# CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

EDUARDO ANTONIO PINTO DIAS

# INFLUÊNCIA DO TEMPO DE AUSTEMPÊRA NA MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO BAINÍTICO LIVRE DE CARBONETOS

BELO HORIZONTE

# EDUARDO ANTONIO PINTO DIAS

# INFLUÊNCIA DO TEMPO DE AUSTEMPÊRA NA MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO BAINÍTICO LIVRE DE CARBONETOS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa Coorientadora: Enga. Marianne Diniz Pinho

BELO HORIZONTE 2022

# EDUARDO ANTONIO PINTO DIAS

# INFLUÊNCIA DO TEMPO DE AUSTEMPÊRA NA MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO BAINÍTICO LIVRE DE CARBONETOS

Trabalho de conclusão de curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em

### BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa (Orientadora)

Enga. Marianne Diniz Pinho (Coorientadora)

Profa. Dra. Aline Silva Magalhães (CEFET-MG)

Prof. Dr. Wellington Lopes (CEFET-MG)

#### AGRADECIMENTOS

À Deus, pela dádiva da vida, por ter guiado meus caminhos e me dado forças para seguir sonhos e superar os obstáculos.

Aos meus pais, Andréa e Carlos, por todo esforço, amor e dedicação, pelos abraços, sorrisos, pelas sábias palavras e conselhos que me incentivam a buscar meus sonhos. E por sempre acreditarem em mim. Ao meu irmão Vitor, por compartilhar essa caminha, pela paciência e por lidar com minha personalidade nada fácil.

À minha orientadora, Professora Elaine Carballo Siqueira Corrêa, pela dedicação, por todo conhecimento compartilhado, orientação e constante incentivo. Agradeço ainda por me ensinar o espírito do pesquisador, por sua amizade, preocupação e paciência durante todo o convívio.

À minha coorientadora, Enga Marianne Diniz Pinho, pela disponibilidade constante em me auxiliar, e também pelas palavras de conforto.

À Professora Aline Silva Magalhães, por toda a ajuda, pelas palavras de incentivo e pelos conselhos.

Ao Professor Wellington Lopes por todo ensinamento compartilhado, direcionamento, paciência e disponibilidade em ajudar.

A todos os funcionários da secretaria e técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG pela boa vontade em ajudar sempre que solicitados.

Ao Engenheiro Valdecir Siqueira e à empresa Metaltemper.

Aos meus amigos desde o primeiro período, Thaís Filomena, Rayane Fernandes, Tatiana Kelly, Ana Clara, Letícia Valadares e Frederico Meirelles, pelo apoio, pelo convívio diário e pelos momentos de descontração.

As companheiras e amigas de jornada, Ludimilla Barbosa e Gabrielle de Souza, pela companhia, conversas, fofocas, troca de experiências e aprendizados diários.

Às minhas amigas do laboratório de metalografia para vida, Cássia Barbosa e Bárbara Pena, por todo o carinho, pelas palavras de conforto e por tornarem essa caminhada mais leve e divertida.

À futura arquiteta e urbanista Bárbara Moreira, por ser confidente de sonhos e angustias e por sempre acreditar em mim.

E por fim, agradeço ao CEFET-MG por fazer parte da minha vida e ser minha segunda casa. Tenho muita gratidão e carinho pela instituição.

#### **RESUMO**

Devido ao aumento da poluição ambiental, a busca pela conservação de fontes de energia e a redução de emissões de gases do efeito estufa se tornaram preocupantes e são o foco da atenção nos últimos anos. Nesse cenário, aços avançados de alta resistência, como os aços bainíticos livres de carbonetos (CFB), apresentam a característica de reduzir o peso da carroceria de um automóvel, devido à possibilidade de utilizar chapas de menor espessura, com a premissa de garantir a segurança pessoal, economizando assim o consumo de energia e minimizando a emissão de CO<sub>2</sub>. A combinação de resistência mecânica e ductilidade, propriedades consideradas antagônicas em um mesmo aço, se torna possível por causa da microestrutura multiconstituída, que apresenta constituintes diferentes entre si, e ao efeito TRIP, caracterizado pela transformação de austenita retida em martensita mediante deformação plástica. Contudo, o entendimento da influência dos parâmetros do ciclo térmico na microestrutura e no comportamento mecânico ainda precisa ser aprofundado. O objetivo deste trabalho foi analisar o efeito do tempo de austêmpera durante o tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço CFB, por meio de caracterizações microestrutural e mecânica. As análises foram realizadas em termos de microscopia óptica, difração de raios-X, ensaios de dureza, ensaios de tração e análises de encruamento do material por diferentes técnicas. Foi observado que o aumento do tempo de austêmpera favoreceu a formação de bainita e elevou a fração de austenita retida no material até tempos intermediários. Além disso, foi verificada tendência de redução dos valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração e dureza, e aumento do alongamento uniforme, com a elevação do tempo de transformação bainítica. A influência do tempo de austêmpera no encruamento foi analisada por meio de quatro técnica. O método de linearização mostrou não ser adequado para descrever o comportamento. Considerando a taxa de encruamento, a elevação do tempo de austêmpera reduziu as taxas de encruamento iniciais quando comparadas às amostras com menor tempo de encharque na temperatura de transformação bainítica. Em relação ao expoente de encruamento instantâneo, em geral, um tempo mais longo de austêmpera resultou em valores inferiores de expoente de encruamento instantâneo. O método de Crussard-Jaoul não se apresentou como o mais indicado para tempos curtos de encharque, contudo para os tempos mais longos foi possível identificar três estágios de encruamento.

Palavras chave: aços CFB, austenita retida, microestrutura, propriedades mecânicas, encruamento.

#### ABSTRACT

Due to the increase in environmental pollution, the search for conservation of energy sources and the reduction of greenhouse gas emissions are the focus of attention in recent years. In this context, advanced high-strength steels, such as carbide-free bainitic steels (CFB steels), have the characteristic of reducing the weight of the car body, due to the possibility of the use of thinner sheets, with the premise of guaranteeing personal safety, thus saving energy consumption and minimizing emissions. of CO<sub>2</sub>. The combination of mechanical strength and ductility, properties considered antagonistic in the same steel, was possible due to its multiphase microstructure, which presents different constituents from each other, and to the TRIP effect, characterized by the transformation of retained austenite into martensite during plastic deformation. However, the understanding of the influence of thermal cycle parameters on microstructure and mechanical behavior still complex. The objective of this work was to analyze the effect of austempering time during heat treatment on the microstructure and mechanical properties of a CFB steel, through microstructural and mechanical characterizations. Analysis was conducted in terms of optical microscopy, X-ray diffraction, hardness tests, tensile tests and analyzes of the work hardening behavior of the material by different methods. It was observed that increasing the austempering time favored the formation of bainite and increased the fraction of austenite retained in the material until intermediate times. Also added, there was a tendency to reduce the values of yield strength and tensile strength and hardness, and increase in uniform elongation, with increasing bainitic transformation time. The influence of austempering time on work hardening was analyzed using four techniques. The linearization method proved not to be adequate to describe the behavior. Considering the hardening rate, the increase in austempering time reduced the initial hardening rates when compared to samples with shorter soaking time at bainitic transformation temperature. For the instant-hardening exponent, in general, a longer austempering time resulted in lower instant-hardening exponent values. The Crussard-Jaoul method was not the most suitable for short soaking times, however for longer soaking times it was possible to identify three stages of hardening.

Keywords: CFB steels, retained austenite, microstructure, mechanical properties, work hardening.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Classificação e comparação das propriedades mecânicas e suas microestruturas	de
diversas classes de aços	18
Figura 3.2 - Microestrutura típica de um aço bainítico livre de carbonetos	20
Figura 3.3 - Fotomicrografias da morfologia da ferrita bainítica	21
Figura 3.4 - Esquema representativo da formação das bainitas	22
Figura 3.5 - Morfologia da martensita	23
Figura 3.6 - Esquema representativo da formação da martensita	24
Figura 3.7 - Esquema de formação da martensita com a redução da temperatura	25
Figura 3.8 - Representação esquemática da nucleação e crescimento da bainita.	26
Figura 3.9 - A dissipação total de energia, dissipação devido ao pico do elemento de lig	a e
dissipação devido ao efeito de arrasto do soluto em função da velocidade da interface	27
Figura 3.10 - Representação esquemática do efeito TRIP	28
Figura 3.11 - Discordâncias geradas na ferrita devido a transformação martensítica	29
Figura 3.12 - Tensão necessária para a transformação martensítica	30
Figura 3.13 - Efeito dos elementos de liga na curva TTT para os aços assistidos pelo o efe	eito
TRIP	32
Figura 3.14 - Rota térmica convencional de obtenção do aço CFB e as respectiv	vas
microestruturas.	33
Figura 3.15 - Tratamento isotérmico duplo	33
Figura 3.16 - Ciclo térmico de têmpera e partição à base de bainita (BQ&P).	34
Figura 3.17 - Fotomicrografias das amostras submetidas ao ciclo convencional sob variação	de
tempo e temperatura de austêmpera	36
Figura 3.18 - Curva TTT para o aço bainítico	37
Figura 3.19 - Resistência à tração e alongamento uniforme em função do tempo	de
transformação bainítica	39
Figura 3.20 - Percentual de austenita retida em função o tempo de austêmpera	39
Figura 4.1 - Fluxograma das etapas executadas	41
Figura 4.2 - Desenho esquemático da chapa utilizada para os tratamentos térmicos.	42
Figura 4.3 - Ciclo de tratamento térmico empregado.	43
Figura 4.4 - Microscópio Fortel com sistema de digitalização Kontrol.	44
Figura 4.5 - Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2T.	46
Figura 4.6 - Desenho esquemático do corpo de prova de tração.	46

Figura 5.1 - Fotomicrografias das amostras normalizadas em função do tempo	49
Figura 5.2 - Fotomicrografias das amostras T10, T100 e T300 em função do tempo	51
Figura 5.3 - Difratogramas das amostras em função do tempo	53
Figura 5.4 - Fração volumétrica de austenita retida em função do tempo de austêmpera	54
Figura 5.5 - Dureza Vickers das amostras T10, T100 e T300 em função do tempo	54
Figura 5.6 - Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU) das amostras em função do tempo	de
austêmpera	56
Figura 5.7 - Curvas tensão versus deformação convencionais e de engenharia determinado	os a
partir de ensaios de tração em função do tempo de austêmpera.	57
Figura 5.8 - Expoentes de encruamento n em função do tempo de austêmpera	59
Figura 5.9 - Taxa de encruamento versus deformação real das amostras	60
Figura 5.10 - Expoente de encruamento instantâneo versus deformação real	62
Figura 5.11 - Análise de Crussard-Jaoul	63

# LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Propriedades mecânicas do aço bainítico livre de carboneto após austêmpe	era em
temperaturas de 350°C, 375°C e 400°C por 1000 s e 3600 s .	35
Tabela 3.2 - Efeito da temperatura de austêmpera nas propriedades mecânicas do aço ba	inítico
livre de carboneto.	37
Tabela 4.1 - Composição química (% em peso) do aço no estado inicial.	42
Tabela 4.2 - Temperaturas Ac1, Ac3 e de transformação martensítica e bainítica em	graus
Celsius (°C)	43
Tabela 4.3 - Parâmetros de processamento térmico aplicados ao material.	43
Tabela 5.1 - Valores de limite de resistência à tração, limite de escoamento e alonga	mento
uniforme determinados a partir de ensaios de tração.	58
Tabela 5.2 - Valores médios de expoente de encruamento e fator de correlação para aná	lise de
encruamento obtidos pelo método de linearização da curva $\sigma \ge \epsilon$	58

#### LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- MILD Aços de Baixa Resistência (Mild Steels)
- IF Aços livres de intersticiais (Interstitial-Free)
- HSS Aços Convencionais de Alta Resistência (High Strength Steels)
- IF-HS Aços Livres de Intersticiais de Alta Resistência (Interstitial-Free, High-Strength)
- BH Aços Endurecíveis pela Cura da Pintura (Bake-Hardenable)
- CMn Aços Carbono-Manganês (CMn)
- FB Aços Ferríticos-Bainíticos
- HSLA Aços de Alta Resistência e Baixa Liga (High-Strength, Low-Alloy)
- AHSS Aços Avançados de Alta Resistência (Advanced High Strength Steels)
- UHSS Aços de Ultra Resistência (Ultra-High Strength Steels)
- DP Aços Bifásicos (Dual Phase)
- TRIP Transformação Induzida por Plasticidade (Transformation-Induced Plasticity)
- CP Aços de Fases Complexas (Complex-Phase)
- MART Aços Martensíticos (Martensitic)
- TWIP Transformação Induzida por Maclação (Twinning-Induced Plasticity)
- U-AHSS Aços Avançados de Ultra Resistência (Ultra-Advanced High Strength Steel)
- Médio-Mn TRIP Aços Médio Manganês com Transformação Induzida por Plasticidade
- Q&P Têmpera e Partição (*Quenching and Partitioning*)
- CFB Aços Bainíticos Livres de Carbonetos (Carbide-Free Bainitic)
- MEV Microscopia eletrônica de varredura
- RA Austenita retida
- MET Microscopia eletrônica de transmissão
- B Bainita
- M Martensita
- TA Temperatura ambiente
- MO Microscopia óptica
- DRX Difração de Raios X
- LRT Limite de resistência à tração
- LE Limite de escoamento
- AU% Alongamento uniforme percentual

### LISTA DE SIMBOLOS

MPa – Megapascal

- % Porcentagem
- GPa Gigapascal
- s Segundos
- Ms Temperatura de transformação inicial da martensita
- Mf Temperatura de transformação final da martensita
- $\alpha$ ' Martensita com estrutura tetragonal de corpo centrado
- $\gamma$  Austenita: estrutura cúbica de face centrada
- $\alpha$  Ferrita
- $\alpha_b$  Ferrita bainítica
- $\sigma$  Tensão normal
- $\tau$  Tensão cisalhante
- RA Austenita retida
- µm micrómetro
- AC1 Temperatura de início da formação austenítica durante aquecimento
- AC3 Temperatura de fim de formação austenítica durante aquecimento
- Bi Temperatura de início da transformação bainítica
- Fe<sub>3</sub>C Cementita
- ε Deformação verdadeira
- e Deformação convencional
- $\partial \sigma / \partial \varepsilon$  Taxa de encruamento
- n Expoente de encruamento
- ninst Expoente de encruamento instantâneo
- K Coeficiente de resistência
- M/A Martensita/Austenita

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS	15
2.1 Objetivo Geral	15
2.2 Objetivos Específicos	15
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
3.1 Demandas da Indústria Automobilística e os Aços Avançados de Alta Resistência	16
3.2 Aços Bainíticos Livres de Carbonetos	19
3.2.1 Microestrutura e mecanismos de transformação	19
3.2.1.1 Transformação martensítica	23
3.2.1.2 Transformação bainítica	25
3.2.1.3 Transformação martensítica por deformação plástica (Efeito TRIP)	27
3.2.1.4 Influência dos elementos de liga na microestrutura	30
3.2.2 Processamentos dos aços CBF	32
3.2.3 Relação entre microestrutura e propriedades mecânicas para aços CFB	35
3.2.3.1 Bainita e sua influência nas propriedades mecânicas	35
3.2.3.2 Austenita retida e seu papel na ductilidade	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1 Procedimento Geral do Trabalho Desenvolvido	41
4.2 Material	41
4.3 Tratamentos Térmicos	42
4.4 Caracterização Microestrutural	44
4.4.1 Microscopia óptica	44
4.4.2 Difração de Raios X	45
4.4.2.1 Análise quantitativa de austenita retida	45
4.5 Caracterização Mecânica	45
4.5.1 Ensaio de Dureza	45
4.5.2 Ensaio de Tração	46
4.5.2.1 Análise do encruamento	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	49
5.1 Caracterização Microestrutural	49
5.1.1 Microscopia ótica	49
5.1.2 Análise por Difração de raios X	52
5.2 Caracterização Mecânica	54

5.2.1 Ensaio de Dureza	54
5.2.2 Ensaio de Tração	55
5.2.3 Análise do encruamento	58
5.2.3.1 Expoente de encruamento	58
5.2.3.2 Taxa de encruamento	60
5.2.3.3 Expoente de encruamento instantâneo	61
5.2.3.4 Análise de Crussard-Jaoul	62
6 CONCLUSÃO	65
REFERÊNCIAS	66

# 1 INTRODUÇÃO

Em vista da crescente preocupação com a poluição ambiental, a conservação de energia e a redução de emissões de gases do efeito estufa dos automóveis têm recebido grande atenção nos últimos anos. Os aços avançados de alta resistência (AHSS - *Advanced High Strength Steels*) podem reduzir o peso da carroceria do automóvel, devido ao uso de chapas de menor espessura, com a premissa de garantir a segurança pessoal, economizando assim o consumo de energia. Portanto, aços avançados de alta resistência, como os aços bainítico livre de carbonetos (CFB - *Carbide-Free Bainitic*) que apresentam combinação resistência mecânica-ductilidade, são o principal objetivo de pesquisa e desenvolvimento de siderúrgicas e empresas de fabricação de automóveis (WU *et al.*, 2019; PENG *et al.*, 2018).

De forma abrangente, a microestrutura típica dessas ligas é composta de matriz bainítica, comumente livre de carbonetos, e austenita retida dispersa como ilhas ou filmes finos, passível de sofrer o efeito TRIP, e ocasionalmente, uma diminuta fração de martensita (DAI *et al* 2021).

O processamento dos aços CFB tradicionalmente envolve o ciclo de austenitização completa e austêmpera onde os aços sofrem austenitização em temperaturas no campo austenítico, em que existe a austenita ( $\gamma$ ), e subsequente resfriamento até a faixa de transformação bainítica (LIU *et al*, 2018). Isso é seguido por resfriamento à temperatura ambiente para obter M/A (martensita e austenita retida).

Nos últimos anos, existem pesquisas sobre aços CFB que se concentram na influência de parâmetros como temperatura e tempo de austenitização e austêmpera (EBNER *et al*, 2018; HOFER *et al*, 2016), a relação entre a evolução da microestrutura e propriedades mecânicas (HOFER *et al*, 2016; HASE *et al*, 2016), bem como otimização do processamento desses aços (GAO *et al*, 2014; LONG *et al*, 2014). Esses estudos se concentraram principalmente na fração e metaestabilidade da austenita retida (RA).

O efeito TRIP é descrito pela transformação de fase austenítica induzida pela plasticidade, ou seja, é fundamentado na transformação da austenita retida, obtida por tratamento térmico ou processamento termomecânico prévio, em martensita durante a deformação plástica (XIE *et al.*, 2016). Esse fenômeno apresenta como consequência o elevado aumento da taxa de encruamento do material que posterga o início da estricção, aumentando a capacidade de deformação uniforme, significando, por fim, resistência mecânica, ductilidade e tenacidade (FU *et al.*, 2014, SHEN *et al.*, 2015).

Contudo, mesmo com as pesquisas sobre o tema aços para a indústria automotiva, o qual inclui os aços CFB, a compreensão dos parâmetros, como estado inicial e do processamento, controlando a estabilidade da austenita ainda é considerada limitada (DAÍ *et al*, 2021).

Desta forma, este trabalho investigou a influência do tempo de austêmpera na microestrutura, em termos de constituintes, metaestabilidade austenítica, responsável por postergar a estricção do material, e a influência da microestrutura no comportamento mecânico.

#### **2 OBJETIVOS**

#### 2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste estudo é estabelecer a influência do tempo de encharque na austêmpera, características microestruturais correspondentes e seus efeitos nas propriedades mecânicas de um aço bainítico livre de carbonetos.

# 2.2 Objetivos Específicos

• Investigar o efeito dos diferentes tempos de encharque na microestrutura de um aço bainítico livre de carbonetos;

• Avaliar dos efeitos do tempo de encharque durante a austêmpera na estabilização da austenita retida mediante cálculo da fração volumétrica;

• Analisar a influência da microestrutura e da proporção de seus constituintes nas propriedades mecânicas do material, considerando resistência mecânica e ductilidade;

• Examinar o efeito do tempo de austêmpera na capacidade do encruamento pelo o método de linearização, taxa de encruamento, expoente de encruamento instantâneo e análise de Crussard-Jaoul.

# **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### 3.1 Demandas da Indústria Automobilística e os Aços Avançados de Alta Resistência

Dada sua grande participação no mercado do aço e a alta pressão da indústria na melhoria de seu desempenho em relação ao peso e ao preço, os aços avançados de alta resistência para aplicações automotivas foram e continuam sendo um grande impulsionador no desenvolvimento de novos aços. Como resultado, ocorreram grandes desenvolvimentos em sua composição, processos de fabricação, microestrutura e propriedades desde a aplicação do aço na carroceria de carros de primeira geração (DAI *et al*, 2021).

As primeiras gerações do aço para setor automotivo eram aços CMn simples obtidos por meio de um processo termomecânico simples, resfriamento contínuo imediatamente após a laminação a quente do aço em um estado totalmente austenítico. A microestrutura resultante era composta por ferrita e perlita e ainda apresentava um maior número de impurezas, apresentando tipicamente como propriedades mecânicas uma resistência ao escoamento de cerca de 180 MPa e uma resistência à tração de 330 MPa (FONSTEIN, 2015).

Um grande passo no sentido de melhorar substancialmente as propriedades mecânicas dos aços foi o desenvolvimento dos aços AHSS, quando o conceito de aços multifásicos fora do diagrama de equilíbrio foi adotado, ocasionando no desenvolvimento de aços bifásicos (DP - *Dual Phase*), os quais a microestrutura consistia em ferrita e um fração considerável de martensita. Essa microestrutura foi obtida não por meio de grandes mudanças na composição do aço, mas pelo ajuste das transformações de fase fora do equilíbrio e partição de elementos usando uma estratégia de resfriamento de vários estágios (TASAN *et al*, 2015). No caso dos aços DP, o resfriamento lento do estado totalmente austenítico leva à formação de ferrita e enriquecimento de carbono da austenita remanescente. Então, o resfriamento rápido deixa a ferrita inalterada, mas transforma a austenita restante em martensita, desde que a austenita restante tenha temperabilidade suficiente (DAÍ *et al*, 2021).

A próxima etapa no desenvolvimento dos aços AHSS veio com a compreensão de que as propriedades mecânicas poderiam ser aprimoradas pela introdução de austenita retida metaestável (RA – *Retained Austenite*) nas microestruturas multifásicas. A austenita retida pode transformar-se em martensita durante a deformação plástica, permitindo assim um maior alongamento uniforme antes da estricção, ou seja, efeito de plasticidade induzida por transformação (TRIP) (JACQUES *et al*, 2001).

A geração mais antiga de tais aços contendo RA são os aços multifásicos assistidos por TRIP, com uma microestrutura que é uma matriz de ferrita-bainita intercalada com RA em bloco e tipo filme. As propriedades dos aços TRIP assemelham-se as dos aços DP, mas com uma resistência superior para uma dada ductilidade ou uma ductilidade superior para um determinado nível de resistência (DE COOMAN, 2004). A produção da microestrutura multifásica característica dos aços assistidos pelo efeito TRIP tem sido feita por diversas rotas de processamento térmico. O mais usual utiliza-se do recozimento intercrítico seguido de austêmpera, nomeado de ciclo térmico em duas etapas, sendo aplicado às chapas previamente laminadas a frio ou a quente (CHATTERJEE, 2006).

O próximo passo lógico na melhoria das propriedades mecânicas é a substituição da fração de ferrita dos aços TRIP por uma fração de bainita, buscando aumento de resistência mecânica, mantendo uma fração RA comparável. Isso levou à formulação de aços bainíticos livre de carbonetos (CFB). A abordagem depende da seleção da composição certa, em particular uma concentração de Mn mais alta, de modo que a transformação da bainita não prossiga até a conclusão, mas pare cineticamente. A austenita no final do tratamento austêmpera se torna RA (SUGIMOTO, HOJO, KOBAYASHI, 2017).

Por fim, como as propriedades mecânicas parecem estar altamente ligadas à quantidade de RA, muito esforço foi feito para aumentar a fração de RA por meio do projeto da liga. A pesquisa sobre os efeitos do elemento de estabilização de austenita Mn na microestrutura do aço levou a uma nova família de aços automotivos, a qual contém uma concentração de Mn de cerca de  $3 \sim 10\%$  em peso, ou seja, aços médios Mn. Aços médios Mn são recozidos intercriticamente para obter uma ferrita ultrafina e mistura de  $20 \sim 50\%$  em volume de austenita, durante a qual C e Mn se dividem entre martensita (ou ferrita) e austenita para aumentar a estabilidade da austenita. Esse processamento é denominado tratamento de reversão de austenita (ART) (SUH, KIM, 2017).

Billur e Altan (2013) classificaram os aços para a indústria automotiva em aços de baixo carbono (*Mild Steels*), aços convencionais de alta resistência (HSS - *Conventional High-Strength Steel*) e aços avançados de alta resistência (AHSS - *Advanced High-Strength Steel*), por sua vez, este último é dividido em três gerações. Na Figura 3.1, tem-se a classificação e comparação dos aços e as suas propriedades mecânicas, bem como as microestruturas que normalmente são encontradas em cada aço.



Figura 3.1 - Classificação e comparação das propriedades mecânicas e suas microestruturas de diversas classes de aços

Resumindo, a classificação dos aços AHSS é de acordo com os níveis de desenvolvimento, sendo divididos em três gerações de aços. A Primeira Geração inclui os aços bifásicos (DP), de fases complexas (CP - *Complex Phase*), aços com plasticidade induzida pela deformação (TRIP - *Transformation-Induced Plasticity Steels*), e Martensíticos (MART), aços esse que combinam melhor resistência mecânica e ductilidade, sem significativamente, aumentar o custo quando comparados aos aços convencionais de alta resistência (HSS) (ZHAO, ZHENGYI, 2018).

A Segunda Geração engloba os aços com plasticidade induzida por maclação (TWIP -*Twinning Induced Plasticity Steels*) e Inoxidáveis Austeníticos (AUST.SS). Essa geração de aços exibe maiores valores de deformação e resistência mecânica, mas, por requererem altos teores de elemento de liga, apresentam elevado custo de produção (ZHAO, ZHENGYI, 2018).

A Terceira Geração está sendo desenvolvida e os primeiros exemplos dessa geração de aços exibiram propriedades mecânicas intermediárias, quando comparados aos aços das gerações anteriores (ZHAO, ZHENGYI, 2018). Os principais avanços são o aprimoramento das propriedades dos aços *Dual Phase*, modificações no processamento convencional dos aços TRIP, bem como o emprego de novas rotas de fabricação, desenvolvimento de aços TRIP com médio teor de Mn e desenvolvimento dos aços bainíticos livres de carbonetos (CFB) (NANDA, SINGH, *et al.*, 2016).

Em relação as (a) propriedades e (b) sua microestrutura correspondente. IF: aço *Interstitial Free*; HSLA: aço de baixa liga alta resistência; DP: aço bifásico; CP: aço de fase complexa; Mart: aço martensítico; TRIP: aço com plasticidade induzida por transformação; TWIP: aço com plasticidade induzida por maclação; CFB: aço bainítico sem carboneto; Q&P: têmpera e partição de aço. Fonte: DAI *et al.*, 2021

#### 3.2 Aços Bainíticos Livres de Carbonetos

O aço CFB tem sido considerado um dos materiais mais inovadores da família de AHSSs de 3ª geração assistido pelo o efeito TRIP, apresentando baixo teor de elementos de liga e potencial efeito TRIP durante a deformação. Esses se distinguem principalmente pelo tipo, morfologia e tamanho da matriz bainítica, juntamente com a fração e estabilidade da austenita retida (LIU, 2018).

A descoberta da bainita por Davenport e Bain em 1929 por meio da retenção isotérmica de uma tira em uma temperatura intermediária possibilitou o desenvolvimento de aços bainíticos modernos. Bhadeshia e seus colegas de trabalho, em 1998, descobriram que a estrutura bainítica poderia ser refinada diminuindo a temperatura de transformação, produzindo um aço CFB nanoestruturado compreendendo lamelas ultrafinas de ferrita bainítica e filme de austenita retida (LIU, 2018).

Duas morfologias de austenita podem ser retidas após a transformação bainítica: filme de austenita, distribuído entre subunidades individuais de ferrita bainítica, e blocos de austenita grosseiros, localizados entre feixes não paralelos de bainita. A austenita em blocos é mecanicamente instável e se transforma em martensita sob baixas cargas externas, que tem menor contribuição para a ductilidade dos aços CFB. Portanto, a austenita em blocos deve ser diminuída ou, idealmente, removida, para garantir a alta ductilidade e resistência dos aços CFB (LIU, 2018).

#### 3.2.1 Microestrutura e mecanismos de transformação

A microestrutura dos aços CBF é definida como multifásica, observada em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) na Figura 3.2, sendo constituída por bainita (80 a 95%) como fase matriz, eventualmente, por pequenas frações de martensita, e por fim, austenita retida (RA) rica em carbono (LIU, 2018). A austenita retida pode representar cerca de 5 a 20% do volume total da microestrutura inerente, de forma que aproximadamente metade se transforma gradualmente em martensita durante a conformação mecânica das chapas (CHIANG, BOYD e PILKEY, 2015). Essas frações podem variar devido aos processos empregados para a produção, bem como em função da quantidade dos elementos de liga presentes em sua composição.





B: Bainita; M/A: Martensita/austenita; αb: ferrita bainítica; γ: austenita (a) microscopia eletrônica de varredura; (b) microscopia eletrônica de transmissão Fonte: DAÍ *et al*, 2021

A obtenção da maior fração possível de austenita retida na microestrutura se torna necessária, contudo esta pode não estar suficientemente metaestabilizada fazendo com que a transformação martensítica ocorra durante o arrefecimento até a temperatura ambiente. Assim, é possível encontrar alguma fração de martensita formada durante o resfriamento do material, integrando a microestrutura por meio de um constituinte chamado de M/A (martensita + austenita retida), o qual, segundo Colpaert (2008), é nomeado dessa forma por se tratar de regiões que respondem uniformemente à maioria dos reagentes químicos utilizados para caracterização microestrutural, o que torna difícil a distinção entre a martensita e a austenita retida.

As morfologias ferríticas encontradas ocorrem em função da composição da liga, ou seja, em termos da quantidade de carbono e dos demais elementos de liga, além da taxa de resfriamento a partir do estado austenítico. Por isso, foram elaborados vários sistemas de classificação dos diversos tipos de ferrita, sendo que o Comitê de Bainita (*Bainite Committee*) do ISIJ (*The Iron and Steel Institute of Japan*) unificou as nomenclaturas dessas diversas morfologias encontradas em aços baixo e ultra-baixo-carbono, classe de interesse do material estudado (KRAUSS, 2005).

A ferrita acicular ou ferrita bainítica, apresentada na Figura 3.3, é encontrada em aços baixo e ultrabaixo carbono, uma vez que a quantidade de carbono estabiliza a austenita encontrada entre as ripas da ferrita acicular. Essa ferrita é obtida sob temperaturas intermediárias utilizando taxas de resfriamento maiores, apresentando morfologia caracterizada por cristais finos de ferrita com formato acicular em grupos paralelos de ripas, exibindo entre as ripas a austenita retida ou o constituinte M/A (KRAUSS, 2005).

Figura 3.3 - Fotomicrografias da morfologia da ferrita bainítica



Fonte: COLPAERT, 2008.

A austenita, caracterizada pela estrutura cúbica de faces centradas (CFC), apresenta estabilidade em temperaturas altas, além de exibir maior solubilidade de carbono, comparada à ferrita. Essa maior solubilidade é devida às menores tensões que o carbono intersticial impõe sobre os átomos de ferro e, da mesma forma, apresenta-se como um elemento estabilizador (CALLISTER, 2012).

A obtenção da austenita em temperatura ambiente pode ser realizada por meio de elementos que a estabilizam em baixas temperaturas, chamados de gamagêneos, ou por meio de ciclos térmicos diversos. Essa fase, agora, metaestável, é chamada de austenita retida e é ela que dá origem à martensita formadas pelo efeito TRIP (COLPAERT, 2008).

Nos aços assistidos pelo efeito TRIP, a austenita é nomeada de retida, devido à incompleta transformação bainítica durante a austêmpera. Saeidi *et al.* (2017) explicam que durante a transformação bainítica ocorre a movimentação de carbono da ferrita para a austenita que a circunda, e com a adição de alguns elementos de liga, que inibem a precipitação dos carbonetos, possibilita manter a austenita rica em carbono, estabilizando-a à temperatura ambiente por meio da redução da temperatura de início da transformação martensítica (Ms).

De forma geral, a bainita apresenta duas morfologias, classificadas de acordo com suas características microestruturais e de suas faixas de temperatura de formação: a bainita inferior e a bainita superior (KRAUSS, 2005). A principal diferença entre ambas ocorre pela forma como os carbonetos são precipitados na microestrutura, sendo que esta divergência não é possível de visualizar no microscópio óptico (MO) (COLPAERT, 2008). A Figura 3.4 mostra uma ilustração esquemática, no qual se evidencia a diferença de formação das duas bainitas.



Figura 3.4 - Esquema representativo da formação das bainitas

Fonte: BHADESHIA, 2001 (Adaptado).

A bainita superior, formada entre 550 e 400°C em aços carbono, apresenta morfologia de placas paralelas de ferrita, entre as quais se precipitam ripas de carboneto. Sua formação ocorre em duas etapas. A primeira baseia-se na nucleação de ferrita bainítica nos contornos de grãos da austenita, seguindo pela precipitação dos carbonetos, devido à baixa solubilidade de carbono intersticial na ferrita, tornando a austenita periférica enriquecida deste elemento (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006).

A bainita inferior, formada entre 250 e 400°C em aços carbono, tem sua morfologia e particularidades cristalográficas bem similares às da bainita superior. Contudo, a diferença está nos carbonetos que se precipitam também no interior das placas de ferrita. Deste modo, a bainita inferior apresenta dois tipos de carbonetos precipitados: os que se depositam entre as placas de ferrita bainítica, e aqueles que se precipitam no interior da ferrita supersaturada (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006).

Obtida sob resfriamento brusco do aço austenitizado, a martensita, definida como um microconstituinte ou fase, é formada por meio do resfriamento com velocidade suficientemente rápida, favorecendo as transformações displacivas, ou seja, a difusão de carbono é evitada e, por consequência, as transformações perlíticas e bainíticas (SILVA e MEI, 2006).

A martensita é definida como uma solução sólida supersaturada de carbono, apresentando uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) (COLPAERT, 2008). Tal estrutura cristalina é devido a uma distorção sofrida, durante a transformação displaciva, da estrutura cúbica de face centrada (CFC) da austenita, sendo que a intensidade dessa distorção é em função do teor de carbono do aço, apresentando-se como uma fase dura (SILVA e MEI, 2006).

Em termos de propriedades mecânicas, a martensita se apresenta como uma microestrutura mais dura, resistente e frágil. Essas propriedades estão ligadas à forma eficiente dos átomos intersticiais de carbono em obstruir o movimento das discordâncias e ao número reduzido de sistemas de escorregamento presentes na estrutura TCC (CALLISTER e RETHWISCH, 2015).

Influenciada pelo teor de carbono, a morfologia martensítica pode ser em forma de ripas ou em placas, sendo que recorrente em aços baixo carbono e em aços mais ricos de carbono, respectivamente (COLPAERT, 2008). Na Figura 3.5 é possível observar as morfologias da martensita, nas regiões em preto, bem como a austenita retida, indicada pelas regiões mais claras.



(a) em ripas; (b) em placas. Fonte: COLPAERT, 2008.

(b)

#### 3.2.1.1 Transformação martensítica

Com a redução da temperatura, durante o tratamento térmico, a mobilidade atômica se torna cada vez mais restrita, de forma que a difusão e a movimentação atômica extensa se tornam dificultadas. Ainda assim, quando não há condições de reorganização dos átomos na rede cristalina, existem formas de reorganização por mecanismos não difusionais que reduzem a energia livre de Gibbs da estrutura. No caso dos aços, uma das formas de reorganização atómica é a transformação martensítica, que como o próprio nome mostra, origina a fase e constituinte Martensita, descrita anteriormente (COLPAERT, 2008).

A transformação martensítica tem seu início assim que a temperatura de início (Ms) é atingida, representando a quantidade de força motriz termodinâmica necessária para começar a transformação e varia de acordo com a composição da liga, contudo a temperatura deve ser relativamente baixa a fim de que se impeça a difusão do carbono (SILVA E MEI, 2006). Deve se ressaltar que se o resfriamento é interrompido, a transformação também é interrompida e somente continuará com o decaimento para temperaturas mais baixas. Assim, a fração de austenita transformada em martensita depende do resfriamento aplicado ao material (KRAUSS, 2005).

O mecanismo de transformação, diferentemente do que ocorre em mecanismos difusionais, ocorre por deformação da estrutura, caracterizado por um movimento cooperativo de átomos que se deslocam quase que simultaneamente. Desta forma, a martensita é obtida mediante um processo displacivo (KRAUSS, 2005).

Para a acomodação da superfície martensítica recém-gerada, tem-se a deformação plástica da superfície da austenita parente, como apresentado na Figura 3.6 (a). Elucida-se que a fração transformada se encontra deslocada em relação à austenita adjacente, apresentando uma inclinação de sua face, uma vez que em uma transformação difusional não ocorre a formação de uma superfície irregular, com degraus e adiciona-se que essa permanece coerente com fase austenita, macroscopicamente, como apresentado na Figura 3.6 (b) (KRAUSS, 2005).



(a) esquema representativo, que mostra como a martensita permanece coerente, macroscopicamente com a austenita;
(b) plano de deformação plástica da superfície da austenita parente.
Fonte: COLPAERT, 2008 (Adaptado).

Considerando outras particularidades da transformação martensítica, elucida-se que sua formação ocorre de forma instantânea, ou seja, as plaquetas nucleiam e crescem a uma velocidade extremamente elevada, sendo assim, considerada independente do tempo e, bem como não é prevista no diagrama de fases ferro-cementita, se caracteriza como uma fase fora de equilíbrio ou metaestável (CALLISTER e RETHWISCH, 2015).

A fenomenologia da nucleação e crescimento da martensita, seja em placas ou ripas, como escrito anteriormente, ocorre de forma rápida, e apresenta o comportamento mais no sentido de alongar-se do que o no sentido de aumentar a espessura da ripa. Assim, o crescimento

da ripa é interrompido por alguma barreira, sendo os mais comuns o contorno de grão austenítico, e posteriormente, com a redução da temperatura, de alguma agulha anteriormente formada, como apresentada na Figura 3.7.



Figura 3.7 - Esquema de formação da martensita com a redução da temperatura

 $\gamma$ : austenita;  $\alpha$ ': martensita;  $\Delta$ T: redução da temperatura Fonte: COLPAERT, 2008 (Adaptado).

Além disso, adiciona-se que é classificada como uma transformação atérmica, uma vez que não se faz necessário ativação térmica para ocorrer, de forma que sua velocidade de formação se mantém sob baixas temperaturas (SILVA e MEI, 1988).

#### 3.2.1.2 Transformação bainítica

Sob temperaturas entre a de decomposição de austenita em perlita fina, e a de transformação martensítica, ocorre a transformação bainítica (COLPAERT, 2008). Pode ser produzida de forma atérmica, sob taxas de resfriamento que não possibilitem a formação de perlita e nem de martensita, bem como em tratamento isotérmico (BHADESHIA, 2001; BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006). Em geral, existem duas escolas concorrentes, a escola difusional e adifusional, que explicam a ocorrência do fenômeno de transformação bainítica de forma diferente (DAÍ *et al*, 2021).

No mecanismo sem difusão, a transformação bainítica inicialmente procede de maneira deslocada e sem difusão, semelhante à transformação martensítica, seguida rapidamente pelo enriquecimento local com carbono da austenita ao redor da bainita formada. No entanto, a taxa de alongamento medida experimentalmente da ferrita bainítica é significativamente mais lenta do que a da martensita (DAÍ *et al*, 2021).

Ainda nesse pensamento, a transformação ocorre em duas etapas, sendo elas, a nucleação da subunidade e crescimento do feixe. Na Figura 3.8 é ilustrada uma representação esquemática do processo que se observa, em torno dos grãos austeníticos, a nucleação da ferrita bainítica supersaturada em carbono. Essa desenvolve-se como uma placa até que o

empilhamento de discordâncias na interface ferrita bainítica/austenita impossibilite a continuidade do crescimento, de forma que na extremidade das placas são formadas novas placas, originando um feixe. Após o crescimento da placa bainítica, o excesso de carbono pode difundir e sair da ripa de bainita (ANAZAWA, 2007). O feixe bainítico desenvolve-se por nucleação e crescimento das subunidades, e espera-se que a taxa média de crescimento de um feixe bainítico seja muito mais lenta do que a da subunidade devido aos atrasos entre a formação de subunidades sucessivas (DAÍ *et al*, 2021).





Fonte: DAÍ et al (2021).

Na transformação bainítica, bem como na transformação martensítica, ocorre uma modificação na forma da região transformada e, por consequência, origina-se uma deformação na austenita circunvizinha. Dessa forma, a formação da bainita também ocorre um mecanismo displacivo (KRAUSS, 2005).

Considerando o mecanismo difusional, a formação de bainita não apresentaria diferença essencial com a formação da ferrita pró-eutetoide, ambas podem ser consideradas produtos de transformação resultantes de um comportamento competitivo da decomposição austenítica (DAÍ *et al*, 2021). Aaronson *et al*. (2004) propuseram um modelo chamado de arrasto de soluto acoplado, no qual a interação atrativa entre o carbono e os átomos substitucionais particionados na interface foi considerada como fator de influência na atividade do carbono perto da interface, a qual desacelera a taxa de transformação bainítica.

Inspirado pelo conceito de arrasto de soluto acoplado, Chen *et al* (2016) propuseram um modelo denominado Balanço de Energia de Gibbs (GEB) para prever quantitativamente a transformação incompleta para a formação de bainita. No modelo GEB, assume-se que o estado

de estase ocorre quando a força motriz química não consegue superar a dissipação máxima da energia de Gibbs devido à difusão do soluto dentro da interface. A dissipação da energia de Gibbs devido à difusão dentro da interface foi estimada usando o modelo de arrasto de soluto.

A dissipação de energia de Gibbs devido à difusão dentro da interface é composta por duas partes, isto é, a dissipação devido ao efeito de arrasto do soluto e a dissipação devido ao pico do elemento de liga, como apresentado na Figura 3.9. A dissipação é fortemente dependente da velocidade da interface, que determina o comportamento de segregação/particionamento na interface, a qual o perfil de difusão do soluto dentro da interface é fortemente dependente da velocidade da interface (CHEN *et al*, 2016).

Figura 3.9 - A dissipação total de energia, dissipação devido ao pico do elemento de liga e dissipação devido ao efeito de arrasto do soluto em função da velocidade da interface



Fonte: CHEN et al, 2016

Apesar dos esforços abundantes para resolver o problema, o mecanismo de transformação bainítica tem sido ferozmente debatido por décadas, mas nos últimos tempos experimentou-se mais sinais de apreciação e reconhecimento mútuos, para ambos os mecanismos. Experimentos mais dedicados e/ou técnicas de caracterização alternativas são necessários para entender melhor o mecanismo de transformação bainítica incompleta. Contudo, comparando-se as teorias sobre a transformação bainítica, as teorias sem difusão têm sido mais usadas para projetar aços CFB automotivos até agora (DAÍ *et al*, 2021).

#### 3.2.1.3 Transformação martensítica por deformação plástica (Efeito TRIP)

A transformação martensítica por deformação plástica, ou o efeito TRIP, é um fenômeno que acontece em aços que apresentam quantidade de austenita retida, de forma que durante a deformação plástica ocorre a transformação da austenita em martensita. Esse efeito,

aliado às características microestruturais, são cruciais para a obtenção da combinação de propriedades dos aços AHSS (KANG *et al.*, 2016; YI, 2014).

Para os aços assistidos pelo efeito TRIP, quando estão sob a aplicação de uma tensão, a austenita retida localizada na região em que ocorre a deformação sofre a transformação martensítica, sendo continuamente substituída pela recém-formada martensita, como apresentado na Figura 3.10 (FONSTEIN, 2015). Este fenômeno ocorre uniforme e continuamente, de forma que a deformação se desenvolve nas regiões até então não deformadas, onde a resistência é relativamente menor, devido à ausência da martensita.





γ: austenita retida; M: martensita Fonte: FONSTEIN, 2015 (Adaptado).

Essa transformação é responsável pelo aumento da taxa de encruamento do material e, consequentemente, da resistência mecânica. Acrescenta-se que esse fenômeno posterga a instabilidade plástica do material, ocasionando uma maior ductilidade como resultado (HAJIANNIA, 2018).

Os grãos de austenita, que apresentam estrutura cúbica de faces centradas (CFC), transformam-se em martensita, a qual pela distorção da estrutura CFC, assume-se estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC). Essa modificação de estrutura cristalina leva à mudanças de volume, causando deformação plástica nos grãos vizinhos e surgimento de discordâncias na interface entre a fase adjacente e a martensita, consequentemente, como pode ser observado na Figura 3.11, em que as setas indicam as discordâncias presentes (JACQUES, 2004; LIU, HE e HUANG, 2018; ZIETEK e MRÓZ, 2016).



Figura 3.11 - Discordâncias geradas na ferrita devido a transformação martensítica

Fonte: JACQUES, 2004 (Adaptado).

Juntamente com o surgimento da martensita, o surgimento dessas discordâncias, que se multiplicam e interagirem entre si, bem como outras barreiras de movimentação, sofrem redução de sua mobilidade, provocando aumento da resistência mecânica do material (SOARES, GONZALEZ e SANTOS, 2017; ZHAO e JIANG, 2018).

Diferente da maioria dos aços, nos aços com efeito TRIP, a tensão aplicada ao material é a responsável por fornecer a energia termodinâmica necessária para que ocorra a transformação de fase (CHATTERJEE, 2006; LIU, HE e HUANG, 2018).

O nível de tensão necessário para iniciar o fenômeno TRIP está ligado à estabilidade mecânica da austenita retida, de forma que quanto maior é essa estabilidade austenítica, mais tardiamente ocorre a transformação martensítica. Um aço com efeito TRIP com austenita retida altamente estabilizada pode apresentar esse constituinte até que uma falha ou colisão a transforme em martensita, o que melhora a conformabilidade e segurança quando o material apresenta finalidade automotiva. Assim, para se alinhar resistência mecânica e ductilidade, a fração volumétrica da austenita retida e sua estabilidade devem ser cuidadosamente controladas (ZHAO e JIANG, 2018).

A relação da tensão com a temperatura necessária para que a transformação ocorra é apresentada na Figura 3.12. Observa-se que quanto mais elevada é a temperatura na qual se encontra o material, maior é a força ou tensão necessária para a ocorrência da transformação. Mas, à altas temperaturas a austenita retida não apresenta resistência mecânica elevada e, caso a tensão aplicada à estrutura exceda o seu limite de escoamento, a partir da temperatura Mαs, a sua transformação passa a ser precedida por uma deformação plástica, fazendo com que a energia de ativação para a transformação caia até que se atinja uma temperatura mais elevada na qual a transformação martensítica se torna impossibilitada. Essa temperatura, chamada M' é, portanto, um valor limite para que ocorra a transformação da austenita retida em martensita

mediante deformação plástica, no qual acima dela, nenhuma martensita é formada. (CHATTERJEE, 2006; LIU, HE e HUANG, 2018).



Figura 3.12 - Tensão necessária para a transformação martensítica

Ms: temperatura de início de transformação martensítica, M<sup>a</sup>s: temperatura na qual a tensão requerida para iniciar a transformação se equivale ao limite de escoamento da austenita retida, M': temperatura de fim da transformação martensítica por deformação plástica. Fonte: BLECK, GUO e MA, 2017 (adaptado).

Cai *et al.* (2016) e Morales-Rivas *et al.* (2016) acrescentam que entre Ms e M<sup> $\alpha$ </sup>s, a nucleação de grãos de martensita ocorre em sítios já existentes e é impulsionada pela tensão à qual o material é submetido. Já na faixa de temperatura entre M<sup> $\alpha$ </sup>s e M', a formação de martensita ocorre em sítios de nucleação introduzidos pela deformação plástica da austenita retida, que teve seu limite de escoamento transposto.

#### 3.2.1.4 Influência dos elementos de liga na microestrutura

O uso de elementos de liga, junto ao controle da quantidade de carbono, busca, além de otimizar e estabilizar a quantidade de austenita retida, controlar a precipitação de cementita, aumentar a dureza da ferrita e beneficiar transformação bainítica em perlítica (CHATTERJEE, 2006; CAI *et al.*, 2016; SHEN *et al.*, 2015).

A escolha dos elementos de liga é essencial para o desenvolvimento microestrutural, combinando as propriedades mecânicas necessárias no material. Para os aços assistidos pelo efeito TRIP, como é o caso do aço CFB, usualmente, utilizam o carbono, manganês, silício, alumínio, fósforo, nióbio, titânio, vanádio, cromo e molibdênio.

O carbono, principal elemento de liga, governa as transformações de fases e administra a microestrutura final e as propriedades mecânicas. Para a estabilização austenítica, se apresenta como elemento principal, tendo como concentração máxima de 0,4%p, fazendo com que alinhe resistência mecânica com ductilidade. Em teores superiores ao citado anteriormente apresenta problemas na soldagem (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017).

O manganês aumenta a resistência mecânica do material por meio do endurecimento por solução sólida, além de ser também um estabilizador austenítico, devido à redução da sua temperatura de transformação. Além disso, aumenta a solubilidade do carbono na austenita, a formação da ferrita é coibida durante o resfriamento e reduz a temperatura de precipitação da cementita, postergando a transformação perlítica (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017; CHATTERJEE, 2006).

O silício, da mesma forma que o manganês, favorece o aumento da resistência mecânica do material por endurecimento por solução sólida, e por apresentar baixa solubilidade na cementita, faz com que sua precipitação seja inibida durante a transformação bainítica. Contudo, durante os tratamentos térmicos, pode causar a formação de óxido de silício, prejudicando a qualidade dos produtos laminados. A solução mais utilizada é reduzir a quantidade de silício e adicionar alumínio, que apresenta comportamento similar (CHATTERJEE, 2006).

Adicionado como alternativa ao silício, o alumínio tem como efeito retardar a formação da cementita, contudo apresenta menor intensidade quando comparado aos demais. Além disto, o alumínio estimula a cinética de transformação bainítica, elevando a ductilidade do material. No entanto, sua adição acarreta o aumento da temperatura de início de transformação martensítica, e reduz a capacidade de endurecimento por solução sólida, quando comparado ao silício. A alternativa é adicionar o fósforo (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017).

Quando o uso de alumínio e silício se faz limitado, o fósforo, sob baixas concentrações, é suficiente para impedir a formação de cementita e por ser um elemento com alta capacidade de endurecimento por solução sólida, aumenta a resistência mecânica do material, (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017; CHATTERJEE, 2006).

O nióbio é utilizado, devido ao seu efeito refinador de grão, e por ser um elemento formador de carbonetos. No entanto, sua presença beneficia o enriquecimento de carbono na austenita, melhorando sua estabilização (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017).

Os demais elementos de liga, como o titânio, molibdênio e vanádio, são utilizados por causa do efeito refinador dos grãos e por favorecer o endurecimento por solução sólida, além de suprimir a formação da perlita. O cobre é utilizado para inibir a formação de cementita, aumentar a fração de austenita, além de provocar o endurecimento por solução sólida ou precipitação. O níquel e o cobre são utilizados para aumentar a estabilidade austenítica e a dureza do material, mas apresentam alto custo (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017; CHATTERJEE, 2006).

Na Figura 3.13 é apresentado um diagrama resumindo os principais efeitos dos elementos de liga no processamento dos aços assistidos pelo o efeito TRIP, citados anteriormente (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017).





Fonte: SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017 (Adaptado).

#### 3.2.2 Processamentos dos aços CBF

A produção da microestrutura multifásica característica dos aços assistidos pelo o efeito TRIP tem sido feita por diversas rotas de processamento térmico. O mais usual para os aços CFB é utilizar-se da austenitização completa seguido de austêmpera, sendo aplicado às chapas previamente laminadas a frio ou a quente (LIU, 2018).

Partindo de chapas laminadas a frio, como esquematizado na Figura 3.14, a chapa é aquecida desde a temperatura ambiente até a faixa de austenitização completa, acima de Ac<sub>3</sub> (campo de estabilidade da fase austenita  $\gamma$  no diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C), mantendo por um período de tempo buscando transformar em sua totalidade a microestrutura inicial ferrítica/perlítica em austenita. Posteriormente, é resfriado de forma controlada até uma faixa de temperatura em que ocorre a transformação bainítica, de forma que a fração restante de austenita é estabilizada, impedindo a transformação martensítica durante o resfriamento até a temperatura ambiente, realizado em seguida (BHADESHIA, 2001; DING, HEDSTRÖM e LI, 2016; SAEIDI *et al.*, 2017; LIU *et al.*, 2018).





 $\gamma$ : austenita, αb: bainita,  $\perp$ : discordâncias, •: carbono Fonte: LIU *et al.*, 2018 (Adaptado).

Uma segunda forma de processamento, chamada de Tratamento Isotérmico Duplo (*Two steps process*), como apresentado na Figura 3.15, baseia-se em duas etapas de austêmpera seguidas, em que a formação da bainita ocorre primeiro em uma temperatura mais alta e, em seguida, em uma temperatura mais baixa. Com a segunda etapa de austêmpera, espera-se que a ferrita bainítica seja mais fina e mais RA do tipo filme sejam formados, bem como se torna possível reduzir a temperatura da segunda parte de transformação bainítica, devido às temperaturas de início de transformação bainítica e Ms da austenita remanescente, diminuem devido ao enriquecimento de carbono durante a primeira etapa de retenção bainítica (LONG *et al*, 2014; HASE *et al*, 2006).



Fonte: HASE et al, 2016 (adaptado).

Modificações do tratamento isotérmico duplo tem sido propostas e estudadas, consistindo principalmente na variação dos tempos e temperaturas dos ciclos de austêmpera,

bem como a adição de mais etapas de austêmperas, sendo chamado de Tratamento isotérmico de múltiplas etapas. Essas modificações visam refinar a microestrutura bainítica formada, bem como aumentar ainda o enriquecimento da austenita retida, aumentando sua estabilidade (WANG, 2014).

A fim de reduzir a fração e o tamanho das ilhas M/A em bloco, Gao *et al* (2014) propuseram o processo de têmpera e partição à base de bainita (BQ&P), que combinam aspectos dos processos convencionais de tratamento isotérmico convencional e de têmpera e partição (Q&P), como apresentado na Figura 3.16.



Figura 3.16 - Ciclo térmico de têmpera e partição à base de bainita (BQ&P).

Fonte: CAO *et al.*, 2014 (adaptado).

Nesta abordagem, o aço é primeiro processado por meio da rota convencional, que leva à uma microestrutura consistindo em ferrita bainítica e austenita do tipo filme ou em blocos. Então, é temperada entre as temperaturas Ms e Mf, a qual a austenita em blocos é convertida em M/A, na qual a austenita ocorre semelhante a um filme, por meio de uma transformação martensítica parcial. Posteriormente, o aço é reaquecido a uma temperatura que permite a partição de carbono da martensita em austenita, e a taxa de formação de bainita restante é acelerada devido à presença da martensita pré-existente (GAO *et al*, 2014).

O processo BQ&P leva a um aumento significativo na tenacidade e na ductilidade dos aços CFB, mas eleva muito a complexidade da rota de produção, e consequentemente nos custos de produção (GAO *et al*, 2014).

#### 3.2.3 Relação entre microestrutura e propriedades mecânicas para aços CFB

#### 3.2.3.1 Bainita e sua influência nas propriedades mecânicas

Os mecanismos convencionais que elevam a resistência mecânica, como endurecimento por solução sólida e por precipitação, são, todavia, associados ao aumento da densidade de discordâncias no material, reduzindo sua ductilidade. Aliar tais propriedades ocorreu com o desenvolvimento dos aços assistidos pelo efeito TRIP (BLECK; FREHN; OHLERT, 2001).

O efeito do parâmetro de austêmpera, tempo de encharque, na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço CBF foram estudados por Hofer *et al.* (2016). Os pesquisadores utilizaram a rota convencional de produção dos aços CBF, austenitização parcial seguida de austêmpera, no qual as variáveis analisadas foram temperaturas de austêmpera de 350°C, 375°C e 400°C, por 1000s e 3600s.

A influência do tempo de encharque na faixa bainítica na microestrutura obtidas foram que o aumento do tempo, além do tempo necessário para o término da transformação bainítica, resulta em uma mudança da morfologia. A mudança observada foi que em tempos menores a morfologia se apresenta mais acicular, e em tempos maiores a microestrutura se tornou mais globular, como é mostrado na Figura 3.17.

Essas modificações microestruturais influenciaram nas propriedades, de forma que para a morfologia mais globular, tem-se a diminuição da área interfacial, o que resulta em redução do limite de resistência ao escoamento e limite de resistência à tração, contudo, ocorre o aumento do alongamento uniforme, devido à menor barreira para a movimentação das discordâncias, como apresentado na Tabela 3.1 (HOFER *et al.*, 2016).

temperaturas de 550 C, 575 C e 400 C por 1000 s e 5000 s.						
Condiaão	Limite de	Limite de Resistência	Alongamento			
Colluição	Escoamento (MPa)	à Tração (MPa)	Uniforme (%)			
350 °C 1000s	$870 \pm 52$	$1218\pm73$	$6,6 \pm 0,4$			
350 °C 3600s	$846\pm51$	$1204\pm72$	$8,0\pm0,5$			
375 °C 1000s	$746\pm45$	$1217\pm73$	$7,7\pm0,5$			
375 °C 3600s	$713 \pm 43$	$1199\pm72$	$7,7\pm0,5$			
400 °C 1000s	$710 \pm 43$	$1206\pm72$	$5,5 \pm 0,4$			
400 °C 3600s	679 ± 41	$1187 \pm 71$	$5,7 \pm 0,4$			

Tabela 3.1 - Propriedades mecânicas do aço bainítico livre de carboneto após austêmpera emtemperaturas de 350°C, 375°C e 400°C por 1000 s e 3600 s .

Fonte: HOFER et al, 2016

# Figura 3.17 - Fotomicrografias das amostras submetidas ao ciclo convencional sob variação de tempo e temperatura de austêmpera



(a)350 °C, (b)375 °C, (c)400 °C por 1000s , e (d)350 °C, (e)375 °C, (f)400 °C por 3600s. Fonte: HOFER *et al.*, 2016

A influência entre a temperatura de austêmpera, microestrutura e as propriedades mecânicas encontradas foram analisados por Long *et al* (2014). A investigação realizada nesse estudo foi conduzida com utilização das temperaturas de 300°C, 310°C, 315°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C, 388°C, 395°C e 405°C, por tempo suficiente para transformação bainítica ocorresse de forma de forma completa.

Como previsto na curva TTT, apresentado na Figura 3.18, para as temperaturas analisadas, os resultados encontrados foram que quando a temperatura de transformação é superior à 385°C, a morfologia da bainita é classificada como bainita superior, consistindo em ferrita bainítica e presença de austenita retida em blocos. Para temperaturas entre 320°C e abaixo da linha pontilhada, foi encontrado bainita inferior, que consiste em ferrita bainítica tipo ripa e austenita retida do tipo bloco. E em temperaturas inferiores à 320°C, foi observado bainita inferior também, que consiste em ferrita bainíta tipo ripa muito mais fina e austenita retida semelhante a um filme, a qual foi nomeada como a bainita de baixa temperatura (LONG *et al*, 2014).



UB: bainita superior; LB: bainita inferior; LTB: bainita de baixa temperatura; M: martensita Fonte: LONG *et al*, 2014

O efeito das modificações da morfologia bainítica nas propriedades mecânicas advindas das diferentes temperaturas é apresentado na Tabela 3.2. A relação construída pelos autores foi que, de forma geral, o aumento da temperatura ocasionou a redução da resistência mecânica, quando se compara a bainita de baixa temperatura com a bainita inferior, bem como quando se compara a bainita de baixa temperatura para a bainita superior.

cai bolicio.					
Morfologia bainítica	Condição	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento Uniforme (%)	
LTB	300 °C 1h	1096	1616	15,2	
LTB	310 °C 1h	1113	1549	15,4	
LTB	315 °C 1h	1084	1526	16,3	
LB	320 °C 1h	1080	1498	16,0	
LB	340 °C 1h	1005	1465	17,9	
LB	360 °C 1h	921	1454	17,9	
LB	380 °C 1h	905	1453	19,0	
UB	388 °C 2h	1034	1480	17,4	
UB	395 °C 2h	1032	1495	17,3	
UB	405 °C 2h	1033	1482	16,5	

Tabela 3.2 - Efeito da temperatura de austêmpera nas propriedades mecânicas do aço bainítico livre de carboneto.

UB: bainita superior; LB: bainita inferior; LTB: bainita de baixa temperatura Fonte: LONG *et al*, 2014 (Adaptado).

Esse comportamento deve-se ao fato que na primeira comparação, a microestrutura mais refinada da bainita de baixa temperatura apresenta maior resistência mecânica devido ao baixo caminho livre médio das discordâncias, e consequente menor alongamento. Para a segunda comparação entre a bainita de baixa temperatura e a bainita superior, a redução da resistência

mecânica se deve a empobrecimento da ferrita bainítica da segunda morfologia, ocasionada pela a maior difusão de carbono (LONG *et al*, 2014).

#### 3.2.3.2 Austenita retida e seu papel na ductilidade

As propriedades mecânicas dos aços assistido pelo efeito TRIP são atingíveis, quando a quantidade, tamanho e morfologia de todos os microconstituintes são otimizados por meio do controle dos parâmetros de tratamento térmico, de forma mais importante a fração de austenita retida (HOSSEINI *et al.*, 2015).

A ductilidade dos aços CFB é influenciada pelo ciclo térmico pelo qual o material é submetido, principalmente pelo o tempo de austêmpera, segundo momento de enriquecimento de carbono na austenita (DAÍ *et al*, 2021). A influência dos parâmetros do ciclo térmico na metaestabilidade da austenita, sua morfologia e efeitos nas propriedades mecânica foram estudados por Ebner *et al* (2018).

De forma geral, os efeitos observados foram que quanto maior o tempo de austêmpera, menor o limite de resistência mecânica (LRT), contudo, maior o alongamento do material (AU), como apresentado na Figura 3.19.

Esse comportamento não está ligado à transformação bainítica diretamente, mas, por causa da fração de austenita retida estabilizada durante essa etapa e à fração de martensita formada na etapa seguinte (EBNER *et al*, 2018).

O aumento da fração de austenita retida com o aumento do tempo de austêmpera ocorre, pois, durante a austêmpera, a austenita é transformada em bainita, e a fração não transformada, se estiver enriquecida de carbono suficiente, será estabilizada, porém, se não, essa passará pela transformação martensítica na etapa final. Deste modo, tempos menores permitem uma menor fração de austenita, e em tempos maiores, maiores frações, como apresentado na Figura 3.20 (EBNER *et al*, 2018).

Em relação à influência da temperatura de transformação bainítica, o aumento da temperatura de austêmpera ocasiona no aumento dos percentuais de austenita retida ao final do processo, como mostrado na Figura 3.20. Esse comportamento se deve que em maiores temperaturas a difusão do carbono se torna mais acentuada, devido à maior energia disponibilizada, sendo assim maior o enriquecimento da austenita (EBNER *et al*, 2018).



Figura 3.19 - Resistência à tração e alongamento uniforme em função do tempo de transformação

LRT: Limite de resistência à tração; AU: alongamento uniforme Fonte: EBNER *et al*, 2018

Figura 3.20 - Percentual de austenita retida em função o tempo de austêmpera 16 14 Austenita retida (%) 12 10 8 360 °C 6 - 400 °C 4 ò 200 400 600 Tempo de encharque(s) Fonte: EBNER et al, 2018

A transformação da austenita retida em martensita durante a deformação plástica, ou seja, o efeito TRIP apresenta alta importância. Tal transformação não é somente responsável pela elevada resistência mecânica, contudo, também pelas elevadas taxas de encruamento, influenciada pela fração volumétrica e estabilidade da austenita retida, e por consequência alto alongamento uniforme (SHI *et al.*, 2010).

O efeito TRIP promove aumento da densidade de discordâncias, sendo assim é observado elevadas taxa de encruamento em aços TRIP, que por sua vez são associadas aos elevados alongamentos uniformes (CHATTERJEE, 2006). Esse comportamento é fundamentado na transformação da austenita retida. A tensão de escoamento aumenta com a deformação devido à formação da martensita e ao acúmulo de discordâncias na ferrita bainítica, relacionado ao efeito TRIP e ao próprio encruamento da ferrita bainítica. Para estrutura lamelar observa-se o efeito TRIP ocorrendo de forma lenta e constate, contrária ao apresentado pela microestrutura equiaxial (CHIANG *et al.*, 2011).

Desta forma, a presença da austenita retida é um dos fatores que influenciam a resistência ao impacto, sendo interessante que nem toda austenita será transformada durante a conformação da chapa. Se a austenita for estável o suficiente para se manter durante a conformação, a pequena fração restante, poderá se transformar durante um possível impacto (SUGIMOTO e MUKHERJEE, 2017).

# **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### 4.1 Procedimento Geral do Trabalho Desenvolvido

Neste trabalho foi investigada a influência do parâmetro tempo de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço CFB. O trabalho consistiu, de forma geral, na realização de tratamentos térmicos, variando o tempo de austêmpera, e posterior caracterização microestrutural e mecânica. Na Figura 4.1 é apresentada de maneira resumida a metodologia adotada e as etapas do planejamento experimental.



Fonte: Próprio autor.

#### 4.2 Material

O material utilizado nos experimentos foi um aço, classificado como baixo carbono, na forma de chapas, apresentando espessura de 1,5 mm, laminadas a frio e galvanizadas, cuja composição química (% em peso), definida pela empresa, está apresentada na Tabela 4.1.

Fe	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Sn
96,79%	0,24%	1,30%	1,52%	0,024%	0,002%	0,03%	0,002%
Ni	Al	Cu	Nb	Ti	V	Ν	Pb
0.019/	0.0269/	0.029/	0.0020/	0.0040/	0.0029/	0.0049/	0.07%

Tabela 4.1 - Composição química (% em peso) do aço no estado inicial.

Fonte: Próprio autor.

As chapas de aço baixo carbono foram cortadas em uma guilhotina Newton, modelo TM10, de modo a obter amostras com dimensões de 245 mm por 165 mm, com um furo de 9 mm em uma das extremidades para manuseio durante os tratamentos térmicos, como representado no esquema da Figura 4.2.

Figura 4.2 - Desenho esquemático da chapa utilizada para os tratamentos térmicos.



Fonte: Próprio autor.

#### 4.3 Tratamentos Térmicos

Para definir o tratamento térmico a ser utilizado, as definições das temperaturas inicial e final do campo intercrítico (Ac<sub>1</sub> e Ac<sub>3</sub>) do diagrama Fe-Fe3C e as temperaturas de transformação martensítica (Tm) e bainítica (Tb) ocorreram por meio de simulações termodinâmicas com auxílio dos softwares ThermoCalc, MUCG83 e de forma empírica, sendo essas temperaturas indicadas na Tabela 4.2, definidas por Pinho (em fase de elaboração)<sup>1</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Dissertação de mestrado, de autoria de Marianne Diniz Pinho, com o título Influência dos parâmetros do tratamento térmico de tempera e partição na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço baixo carbono, a ser apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.

Aço TRIP	$Ac_1$	Ac <sub>3</sub>	T. Martensítica	T. Bainítica	
Fe-0,24C-1,52Mn-1,30Si	700°C	823°C	387°C	574°C	
Fonta: DINILO, am fasa da alaboração					

Tabela 4.2 - Temperaturas Ac1, Ac3 e de transformação martensítica e bainítica em graus Celsius (°C)

Fonte: PINHO, em fase de elaboração.

Antes de realizar os tratamentos térmicos que serão descritos a seguir, todas as chapas passaram pelo tratamento térmico de normalização a 920°C por 25 minutos, tempo este definido pela análise metalográfica em tempos de 5, 10, 15, 20 e 25 minutos, com o objetivo de retirar os efeitos de processamento termomecânico realizados anteriores.

A partir dos valores de temperaturas de Ac<sub>1</sub>, Ac<sub>3</sub>, Tm e Tb, foram definidos ciclos térmicos a serem realizados e analisados, que se distinguem pelo tempo de austêmpera utilizado. Na Tabela 4.3 são apresentados, além dos parâmetros utilizados, as amostras submetidas a cada ciclo e suas respectivas identificações, neste trabalho.

l'abela 4.3 - Parâmetros de processamento térmico aplicados ao material.					
Amostra	Temperatura de austenitização completa	Temperatura de austêmpera	Tempo de austêmpera		
T10	920°C	507°C	10s		
T100	920°C	507°C	100s		
T300	920°C	507°C	300s		

4.2 .

Fonte: Próprio autor.

Após a normalização, o ciclo empregado neste trabalho, mostrado na Figura 4.3, ocorreu da seguinte forma: as amostras foram levadas ao forno, aquecidas em temperaturas de austenitização completa de 920°C, na qual foram mantidas por 15 minutos. Em seguida, foram arrefecidas até a temperatura de transformação bainítica de 507°C, temperatura escolhida a partir do cálculo termodinâmico realizado por Pinho (em fase de elaboração), com tempos de encharque de 10, 100 e 300 segundos, com resfriamento brusco em água realizado na sequência.





Fonte: Próprio autor.

#### 4.4 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural foi realizada por meio de microscopia óptica (MO) e difração de raios X (DRX), com a finalidade de avaliar os efeitos dos parâmetros dos ciclos térmicos. Em adição à análise qualitativa, para o caso do DRX, foi conduzida uma avaliação quantitativa da austenita retida.

#### 4.4.1 Microscopia óptica

Após os tratamentos térmicos, foram cortadas amostras de cada condição na cortadora metalográfica marca Arotec modelo COR 80/2, para microscopia óptica e para o ensaio de dureza, em dimensões aproximadas de 10 mm por 10 mm.

Para iniciar a preparação do material, todas as amostras foram lixadas e passaram por decapagem em banho de ácido clorídrico PA por 2 horas, com o objetivo de remover a camada galvanizada e óxidos presentes na superfície formados durante os tratamentos térmicos empregados, além de retirar uma camada superficial do material na qual poderia ter ocorrido a transformação da austenita retida em martensita por deformação plástica durante o lixamento.

Após a decapagem, duas amostras de cada condição foram embutidas a frio, sendo uma para microscopia óptica e outra para dureza, utilizando resina polimetilmetacrilato, seguindo de lixamento em lixas de óxido de alumínio de granulometria de 600 *mesh* e polimento com pasta de diamante com granulometria de 9µm e 3µm, em politrizes da marca Arotec. Os ataques químicos empregados foram com o reagente químico Nital 5%, composto por ácido nítrico diluído em álcool etílico (COLPAERT, 2008), para a revelação da microestrutura, no qual a ferrita apresenta coloração branca e demais constituintes em coloração escura.

Após a realização do ataque, a obtenção das fotomicrografias foi realizada com a utilização de um microscópio Fortel com sistema de digitalização Kontrol, apresentado na Figura 4.4, em diversas regiões da amostra.



Figura 4.4 - Microscópio Fortel com sistema de digitalização Kontrol.

Fonte: Próprio autor.

#### 4.4.2 Difração de Raios X

A preparação das amostras destinadas à difração de raios X consistiu de lixamento prévio com lixas de óxido de alumínio 600 mesh seguida de decapagem em ácido clorídrico por 4 horas. Para a obtenção dos difratogramas, foi utilizado um equipamento Shimadzu, modelo XRD – 7000, empregando-se radiação CuK $\alpha$ , tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, tempo fixo de 5 segundos e 20 variando de 40° a 120°.

#### 4.4.2.1 Análise quantitativa de austenita retida

A partir dos dados obtidos, os picos foram identificados por meio do software XPowder e banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

Foram utilizados os resultados do ensaio de DRX, sem necessidade de qualquer tratamento, para o cálculo da fração volumétrica da fase austenita retida a partir do cálculo da área dos picos de ferrita/martensita e de austenita utilizando o software Originlab® versão de estudante. A fração volumétrica de austenita retida foi determinada por meio da técnica das Intensidades Integradas, de acordo com Durnin e Ridal (1968).

#### 4.5 Caracterização Mecânica

A caracterização mecânica foi realizada por meio do ensaio de dureza e ensaio de tração, com a finalidade de avaliar os efeitos dos parâmetros dos ciclos térmicos.

#### 4.5.1 Ensaio de Dureza

A dureza foi determinada por meio de ensaios de microdureza Vickers, sendo realizado em 10 pontos distintos e aleatórios de cada amostra, utilizando carga de 1kgf e tempo de penetração de 15s, em um microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2T, apresentado na Figura 4.5. O ensaio foi executado em duas amostras de cada condição, sendo preparadas de maneira similar à preparação das amostras para caracterização microestrutural por microscopia óptica, descrita anteriormente.

A definição das áreas de penetração ocorreu de forma aleatória, buscando abranger regiões da microestrutura onde estivessem presentes todos os constituintes. Após executadas as impressões, foram calculados os valores médios e respectivos desvios padrão.

Figura 4.5 - Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2T.



Fonte: Próprio autor.

#### 4.5.2 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados em três corpos de prova para cada condição, utilizando-se uma máquina universal de ensaios Instron modelo 5982, com sistema de controle e aquisição de dados Blue Hill 3, empregando um extensômetro Instron modelo 2630-100 com base de medida de 25mm. Foi utilizada uma velocidade de 4,5mm/min e taxa de deformação inicial de 10-3s<sup>-1</sup>, bem como o corpo de prova mostrado na Figura 4.6, de acordo a norma ASTM A370.





Fonte: Próprio autor.

A partir dos dados gerados, foram elaboradas curvas tensão x deformação convencionais para a determinação das propriedades relacionadas à resistência mecânica e à ductilidade do material por meio dos valores de limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LRT) e alongamento uniforme percentual (AU).

As curvas tensão x deformação verdadeira foram elaboras segundo as Equações 4.1 e 4.2, considerando os dados até a tensão máxima no ensaio.

$$\sigma = T(e+1) \tag{4.1}$$

$$\varepsilon = \ln(1+e) \tag{4.2}$$

Onde,  $\sigma$  é a Tensão verdadeira; T é a Tensão convencional; e é a Deformação convencional; e  $\epsilon$  é Deformação verdadeira.

#### 4.5.2.1 Análise do encruamento

A avaliação do encruamento do material foi realizada utilizando as curvas tensão x deformação verdadeiras e quatro técnicas distintas: i) determinação do expoente de encruamento n; ii) avaliação da taxa de encruamento; iii) determinação do expoente de encruamento instantâneo n<sub>inst</sub> e iv) método de Crussard-Jaoul.

A determinação do expoente de encruamento consiste na determinação do expoente de encruamento n previsto na equação de Hollomon (Equação 4.3), o qual pode ser obtido pela linearização da curva  $\sigma$  x  $\varepsilon$  que, por sua vez é feita construindo o gráfico duplo logaritmo da tensão e deformação verdadeira até a tensão máxima, conforme as Equações 4.4 e 4.5 (FONSTEIN, 2015).

$$\sigma = k\varepsilon^n \tag{4.3}$$

$$\ln \sigma = \ln k + n \ln e \tag{4.4}$$

$$n = \Delta \frac{ln\sigma}{ln\varepsilon} \tag{4.5}$$

Onde  $\sigma$  e  $\epsilon$  são a tensão e deformação reais, k é o coeficiente de resistência e n o expoente de encruamento.

Após realizadas a linearização das curvas, foram calculados os valores do índice de correlação linear R2, buscando-se avaliar o grau de relacionamento linear entre os valores encontrados, de forma que quanto mais próximo de 1 é o valor de R2, mais representativa é a abordagem.

A segunda abordagem foi por meio da análise da taxa de encruamento, parâmetro que indica a capacidade de elevação de a resistência mecânica (capacidade de encruar) do material mediante um determinado valor de deformação ao qual foi submetido. Essa taxa é representada pela inclinação da curva tensão x deformação real a cada instante sendo, portanto, calculada a partir da derivação numérica da curva ( $d\sigma/d\epsilon$ ). Foi utilizado o software Origin2021b (versão de estudante) para obtenção da derivada numérica e, posteriormente, para suavização de ruídos da curva plotada, utilizando-se o método *Adjacent Averaging*, o qual é recomendado para casos de ruídos que apresentam distribuição normal.

A terceira técnica para a avaliação do encruamento do material analisa o encruamento pela determinação do expoente de encruamento instantâneo ( $n_{inst}$ ), método utilizado para analisar a capacidade de deformação de chapas. Quanto maior é o valor de  $n_{inst}$ , maior é a capacidade de deformação do material (CHIANG *et al.*, 2015). O expoente de encruamento instantâneo é obtido a partir da diferenciação da equação de Hollomon (Equação 4.6).

$$n_{inst} = \frac{\ln(\sigma_m/\sigma_{m-1})}{\ln(\varepsilon_m/\varepsilon_{m-1})}$$
(4.6)

Onde em determinado ponto de tensão e deformação verdadeira ( $\sigma_m e \varepsilon_m$ ), n<sub>inst</sub> é o valor do expoente de encruamento instantâneo.

A quarta técnica para o estudo do encruamento se baseia no método de Crussard-Jaoul, a partir do qual é possível avaliar variações no mecanismo de encruamento de acordo com os microconstituintes envolvidos em cada etapa de deformação, mesmo que estes apresentem baixas frações volumétricas (XIE et al., 2014). A avaliação é feita pela curva  $\ln(d\sigma/d\epsilon)$  em função de  $\ln(\epsilon)$  e permite que as mudanças de estágios de encruamento sejam percebidas, o que, em geral, não é possível quando os outros métodos são utilizados. Essas modificações de estágio estão presentes em materiais que exibem alterações microestruturais quando deformados, como é o caso dos aços com feito TRIP, nos quais a transformação martensítica é induzida por deformação plástica (WU et al., 2019).

## **5 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### 5.1 Caracterização Microestrutural

#### 5.1.1 Microscopia ótica

Buscando certificar de que o tempo de encharque durante a normalização fosse o suficiente para apagar os tratamentos termomecânicos, foram feitas imagens de microscopia óptica (MO) das amostras normalizadas por 5, 10, 15, 20 e 25 minutos, atacadas com Nital 5%, sendo estas exibidas na Figura 5.1.



Figura 5.1 - Fotomicrografias das amostras normalizadas em função do tempo

(a) 5 min; (b) 10 min; (c) 15 min; (d) 20 min; (e) 25 min. Fonte: Próprio autor.

No material normalizado, verifica-se a presença de uma estrutura composta de ferrita e, possivelmente, perlita. Observa-se que com o aumento do tempo de encharque, a morfologia dos grãos modificou-se de uma morfologia mais acicular para uma mais equiaxial, ou seja, o aumento do tempo proporcionou melhor retirada dos tratamentos termomecânicos anteriores da chapa de aço.

Essa modificação microestrutural deve-se à ocorrência das transformações reconstrutivas, que como fenômeno termicamente ativado, demandam tempo, ou seja, foi possível que a recristalização e crescimento do grão austenítico que posteriormente se transformou na ferrita e perlita durante o resfriamento ocorresse em sua plenitude.

CHANDAN *et al* (2019) avaliaram o efeito da temperatura e do tempo de austenitização no tamanho de grão austenítico, bem como subsequentemente nas propriedades de um aço *dual phase*. Segundo os autores, o tempo de encharque durante a austenitização é responsável pela recristalização e crescimento de grão, o que leva à remoção dos processos anteriores e homogeneização.

Com o intuito de analisar a microestrutura aço assistido pelo efeito TRIP estudado, após os tratamentos, foram geradas imagens por MO, com ampliações distintas. As imagens obtidas são mostradas na Figura 5.2. Para todos os casos, foram feitas imagens de regiões aleatórias a fim de mostrar um comportamento geral do material.

Para as micrografias obtidas pelo MO, a diferenciação dos constituintes ocorre por meio da cor, sendo que a ferrita, no caso bainítica, é a matriz branca, e os demais constituintes como a martensita e o constituinte M/A na forma de blocos ou ripas, pela parte escura.

Avaliando-se as micrografias, observa-se que o aumento do tempo de austêmpera, acarretou no aumento das regiões claras e com morfologia mais acicular o que se espera que seja ferrita bainítica, e consequente redução das áreas escuras, esperando-se que seja redução da martensita, comprovada pela redução das propriedades mecânicas, como dureza, limite de escoamento (LE) e limite de resistência à tração (LRT), discutida nos próximos tópicos.

Destaca-se que o constituinte M/A e/ou a austenita retida não pôde ser avaliada pela microscopia óptica, uma vez que sua diferenciação não é possível, devido à sua morfologia em blocos, e/ou filmes finos entre as ripas da ferrita bainítica.

Luo, Kitchen e Abubakri (2017) estudaram o efeito do tempo de austêmpera em um aço de ultra alta resistência com composição 0,55%C/0,3%Si/0,76%Mn/1,05%Cr submetido ao ciclo convencional, similar a este trabalho. Os autores observaram que a elevação do tempo de austêmpera levou à modificação da microestrutura, com elevação da fração volumétrica de bainita e redução da martensita, observadas em MO.



Figura 5.2 - Fotomicrografias das amostras T10, T100 e T300 em função do tempo

(a) T10, ampliação 400x; (b) T10, ampliação 800x; (c) T100, ampliação 400x; (d) T100, ampliação 800x; (e) T300, ampliação 400x; (f) T300, ampliação 800x. Fonte: Próprio autor.

Contudo, ressalta-se que a melhor identificação e diferenciação entre os constituintes e microconstituintes seria pela utilização da microscopia de eletrônica de varredura (MEV), o qual seria possível distinguir a morfologia, distribuição e presença de fases menores como M/A, ou utilização da abordagem de caraterização por meio de múltiplos ataques, o que facilitaria a

identificação de fases, como demonstrado Mendonça (2019). Essas avaliações não foram possíveis devido à indisponibilidade do equipamento e reagente.

#### 5.1.2 Análise por Difração de raios X

Os difratogramas das amostras estão apresentados na Figura 5.3. Nos difratogramas foram identificados picos que correspondem à fase austenita ( $\gamma$ ) e picos que podem ser de ferrita ou martensita ( $\alpha$ /M). A partir da técnica de DRX não é possível distinguir os dois constituintes pois a estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) da martensita pode ser julgada como uma rede de ferrita CCC distorcida por átomos de carbono aprisionados devido à elevada velocidade de formação (SHEN *et al.*, 2013).

Na Figura 5.4, são exibidos os valores referentes à fração volumétrica de austenita em função dos tempos de austêmpera utilizados. A partir do gráfico, verifica-se que há uma tendência da fração de austenita retida aumentar com a elevação do tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica, sendo que após 100s, observa-se uma relativa queda, devido a continuidade da transformação bainítica, ou seja, está ocorrendo a formação da bainita a partir da austenita.

Ebner *et al.* (2018) analisaram o comportamento de um aço com composição química similar ao estudado neste trabalho, o qual foi submetido a um processamento convencional de obtenção de aços CFB, utilizando tempos de austêmpera de 30, 100, 300 e 600 segundos. Os pesquisadores confirmaram a tendência de elevação da fração volumétrica de RA conforme o tempo de austêmpera também aumentava. De forma que, quando o tempo de encharque é muito curto não há formação de grande quantidade de bainita e não ocorre a estabilização de quantidade suficiente de austenita. Assim, com a elevação do tempo de austêmpera, mais bainita é formada e um volume maior de austenita é estabilizada.

Taboada, Elizalde, e Jorge-Badiola, (2019), estudaram o efeito do tempo e temperatura de austêmpera na microestrutura de aços assistidos efeito TRIP, focando em aços de matriz bainítica, e observaram, de fato, um comportamento de elevação da fração volumétrica de austenita retida enquanto o tempo de permanência à temperatura de transformação bainítica aumentava, além de que após um tempo intermediário ocorria a queda do valor, justificada pela a continuidade da formação de bainita, em que a austenita em bloco se transformava em ripas de ferrita bainítica e austenita do tipo filme.





(a) T10, (b) T100, (c) T300. Fonte: Próprio autor.



Figura 5.4 - Fração volumétrica de austenita retida em função do tempo de austêmpera

Fonte: Próprio autor.

# 5.2 Caracterização Mecânica

#### 5.2.1 Ensaio de Dureza

Os resultados de dureza média, acompanhados de seus desvios padrão, referentes às amostras T10, T100 e T300 são representados graficamente na Figura 5.5, na qual verifica-se uma redução na dureza média com a elevação do tempo de austêmpera.



Figura 5.5 - Dureza Vickers das amostras T10, T100 e T300 em função do tempo

Essa queda da dureza pode ser explicada pelo aumento da fração bainítica na microestrutura em tempos de austêmpera mais longos o que, conforme foi dito anteriormente,

está relacionado ao mecanismo de estabilização da austenita e, consequentemente, à menor formação de martensita na microestrutura do material ao fim da austêmpera, uma vez que esse constituinte, isoladamente, apresenta maior dureza. Essa estabilização da austenita abaixa a temperatura de início da transformação martensítica, fazendo com que, à medida que o tempo de austêmpera aumente, menos austenita se transforme em martensita ao fim do tratamento térmico, resultando em uma dureza menor do material, conforme foi observado.

Taboada, Elizalde, e Jorge-Badiola, (2019), estudaram o efeito do tempo de austêmpera nas propriedades mecânicas de aços assistidos de matriz bainítica, e observaram, de fato, uma redução na dureza do material conforme o tempo de permanência à temperatura de transformação bainítica aumentava, ocasionada pela a redução do volume de martensita.

Luo, Kitchen e Abubakri (2017), também obtiveram resultados similares, detectando valores de dureza mais elevados para menores tempos de permanência na temperatura de transformação bainítica, enquanto a dureza média do material diminuía quando esse tempo aumentava.

#### 5.2.2 Ensaio de Tração

Na Figura 5.7 são apresentadas as curvas tensão - deformação convencionais, a partir das quais foram obtidos os valores de limite de resistência à tração (LRT), limite de escoamento (LE) e alongamento uniforme percentual (ALU). Essas propriedades mecânicas têm seus valores apresentados na Tabela 5.1 e ilustrados na Figura 5.6, em função do tempo de austêmpera. Na Figura 5.7 são ainda mostradas as curvas tensão – deformação reais.

A partir dos dados apresentados, observa-se uma tendência de queda nos valores de limite de escoamento, a qual se estabiliza após 100 segundos, e de limite de resistência, bem como um aumento do alongamento uniforme com a elevação do tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica.

Ebner et al. (2018) estudaram um aço bainítico livre de carbonetos e assistido pelo efeito TRIP com composição 0,2%C/0,5–1,0%Si/2,2–2,7%Mn/0–0,5%Cr submetido ao ciclo convencional, similar a este trabalho, e de Q&P, com variados tempos de encharque em temperaturas de transformação bainítica diversas. Os autores verificaram uma redução no LE e no LRT, com o aumento do tempo de encharque, o que está em concordância com os resultados obtidos para as condições analisadas.

Para baixos tempos de austêmpera, a fração volumétrica de austenita presente na amostra é baixa, uma vez que não há tempo suficiente para a formação de grande quantidade de bainita e a estabilização subsequente da austenita. Desta forma, uma grande porção de austenita se transforma em martensita durante o resfriamento final, e altos valores de LRT e LE são obtidos. Com a elevação do tempo de permanência durante a austêmpera, a transformação bainítica é mais intensa e a estabilização da austenita é maior, fazendo com que sua quantidade aumente até certo tempo e estabilize no material. Isto resulta em uma mudança de uma microestrutura principalmente martensítica, com pequenas frações de bainita e austenita para uma microestrutura bainítica, contendo austenita e algumas ilhas M/A (EBNER et al, 2018).

Ebner et al. (2018) também verificaram um aumento do alongamento uniforme em função do aumento do tempo austêmpera, em conformidade com os resultados encontrados neste trabalho. De acordo com os pesquisadores, enquanto a resistência do material se deve à presença de bainita e martensita na microestrutura, a ductilidade é controlada pelo efeito TRIP, o qual é dependente da presença de austenita retida. Assim, pode-se inferir que amostras com RA mais estabilizada apresentam AU mais elevado e, conforme foi exposto anteriormente, no geral, espera-se que as amostras em maiores tempos de encharque apresentem RA mais estável.

Hofer et al (2016) também avaliaram o tempo de austêmpera para aços CFB, verificando que com a elevação do tempo ocorria um decréscimo do LE e LRT e aumento de AU. Segundo os autores, o tempo de encharque na faixa de temperaturas bainíticas dita as propriedades mecânicas. Observou-se que o aumento do tempo resulta em uma mudança da morfologia, principalmente na austenita, que em tempos menores se apresenta mais acicular, e em tempos maiores, mais globular. A diminuição da área interfacial acompanhando a mudança microestrutura leva à uma diminuição da resistência. Bem como, ocorre maior enriquecimento da austenita, estabilizando-a, ocasionando um aumento do alongamento.



Figura 5.6 - Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU) das amostras em função do tempo de austêmpera

(a) LE – Limite de escoamento; LRT – Limite de resistência, (c) alongamento uniforme. Fonte: Próprio autor.



Figura 5.7 - Curvas tensão *versus* deformação convencionais e de engenharia determinados a partir de ensaios de tração em função do tempo de austêmpera.

Amostra	Tensão Limite de Escoamento (MPa)	Tensão Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento Uniforme (%)
T10	$1750,\!22 \pm 4,\!13$	$3265,\!49\pm 4,\!42$	$4{,}60\pm0{,}35$
T100	$1567,\!58 \pm 3,\!94$	$2822,\!26\pm 5,\!84$	$12,\!38\pm0,\!19$
T300	$1566, 19 \pm 5, 24$	$2484, 12 \pm 3, 47$	$14,\!02\pm0,\!49$

Tabela 5.1 - Valores de limite de resistência à tração, limite de escoamento e alongamento uniforme determinados a partir de ensaios de tração.

Fonte: Próprio autor.

# 5.2.3 Análise do encruamento

#### 5.2.3.1 Expoente de encruamento

Os valores do expoente de encruamento n obtidos a partir do método de linearização das curvas tensão versus deformação estão apresentados na Tabela 5.2, e na Figura 5.8 é exibido gráfico que correlaciona os valores de n com as condições analisadas. A linearização foi feita considerando um estágio de encruamento, o qual observa-se o coeficiente de correlação R<sup>2</sup>, que mede o ajuste da regressão linear em relação aos valores observados. Quanto mais esse valor se aproxima de 1, maior é a confiabilidade do modelo, ou seja, melhor ele consegue explicar os valores observados. Em geral, a abordagem adotada alcançou valores de R<sup>2</sup> mais próximos da unidade.

An	nostra	η	<b>R</b> <sup>2</sup>
	А	0,2949	0,9954
T10	В	0,2948	0,9959
	Média	0,29485	
	А	0,2239	0,9920
<b>T100</b>	В	0,2198	0,9911
	Média	0,22185	
	А	0,1827	0,9930
<b>T300</b>	В	0,1824	0,9940
	Média	0,18255	

Tabela 5.2 - Valores médios de expoente de encruamento e fator de correlação para análise de encruamento obtidos pelo método de linearização da curva  $\sigma$  x  $\epsilon$ 

Fonte: Próprio autor.



Figura 5.8 - Expoentes de encruamento n em função do tempo de austêmpera

Fonte: Próprio autor.

Considerando-se um estágio único de encruamento, observa-se uma redução dos expoentes de encruamento com o aumento do tempo de austêmpera. Segundo Hasan *et al* (2019), a avaliação do encruamento utilizando o método de linearização da curva  $\sigma x \varepsilon$ , não se faz adequado aos aços CFB, uma vez que nesses se espera a presença de múltiplos mecanismos de endurecimento por deformação. Fatores como alta densidade de discordâncias móveis na ferrita bainítica, o efeito TRIP e a incompatibilidade de deformação na interface entre ferrita bainítica e o constituinte M/A podem influenciar o comportamento de encruamento do aço.

Conforme exposto por Xie *et al.* (2014), a elevação do encruamento de um material, proporcionada pela transformação da austenita retida em martensita no processo de deformação, poderia retardar o início da estricção, resultando em maior ductilidade. Sendo assim, os valores de expoente de encruamento encontrados neste trabalho não parecem estar de acordo com os resultados de alongamento uniforme observados, uma vez que o expoente de encruamento diminui em função do tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica, o alongamento uniforme se eleva.

Na literatura pode-se encontrar exemplos da utilização da linearização da curva  $\sigma x \varepsilon$ , pelo o método de *Hollomon* para aços *dual phase*, sendo em alguns casos utilizado o método de obtenção de expoente apenas com um estágio de encruamento (ZHAO et al., 2014). No caso de aços multiconstituídos como o aço CFB, que são influenciados por outras fases além da ferrita e martensita, o valor de n não seguiria comportamento linear. Logo, o método de linearização da curva tensão real *versus* deformação real, a partir da equação de *Hollomon*, não demonstrou ser um método adequado para descrever o comportamento do encruamento com a deformação para aços como o adotado neste trabalho (CAI *et al*, 2016).

#### 5.2.3.2 Taxa de encruamento

Nas Figura 5.9 estão apresentadas as curvas de taxa de encruamento em função da deformação real. Sua análise permite observar o comportamento dessa taxa em função da variação do tempo de austêmpera para cada ciclo térmico aplicado neste trabalho.

De um modo geral, em todas as condições de processamento foi observada uma queda expressiva na taxa de encruamento com o aumento da deformação real. Além disso, as condições correspondentes ao menor tempo (10s) de transformação bainítica foram as que apresentaram maior taxa de encruamento em níveis mais baixos de deformação. E acerca dos níveis de deformação atingidos, a elevação do tempo na faixa de transformação bainítica ocasionou os níveis mais elevados.



Figura 5.9 - Taxa de encruamento versus deformação real das amostras

De acordo com Matsumura, Sakuma e Takechi (1987), a diferença observada no comportamento da taxa de encruamento em função da deformação pode ser explicada pelos níveis de metaestabilidade austenítica distintos presentes nas amostras que é consequência de diversos fatores associados. Em seu estudo, os autores demostraram que a amostra contendo RA menos estável apresentou queda mais intensa na taxa de encruamento e alcançou valor menor para o encruamento, enquanto a que apresentava RA com maior estabilidade teve uma taxa de encruamento e deformações maiores.

Yi, Chen e Bhadeshia (2014), observaram que amostras de aço TRIP com maior teor de RA em blocos, ou seja, de menor estabilidade, possuíam elevadas taxas de encruamento nos estágios iniciais de deformação e taxas mais baixas após a austenita ter se transformado. Como

Fonte: Próprio autor.

dito anteriormente, o tempo de permanência na temperatura de transformação bainítica é um fator de extrema importância para a metaestabilização da austenita devido à partição do carbono. Por isso, as amostras com tempo de austêmpera mais curtos apresentam níveis de deformação menores, já que o tempo de encharque aplicado seria insuficiente para que a austenita atinja elevada estabilidade mecânica, resultando em sua transformação em martensita já nos estágios iniciais de deformação. Por esse mesmo motivo, as amostras submetidas ao maior tempo de austêmpera (300 segundos) apresentaram valores de deformação mais elevados, devido à tendência de maior estabilidade mecânica da austenita.

#### 5.2.3.3 Expoente de encruamento instantâneo

O método de análise do encruamento por meio do n instantâneo permite identificar, de forma mais clara, a influência da transformação da RA em martensita na capacidade de encruamento do material durante a deformação. (FU *et al.*, 2014).

Acrescenta-se que essa análise é amplamente utilizada como um indicador da capacidade que o metal tem de ser conformado na forma de chapas, de modo que metais que exibem valores elevados de n instantâneo possuem maior conformabilidade e, portanto, são mais adequados para processos que envolvem deformação plástica, já que conseguem apresentar uma maior deformação uniforme (HAJIANNIA *et al*, 2018).

As curvas do expoente de encruamento instantâneo em função da deformação verdadeira para as condições de tratamento térmico estudadas estão apresentadas na Figura 5.10.

De maneira geral, no que diz respeito ao comportamento da deformação apresentada pelas amostras em função dos tempos de austêmpera, observa-se que, assim como foi verificado na análise da taxa de encruamento, quanto maior é o tempo de encharque, maiores são os valores de deformação atingidos pelo material. Com relação ao valor do n instantâneo, a elevação do tempo de austêmpera resulta em valores menores de expoente de encruamento instantâneo.

Analisando-se o comportamento das curvas, em todos os casos, observa-se que podem ser divididas em três estágios. No estágio 1, as amostras mostraram um decréscimo inicial de n instantâneo até um certo nível de deformação, sendo este mais evidente em T100 e T300. Além disso, no estágio 2, observou-se um aumento geral no expoente de encruamento instantâneo com o aumento da deformação. O aumento n instantâneo está associado possivelmente ao efeito TRIP. O estágio 3 é caracterizado por uma diminuição contínua na expoente de encruamento instantâneo instantâneo em ambas as amostras.

Gao *et al* (2014), avaliando a utilização de múltiplos ciclos de austêmpera e um modificação do processo de Q&P, estudaram o comportamento de encruamento do aço CFB convencional, similar ao estudado. Eles observaram o comportamento em 3 estágios, e destacam que exibem um estágio claro onde o expoente de endurecimento aumenta com o aumento da deformação. Isso é atribuído à presença de uma quantidade suficiente de RA, garantindo o efeito TRIP, o qual alivia a concentração de tensão local, retardando o início da estricção e aumentando a ductilidade.





Fonte: Próprio autor.

#### 5.2.3.4 Análise de Crussard-Jaoul

Na Figura 5.11, estão as curvas obtidas por meio da análise de Crussard-Jaoul. Segundo Cai *et al.* (2016), por esta técnica, o comportamento de encruamento pode ser dividido em três estágios, os quais foram identificados, pelas inflexões das curvas, em quase todas as condições de processamento estudadas, com base nas variações de inclinação das curvas. No primeiro estágio, a deformação da ferrita seria dominante, no segundo estágio seria observada uma elevada capacidade de encruamento, atribuída à ocorrência do efeito TRIP; e o terceiro estágio, por sua vez, seria determinado pela ação em conjunto da ferrita, austenita e martensita recémformada.

De forma geral, observa-se que para baixos tempos de austêmpera pela a análise de Crussard-Jaoul pode-se identificar dois estágios de encruamento, sendo que no primeiro seria a ocorrência do efeito TRIP, aliado a deformação da ferrita bainítica. Esse comportamento de deformação em conjunto e não segundo o descrito por Cai *et al* (2016), deve-se ao fato da baixa estabilidade mecânica da austenita retida, ou seja, sobre baixas tensões esta deforma-se e transforma em martensita, comportamento esse observado no expoente de encruamento instantâneo e na taxa de encruamento.

Para maiores tempos de austêmpera, observa-se os três estágios de deformação, de forma que quanto maior o tempo, mais bem definido são as inflexões e consequentemente mais definido são os três estágios.



Figura 5.11 - Análise de Crussard-Jaoul

Xiong *et al.* (2016) estudaram um aço assistido pelo o efeito TRIP 0,17%C-1,5%Si-1,6%Mn-0,19%Cr e, a partir de curvas baseadas no modelo de Crussard-Jaoul, verificaram um comportamento de encruamento semelhante aos encontrados neste trabalho, ou seja, curvas cuja variação na inclinação permite a sua divisão em dois ou três estágios.

Hasan *et al* (2019) avaliaram a utilização da análise Crussard-Jaoul e Crussard-Jaoul modificado em aços CFB e verificaram que ambas as análises são mais eficazes que as anteriores para observação do comportamento de encruamento do material. Segundo os autores, o método de Crussard-Jaoul para aços CFB apresenta normalmente dois estágios, o qual o primeiro é atribuído à ocorrência do efeito TRIP; e o segundo, por sua vez, seria determinado pela ação em conjunto dos demais constituintes. Contudo eles destacam a formação de três estágios, em alguns casos seguindo a definição de Cai *et al.* (2016).

# 6 CONCLUSÃO

A etapa de austêmpera do processamento térmico tem o papel fundamental na estabilização da austenita retida e, por isso, a influência do tempo de austêmpera foi analisado. De forma geral, acredita-se que a elevação no tempo de austêmpera levou à tendência de aumento na proporção de bainita e redução na quantidade de constituinte M/A, sendo esperado a redução da martensita e maior estabilização da austenita. Contudo destaca-se que a melhor identificação dos constituintes e fases presentes se faz necessário a análise por meio da microscopia eletrônica de varredura.

Foi verificada também a elevação da quantidade de austenita retida com o aumento do tempo na faixa de transformação bainítica, até o tempo intermediário. Isso ocorreu pela estabilização da austenita, devido ao enriquecimento de carbono. Para tempos longos observase redução dessa fase, devido à continuidade da transformação bainítica, ou seja, ocorre maior formação desse constituinte.

Além disso, foi verificada tendência de redução dos valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração e dureza, devido a redução da fase mais dura, a martensita, principal responsável por essas propriedades, bem como aumento do alongamento uniforme, devido a maior estabilização da austenita e maior fração de bainita, com a elevação do tempo de transformação bainítica.

A influência do tempo de austêmpera no encruamento foi analisada por meio de quatro técnicas. O método de linearização mostrou não ser adequado para descrever o comportamento do aço CFB, uma vez que esses aços apresentam microestrutura multiconstituída, o que torna complexa a avaliação do encruamento. Considerando a taxa de encruamento, a elevação do tempo de austêmpera reduziu as taxas de encruamento iniciais quando comparadas às amostras com menor tempo de encharque na temperatura de transformação bainítica. Em relação ao n instantâneo, em geral, um tempo mais longo de austêmpera resultou em valores inferiores de expoente de encruamento instantâneo, bem como identificação dos três estágios, sendo esses mais claros com a elevação do tempo. O método de Crussard-Jaoul não se apresentou como o mais indicado para tempos curtos de encharque, contudo para os tempos mais longos foi possível identificar três estágios de encruamento.

# REFERÊNCIAS

AARONSON *et al*, Coupled-solute drag effects on ferrite formation in Fe-C-X systems. Metal **Mater Trans A**, v. 35, p. 1187–1210, 2004.

ANAZAWA, R.M. Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica. 2007, 193 f. (Tese) Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista – UNESP.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in steels**: transformations, microstructure and properties. 2.ed. London: IOM Communications Ltd, 2001, 454p.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels**: microstructure and properties. 3ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006. 360p.

BILLUR, Eren; ALTAN Taylan. Three generations of advanced high-strength steels for automotive applications, Part I: The first generation. **Stamping Journal**, [S.I.], p.16-17, nov/dec. 2013.

BLECK, W.; FREHN, A.; OHLERT, J. Niobium in dual phase and trip steels. Niobium, Science and Technology, 2001.

CAI, Z.H.; DING, H.; KAMOUTSI, H.; HAIDEMENOPOULOS, G.N.; MISRA, R.D.K. Interplay between deformation behavior and mechanical properties of intercritically annealed and tempered medium-manganese transformation-induced plasticity steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 654, p. 359-367, 2016.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. **Ciências e engenharia de materiais**: uma introdução. 8. ed. São Paulo: LTC, 2012. 817p.

CHANDAN, A.K., *et* al, Effect of prior austenite grain size on the evolution of microstructure and mechanical properties of an intercritically annealed medium manganese steel, **Materials** Science and Engineering: A, v. 768, 2019.

CHATTERJEE, S. Transformations in TRIP-assisted steels: microstructure and properties. 2006. 182p. Tese (Doutorado) – Darwin College, University of Cambridge, Cambridge, 2006.

CHEN *et al.* On the transition between grain boundary ferrite and bainitic ferrite in Fe–C–Mo and Fe–C–Mn alloys: The bay formation explained, **Acta Materialia**, v 104, p 62-71, 2016.

CHIANG, J.; BOYD, J. D.; PILKEY, A. K. Effect of microstructure on retained austenite stability and tensile behaviour in an aluminum-alloyed TRIP steel. Materials Science & Engineering A, Ontario, v. 638 p. 132-142, 2015.

CHIANG, J.; LAWRENCE, B.; BOYD, J. D.; PILKEY, A. K. Effect of microstructure on retained austenite stability and work hardening of TRIP steels. Materials Science & Engineering A. v.528, p.4516-2521, 2011.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed., rev. e atual. São Paulo: Edgard Blucher, 2008. xx, 652 p., il. ISBN 978-85-212-0449-7 (enc.)

DAI, Z; CHEN, H; DING, R; LU, Q; ZHANG, C; YANG, Y; DER ZWAAG, S. Fundamentals and application of solid-state phase transformations for advanced high strength steels containing metastable retained austenite, **Materials Science and Engineering: R: Reports**, V. 43, 2021,

DE COOMAN, B.C. Structure–properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite, **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, p. 285-303, 2004.

DURNIN, J; RIDAL, K. A. Determination of retained austenite in steel by X-ray diffraction. **Journal of the Iron and Steel Institute**, p. 60-67, 1968.

EBNER, Sandra; SUPPAN, Clemens; SCHNITZER, Ronald; HOFER, Christina. Microstructure and mechanical properties of a low C steel subjected to bainitic or quenching and partitioning heat treatments. **Materials Science and Engineering:** A. v. 735, p 1-9, 2018.

FONSTEIN, Nina. Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing and Properties. 1. ed. Switzerland: Springer, 2015. 415p.

FU, B.; YANG, W.Y.; LI, L.F.; SUN, Z.Q. Effect of bainitic transformation temperature on the mechanical behavior of cold-rolled TRIP steels studied with in-situ high-energy X-ray diffraction. **Materials Science and Engineering A**, v.603, p. 134-140, 2014.

HAJIANNIA, I.; SHAMANIAN, M.; ATAPOURI, M.; GHASSEMALI, E.; SAEIDI, N. Development of ultrahigh strength TRIP steel containing high volume fraction of martensite and study of the microstructure and tensile behavior. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 71, n. 6, p. 1363-1370, 2018.

HASAN *et al*, Work hardening behaviour and damage mechanisms in carbide-free bainitic steel during uni-axial tensile deformation, **Materials Science and Engineering: A,** v. 751, p. 142-153, 2019.

HASE, K.; GARCIA-MATEO, C.; BHADESHIA, H.K.D.H. Bimodal size-distribution of bainite plates, **Materials Science and Engineering: A**, v. 438–440, p. 145-148, 2006.

HOFER, Christina; WINKELHOFER, Florian; CLEMENS, Helmut; PRIMING, Sophie. Morphology change of retained austenite during austempering of carbide-free bainitic steel, **Materials Science and Engineering: A**, v. 664, p. 236-246, 2016.

HOSSEINI, S.M.K, *et al.* Effects of ferrite phase characteristics on microstructure and mechanical properties of thermomechanically-processed low-silicon content TRIP-assisted steels, **Materials Science and Engineering: A**, v. 626, p. 229-236, 2015.

JACQUES, P.J. Transformation-induced plasticity for high strength formable steels. Current Opinion in Solid State and Materials Science. **Acta Materialia**, v. 8, p. 259-265, 2004.

JACQUES, P.J.; FURNE'MONT, Q.; LANI, F.; PARDOEN, T.; DELANNAY, F. Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. Characterization and mechanical testing. Acta Materialia, v. 55, p. 3681–3693, 2007.

JACQUES, P.J.; FURNE MONT, Q.; MERTENS, A.; DELANNAY, F. On the sources of work hardening in multiphase steels assisted by transformation-induced plasticity. **Philosophical Magazine A**, v. 81, p.1789-1812, 2001.

KANG, S.; SPEER, J.G.; KRIZAN, D.; MATLOCK, D.K.; MOOR, E. Prediction of tensile properties of intercritically annealed Al-containing 0.19C–4.5Mn (wt%) TRIP steels. **Materials and Design**, v. 97, p. 138-146, 2016.

KRAUSS, G. **Steels**: processing, structure, and performance. Ohio: ASM International, 2005. 602 p.

LIU, L.; HE, B.; HUANG, M. The role of transformation-induced plasticity in the development of advanced high strength steels. **Advanced Engineering Materials**, v. 20, p.1-17, 2018.

LONG, X.Y.; KANG, J.; LY, B.; ZHANG, F.C. Carbide-free bainite in medium carbon steel. **Materials & Design**, v. 64, p. 237-245, 2014.

LUO, Lianbo; LI, Wei; LIU, Shilong; WANG, Li, JIN, Xuejun. Effect of intermediate temperature annealing on the stability of retained austenite and mechanical properties of medium Mn-TRIP steel, **Materials Science and Engineering: A**, V. 742, p. 69-77, 2019.

LUO, Q.; KITCHEN, M.; ABUBAKRI, S. Effect of Austempering Time on the Microstructure and Carbon Partitioning of Ultrahigh Strength Steel 56NiCrMoV7. **Metals.** v. 7, 14p. 2017.

MATSUMURA, O., SAKUMA, Y. e TAKECHI, H. Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0.4C-1.5Si-0.8Mn steel. **Transactions ISIJ**. v. 27. p. 570-579, 1987.

MENDONÇA, R.R. **Têmpera e partição de aço baixa liga com pré-microestrutura bainítica**. 2019. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

PENG, Fei; XU, Yunbo; GU, Xingli; WANG, Yuan; LIU, Xunda; LI, Jianping. The relationships of microstructure-mechanical properties in quenching and partitioning (Q&P) steel accompanied with microalloyed carbide precipitation, **Materials Science and Engineering: A**, V. 723, p. 247-258, 2018.

PENG, Fei; XU, Yunbo; LI, Jiayu; GU, Xingli; WANG, Xu. Interaction of martensite and bainite transformations and its dependence on quenching temperature in intercritical quenching and partitioning steels, **Materials & Design**, V. 181, 2019.

PINHO, M. Influência dos parâmetros do tratamento térmico de tempera e partição na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço baixo carbono. Em fase de elaboração.

SAEIDI, N.; RAEISSI, M.; VAGHEI, H. R.; ABDAR, M. Extraordinary strength and ductility obtained in transformation-induced plasticity steel by slightly modifying its chemical composition. **Materials Science and Engineering:** A, v. 702, p. 225-231, 2017.

SHEN, Y.F.; QIU, L.N.; SUN, X.; ZUO, L.; LIAW, P.K.; RAABE, D. Effects of retained austenite volume fraction, morphology, and carbon content on strength and ductility of nanostructured TRIP-assisted steels. Materials Science and Engineering: A, v. 636, p. 551-564, 2015.

SHI, J.; SUN, X.; WANG, M.; HUI, W.; DONG, H.; CAO, W. Enhanced work hardening behavior and mechanical properties in ultrafine-grained steels with large fractioned metastable austenite. **Scripta Materialia**, v.63, p.815-818, 2010.

SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. **Aços e Ligas Especiais**: Classificação e seleção de aços - 2 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2006. 646p

SPEER, J.; MATLOCK, D.K.; DE COOMAN, B.C.; SCHROTH, J.G. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation, **Acta Materialia**, v. 51, p 2611-2622, 2003.

SUGIMOTO, K.; HOJO, T.; KOBAYASHI, J. Critical assessment 29: TRIP-aided bainitic ferrite steels, **Materials Science and Technology**, v. 33, p. 2005-2009, 2017.

SUGIMOTO, K; MUKHERJEE, M. TRIP aided and complex phase steels. In: RANA, R.; SINGH, S. B. Automotive Steels: design, metallurgy, processing and applications. 1.ed. Woodhead Publishing (Elsevier). Cap.8, p.217-257, 2017.

SUH, D.; KIM, S. Medium Mn transformation-induced plasticity steels: Recent progress and challenges, **Scripta Materialia**, v. 126, p. 63-67, 2017.

TABOADA, M.C., ELIZALDE, M.R. & JORGE-BADIOLA, D. Austempering in low-C steels: microstructure development and nanohardness characterization. Journal of Materials Science, v. 54, p. 5044 -5060, 2019.

TASAN, C.C. *et al.* An Overview of Dual-Phase Steels: Advances in Microstructure-Oriented Processing and Micromechanically Guided Design. **Annual Review of Materials Research**, v 45, p 391-431, 2015.

WANG, X.L.; WU, K.M.; HU, F.; YU, L.; WAN, X.L. Multi-step isothermal bainitic transformation in medium-carbon steel, **Scripta Materialia**, v. 74, p. 56-59, 2014

WU, B.B.; WANG, X.L.; WANG, Z.Q.; ZHAO, J.X.; JIN, Y.H.; WANG, C.S.; SHANG, C.J.; MISRA, R.D.K. New insights from crystallography into the effect of refining prior austenite grain size on transformation phenomenon and consequent mechanical properties of ultra-high strength low alloy steel, **Materials Science and Engineering:** A, V. 745, p. 126-136, 2019.

XIE, Z.J.; HAN, G.; ZHOU, W.H.; ZENG, C.Y.; SHANG, CJ. Study of retained austenite and nano-scale precipitation and their effects on properties of a low-alloyed multi-phase steel by the two-step intercritical treatment. **Materials Characterization**, v. 113, p. 60-66, 2016.

ZHAO, J. ZHENGYI, J. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. **Progress in Materials Science**, v.94, p.174-242, 2018.

ZHAO, Z. Z. *et al.* The influence of the austempering temperature on the transformation behavior and properties of ultra-high-strength TRIP-aided bainitic-ferritic sheet steel. **Materials Science & Engineering: A**, v. 613, p. 8-16, 2014.