UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

EFEITO DA TEMPERATURA DE SUPERENVELHECIMENTO NO RECOZIMENTO CONTÍNUO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO TRIP780.

Autor: Rafael Ricardo Magalhães Orientadora: Prof.ª Dr.ª Berenice Mendonça Gonzalez

MAIO/2019

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Rafael Ricardo Magalhães

Efeito da temperatura de superenvelhecimento no recozimento contínuo nas propriedades mecânicas do aço TRIP780.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Berenice Mendonça Gonzalez.

Belo Horizonte Universidade Federal de Minas Gerais Escola de Engenharia 2019

Magalhães, Rafael Ricardo. Efeito da temperatura de superenvelhecimento no recozimento contínuo nas propriedades mecânicas do aço TRIP780 / Rafael Ricardo Magalhães. - 2019. xv, 78f., enc.: il. Orientadora: Berenice Mendonça Gonzalez. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. Anexos: f. 77-78. Bibliografia: 71-76. 1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Aço -- Metalografia - Teses. 3. Aço - Teses. 4. Metalurgia física -- Teses. 1. Gonzalez, Berenice Mendonça. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. CDU: 669(043)

Dedico esta dissertação primeiramente a Deus, pois ele guia os meus passos. A meus pais, Elizardo e Lúcia, pela educação, amor, sabedoria e apoio; aos meus irmãos Flávio, Marcelo, Elizardo Junior e Ellen pelos conselhos e amizade, e a minha esposa Kelly pelo amor, apoio e compreensão.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer à Usiminas pela oportunidade concedida.

A Professora Berenice Mendonça Gonzalez pela confiança, orientação e sugestões.

Em especial quero agradecer ao Fernando Sousa Costa, Nissandro Domingues, Geraldo Arruda Maia, Alex Sandro Mol e Silva, Edson José Fagundes, Silvio Dias Araujo e a todos os meus colegas da Usiminas que me auxiliaram de alguma forma no desenvolvimento deste trabalho.

LISTA	DE FIGURAS	.vi
LISTA	DE TABELAS	x
LISTA	DE NOTAÇÕES	.xi
RESU	IMO	kiv
ABST	RACT	xv
1. IN	NTRODUÇÃO	. 1
2. O	BJETIVOS	. 3
3. R	EVISÃO BIBLIOGRÁFICA	. 4
3.1-	Efeito TRIP	. 7
3.2-	Microestrutura	10
3.2-1.	Austenita retida	11
3.2-2.	Bainita	12
3.2-2.	1. Temperaturas de transformação bainítica	13
3.2-2.2	2. Morfologias da Bainita	14
3.2-2.3	3. Mecanismos de transformação bainítica	18
3.3-	Composição química dos aços TRIP	22
3.3-1.	1.1. Carbono	23
3.3-1.	1.2. Manganês	23
3.3-1.	1.3. Silício	24
3.3-1.	1.4. Molibdênio	25
3.3-1.	1.5. Alumínio	26
3.3-1.	1.6. Fósforo	27
3.4-	Principais etapas do ciclo de recozimento contínuo	27
3.5-	Efeito da temperatura de superenvelhecimento	33
4. N	IETODOLOGIA	35
4.1-	Processamento do material em escala industrial	35
4.2-	Processamento do material em escala piloto	35
4.3-	Caracterização do material	37
4.3.1-	Caracterização microestrutural do aço	38
4.3.2-	Determinação das propriedades mecânicas	38
4.3.3-	Análise dilatométrica	39
5. R	ESULTADOS E DISCUSSÃO	40

SUMÁRIO

5.1.	Análise química da amostra processada em escala industrial	40
5.2.	Caracterização microestrutural do aço	40
5.3	Fração volumétrica de austenita retida e seu teor de carbono	48
5.4	Resultados de Análises por EBSD	49
5.5	Dilatometria	55
5.6	Propriedades Mecânicas	57
5.7	Análises por EBSD em CPs deformados	64
6.	CONCLUSÕES	70
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Diagrama de Limite de resistência com o alongamento para aços avançados de alta resistência mecânica (AHSS), com indicação das três gerações de Figura 3.2- Exemplo de possíveis aplicações de aço TRIP no body in white, na indústria automotiva (COLOMBO, 2016)......6 Figura 3.3 - Fenômeno TRIP: Onde a austenita retida (círculos brancos) se transforma em martensita (círculos pretos) após deformação, adaptado de FONSTEIN (2015). ... 8 Figura 3.4 - Curvas de resistência verdadeira em função da deformação verdadeira Figura 3.5 - Influência da deformação no valor de BH de aços bake hardenable e Figura 3.6 - Micrografia do aço TRIP como ilustração (à esquerda) e como imagem real de um aço TRIP, adaptado de FEI et al (2006).....10 Figura 3.7 - Diagrama esquemático mostrando a posição relativa das curvas de transformação perlítica e bainítica em aços carbono eutetóides (PORTER, 2009).....13 Figura 3.8 - Efeito do percentual de carbono na temperatura de transição entre bainita superior e bainita inferior adaptado de Pickering (1977)......15 Figura 3.9 - Bainita superior no aço 4360 transformado isotermicamente em (a) 495°C e (b) 410°C, resolução de 750x, (HEHEMANN, 1973).....15 Figura 3.10 - Bainita inferior no aco 4360 transformado em 300°C, resolução de 750x, (HEHEMANN, 1973)......16 Figura 3.11 - Representação esquemática da transição da bainita superior e da bainita inferior adaptado de Takahashi e Bhadeshia (1990)......17 3.12 - Classificação dos tipos morfológicos da bainita em aços de baixo Figura carbono: (a) bainita granular, (b) bainita superior, (c) bainita superior degenerada, (d) bainita inferior, (e) bainita inferior degenerada. MA – constituinte martensita-austenita, adaptado de Radwański (2015).....18 3.13 - Mecanismos atômicos displacivo e reconstrutivo adaptado de Figura 3.14 - Teor de carbono na ferrita adaptado de Bhadeshia, 2013......20 Figura 3.15 - Representação esquemática das características microestruturais da Figura formação da bainita adaptado de Bhadeshia, 2010......21 Figura 3.16 - Variação volumétrica de austenita rica em carbono em função do teor de silício no aco mantido de 350 a 450°C adaptado (MATSUMURA et al., 1987)25 3.17 - Fração volumétrica de austenita retida (a) e teor de carbono na Figura austenita retida (b) em função do tempo de austêmpera (ZHAO et al., 1999).26 3.18 - Efeito do Al e Si no teor de carbono e fração volumétrica de austenita Figura retida em funcão do tempo de austêmpera (ZHAO et al., 1999)......27 Figura 3.19 - Ciclo esquemático de recozimento contínuo com os três estágios potenciais para enriquecimento da austenita em carbono durante processo de aço

Figura 3.20 - Efeito do tempo de superenvelhecimento a 400°C sobre as propriedades de resistência e escoamento de uma aço 0,16C-1,6Mn-1,5Si recozido a Figura 3.21 - Enriquecimento da austenita com carbono devido à formação recente de ferrita durante resfriamento de 825 °C com diferentes taxas de resfriamento, liga Figura 3.22 - Diagrama esquemático representando o efeito da taxa de resfriamento sobre a transformação do grão de austenita durante o resfriamento, a partir do recozimento intercrítico até a temperatura ambiente (MARTINS, 2015 apud Figura 3.23 - Desenho esquemático do processo de recozimento de um aco TRIP, com destaque para as regiões de resfriamento rápido e superenvelhecimento Figura 3.24 - Fração de bainita para varias condições de taxas de resfriamento na Figura 4.1 - Ciclo de recozimento contínuo esquemático que será simulado na Figura 4.2 - Ilustração esquemática representando a retirada de corpos-de-prova de tração de uma amostra processada no simulador termomecânico adaptado (ARAUJO, Figura 5.1 - Aspecto típico da microestrutura da amostra na condição encruada, conforme observado por microscopia óptica (a) e eletrônica de varredura (b). Reativo nital a 4%......40 Figura 5.2 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio......41 Figura 5.3 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.....42 Figura 5.4 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.42 Figura 5.5 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.43 Figura 5.6 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclos de recozimentos das condições estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio......44 5.7 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclos de recozimentos Figura das condições estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.45 5.8 - Aspecto da microestrutura, em análises via MEV, das amostras Figura submetidas a patamares isotérmicos 440°C (a), 420°C (b) e 400°C (c) e a rampas de resfriamento entre 440°C e 360°C (d), 420°C e 340°C (e) e 400°C e 320°C (f)......47 Figura 5.9 - Aspecto da amostra processada com patamar isotérmico de 400°C em imagem obtida pelo detector forescatter, após a preparação para análise por EBSD. Ampliação original 5.000X......50 5.10 - Mapa de BS (a) e de fases (b) da amostra processada com patamar Figura Figura 5.11 - Distribuição dos valores de BS (band slope) referentes à estrutura CCC da amostra de aço TRIP780 processada com 400°C de temperatura de Figura 5.12 - Mapa de Local Misorientation da amostra de aço TRIP780 processada com 400°C de temperatura de superenvelhecimento......54 Figura 5.13 - Aspecto típico da microestrutura da amostra de aço TRIP780 processada com 400°C de temperatura de enchargue, conforme observado por 5.14 – Dilatometria para as condições de 1 a 5......56 Figura 5.15- Dilatometria para as condições de 6 a 10......56 Figura 5.16- Dilatometria para as condições de 11 a 15......57 Figura 5.17 - Limite de escoamento das amostras nas diferentes condições Figura simuladas......59 Figura 5.18 - Resultados de limite de resistência para as condições estudadas.59 5.19 - Alongamento total para as condições ensaiadas......60 Figura 5.20 – Valores obtidos do produto LRxAT, para as condições simuladas.....60 Figura 5.21 - Variação do expoente de encruamento com a deformação para Figura temperatura de superenvelhecimento de 440 °C.....62 Figura 5.22- Variação do expoente de encruamento com a deformação para temperatura de superenvelhecimento de 420 °C.....62 Figura 5.23 - Variação do expoente de encruamento com a deformação para temperatura de superenvelhecimento 400 °C.....63 5.24 - Fração de austenita retida em função da deformação nas condições Figura 400/SE e 400/320......64 5.25 – Aspecto típico da microestrutura das amostras submetidas a 10% (a) e Figura 23% (b) de deformação por tração, conforme análises por microscopia óptica.65 Figura 5.26 - Mapa de fases, sobrepostos a mapas de bandconstrast de amostra submetida a 10% de deformação sob tração (a) e 23% (b). Austenita retida está destacada em azul. As setas indicam regiões com pixels identificados erroneamente

Figura 5.27 - Mapas de bandcontrast e grainboundaries (a, b) e de figura de polo inversa (c, d) de amostras submetida a 10% e a 23% de deformação sob tração......68 Figura 5.28 - Mapas de *bandslope* (a, b) e de *local misorientation* (c, d) de amostras submetidas a 10% e a 23% de deformação sob tração.......69

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 - Composições típicas de aços TRIP de baixa liga (% em massa), (ZORZI, 2014 apud FERRER, 2007)22
Tabela IV.1 - Composição química do aço TRIP780 conforme norma EN 10338:2015.
Tabela IV.2 - Condições que foram consideradas no estudo
Tabela V.3 - Teor de carbono e percentual de austenita retida (%)49 Tabela V.4 – Resultados do refinamento da quantificação dos constituintes presentes na microestrutura da amostra processada com patamar isotérmico de 400°C52 Tabela V.5 - Propriedades mecânicas do aço TRIP780 obtidas em diversas condições de SE
de resistência pelo alongamento total das condições 1 a 3

LISTA DE NOTAÇÕES

1C: Primary Cooling - Refriamento Rápido Primário

2C: Secondary Cooling – Resfriamento Rápido Secundário

AC₃: Temperatura de final de transformação austenítica no aquecimento

AC1: Temperatura de inicio de transformação austenítica no aquecimento

AHSS: Advanced High Strength Steels - Aços Avançados de Alta Resistência

AR: Austenita Retida

AR₁: Temperatura final da transformação de fase de austenita para ferrita durante o resfriamento

ASTM: American Society for Testing and Materials

AT: Alongamento Total

BH: Bake hardening

BS: Band Slope

B_s: Temperatura de inicio da transformação bainítica

CAPL: Continuous Annealing Process Line - Linha de Processo de Recozimento

Continuo

CCC: Cúbica de corpo centrado

CFC: Cúbica de face centrada

CP: Aços Complex Phase

DP: Aços Dual Phase

EBSD: Electron backscatter diffraction

FB: Ferita bainita

Fe-a: Ferrita

Fe-y: Austenita

HF = Heating Furnace – Forno de Aquecimento

HSS: High Strength Steels – Aços de Alta Resistência

HSLA: High Strength Low Alloy Steel – Aços de Alta Resistência de Baixa Liga

IF: Interstitial Free

IPS: Invariant-plane strain plano invariante

LE: Limite de Escoamento

L-IP: Aços Lightweight- steels with induced plasticity

LR: Limite de Resistência

MA: Martensita

M_D: Temperatura acima da qual a austenita é estável e não ocorre transformação

induzida por deformação para martensita

Ms: Temperatura de inicio da transformação martensítica

OA: Forno de Superenvelhecimento

SCF: Slow Cooling Furnace - Forno de Resfriamento Lento

SE: Superenvelhecimento

SEi: Temperatura inicial de superenvelhecimento

SEf: Temperatura final de superenvelhecimento

SF: Soaking Furnace - Forno de Encharque

SS: Aços Strength Steels

TCC: Tetragonal de corpo centrado

TRIP: Transformation Induced Plasticity – Aços de plasticidade induzida por transformação

TTT: Diagrama de transformação em função do tempo e temperatura

TWIP: Twinning Induced Plasticity

WQ: Water Quench - Banho de água

Fe-y: Austenita

Fe-α: Ferrita

LISTA DE SIMBOLOS

Ni: Níquel

Cr: Cromo

P: Fósforo

V: Vanádio

Al: Alumínio

Mn: Manganês

Si: Silício

Nb: Nióbio

C: Carbono

N: Nitrogênio

s: Segundos

MPa: Mega Pascal

°C: Graus Celsius

t: Tempo

min: minutos

F: Graus Fahrenheit

Cy: Carbono na austenita

Vy: Variacăo volumétrica de austenita

α: Ferrita

α ': Ferrita tetragonal

γ: Austenita

RESUMO

Neste trabalho estudou-se o efeito das temperaturas de inicio e fim da etapa de superenvelhecimento (SE) de um ciclo de recozimento contínuo sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas de um aço baixo carbono TRIP de limite de resistência mínimo de 780 MPa visando a determinar as melhores condições em termos das propriedades mecânicas.

Amostras de 1.10mm de espessura foram recozidas até a temperatura de 800°C, no centro de pesquisa da Usiminas utilizando o equipamento *Gleeble*. Após este processo as amostras foram resfriadas até as temperaturas de início de superenvelhecimento (SEi) a 440°C, 420°C, 400°C. Em seguida, as amostras permaneceram nessas temperaturas durante um período de 5min ou foram resfriadas até atingir temperaturas que variaram de 440°C a 320°C, utilizando-se baixas taxas de resfriamento de 1x10⁻¹°C/s a 3,8x10⁻¹°C/s. Estas temperaturas foram escolhidas de forma a serem aplicáveis no processo industrial com os equipamentos atuais.

Após a realização das simulações dos ciclos de recozimento, todas as amostras foram submetidas aos ensaios de tração, metalografia, difração de raios-X e dilatometria para avaliação microestrutural e de propriedades mecânicas do aço. As microestruturas apresentaram frações variáveis de ferrita, bainita, austenita retida e pequena porção de martensita. Todas as condições atingiram a resistência mínima de 780MPa, e foi possível destacar as condições para a temperatura SEi de 440°C onde apresentaram os melhores resultados de propriedades mecânicas e características típicas de aços TRIP.

ABSTRACT

In this work was studied the effect of the start and end temperatures of the overaging (SE) of a continuous annealing cycle on the microstructure and the mechanical properties of a low carbon TRIP steel with a minimum strength limit of 780MPa to determine the best conditions in terms of mechanical properties.

Samples of 1.10mm thickness were annealed until 800°C, at the Usiminas research Center, using the Gleeble equipment. After this process, the samples were cooled to the start temperatures overaging (SEi) at 440°C, 420°C, 400°C. Then, the samples remained at those temperatures for a period of 5min or were cooled to temperatures ranging from 440°C to 320°C using low cooling rates of 1x10⁻¹°C/s to 3.8x10⁻¹°C/s. These temperatures were chosen in order to be applicable in the industrial process with current equipment.

After the annealing cycles simulations, all samples were submitted to tensile, metallography, X-ray diffraction and dilatometry tests for the microstructural evaluation and the mechanical properties of the steel. The microstructures presented variable volume of ferrite, bainite, retained austenite and small portion of martensite. All conditions reached a minimum strength of 780MPa, it is possible to highlight the conditions for temperature SEi of 400°C where it presented the best results of mechanical properties and typical characteristics of TRIP steels.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, um dos principais objetivos do setor automobilístico é reduzir o peso dos veículos, a fim de diminuir o consumo de combustíveis e, consequentemente, a emissão de gases provenientes da queima de hidrocarbonetos, que contribuem para o efeito estufa. Além da preocupação com o meio ambiente, o cuidado com a segurança veicular e requisitos de resistência ao impacto também fazem parte do novo conceito de veículos a serem desenvolvidos nos próximos anos pelas indústrias automobilísticas.

Com o objetivo de suprir todas as necessidades descritas anteriormente, as indústrias siderúrgicas passaram a investir no desenvolvimento de novos aços tecnologicamente mais avançados para aplicação em veículos. Neste cenário, foram desenvolvidos os chamados Aços Avançados de Alta Resistência ou Advanced High Strength Steels– AHSS (KUZIAK, 2008).

Os aços TRIP se caracterizam por apresentar resultados superiores em termos do binômio resistência mecânica e alongamento uniforme, além de apresentar maior capacidade de absorção de energia no impacto, em comparação com os aços Dual Phase (DP) e HSLA de mesmo grau de resistência mecânica (KUZIAK, 2008; BHARGAVA, 2015). Por outro lado, estes aços apresentam a desvantagem do uso de um teor de carbono relativamente elevado, o que geralmente prejudica a soldabilidade do material. Sua microestrutura é constituída tipicamente por ferrita poligonal, bainita e austenita retida (AR) (MEHTEDI, 2010; KIM, 2001). A bainita encontrada nos aços TRIP é mais apropriadamente denominada ferrita bainítica, já que se trata de um constituinte livre de carbonetos (ZAEFFERER, 2004). A austenita retida, por sua vez, que é um constituinte metaestável à temperatura ambiente, é essencial para a obtenção do conjunto de propriedades mecânicas apresentado por este tipo de aço.

É um fato bem documentado que a austenita retida pode se transformar em martensita, por deformação (MEHTEDI, 2010; KIM, 2001). Sendo esta uma fase mais dura, se verifica um incremento da resistência mecânica e do expoente de encruamento instantâneo do material. Além disso, esta transformação é acompanhada por uma expansão volumétrica. Estes efeitos combinados contribuem para retardar a

instabilidade mecânica que antecede a ruptura do material, o que se reflete em um aumento no alongamento uniforme do material. A produção de um aço TRIP laminado a frio envolve a realização de um ciclo de recozimento com aquecimento no campo intercrítico cujas etapas mais importantes são as de encharque e de superenvelhecimento. No final da etapa de enchargue a microestrutura do material é constituída de austenita e ferrita. A fração volumétrica de cada uma delas depende basicamente da temperatura e do tempo de encharque. Durante o resfriamento subsequente ocorre a decomposição de parte da austenita formada no encharque em ferrita. Como a solubilidade do carbono na austenita é menor do que na ferrita há um enriquecimento de carbono na austenita. Na etapa de superenvelhecimento, ocorre a formação de bainita. Nesta etapa do processo, o silício exerce o papel importantíssimo de atrasar a formação de cementita. Por esta razão, a bainita formada durante o superenvelhecimento é isenta de carbonetos, sendo por isso mesmo denominada de ferrita bainítica, por muitos autores. O carbono presente nas plaquetas de ferrita bainítica, nucleadas supersaturadas com este elemento, migra então para a austenita, tornando-a estável à temperatura ambiente.

As propriedades mecânicas dos aços TRIP estão ligadas diretamente ao tipo, quantidade, morfologia e distribuição dos constituintes, que, por sua vez, dependem dos parâmetros de processamento utilizados. Desse modo, neste trabalho, foi investigado o efeito das temperaturas de início e fim na etapa de superenvelhecimento do ciclo de recozimento contínuo nas características microestruturais e propriedades mecânicas de um aço baixo carbono TRIP da classe de 780MPa de limite mínimo de resistência. Foi objetivo também determinar a melhor condição, em termos de propriedades mecânicas, para processamento a ser empregada na etapa de superenvelhecimento em um processo de recozimento contínuo industrial.

2. OBJETIVOS

O objetivo principal deste trabalho foi a determinação da melhor condição de superenvelhecimento no processo de recozimento contínuo de um aço baixo carbono TRIP da classe de 780 MPa visando à otimização das propriedades mecânicas.

Os objetivos específicos são:

- Simular ciclos de superenvelhecimento no recozimento contínuo do aço estudado com diferentes condições de temperatura de início e fim de resfriamento e diferentes taxas de resfriamento;
- Caracterizar as microestruturas obtidas para as diferentes condições de superenvelhecimento através da determinação das frações volumétricas das fases presentes;
- Determinar as propriedades mecânicas do aço estudado para as diferentes condições de superenvelhecimento;
- Correlacionar às propriedades mecânicas obtidas para as diferentes condições de superenvelhecimento com as microestruturas resultantes de cada condição considerada.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A crescente demanda por materiais de alto desempenho, principalmente no setor automotivo, no que diz respeito à economia de energia, conforto e segurança e sustentabilidade ambiental conduziu a indústria siderúrgica no desenvolvimento de nova geração de aços, conhecidos como AHSS - Advanced High Strength Steels ou aços avançados de alta resistência (PLA-FERRANDO, 2011), promovendo a aquisição de componentes estruturais mais leves, reduzindo a emissão de gases de combustão de efeito estufa e capazes de suportar impactos e colisões, garantindo maior segurança ao ser humano.

A classificação metalúrgica dos aços, conforme ilustrado na figura 3.1 é divida em (OLIVEIRA, 2013; NASCIMENTO, 2007; PLA-FERRANDO, 2011):

1- Aços de baixa resistência: possuem limite de resistência menor que 300MPa mas alta ductilidade, com baixo teor de carbono e microestrutura ferrítica.

Exemplo: Aço Interstitial. Free - IF;

2- Aços convencionais de alta resistência – HSS. Estes aços apresentam microestrutura ferrítica com o efeito de aumento de resistência por meio de solução sólida, refino de grão ou endurecimento por precipitação.

Exemplos: Aço bake hardening e aços de alta resistência micro ligados;

3- Aços avançados de alta resistência – AHSS. Possuem limite de resistência maior que 700 MPa. Apresentam microestrutura ferrítica e uma ou mais fases, como bainita, martensita, austenita retida ou perlita.

Exemplos: Aço CP (*Complex Phase*), aços bifásicos (*Dual Phase - DP*), aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) e aços TWIP (*Twinning Induced Plasticity*).

A diferença entre os aços de alta resistência HSS e os AHSS está na microestrutura apresentada por cada um deles. Enquanto os aços convencionais de alta resistência apresentam microestrutura monofásica, os aços AHSS possuem múltiplas fases, com propriedades mecânicas distintas de acordo com a fração dos constituintes presentes em sua microestrutura (PLA-FERRANDO, 2011).



Figura 3.1 - Diagrama de Limite de resistência com o alongamento para aços avançados de alta resistência mecânica (AHSS), com indicação das três gerações de AHSS (PLA-FERRANDO, 2011).

Dentro da classe de aços avançados de alta resistência (AHSS) existe uma subdivisão em gerações de AHSS, a saber: a primeira geração de aços avançados de alta resistência (*Dual phase*, *Complex phase*, TRIP e Martensítico) são aços com excelente aplicabilidade em componentes automobilísticos, com estrutura ferrítica como matriz, acrescida de outras fases. A segunda geração são os aços *Twinning-induced plasticity* (TWIP), *Lightweight - steels with induced plasticity* (L-IP), *Austenitic stainless steels* (SS), são aços austeníticos com alta concentração de manganês (Mn) e projetados para superar os aços AHSS de primeira geração nos quesitos resistência-ductilidade, além de serem esperados em projetos de veículos com concepções futurísticas. Já os aços de terceira geração são aqueles que ocuparão o espaço entre os de primeira e segunda geração na figura 3.1 (COLOMBO, 2016).

Dos aços AHSS de primeira geração, o aço TRIP possui larga aplicação na indústria automotiva em peças de veículo cuja função é se deformar e absorver a energia de impacto e em peças de formas complexas que podem ser estampadas devido à alta ductilidade (PEREIRA, 2015). Por conseguinte, a utilização do aço TRIP nos componentes estruturais de automóveis possibilita a redução de peso dos mesmos, reduzindo a espessura da sua principal estrutura – conhecida como carroceria bruta

ou *body in white* (figura 3.2) e que corresponde a 20% do peso total de um veículo, sem perder em resistência mecânica (PLA-FERRANDO, 2011).



Figura 3.2 - Exemplo de possíveis aplicações de aço TRIP no *body in white*, na indústria automotiva (COLOMBO, 2016).

Na década de 1980, após resultados de pesquisas da siderúrgica japonesa Nippon Steel, surgiram os aços TRIP como materiais potenciais para aplicação em carrocerias de veículos (FONSTEIN, 2015). Porém, foram necessárias quase duas décadas para a apresentação de novos avanços nas aplicações destes aços e para conseguir a confiança das indústrias siderúrgicas e dos fabricantes automotivos. Outros fatores que influenciaram no longo período de desenvolvimento foram à necessidade para obtenção de maior amostragem de dados sobre os benefícios do uso destes materiais e, também, analisar as melhores combinações que atendem as demandas dos produtores de aço e montadoras (FONSTEIN, 2015).

A necessidade das indústrias automobilísticas em atender a crescente demanda por maior economia de combustível e melhor resistência ao impacto, bem como a intenção de expandir o número de peças fabricadas a partir de aços de alta resistência, motivaram a continuidade do desenvolvimento de novos aços com melhor conformabilidade e melhores parâmetros de comportamento mecânico para segurança dos passageiros (FONSTEIN, 2015). Por apresentar vantagens, em suas propriedades físicas e de aplicação frente aos outros aços avançados de alta resistência, os aços TRIP tornaram-se muito atraentes para pesquisadores e empresas (FONSTEIN, 2015).

Segundo Fonstein, 2015, há uma certa "resistência" para produção e aplicação dos aços TRIP. Primeiramente, estes aços normalmente possuem um alto teor de carbono (cerca de 0.20%) que dificulta a junção de bobinas ou de peças por soldagem. Em segundo lugar, ainda existem algumas contradições quanto ao comportamento mecânico desses aços, particularmente a sua capacidade de deformar em regiões de borda e sua resistência à fratura (FONSTEIN, 2015).

Nos últimos anos, os aços TRIP com limites de resistência de 590, 690 e 780 MPa tem sido desenvolvidos e utilizados pelas montadoras, porém sua produção global é quase dez vezes menor em comparação com os aços *Dual Phase* (FONSTEIN, 2015).

3.1- Efeito TRIP

Após estudos Zackay *et al* (1967) descreveram pela primeira vez o efeito TRIP quando uma determinada quantidade de austenita retida se transforma em martensita durante uma deformação plástica. Dessa maneira, os pesquisadores nomearam este efeito como TRIP (*Transformation Induced Plasticity*).

A austenita quando se deforma em temperaturas acima da M_s (*Martensite start temperature*), mas abaixo da temperatura crítica de M_D (temperatura acima da qual a austenita é estável e não ocorre transformação induzida por deformação para martensita), ela pode se transformar em martensita caso seja atingido uma tensão crítica (FONSTEIN, 2015). O fenômeno TRIP implica na transformação local de austenita metaestável em martensita, assim há um aumento de resistência nessa região, evitando uma maior deformação localizada. Conforme pode ser observado na figura 3.3, o mesmo comportamento se repete na próxima região local e em toda a amostra, garantindo uma taxa de endurecimento muito alta, garantindo então um alto alongamento uniforme do aço (FONSTEIN, 2015).



Figura 3.3 - Fenômeno TRIP: Onde a austenita retida (círculos brancos) se transforma em martensita (círculos pretos) após deformação, adaptado de FONSTEIN (2015).

Segundo os pesquisadores X. Guo, J. Post, M. Groen, W. Bleck, 2011 a transformação da austenita retida em martensita durante a deformação próxima a temperatura ambiente, desenvolve uma fase martensítica com alto teor de carbono, que aumenta substancialmente a taxa de endurecimento por deformação e aumenta a resistência do aço de forma eficaz, conforme pode ser observado na figura 3.4.



Figura 3.4 - Curvas de resistência verdadeira em função da deformação verdadeira para um aço austenítico 1.4310, adaptado de BLECK *et al.* (2011).

Os pesquisadores X. Guo, J. Post, M. Groen e W. Bleck, 2011, comentaram em seus trabalhos que o efeito de endurecimento por deformação deve-se principalmente a três aspectos: transformação martensítica como fase de reforço, o endurecimento por solução sólida de C, N e o aumento da densidade de deslocações. O endurecimento por deformação torna-se menos resistente quando a temperatura de esforço for aumentada, isso é motivado pela redução da fração volumétrica de martensita (X. GUO, J. POST, M. GROEN, W. BLECK, 2011).

Ainda sobre as propriedades do aço TRIP, o alto valor BH (*Bake Hardenable*) é uma característica bastante importante desses aços. Esse parâmetro caracteriza o aumento adicional da resistência mecânica devido ao envelhecimento por deformação quando a carroceria do veículo é levada à estufa para a cura da pintura. Contrariamente aos aços Bake Hardenable, cujo aumento da resistência tende a diminuir com o aumento da deformação, nos aços TRIP esse parâmetro tende a aumentar com o aumento da deformação, figura 3.5 (PEREIRA, 2015).



Figura 3.5 - Influência da deformação no valor de BH de aços *bake hardenable* e TRIP (PEREIRA, 2015).

A explicação para o fenômeno BH nos aços TRIP é que sobram deslocações livres (ou com pouco carbono) no interior dos grãos de ferrita, o que faz com que o aumento do limite de escoamento seja pequeno para baixa deformação. À medida que alguma deformação é aplicada, as deslocações que estão na interface ferrita/martensita são liberadas e escorregam em direção ao interior dos grãos de ferrita, tornando a distribuição de deslocações mais uniforme. Com o tratamento de envelhecimento, o carbono também se distribui mais uniformemente entre as deslocações, ancorando-as, o que resulta em um aumento do valor BH. No aço BH tradicional, com o aumento adicional da pré-deformação, novas deslocações são introduzidas e o bloqueio torna-

se menos efetivo em função do teor limitado de carbono em solução sólida (PEREIRA, 2015).

3.2- Microestrutura

A microestrutura multifásica do TRIP é composta por ferrita (+/-50%), bainita (+/-35%), austenita retida (7% até 15%) e martensita (1% até 5%) e teor relativamente baixo de elementos de liga (3,5%, em massa), sendo que a austenita retida é considerada o constituinte mais importante na microestrutura do aço TRIP (FERRER, 2007; ZORZI, 2014).

Os aços TRIP tradicionais possuem matriz ferrítica, podendo ser de ferrita bainita (aços de terceira geração, produzidos pelo tratamento de têmpera e partição), que garante maior estabilidade à austenita retida (ZHANG, 2013). A presença de uma segunda ou terceira fase (austenita e/ou martensita) gera aumento de resistência mecânica e também um aumento do endurecimento por deformação (encruamento). O teor de ferrita é importante nos aços TRIP, pois a matriz ferrítica na transformação da austenita induzida por deformação absorve facilmente a expansão volumétrica da austenita retida para a transformação da martensita com papel complementar para o efeito TRIP (WANG, 2013).



Figura 3.6 - Micrografia do aço TRIP como ilustração (à esquerda) e como imagem real de um aço TRIP, adaptado de FEI *et al* (2006).

A bainita formada na austêmpera ou superenvelhecimento é livre de carbonetos devido o alto teor de silício, levando o nome de ferrita bainita (FB). A ferrita formada durante recozimento intercrítico é chamada de ferrita poligonal (ZHANG, 2013). Segundo Zhao (2014), em aços TRIP tradicionais, a austenita retida se apresenta como partículas dispersas entre grãos de ferrita equiaxiais. A FB ajuda a reduzir a quantidade de tensão transportada pela transformação da austenita, o que favorece o aumento da estabilidade da austenita retida em aço de matriz ferrita bainita. A bainita pode estabilizar a austenita retida através da acomodação da tensão (ZHAO, 2014).

3.2-1. Austenita retida

A estabilidade da austenita retida garante que ocorra o efeito TRIP gradualmente perante deformações plásticas consideráveis e não diante de pequenas cargas, o que não aumentaria a ductilidade do aço (ZHANG, 2013).

Ferrer *et al.* (2003) cita que Matsumura *et al.* (1987) concluíram que para obter valores mais altos de alongamento é necessário uma fração volumétrica considerável de austenita retida com estabilidade até um determinado limite. Deste modo, pesquisas acerca da estabilidade da austenita foram se desenvolvendo principalmente para aços de baixa liga e alta resistência.

A estabilidade da austenita retida e o controle da tensão limite para a transformação da austenita retida em martensita é garantida pela composição química (teor de carbono e elementos de liga), pela morfologia e tamanho de grão da austenita retida, pelos microconstituintes ao redor da austenita retida e pela temperatura de transformação (ZHAO, 2014; ZHANG, 2013; COLOMBO, 2016).

Pelos estudos de Zhang (2013), a composição química afeta a temperatura de transformação martensítica, principalmente o carbono e o manganês, de acordo com a expressão de energia livre abaixo (equação 3.1).

$$\Delta G^{ch} = -7381,6 + 69447 X_{C} + 19296 X_{Mn} - 38776 X_{C} X_{Mn} + (6,7821 - 33,45 X_{c})T \quad (3.1)$$

onde:

 Δ G^{ch} = energia livre para a formação da martensita X_Y = fração molar do elemento Y

T = temperatura em Kelvin

A equação 1 mostra que tanto o carbono quanto o manganês são elementos químicos estabilizadores da austenita e a estabilidade aumenta com o aumento da temperatura. Caso a austenita não possua carbono ou manganês suficientes, poderá começar sua transformação martensítica espontaneamente, nucleando nos defeitos do reticulado cristalino (FERRER, 2003 apud NISHIYAMA, 1978).

Nos estudos de Zhang (2013) foram analisados os efeitos do tamanho de grão da austenita retida e dos microconstituintes vizinhos em um aço silício de baixo carbono para a estabilidade da austenita retida. Foi observado que o tamanho de grão fino de austenita precursora e matriz de ferrita bainítica garantem maior estabilidade à austenita retida. A energia de criação de interface martensita-austenita retida atua como uma barreira de energia: em grãos muito pequenos de austenita retida, a energia de criação de interface é maior do que para a criação em grãos maiores. (ZHAO, 2014 apud ZHANG, 2013). Já os estudos feitos por Hanzaki (FERRER, 2003 apud HANZAKI, 1997) com acos TRIP microligados ao nióbio mostram que a maior fração volumétrica de austenita retida ocorre para maior tamanho de grão austenítico precursor. Isso se deve pela estabilidade que o nióbio fornece à austenita precursora, antes do resfriamento da mesma, quando esse elemento se encontra totalmente dissolvido nesta fase. Isso acontece porque há a fixação dos grãos de austenita por carbonitretos. Entretanto, mesmo sem o nióbio, mas com o tratamento termomecânico adequado, que produziu pequeno tamanho de grão austenítico precursor, foi obtido maior fração de austenita retida.

3.2-2. Bainita

Cooman *et al.* (2004) comentam que em aços de médio e baixo em carbono , a reação perlítica ocorre isotermicamente entre 550°C e 720°C. O crescimento cooperativo da ferrita e cementita implica em um mecanismo de transformação difusiva. Em baixas temperaturas de transformação, a martensita é formada por um mecanismo de transformação displaciva, onde não há tempo suficiente para que ocorra o processo de difusão na transformação eutetóide (IGWEMEZIE *et al.*, 2014). A maioria dos átomos de carbono na estrutura CFC (cúbica de face centrada), Fe- γ , permanecem em solução na fase Fe- α , como resultado, a estrutura CCC (cúbica de corpo centrado) é distorcida a TCC (tetragonal de corpo centrado). Entre os dois, há uma faixa de

temperatura na qual são formados agregados finos de placas de ferrita (ou lâminas) e partículas de cementita. Essas estruturas intermediárias são chamadas de bainita. A bainita tem uma morfologia diferente à medida que a temperatura de transformação se altera (COOMAN et al., 2004).

A figura 3.7 é o diagrama TTT esquemático para a reação da perlita em ligas Fe-C eutetóides. Observa-se a forma em C típica das transformações difusionais que ocorrem no resfriamento. A taxa máxima de transformação ocorre a cerca de 550°C. Em temperaturas mais baixas, outro tipo de produto de transformação, chamado Bainita, pode crescer mais rápido que a perlita.

Como a perlita, a bainita é uma mistura de ferrita e carboneto, mas é microestruturalmente distinta em relação a perlita, pode ser caracterizada por sua própria curva C em um diagrama TTT. Nos aços carbono simples esta curva sobrepõe-se à curva da perlita de modo que, a temperaturas em torno de 500°C, tanto a perlita quanto a bainita se formam competitivamente.



Log (Tempo)

Figura 3.7 - Diagrama esquemático mostrando a posição relativa das curvas de transformação perlítica e bainítica em aços carbono eutetóides (PORTER, 2009)

3.2-2.1. Temperaturas de transformação bainítica

A temperatura de inicio da transformação bainítica é conhecida como temperatura B_s, e há várias equações empíricas que mostram o efeito dos elementos de liga sobra a B_s, determinadas por Bhadeshia (1992). Steven e Hayes (1956) estabeleceram a seguinte equação para BS em função da composição química (% em peso) para aços microligados contendo de 0,1 a 0,55% de carbono:

$$B_{s}(^{\circ}C) = 830 - 270(\%C) - 90(\%Mn) - 37(\%Ni) - 70(\%C) - 83(\%Mo)$$
(3.2)

Para aços bainíticos baixo carbono, contendo entre 0,15 a 0,29% de carbono, com aplicação em altas temperaturas em indústrias de energia elétrica, Bodnar *et al.* (1989) determinaram a seguinte equação para B_s , com o teor dos elementos em porcentagem em peso (%).

$$B_{s}(^{\circ}C) = 844 - 597(\%C) - 63(\%Mn) - 16(\%Ni) - 78(\%Cr)$$
(3.3)

3.2-2.2. Morfologias da Bainita

A bainita é um complexo de agregado de ferrita e carbonetos com uma morfologia particular descrita como acicular ou em "pacotes". Esses pacotes consistem de finas placas ou ripas chamadas "subunidades" de ferrita, separadas por regiões de austenita não transformada, martensita ou carbonetos formados depois do crescimento dos grãos de ferrita bainítica. Além disso, as placas tendem quase todas, a adotar a mesma orientação cristalográfica dentro de um mesmo pacote (FONSTEIN, 2015).

Mehl (1939) definiu dois tipos de bainitas, de morfologias distintas, que se desenvolvem em diferentes faixas de temperaturas, conhecidas como bainita superior e bainita inferior. Honeycombe e Bhadeshia (1995) descreveram que ambas as bainitas, superior e inferior, consistiam de agregados de plaquetas ou ripas de ferrita separadas por regiões de fases residuais.

A Figura 3.8, determinada por Pickering (1977), mostra o efeito do teor de carbono no aço sobre as temperaturas de transição entre a formação da bainita superior e da bainita inferior. Nela a bainita superior se forma em intervalos de temperatura logo abaixo da temperatura de transformação da perlita, tipicamente abaixo de 500 °C.



Figura 3.8 - Efeito do percentual de carbono na temperatura de transição entre bainita superior e bainita inferior adaptado de Pickering (1977).

A Figura 3.9 mostra micrografias da bainita superior formada em um aço 4360 a uma temperatura de superenvelhecimento de 495°C e 410°C (R.F. HEHEMANN, 1973).



Figura 3.9 - Bainita superior no aço 4360 transformado isotermicamente em (a) 495°C e (b) 410°C, resolução de 750x, (HEHEMANN, 1973).

A bainita aparece escura, e os cristais individuais ferríticos têm uma forma acicular. A transformação bainítica não foi completa durante temperaturas isotérmicas de superenvelhecimento e, portanto, as áreas claras da imagem são martensitas que se formaram na austenita não transformada após tempera (HEHEMANN, 1973).

Um exemplo de bainita inferior, obtido a partir de uma amostra do aço 4360 parcialmente transformado a 300°C é mostrado na figura 3.10.



Figura 3.10 - Bainita inferior no aço 4360 transformado em 300°C, resolução de 750x, (HEHEMANN, 1973).

Novamente, as regiões finas escuras são a bainita e a matriz branca é a martensita formada na austenita não transformada sobre resfriamento a 300°C.

A bainita inferior é composta por grandes placas de ferrita que se formam não paralelas entre si e, analogamente, as microestruturas de placas de martensita, muitas vezes é caracterizada como acicular. Os carbonetos nas placas de ferrita da bainita inferior são muito finos para serem observados por microscópio (HEHEMANN, 1973).

Em 1990, Bhadeshia e Takahashi, conforme figura 3.11, ilustraram a bainita superior e inferior em função da difusão de carbono na austenita.



Figura 3.11 - Representação esquemática da transição da bainita superior e da bainita inferior adaptado de Takahashi e Bhadeshia (1990).

Dependendo do tratamento térmico, a bainita apresenta diferentes morfologias. Isso geralmente leva a confusas caracterizações microestruturais. Outras microestruturas bainíticas foram classificadas em um atlas microestrutural para microestruturas bainíticas (*Bainite Committee of Iron and Steel Institute of Japan: Atlas for Bainitic Microstructures vol.1, ISIJ, 1992.*). Alguns autores propuseram sua própria classificação alternativa. Além das bainitas superior e inferior, K. Radwański em 2015, comentou sobre mais 3 tipos de bainita em aços com baixo teor de carbono, nomeadas: bainita granular, bainita superior degenerada, bainita inferior degenerada. A definição dos tipos de estrutura da bainita é apresentada na figura 3.12. Estes tipos de estrutura da bainita são distinguíveis principalmente com base no tipo e características morfológicas do constituinte complementar.



Figura 3.12 - Classificação dos tipos morfológicos da bainita em aços de baixo carbono: (a) bainita granular, (b) bainita superior, (c) bainita superior degenerada, (d) bainita inferior, (e) bainita inferior degenerada. MA – constituinte martensita-austenita, adaptado de Radwański (2015).

Zajac *et at.* (2005) comentaram que a bainita granular é definida como uma microestrutura composta de ferrita irregular com as segundas fases distribuídas entre os grãos da ferrita irregulares. A característica da bainita granular é a falta de carbonetos na microestrutura. Em vez disso, o carbono que é dividido na ferrita bainítica estabiliza a austenita residual, de modo que a microestrutura final pode conter qualquer produto de transformação que se possa formar a partir da austenita enriquecida de carbono.

A bainita superior degenerada acontece quando a formação de cementita é impedida, dando uma microestrutura consistindo de ripas de ferrita e austenita residual enriquecida de carbono ou martensita austenita constituinte nos contornos da ferrita. A presença de martensita austenita na bainita inferior degenerada sugere que ela é um produto de transformação incompleta que inibe a formação de cementita dentro das ripas de ferrita (ZAJAC *et at.*, 2005).

3.2-2.3. Mecanismos de transformação bainítica

A transformação da austenita para a ferrita pode ocorrer por uma variedade de mecanismos atômicos (BHADESHIA, 1987). O padrão em que os átomos estão arranjados pode ser alterado, quer quebrando todas as ligações e reorganizando os átomos em um padrão alternativo denominado transformação reconstrutiva ou ao

deformar de forma homogênea ao padrão original em uma nova estrutura cristalina, denominada transformação displaciva (BHADESHIA, 1987).



Figura 3.13 - Mecanismos atômicos displacivo e reconstrutivo adaptado de Igwemezie *et al.*, 2014.

Há muitas discussões sobre o mecanismo de transformação da bainita, pesquisadores divergem sobre os modos de transformação reconstrutiva e displaciva. O mecanismo displacivo implica na existência de uma interação atômica através da interface de transformação, enquanto que a reconstrutiva permite que o processo controlado por difusão desconstrua qualquer interação atômica (FONSTEIN, 2015).

Quando a austenita é resfriada abaixo da temperatura B_s , a bainita é nucleada e cresce sob a forma de uma placa fina. Essa placa se resulta para minimizar a energia de deformação. O excesso de carbono na ferrita bainítica, recém-formada, é posteriormente dividido na austenita restante enriquecendo-a. Com o tempo, esta austenita enriquecida em carbono se decompõe em uma mistura de cementita e ferrita
como mostrado na figura 3.12. Os solutos substitucionais não particionam durante qualquer etapa na formação da bainita (TAKAHASHI e BHADESHIA, 1990).

A explicação dada por Bhadeshia (2013), é que a presença de carbono na ferrita banítica altera a estrutura cristalina da ferrita de cúbica de corpo centrado para ferrita tetragonal de corpo centrado. A alteração da estrutura muda à simetria da ferrita, alterando assim o equilíbrio termodinâmico. A quantidade de carbono presa na ferrita bainita pode ser de até 0,30% em peso segundo estudos de Garcia-Mateo (2005).

Dados termodinâmicos foram calculados por Bhadeshia (2013) e posteriormente incorporados nos cálculos do diagrama de fase. A Figura 3.14 mostra o resultado desse exercício, onde o gráfico indica que a solubilidade do carbono na ferrita tetragonal em equilíbrio com a austenita é muito maior que na ferrita cúbica (BHADESHIA, 2013).



Figura 3.14 - Teor de carbono na ferrita adaptado de Bhadeshia, 2013.

Bhadeshia (2001), explica que a bainita cresce a temperaturas onde a austenita apresenta baixa resistência e incapaz de acomodar elasticamente a forma da

deformação que acompanha a transformação. A forma da deformação é acomodada pelo relaxamento plástico da austenita circundante. Consequentemente, as deslocações são geradas durante a deformação plástica na austenita adjacente causando uma perda da coerência na interface ferrita bainita/austenita (BHADESHIA, 2010). Essa perda de coerência interrompe o crescimento das plaquetas de bainita antes de encontrar qualquer obstáculo, como contorno de grão da austenita. Para que a transformação continue, novas plaquetas nucleiam e crescem dando origem a aglomerados de subunidades paralelas, com idêntica orientação cristalográfica, plano e tamanho, como ilustrado pelo mecanismo sub-unidade da bainita (Figura 3.15).



Figura 3.15 - Representação esquemática das características microestruturais da formação da bainita adaptado de Bhadeshia, 2010.

Alguns pesquisadores (KRAUSS, 1990; HONEYCOMBE e BHADESHIA, 1995) mostraram que o plano de hábito da martensita e da bainita é irracional, ou seja, um plano macroscopicamente invariante, que não sofre distorção ou rotação, comum às duas fases. Assim, uma componente de cisalhamento aplicada no plano de hábito da martensita ou bainita pode provocar uma deformação no plano da austenita original adjacente. Isso resulta em uma acomodação plástica na região da austenita, alterando então a sua orientação. O resultado desse processo é visto na microestrutura como relevos na superfície, característico das transformações martensítica e banítica. Essa deformação provocada pelo plano irracional, conhecida como deformação pelo plano invariante (invariant-plane strain - IPS), é a principal característica do mecanismo de transformação por cisalhamento, também conhecido como mecanismo displacivo ou mecanismo de transformação martensítico (BHADESHIA, 2002). Em um sólido que

sofreu deformação de Bain (KRAUSS, 1995) o plano invariante não existe. Dessa maneira, acredita-se que o crescimento da bainita está associado ao mecanismo displacivo sob condição de paraequilíbrio acompanhado de deformação pelo plano invariante. No entanto, a reação bainítica ainda está sob constante controvérsia, principalmente sobre seu mecanismo de transformação (KRAUSS, 1995).

Outro mecanismo associado com mudança de fase nos aços é a mecanismo reconstrutivo de transformação, onde a transferência desordenada dos átomos através da interface é acompanhada pela deformação na rede. Este tipo de transformação requer ativação térmica para migração de todos os átomos e é, portanto, facilitado em altas temperaturas como as de formação de perlita. Como o mecanismo reconstrutivo é caracterizado por haver fluxo de massa sem mudança na composição da fase parente e fase produto, o mesmo foi descrito como "difusão reconstrutiva" (BHADESHIA e CHRISTIAN,1990).

3.3- Composição química dos aços TRIP

A importância da composição química no aço está na influência que os elementos de liga possuem sobre a estabilidade termodinâmica e na cinética das transformações, atuando sobre as temperaturas de início e fim de transformação, retardando-as ou favorecendo-as. A tabela III.1 mostra algumas das composições químicas típicas para aços TRIP citadas por Ferrer (2007).

	С	Mn	Si	AI	P	Nb	V
Mn-Si	0,20	1,5	1,5	-	-	-	-
Mn-Al	0,20	1,5	0,1	1,8	-	-	-
Mn-P	0,15	2,0	-	-	0,03	-	-
Mn-Si-Al	0,30	1,5	0,3	1,2	-	-	-
Mn-Si-P	0,15	1,5	0,6	-	0,01	-	-
Mn-Si-Nb	0,20	1,5	1,5	-	-	0,04	-
Mn-Si-V	0,15	1,5	0,6	-	-	-	0,06

Tabela III.1 - Composições típicas de aços TRIP de baixa liga (% em massa), (ZORZI, 2014 apud FERRER, 2007).

O carbono e manganês são gamagêneos, ou seja, retardam a transformação austenita (gama) \rightarrow ferrita (alfa), aumentando a estabilidade da austenita. Já o silício, alumínio e fósforo são estabilizadores da ferrita e podem promover a reação bainítica, que

enriquecerá a austenita em carbono, tornando-a mais estável (PEREIRA, 2015). Com relação à reação bainítica em aços TRIP, os elementos de liga substitucionais como: Cr, Si, Mn, Mo, Al e etc, tanto formadores como não formadores de carbonetos, reduzem a temperatura de início da reação bainítica, podendo retardar a transformação quando são postos em excesso, cuja segregação local na frente da interface alfa/gama conferirá lenta cinética de transformação (FERRER, 2007 apud van der ZWAAG e ENOMOTO, 2002).

3.3-1.1.1. Carbono

O carbono é o principal responsável pela estabilidade da austenita retida fora da temperatura de equilíbrio, reduzindo MS para abaixo da temperatura ambiente (ZHANG, 2013), afetando todas as transformações de fase no geral, mas por efeitos de soldabilidade esse teor não ultrapassa 0,25% (KANTOVISCKI, 2005). A combinação de alto teor de carbono e silício afetam negativamente a soldabilidade e acabamento superficial da tira em linhas contínuas de galvanização, sendo substituído por outros elementos, como o alumínio (HAN, 2009 apud Jeff, 2005).

3.3-1.1.2. Manganês

O manganês contribui para o aumento da fração volumétrica de austenita retida, diminuindo a temperatura de transformação M_s, sendo utilizado na composição de aços TRIP com teores de 1,5-2,5% (KANTOVISCKI, 2005 apud JAQUES *et al.*, 1998), ajuda a manter a austenita até a temperatura ambiente, evitando a sua decomposição em perlita e ferrita após o recozimento aplicado depois da laminação a frio (ZORZI, 2014). O manganês aumenta a solubilidade do carbono na austenita podendo substituir o Fe na formação de precipitados do tipo (FeMn)₃C, que dão origem a grãos de austenita, ricas em Mn e com baixo teor de carbono. Dessa maneira, estabilizando a austenita em temperatura ambiente. Em altas concentrações de Mn pode-se acontecer precipitação de carbonetos na austenita e, juntamente com o silício, podendo afetar a tensão superficial do aço prejudicando ou até impossibilitando o processo de zincagem por imersão a quente (KANTOVISCKI, 2005 apud ZHAO, 1992).

3.3-1.1.3. Silício

Segundo Fonstein, 2015, o silício é o elemento chave nos aços TRIP, pois através dele torna-se possível a retenção da austenita em teores baixos de carbono. As adições de Si facilitam o enriquecimento da austenita com carbono e, portanto, afetam a estabilidade da austenita remanescente, levando a maior fração volumétrica da austenita retida.

Ligas com estabilizadores de ferrita e ciclos térmicos favoráveis nas linhas de recozimento contínuo (CAPL), facilitam significativamente a fabricação de aços TRIP não revestidos com propriedades mecânicas bem controladas (FONSTEIN, 2015). Os resultados de testes em laboratório e em testes industriais obtidos por Jacques *et at.*, 2001, com aços que contem aproximadamente 0,4% de Si mostraram a possibilidade de obter até 6-8% de austenita após o recozimento em temperaturas próximas a AC1 e longos períodos de Superenvelhecimento (etapa no ciclo térmico de recozimento contínuo), porém a austenita apresentou-se de forma instável e transformou-se em martensita nos estágios iniciais de deformação (JACQUES *et al.*, 2001).

O Si é um elemento para promover a formação de ferrita através da solução sólida e consequentemente aumenta a resistência do aço TRIP, que pode inibir a formação da cementita durante a transformação da bainita, para que C se concentre na austenita retida para promover a austenita retida à transformação martensítica, a temperatura inicial cai abaixo da temperatura ambiente e produz uma certa fração volumétrica de austenita retida retida retida retida retida retida certa fração volumétrica de austenita retida retida retida retida retida certa fração volumétrica de austenita retida retida retida retida retida certa fração volumétrica de austenita retida r

Para diversos pesquisadores a melhor combinação para as propriedades de limite de resistência e percentual de alongamento nos aços quando as ligas apresentam um percentual de silício próximo de 1,5 e 2,0% (FONSTEIN, 2015). Matsumura *et al.* (1987) mostraram que o aumento do teor de Si de 1,2 para 1,5 e 2,0% resultou no aumento da fração volumétrica da austenita retida com o mesmo teor máximo de carbono na fase γ indicando maior atraso na precipitação de carboneto pelo Si (figura 3.16).



Figura 3.16 - Variação volumétrica de austenita rica em carbono em função do teor de silício no aço mantido de 350 a 450°C adaptado (MATSUMURA *et al.*, 1987)

3.3-1.1.4. Molibdênio

O molibdênio atua como um estabilizador da austenita quando adicionado em pequenas quantidades, porém quando está presente em maiores quantidades ele atua como estabilizador de ferrita (FONSTEIN, 2015). Adições de Mo retardam as transformações ferríticas e perlíticas devido ao seu efeito na cinética e na termodinâmica da formação de carbonetos no aço, reduzindo AR1 em aproximadamente 35°C a concentrações próximas de 0,15% Mo (FONSTEIN, 2015).

Por se um elemento que aumenta a estabilidade da austenita, o molibdênio retarda a transformação da austenita para ferrita. Portanto, os aços com Mo contêm apenas a ferrita inicial que já estava presente no aço. Mo reduz a temperatura de início bainítica e retarda a formação da bainita (FONSTEIN, 2015). Por outro lado, Mo enfraquece o efeito do tempo e da temperatura de superenvelhecimento sobre a quantidade de austenita retida, e aumenta a fração de austenita retida. No trabalho de Sakuma *et al.* (1993) foi observado uma fração de AR de aproximadamente 8% no aço 0.12C-1.5Mn-1.2Si-0.14Mo com parâmetros de superenvelhecimento variando em 1 a 15min a temperaturas de 400 e 450°C.

O atraso da precipitação de Nb (C, N) pelo o Mo é explicado pelo aumento da solubilidade de carbonitretos decorrente da diminuição da atividade do carbono, gerando assim, uma diminuição da força motriz para a precipitação (FONSTEIN,

2015). O molibdênio afeta a difusividade dos elementos precipitantes (Nb, C e N). Assim, Mo pode melhorar a eficiência de Nb e C na retenção e estabilização da austenita, atrasando a precipitação de Nb (C, N) o que poderia reduzir a estabilidade da austenita (MOHRBACHER, 2007).

3.3-1.1.5. Alumínio

O Alumínio facilita a precipitação de carbonetos. Alguns estudos mostram que o alumínio sozinho ou sua combinação com o fósforo podem ser substituídos em todo, ou em partes, pelo silício em aços TRIP devido ao seu baixo potencial de endurecimento por solução sólida. (TRAINT, 2000). O Alumínio é, também, formador de ferrita, e apesar de não ser solúvel na cementita, apresenta um efeito mais fraco na supressão da formação de carbonetos, quando comparado com o Silício. (VERLINDEN *et al.*, 2001).

Os efeitos do Si e Al foram estudados por Zhao *et al.*, 1999 e os pesquisadores avaliaram a fração volumétrica da austenita retida e o teor de carbono em função ao tempo e temperatura de *austempering* a 400°C. Como mostrado na figura 3.17, nas ligas de aço com alumínio, quase todo o carbono do aço está presente na austenita retida, indicando forte efeito do alumínio na supressão da formação de carboneto durante a reação bainítica.



Figura 3.17 - Fração volumétrica de austenita retida (a) e teor de carbono na austenita retida (b) em função do tempo de austêmpera (ZHAO *et al.*,1999).

Nos estudos de Zhao *et al.*, 1999, ao substituir 0,4% de Al por 0,25% Si observou-se que adições de Si reduzem a fração volumétrica da austenita e seu teor de carbono,

sendo menos efetivo na supressão da formação de carbono durante a transformação bainítica, conforme figura 3.18.



Figura 3.18 - Efeito do Al e Si no teor de carbono e fração volumétrica de austenita retida em função do tempo de austêmpera (ZHAO *et al.*, 1999).

3.3-1.1.6. Fósforo

O fósforo como outros estabilizadores de ferrita, aumenta a atividade do C na ferrita e cementita e retarda a cinética de precipitação da cementita. O fósforo também é conhecido como um dos elementos de favorece o endurecimento por solução sólida (FONSTEIN, 2015).

3.4- Principais etapas do ciclo de recozimento contínuo

O ciclo de recozimento para os aços TRIP utilizado no recozimento contínuo e suas principais frações volumétricas estão ilustrados na figura 3.18, conforme estudo de Sakuma *et al.* 1995.



Figura 3.19 - Ciclo esquemático de recozimento contínuo com os três estágios potenciais para enriquecimento da austenita em carbono durante processo de aço TRIP (Sakuma *et al.*,1995).

As etapas numeradas na figura 3.19 representam:

1) Aquecimento (HF), 2) Encharque (SF), 3) Resfriamento lento (SCF), 4) Resfriamento rápido primário (1C), 5) Superenvelhecimento (SE), 6) Resfriamento rápido secundário (2C).

Na região de aquecimento a tira é aquecida até atingir a temperatura de encharque. A principal alteração microestrutural nesta etapa é a recristalização da ferrita, Lucht (2001), além da formação de grãos de austenita localizados nos contornos de grão da ferrita ao se atingir a temperatura intercrítica. Essas transformações são acompanhadas pela dissolução dos carbonetos, quebrados pela prévia deformação a frio (ARAUJO, 2013).

A etapa de encharque a tira é mantida durante certo tempo a uma temperatura constante para que o aço atinja a temperatura intercrítica. Nesta etapa, várias alterações microestruturais ocorrem. Lucht (2001) evidenciou que, apesar da recristalização ter se iniciado na etapa de aquecimento, ao ser atingida a temperatura de encharque, ainda há presença de grãos de ferrita alongados, não recristalizados. Nesta etapa, porém, a maior alteração ocorre com o aumento da fração volumétrica da

austenita, e o seu teor de carbono, influenciando diretamente a temperabilidade do aço.

O primeiro enriquecimento da austenita pode ocorrer durante a etapa de encharque em temperaturas que estão entre AC₁ e AC₃. Ao final dessa etapa existem as fases ferrita e austenita (Fonstein, 2015). Segundo Samajdar *et al.*, 1998, o encharque em temperaturas mais elevadas gera a diminuição da quantidade de austenita retida. Isso ocorre porque há o aumento da temperatura de M_s da austenita formada, motivada pela menor homogeneização da concentração de carbono na austenita. Jacques et al., 1998 estudando o recozimento da liga 0,8C-0,39Si-1,33Mn de aço (AC₁, 721°C) a 730 e 780°C durante 5min observaram à formação de 25 e 75% de austenita, respectivamente. Supondo que todo o carbono estava na austenita, estima-se que, após o recozimento a 730°C, a concentração de carbono na austenita era de aproximadamente 0,72% C e M_s de 200°C. Quando utilizado encharque de 780°C, a concentração de carbono na austenita passou para 0,24% C e M_s de 400°C.

Fonstein (2015) ilustra na figura 3.20 a influência da temperatura de encharque nas propriedades de resistência mecânica e de escoamento para temperatura isotérmica de superenvelhecimento igual a 400°C utilizada no ciclo de recozimento da liga 0,16C-1,6Mn-1,5Si a 760°C e 805°C. Em ambos os casos, a resistência à tração diminui ligeiramente com o tempo de superenvelhecimento, que indica indiretamente a estabilidade crescente da austenita retida e a diminuição da fração de martensita formada durante o resfriamento final. Com o recozimento em altas temperaturas, a evolução da microestrutura é significativamente mais rápida. Um pequeno aumento da resistência ao escoamento é muito semelhante, sendo ambos indicativos de formação de bainita na IBT (*Isothermal Bainite Transformation*).



Figura 3.20 - Efeito do tempo de superenvelhecimento a 400°C sobre as propriedades de resistência e escoamento de uma aço 0,16C-1,6Mn-1,5Si recozido a (a) 760°C e (b) 805°C.

Com o objetivo de aumentar substancialmente o teor de carbono no primeiro passo do tratamento térmico, alguns pesquisadores consideram o recozimento em temperaturas próximas de AC₁. No entanto, além de algumas limitações impostas pela dissolução dos carbonetos ou pela recristalização completa, a reação bainítica durante superenvelhecimento isotérmico pode ser atrasada se a estabilidade da austenita inicial for muito alta (FONSTEIN,2015).

A maioria dos aços TRIP são microligados com uma quantidade significativa de Si e/ou AI que aumentam as temperaturas AC₁ e especialmente AC₃. Portanto, a obtenção dos 50-60% desejados de austenita requer um recozimento a temperaturas que são tipicamente superiores às temperaturas de recristalização e dissolução da cementita. Contudo, os aços TRIP recentemente desenvolvidos de alta resistência freqüentemente contêm simultaneamente Mo e/ou Nb. Isto requer um ajuste das temperaturas de recozimento uma vez que a presença de ferrita não recristalizada pode deteriorar a ductilidade dos produtos finais (FONSTEIN, 2015).

Um aço comercial TRIP (% em peso: 0,19C, 0,30Si, 1,76Mn, 1,52Al, 0,007Ni, 0,007Cu, 0,002Ti, 0,003Mo, 0,012P, 0,003N, 0,004S), foi estudo pelos pesquisadores Y.F.Shen *et al.* (2015). Em seus estudos, através do ensaio de dilatometria, puderam medir as temperaturas de transformação de fases. Eles concluíram que a temperatura intercrítica para início da transformação austenítica, AC₁, e a temperatura final da transformação austenítica, AC₃, são de 712°C e 892°C para o aço avaliado, respectivamente, com um erro de mais ou menos 2°C.

O efeito da temperatura e duração do encharque estão inter-relacionados. Eles são determinados pela cinética de austenitização e dissolução da cementita, de modo que em temperaturas de recozimento mais alta, pode apresentar o mesmo efeito em menores tempos de encharque (FOSTEIN, 2015).

Uma vez que os aços TRIP propositalmente contêm elementos (Si, AI e P) que retardam a cinética da dissolução da cementita e em parte da recristalização, o tempo de espera necessário na região intercrítica deve ser maior que o dos aços DP, mas pode ser ajustado dependendo na temperatura de recozimento (FONSTEIN, 2015)

O resfriamento inicial a baixas taxas (<5-7°C/s) até a temperatura AR1 (~ 650°C) promove a formação de ferrita nova. Este processo pode ser benéfico, uma vez que a austenita restante se enriquece adicionalmente com carbono. Conforme mostrado na figura 3.21, o teor de carbono na austenita cresce substancialmente em um resfriamento mais lento (FONSTEIN, 2015).



Figura 3.21 - Enriquecimento da austenita com carbono devido à formação recente de ferrita durante resfriamento de 825 °C com diferentes taxas de resfriamento, liga 0,2C-1,5Si-1,5Mn (FONSTEIN, 2015 apud MINOTE *et al.*, 1996).

Segundo Pichler *et al.* (1998) a taxa inicial do resfriamento pode ser otimizada porque em resfriamentos relativamente rápidos é necessário para prevenir a formação de perlita. A fração volumétrica típica de ferrita é próxima de 40 a 65% e há 0,35 a 0,5% de teor de carbono na austenita, dependendo da liga e das taxas de resfriamento que podem ser superiores a 20°C/s.

A figura 3.22 ilustra a influência da taxa de resfriamento a partir da temperatura de recozimento de acordo com o teor de carbono. Taxas muito baixa de resfriamento podem diminuir a fração de austenita retida com consequente aumento das quantidades de ferrita e perlita. Altas taxas não são favoráveis à transformação austenítica. Se o nível de carbono remanescente na austenita é baixo, ocorre a formação de martensita, gerando altos níveis de resistência à tração e baixa ductilidade. Até 400°C, temperatura de início de solubilização, ocorreu pouca ou nenhuma transformação bainítica, o teor de carbono na austenita é baixo e consequentemente a transformação martensítica é alta, gerando martensita e alta resistência à tração com baixa fração de austenita (KANTOVISCKI, 2005).



Figura 3.22 - Diagrama esquemático representando o efeito da taxa de resfriamento sobre a transformação do grão de austenita durante o resfriamento, a partir do recozimento intercrítico até a temperatura ambiente (MARTINS, 2015 apud MATLOCK, 1982. Adaptado).

Na etapa de superenvelhecimento ocorre a transformação bainítica que é necessária para o efeito TRIP (FARAL *et al.*, 1999). A 400°C, no início desta etapa, não existe ou há pouca transformação bainítica: a fração de austenita é baixa, e a resistência é alta. Gradualmente ocorre a transformação, aumenta a fração de austenita, consequentemente reduzindo a resistência. Após 400 s de superenvelhecimento os parâmetros são estabilizados (FARAL *et al.*, 1999).

3.5- Efeito da temperatura de superenvelhecimento

O passo crítico do tratamento térmico dos aços TRIP é manter o aço em temperatura dentro da faixa de reação bainítica. O termo metalúrgico para este procedimento é *austempering*, porém essa etapa em ciclos de recozimento contínuo pode ser conhecida como etapa de superenvelhecimento.

O superenvelhecimento acontece em temperaturas entre 200 a 400°C, geralmente abaixo da temperatura de formação de martensita (M_S), por um curto intervalo de tempo, sendo esse intervalo de tempo dependente da espessura e velocidade do material (PEREIRA, 2015). A figura 3.23 ilustra essa etapa e a região de transformação bainítica.



Figura 3.23 - Desenho esquemático do processo de recozimento de um aço TRIP, com destaque para as regiões de resfriamento rápido e superenvelhecimento (PEREIRA, 2015 apud ULSAB-AVC, 2000).

A fração volumétrica final da bainita aumenta com a temperatura isotérmica na etapa de superenvelhecimento, que está tipicamente entre 325 e 475°C. A imersão em temperaturas próximas do "nariz de bainita" (cerca de 400°C, dependendo da composição do aço) ajuda a reduzir o tempo de espera necessário. A grande maioria dos artigos sobre aços TRIP descreve simulações de manutenção isotérmica a 400°C (FONSTEIN, 2015).

Quanto maior o tempo de superenvelhecimento, maior a extensão da conclusão da transformação bainítica, e menor a quantidade de austenita remanescente. Se o aço contém elementos de liga que previne a precipitação de carbonetos na bainita, a

estabilidade da austenita remanescente é aumentada pelo o carbono. À medida que a transformação bainítica progride, a quantidade de austenita retida com elevado teor de carbono aumenta até atingir um valor máximo (FONSTEIN, 2015).

A transformação bainítica de maneira não isotérmica foi estudado pelos pesquisadores QUIDORT *et al.*, 2002. Eles observaram que baixas taxas de resfriamento permite que a transformação bainítica se complete, enquanto a fração final de bainita diminui à medida que se aumenta a taxa de resfriamento. Eventualmente, ela se tornará zero, proporcionando uma predição para críticas taxas de resfriamento acima da qual é obtida a microestrutura totalmente martensítica.



Figura 3.24 - Fração de bainita para varias condições de taxas de resfriamento na etapa de superenvelhecimento adaptado (QUIDORT *et al.*, 2002).

4. METODOLOGIA

Neste estudo foi utilizado um aço baixo carbono TRIP da classe de 780 MPa acalmado ao silício com adição de silício e manganês, com composição química conforme tabela IV.1, produzido industrialmente até a etapa de laminação a frio. Posteriormente, foram realizados ciclos de recozimento contínuo no simulador termomecânico *Gleeble* do Centro de Pesquisa da Usiminas.

Tabela IV.1 - Composição química do aço TRIP780 conforme norma EN 10338:2015.

LIMITES	С	Si	Mn	Р	S	AI	Cr + Mo	Nb + Ti
Máximo	0,25	2,20	2,50	0,080	0,015	0,015	0,60	0,20

4.1- Processamento do material em escala industrial

O aço TRIP780 utilizado no estudo foi processado na Aciaria com composição química visada para atender às faixas previstas na tabela IV.1.

As placas lingotadas seguiram para o processo de laminação a quente, sendo reaquecidas à temperatura de $1250 \pm 30^{\circ}$ C e laminadas a quente até a espessura de 2,65 mm, com temperatura de acabamento de 870 $\pm 20^{\circ}$ C e de bobinamento de 630 $\pm 30^{\circ}$ C.

Em seguida, esse material foi enviado para a laminação a frio para ser decapado em solução de ácido clorídrico, e posteriormente sofrer redução total de 58,6% na espessura no laminador contínuo a frio de 5 cadeiras. Após o processo de redução a frio, o material atingiu a sua dimensão final de 1,10mm x 890mm (espessura x largura).

Após obter a dimensão desejada, foram retiradas 4 chapas de aço de 500mm x 890mm (comprimento x largura) para serem confeccionadas as amostras para a simulação dos ciclos de recozimento contínuo no Centro de Pesquisa da Usiminas.

4.2- Processamento do material em escala piloto

As chapas que foram retiradas no final do processo de laminação a frio foram preparadas no Centro de Pesquisa da Usiminas retirando-se amostras paralelas à

direção de laminação, com dimensões de 150mm x 50mm x 1,10mm (comprimento x largura x espessura), conforme figura 4.2, para serem utilizadas nas simulações de recozimento contínuo do equipamento *Gleeble*. Para a realização deste estudo, os parâmetros utilizados nas simulações realizadas foram fixados, tomando como base um ciclo de recozimento típico da linha industrial da USIMINAS. Dessa forma, o ciclo de recozimento será definido como na figura 4.1:



Figura 4.1 - Ciclo de recozimento contínuo esquemático que será simulado na Gleeble.

 - aquecimento inicial das amostras, a uma taxa de 6°C/s, até alcançar a temperatura (TE1) de 800°C;

- encharque da amostra à temperatura de 800°C por 50s;

resfriamento a uma taxa de 6°C/s, até atingir a temperatura (TE2) de 675°C;

- resfriamento com uma taxa de aproximadamente 35 °C/s, até atingir SEi.

 superenvelhecimento, com temperaturas de inicio e fim e taxas de resfriamento entre estas duas temperaturas conforme mostrado na tabela IV.2;

 resfriamento a uma taxa de 5°C/s, até a temperatura (TE3) de 180°C, seguindo-se o resfriamento com água até a temperatura ambiente.

Condições	Temperatura inicial de SE (°C)	Temperatura final de SE (°C)	Taxa de resfriamento (°C/min)
1		440	-
2		420	6
3	440	400	11
4		380	17
5		360	23
6		420	-
7		400	6
8	420	380	11
9		360	17
10		340	23
11		400	-
12		380	6
13	400	360	11
14		340	17
15		320	23

Tabela IV.2 - Condições que foram consideradas no estudo.

4.3- Caracterização do material

Após o término das simulações do ciclo de recozimento contínuo, as amostras recozidas produziram três corpos-de-prova para o ensaio de tração, conforme ilustrado na figura 4.2. Foram realizados ensaios para avaliação microestrutural e de propriedades mecânicas do aço, nas condições de estudo.



Figura 4.2 - Ilustração esquemática representando a retirada de corpos-de-prova de tração de uma amostra processada no simulador termomecânico adaptado (ARAUJO, 2013).

4.3.1- Caracterização microestrutural do aço

Para serem observadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV) as amostras foram atacadas com reativo nital 4%. Seções ao longo da espessura e paralelas à direção de laminação foram analisadas. Visando a caracterização dos constituintes formados, foi utilizado o procedimento desenvolvido no Centro de Pesquisa da Usiminas empregando-se o sistema Axiovision (MELO, 2008). A análise quantitativa dos constituintes compreendeu-se em três etapas. Na primeira, a fração de ferrita foi medida na amostra atacada com nital, deixando-a com uma coloração branca, em contraste com todo o restante da microestrutura. Na próxima etapa, o ataque com nital foi retirado e realizou-se um ataque com reativo de LePera, uma solução de metabissulfito de sódio e ácido pícrico em álcool, fazendo com que seja possível medir a fração de MA (martensita/austenita retida). Por fim, a fração correspondente à soma de todos os outros constituintes (bainita e carbonetos não dissolvidos, B+C) foi calculada com o que faltou, considerando a soma dos valores medidos para a ferrita e o constituinte MA, para atingir 100%.

A quantidade de austenita retida foi determinada por difração de raios-X. As análises foram realizadas em equipamento Rigaku com detector Kevex, utilizando-se radiação Kα do cobalto, cujo comprimento de onda é de 1,7889 nm, tensão de 35kV e corrente de 40mA.

A fração correspondente à soma de todos os outros constituintes (bainita e carbonetos não dissolvidos, B+C) foi calculada pela diferença entre a soma dos valores medidos para a ferrita, martensita e austenita retida e 100%.

4.3.2- Determinação das propriedades mecânicas

Os ensaios de tração foram realizados em uma maquina Instron modelo 5882, equipada com extensômetro de 25mm de base de medida. As propriedades mecânicas em tração, alongamento total (base de medida igual a 25mm), limite de escoamento (a 0,2% de deformação) e limite de resistência serão determinadas através de ensaio de tração em corpos de prova *subsize*, conforme a norma ASTM A370-11, 2011.



Figura 4.3 - Corpos de prova de acordo com a norma ASTM A370-11,2011.

As dimensões estão ilustradas na figura 4.2 e na tabela IV.3. A dimensão E corresponde a espessura do corpo de prova, cerca de 1,10mm.

Tabela IV.3 - Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração (mm).

Α	В	С	F	L	R	W
32	47	10	4,5	135	6	$6,25 \pm 0,05$

4.3.3- Análise dilatométrica

Com intuito de investigar a fração transformada da austenita durante o aquecimento até a temperatura de encharque estudada, as temperaturas de transformação da austenita em bainita e martensita, e também, possíveis variações de volume durante a etapa de superenvelhecimento foram determinadas através de ensaios utilizando um dilatômetro modelo DIL 805 A/D-BAHR.

Os corpos de prova foram empregados na condição laminado a frio, do mesmo material utilizado nas simulações de recozimento na *Gleeble*. As amostras foram submetidas às mesmas taxas de aquecimento e resfriamento, bem como os tempos de permanência em cada etapa dos ciclos estudados, tabela IV.2, reproduzindo dessa forma as condições de simulação, detectando as variações de dimensão durante cada etapa do tratamento de recozimento contínuo, principalmente na etapa de superenvelhecimento, para auxiliar na definição dos constituintes formados em cada etapa.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Análise química da amostra processada em escala industrial

O resultado da análise química do aço produzido industrialmente em amostras retiradas na chapa após laminação a frio é mostrado na tabela V.1.

Tabela V.1 - Composição química obtida do aço processado industrialmente e utilizada no estudo (% p/p).

С	Si	Mn	Р	S	AI	Cr + Mo	Nb + Ti
0,25	2,20	2,50	0,080	0,015	0,015	0,60	0,20

5.2. Caracterização microestrutural do aço

O aspecto da microestrutura das amostras na condição de laminada a frio, está mostrado na figura 5.1.



Figura 5.1 - Aspecto típico da microestrutura da amostra na condição encruada, conforme observado por microscopia óptica (a) e eletrônica de varredura (b). Reativo nital a 4%.

Podemos observar na figura 5.1, que o aço produzido na linha industrial, após a etapa de laminação a frio, apresentou uma microestrutura deformada, característica do aço deformado a frio, consistindo basicamente de perlita (região escura) e ferrita (região clara).

As microestruturas ópticas obtidas nas amostras submetidas às simulações propostas na tabela IV.2 e figura 4.2 após os ciclos de tratamentos térmicos realizados no simulador termomecânico *Gleeble* são mostrados nas figuras 5.2 a 5.7.



Figura 5.2 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.



Figura 5.3 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 1, 2, 3, 4 e 5 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.



Figura 5.4 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.



Figura 5.5 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclo de recozimentos das condições de estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 6, 7, 8, 9 e 10 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.



Figura 5.6 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclos de recozimentos das condições estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.



Figura 5.7 - Microestruturas das amostras após simulação de ciclos de recozimentos das condições estudadas por microscopia óptica. A.1, B1, C.1, D1 e E1 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo nital 4%. A.2, B2, C.2, D2 e E2 representam os aspectos das condições 11, 12, 13, 14, 15 atacadas com o reativo metabissulfito de sódio.

As amostras apresentaram microestruturas constituídas por frações variáveis de ferrita, bainita e austenita retida, e frações minoritárias de martensita. Os resultados obtidos estão mostrados na tabela V.2.

	Temperatu	ura SE (°C)	Fração volumétrica dos constituintes (%)				
Condição	Inicial	Final	Ferrita	Martensita	Bainita	Austenita Retida	
1	440	440	31	7	47	15	
2	440	420	31	8	46	16	
3	440	400	32	7	45	16	
4	440	380	32	7	44	16	
5	440	360	32	7	47	14	
6	420	420	26	7	51	16	
7	420	400	32	6	47	16	
8	420	380	24	5	56	15	
9	420	360	23	8	54	15	
10	420	340	25	7	54	14	
11	400	400	22	7	56	16	
12	400	380	25	6	55	13	
13	400	360	26	7	52	15	
14	400	340	24	7	54	15	
15	400	320	30	4	51	15	

Tabela V.2 - Frações volumétricas de constituintes do aço TRIP780 para as condições estudadas.

As frações volumétricas de ferrita nas amostras analisadas apresentaram teores próximos de 30%. Porém, notou-se que houve uma pequena diferença média, de 5%, entre as amostras para temperatura SEi de 440°C para as demais. Esse resultado não está de acordo com resultados apresentados na literatura (WANG, 2013), pois a transformação da austenita em ferrita acontece antes da etapa de superenvelhecimento, dessa maneira, devido às temperaturas e tempos serem os mesmos em todas as condições, as frações de ferrita deveriam ser iguais para todas as condições simuladas.

Já Wang *et al.*, 2013, comentaram em seus estudos que a fração de ferrita é importante nos aços TRIP, pois a matriz ferrítica na transformação da austenita induzida por deformação absorve facilmente a expansão volumétrica da austenita retida para a transformação da martensita com papel complementar para o efeito TRIP. De acordo com Sakuma *et al* (1991), a matriz ferrítica é importante para a boa ductilidade do material, especialmente nos estágios inicias da deformação plástica, enquanto os ganhos em ductilidade decorrentes da transformação da austenita retida em martensita são mais efetivos para níveis mais elevados de deformação. Assim, uma fração apropriada de ferrita e uma grande fração de AR são um pré-requisito para boa plasticidade dos aços TRIP.

Pode-se observar uma pequena diminuição da fração volumétrica de ferrita e aumento da fração de bainita para menores temperaturas de superenvelhecimento. Isso pode ser explicado porque as temperaturas iniciais de SE estudadas, de modo isotérmico ou não isotérmico, não tiveram uma diferença significante sendo o valor máximo desta diferença de 40°C e também pelo fato de que as taxas de resfriamento na etapa SE foram baixas, variando de 1x10⁻¹°C/s a 3,8x10⁻¹°C/s.

A figura 5.8 mostra as micrografias em MEV das condições isotérmicas e não isotérmicas de maior amplitude de rampa de resfriamento na etapa de superenvelhecimento.



Figura 5.8 - Aspecto da microestrutura, em análises via MEV, das amostras submetidas a patamares isotérmicos 440°C (a), 420°C (b) e 400°C (c) e a rampas de resfriamento entre 440°C e 360°C (d), 420°C e 340°C (e) e 400°C e 320°C (f).

Conforme ilustrado nas figuras 5.2 a 5.7 a fração de ferrita variou, porém, de forma pouco significativa. Isto já era esperado, uma vez que sua formação já estava concluída antes do início da etapa de superenvelhecimento. Foram observadas, no entanto, variações na morfologia e distribuição do 2º constituinte. Na figura 5.2 (A.1) por exemplo, é possível verificar uma microestrutura tipicamente multifásica, com alguns grãos claros muito pequenos, no interior da bainita de coloração amarronzada. Estes grãos diminutos podem ser de partículas de austenita retida. Na figura 5.7 (E.2) por outro lado, a microestrutura apresenta praticamente uma morfologia do tipo bifásica. Nesta última amostra, que foi processada com o superenvelhecimento em rampa entre 400 e 320°C, existe uma maior tendência de formação de martensita, em detrimento da bainita, devido à diminuição da temperatura, e, por consequência, da austenita retida.

5.3 Fração volumétrica de austenita retida e seu teor de carbono

Para o aço TRIP laminado a frio, o processo de recozimento pode aumentar o teor de carbono da austenita retida e sua estabilidade. Diferentes parâmetros de processo podem determinar diferentes frações volumétricas de austenita retida e também modificam a morfologia, fração volumétrica e a distribuição das fases e constituintes influenciando as propriedades mecânicas do aço TRIP. No processo de recozimento dos aços TRIP, a temperatura de recozimento e o processo de aquecimento no envelhecimento são as etapas mais importantes, que determinam o tamanho de grão da austenita retida, a fração volumétrica e o teor de carbono. Esses fatores desempenham um papel vital na estabilidade mecânica da austenita retida e nas propriedades mecânicas do aço TRIP.

As frações volumétricas de AR foram calculadas utilizando o método de Rietveld (anexo 1). Os valores obtidos nas condições simuladas na *Gleeble*, indicadas pelos números 1 a 15, estão apresentadas na tabela V.3 com uma média próxima de 15%. Esses resultados estão em conformidade com resultados Sugimoto *et al.*, 1992.

No.	Austenita Retida (%)	Carbono na RA (%)
1	15,2	1,18
2	15,6	1,17
3	16,0	1,17
4	16,3	1,20
5	14,5	1,14
6	15,8	1,21
7	15,6	1,22
8	14,6	1,19
9	14,7	1,16
10	13,5	1,18
11	15,8	1,20
12	13,0	1,17
13	15,0	1,09
14	15,0	1,14
15	14,9	1,05

Tabela V.3 - Teor de carbono e percentual de austenita retida (%).

O percentual de carbono presente na austenita retida é um fator importante sua estabilidade. O aumento do teor de carbono na austenita diminui a força motriz da transformação martensítica (SUGIMOTO, 1992). Conforme pode ser observado na tabela V.3, os percentuais de carbono na austenita retida nas 15 condições testadas apresentaram valores próximos a 1,2%. Estes valores estão coerentes aqueles encontrados no estudo realizado por Sugimoto *et al.*, 1992, em que o aço TRIP com teor de 2,0% de Mn, apresentou 1,2% de carbono na austenita retida em tratamento isotérmico de superenvelhecimento a 400°C.

5.4 Resultados de Análises por EBSD

Nesta seção serão apresentados os resultados da análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) em amostra processada com patamar isotérmico de 400°C. A figura 5.9 mostra a imagem capturada com o sensor *forescatter* da superfície do material após a preparação para análise de EBSD.



Figura 5.9 - Aspecto da amostra processada com patamar isotérmico de 400°C em imagem obtida pelo detector *forescatter*, após a preparação para análise por EBSD. Ampliação original 5.000X.

A microestrutura à temperatura ambiente dos aços TRIP, processados por recozimento intercrítico, é constituída tipicamente por ferrita, bainita e austenita retida. A bainita encontrada nos aços TRIP é mais apropriadamente denominada ferrita bainítica, já que se trata de um constituinte livre de carbonetos. A austenita retida, por sua vez, que é um constituinte metaestável à temperatura ambiente, é essencial para a obtenção do conjunto de propriedades mecânicas apresentado por este tipo de aço.

Em termos de estrutura cristalina a ferrita e a bainita são idênticas. Isto é, ambas possuem estrutura do tipo cúbica de corpo centrado (CCC). A martensita, por sua vez, apresenta uma estrutura CCC, distorcida por átomos de carbono aprisionados devido à altíssima velocidade da transformação. Não é simples separar estas fases uma da outra de modo automático. Já a austenita tem a estrutura cúbica de face centrada (CFC), que é facilmente distinguível por método automático.

Os mapas de BS (*band slope*) e de fases estão mostrados na figura 5.10. No mapa de fase as estruturas do tipo CCC estão em vermelho e da austenita retida está destacada em azul.



a) Mapa de BS.



b) Mapa de fases.

Figura 5.10 - Mapa de BS (a) e de fases (b) da amostra processada com patamar isotérmico de 400°C. Austenita retida está destacada em azul.

Para diferenciar as fases ferrita e bainita foi utilizado um método de separação proposto por Kwon *et al.*, 2011, em que os autores usaram dados de BS para distinguir as fases presentes na microestrutura de um aço TRIP. Os autores atribuíram todas as contagens de mais alto valor na escala de BS, 255, à fase ferrítica e as medidas abaixo desse valor foram designadas à fase bainítica.

Em estudo realizado recentemente (COSTA, 2018), no Centro de Pesquisa e Desenvolvimento, esta metodologia foi usada com sucesso na determinação

quantitativa da fração de constituintes presentes na microestrutura de um aço DP980 convencional.

Os valores extraídos da base de dados do software foram tratados em planilha de Excel desenvolvida em estudo supracitado (COSTA, 2018). Os resultados obtidos estão apresentados na tabela V.4. Neste estudo esta separação tem por finalidade corroborar os valores das frações de cada constituinte, prevista para um aço TRIP. Com os dados disponíveis, também foi realizada a contagem da fase austenita retida, porém, para essa quantificação, lançou-se mão de resultados de identificação obtidos pelo método automático via o programa analítico do EBSD, extraindo-se manualmente os pontos denominados zero solution. Isto é, aqueles pixels não identificados pelo software.

	·		
Amostro	Quantif	icação dos c	onstituintes (%)
Anostra	Ferrita	Bainita	Austenita Retida
Processada com 400°C de superenvelhecimento	50,2	39,9	9,9

Tabela V.4 - Resultados do refinamento da quantificação dos constituintes presentes na microestrutura da amostra processada com patamar isotérmico de 400°C.

Na figura 5.11 está representada a distribuição dos valores de *band slope* da região analisada da amostra processada com 400°C de superenvelhecimento.



Figura 5.11 - Distribuição dos valores de BS (*band slope*) referentes à estrutura CCC da amostra de aço TRIP780 processada com 400°C de temperatura de superenvelhecimento.

Também foi construído um mapa de *local misorientation*. Este parâmetro analítico representa a desorientação de um dado pixel em relação aos seus vizinhos. Aplicado à microestrutura de um aço TRIP ele pode ser muito útil para distinguir a ferrita da bainita, em virtude da diferença de concentração de deslocações entre estes constituintes. Um dos mapas obtidos está mostrado na figura 5.12.







No mapa mostrado na figura 5.12, as regiões em tons de azul correspondem a ferrita, que é uma fase com baixa concentração de defeitos. Por outro lado, os pixels com maior grau de desorientação, que aparecem no mapa com coloração desde o verde até o vermelho, são atribuídos aos constituintes bainita e martensita. A austenita, por sua vez, aparece na cor rosa compreende a fase CFC. Vale destacar que os pixels da austenita retida não foram incluídos nos cálculos do parâmetro *local misorientation*. Ou seja, os cálculos foram aplicados em um subconjunto contendo pixels somente de estruturas CCC.

Uma tentativa adicional de incrementar a discriminação dos constituintes microestruturais foi feito por meio de um ataque colorido proposto por DE e

colaboradores (DE, 2003), que é um procedimento em dois estágios, sendo o primeiro um ataque de 20s numa solução de 5% de picral com algumas gotas de ácido clorídrico (diluição: 1ml de ácido clorídrico por 100ml da solução). Em seguida foi realizado um segundo ataque de cerca de 10s numa solução aquosa com 10% de metabissulfito de sódio. Entre um ataque e outro as amostras foram cuidadosamente lavadas com água corrente, em seguida com álcool isopropílico, e, finalmente, foi feita a secagem da superfície das amostras com jato de ar comprimido.

Em análise por microscopia ótica, após a aplicação deste ataque, percebeu-se pequena porção de partículas com coloração marrom, figura 5.13. De acordo com DE *et al.*, 2003, estas partículas são reconhecidas como martensita. A presença destas partículas pode ser decorrente da deformação devido à preparação realizada.



Figura 5.13 - Aspecto típico da microestrutura da amostra de aço TRIP780 processada com 400°C de temperatura de encharque, conforme observado por microscopia ótica, após ataque colorido em dois estágios.

5.5 Dilatometria

As figuras 5.14 a 5.16 apresentam as curvas de dilatometria que mostram qualitativamente a decomposição da austenita durante o resfriamento após o encharque do ciclo de recozimento intercrítico. Estas análises revelaram que ocorreu formação de ferrita entre aproximadamente 760 e 580°C. Além disso, foi registrado um valor de M_s, temperatura de início de formação da martensita, de aproximadamente 180°C, nas condições simuladas.


Figura 5.14 - Dilatometria para as condições de 1 a 5.



Figura 5.15 - Dilatometria para as condições de 6 a 10.



Figura 5.16 - Dilatometria para as condições de 11 a 15.

A formação de bainita ocorreu quase que exclusivamente durante a etapa de superenvelhecimento. A dilatação na etapa de SE, de forma isotérmica ou em rampas, foi decorrente da transformação austenita/bainita (na forma em rampas ocorre também contração térmica). De acordo com a literatura (KUZIAK, 2008; BHARGAVA, 2015) a presença de silício inibe a formação de carbonetos na bainita. Assim sendo, da mesma forma que a nova ferrita, a formação de bainita também propicia o enriquecimento da austenita remanescente em carbono. Esses dois fenômenos, isto é, a transformação da austenita em bainita e a migração de carbono para a austenita afetam a dilatação do material, de modo que é um tanto temerário tentar extrair informações de natureza quantitativa de curvas como as representadas nas figuras 5.9 a 5.11. Feita esta ressalva, pode-se dizer que as curvas referentes às temperaturas entre as condições simuladas são próximas entre si.

5.6 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas obtidas com processamento nas 15 diferentes condições simuladas na *Gleeble* estão ilustradas na tabela V.5. Pode-se observar que as

propriedades mecânicas apresentaram pequenas alterações em diferentes condições, isotérmicas e não isotérmicas, na etapa de superenvelhecimento.

Condições	SEi (°C)	SEf (°C)	LE (MPa)	LR (MPa)	AT (%)	n
1	440	440	488 ± 5	875 ± 11	27 ± 3	$0,30 \pm 0,00$
2	440	420	490 ± 4	854 ± 5	32 ± 2	$0,27 \pm 0,00$
3	440	400	484 ± 3	837 ± 8	39 ± 1	0,26 ± 0,01
4	440	380	492 ± 1	848 ± 6	34 ± 4	$0,25 \pm 0,00$
5	440	360	483 ± 3	847 ± 3	36 ± 1	$0,25 \pm 0,00$
6	420	420	494 ± 6	840 ± 1	37 ± 2	0,26 ± 0,01
7	420	400	480 ± 1	840 ± 3	37 ± 0	0,24 ± 0,01
8	420	380	478 ± 8	837 ± 7	35 ± 1	$0,25 \pm 0,00$
9	420	360	468 ± 4	846 ± 3	34 ± 1	$0,24 \pm 0,00$
10	420	340	490 ± 3	833 ± 5	35 ± 3	$0,23 \pm 0,00$
11	400	400	476 ± 8	841 ± 3	36 ± 1	$0,23 \pm 0,00$
12	400	380	453 ± 8	829 ± 6	31 ± 2	0,22 ± 0,01
13	400	360	453 ± 7	854 ± 1	31 ± 1	$0,23 \pm 0,00$
14	400	340	443 ± 5	906 ± 16	29 ± 1	$0,23 \pm 0,00$
15	400	320	427 ± 5	912 ± 12	28 ± 1	0,24 ± 0,01

Tabela V.5 - Propriedades mecânicas do aço TRIP780 obtidas em diversas condições de SE.

A figura 5.17 ilustra o comportamento do limite de escoamento para as diferentes condições da etapa de superenvelhecimento. As simulações realizadas com o SE iniciando a 440°C apresentaram valores de limite de escoamento bem próximos. Para as demais condições, houve uma queda nos resultados de limite de escoamento com a diminuição da temperatura SEf. O limite de escoamento é controlado pela ferrita e a sua formação ocorreu antes da temperatura SEi. É plausível supor a diminuição da temperatura final de SE tenha favorecido a formação de uma maior quantidade de deslocações livres na ferrita.



Figura 5.17 - Limite de escoamento das amostras nas diferentes condições simuladas. Os resultados de limite de resistência estão ilustrados na figura 5.18. Nesta figura pode-se observar que as condições 400/340 e 400/320 foram as únicas a obter LR superior a 900MPa. Este aumento está diretamente relacionado ao aumento da fração de segunda fase na microestrutura obtida nestas condições.



Figura 5.18 - Resultados de limite de resistência para as condições estudadas.

Na figura 5.19 estão ilustrados os resultados de alongamento total para as 15 condições simuladas. Entre elas pode-se destacar as condições com início de superenvelhecimento a 440°C, nelas obteve-se os maiores valores de AT alcançando 39%. Na mesma figura observa-se que há um decréscimo do alongamento total frente ao aumento das rampas de temperatura na etapa de SE. Isso aconteceu devido ao aumento do limite de resistência, provocando assim a redução do alongamento total.



Figura 5.19 - Alongamento total para as condições ensaiadas.

O produto do limite de resistência pelo alongamento total, LRxAT, para as condições simuladas, figura 5.20, apresentou resultados que variaram entre 26 e 34 GPa%. Estes valores estão bem acima dos valores obtidos para outros aços de alta resistência como Dual Phase (LR= 900 MPa, LRxAT= 11,6 GPa%) e Bainíticos (LR=650MPa, LRxAT=8.0 GPa%) e estão de acordo com os valores obtidos para aços TRIP multiphase (TMP), conforme mostrado no estudo de SUGIMOTO *et al.*,1992.



Figura 5.20 - Valores obtidos do produto LRxAT, para as condições simuladas

Na tabela V.6, foi realizado uma análise estatística ANOVA (análise de variância) para verificar se as médias amostrais das condições 1 a 3 são iguais. O nível de significância (erro tipo I) utilizado foi de 5%.

Tabela V.6 - ANOVA (analise de variância) das médias amostrais do produto do limite de resistência pelo alongamento total das condições 1 a 3.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,73	2	0,86	0,28	0,76	5,14
Dentro dos grupos	18,27	6	3,04			
Total	19,99	8				

Confirmando a hipótese, diante dos resultados apresentados pela ferramenta ANOVA (Fcalculado \leq Fcrítico e valor P \geq erro tipo I), não existem evidências estatísticas para afirmar que a condição 1 seja diferente das condições 2 e 3. Dessa maneira, podemos dizer que as condições 1 a 3 possuem os maiores resultados de LRxAT.

Nas figuras de 5.21 a 5.22, estão ilustrados os resultados de expoente de encruamento em função da deformação verdadeira para as 15 condições testadas.

A figura 5.21 ilustra as curvas de expoente de encruamento instantâneo para as condições de superenvelhecimento de 440°C. Nela, pode-se observar que apenas a condição 440/440 apresentou rápido aumento do valor de n instantâneo, e depois apresentou uma diminuição lenta. As demais curvas relativas às outras condições apresentaram um comportamento típico de aços TRIP conforme Xiong *et al.*, 2016, para as quais o aumento do expoente de encruamento é gradual, correspondente à transformação sucessiva da austenita retida.



Figura 5.21 – Variação do expoente de encruamento com a deformação para temperatura de superenvelhecimento de 440 °C.

Todas as condições de SE na figura 5.22 apresentaram curvas de expoente de encruamento típicas de aços TRIP, destacando-se a condição de superenvelhecimento isotérmico a 420°C com n instantâneo chegando a 0,31.



Figura 5.22 - Variação do expoente de encruamento com a deformação para temperatura de superenvelhecimento de 420 °C.

As curvas de n x ε para as condições de superenvelhecimento com temperatura inicial igual a 400°C apresentaram diferentes comportamentos conforme pode ser observado na figura 5.23. Nela pode-se destacar a condição de SE isotérmico a 400°C em que o

expoente de encruamento aumenta gradativamente com a deformação, típico de um aço com efeito TRIP. Para as condições 14 (400/340) e 15 (400/320), observou-se altos valores de n instantâneos para baixas deformações, e com o aumento da deformação praticamente o expoente de encruamento não varia, característica de um material sem efeito TRIP conforme ilustrado por Dan *et al.*, 2008.



Figura 5.23 - Variação do expoente de encruamento com a deformação para temperatura de superenvelhecimento 400 °C.

O efeito da deformação plástica na fração de austenita retida, mostrado na figura 5.24, permite determinar a estabilidade da austenita retida para as condições 400/SE, a melhor para muitos pesquisadores (WANG, 1991; SRIVASTAVA, 2006; YI, 2014), e 400/320 (a pior de desempenho entre as condições simuladas). Nesta figura observase, que em ambas as condições no estágio inicial ocorrem uma repentina queda da quantidade de AR. Isso acontece devido à baixa estabilidade mecânica da fase alfa (GRAJCAR, 2007). Com o aumento da deformação observa-se que a fração de austenita retida tende para um valor aproximadamente constante, o que indica que esta fase se estabiliza. O mesmo comportamento foi observado para um aço de médio carbono com uma composição química similar (GRAJCAR, 2007; TOMITA, 1997). O curso de dois estágios da curva da transformação da austenita retida pode ser associado com uma variação de morfologia da fase alfa. Certos autores sugerem que, no estágio inicial da deformação plástica, os grãos equiaxiais de menor concentração de carbono são transformados (WANG, 1991; GRAJCAR, 2007)





Figura 5.24 - Fração de austenita retida em função da deformação nas condições 400/SE e 400/320.

5.7 Análises por EBSD em CPs deformados

Nesta seção serão apresentados os resultados da análise de EBSD de duas amostras submetidas a 10% e 23% de deformação em ensaio de tração, a fim de avaliar a decomposição da austenita. Estas amostras foram selecionadas de um lote processado com patamar isotérmico de 400°C.

O aspecto da microestrutura destas amostras, conforme observado em análises metalográficas, está mostrado na figura 5.25.



Ampliação original: 500 x. Reativo nital 4%. Ampliação original: 1.000 x. Ataque duplo estágio. b-) Amostra submetida a 23% de deformação por tração.

Figura 5.25 - Aspecto típico da microestrutura das amostras submetidas a 10% (a) e 23% (b) de deformação por tração, conforme análises por microscopia óptica.

Os mapas de fases das duas amostras, sobrepostas mapas de *bandcontrast*, estão mostrados na figura 5.26. As estruturas do tipo CCC, que compreendem os constituintes ferrita, bainita e martensita, estão em vermelho e da austenita retida está destacada em azul.

Nos mapas de fases mostrados na figura 5.26, aparecem muitos pixels em tons verdes e acinzentados. Trata-se de pixels que não puderam ser corretamente indexados pelo software.

De acordo com os mapas de fase, a amostra submetida a 10% de deformação em ensaio de tração, cujo mapa está mostrado na figura 5.26 (a), apresentou 5,1% de austenita retida, enquanto a amostra submetida a 23% de deformação, figura 5.21 (b), apresentou 2,7% de austenita.

Além disso, o aspecto dos contornos de grão percebidos no mapa de bandcontrast, de fundo, evidencia o grau de encruamento da microestrutura em função da deformação aplicada por tração. Devido a isso, na amostra com 23% de deformação, alguns pixels foram equivocadamente identificados como pertencentes à austenita. Alguns deles estão destacados por meio de setas.

Nas figuras 5.27 e 5.28 são mostrados mapas de outras ferramentas analíticas disponíveis no software analítico do EBSD.



a) Amostra submetida a 10% de deformação por tração.



b) Amostra submetida a 23% de deformação por tração.

Figura 5.26 - Mapa de fases, sobrepostos a mapas de bandconstrast de amostra submetida a 10% de deformação sob tração (a) e 23% (b). Austenita retida está destacada em azul. As setas indicam regiões com pixels identificados erroneamente como sendo CFC.



Mapas de band contrast + grain boundaries.



Mapas de figura de polo inversa.

Figura 5.27 - Mapas de bandcontrast e grainboundaries (a, b) e de figura de polo inversa (c, d) de amostras submetida a 10% e a 23% de deformação sob tração.



a) 10% de deformação

b) 23% de deformação

Mapas de band slope.



Mapas de local misorientation.

Figura 5.28 - Mapas de *bandslope* (a, b) e de *local misorientation* (c, d) de amostras submetidas a 10% e a 23% de deformação sob tração.

Os mapas mostrados nas figuras 5.27 e 5.28 indicam o aumento da severidade do encruamento da microestrutura como um todo. Nas figuras 5.28 (a) e 5.28 (b), por exemplo, isto se traduziu no aumento da concentração de contornos de baixo ângulo, com desorientação inferior a 5°, com o aumento da quantidade total de deformação aplicada. Da mesma forma, nos mapas mostrados nas figuras 5.28 (c) e 5.28 (d), mapas de *local misorientation*, se verifica um expressivo aumento do grau de desorientação no interior dos grãos, em reposta ao aumento da densidade deslocações, decorrente do aumento da deformação aplicada.

6. CONCLUSÕES

No presente estudo, um aço TRIP laminado a frio com teor máximo de 0,25% de C em peso e acalmado ao silício com adição de silício e manganês, foi tratado termicamente. As microestruturas e propriedades mecânicas decorrentes das diferentes condições de superenvelhecimento foram determinadas. As principais conclusões do presente estudo são as seguintes:

- A microestrutura, nas amostras ensaiadas, é constituída basicamente de ferrita (25-33%), bainita (44-62%), austenita retida (13-16%) e um pequeno percentual de martensita que varia de 5 a 8%.
- 2. As condições de temperaturas de superenvelhecimento simuladas neste estudo não tiveram efeito significativo na fração de austenita retida e nas microestruturas do aço TRIP780. A fração de austenita retida foi praticamente igual nas 15 condições estudadas, e em todas elas o teor de carbono na austenita ficou próximo a 1,2%.
- As condições 1 a 3, com temperatura de SEi de 440°C, apresentaram os maiores valores de LRxAT, médias próximas a 33GPa%.
- Os resultados de expoente de encruamento instantâneo em função da deformação plástica, nas condições simuladas, foram típicas de aços TRIP, com exceção das condições 14 (SEi=400°C/SEf=340°C) e 15 (SEi=400°C/SEf= 320°C).
- 5. Os resultados sugerem que aços TRIP com limite de resistência superior a 780MPa, alongamento total de 28% ou mais, valor de n de 0,2 podem ser produzidos com sucesso utilizando a composição química e o tratamento térmico simulado nas condições de 1 a 13.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ARAUJO, S.D. Avaliação da influência das condições de superenvelhecimento na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço bifásico produzido por recozimento contínuo. Belo Horizonte, 2013.
- 2. ASTM A370-11, Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, 2011.
- 3. BHADESHIA, H. K. D. H. Bainite in Steels. Cambridge University Press. 1992.
- 4. BHADESHIA, H. K. D. H. Geometry of Crystals. Institute of Metals, London, 1987.
- BHADESHIA, H. K. D. H. The Design of Strong, Tough and Affordable Engineering Alloy. The 37th John Player Memorial Lecture, Institution of Mechanical Engineers, London, 2002.
- BHADESHIA, H. K. D. H. The First Bulk Nanostructured Metal. Science and Technology of Advanced materials, doi:10.1088/1468-6996/14/1/014202, 2013.
- BHADESHIA, H. K. D. H.; Christian, J. W. The Bainite Transformation in Steels. Metallurgical Transactions A, v. 21A, p. 767-797, 1990.
- BHARGAVA, M.; Tewari, A.; Mishra, S.K. Forming limit diagram of Advanced High Strength Steels (AHSS) based on strain-path diagram. Mater. And Desing 85. 149-155. 2015.
- BLECK, W; Guo, X; Ma, Y. The TRIP Effect and Its Application in Cold Formable Sheet Steels. Steel Institute, RWTH Aachen University, Germany, 2011.
- BODNAR, R.; Ohhashi T.; Jaffee R. Effects of Mn, Si, and Purity on the Design of 3.5NiCrMoV, 1CrMoV, and 2.25Cr-1Mo Bainitic Alloy Steels. Metallurgical and Materials Transactions A 20 (8): 1445–60. 1989.
- 11. COLOMBO, T. C. A. et al. TRIP and TWIP steel sheets: review of Metallurgy and Properties. In. SENAFOR 2016 Porto Alegre, 19 5-7, 2016.
- COOMAN, B. C. et al. Mechanical properties of low alloy intercritically annealed cold rolled TRIP sheet steel containing steel containing retained autenite. Canadian Metallurgical Quarterly 43(1):13-24. 2004.
- COSTA, F. S. et al. Desenvolvimento de Análise Microestrutural por EBSD. Relatório Final de Estudo de P&D, PPVK011192. 2018.
- 14. DAN, W. J. et al. The effect of strain-induced martensitic transformation on mechanical properties of TRIP steel. Materials and Design 29. 604–612. 2008.

- 15. DE, A. K.; Speer, J. G.; Matlock, D. K. Color Tint-Etching for Multiphase Steels. Advanced Material Processes, February, p.27-30, 2003.
- 16. El MEHTEDI, M.; Spinarelli, S.; Zrnik, J. Effect of thermomechanical processing on the microstructure of Si-Mn TRIP steel. Metall. Ital. 5-10. 2010.
- FARAL, O. M., Hourman, T. Influence of Continuous Annealing Conditions on Dual Phase and TRIP Steels for Automotive Application. 41St MWSP Conf. Proc., ISS, Vol. XXXVII, 1999.
- FEI, D.; HODGSON, P. Experimental and numerical studies of springback in air v-bending process for cold rolled trip steels. Nucl. Eng. and Des., V. 236, P. 1847–1851, 2006.
- FERRER, M. Estudo das transformações de fase de aços TRIP ao Si-Mn microligados com Nb. Tese. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Jun. 2003.
- 20. FERRER, M. H.; Hupalo, M. F. Aspectos Metalúrgicos Associados ao Processamento Termomecânico dos Aços TRIP de Alta Resistência e Baixa Liga. 62º Congresso Anual da ABM, Vitória – ES, 2007.
- 21. FONSTEIN, N. Advanced High Strength Sheet Steels. Springer International Publishing, Switzerland, Chapter 5, Pg. 196, 2015.
- 22. GARCIA-MATEO, C., et al. Mechanical properties of low-temperature bainite. Materials Science Forum, 500-501, 495-502, 2005.
- 23. GRAJCAR, A. Determination of the stability of retained austenite in TRIP-aided bainitic steel. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Vol 20, ISSUES 1-2, 2007.
- 24. GUO X. et al. Steel Research International. 82, 6. 2011.
- 25. HAN, S. et al. Effect of Alloying Elements and Coiling Temperature on the Recrystallization Behavior and the Bainitic Transformation in TRIP Steels. Met. Mater. Int., Vol. 15, No. 4, p. 521-529. 2009
- HEHEMANN, R. F. Ferrous and Nonferrous Bainitic Structures, Metallography, Structures and Phase Diagrams, Vol 8, Metals Handbook, 8th ed., American Society for Metals, 1973, p 194–196
- 27. HONEYCOMBE, R. W. K.; Bhadeshia, H. K. D. H. Steels, 2nd edition, Edward Arnold london, 1995.
- 28. IGWEMEZIE, V. C.; Agu, P. C. Development of Bainitic Steels for Engineering Applications, 2014.

- JACQUES, P.J. et al. Enhancement of the Mechanical Properties of a Low-Carbon, Low-Si Steel by Formation of a Multiphased Microstructure Containing Retained Austenita. Metallurgical and Materials Transactions A 29A (9): 2383– 93, 1998.
- JACQUES, P.J. et al. The Development of Cold-Rolled TRIP-Assisted Multiphase Steels. Low Silicon TRIP-Assisted Multiphase Steels." ISIJ International 41 (9): 1061–67. 2001.
- KANTOVISCKI, A. Caracterização mecânica e microestrutural de aços de alta resistência e baixa liga TRIP 800. Dissertação. Universidade Tecnológica Federal Do Paraná, 2005.
- 32. KIM, S.J. et al. Effects of Heat Treatment and Alloying Elements on the Microstructures and Mechanical Properties of 0.15 Wt Pct C Transformation-Induced Plasticity–Aided Cold-Rolled Steel Sheets. Metall. Mater. Trans. A 32. 505-514. 2001.
- 33. KRAUSS, G. Steels Heat Treatment and Process Principle. Evergreen, Colorado, ASM, 1990. 3rd ed. 1990.
- 34. KUZIAK, R.; Kawalla, R.; Waengler, S. Advanced High Strength Steels for Automotive Industry. Arch. Civ. Mech. Eng. 8, 103-117. 2008.
- 35. KWON, E. P. et al. Characterization of Transformed and Deformed Microstructures in Transformation Induced Plasticity Steels Using Backscattering Diffraction.Materials Science and Engineering A 528, pp. 5007-5017. 2011.
- 36. LUCHT, O. A. et al. Estudo do efeito de características microestruturais nas propriedades mecânicas de aços Dual Phase. Relatório final de estudo de P&D da Usiminas, PPVP2611, IGD, 2001.
- MARTINS, U. Estudo do comportamento mecânico de aços TRIP após tratamento de têmpera e partição. Joinville - Brasil 2015. Dissertação. Universidade Federal de Santa Catarina, 2015.
- MATSUMURA O., Y. Sakuma, and H Takechi. Enhancement of Elongation by Retained Austenite in Intercritical Annealed 0.4C-1.5Si-0.8Mn. Trans ISIJ 27: 570–79. 1987.
- 39. MEHL, F. Hardenability of alloy steels, ASM, Cleveland, Ohio, USA, 1939.
- 40. MELO, F. Desenvolvimento de técnicas de análise quantitativa de fases em aços multiconstituídos usando o sistema Axiovision da U-IDP. Relatório final de estudo de P&D da Usiminas, PALK6413, U-IGD, 2008.

- MOHRBACHER, H. Microalloying with Niobium in TRIP Steels. In Proc, of Conf. Metal 2007, 1–8. Hradec nad Moravici, Cz. 2007
- 42. NASCIMENTO, M. Influência do ciclo térmico de austêmpera no comportamento mecânico do aço alto C-Si-Mn-Cr com efeito TRIP. Dissertação. Universidade Federal de Minas Gerais, 2007.
- 43. NF EN 10338-2015. Hot Rolled and Cold Rolled Non-Coated Flats Products of Multiphase Steels for Cold Forming. Technical Delivery Conditions. 2015.
- 44. OLIVEIRA, F. Análise da influência dos ciclos térmicos de diferentes projetos de fornos de recozimento contínuo na microestrutura e propriedades mecânicas de aços bifásicos galvanizados. Dissertação. Universidade Federal de Minas Gerais, 2013.
- 45. PEREIRA, J. F. B. et al. Congresso anual da abm, 70, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 17 a 21 de Agosto. Aços Trip – Características e aplicação. 10p. 2015.
- 46. PICHLER, A. et al. TRIP Steels with Reduced Si Content. In Proceedings of 40th MWSP Conference ISS, 259–74.1998.
- 47. PICKERING F. B. The Structure and Properties of Bainite in Steels, in Transformation and Hardenability in Steels, Climax Molybdenum Company of Michigan, Ann Arbor, MI, p 109–132, 1977.
- 48. PLA-FERRANDO, R. et al. TWIP/TRIP Steels. Future Trends in Automotive Industries. Annals of the Oradea University. Fascicle of Management and Technological Engineering, v. XX, 2011.
- 49. PORTER, D. A. et al. Phase Transformations in Metals and Alloys. Third Edition, CRS Press, 2009.
- 50. QUIDORT, D.; Brechet Y. The Role of Carbon on the Kinetics of Bainite Transformation in Steels. Scripta Materialia 47 (3): 151–56. 2002.
- 51. RADWAŃSKI, K. Structural characterization of low-carbon multiphase steels merging advanced research methods with light optical microscopy. Instytut Metalurgii Zelaza, Gliwice, Poland, 2015.
- 52. SAKUMA, Y. Effect of Molybdenum on Microstructure and Mechanical Properties of Intercritically Annealed and Isothermally Transformed Low Carbon Steel. Material Science and Technology 9 (4): 718–24. 1993.
- SAKUMA, Y. et al. Next Generation High Strength SheetSteel Utilizing Transformation Induced Plasticity. Nippon Steel Technical Report, no. 64: 20– 25.1995.

- 54. SAKUMA, Y.; Macsumura, O.; Akisue, O. Influence of C Content and Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of 400°C Transformed Steel Containing Retained Austenite. ISIJ Int., Vol 31, p1348. 1991.
- 55. SAMAJDAR, I. et al. Transformation during Intercritical Annealing of TRIPassisted Steel. Transactions of ISIJ International 38 (9): 998–1006. 1998.
- SRIVASTAVA, A. K. et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of cold rolled C–Mn–Si TRIP-aided steel. Ashok Kumar Srivastava G. Jha, N. Gope, S.B. Singh. Materials Characterization. 57. 127– 135. 2006.
- STEVEN, W.; Haynes, A. G. The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-Alloy Steels. Journal of the Iron and Steel Institute 183 (8): 349– 59. 1956.
- 58. SUGIMOTO, K. et al. Influences of Temperature and Strain Rate on Ductility in TRIP Aided Dual-Phase Steels. ISIJ Int. 32. 1311-1318. 1992.
- 59. TAKAHASHI M., Bhadeshia H. K. D. H. A Model for the Transition from Upper to Lower Bainite", Materials Science and Technology, Vol. 6, pp. 592-603. 1990.
- TOMITA, Y.; Morioka, K. Effect of microstructure on transformation-induced plasticity of silicon-containing low alloy steel, Materials Characterization, 38. 243-250. 1997.
- TRAINT, S. et al. Influence of Manganese, Silicon and Aluminum on the Transformation Behavior of Low Alloyed TRIP-Steel. 42nd MWSP Conference, P.549-562. 2000.
- 62. VERLINDEN, B. et al. Austenite Texture and Bainite/Austenite Orientation Relationships in TRIP Steels - Scripta Materialia 45, Pág 909-916. 2001.
- WANG, L. et al. Effects of Continuous Annealing Process on Microstructures and Properties of C-Mn-Si Bearing Cold-Rolled TRIP Steel. Advanced Materials Research. Vols. 602-604, pp 472-477. Switzerland, 2013.
- 64. WANG, L. et al. Effects of Continuous Annealing Process on Microstructures and Properties of C-Mn-Si Bearing Cold-Rolled TRIP Steel. Advanced Materials Research. Vols. 602-604, pp 472-477. Switzerland, 2013.
- 65. XIONG, Z. P. et al. Microstructures and Mechanical Properties of TRIP Steel Produced by Strip Casting Simulated in the Laboratory. Australia, 2016.

- 66. YI, H. L. Review on δ-Transformation-Induced Plasticity (TRIP) Steels with Low Density: The Concept and Current Progress. The Minerals, Metals & Materials Society. JOM, Vol. 66, No. 9. 2014
- ZACKAY, V.F. et al. The enhancement of ductility in high-strength steels. Trans.
 Am. Soc. Metal., 60:252–259, 1967.
- 68. ZAEFFERER, S.; Ohlert, J.; Bleck, W. Acta Mater. 52 (2004) 2765-2778
- ZAJAC, S. et al. Quantitative structure–property relationship for complex bainitic microstructures', Technical Steel Research report no. EUR 21245EN, European Commission, Luxembourg, 2005.
- ZHANG, S.; Findley, K. Quantitative assessment of the effects of microstructure on the stability of retained austenite in TRIP steels. Acta Materialia, v. 61, n. 6, p. 1895-1903, 2013.
- 71. ZHAO, L. et al. Phase Transformation and Microstructure Evolution in Al-Containing TRIP Steels. In 77–82. 1999.
- 72. ZHAO, Z.Z; Yin. H.X., Zhao. A.M. 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. n. 613, p 8-16, July 2014.
- 73. ZORZI, J.C.S.; Melo, T.M.F.; Santos, D.B.. Efeito da temperatura de recozimento nas propriedades mecânicas e na microestrutura de um aço com alto teor de Mn laminado a frio. Seminário de laminação processos e produtos laminados e revestidos. Foz do Iguaçu, PR, Brasil. 2014.

Anexo 1 – Quantificação dos constinuintes através do método Rietveld.



