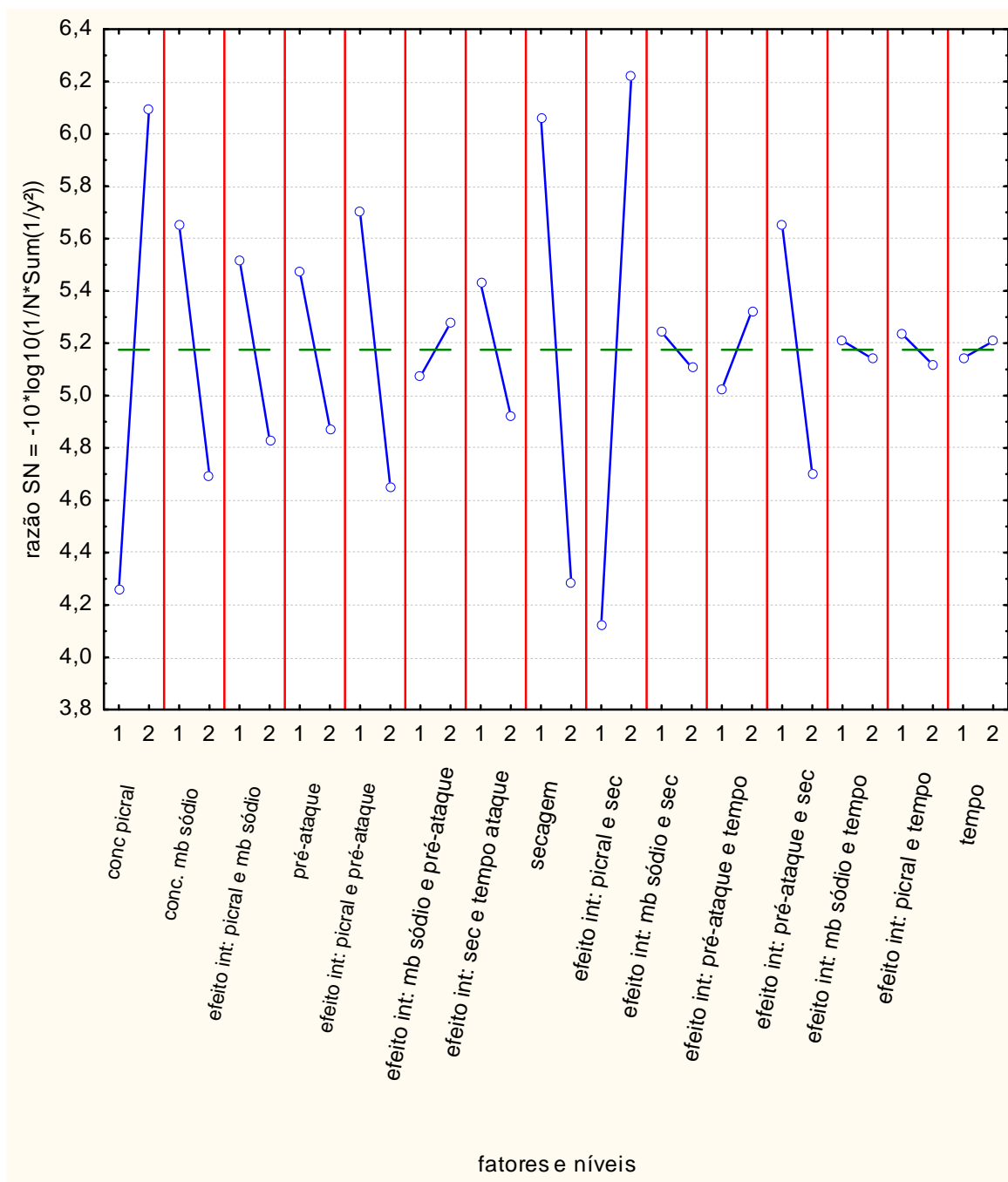
Tabela 4.20 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído) dos fatores controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]
<b>Concentração da solução de picral</b>	<b>53,6628</b>	<b>1</b>	<b>53,66275</b>	<b>3,680277</b>	<b>0,061018</b>	<b>93,90</b>
Concentração da solução de mb de sódio	14,6756	1	14,67565	1,006480	0,320779	67,92
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	7,6551	1	7,65511	0,525000	0,472234	52,78
Pré-ataque	5,7545	1	5,75452	0,394654	0,532841	46,72
Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque	17,6626	1	17,66262	1,211331	0,276558	72,34
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	0,6679	1	0,66787	0,045804	0,831440	16,86
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	4,1156	1	4,11563	0,282256	0,597676	40,23
<b>Modo de secagem</b>	<b>50,3816</b>	<b>1</b>	<b>50,38160</b>	<b>3,455251</b>	<b>0,069188</b>	<b>93,08</b>
<b>Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem</b>	<b>70,4171</b>	<b>1</b>	<b>70,41708</b>	<b>4,829316</b>	<b>0,032837</b>	<b>96,72</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	0,2932	1	0,29321	0,020109	0,887827	11,22
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	1,4507	1	1,45073	0,099493	0,753806	24,62
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	14,5277	1	14,52767	0,996331	0,323205	67,68
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	0,0765	1	0,07651	0,005247	0,942554	5,74
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	0,2124	1	0,21235	0,014563	0,904449	9,56
Tempo de ataque	0,0664	1	0,06644	0,004556	0,946464	5,35
Erro	699,8962	48	14,58117			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Como pode ser observado na Figura 4.56 e Tabela 4.20, o efeito da interação entre os fatores concentração da solução de picral e modo de ataque em relação à razão SN é considerado significativo para o processo e os parâmetros concentração da solução de picral e modo de secagem possuem grande probabilidade de também possuírem efeito significativo para a variável de resposta. Nota-se que as mesmas variáveis que possuem significativa influência sobre o processo são os mesmos cuja variabilidade deve controlada a fim de minimizar os efeitos dos mesmos sobre a variável de resposta.

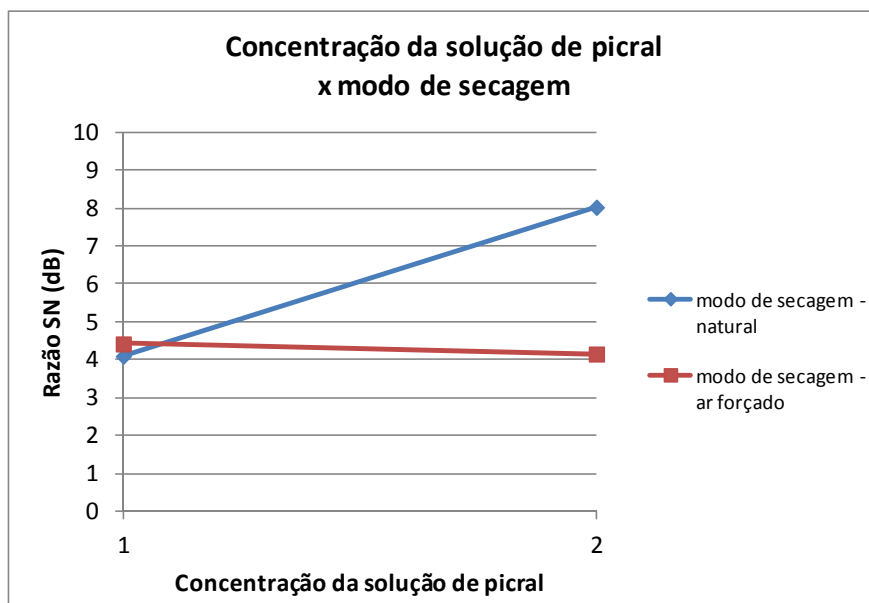
Figura 4.56 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a razão SN - Arranjo Interno



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A fim de se comprovar que há interação entre os fatores concentração da solução de pical e modo de secagem e compreender sua importância na variável de resposta, o gráfico destes dois parâmetros em relação à razão SN foi analisada, conforme Figura 4.57.

Figura 4.57 – Aço TRIP800: Concentração da solução de picral x modo de secagem



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

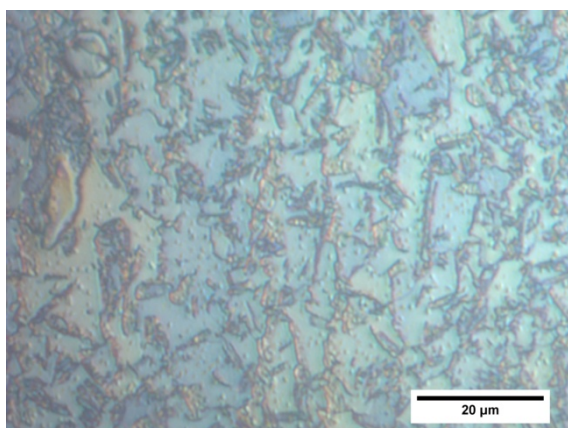
Pela Figura 4.57, pode-se afirmar que no ataque de um aço TRIP800 com o reagente LePera, ao se manter a concentração da solução de picral no nível 2 (4%) e o modo de secagem no nível 2 (secagem natural) obtém-se melhores resultados, ou seja, o IQ do processo aumenta, pois a variabilidade em torno da variável de resposta será menor.

Além do importante papel da interação entre fatores, a presença dos fatores não controláveis (ruídos) podem ter ou não influência significativa na variável de resposta. Conforme discutido até o momento, caso não houvesse interações entre os fatores no processo, tampouco, a existência de fatores não controláveis (ruídos), o melhor ajuste seria:

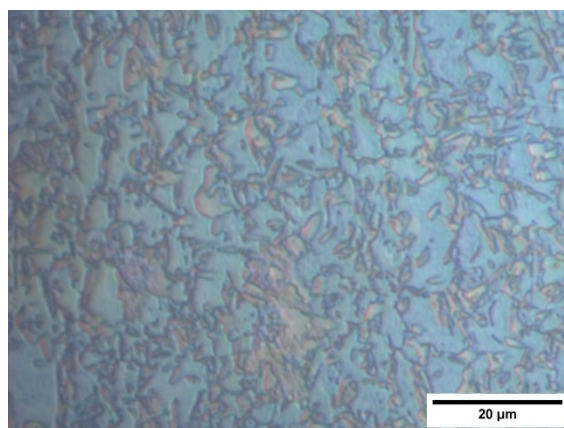
- concentração da solução de picral: nível (2), ou seja, 4%
- concentração da solução de metabissulfito de sódio: nível (1), ou seja, 0,5%;
- pré-ataque: nível (1), ou seja, sem pré-ataque;
- modo de secagem: nível (1), ou seja, modo natural;
- tempo de ataque: modo (2), ou seja 25s.

Equivalente combinação ( $1_2 2_1 4_1 8_1 15_2$ ) encontra-se discriminada no experimento 9. Como pode ser observado no Quadro 4.5, entretanto, os IQs para este experimento foram de 1, 3 e 4, conforme ilustrado na Figura 4. 58.

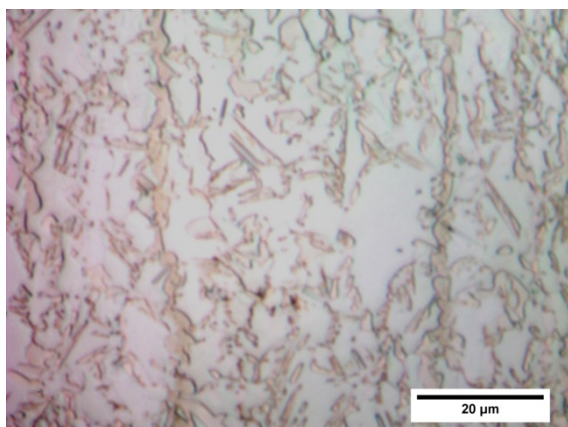
Figura 4.58 - Aço TRIP800: Experimento 9 - condições de ataque: LePera (picral 4%, mb sódio 0,5%), sem pré-ataque, secagem natural, tempo 25s.



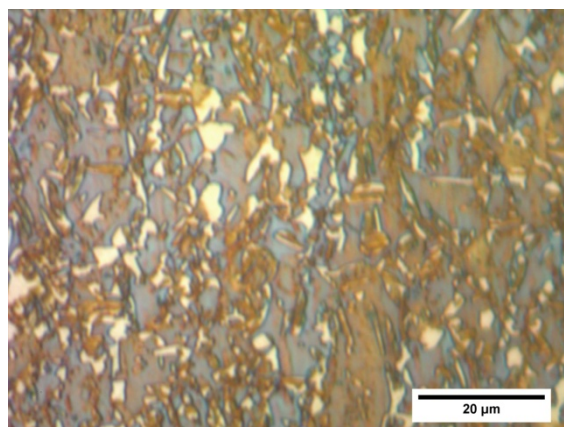
a) IQ: 3  
temperatura: 15 ±25°C;  
umidade relativa: 30±55%



b) IQ: 3  
temperatura: 25 ±40°C;  
umidade relativa: 30±55%



c) IQ: 1  
temperatura: 15 ±25°C;  
umidade relativa: 55±90%



d) IQ: 4  
temperatura: 25 ±40°C;  
umidade relativa: 55±90%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

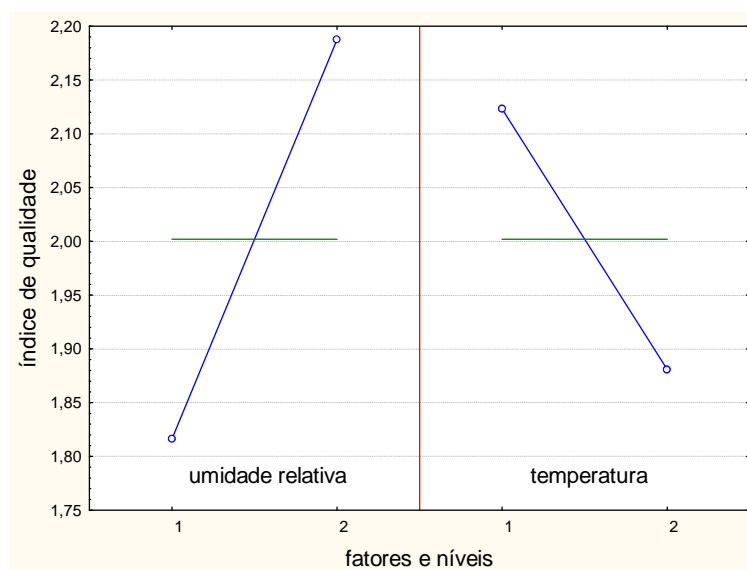
Observa-se que os ruídos (temperatura e umidade relativa) são os únicos fatores que diferem nos experimentos apresentados na Figura 4.56. Fato que justifica a escolha dos mesmos como fatores não controláveis a serem analisados. Desse modo, o estudo estatístico dos parâmetros citados foi realizado e o resultado é exibido na Tabela 4.21 e Figuras 4.59 e 4.60.

Tabela 4.21 - Aço TRIP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis.

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]	Porcentagem de contribuição
Umidade relativa	2,20337	1	2,203369	2,641142	0,109285	89,07	55,42%
Temperatura	0,93848	1	0,938477	1,124936	0,293039	70,70	23,60%
Erro	50,88916	61	0,834248				20,98%

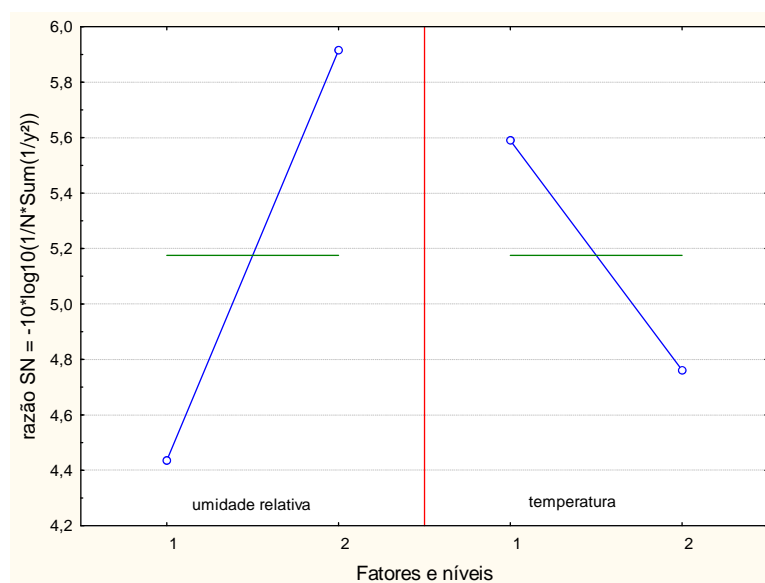
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.59 – Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo (*Outer array*)



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.60 - Aço TRIP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a razão SN do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com os resultados obtidos, se reconhece que o fator umidade relativa possui significativa porcentagem de contribuição no resultado do processo (55,42%), sendo que os melhores resultados são obtidos quando essa variável encontra-se no nível 2 ou alto (umidade relativa: 55–90%). A contribuição da temperatura não se mostrou tão relevante quanto à da umidade (23,60%), com os melhores resultados obtidos quando a mesma se encontra no nível baixo (15–25°C).

Ao se confrontar os resultados do Quadro 4.5 com os da Figura 4.51 e Tabela 4.19, verifica-se que os quatro experimentos que apresentaram IQ igual a 4 (Figura 4.55) e 5 (Figura 4.54) foram atacados com picral no nível (2), o que comprova o impacto deste parâmetro na variável de resposta. Três destes ensaios citados foram realizados com os fatores: modo de secagem no nível (1), temperatura no nível (1) e umidade relativa no nível (2).

Até o momento, dois dos cinco fatores de entrada do arranjo interno (fatores controláveis) e uma interação entre esses fatores foi discutido. Todavia, os demais fatores acarretam contribuição para a variável de resposta, como pode ser observado na Tabela 4.22.

Tabela 4.22 - Aço TRIP800: Porcentagem de contribuição.

Fatores	Porcentagem de contribuição [%]
<b>Concentração da solução de picral</b>	<b>20,95</b>
Concentração da solução de mb de sódio	5,73
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	2,99
Pré-ataque	2,25
Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque	6,89
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	0,26
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	1,61
<b>Modo de secagem</b>	<b>19,66</b>
<b>Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem</b>	<b>27,49</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	0,11
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	0,57
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	5,67
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	0,03
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	0,08
Tempo de ataque	0,03
Erro	5,69

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Comprova-se que o tempo de ataque, quando analisado isoladamente não deve alterar a variável de resposta, uma vez que sua porcentagem de contribuição é praticamente nula.

A contribuição dos fatores analisados (concentração da solução de picral, modo de secagem e interação entre esses dois fatores), conforme esperado, se destaca em relação aos

outros. Demais fatores, apesar da baixa porcentagem de contribuição, quando associados podem vir a alterar o IQ da imagem obtida nos experimentos e, por isso, se discutem agora essa possibilidade.

Com porcentagem de contribuição de 5,73% para obter a maximização da variável de resposta, o fator concentração da solução de metabissulfito de sódio mostrou um resultado inesperado, tendo sido registrado os melhores resultados quando o mesmo foi utilizado no nível (1), ou seja, na concentração de 0,5%, como pode ser observado na Figura 4.51 e fundamentado com as imagens das Figuras 4.54 e 4.55.

Comparando os ataques realizados nas amostras que compõem a Figura 4.55, percebe-se que a concentração da solução de picral, o tempo de ataque e o fator pré-ataque foram empregados no mesmo nível em ambos os ensaios. Ambos diferem quanto à concentração da solução de metabissulfito de sódio e o modo de secagem. A amostra resultante do experimento 15 possui contraste entre as fases melhor, possivelmente devido ao modo de secagem utilizado.

Supõe-se que deve haver uma combinação de fatores e uma ou mais interações que tenham tido impacto na variável de resposta de forma que, mesmo utilizando os fatores em níveis distintos, o resultado fosse similar. De início, foi considerado que a interação entre os fatores concentração de metabissulfito de sódio e modo de secagem pudesse ter sido relevante, pois são os fatores variantes entre os dois processos, entretanto, conforme pode ser visto na Figura 4.51, o efeito da interação entre estes dois fatores é muito pequeno.

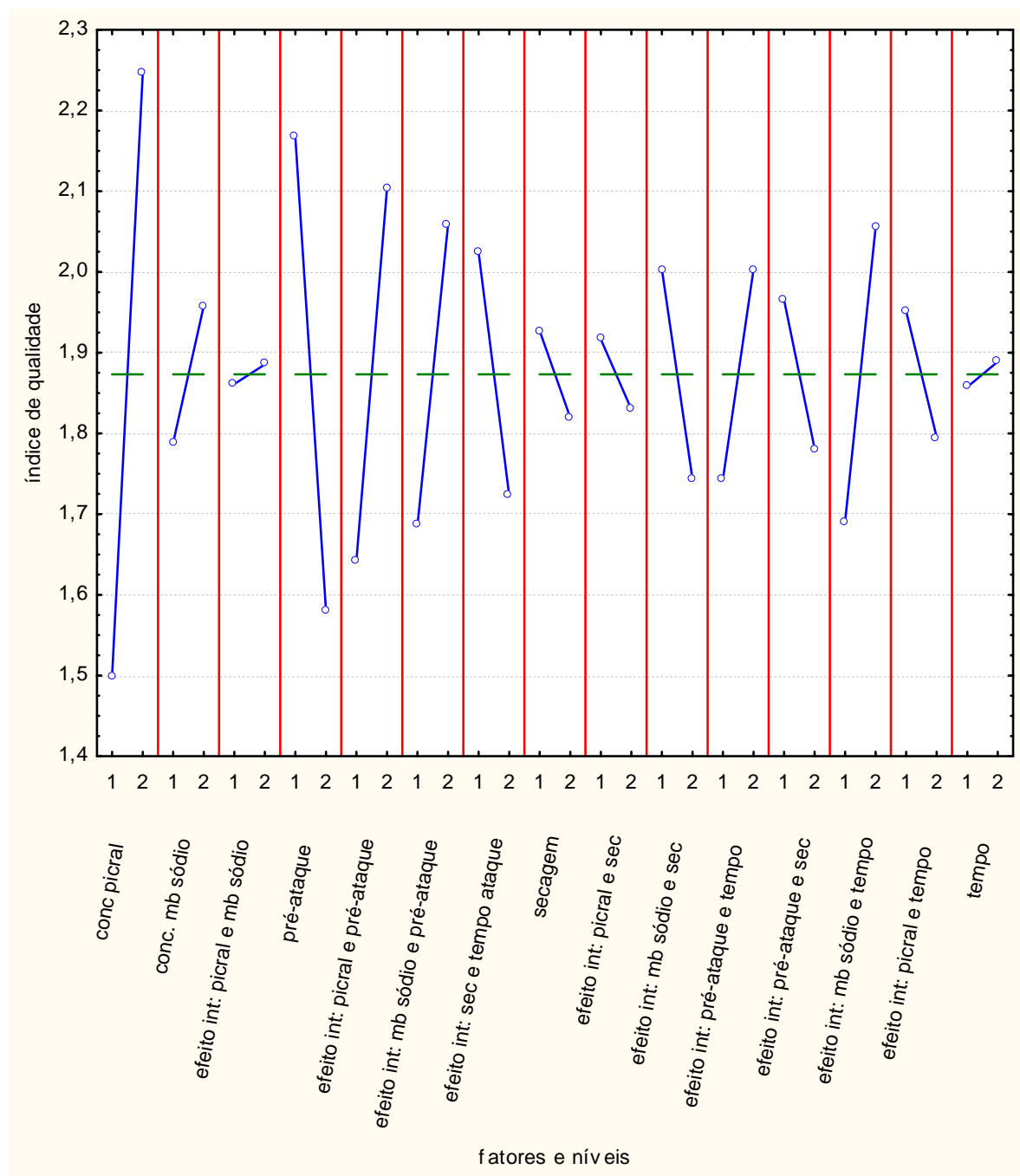
Os demais efeitos de interações de maneira isolada também não justificariam tal resultado. No entanto, ao se analisar os fatores separadamente, notou-se que o fator concentração da solução de metabissulfito, na média, elevou o índice de qualidade de 1,89 para 2,12 quando alterado de 1% para 0,5%, o mesmo ocorre quando o modo de secagem é alterado como foi descrito anteriormente. Presume-se que estes dois fatores e os efeitos das interações com os demais fatores tenham influenciado o resultado obtido.

### **4.3.3 Aço DP600**

Análise similar dos resultados envolvendo o aço TRIP800 e o reagente de LePera foi executada com as imagens obtidas nos experimentos com o aço bifásico. Foi realizada a classificação das fotomicrografias (análise qualitativa), Quadro 4.6, de acordo com o Índice de Qualidade abordado na seção 4.3.1, sendo que a análise quantitativa dos dados foi

realizada com o auxílio do software STATISTICA e o resultado (efeito médio dos fatores) é apresentado na Figura 4.61.

Figura 4.61 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

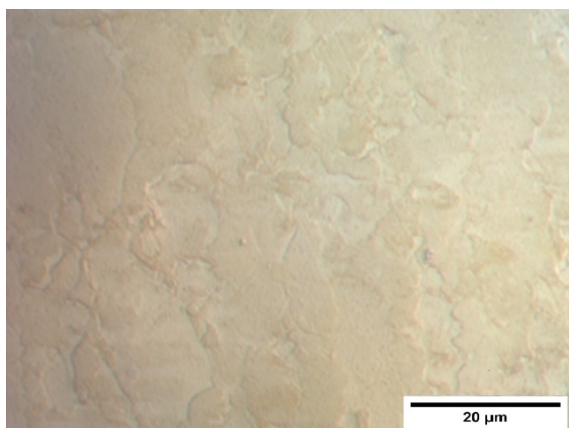
De acordo com a Figura 4.61, para se obter imagens com IQ médio elevado, o melhor ajuste de fatores, a ser utilizado no processo de ataque químico com o reagente LePera do aço DP600, seria:

- concentração da solução de picral: nível (2), ou seja, 4%
- concentração da solução de metabissulfito de sódio: nível (2), ou seja, 1%;
- pré-ataque: nível (1), ou seja, sem pré-ataque;
- modo de secagem: nível (1), ou seja, modo natural;
- tempo de ataque: modo (2), ou seja 20s.

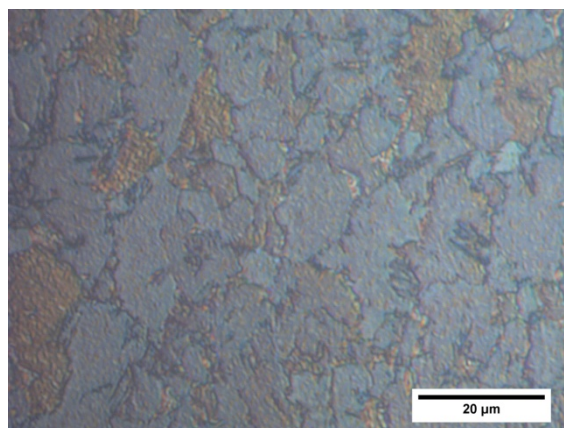
Ainda, de acordo com a Figura 4.61, ao serem considerados isoladamente, os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque são os fatores que possuem maior influência sobre a variável de resposta. Observa-se que a variável modo de secagem não ocasiona alteração tão acentuada quanto os fatores citados anteriormente, como ocorreu com os experimentos realizados com o aço TRIP e o mesmo reagente.

Ao se realizar um ataque com o reagente de LePera composto por uma solução de picral de 2%, o IQ médio obtido foi de 1,5, entretanto, quando a concentração desta solução foi 4%, o IQ médio foi de 2,25, Figura 4.62.

Figura 4.62 - Aço DP600: Condições de ataque: sem pré-ataque, secagem natural, temperatura: 15 ±25°C, umidade relativa: 30±55%.



a) IQ: 1  
LePera (picral 2% + mb sódio 0,5%)  
tempo: 10s



b) IQ: 3  
LePera (picral 4% + mb sódio 0,5%)  
tempo: 20s

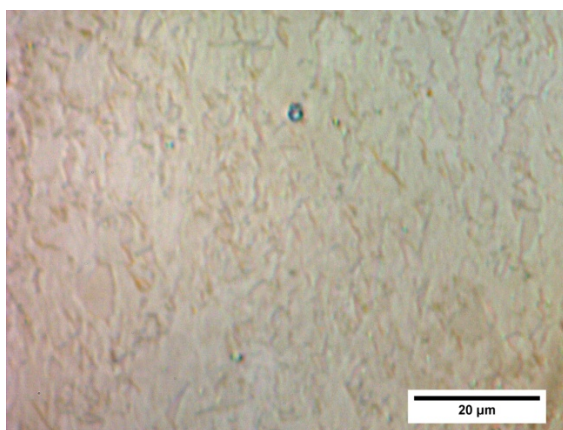
A Figura 4.62a não torna possível à identificação das fases presentes no material. Há corrosão seletiva de fases evidenciada pela diferença de coloração existente, ocasionado pela diferença de profundidade dos microconstituintes. Entretanto, não é possível distinguir deposição de reagente sobre a superfície da amostra.

Ao se observar a Figura 4.62b nota-se a delimitação de grãos, distinção de regiões com tonalidades marrom (bainita) e azul (ferrita), entretanto, o microconstituente martensita + austenita retida (tonalidade clara/bege) não pode ser identificado.

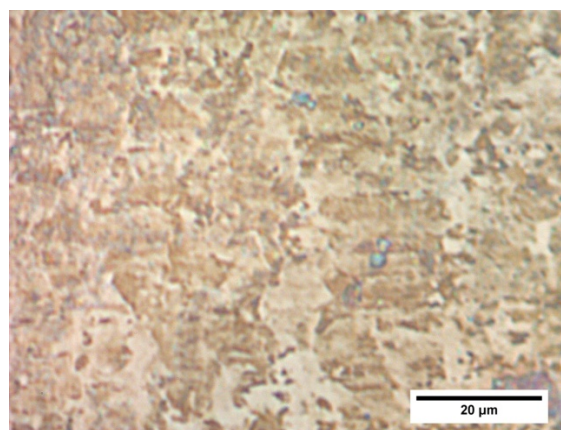
Os fatores que diferem os experimentos apresentados na Figura 4.62 são a concentração da solução de picral e o tempo de ataque. Como o fator tempo de ataque ocasionou uma alteração no IQ médio de 1,86 (tempo de ataque: 10s) para 1,89 (tempo de ataque: 20s) assume-se que o mesmo, de maneira isolada, não teve influência considerável sobre a variável de resposta, não sendo o fator responsável pela variação do IQ das imagens apresentadas na Figura 4.62.

Outro fator cujo efeito médio sobre a variável de resposta teve destaque, Figura 4.61, foi o fator pré-ataque. Quando realizado o pré-ataque, as imagens apresentaram IQ médio de 1,58, no entanto, a não realização deste parâmetro nos experimentos resultou em IQ médio de 2.17, Figura 4.63.

Figura 4.63 - Aço DP600: Condições de ataque: LePera (picral 2%, mb sódio 0,5%), secagem natural, temperatura: 25±40°C, umidade relativa: 55±90%



a) IQ: 1  
pré-ataque: nital 2%, tempo: 2s  
tempo de ataque: 20s



b) IQ: 2  
sem pré-ataque  
tempo de ataque: 10s

Como já discutido anteriormente, o fator tempo de ataque de maneira isolada não possui influência considerável sobre a variável de resposta. Desse modo, presume-se, em uma análise preliminar, que o fator determinante para a diferença entre os IQs médios das Figuras 4.63a e 4.63b é o fator pré-ataque.

Os fatores concentração da solução de metabissulfito de sódio, modo de secagem e tempo de ataque não ocasionaram alteração no IQ médio das imagens de maneira tão acentuada quanto os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque. A variação do IQ médio quando se alterou o fator metabissulfito de sódio foi de 1,79 (concentração de 0,5%) a 1,96 (concentração de 1,0%). A realização da secagem das amostras de modo natural resultou em IQ de 1,93, sendo que quando tal processo foi realizado com ar forçado o IQ médio das imagens foi de 1,82. O tempo de ataque foi o fator que resultou na menor variação da variável de resposta, IQ de 1,86 (quando utilizado este fator no nível baixo-10s) e 1,89 (quando utilizado o nível alto-20s).

A fim de se comprovar estatisticamente a significância ou não dos fatores, conforme discutido até o momento, e determinar se os efeitos das interações entre os mesmos são significantes para a variável de resposta, a análise da variância dos dados foi realizada, conforme pode ser visto na Tabela 4.23. Utilizou-se o nível de significância de 5%.

Tabela 4.23 - Aço DP600: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]
<b>Concentração da solução de picral</b>	<b>8,91686</b>	<b>1</b>	<b>8,916860</b>	<b>8,146332</b>	<b>0,006352</b>	<b>99,36</b>
Concentração da solução de mb de sódio	0,46316	1	0,463156	0,423133	0,518479	48,15
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	0,00945	1	0,009452	0,008635	0,926349	7,37
<b>Pré-ataque</b>	<b>5,50945</b>	<b>1</b>	<b>5,509452</b>	<b>5,033367</b>	<b>0,029514</b>	<b>97,05</b>
<b>Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque</b>	<b>3,41223</b>	<b>1</b>	<b>3,412230</b>	<b>3,117371</b>	<b>0,083822</b>	<b>91,62</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	2,20853	1	2,208526	2,017682	0,161940	83,81
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	1,46007	1	1,460069	1,333901	0,253830	74,62
Modo de secagem	0,18538	1	0,185378	0,169359	0,682514	31,75
Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem	0,12056	1	0,120563	0,110145	0,741424	25,86
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	1,08507	1	1,085069	0,991306	0,324416	67,56
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	1,08507	1	1,085069	0,991306	0,324416	67,56
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	0,54186	1	0,541860	0,495036	0,485088	51,49
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	2,12674	1	2,126736	1,942960	0,169767	83,02
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	0,39063	1	0,390625	0,356870	0,553057	44,69
Tempo de ataque	0,01563	1	0,015625	0,014275	0,905396	9,46
Erro	52,54012	48	1,094586			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Assim, a análise de variância para os IQs demonstra que os fatores que efetivamente influenciam o desempenho do processo são: a concentração da solução de picral e o pré-ataque, confirmando a avaliação realizada anteriormente.

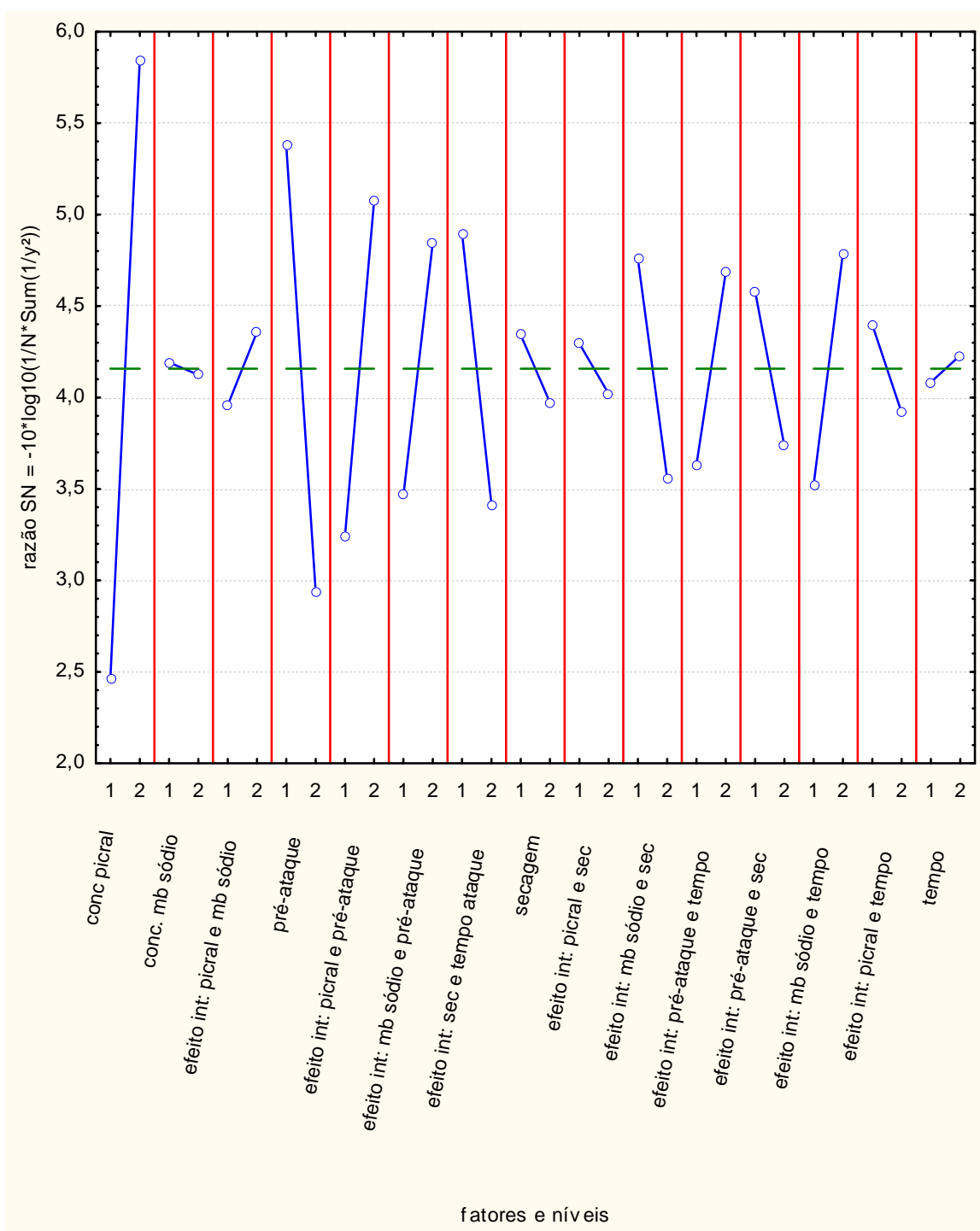
A análise da razão SN também foi realizada e o resultado é mostrado na Tabela 4.24 e na Figura 4.64. A razão sinal-ruído utilizada foi a maior é melhor.

Tabela 4.24 - Aço DP600: ANOVA (em relação à razão sinal-ruído) dos fatores controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]
Concentração da solução de picral	182,8929	1	182,8929	10,47622	0,002194	99,78
Concentração da solução de mb de sódio	0,0731	1	0,0731	0,00419	0,948678	5,13
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	2,5559	1	2,5559	0,14640	0,703687	29,63
Pré-ataque	95,1352	1	95,1352	5,44940	0,023807	97,62
Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque	53,7864	1	53,7864	3,08092	0,085596	91,44
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	30,3254	1	30,3254	1,73706	0,193768	80,62
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	35,2058	1	35,2058	2,01661	0,162049	83,80
Modo de secagem	2,2036	1	2,2036	0,12622	0,723937	27,61
Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem	1,2084	1	1,2084	0,06922	0,793608	20,64
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	23,0131	1	23,0131	1,31821	0,256604	74,34
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	17,6963	1	17,6963	1,01366	0,319077	68,09
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	11,4442	1	11,4442	0,65553	0,422138	57,79
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	25,6529	1	25,6529	1,46941	0,231371	76,86
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	3,6917	1	3,6917	0,21146	0,647698	35,23
Tempo de ataque	0,3446	1	0,3446	0,01974	0,888849	11,12
Erro	837,9797	48	17,4579			

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.64 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores sobre a razão SN – Arranjo Interno

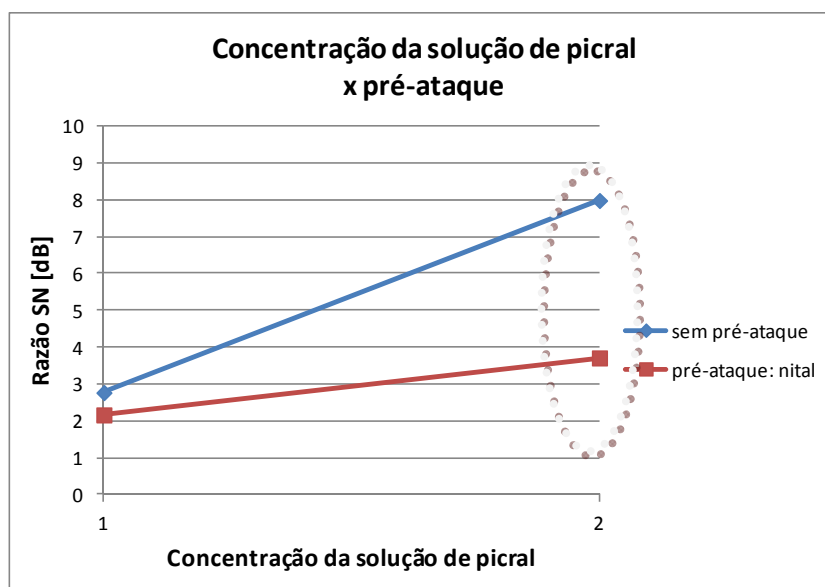


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Como pode ser observado, tanto na análise da variância em relação à média quanto em relação à razão SN, o efeito da interação entre os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque apresentou probabilidade de cerca de 91% de também possuir efeito significativo para a variável de resposta. Assim, a fim de investigar o papel do efeito da interação entre os

fatores concentração da solução de picral e pré-ataque, o gráfico apresentado na Figura 4.65 foi plotado.

Figura 4.65 - Aço DP600: Concentração da solução de picral x pré-ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Comprova-se que há interação entre os fatores analisados apresentados na Figura 4.65. O efeito da combinação dos fatores concentração da solução de picral e pré-ataque não é meramente aditivo, ou seja, a escolha do nível de um dos fatores reflete no efeito que o outro possui na variável de resposta.

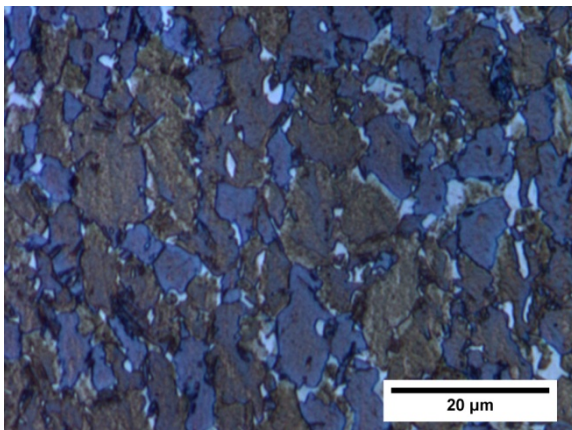
Desse modo, mediante a Figura 4.65, nota-se que ao se realizar ataques químicos com o reagente de LePera do aço DP600, a concentração de picral no nível 2 (4%) concomitante com o não emprego de pré-ataque produzem melhores resultados, ou seja, o IQ médio do processo aumenta, pois a variabilidade em torno da variável de resposta será menor.

As imagens apresentadas na Figura 4.66 são resultados dos experimentos 9 (Figura 4.66a) e 11 (Figura 4.66b) e representam os casos destacados pelo círculo pontilhado na Figura 4.65, nos quais a concentração da solução de picral encontra-se no nível alto (2) e há variação do fator pré-ataque.

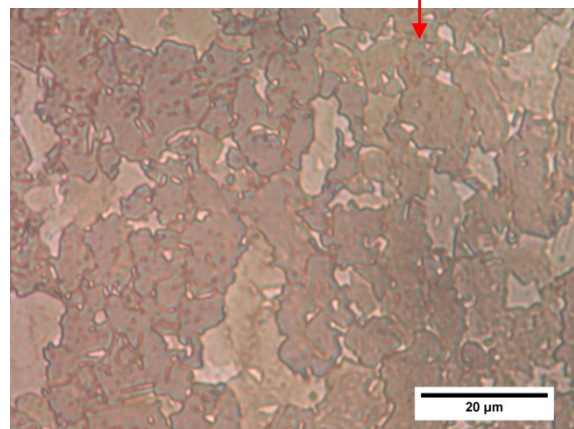
Pela observação das imagens da Figura 4.66 é evidente a obtenção de IQ médio maior em experimentos cuja concentração da solução de picral foi utilizado no nível 2, sem o uso do pré-ataque, quando comparado a ensaios nos quais se manteve a concentração da solução de picral, mas cujas amostras foram submetidas a pré-ataque.

Figura 4.66 - Aço DP600: Relação dos experimentos realizados e seus respectivos resultados.

						Temperatura	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
						Umidade relativa	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90
	picral	metab sódio	pré ataque	modo de sec	tempo	Variável Resposta (índice de qualidade)				
1	2%	0,50%	não	natural	10	1	2	1	2	
2	2%	0,50%	não	ar forçado	20	1	2	1	1	
3	2%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	20	1	3	1	1	
4	2%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	10	1	2	1	1	
5	2%	1%	não	natural	20	4	1	1	1	
6	2%	1%	não	ar forçado	10	4	1	1	1	
7	2%	1%	nital2%/t=2s	natural	10	1	4	1	1	
8	2%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	20	1	1	2	1	
9	4%	0,50%	não	natural	20	3	3	2	4	
10	4%	0,50%	não	ar forçado	10	1	2	1	2	
11	4%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	10	2	2	1	2	
12	4%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	20	2	3	1	2	
13	4%	1%	não	natural	10	2	4	5	2	
14	4%	1%	não	ar forçado	20	2	4	5	2	
15	4%	1%	nital2%/t=2s	natural	20	1	1	1	1	
16	4%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	10	1	4	1	1	



a) IQ: 4



b) IQ: 2

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A Figura 4.66a permite distinguir alguns contornos de grãos das fases presentes no material, no entanto, há problemas em delimitar tonalidades em diferentes regiões. Não se pode afirmar que todas as regiões que apresentam tonalidades clara/bege podem ser

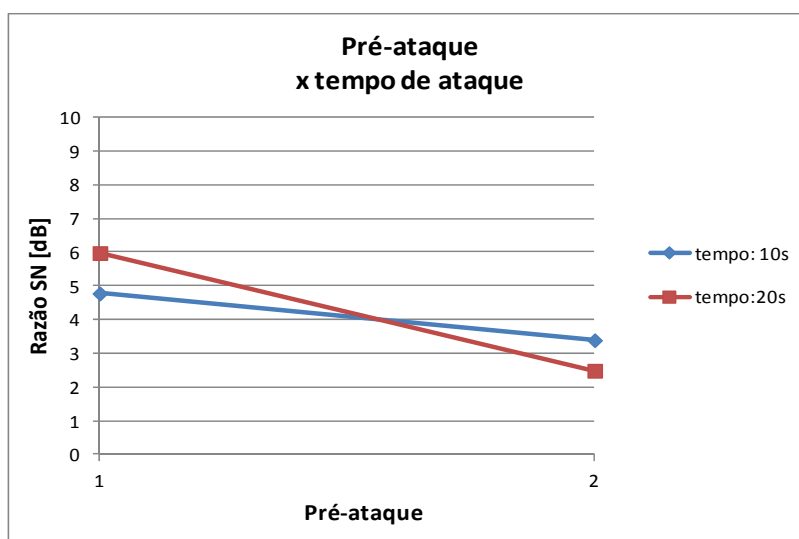
classificadas como áreas de martensita+austenita retida, pois as tonalidades apresentadas se confundem com áreas de tonalidade marrom clara. Áreas que aparentam ter coloração azul escura se confundem com regiões de tons marrom.

Por outro lado, a Figura 4.66b retrata uma amostra que sofreu ataque por corrosão seletiva de fases em grau insuficiente para delinear claramente todos os grãos das fases presentes, além de apresentar pontos que, possivelmente, são provenientes de secagem e/ou oxidação da superfície da amostra.

É notável que os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque, de forma isolada, têm papel importante na variável de resposta conforme discutido e mostrado na Figura 4.61, mas a partir das Figuras 4.65 e 4.66 observa-se que a combinação entre esses dois fatores também pode alterar o IQ médio atribuído aos experimentos.

Ao se analisar a Figura 4.66, observa-se que além dos fatores concentração da solução de picral e pré-ataque, o fator tempo de ataque também se diferencia entre os experimentos analisados. Este fator de maneira isolada não deve influir para a alteração do IQ médio de 2 a 4. Mas a combinação entre o pré-ataque e o tempo de ataque podem ter algum efeito sobre a variável de resposta. Dessa forma, foi plotada a curva da Figura 4.67 a fim de averiguar o nível desse efeito.

Figura 4.67 - Aço DP600: Pré-ataque x tempo de secagem



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Nota-se que apesar da interação entre os fatores pré-ataque e tempo de ataque existir, Figura 4.67, a influência sobre a razão SN não é significativa quando comparado à apresentada na Figura 4.65. Mas compreende-se que esta interação influencia nos resultados obtidos e

mostrados na Figura 4.66. Quando é realizado o pré-ataque obtém-se melhores resultados com o tempo no nível 1 (10s), entretanto, quando o pré-ataque não é realizado, maior razão SN é obtida quando o tempo associado encontra-se no nível 2 (20s).

De maneira similar, as Tabelas 4.23 e 4.24 mostram que os fatores concentração da solução de metabissulfito de sódio e tempo de ataque, apesar de não terem elevada probabilidade de possuírem relevância considerável para o processo, quando associados entre si ou quando o parâmetro concentração da solução de metabissulfito de sódio é combinado com o fator pré-ataque, a probabilidade de impactarem o processo aumenta.

Com base nas discussões a porcentagem de contribuição dos fatores e suas combinações foi calculada e pode ser vista na Tabela 4.25.

Tabela 4.25 - Aço DP600: Porcentagem de contribuição

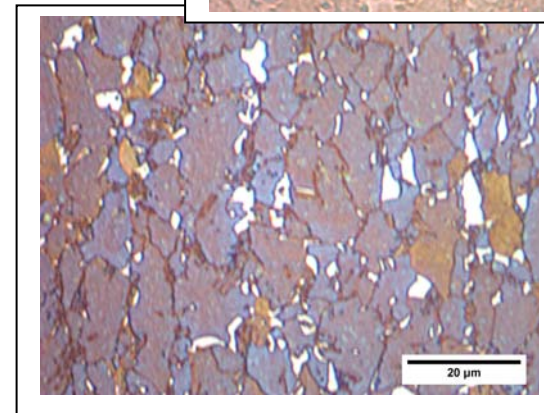
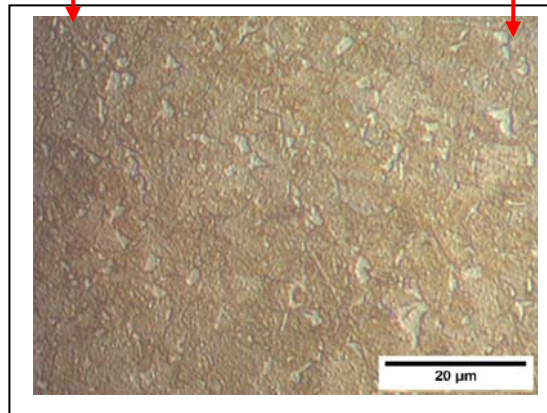
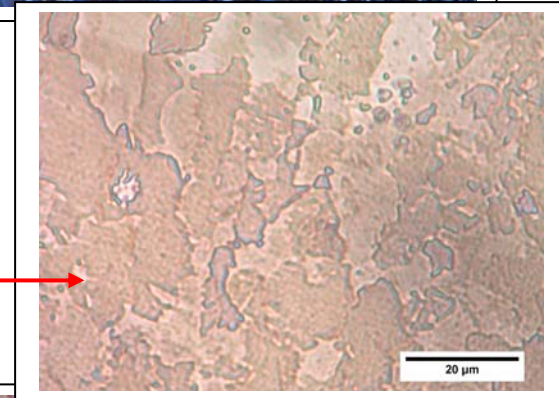
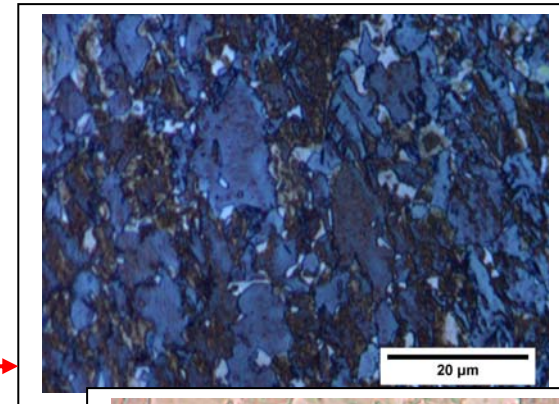
Fatores	Porcentagem de contribuição [%]
<b>Concentração da solução de picral</b>	<b>31,15</b>
Concentração da solução de mb de sódio	1,62
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	0,03
<b>Pré-ataque</b>	<b>19,25</b>
<b>Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque</b>	<b>11,92</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	7,72
Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque	5,10
Modo de secagem	0,65
Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem	0,42
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	3,79
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	3,79
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	1,89
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	7,43
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	1,36
Tempo de ataque	0,05
Erro	3,82

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A contribuição dos fatores analisados (concentração da solução de picral, pré-ataque e interação entre esses dois fatores), conforme esperado, se destaca em relação aos outros. Demais fatores, apesar da baixa porcentagem de contribuição, quando associados podem influenciar a variável de resposta, ou seja, alterar o IQ da imagem obtida nos experimentos, pois ataques químicos por deposição química são sensíveis até a pequenas alterações no processo. Até mesmo efeitos de interações que apresentam menor porcentagem de contribuição possui influência na variável de resposta, como pode ser observado no caso exposto na Figura 4.68.

Figura 4.68 - Aço DP600: Imagens dos experimentos 13 e 14

						Temperatura	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
						Umidade relativa	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90
	picral	metab sódio	pré ataque	modo de sec	tempo	Variável Resposta (índice de qualidade)				
1	2%	0,50%	não	natural	10	1	2	1	2	
2	2%	0,50%	não	ar forçado	20	1	2	1	1	
3	2%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	20	1	3	1	1	
4	2%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	10	1	2	1	1	
5	2%	1%	não	natural	20	4	1	1	1	
6	2%	1%	não	ar forçado	10	4	1	1	1	
7	2%	1%	nital2%/t=2s	natural	10	1	4	1	1	
8	2%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	20	1	1	2	1	
9	4%	0,50%	não	natural	20	3	3	2	4	
10	4%	0,50%	não	ar forçado	10	1	2	1	2	
11	4%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	10	2	2	1	2	
12	4%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	20	2	3	1	2	
13	4%	1%	não	natural	10	2	4	5	2	
14	4%	1%	não	ar forçado	20	2	4	5	2	
15	4%	1%	nital2%/t=2s	natural	20	1	1	1	1	
16	4%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	10	1	4	1	1	



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

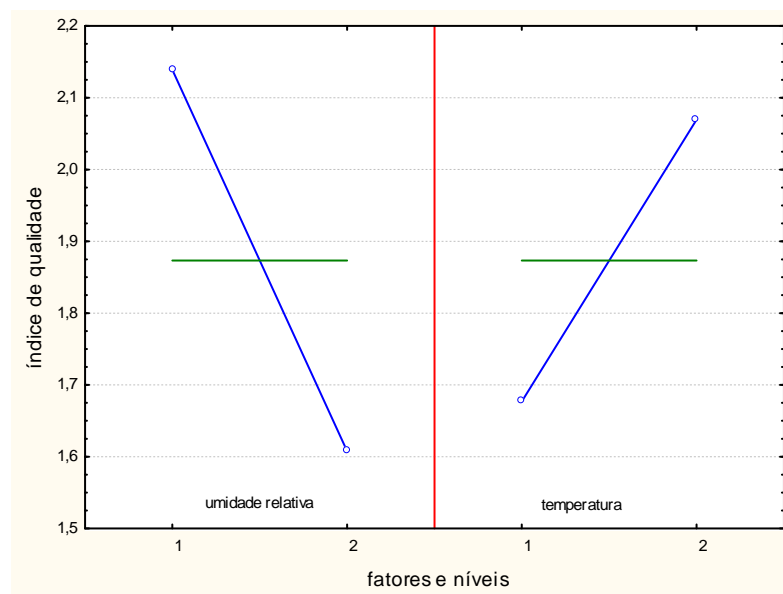
O experimento considerado ideal ( $1_2 2_2 4_1 8_1 15_2$ ), ou seja, o que deve apresentar valor de IQ médio elevado de acordo com a Figura 4.61, não consta no arranjo ortogonal adotado para a realização dos experimentos, Quadro 4.6, pois a matriz utilizada é fracionada. Nota-se, entretanto, que os experimentos 13 contemplam parcialmente a combinação de fatores e níveis mencionada, excetuando o fator 15 (tempo de ataque), Figura 4.68.

Como discutido anteriormente, o fator tempo de ataque ocasionou uma alteração do IQ médio de 1,86 (nível 1) para 1,89 (nível 2), aumento de apenas 1,61% e possui porcentagem de contribuição de 0,05%, portanto, supôs-se que ao se considerar apenas fatores principais, o experimento 13 possa representar a condição considerada "ideal". De fato, ao se analisar a Figura 4.66 pode-se notar que o IQ médio atribuído aos experimentos 13 variam de 2 a 5, o que confirma que a condição "ideal" foi obtida por meio de combinação de parâmetros adotada para a realização de um dos experimentos 13.

Ademais, ao se observar os IQs médios obtidos nos experimentos realizados, Figura 4.68, constatou-se que os resultados dos experimentos 14 são similares aos obtidos nos experimentos 13, apesar desses ensaios diferirem quanto aos níveis dos fatores modo de secagem e tempo de ataque empregados. Em vista desta constatação, é coerente supor que esses fatores apesar de terem porcentagem de contribuição baixa (0,65% e 0,05%, respectivamente), quando combinados entre si e/ou com os demais fatores, resultam em alteração do IQ. No caso citado, o resultado é a obtenção de índices de qualidade das imagens semelhantes, mesmo tendo sido empregados níveis de fatores distintos.

Além dos fatores controláveis, nota-se que os fatores denominados de ruídos ou não controláveis (temperatura e umidade relativa) também interferem no processo, como observado na Figura 4.68. Ao se manter todas as variáveis ditas controláveis em um mesmo nível e se alterar apenas os ruídos, nota-se que os IQs dos experimentos variam. Não se pode afirmar que apenas a umidade relativa influencia no resultado, pois ao se manter este fator no nível 2, por exemplo, os resultados variam. O mesmo ocorre com o fator temperatura. Visando compreender como estes fatores afetam a variável de resposta, o estudo estatístico dos mesmos foi realizado e o resultado é apresentado na Figura 4.69 e Tabela 4.26.

Figura 4.69 - Aço DP600: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com a Figura 4.69, os IQ tendem a ser maiores quando a umidade relativa encontra-se no nível 1 (umidade relativa: 30–55%) e a temperatura, no nível 2 (25–40°C).

Ao se estimar a porcentagem de contribuição dessas duas variáveis, o fator temperatura não se mostrou tão relevante quanto a umidade, Tabela 4.26.

Tabela 4.26 - Aço DP600: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]	Porcentagem de contribuição
Umidade relativa	4,51563	1	4,515625	3,768580	0,056847	94,32	55,22%
Temperatura	2,46316	1	2,463156	2,055662	0,156748	84,33	30,12%
Erro	73,09201	61	1,198230				14,65%

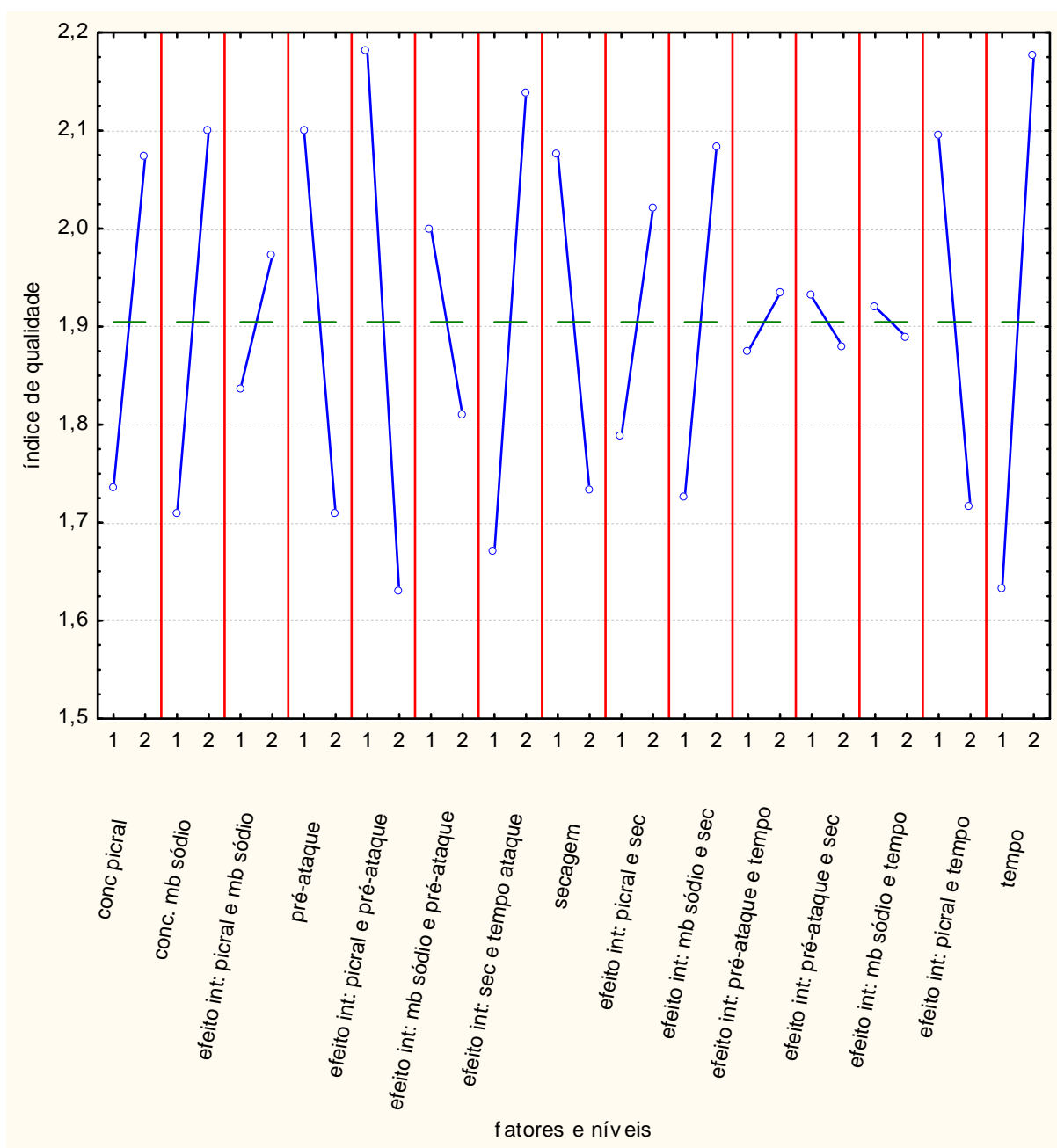
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Ao se observar as Figuras 4.68 e 4.69 e analisar a Tabela 4.26 constata-se que os maiores IQs médios obtidos (5) foram quando o fator temperatura encontra-se no nível baixo (1) e a umidade relativa no nível alto (2), resultado que sugere que, para o aço DP600, os fatores não controláveis não possuem elevada influência quando considerados de maneira isolada. A influência desses fatores deve ser maior quando considerados de maneira combinada entre si, ou provavelmente, quando associados a fatores controláveis.

#### 4.3.4 Aço CP800

O resultado da análise qualitativa obtido para o aço CP800, Quadro 4.7, foi utilizado para se realizar a análise quantitativa do material. O software Statistica foi empregado com o intuito de calcular o efeito médio dos fatores em relação à média dos índices de qualidade (IQ), conforme consta na Figura 4.70.

Figura 4.70 - Aço CP800: Gráfico dos efeitos e interações dos fatores controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Interno



De acordo com a análise realizada, se fosse considerado apenas os fatores principais de entrada, o melhor ajuste para o processo de ataque químico do aço CP800 utilizando o reagente LePera seria:

- concentração da solução de picral: nível (2), ou seja, 4%
- concentração da solução de metabissulfito de sódio: nível (2), ou seja, 1%;
- pré-ataque: nível (1), ou seja, sem pré-ataque;
- modo de secagem: nível (1), ou seja, modo natural;
- tempo de ataque: modo (2), ou seja 25s.

Sendo os efeitos médios dos fatores listados na Tabela 4.27.

Tabela 4.27 - Aço CP800: Efeito médio dos fatores. Experimento B.

Material	Concentração da solução de picral		Concentração da solução de mb sódio		Pré-ataque		Modo de secagem		Tempo de ataque	
	2%	4%	0,5%	1%	não	sim	natural	ar forçado	15s	25s
CP	1,74	2,07	1,71	2,10	2,10	1,71	2,08	1,73	1,63	2,18

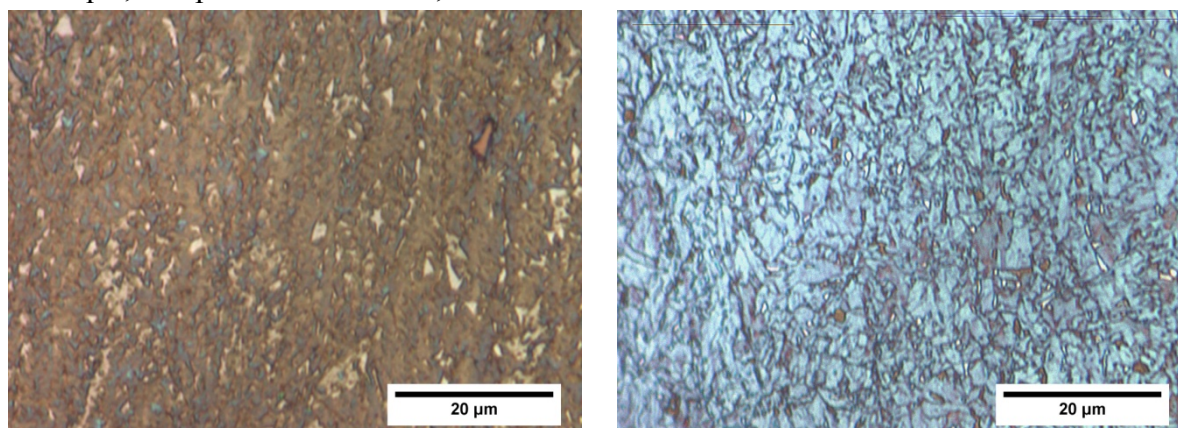
Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Como observado na Figura 4.70 e Tabela 4.27, a variável tempo de ataque se destaca entre os demais fatores de entrada. De maneira distinta ao ocorrido nos resultados dos aços TRIP800 e DP600, as combinações entre os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque e, entre o modo de secagem e tempo de ataque se destacam ante as demais variáveis principais. Devido a este fato, a análise isolada de um único fator se torna mais difícil, como poderá ser observado na análise realizada.

A primeira variável a ser estudada com o auxílio das imagens contidas na Figura 4.71 foi o tempo de ataque.

À Figura 4.71a, que representa o experimento 10, foi atribuído um IQ igual a 2, pois na imagem é possível verificar a ocorrência de ataque químico corrosivo e mesmo a existência de pontos com tonalidade azul (possivelmente devido a deposição de filme de reagente). O experimento 9 está representado na Figura 4.71b, na qual é possível distinguir os contornos de grãos do material e deposição de filme de reagente de tonalidade azul, evidenciando a matriz ferrítica do material, áreas claras/brancas que indicam a fase martensita+austenita retida se confundem com regiões nas quais os tons de azul são mais claros, da mesma forma que os tons de marrom se confundem com os tons de azul mais escuros.

Figura 4.71 - Aço CP800: Condições de ataque: LePera (picral 4%; mb sódio 0,50%), sem pré-ataque, temperatura: 25 ± 40°C, umidade relativa: 55 ± 90%.



a) IQ: 2  
secagem: ar forçado  
tempo: 15s

b) IQ: 4  
secagem: natural  
tempo: 25s

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

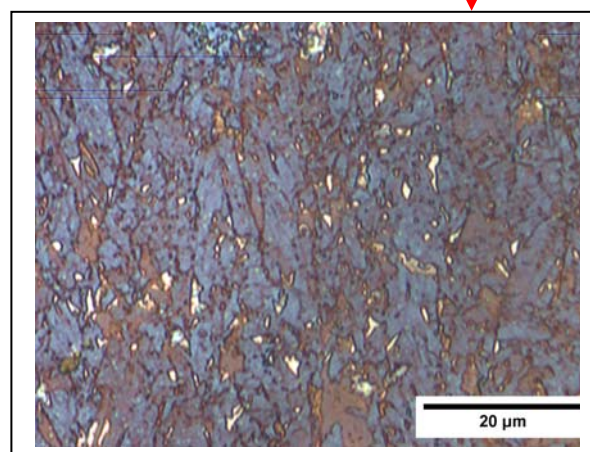
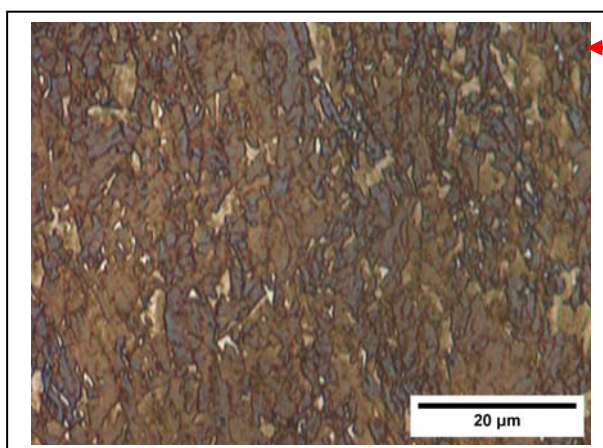
A Figura 4.71b apresenta IQ médio maior quando comparado à Figura 4.71a, conforme esperado, visto que o tempo de ataque no nível 2 (25s) resulta em IQ mais elevado de acordo com a análise mostrada na Figura 4.70. Ainda de acordo com a Figura 4.70, o fator modo de secagem altera o IQ médio de 2,08 (nível 1 - secagem natural) a 1,73 (nível 2 - secagem com ar forçado), além da combinação entre esses fatores (tempo de ataque e modo de secagem) também ter se destacado. Dessa forma, não se pode afirmar que a diferença entre a qualidade das imagens analisadas é proveniente do fator tempo de ataque, tampouco que este fator possui a maior porcentagem de contribuição para o resultado apresentado.

Os fatores pré-ataque e metabissulfito de sódio possuem curvas similares, Figura 4.70. A fim de avaliar a influência da concentração da solução de metabissulfito de sódio, os experimentos 12 e 15 foram analisados, Figura 4.72.

Os experimentos 12 e 15 foram realizados com concentração da solução de metabissulfito de sódio de 0,5% e 1,0%, respectivamente. Sendo que os IQs médios obtidos nos experimentos 15 foram, em geral, maiores que os dos experimentos 12, o que ilustra a informação fornecida pela Figura 4.70. Além desse fator, os experimentos diferem entre si pela variação do fator modo de secagem. De acordo com a análise dos efeitos médios dos fatores, o modo de secagem natural (nível 1) resulta em IQs maiores. O efeito da combinação dos dois fatores (concentração da solução de metabissulfito de sódio e modo de secagem) apresenta uma alteração no IQ médio da variável de resposta similar ao do fator modo de secagem.

Figura 4.72 - Aço CP800: Imagens dos experimentos 12 e 15

						Temperatura	15I---25	25I---40	15I---25	25I---40
						Umidade relativa	30I---55	30I---55	55I---90	55I---90
	picral	metab sódio	pré ataque	modo de sec	tempo	Variável Resposta (índice de qualidade)				
1	2%	0,50%	não	natural	15	2	1	1	2	
2	2%	0,50%	não	ar forçado	25	5	1	1	1	
3	2%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	25	1	1	1	1	
4	2%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	15	1	2	1	1	
5	2%	1%	não	natural	25	4	1	2	5	
6	2%	1%	não	ar forçado	15	4	1	1	3	
7	2%	1%	nital2%/t=2s	natural	15	1	3	1	1	
8	2%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	25	1	1	2	1	
9	4%	0,50%	não	natural	25	1	3	2	4	
10	4%	0,50%	não	ar forçado	15	1	2	1	2	
11	4%	0,50%	nital2%/t=2s	natural	15	1	1	1	2	
12	4%	0,50%	nital2%/t=2s	ar forçado	25	2	2	1	3	
13	4%	1%	não	natural	15	1	2	3	2	
14	4%	1%	não	ar forçado	25	1	2	1	3	
15	4%	1%	nital2%/t=2s	natural	25	1	4	4	5	
16	4%	1%	nital2%/t=2s	ar forçado	15	1	1	2	2	



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Então, com o intuito de ampliar a discussão, a análise da variância em relação à média dos IQs, Tabela 4.28, e a porcentagem de contribuição de cada fator e suas combinações, Tabela 4.29, foi estimada.

Tabela 4.28 - Aço CP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]
Concentração da solução de picral	1,81501	1	1,815008	1,649641	0,205172	79,48
Concentração da solução de mb de sódio	2,46316	1	2,463156	2,238735	0,141138	85,89
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	0,29340	1	0,293403	0,266671	0,607945	39,21
Pré-ataque	2,46316	1	2,463156	2,238735	0,141138	85,89
<b>Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque</b>	<b>4,87674</b>	<b>1</b>	<b>4,876736</b>	<b>4,432412</b>	<b>0,040521</b>	<b>95,95</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	0,58353	1	0,583526	0,530361	0,469993	53,00
<b>Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque</b>	<b>3,51563</b>	<b>1</b>	<b>3,515625</b>	<b>3,195313</b>	<b>0,080164</b>	<b>91,98</b>
Modo de secagem	1,89063	1	1,890625	1,718368	0,196140	80,39
Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem	0,86593	1	0,865934	0,787038	0,379421	62,06
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	2,04649	1	2,046489	1,860032	0,178983	82,10
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	0,05575	1	0,055748	0,050669	0,822859	17,71
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	0,04340	1	0,043403	0,039448	0,843402	15,66
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	0,01563	1	0,015625	0,014201	0,905638	9,44
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	2,29186	1	2,291860	2,083046	0,155438	84,46
<b>Tempo de ataque</b>	<b>4,75482</b>	<b>1</b>	<b>4,754823</b>	<b>4,321606</b>	<b>0,042999</b>	<b>95,70</b>
Erro	52,81173	48	1,100244			79,48

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

De acordo com os resultados da análise da variância (ANOVA), há probabilidade superior a 95% que o fator tempo de ataque tenha significância para a variável de resposta. A combinação entre a concentração da solução de picral e pré-ataque também pode ser considerada relevante para o processo. Ademais, a combinação entre o modo de secagem e o tempo de ataque possui possibilidade superior a 91% e ter impacto sob o resultado.

Com base nessa análise, avalia-se que a alteração do IQ apresentado na Figura 4.71 não se deve unicamente a um único fator, mas, principalmente, à alteração do nível do tempo de ataque (porcentagem de contribuição de cerca de 16%), aos efeitos das interações, sobretudo, entre a concentração de picral e pré-ataque, além, da combinação do modo de secagem e tempo de ataque, entre outras porcentagens de contribuições menores, conforme mostra a Tabela 4.29.

Tabela 4.29 - Aço CP800: Porcentagem de contribuição

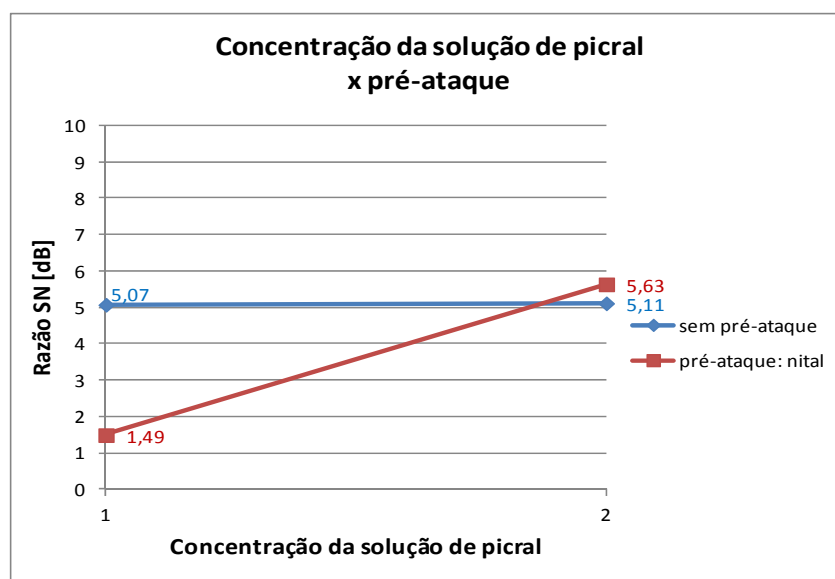
Fatores	Porcentagem de contribuição [%]
Concentração da solução de picral	6,24
Concentração da solução de mb de sódio	8,47
Efeito da interação: conc. picral e conc. mb sódio	1,01
Pré-ataque	8,47
<b>Efeito da interação: conc. picral e pré-ataque</b>	<b>16,77</b>
Efeito da interação: conc. mb sódio e pré-ataque	2,01
<b>Efeito da interação: modo de sec. e tempo de ataque</b>	<b>12,09</b>
Modo de secagem	6,50
Efeito da interação: conc. picral e modo de secagem	2,98
Efeito da interação: conc. mb sódio e modo de secagem	7,04
Efeito da interação: pré-ataque e tempo de ataque	0,19
Efeito da interação: pré-ataque e modo de secagem	0,15
Efeito da interação: conc. mb sódio e tempo de ataque	0,05
Efeito da interação: conc. picral e tempo de ataque	7,88
<b>Tempo de ataque</b>	<b>16,35</b>
Erro	3,78

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A fim de compreender e verificar se há ou não interação entre os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque e, entre o modo de secagem e tempo de ataque, os gráficos das Figuras 4.73 e 4.74 foram plotados.

De acordo com os gráficos das Figuras 4.72 e 4.73 há interação entre os fatores contidos nas curvas analisadas.

Figura 4.73 – Aço CP800: Concentração da solução de picral x pré-ataque

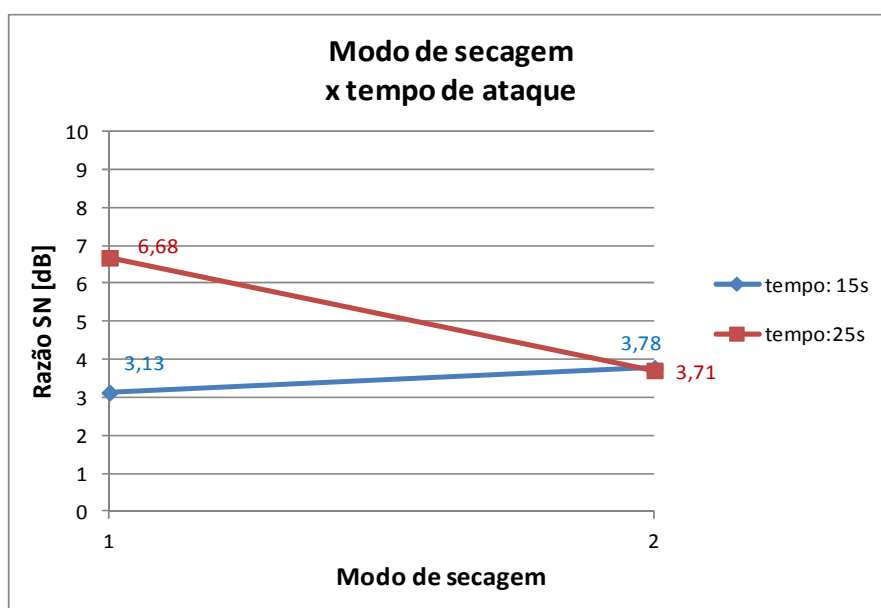


Fonte: Produção do próprio autor (2016)

A fim de se obter a menor variabilidade no processo estudado, pela interpretação da Figura 4.73, o melhor ajuste entre os fatores concentração da solução de picral e pré-ataque seria utilizar a solução de picral 4% e realizar o pré-ataque no material. Entretanto, como se observa no gráfico, o melhor resultado é obtido quando a concentração da solução de picral encontra-se no nível 2 (4%), nesse caso, a diferença entre a razão SN quando se realiza ou não o pré-ataque é baixa. E ao se observar o gráfico, nota-se que ao se optar pela não realização do pré-ataque, a razão SN pouco se altera. Dessa forma, a influência de outros fatores poderá se sobrepor a essa interação, ou seja, pode-se obter imagens com IQ médio elevado ao se manter a concentração da solução de picral no nível 2 independentemente da realização ou não do pré-ataque ou não realizar o pré-ataque e optar por qualquer uma das concentrações da solução de picral (2% ou 4%).

Análise similar foi realizada para melhor compreender a combinação entre os fatores modo de secagem e tempo de ataque. Com base na Figura 4.74, verifica-se que a fim de diminuir a variabilidade do processo, deve-se atacar a amostra por 25s (fator tempo de ataque no nível 2) e secar a amostra de maneira natural (após o ataque químico e interrupção do mesmo, manter a amostra secar naturalmente, sem ar forçado). Nota-se que ao realizar a secagem com ar forçado, o tempo de ataque a qual a amostra foi submetida não altera de modo considerável a razão SN.

Figura 4.74 – Aço CP800: Modo de secagem x tempo de ataque



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

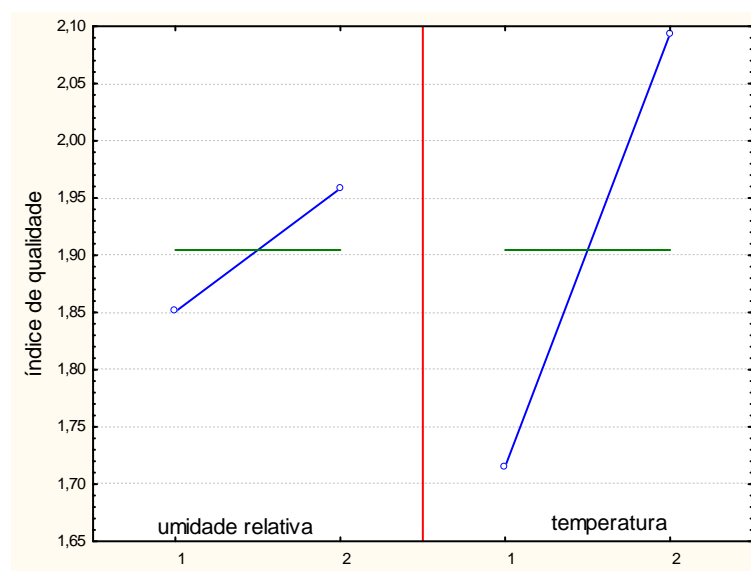
Além dos fatores controláveis, observa-se que os ruídos (temperatura e umidade relativa) também podem influenciar a variável de resposta. Comprova-se esse quesito, ao se observar, por exemplo, os experimentos 15. Os IQs médios desses experimentos variam entre 1, 4 e 5, sendo que os ruídos são os únicos fatores que diferem nos mencionados. Fato que justifica a escolha dos mesmos como fatores não controláveis a serem analisados. Desse modo, o estudo estatístico dos parâmetros citados foi realizado e o resultado é exibido na Tabela 4.30 e Figura 4.75.

Tabela 4.30 – Aço CP800: ANOVA (em relação à média dos IQs) dos fatores não controláveis

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p	[%]	Porcentagem de contribuição
Umidade relativa	0,18538	1	0,185378	0,144402	0,705263	29,47	4,93%
Temperatura	2,29186	1	2,291860	1,785265	0,186467	81,35	60,94%
Erro	78,30961	61	1,283764				34,13%

Fonte: Produção do próprio autor (2016)

Figura 4.75 - Aço CP800: Gráfico dos efeitos dos fatores não controláveis sobre a média do índice de qualidade (IQ) – Arranjo Externo



Fonte: Produção do próprio autor (2016)

## 6 CONCLUSÕES

Considera-se que o método adotado neste trabalho para determinar o número de imagens necessárias a serem obtidas em cada experimento para posterior realização da análise de dados foi satisfatória, visto que, análises prévias demonstraram que a partir de 20 campos distintos há baixa variação da fração volumétrica da fase analisada, independentemente do número de campos utilizados para se realizar a estimativa.

O processo de ataque químico corrosivo utilizando o reagente nital foi analisado visando comprovar estatisticamente resultados que são amplamente conhecidos, ou seja, quais são os fatores e possíveis interações entre os mesmos que maximizam o grau de ataque dos materiais em estudo, a fim de melhor administrá-los durante o processo. Para tanto, a variável de resposta escolhida foi a fração volumétrica da fase escura (martensita+bainita) presente no material após realização do ataque químico. Desse modo, concluiu-se que:

a) Os fatores que têm significância no processo (probabilidade igual ou superior a 95% de impactar a variável de resposta) de ataque dos aços estudados, quando é considerada a maximização do grau de ataque são:

a<sub>1</sub>) Aço TRIP800: concentração da solução de nital (2% e 3%), modo de ataque (imersão e esfregamento), tempo de ataque e interação entre a concentração da solução de nital e modo de ataque.

a<sub>2</sub>) Aço DP600: concentração da solução de nital, modo de ataque, tempo de ataque, modo de limpeza (água ou lução de água com bicarbonato de sódio) e interação entre modo e tempo de ataque.

a<sub>3</sub>) Aço CP800: concentração da solução de nital, modo de ataque e modo de limpeza.

b) O fator modo de limpeza quando ajustado no nível 2 (solução de água com bicarbonato de sódio), diferente do esperado, se mostrou relevante principalmente para os experimentos com os aços DP600 e CP800.

c) Além de possibilitar identificar os fatores e respectivos níveis que mais possuem influência sobre a variável de resposta, os resultados obtidos permitem o ajuste dos níveis dos fatores de forma a se obter o resultado esperado, como por exemplo: imagens que caracterizem o material analisado.

Em relação aos experimentos envolvendo o reagente LePera, o objetivo foi "mensurar" o impacto das variáveis na variável de resposta, visto que ao ter se considerado 5 fatores e as

combinações possíveis entre as mesmas há um número elevado de variáveis. Entretanto, não se buscou explicar o porquê de cada fator influir de uma determinada maneira, ou mesmo, justificar o porquê determinadas interações entre variáveis possuem impacto no processo, devido à extensão que tal estudo teria, sendo, portanto, uma sugestão para realização de trabalhos futuros. Assim, após análise concluiu-se que:

a) A utilização do Índice de Qualidade (IQ) para análise qualitativa dos dados se mostrou eficiente e eficaz para a finalidade para a qual foi proposta.

b) Dentre as variáveis analisadas, as que possuem probabilidade superior a 95% de influenciar o desempenho do processo são:

b<sub>1</sub>) Aço TRIP800: concentração da solução de picral (porcentagem de contribuição: 20,95%) e a interação entre a concentração da solução de picral e modo de secagem (porcentagem de contribuição: 27,49%). A variável modo de secagem, apesar de não ter apresentado significância de acordo com a ANOVA, possui porcentagem de contribuição de 19,66%.

b<sub>2</sub>) Aço DP600: concentração da solução de picral (porcentagem de contribuição: 31,15%) e pré-ataque (porcentagem de contribuição: 19,25%). A interação entre a concentração da solução de picral e pré-ataque apresentou porcentagem de contribuição de cerca de 12%.

b<sub>3</sub>) Aço CP800: interação entre a concentração da solução de picral e pré-ataque (porcentagem de contribuição: 16,77%) e tempo de ataque (porcentagem de contribuição: 16,35%). A interação entre o modo de secagem e tempo de ataque apresentou porcentagem de contribuição de cerca de 12%.

c) Devido à sensibilidade do processo de ataque químico com o reagente LePera, mesmo tendo a variável (fator de entrada ou combinação entre fatores) apresentado porcentagem de contribuição baixa (10% ou menos), a alteração do nível da mesma, afeta a variável de processo.

d) apesar dos fatores ruidos (temperatura e umidade relativa) não terem apresentado probabilidade superior a 95% de influenciar o desempenho do processo, comprovou-se que estas variáveis possuem elevada influência no processo de ataque químico utilizando o reagente LePera. O fator umidade relativa apresentou maior impacto nos experimentos envolvendo os aços TRIP800 e DP600, enquanto, o fator temperatura teve mais influência nos ataques químicos do aço CP800.

O emprego do método de Taguchi neste estudo otimizou a realização dos experimentos e possibilitou a realização da análise estatística dos dados obtidos.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Realizar estudo envolvendo o processo de ataque corrosivo buscando, ao invés de maximizar a variável de resposta, as condições "ideais" de ataque (IQ5) para diferentes materiais.
- b) Propor uma escala para a classificação de imagens obtidas pelo processo de ataque corrosivo.
- c) Comparar os resultados obtidos em ambos os processos de ataques químicos com classes distintas dos mesmos materiais, ou seja, expandir o estudo realizado.
- d) Incluir diferentes fatores e níveis em ambos os processos de ataque químico.
- e) Realizar estudo para validação da escala (índice de qualidade) sugerida neste trabalho, envolvendo não somente os aços TRIP800, CP800 e DP600, mas outras classes de materiais e reagentes.
- f) Estudar a cinética das reações envolvidas nos processos de ataques com reagentes coloridos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AARNTS, R. A. et al. Microstructural quantification of multi-phase steels (Micro-quant) - **Final report**. Luxembourg: European Commission – Research Fund for Coal and Steel, 2011. 127p.
- ABRAHAM, A. Metallic material trends in the North American light vehicle. In: GREAT DESIGNS IN STEEL, 14, 2015, Livonia. **Proceedings...** AISI, 2015. Livonia: Disponível em: <<http://www.autosteel.org/great-designs-in-steel/past-gdis-presentations/gdis-2015.aspx>>. Acesso em: 16 jun. 2015.
- ADAMCZYK, J.; GRAJCAR, A. Heat treatment and mechanical properties of low-carbon steel with dual-phase microstructure. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**. v.22, n.1, p. 13-20, May 2007.
- AHIALE, G. K. et al. Microstructure and fatigue resistance of high strength dual phase steel welded with gas metal arc welding and plasma arc welding processes. **Met. Mater. Int.**, v.19, n.5, p. 933-939. 2013.
- ALIYA, D. Metallography sectioning and specimen extraction. In: VANDER VOORT, G. F. (Ed.). **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v.9, p.229-241.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Contrast enhancement and etching. In: VANDER VOORT, G. F. (Ed.). **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v.9, p.294-312.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 3-11**: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. 2011.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E407-07**: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. 2015.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E562-11**: Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, 2011.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A1079-13<sup>e2</sup>**: Standard specification for steel sheet, Complex Phase (CP), Dual Phase (DP) and Transformation Induced Plasticity (TRIP), zinc-coated (galvanized) or zinc-iron alloy-coated (galvannealed) by the hot-dip process. 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A1088-13**: Standard Specification for Steel, Sheet, Cold-Rolled, Complex Phase (CP), Dual Phase (DP) and Transformation Induced Plasticity (TRIP). 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 1245-03 (Reapproved 2008)**: Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis, 2008.

ANGELI, J.; FÜREDER, E; KNEISS, A. C. Etching techniques for characterizing the phases of low-alloy dual-phase and TRIP steels. **Prakt. Metallogr**, München, v.43, n.4, p.127-142, Feb. 2006.

ARCELORMITTAL CATALOG, **Dual Phase steels** – Automotive Worldwide, European Edition, 2015.

ARCELORMITTAL CATALOG, **Transformation Induced Plasticity Steel** –Automotive Worldwide, European Edition, 2013.

ARCELORMITTAL CATALOG, **MartINsite steels** –Automotive Worldwide, European Edition, 2014a.

ARCELORMITTAL CATALOG, **Update - client magazine**, ArcelorMittal Europe - Flat Products, May 2014b.

ASGHARI, A.; ZAREI-HANZAKI, A.; ESKANDARI, M. Temperature dependence of plastic deformation mechanisms in a modified transformation-twinning induced plasticity steel **Materials Science and Engineering A**, n.579, p.150-156, 2013.

AYAZ, M.; KHAKI, D. M.; ARAB, N. B. M. Improvement of grain size and dome height of microalloyed steels using Taguchi method based on grey relational grade in controlled rolling. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 12, n.20, p.115-123, 2013.

AZEVEDO, C. **Planejamento e análise estatística de experimentos em blocos completos**. Notas de aula. 2013. Disponível em: < <http://www.ime.unicamp.br/~cnaber/>>. Acesso em 20 maio 2014.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos**. 4.ed. Bookman Editora, 2010. 414p.

BELLO, M. **New NIST Research center helps the auto industry 'lighten up'** (data da última atualização: 26 ago 2014). Disponível em: < <http://nist.gov/lightweighting/ncalfeature.cfm>>. Acesso em: 16 jun. 2015.

BERAHA, E.; SHPIGLER, B.; **Color metallography**. 1st ed. Ohio: American Society for Metals, 1977. 160p.

BHADESHIA, H.K.D.H.; EDMONT, D.V. **The Bainit Transformation in a Silicon Steel**. Metallurgical Transactions, v.1, 1979.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. Thermomechanical treatment of steels. In:\_\_\_\_. **Steels: microstructure and properties**. London: Elsevier Ltd, 2006. p, 209-234.

BHATTACHARYA, D. Metallurgical perspectives on advanced sheet steels for automotive applications. In: WENG, Y.; DONG, H.; GAN, Y (Ed.). **Advanced steels - the recent scenario in steel science and technology**. 1st ed. Beijing: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2011. cap.18, p. 163-175.

BIAN, J. et al. Aplicação de aços de alto desempenho visando à redução de peso e aumento da eficiência de veículos comerciais (tradução de: Antonio Augusto Gorni). **Corte e Conformação**, p. 28-43. Ano XI, n.125. Set. 2015

BILLUR, E.; DYKEMAN, J.; ALTAN, T. Three generations of advanced high-strength steels for automotive applications, Part II. **Stamping Journal**, p.12-13. Jan/Feb. 2014. Disponível em: <<http://nsmwww.eng.ohio-state.edu/664-2.pdf>>. Acesso em 24 ago. 2015.

BLECK, W. Using the TRIP Effect - The dawn of a promising new group of cold formable sheets. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TRIP-AIDED HIGH STRENGTH FERROUS ALLOYS, 2002, Gand. **Proceedings...** Gand: Mainz, 2002. p.13-23.

BLECK, W.; PHU-ON, K. Effects of microalloying in multi phase steels for car body manufacture. In: HALDAR, A.; SUWAS, S.; BHATTACHARJEE, D. (Ed.). **Microstructure and texture in steels and other materials**. 1st ed. London: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2009. cap.9, p. 145-163.

BOUAZIZ, O.; GUELTON, N. Modelling of TWIP effect on work-hardening. **Materials Science and Engineering A**, v. 319-321, p.246-249, 2001.

BRAMFITT, B. L.; BENSCOTER, A. O. **Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International, 2006. 354p.

BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. In: VANDER VOORT, G. F. (Ed.). **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v.9, p.608-627.

BRANAGAN, D. J. et al. Material breakthroughs leading toward next generation AHSS. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON NEW DEVELOPMENTS IN ADVANCED HIGH-STRENGTH SHEET STEELS. 2013, Vail. **Proceedings...** Vail: AIST, 2013. CD-ROM.

BRANDON, D.; KAPLAN, W. D. **Microstructural Characterization of Materials**. 3ed. Chichester: John Wiley & Sons.1999. 409p.

BRITZ, D.; HEGETSCHWEILER, A.; MÜCKLICH, F. Opening the door to fundamental understanding of structure and color metallography - a correlative microscopy study on steel. **Microscopy and Microanalysis**, v.20 (Suppl 3), p. 834-835, 2014.

BURGER, W.; BURGE, M. J. Digital Image Processing - An Algorithmic Introduction Using Java. 1st ed. New York: Springer, 2007. 564p.

CABALLERO, F. G. et al. Design of novel high strength bainitic steels: part 1. **Materials Science and Technology**, v.17, p. 512-516, 2001a.

CABALLERO, F. G. et al. Design of novel high strength bainitic steels: part 2. **Materials Science and Technology**, v.17, p. 517-522, 2001b.

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

CABALLERO, F. G. et al. Toughness deterioration in advanced high strength steels. **Materials Science and Engineering A**, v.525, p. 87-95, 2009a.

CABALLERO, F. G. et al. Theoretical design and advanced microstructure in super high strength steels. **Materials and Design**, v.30, p. 2077-2083, 2009b.

CALCAGNOTTO, M. et al. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p.2738-2746, 2010.

CAMPOSECO-NEGRETE, C. Optimization of cutting parameters for minimizing energy consumption in turning of AISI 6061 T6 using Taguchi methodology and ANOVA. **Journal of Cleaner Production**, n.53, p.195-203, 2013.

CAO, W. et al. The 3rd generation automobile sheet steels presenting with ultrahigh strength and high ductility. In: WENG, Y.; DONG, H.; GAN, Y. (Ed.). **Advanced steel - the recent scenario in steel science and technology**. 1st ed. Beijing: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2011. cap. 22. p. 209-227.

CAO, W. et al. Microstructures and mechanical properties of the third generation automobile steels fabricated by ART-annealing. **SCIENCE CHINA Technological Sciences**, v.55, n.7, p. 1814-1822, July 2012.

CHEN, L.; ZHAO, Y.; QIN, X. Some aspects of high manganese twinning-induced plasticity (TWIP) steel, a review. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v.26, n.1, p. 1-15, Feb. 2013.

CHOI, K. et al. Effect of aging on the microstructure and deformation behavior of austenite base lightweight Fe-28Mn-9Al-0,8C steel. **Scripta Materialia**, v.63, p. 1028-1031, 2010.

COLEMAN, D. E.; MONTGOMERY, D. C. A systematic approach to planning for a designed industrial experiment. **Technometrics**, v.35, n.1, p.1-12, Feb. 1993.

COLLIN, L. R. O; PAMPLONA, E. O. A utilização da função perda de Taguchi na prática do controle estatístico de processo. In: ENEGEP, 1997, Rio Grande do Sul. **Anais... RJ: Abepro**, 1997. Disponível em: <<http://www.abepro.org.br/publicacoes/index.asp?pchave=&ano=1997>>. Acesso em: 17 out. 2013.

COLPAERT, H. Técnica metalográfica - Micrografia. In: \_\_\_\_. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2008. p.67-82.

COLPAERT, H. Aços avançados para conformação mecânica. In: \_\_\_\_. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2008. p.420-447.

CURTZE, S.; KUOKKALA, V. T. Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate. **Acta Materialia**, n.58, p.5129-5141, 2010.

ÇIÇEK, A.; KIVAK, T.; SAMTAS, G. Application of Taguchi method for surface roughness and roundness error in drilling of AISI 316 stainless steel. **Journal of Mechanical Engineering**, n.58, v.3, p.165-174, 2012.

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

DE COOMAN, B. C.; CHIN, K.; KIM, J. High Mn TWIP steels for automotive industry. In: CHIABERGE, M. (Ed.). **New Trends and developments in automotive engineering**. 1st ed. Índia: InTech, 2011. p.101-127. Disponível em: < www.intechopen.com>. Acesso em: 10 set. 2013.

DE MOOR, E. et al. Effect of retained austenite stabilized via quench and partitioning on the strain hardening of martensitic steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.39A, p. 2586-2595, Nov. 2008.

DE MOOR, E. et al. Austenite stabilization through manganese enrichment. **Scripta Materialia**. v.64, p. 185-188, 2011.

DE MOOR, E. et al. Quenching and partitioning of CMnSi steels containing elevated manganese levels. **Steels Research International**. v.83, n.4, p. 322-327, 2012.

DEAN, A.; VOSS, D. **Design and analysis of experiments**. 8.ed. New York, Springer-Verlag, 1999. 740p.

DELINCÉ, M. et al. Structure-property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructure-based strain hardening model. **Acta Materialia**, n.55, p.2337-2350, 2007.

DIAS, F. C. **Uso do software Image J para análise quantitativa de imagens de microestruturas de materiais**. 2008. 145f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2008.

DIMATTEO, A. et al. Microstructures and properties of transformation induced plasticity steels. **la metallurgia italiana**. p. 37-41, 2006.

DOBZANSKI, L. A.; GRAJCAR, A.; BOREK, W. Microstructure evolution of high-manganese steel during the thermomechanical processing. **Archives of Materials Science and Engineering**, v. 37, n.2, p.69-76, June 2009.

DOBZANSKI, L. A.; BOREK, W. Processes forming the microstructure evolution of high-manganese austenitic steel in hot-working conditions. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**. v.37, n.2, p. 397-407, Dec. 2009.

DOBZANSKI, L. A.; BOREK, W. Mechanical properties and microstructure of high-manganese TWIP, TRIP and TRIPLEX type steels. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**. v.55, n.2, p. 230-238, Dec. 2012.

DOBRZAŃSKI, L. A.; BOREK, W.; ONDRULA, M. Thermo-mechanical processing and microstructure evolution of high-manganese austenitic TRIP-type steels **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**. v.53, n.2, p. 59-66, Aug. 2012.

DONG, H. et al. On the performance improvement of steels through M3 structure control. In: WENG, Y.; DONG, H.; GAN, Y. (Ed.) **Advanced steel: the recent scenario in steel science and technology**. 1st ed. Beijing: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2011. cap. 6, p. 35-57.

DURAND-CHARRE, M. Grains, Grain Boundaries and Interfaces. In: \_\_\_\_\_. **Microstructure of Steels and Cast Irons**. Berlin: Springer-Verlag, 2004. p.151-162.

DURAND-CHARRE, M. Plain Carbon and Low Alloy Steels. In: \_\_\_\_\_. **Microstructure of Steels and Cast Irons**. Berlin: Springer-Verlag, 2004. p.289-296.

ENGL, B. Advanced high-strength sheet steels with high manganese contents. **Steel Grips - Journal of Steel and Related Materials**, v.9, p. 251-258, 2011. Disponível em: <www.steel-grips.com>. Acesso em 27 mar. 2014.

FAZANO, C. A. Determinando-se o tamanho de grãos em ligas de cobre-zinco através da análise de imagem. **Revista Analytica**, n.27, p.50-58, fev/mar. 2007.

FERRER, M. H. **Estudo das transformações de fase de aço TRIP ao Si-Mn microligados com Nb**. 2003. 195f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

FLAXA, V.; SHAW, J. Material applications in ULSAB-AVC (Advanced vehicle concepts). In: INTERNATIONAL BODY ENGINEERING CONFERENCE & EXHIBITION AND AUTOMOTIVE & TRANSPORTATION TECHNOLOGY CONGRESS, 2002, Detroit. **SAE Paper 2002-01-2074**. Detroit: SAE International, 2002.

FONSTEIN, N. **Advanced High Strength Sheet Steels**. Springer International Publishing Switzerland, 2015. 396p.

FROMMEYER, G.; BRÜX, U.; NEUMANN, P. Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. **ISIJ International**, v.43, n.3, p. 438-446, 2003.

FROMMEYER, G.; BRÜX, U. Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe-Mn-Al-C light-weight TRIPLEX steels. **Steel Research International**, v.77, n.9-10, p. 627-633, 2006.

FUKUGAUCHI, C. **Metodologia para caracterização metalográfica de um aço TRIP por microscopia óptica**. 2010. 122f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

FÜREDER, E. et al. Classical etching techniques and their applications in the quantitative phase determination of modern and ultrahigh-strength steel. **Prakt. Metallogr**, München, v. 47, p. 374-387, 2010.

GALÁN, J. et al. Advanced high strength steels for automotive industry. **Revista de Metalurgia**, v. 48, n.2, p. 118-131, Mar-Apr. 2012.

GALDÁMEZ, E. V. C. **Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos na melhoria da qualidade de um processo de fabricação de produtos plásticos**. 2002. 133f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2002.

GAN, Y. Advanced steel and our society: better steel, better world (opening address and the introduction of the specific proceedings). In: WENG, Y.; DONG, H.; GAN, Y (Ed.). **Advanced steels - the recent scenario in steel science and technology**. 1st ed. Beijing: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2011. cap.1, p. 3-7.

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

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, 2003b.

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

GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. The role of retained austenite on tensile properties of steels with bainitic microstructures. **Materials Transactions**, v.46, p. 1839-1846, 2005.

GENTIL, V. **Corrosão**. 6.ed. LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda, 2011. 360p.

GIBBS, P. J. et al. Austenite stability effects on tensile behavior of manganese-enriched-austenite transformation induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.42A, p. 3691-3702, Dec. 2011.

GIESBRECHT, F. G.; GUMPERTZ, M. L. **Planning, construction, and statistical analysis of comparative experiments**. 1.ed. New Jersey, John Wiley & Sons Inc., 2004. 693p.

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

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

GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. **Corte & Conformação de Metais**, p.26-57, dez. 2008.

GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. In: CONGRESSO DE CORTE E CONFORMAÇÃO DE METAIS, 5, 2009, São Paulo.

**Anais...** São Paulo: **Aranda Eventos**, 2009. Disponível em: <<http://www.gorni.eng.br/publ.html#dp>>. Acesso em: 17 out. 2013.

GRAJCAR, A.; KUZIAK, R.; ZALECKI, W. Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v.12, p. 334-341, 2012.

GRANBON, Y. **Structure and mechanical properties of dual phase steels - an experimental and theoretical analysis**. 2010. 56f. Thesis (Doctorate in Materials Science and Engineering – Mechanical Metallurgy) – Royal Institute of Technology, *KTH Royal Institute of Technology*, Stockholm, 2010.

GRÄSSEL, O. et al. High strength Fe-Mn-(Al-Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application. **International Journal of Plasticity**. v.16, p. 1391-1409, 2000.

GREENE, N. D.; RUDAW, P. S.; LEE, L. Principles of metallographic etching. **Corrosion Science**, v.6, p.371-379, 1966.

HAIRER, F. et al. Etching techniques for the microstructural characterization of complex phase steels by light microscopy. In: INTERNATIONAL DOCTORAL SEMINAR, 2008, Smolenice. **Materials Science and Technology (ISSN: 1335-9053)...** Smolenice: STU Faculty of Materials Science and Technology, 2008. Disponível em: <[http://www.mtf.stuba.sk/docs/internetovy\\_casopis/2008/4mimorc/haier.pdf](http://www.mtf.stuba.sk/docs/internetovy_casopis/2008/4mimorc/haier.pdf)>. Acesso em 15 jun. 2011.

HAMADA, A. S. **Manufacturing, mechanical properties and corrosion behaviour of high-Mn TWIP steels**. 2007. 54f. Dissertation (Master's degree in Mechanical Engineering) – Faculty of Technology, University of Oulu, Oulu- Finland, 2007.

HAN, H. N. et al. Design method for TRIP-aided steel based on a microstructure-based modelling for transformation-induced plasticity and mechanically induced martensitic transformation. **Materials Science and Engineering A**, n.499, p.462-468, 2009.

HANZAKI, A. Z; HODGSON, P. D.; YUE, S. Hot deformation characteristics of Si-Mn TRIP steels with and without Nb microalloy additions. **ISI International**, v.35, n.3, p. 324-331, 1995.

HASHIMOTO, T. M.; SILVA, A. P.; PEREIRA, M. S.; ABDALLA, A. J. Caracterização microestrutural de aços multifásicos por técnica de trílice ataque. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DO SMATERIAIS, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...**, 2006. p1-7.

HE et al. Effect of strain rate on deformation behavior of TRIP steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, p. 2141-2147, 2012.

HOWELL, R. A. **Microstructural influence of dynamic properties of age hardenable FeMnAl alloys**. 2009. 249f. Dissertation (Doctor of Philosophy in Metallurgical Engineering) – Faculty of the Graduate School - Missouri University of Science and Technology, Missouri, 2009.

HÜSEYİN, A.; HAVVA, K. Z.; CEYLAN, K. Effect of intercritical annealing parameters on dual phase behavior of commercial low-alloyed steels. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 17, n.4, p.73-78, 2010.

JACQUES, P. J. et al. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Low silicon TRIP-assisted multiphase steels. **ISIJ International**, v.41, n.9, p. 1061-1067, 2001.

JACQUES, P.J. et al. On measurement of retained austenite in multiphase TRIP steels - results of blind round robin test involving six different techniques. **Materials Science and Technology**, v.25, n.5, p. 567-574, 2009.

JÄHNE, B. **Practical Handbook on Image Processing for Scientific Applications**. 1ed. Florida, CRC Press LLC, 1997. 589p.

JANG, J. H.; KIM, I. G.; BHADESHIA, H. K. D. H.  $\epsilon$ -carbide in alloy steels: first-principles assessment. **Scripta Materialia**, v. 6, p. 121-123, 2010.

JIN, Y. S. Development of advanced high strength steels for automotive applications. **la metallurgia italiana**. n.6, p. 43-48, 2011.

KAMYABI-GOL, A.; SHEIKH-AMIRI, M. Spheroidizing kinetics and optimization of heat treatment parameters in CK60 steel using Taguchi robust design. **Journal of Iron and Steel Research, International**. v.17, n.4, p. 45-52. 2010.

KANG, J. et al. Estimation of phase fraction in dual phase steel using microscopic characterizations and dilatometric analysis. **Materials Characterization**, n.84, p.205-215, 2013.

KECHAGIAS, J.; PETROPOULOS, G.; VAXEVANIDIS, N. Application of Taguchi design for quality characterization of abrasive water jet machining TRIP sheet steels. **Int J Adv Manuf Technol**, n. 62, p. 635-643. 2012.

KEHL, G. L.; METLAY, M. The mechanism of metallographic etching I. The reaction potentials of a two-phase brass in various etching reagents. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 101, n. 3, p. 124-127, Mar. 1953.

KEY to Metals. **Multi phase twinning-induced plasticity (TWIP) steel**. Disponível em: <<http://www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&LN=PT&NM=207>>. Acesso em: 17 nov. 2013.

KILPATRICK, J. R.; BENSCOTER, A. O.; MARDER, A. R. Tint etching improves resolution and contrast of microstructures. **Metal Progress**, p. 79-82, Dec. 1971.

KIM, H.S. et al. State-of-the-science of high manganese TWIP steels for automotive applications. In: HALDAR, A.; SUWAS, S.; BHATTACHARJEE, D. (Ed.). **Microstructure and texture in steels and other materials**. 1st ed. London: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2009. cap.10, p. 165-183.

KIM, H. S.; SUH, D.; KIM, N. J. Fe-Al-Mn-C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 14, p. 1-11, 2013.

KIM, S. J. et al. Development of a dual phase steel using orthogonal design method. **Materials and Design**, v. 30, p. 1251-1257, 2009.

KONG, J. P. et al. Effect of boron content and welding current on the mechanical properties of electrical resistance spot welds in complex-phase steel. **Materials and Design**, n.54, p.598-609, 2014.

KUBILAY, C.; ZEYTIN, H. K.; AYDIN, H. The microstructural characterization of dual phase steel with the method of chemical etching. **Prakt. Metallogr**, München, v. 45, p. 610-619, 2008.

KURZYDTHOWSKI, K. J.; RALPH, B. **The Quantitative description of the Microstructure of Materials**. 1ed. Florida, CRC Press LLC, 1995. 418p.

KUZIAK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S. Advanced high strength steels for automotive industry. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, n.2, v. 8, p. 103-117, 2008.

LEDOLTER, J.; BURRILL, C. W. **Statistical quality control**. 1.ed. New York, John Wiley & Sons, 1999. 526p.

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

LEUNIS, E. et al. Quantitative phase analysis of multi-phase steels - PHAST - **Final report**. Luxembourg: European Commission – technical steel research, 2006. 125p.

LI, H. Y. et al. Microstructure and mechanical properties of an ultrahigh-strength 40SiMnNiCr steel during the one-step quenching and partitioning process. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.41A, p. 1284-1300, May 2010.

LIU, H. et al. An ultrahigh strength steel with ultrafine-grained microstructure produced through intercritical deformation and partitioning process. **Materials & Design**. v.83, p. 760-767, 2015.

LOMBARDO, S. **Estudo do envelhecimento após deformação em um aço Complex Phase**. 2011. 145f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

MAFFEI, B.; SALVATORE, W.; VALENTINI, R. Dual-phase steel rebars for high-ductile r.c. structures, Part I: microstructural and mechanical characterization of steel rebars. **Engineering Structures**. v.29, p. 3325-3332, 2007.

MALLAIAH, G.; KUMAR, A.; REDDY, P. R.; REDDY, M. Influence of grain refining elements on mechanical properties of AISI 430 ferritic stainless steel weldments - Taguchi approach. **Materials and Design**, n.36, p.443-450, 2012.

MARRA, K. M. Aços dual phase da Usiminas: características e potencial de aplicação em veículos automotores. In: WORKSHOP SOBRE INOVAÇÕES PARA O DESENVOLVIMENTO DE AÇOS DE ELEVADO VALOR AGREGADO - FOCO INDÚSTRIA AUTOMOTIVA, 2, 2008, Santos. **Anais...**São Paulo: ABM Brasil, 2008. Disponível em: < <http://www.abmbrasil.com.br/cim/downloads.asp>>. Acesso em: 27 jan. 2014.

MAŠEK, B.; STAŇKOVÁ, H.; NOVÝ, Z.; MEYER, L.W.; KRACÍK, W. The influence of thermomechanical treatment of TRIP steel on its final microstructure. **Journal of Materials Engineering and Performance**. v.18, n.4, p.385-389, June 2009.

MASON, P. W.; PREVÉY, P. S. Iterative Taguchi analysis: optimizing the austenite content and hardness in 52100 steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 10, n. 1, p. 14-21, Feb. 2001.

MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G. Third generation of AHSS: microstructure design concepts. In: HALDAR, A.; SUWAS, S.; BHATTACHARJEE, D. (Ed.). **Microstructure and texture in steels and other materials**. 1st ed. London: Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg, 2009. cap.11, p. 185-205.

MATLOCK, D. K. et al. Recent development in advanced high strength steels for automotive applications: an overview. **JESTECH**, v.15, n.1, p.1-12, 2012.

MAZANCOVÁ, E. Properties of high manganese Fe-Mn-Al-C alloys. In: INTERNATIONAL RESEARCH/EXPERT CONFERENCE - Trends in the development of machinery and associated technology, 12, 2008, Istanbul. **Proceedings...** Istanbul: TMT, 2008. p.221-224

MERWIN, M. J. Microstructure and properties of cold rolled and annealed low-carbon manganese TRIP steels. **Iron & Steel Technology**, v. 5, n.10, p.66-84, Oct. 2008.

MESPLONT, C. **Phase transformation and microstructure - mechanical properties relations in Complex Phase high strength steels** . 2002. 234f. Thesis (Doctorate in de Toegepaste Wetenschappen - Materiaalkunde) – Ingénieur Ecole Universitaire Des Ingénieurs de Lille - DEA Science des Matériaux, Université de Lille, Lille, 2002.

MILLER, R. L. Ultrafine-grained microstructures and mechanical properties of alloy steels. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p.905-912, Apr.1972.

MONTGOMERY, D. C. **Introdução ao controle estatístico da qualidade** (tradução de: Ana Maria Lima de Farias; Vera Regina Lima de Faria e Flores). 4.ed. Rio de Janeiro, LTC Editora, 2004. 513p. Introduction to statistical quality control.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 8.ed. New York, John Wiley & Sons, 2012. 730p.

MUKHERJEE, M.; SINGH, S. B.; MOHANTY, O. N. Microstructural characterization of TRIP-aided steels. **Materials Science and Engineering A**, n.486, p.32–37, 2008.

MUKHERJEE, K.; HAZRA, S.S.; MILITZER, M. Grain refinement in dual-phase steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.40A, p. 2145-2159, Sep. 2009.

MÜLLER, J. W. Possible advantages of a robust evaluation of comparisons. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**, v.105, n.4, p. 551-555, Aug. 2000.

OKITSU, Y.; TAKATA, N.; TSUJI, N. Mechanical properties of ultrafine grained ferritic steel sheets fabricated by rolling and annealing of duplex microstructure. **Journal of Materials Science**, n.43, p.7391-7396, 2008.

OKITSU, Y.; TAKATA, N.; TSUJI, N. A new route to fabricate ultrafine-grained structures in carbon steels without severe plastic deformations. **Scripta Materialia**, n.60, p.76-79, 2009.

PASTORE, E. et al. Experimental investigation on low-carbon quenched and partitioned steel. **la metallurgia italiana**, n.9, p. 25-35, 2011.

PERELOMA, E. V.; TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D. Transformation behaviour in thermomechanically processed C-Mn-Si TRIP steels with and without Nb. **Materials Science and Engineering A**, n.273-275, p.448-452, 1999.

PETZOW, G. **Metallographic Etching: Techniques for Metallography, Ceramography, Plastography**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International, 2001. 240p.

PINKHAM, M. How high can high-strength steel go? **Metal Center News**, *Oak Brook*, May 2013. Disponível em: <<http://www.metalcenternews.com/Editorial/CurrentIssue/May2013/tabid/6109/articleType/ArticleView/articleId/11009/Primer-on-High-Strength-Steel.aspx>>. Acesso em: 22 out. 2013.

POLAT, A.; ÖZTÜRK, F.; TOROS, S. The effects of strain rate and temperature on the mechanical properties of TRIP800 steel. In: INTERNATIONAL IRON & STEEL SYMPOSIUM, 2012, Karabük. **Proceedings...** Karabük: Karabük University, 2012. Disponível em: <<http://iiss12.karabuk.edu.tr/papers/iiss12.pdf>>. Acesso em: 25 mar. 2013.

RADWAŃSKI, K.; WROŻYNA, A.; KUZIAK, R. Role of the advanced microstructures characterization in modeling of mechanical properties of AHSS steels. **Materials Science and Engineering A**, n.639, p.567-574, 2015.

RANA, R.; LIU, C.; RAY, R. K. Low-density low-carbon Fe-Al ferritic steels. **Scripta Materialia**, n.68, p.354-359, 2013.

RAO, S. An overview of Taguchi method: evolution, concept and interdisciplinary applications. **International Journal of Scientific & Engineering Research**, v.4, n.10, p.621-626, 2013.

RAY, A.; DHUA, S. K. Microstructural Manifestations in Color: Some Applications for Steels. **Materials Characterization**, v. 37, p. 1-8, 1996.

RODRÍGUEZ-MARTÍNEZ, J. A. et al. Thermo-mechanical behaviour of TRIP 1000 steel sheets subjected to low velocity perforation by conical projectiles at

different temperatures. **International Journal of Solids and Structures**, v. 47, p.1268–1284, 2010.

ROS-YÁÑEZ, T.; HOUBAERT, Y.; MERTENS, A. Characterization of TRIP- assisted multiphase steel surface topography by atomic force microscopy. **Materials Characterization**, n. 47, p. 93– 104, 2001.

ROY, R. K. **Design of experiments using the Taguchi approach**. 1.ed. New York, John Wiley & Sons, 2001. 538p.

RUSS, J. C. **Image Processing Handbook**. 6ed. Florida, CRC Press LLC, 2011. 838p.

RYDE, L. et al. Cold-rolled complex-phase (CP) steel grades with optimised bendability, stretch-flangeability and anisotropy (CP-Steels) - **Final report**. Luxembourg: European Commission - Research Fund for Coal and Steel, 2012. 116p.

SAMEK, L.; KRIZAN, D. Steel - material of choice for automotive lightweight applications. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON METALLURGY AND MATERIALS, 22, 2012, Brno. **Proceedings...** Brno: **Thomson Reuters**, 2012. Disponível em: <[http://is.muni.cz/repo/981550/papers\\_en.htm](http://is.muni.cz/repo/981550/papers_en.htm)>. Acesso em: 20 set. 2013.

SAMUELS, L. E. **Light Microscopy of Carbon Steels**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International. 2003, 502p.

SANTOFIMIA, M. J. et al. Characterization of the microstructure obtained by the quenching and partitioning process in a low-carbon Steel. **Materials Characterization**, n.59, p.1758-1764, 2008.

SARKAR, S. **Microstructural evolution model for hot strip rolling of a Nb-Mo Complex Phase steel**. 2008. 161f. Thesis (Doctor of Philosophy – Materials Engineering), University of British Columbia, 2008.

SCHULTZ, R. A.; ABRAHAM, A. K. Metallic materials trends for north american light vehicles. In: GREAT DESIGNS IN STEEL, 8, 2009, Livonia. **Proceedings...** AISI, 2009 Livonia: Disponível em: <<http://www.autosteel.org>>. Acesso em: 20 mar. 2014.

SCOTT, C.; PERRARD, F.; BARGES, P. Microalloying with vanadium for improved cold rolled TRIP steels. In: INTERNATIONAL SEMINAR ON APPLICATION TECHNOLOGIES OF VANADIUM IN FLAT - ROLLED STEELS, 2005, Suzhou. **Proceedings...** Suzhou: **Vanitec**, 2005. Disponível em: <<http://vanitec.org/vanitec-siminar-2005/>>. Acesso em: 17 nov. 2013.

SHAW, J. R.; ZUIDEMA, B. K. New High strength steels help automakers reach future goals for safety, affordability, fuel efficiency and environmental responsibility. In: INTERNATIONAL BODY ENGINEERING CONFERENCE & EXPOSITION, 2001, Detroit. . **SAE Paper 2001-01-3041**. Detroit: SAE International, 2001.

SHERIF, M. Y. et al. Stability of retained austenite in TRIP-assisted steels. **Materials Science and Technology**. v.20, p-319-322, Mar. 2004.

SHI, J. et al. Ultrafine grained duplex structure developed by ART-annealing in cold rolled medium-Mn steels. **Journal of Iron and Steel Research, International**. v.21, n.2, p. 208-214. 2014.

SINHA, A. K.; WU, C.; LIU, G. Steel Nomenclature. In: TOTTEN, G. E. (Ed.) **Steel heat treatment: metallurgy and technology**. 2nd ed. New York: CRC Press, 2007. cap. 1, p.1-89.

SODJIT, S.; UTHAISANGSUK, V. Microstructure based prediction of strain hardening behavior of dual phase steels. **Materials and Design**, n.41, p.370-379, 2012.

SONG, R. et al. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. **Materials Science and Engineering A**, n.441, p.1-17, 2006.

SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Recent developments in low-carbon sheet steels. **Journal of Metals - JOM**, New York, p.19-24, Jul. 2002.

SPEER, J. G. et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. **Acta Materialia**, n.51, p.2611-2622, 2003.

SPEER, J. G. et al. Analysis of microstructure evolution in quenching and partitioning automotive sheet steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.42A, p. 3591-3601, Dec. 2011.

STAUFNER, W. Advanced high-strength steels in Mercedes-Benz passenger cars. In: GREAT DESIGNS IN STEEL, 2, 2003, Livonia. **Proceedings...** AISI, 2003. Livonia: Disponível em: <<http://www.autosteel.org/~media/Files/Autosteel/Great%20Designs%20in%20Steel/GDIS%202003/10%20-%20AHSS%20in%20Mercedes-Benz%20Passenger%20Cars.pdf>>. Acesso em: 16 jan. 2014.

SUH, D. et al. Influence of Al on the microstructural evolution and mechanical behavior of low carbon, manganese transformation-induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, p.397-408, 2010.

SZABÓ, P. J.; KARDOS, I. Correlation between grain orientation and the shade of color etching. **Materials Characterization**, n.61, p.814-817, 2010.

TAGUCHI, G.; CHOWDHURY, S.; WU, Y. **Taguchi's quality engineering handbook**. 1st ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2005. 1662p.

TAMARELLI, C. M. AHSS 101: the evolving use of advanced high-strength steels for automotive applications. Steel Market Development Institute. Michigan: AISI, 2011. 45p. Disponível em: <[www.autosteel.org](http://www.autosteel.org)>. Acesso em: 13 ago. 2013.

THYSSENKRUPP CATALOG – **Complex Phase Steels CPW e CPK**, ThyssenKrupp Steel Europe, 2009.

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, Aug. 2004.

TSIPOURIDIS, P. **Mechanical properties of Dual Phase steels**. 2006. 115f. Thesis (Doktor-Ingenieurs - Materialprüfamt), Technischen Universität München, München, 2006.

VANDER VOORT, G. F. **Metallography, Principles and Practice**. New York: McGraw-Hill, 1999. 752p.

VANDER VOORT, G. F. Color Metallography, In: \_\_\_\_\_. **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v. 9, p. 332-354.

VIANA, D. J. **Aplicação do método de Taguchi para redução de porosidade de peças fundidas sob pressão**. 2012. 67f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção Mecânica) – Universidade de Taubaté, 2012.

VUROBI JÚNIOR, S. **Caracterização microestrutural de um aço SAE 4118H modificado submetido a diferentes tratamentos isotérmicos**. 2007. 165f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2007.

WANG, C. et al. Development of ultrafine lamellar ferrite and austenite duplex structure in 0,2C5Mn steel during ART-annealing. **ISIJ International**, v.51, n.4, p. 651-656, 2011.

WANG, Z. C. et al. Bake-hardening behavior of cold-rolled CMnSi and CMnSiCu TRIP-aided steel sheets. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 151, p. 141-145, 2004.

WANG, C. Y. et al. Characterization of microstructure obtained by quenching and partitioning process in low alloy martensitic steel. **Materials Science and Engineering A**, n.527, p. 3442–3449, 2010.

WOJNAR, L. **Image Analysis - Applications in Materials Engineering**. 1.ed. Florida, CRC Press LLC, 2000. 245p.

WORLD STEEL ASSOCIATION. **World crude steel output by -2,8% in 2015**. 2016. 2p. Disponível em: < <https://www.worldsteel.org/media-centre/press-releases/2016/--World-crude-steel-output-decreases-by--2.8--in-2015.html>>. Acesso em 29 fev. 2016.

WORLD AUTO STEEL. **Advanced High Strength Steel - Application Guidelines**. Version 5.0. 2014. 276p. Disponível em: < <http://www.worldautosteel.org/projects/advanced-high-strength-steel-application-guidelines/>>. Acesso em 02 fev. 2015.

YANG, W. H.; TARNG, Y. S. Design optimization of cutting parameters for turning operations based on the Taguchi method. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 84, p. 122-129, 1997.

YUE, S.; et al. Microstructural developments in advanced high strength steels. In: INNOVATIONS IN STEEL SHEET AND BAR PRODUCTS AND PROCESSING, 2005, Detroit. **SAE Paper 2005-01-1329**. Detroit: SAE International, 2005.

ZHUANG, L; DI, W. Influence of hot rolling conditions on the mechanical properties of hot rolled TRIP steel. **Journal of Wuhan University of Technology-Master**, v.23, n.1, p.74-79, feb. 2008.

ZUIDEMA, B.K. et al. New High Strength Steels Applied to the Body Structure of ULSAB-AVC. In: INTERNATIONAL BODY ENGINEERING CONFERENCE & EXPOSITION, 2001, Detroit. **SAE Paper 2001-01-3042**. Detroit: SAE International, 2001.