

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA  
METALÚRGICA E DE MINAS

**Dissertação de Mestrado**

**“DESENVOLVIMENTO do AÇO ALTO C-Si e Cr  
COM MATRIZ NANOESTRUTURADA de  
MARTENSITA e BAINITA”**

Autor: José Alberto da Cruz Junior

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte, Fevereiro de 2011.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas**

**José Alberto da Cruz Junior**

**“DESENVOLVIMENTO do AÇO ALTO C-Si e Cr  
COM MATRIZ NANOESTRUTURADA de  
MARTENSITA e BAINITA”**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

**Área de concentração: Metalurgia Física**  
**Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos**

**Belo Horizonte – Minas Gerais**  
**Escola de Engenharia da UFMG**

**2011**

*A presença dos sonhos transforma os miseráveis em reis, e a ausência dos sonhos transformam milionários em mendigos. A presença de sonhos faz, de idosos, jovens, e a ausência de sonhos faz, dos jovens, idosos.*

*Augusto Cury*

## SUMÁRIO

|  |            |
|--|------------|
| <b>SUMÁRIO</b> .....   | <b>i</b>   |
| <b>AGRADECIMENTOS</b> .....  | <b>iii</b> |
| <b>LISTA DE FIGURAS</b> .....                                      | <b>iv</b>  |
| <b>LISTA DE TABELAS</b> .....                                      | <b>ix</b>  |
| <b>LISTA DE NOTAÇÕES</b> .....                                     | <b>x</b>   |
| <b>RESUMO</b> .....  | <b>xiv</b> |
| <b>ABSTRACT</b> .....  | <b>xv</b>  |
| <b>1 – INTRODUÇÃO</b> .....  | <b>1</b>   |
| <b>2 – OBJETIVOS</b> .....   | <b>3</b>   |
| <b>3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....                             | <b>4</b>   |
| 3.1 – <i>Transformação Bainítica</i> .....                         | 4          |
| 3.1.1 – Bainita Superior e Inferior.....                           | 5          |
| 3.1.2 – Fatores que afetam a espessura das placas de bainita ..... | 8          |
| 3.2 – <i>Bainita nanoestruturada</i> .....                         | 12         |
| 3.2.1 – Termodinâmica da transformação.....                        | 17         |
| 3.3 – <i>Austenita retida e efeito TRIP</i> .....                  | 20         |
| <b>4 – METODOLOGIA</b> .....                                       | <b>26</b>  |
| 4.1 – <i>Material</i> .....  | 26         |
| 4.2 – <i>Tratamentos térmicos</i> .....                            | 28         |
| 4.3 – <i>Ensaio de Tração</i> .....                                | 30         |
| 4.4 – <i>Teste de Microdureza</i> .....                            | 35         |
| 4.5 – <i>Caracterização Metalográfica</i> .....                    | 35         |
| 4.6 – <i>Microscopia Óptica</i> .....                              | 35         |
| 4.7 – <i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i> .....       | 36         |
| 4.8 – <i>Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)</i> .....     | 36         |
| 4.9 – <i>Difração de Raios-X</i> .....                             | 37         |

|   |           |
|---|-----------|
| <b>5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>   | <b>39</b> |
| 5.1 – <i>Efeito do tempo e temperatura de tratamento sobre as microestruturas .....</i>   | 39        |
| 5.2 – <i>Análise por Difração de Raios-X.....</i>   | 58        |
| 5.3 – <i>Efeitos dos tempos de tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas</i>   | 61        |
| 5.3.1 – <i>Amostras tratadas isotermicamente a 200°C.....</i>   | 61        |
| 5.3.2 – <i>Amostras tratadas isotermicamente a 220°C.....</i>   | 65        |
| 5.3.3 – <i>Amostras tratadas isotermicamente a 270°C.....</i>   | 68        |
| 5.4 – <i>Análise comparativa das propriedades mecânicas do SAE 9254 tratado isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos .....</i> | 72        |
| 5.5 – <i>Análise da superfície de fratura.....</i>  | 78        |
| <b>6 – CONCLUSÕES .....</b>   | <b>87</b> |
| <b>7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>   | <b>89</b> |
| <b>8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>  | <b>90</b> |

## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos pela oportunidade, paciência e orientação.

Aos professores que avaliaram esse trabalho em especial a Prof(a). Dr<sup>a</sup> Berenice pelos ensinamentos.

À FAPEMIG e pelo o apoio financeiro.

Aos técnicos em especial a Patrícia pelas imagens de MEV e a Andréia pelas análises de DRX.

Ao centro de microscopia pelas imagens de TEM.

Aos alunos de iniciação científica em especial a Virgínia e a Thiara.

A UFMG e ao CPGEM pelo acolhimento e a oportunidade.

Aos meus pais pelo apoio e a Nathália pelo companheirismo e compreensão.

Dedico esse trabalho a minha afilhada e sobrinha Maria Eduarda.

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 – Micrografia eletrônica de transmissão de um feixe de bainita superior em uma liga parcialmente transformada (Fe-0,43%C-2%Si-3%Mn): (a) micrografia óptica; (b,c) imagem de campo claro e imagem de campo escuro correspondendo a austenita retida entre as subunidades; (d) montagem apresentando a estrutura do feixe <sup>(2)</sup>. . . . . 5
- Figura 3.1(e) – (Continuação) Esboço da subunidade próximo à região da extremidade do feixe <sup>(2)</sup>. . . . . 6
- Figura 3.2 – Representação esquemática de transição da bainita superior para bainita inferior <sup>(5)</sup>. . . . . 8
- Figura 3.3 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com a força motriz <sup>(6)</sup>. . . 9
- Figura 3.4 – Distribuição de elementos substitucionais e intersticiais através da interface ferrita bainítica/austenita em uma liga Fe-C-Si-Mn. (a) Imagem de campo iônico. Cada ponto corresponde a um átomo. Interface vertical na imagem, austenita localizada no lado direito. (b) e (d) Mapa dos átomos de Si e Fe, mostrando uma distribuição uniforme. (c) Mapa dos átomos de carbono <sup>(7)</sup>. . . . . 10
- Figura 3.5 – Efeito da deformação plana invariante na superfície (a); relaxação plástica que ocorre na austenita adjacente (b) <sup>(6)</sup>. . . . . 11
- Figura 3.6 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com a resistência da austenita <sup>(6)</sup>. . . . . 12
- Figura 3.7 – Micrografia eletrônica de transmissão da microestrutura obtida a 200°C após 5 dias de tratamento <sup>(15)</sup>. . . . . 14

|  |    |
|--|----|
| Figura 3.8 – Micrografia eletrônica de transmissão para amostras tratadas isotermicamente (a) 235°C; (b) 270°C <sup>(17)</sup> .....   | 15 |
| Figura 3.9 – Representação esquemática da origem da curva <b>T0</b> <sup>(2)</sup> .....   | 19 |
| Figura 3.10 – Fenômeno da reação incompleta. Após a transformação bainítica, a austenita residual tem uma composição em carbono dada pela linha <b>T0'</b> , ao invés de <b>Ae3</b> . <b>Ae3</b> se refere a linha de equilíbrio <sup>(22)</sup> .....   | 19 |
| Figura 3.11 – Desenvolvimento da microestrutura de um aço (0,29% C, 1,42% Mn, 1,41% Si, 0,04% Al) em função do tempo (s) de formação de bainita a 360°C após aquecimento intercrítico por 760°C durante 6 min. ( $\alpha$ : ferrita intercrítica; $\alpha_b$ : bainita; $\alpha'$ : martensita; $\gamma_R$ : austenita retida) <sup>(24)</sup> ..... | 21 |
| Figura 3.12 – Esquema da microestrutura bainítica ilustrando as posições em que se encontram os blocos e os filmes de austenita retida <sup>(31)</sup> .....   | 23 |
| Figura 3.13 – Variação da fração de austenita em função da deformação plástica <sup>(34)</sup> ..  | 24 |
| Figura 4.1 – Diagrama TTT de um aço de composição química semelhante ao deste trabalho (0,55%C, 0,78%Mn, 1,62%Si, 0,77%Cr) <sup>(37)</sup> .....   | 27 |
| Figura 4.2 - Micrografia eletrônica de varredura do aço como o fornecido, laminado a quente. Ataque nital 2%. Perlita fina e ferrita pró-eutetóide – Fração volumétrica de (Vv) de ferrita pró-eutetóide 6,3%; Dureza Vickers = 324. ....  | 27 |
| Figura 4.3 – Montagem usada para a realização dos tratamentos isotérmicos.....   | 28 |
| Figura 4.4 – Representação esquemática do tratamento térmico visando à obtenção dos aços com estrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida.....   | 29 |

- Figura 4.5 – Interpretação gráfica para a formação da estrição e a determinação da deformação verdadeira uniforme..... 34
- Figura 4.6 – Difratoograma do aço AISI 9254 multiconstituído tratado isotermicamente a 270°C por 2 h..... 38
- Figura 5.1 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 200°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d, e); 24 h (f, g); 48 h (h, i);  $\alpha'$  é a martensita;  $\gamma_b$  austenita em blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  ferrita bainítica. .... 44
- Figura 5.2 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 220°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d); 24 h (e, f); 48 h (g, h);  $\alpha'$  é a martensita;  $\gamma_b$  blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  ferrita bainítica..... 49
- Figura 5.3 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 270°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d); 24 h (e, f, g); 48 h (h, i);  $\alpha'$  martensita;  $\gamma_b$  blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  é a ferrita bainítica. .... 54
- Figura 5.4 – (a) Microestruturas das amostras do aço temperado em água; HV = 884; e (b) temperado e revenido a 450°C por 1 h; HV = 565. .... 55
- Figura 5.5 – Microscopia eletrônica de transmissão da amostra tratada isotermicamente a 200°C por 2 h;  $\alpha'$  martensita;  $\alpha_b$  ferrita bainítica;  $\gamma_f$  filmes de austenita retida..... 56
- Figura 5.6 – Microscopia eletrônica de transmissão da amostra tratada isotermicamente a 270°C por 0,5 h; (a)  $\alpha'$  martensita;  $\alpha_b$  ferrita bainítica;  $\gamma_f$  filme de austenita retida; (b) detalhe das maclas de martensita..... 57

|  |    |
|--|----|
| Figura 5.7 – Comparação dos dados experimentais e calculados $T0'$ , Ae3. Os pontos representam a concentração de carbono em fração molar na austenita de acordo com o tempo e temperatura de tratamento isotérmico. A linha vertical (X) representa a fração molar de carbono na liga. .... | 58 |
| Figura 5.8 – Fração volumétrica de austenita retida em função do tempo e temperatura de transformação isotérmica. ....   | 60 |
| Figura 5.9 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração realizados sobre as amostras após os tratamentos isotérmicos a 200°C. ....  | 61 |
| Figura 5.10 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ). ....  | 65 |
| Figura 5.11 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração realizados sobre as amostras após os tratamentos isotérmicos a 220°C. ....   | 66 |
| Figura 5.12 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ). ....  | 68 |
| Figura 5.13 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração realizados sobre as amostras após os tratamentos isotérmicos a 270°C. ....   | 69 |
| Figura 5.14 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ). ....  | 70 |
| Figura 5.15 – Limite de escoamento em função da temperatura e tempo de tratamento, comparado com a amostra temperada e revenida. ....  | 74 |
| Figura 5.16 – Limites de resistência em função da temperatura e tempo de tratamento, comparados com a amostra temperada e revenida. ....   | 75 |

- Figura 5.17 – Microdureza em função da temperatura e tempo de tratamento isotérmico comparada com a amostra revenida..... 76
- Figura 5.18 – Imagem comparativa de microdureza de diferentes constituintes; (a) bloco de austenita retida (398 HV); (b) martensita (777 HV)..... 77
- Figura 5.19 – Alongamento total em função da temperatura e tempo de tratamento isotérmico comparada com a amostra revenida..... 78
- Figura 5.20 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 200°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d). ..... 81
- Figura 5.21 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 220°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d). ..... 84
- Figura 5.22 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 270°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d). ..... 86

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela IV.1 – Composição química do aço (% peso).....  | 26 |
| Tabela IV.2 – Condições dos tratamentos isotérmicos.....   | 29 |
| Tabela V.1 – Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono (% peso) em função das condições de tratamentos isotérmicos..... | 59 |
| Tabela V.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C em diferentes tempos.....  | 64 |
| Tabela V.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C em diferentes tempos.....  | 67 |
| Tabela V.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C em diferentes tempos.....  | 70 |

## LISTA DE NOTAÇÕES

$x_{T_0'}$ : Concentração de carbono na austenita

$\bar{x}$ : concentração média de carbono na liga

$\dot{\epsilon}$ : Taxa de deformação

$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ : Variação de energia livre da austenita para ferrita

$\Delta G_{\max}$ : Variação de energia livre máxima

$\Delta l$ : comprimento final ( $l$ ) menos comprimento inicial ( $l_0$ )

$\Delta \epsilon$ : Variação da deformação plástica verdadeira

$\Delta \sigma_v$ : Variação da tensão verdadeira

$A_0$ : Área inicial

$a_0$ : Parâmetro de rede da austenita

$Ae_1$ : Linha que separa os campos ferrita-cementita e os campos contendo austenita e ferrita ou austenita e cementita.

$Ae_3$ : Linha que separa os campos ferrita-austenita e austenita

$A_i$ : Área instantânea

AISI: American Iron and Steel Institute

AT: Alongamento total

AU: Alongamento uniforme

$B_i$ : Temperatura de início de transformação da bainítica

$C_\gamma$ : Concentração de carbono na austenita retida

$d\epsilon$ : Derivada da deformação plástica verdadeira

$d\sigma_v$ : Derivada da tensão verdadeira

e: Deformação convencional

F: Força

FIB: Foco por feixe de íons

IPS: Deformação plana invariante

K: Coeficiente de resistência

$l_0$ : Comprimento inicial

LE/LR: Razão elástica

LE: Limite de escoamento

$l_i$ : Comprimento instantâneo

LR: Limite de resistência

MEV: Microscopia eletrônica de varredura

$M_f$ : Temperatura de fim de transformação martensítica

$M_i$ : Temperatura de início de transformação martensítica

MO: Microscopia óptica

$n$ : Expoente de encruamento

$n_i$ : Expoente de encruamento incremental

SAE: Society of Automotive Engineers

SiC: Carboneto de silício

T: Temperatura

$T_0$ : Local onde ferrita e austenita de mesma composição têm a mesma energia livre

$T_0'$ : Idêntico a  $T_0$ , mas leva em conta a energia de deformação durante a formação da ferrita bainítica

TEM: Microscopia eletrônica de transmissão

TRIP: Transformation Induced Plasticity

TTT: Tempo, temperatura e transformação

$V_R^0$ : Volume inicial de austenita retida

$V_b$ : fração de bainita

$V_R$ : Volume final de austenita retida

$V_{ab}$ : Volume de ferrita bainítica

$V_{\gamma-b}$ : Volume de blocos de austenita retida

$V_{\gamma-f}$ : Volume de filmes de austenita retida

$x_b$ : Concentração de carbono na ferrita bainítica

$X_c$ : Fração molar de carbono

$x_\gamma$ : Concentração de carbono na austenita residual

$\alpha$ : ferrita

$\alpha'$ : martensita

$\alpha_b$ : ferrita bainítica

$\gamma$ : austenita

$\gamma_b$ : Blocos de austenita retida

$\gamma_f$ : Filmes de austenita retida

$\gamma_R$ : austenita retida

$\varepsilon$ : Deformação plástica verdadeira

$\varepsilon_u$ : Deformação plástica verdadeira uniforme

$\sigma$ : Tensão convencional

$\sigma_v$ : Tensão verdadeira

$k$ : constante

## RESUMO

Nesse trabalho foi realizado o estudo e desenvolvimento de um aço comercial com alto teor de C, Si e Cr com matriz nanoestruturada de martensita e bainita. Trata-se do aço SAE 9254 usado na fabricação de eixos, molas helicoidais e hastes para amortecedores. Corpos de prova desse aço foram austenitizados a 900°C durante 5 min e tratados isotermicamente em diferentes tempos (0,5, 2, 24, 48 h) e temperaturas (200, 220, 270°C). Foram observados diferentes comportamentos mecânicos para corpos de prova tratados em diversas condições, resultante da evolução microestrutural. Uma microestrutura majoritária de martensita com presença de ferrita bainítica e blocos de austenita retida foi observada para amostras tratadas a 200°C. Entretanto para amostras tratadas a 270°C foi observada presença majoritária de feixes de ferrita bainítica intercaladas com filmes de austenita retida e com a presença de algumas ilhas de martensita e blocos de austenita retida. Amostra tratada por 2 h a 200°C apresentou menor limite de escoamento (979 MPa), no entanto um maior limite de resistência (2248 MPa). Enquanto que, amostra tratada a 270°C apresentou maior limite de escoamento (1363 MPa) para o mesmo tempo de tratamento. Na análise de fratura, o mecanismo de fratura frágil foi predominante para as amostras tratadas a 200°C. Enquanto que o mecanismo de fratura dúctil foi predominante para as amostras tratadas a 270°C. Neste estudo também foi observado o surgimento de trincas na microestrutura das amostras tratadas a partir de 220°C.

## ABSTRACT

In this work was carried out the study and development of a commercial steel with high content of C, Si, Cr and with a nanostructured matrix of martensite and bainite. The steel used in this work was the SAE 9254 which is also used in the manufacture of axles, coil springs and rods for shock absorbers. Samples of this steel were austenitized at 900°C for 5 minutes and isothermally treated at different times (0.5, 2, 24, 48 h) and temperatures (200, 220, 270°C). Different mechanical behavior was observed for samples treated under various conditions due to the microstructural evolution. A majority microstructure of martensite with the presence of bainitic ferrite and retained austenite blocks was observed for samples treated at 200°C. However for samples treated at 270°C was observed a predominant presence of bainitic ferrite sheaves interspersed with films of retained austenite and the presence of some islands of martensite and retained austenite blocks. Sample treated for 2 h at 200°C showed lower yield strength (979 MPa), however a higher tensile strength (2248 MPa). While the sample treated at 270°C showed higher yield strength (1363 MPa) for the same treatment time. In the analysis of fracture, the mechanism of brittle fracture was predominant for the samples treated at 200°C. While the mechanism of ductile fracture was predominant for the samples treated at 270°C. In this study was also observed the appearance of cracks in the microstructure of the treated samples from 220°C.

## 1 – INTRODUÇÃO

A produção de aços com elevado nível de resistência mecânica associada a uma boa conformabilidade tem crescido nos últimos anos com aplicações principalmente na indústria automotiva. Os principais objetivos desta aplicação são a melhoria da segurança e a redução do peso nos veículos, o que leva a um menor consumo de combustível.

Recentemente, duas linhas de pesquisa vêm sendo abordadas para a obtenção de aços de elevada resistência mecânica. A primeira é através do processo de têmpera seguido de enriquecimento de carbono na austenita (partição). Esta consiste na obtenção de uma microestrutura martensítica contendo austenita retida. A abordagem sugere uma completa austenitização do aço SAE 9260 por 15 min a 900°C, seguido de têmpera entre as temperaturas de início ( $M_i$ ) e fim ( $M_f$ ) de transformação martensítica, onde permanece por 120 s. Com isso, uma dada fração volumétrica de martensita e austenita residual é formada. Em seguida, o aço é aquecido a uma temperatura superior a de têmpera, entre 250 a 500°C, para tempos variando entre 10 a 3600 s, quando a austenita se enriquece em carbono, tornando-se estável à temperatura ambiente em função do abaixamento da temperatura  $M_i$ .

Na segunda, aços bainíticos livres de carbonetos com elevada resistência e tenacidade têm sido recentemente projetados usando modelos baseados na teoria da transformação de fases. Esses aços seguem processamento convencional de aquecimento e resfriamento, alcançando dessa forma significativas combinações de resistência e tenacidade superior, comparáveis à aquelas dos aços martensíticos temperados e revenidos. No entanto, esse processo permite a obtenção dessas propriedades mecânicas em grandes componentes. Diferente do que ocorre em aços martensíticos revenidos onde o tamanho dos componentes é limitado em função de uma distribuição uniforme de martensita.

A microestrutura responsável por essas propriedades mecânicas consiste em finas placas de ferrita bainítica separadas por regiões de austenita enriquecida em carbono, podendo ainda conter martensita, conforme o foco de interesse deste trabalho. Essa austenita rica em carbono pode então ser transformada para martensita durante a deformação devido ao efeito TRIP. O efeito TRIP (Transformation Induced Plasticity), consiste na transformação da austenita em martensita durante a deformação plástica promovendo um aumento na ductilidade.

A microestrutura resultante quando se usa aço ligado com Si, ou com Al, transformado em bainita superior, não apresenta carbonetos. O carbono difundido para a austenita residual não se precipita como cementita, tornando a austenita estável à temperatura ambiente.

Em trabalho recente investigou-se um aço alto carbono (0,6% C) Si-Mn-Cr austemperado que apresentou efeito TRIP quando deformado à temperatura ambiente. Os resultados mostraram resistência mecânica entre 1300-1400 MPa e alongamento total de 15-20%. Agora, pretende-se elevar a resistência mecânica para faixa de 2000 MPa, porém com alongamento total com cerca de 15% e uniforme de 12%. O aço apresentará, ainda, certa fração volumétrica de austenita estabilizada e será suscetível ao efeito TRIP.

Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo investigar a influência dos tratamentos isotérmicos a baixas temperaturas (200-300°C) na formação da microestrutura e no comportamento mecânico do mesmo aço alto carbono (0,6% C) Si-Mn-Cr.

## 2 – OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi investigar a influência das temperaturas e tempos de tratamentos isotérmicos a baixas temperaturas, 200-300°C, na formação da microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita. Esse procedimento foi aplicado a um aço alto carbono (0,56% C, 0,58% Mn, 1,43% Si e 0,47% Cr).

Foram também objetivos:

- Correlacionar da microestrutura com seu comportamento mecânico nos ensaios de tração e dureza.
- Comparar os resultados das propriedades mecânicas alcançados neste trabalho com as obtidas desse mesmo aço, no estado temperado e revenido, conforme aplicação industrial atual.

### **3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### *3.1 – Transformação Bainítica*

O termo bainita é uma homenagem a E. C. Bain que, juntamente com E. S. Davenport descobriu em 1930 uma nova microestrutura dos aços, que consiste de agregados aciculares e regiões escuras quando atacadas quimicamente. Essa microestrutura apresentou ser diferente dos constituintes perlita e martensita encontrados no mesmo aço.

Trata-se de um dos produtos da decomposição isotérmica da austenita, que ocorre entre as temperaturas de formação dos constituintes perlita e martensita. Por isso, a taxa de resfriamento até a região de transformação não deve ser lenta o suficiente para que seja possível a formação de perlita e nem tão alta para formar martensita.

Como a bainita se forma em uma faixa de temperatura intermediária, esta possui uma microestrutura similar aos constituintes perlita e martensita. Similar à perlita, porque é uma mistura de ferrita e carbonetos, dependentes da difusão. No entanto, sua microestrutura não se apresenta em forma de lamelas. É similar à martensita porque a ferrita da bainita se forma por um mecanismo de cisalhamento, típico da martensita. Logo, o mecanismo de formação da microestrutura bainítica envolve difusão e cisalhamento.

A bainita pode ser classificada como bainita superior ou inferior. A diferença entre estas microestruturas está na forma como ocorre a precipitação dos carbonetos, em função da temperatura de transformação. A seção a seguir descreve a morfologia dessas duas microestruturas.

### 3.1.1 – Bainita Superior e Inferior

A bainita superior e inferior consiste de agregados de placas de ferrita e carbonetos. Os agregados das placas são chamados de “feixes” (sheaves). Cada feixe é composto por finas placas, conhecidas como sub-unidades. Essas estão dispostas em forma de agulhas e suas dimensões são uniformes dentro de cada feixe, porque crescem em um tamanho limitado <sup>(1)</sup>. A figura 3.1 ilustra a morfologia dos feixes de bainita.

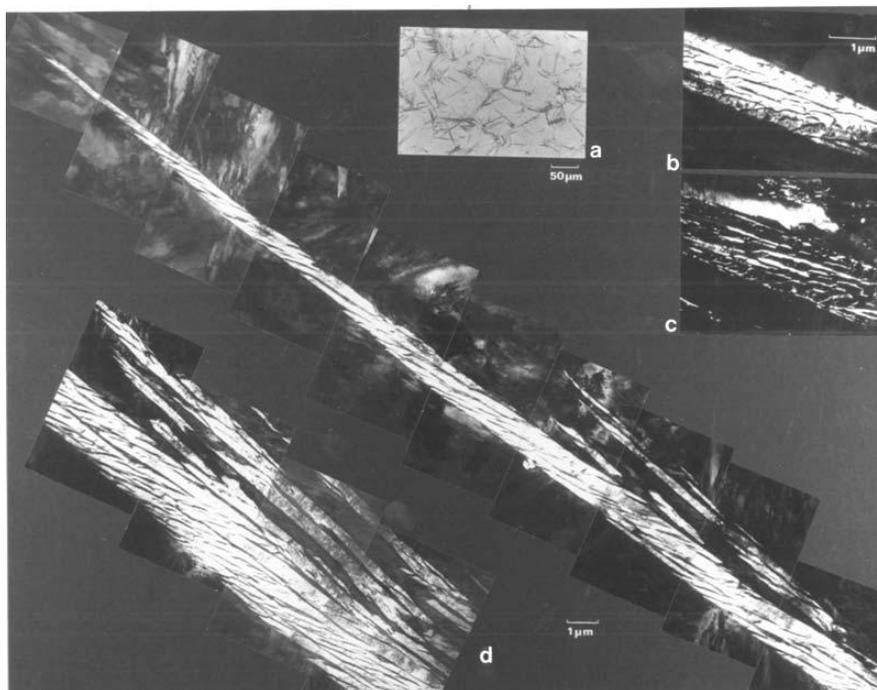


Figura 3.1 – Micrografia eletrônica de transmissão de um feixe de bainita superior em uma liga parcialmente transformada (Fe-0,43%C-2%Si-3%Mn): (a) micrografia óptica; (b,c) imagem de campo claro e imagem de campo escuro correspondendo a austenita retida entre as subunidades; (d) montagem apresentando a estrutura do feixe <sup>(2)</sup>.

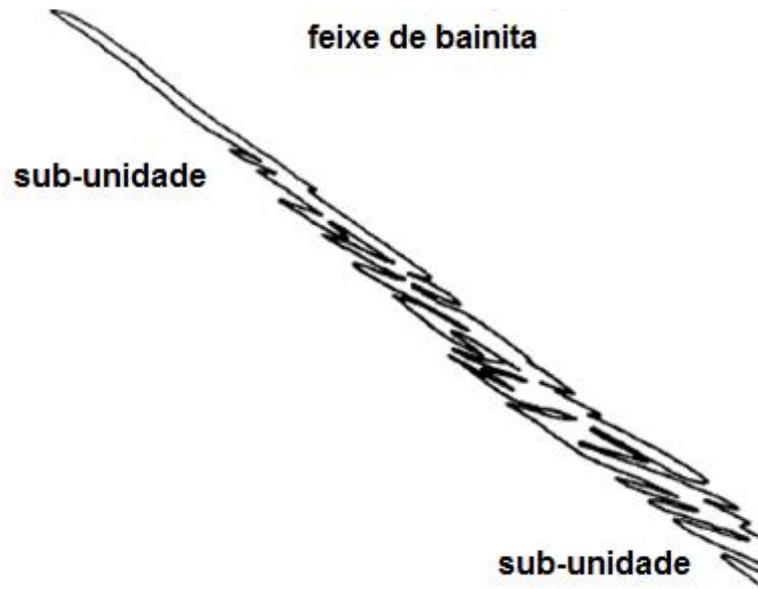


Figura 3.1(e) – (Continuação) Esboço da subunidade próximo à região da extremidade do feixe <sup>(2)</sup>.

A bainita superior se forma em dois estágios distintos, o primeiro envolvendo a formação de finas placas de ferrita e o segundo a precipitação de carbonetos. Essas placas tem cerca de 0,2  $\mu\text{m}$  de espessura e 10  $\mu\text{m}$  de comprimento, com uma solubilidade muito baixa de carbono (< 0,02% peso) <sup>(3)</sup>. Por isso, o crescimento da ferrita enriquece a austenita restante em carbono.

Eventualmente, ocorre a precipitação dos carbonetos a partir do contorno de grão da austenita e ferrita, isto é, os contornos de grãos austeníticos são sítios de nucleação heterogênea para formar carbonetos.

Quando aços de alto-C são tratados termicamente na região de formação da bainita, há uma tendência de precipitação de cementita como filmes finos. O seu crescimento pode ser retardado pela baixa temperatura de transformação <sup>(2)</sup>.

A fração de carbonetos e cementita formada depende da concentração de carbono na liga. Elevadas concentrações resultam em uma microestrutura de feixes de ferrita bainítica separadas por camadas contínuas de cementita. Já para baixas concentrações,

formam-se pequenas partículas de cementita. Se quantidades suficientes de elementos de liga, como Si e Al forem adicionados no aço, estes retardam a formação de cementita, resultando em uma microestrutura livre de carbonetos constituída à temperatura ambiente de ferrita bainítica e austenita retida enriquecida em carbono <sup>(3)</sup>.

A microestrutura da bainita inferior é muito semelhante a da bainita superior. A maior diferença é que as partículas de cementita precipitam também no interior das placas de ferrita, gerando carbonetos extremamente finos, apenas com poucos nanômetros de espessura e cerca de 500 nm de comprimento. Logo, formam dois tipos de precipitados de cementita: aqueles que crescem da austenita enriquecida em carbono e separam os feixes de ferrita, e outros precipitam no interior da ferrita.

Como ocorre precipitação de carbonetos no interior da ferrita, apenas uma pequena quantidade de carbono se difunde na austenita residual. Logo, são poucas partículas de cementita que precipitam entre os feixes de ferrita, quando comparadas com bainita superior. Um resultado importante é que bainita inferior é mais resistente, pois camadas espessas de cementita presentes na bainita superior facilitam a nucleação de trincas e a formação de cavidades <sup>(3)</sup>.

Nem sempre ocorre a formação de cementita no interior da ferrita. Outros carbonetos de transição podem ocorrer primeiro, como por exemplo, aços de elevado teor de carbono contendo mais que 1% Si, nos quais carbonetos epsilon ( $\epsilon$ ) são observados no interior da ferrita bainítica <sup>(3)</sup>.

MATAS e HEHEMANN <sup>(4)</sup> propuseram que a diferença entre a bainita superior e inferior parte do princípio da velocidade com que os átomos de carbono se difundem a partir da ferrita para a austenita.

Para elevadas temperaturas, a difusão do carbono é maior e não há oportunidade para precipitação de carbonetos dentro da ferrita, gerando uma microestrutura de bainita superior. Eventualmente, a cementita precipitada a partir da austenita residual se apresenta como filmes finos. Em bainita inferior, a menor difusão associada com a redução da temperatura de transformação fornece a oportunidade para algum carbono

precipitar como carbonetos finos dentro da ferrita. A figura 3.2 mostra a representação de transição da bainita superior para bainita inferior.

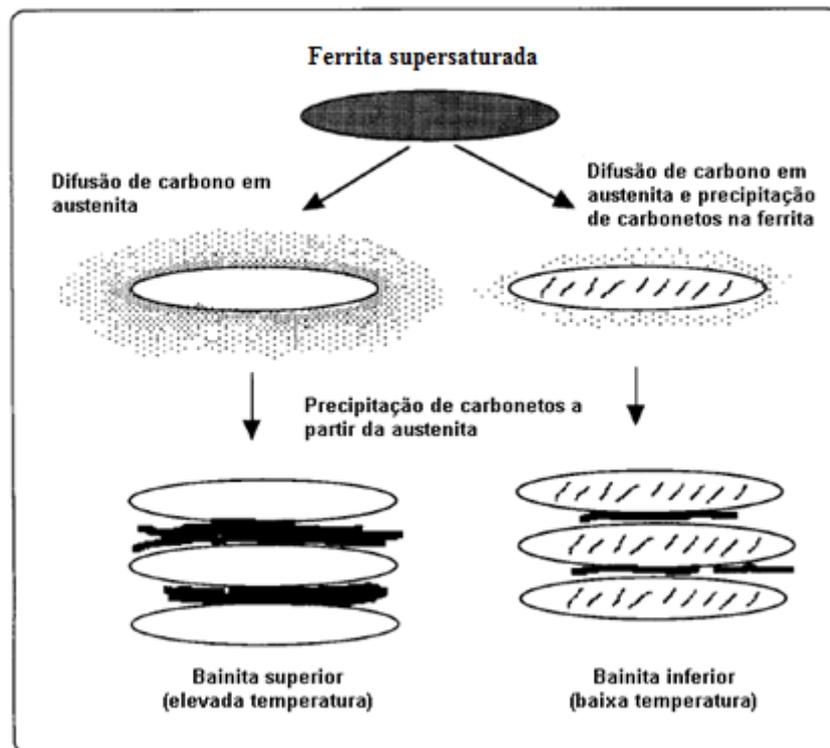


Figura 3.2 – Representação esquemática de transição da bainita superior para bainita inferior<sup>(5)</sup>.

### 3.1.2 – Fatores que afetam a espessura das placas de bainita

A redução da espessura das placas de bainita provoca um aumento considerável nas propriedades mecânicas. De acordo com SING<sup>(6)</sup>, os fatores que contribuem para a alteração da espessura das placas são o limite de escoamento da austenita e a variação de energia livre (força motriz) necessária para a nucleação.

O aumento da força motriz irá proporcionar um aumento na taxa de nucleação e, conseqüentemente, maior será a fração de bainita. Isso leva ao refinamento da

microestrutura, uma vez que o aumento no número dos núcleos limita seu o crescimento, tornando-se assim uma microestrutura mais refinada. A figura 3.3 mostra a variação da espessura da placa de bainita em função da variação da energia livre ( $\Delta G_{\max}$ ). Observa-se que, quanto menor  $\Delta G_{\max}$  (maior super-resfriamento) menor é a espessura da placa de bainita.

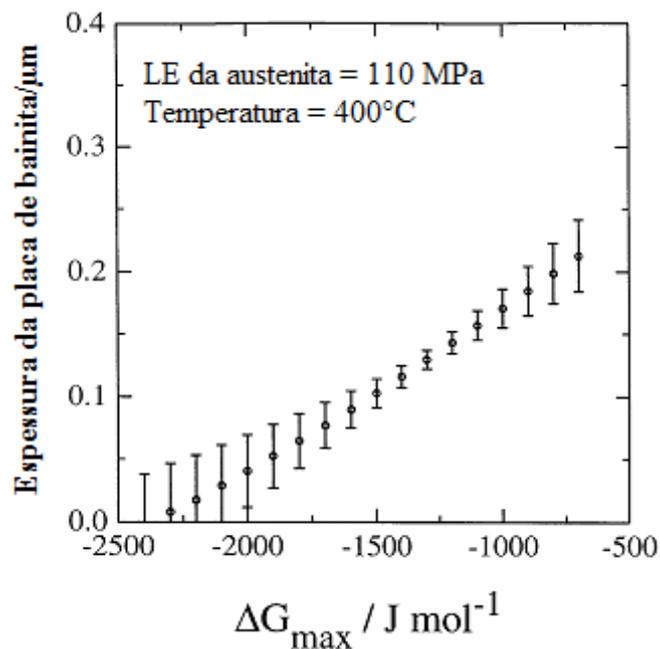


Figura 3.3 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com a força motriz <sup>(6)</sup>.

O mecanismo de crescimento da bainita ocorre por cisalhamento, ocasionando uma mudança na superfície da região transformada. Esta mudança pode ser descrita com uma deformação plana invariante (IPS).

A deformação envolve movimento coordenado de átomos à medida que a transformação progride. Com isso, e mediante as técnicas de alta resolução, tem sido demonstrado que o ferro e os solutos substitucionais tais como Mn, Si, Ni, Mo e Cr permanecem fixos (congelados) em suas posições originais após a transformação bainítica. A figura 3.4 mostra imagens realizadas por sonda atômica sobre uma microestrutura bainítica <sup>(7, 8)</sup>.

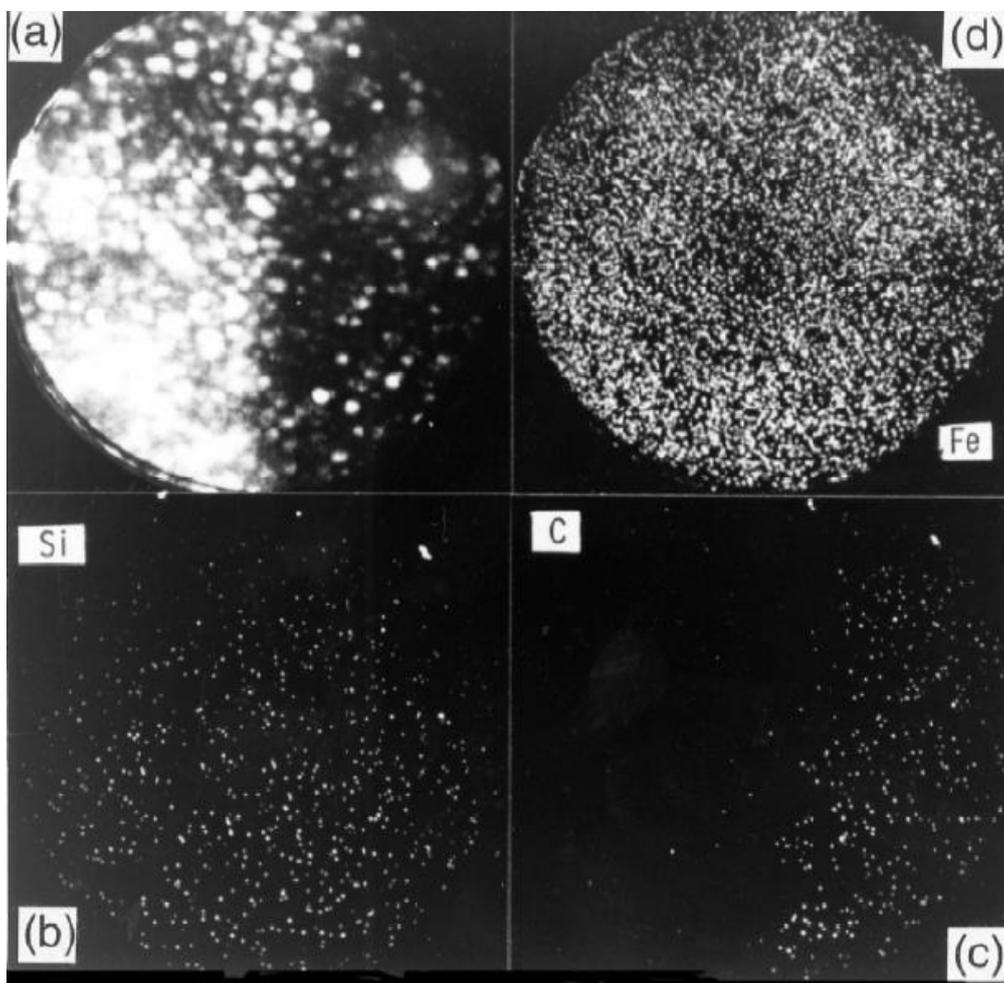


Figura 3.4 – Distribuição de elementos substitucionais e intersticiais através da interface ferrita bainítica/austenita em uma liga Fe-C-Si-Mn. (a) Imagem de campo iônico. Cada ponto corresponde a um átomo. Interface vertical na imagem, austenita localizada no lado direito. (b) e (d) Mapa dos átomos de Si e Fe, mostrando uma distribuição uniforme. (c) Mapa dos átomos de carbono <sup>(7)</sup>.

O mecanismo de transformação leva à uma deformação elástica da estrutura cristalina da austenita. No entanto, esta deformação nem sempre é acomodada elasticamente, com isso ocorre uma relaxação plástica na austenita adjacente <sup>(9)</sup>, conforme ilustrado esquematicamente na figura 3.5.

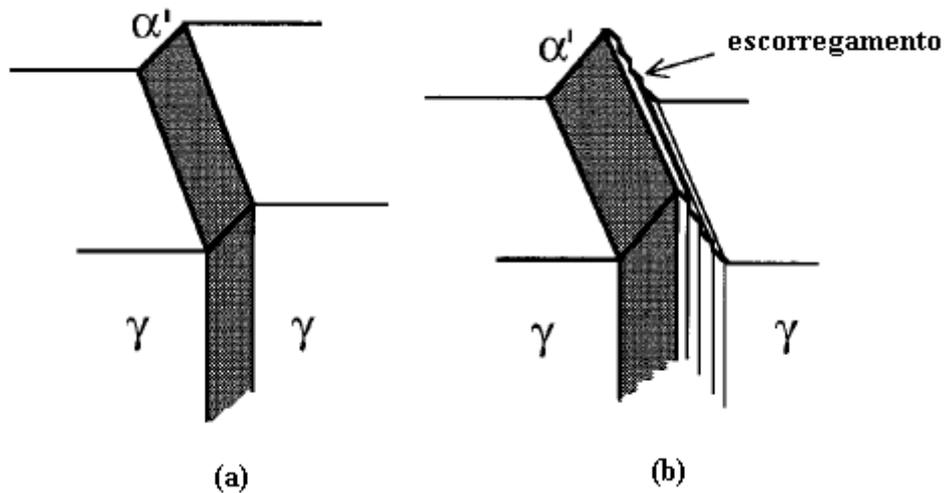


Figura 3.5 – Efeito da deformação plana invariante na superfície (a); relaxação plástica que ocorre na austenita adjacente (b) <sup>(6)</sup>.

Esta relaxação plástica promove o aparecimento de deslocações após a formação da bainita. Essas deslocações, por sua vez, resistem ao avanço adicional da interface bainita/austenita devido ao aumento do limite de escoamento da austenita. Logo, menor é a espessura do feixe de bainita quanto maior for o limite de escoamento, conforme pode ser visto na figura 3.6. Na figura 3.6, o fato das barras de erro tornarem-se maiores para valores acima de 150 MPa deve-se a um menor conjunto de dados experimentais.

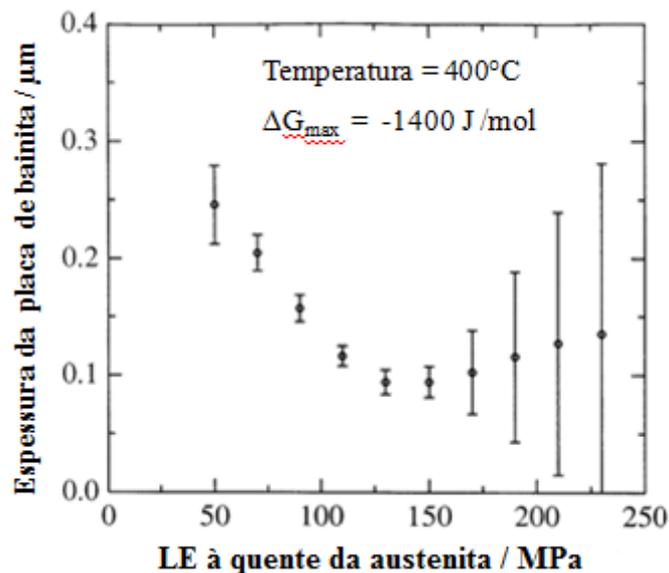


Figura 3.6 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com o limite de escoamento (LE) da austenita <sup>(6)</sup>.

### 3.2 – Bainita nanoestruturada

Aços bainíticos de elevada resistência não apresentam, na prática, o mesmo desempenho que os aços martensíticos revenidos, por causa da espessa partícula de cementita presente na bainita, prejudicando dessa forma a sua tenacidade <sup>(10)</sup>. Conforme dito anteriormente, é conhecido que a precipitação de cementita durante a transformação bainítica pode ser suprimida. Isso é conseguido pela adição de silício no aço (~ 2% peso). O Si tem baixa solubilidade na cementita, ou seja, o Si que é rejeitado, aumenta sua concentração em torno do embrião de cementita. Como o Si aumenta a atividade do carbono localmente, a difusão do carbono ocorre em favor ao crescimento do embrião. No entanto, os átomos de Si funcionam como uma barreira em torno do embrião de cementita. Logo, reduz o fluxo de carbono e conseqüentemente inibe o crescimento de cementita <sup>(11-13)</sup>.

A microestrutura de um o aço que contém silício, transformado em bainita, consiste de finas placas de ferrita bainítica separadas por regiões de austenita enriquecida em

carbono. O carbono que é rejeitado na austenita residual ao invés de formar cementita permanece na austenita, tornando-a estável à temperatura ambiente. As vantagens da microestrutura formada por ferrita bainítica e austenita retida podem ser listadas a seguir <sup>(3)</sup>:

1. A cementita é responsável pelo início da fratura em aços de elevada resistência. Sua ausência promove uma microestrutura mais resistente à falha por clivagem e à formação de cavidades.
2. Aumento de resistência devido ao tamanho de grão ultrafino dos feixes de ferrita bainítica, geralmente menores que 1  $\mu\text{m}$  de espessura. É a espessura dessas feixes que determina a distância média livre de escorregamento. É conhecido que o refinamento de grão é o único método disponível para melhorar a resistência e a tenacidade simultaneamente.
3. A ductilidade dos filmes de austenita dispersos entre os feixes de ferrita bainítica têm um efeito de neutralizar a propagação de uma trinca. Estes filmes favorecem um aumento na tenacidade quando a austenita é induzida a transformar em martensita (TRIP).
4. A difusão de hidrogênio na austenita é menor do que na ferrita. A presença de austenita retida pode, contudo, melhorar a resistência à corrosão sob tensão do aço.
5. Aços com microestrutura ferrita bainítica e austenita retida podem ser obtidos sem o uso de elementos de liga de alto custo. Para isso, requer que a concentração de silício seja elevada o suficiente para suprimir a formação de cementita.

Estudos <sup>(14, 15)</sup> constataram que aços bainíticos de alto carbono e ligados com silício podem ser obtidos em baixas temperaturas de transformação. Uma consequência da baixa temperatura de transformação é que os feixes de ferrita bainítica são extremamente finos, 20-40 nm de espessura, tornando o material muito resistente.

O limite de escoamento da austenita aumenta quanto mais baixa for a temperatura de formação da bainita. Este aumento de resistência da austenita restringe o movimento da interface bainita/austenita durante a transformação, forçando a formação de feixes mais estreitos. A baixa temperatura de transformação favorece também uma maior quantidade de ferrita bainítica que por sua vez diminui a fração de blocos de austenita na microestrutura, melhorando suas propriedades mecânicas<sup>(14-17)</sup>.

BHADESHIA e CABALLERO<sup>(14-16)</sup> observaram que os feixes de ferrita bainítica formados a 200°C e durante 5 dias de tratamento térmico (Fig. 3.7) em um aço de composição química de altos teores de carbono e elementos de liga (0,98% C, 1,46% Si, 1,89% Mn, 0,26% Mo, 1,26% Cr) apresentaram uma espessura menor que 50 nm, com cada placa separada por filmes finos de austenita retida. Estes filmes finos são responsáveis pela elevada tenacidade da microestrutura. Valores de dureza de aproximadamente 600 HV e limite de resistência acima de 2,5 GPa foram obtidos em uma microestrutura nanoestruturada<sup>(10)</sup>.

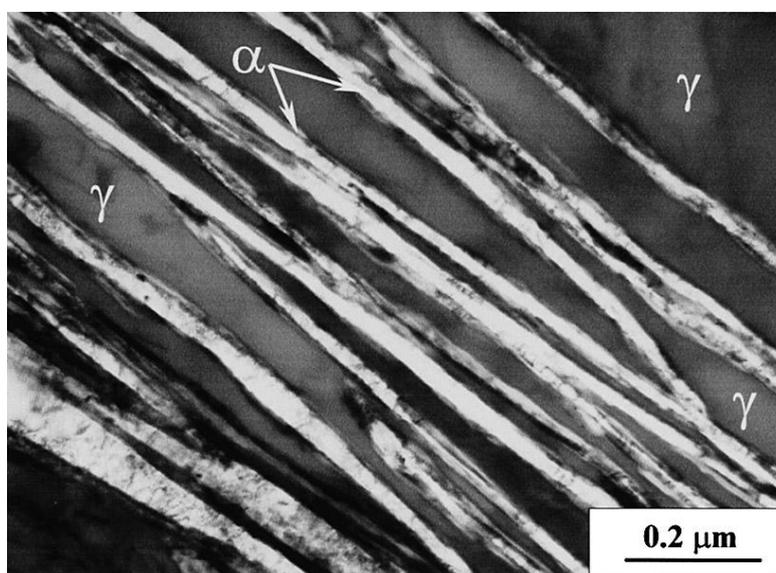


Figura 3.7 – Micrografia eletrônica de transmissão da microestrutura obtida a 200°C após 5 dias de tratamento<sup>(15)</sup>.

Outros resultados foram encontrados por WANG *et al.*<sup>(17)</sup>. Os autores investigaram a formação de bainita no aço 60Si2CrVA (0,59% C, 1,61% Si, 0,56% Mn, 1,01% Cr, 0,13% V, 0,02% Al, 0,012% P, 0,011% S). A microestrutura formada por finos filmes de austenita retida presente entre os feixes de ferrita bainítica, transformadas nas temperaturas de 235 e 270°C, apresentou limite de resistência de 1980 MPa, 9,5% de alongamento total com uma dureza de 54 HRC para transformação a 235°C, e 1880 MPa, 10,5% e 50 HRC para a amostra transformada a 270°C (Fig. 3.8).

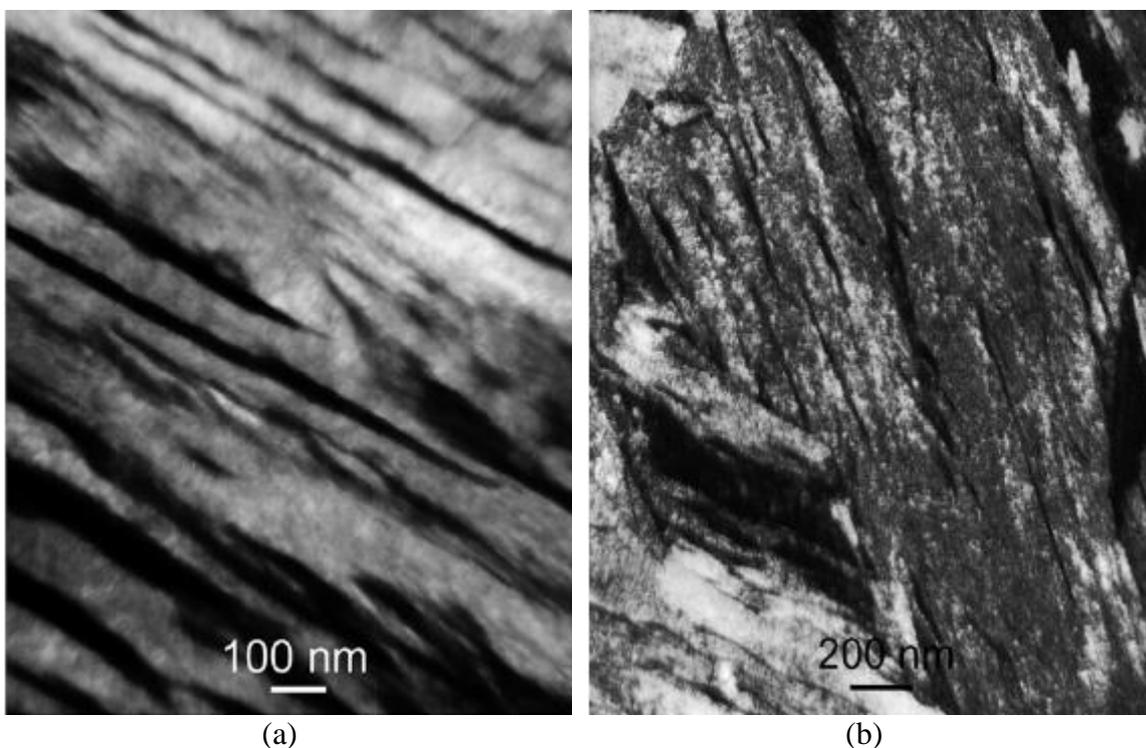


Figura 3.8 – Micrografia eletrônica de transmissão para amostras tratadas isotermicamente (a) 235°C; (b) 270°C<sup>(17)</sup>.

Diferente dos demais trabalhos, HASE<sup>(18)</sup> realizou experimentos em uma liga (0,79% C, 1,56% Si, 1,98% Mn, 1,01% Cr, 0,24% Mo, 1,01% Al, 1,51% Co), que foi submetida a temperatura de austenitização de 900°C durante 0,5 h. Após a homogeneização, as amostras foram submetidas a dois estágios seguidos de tratamentos

isotérmicos, um com intervalo de temperatura de 250-350°C durante 18 h e outro mantido a 250°C com o mesmo tempo de tratamento. Uma consequência desses dois estágios de tratamentos isotérmicos está na capacidade de produzir uma distribuição bimodal do tamanho dos feixes de ferrita bainítica e uma divisão geométrica do refinamento dos blocos de austenita de modo que a estabilidade mecânica da austenita é melhorada. Uma elevada ductilidade de 40% de alongamento total com tenacidade de fratura  $63 \text{ MPam}^{-1/2}$  e um limite de resistência de 1,5 GPa foram alcançados.

CHAKRABORTY <sup>(19)</sup> investigou o tradicional aço SAE 52100 usado para a fabricação de rolamentos (1,1% C, 1,46% Cr e 0,27% Si). As temperaturas de austêmpera foram 250, 270 e 400°C, e os tempos de tratamentos isotérmicos variaram de 10 a 120 min. A austêmpera (270°C, 30 min) seguida pela têmpera em água, forneceu uma microestrutura dupla consistindo de bainita e martensita e com isso níveis de dureza, 62 HRC, limite de resistência 2250 MPa e resistência ao impacto de 53 J foram obtidos. A baixa quantidade de Si foi insuficiente para prevenir a precipitação de carbonetos.

E por último, SANTOS *et al.* <sup>(20)</sup> investigaram a influência do ciclo térmico de resfriamento e partição sobre o comportamento mecânico de um aço (0,56% C, 1,50% Si, 0,80% Mn, 0,77% Cr) apresentando efeito TRIP. As amostras foram submetidas a uma temperatura de austenitização de 900°C por 300 s. Após atingir o equilíbrio (amostras/forno), as amostras foram rapidamente transferidas para um banho metálico (Pb-Sn) mantido a 220°C, onde permaneceram por 0,5, 2, 24 e 48 h. Os resultados mostraram que o aço alcançou o alongamento total na faixa de 10 a 15%, limite de escoamento entre 1650 e 1900 MPa e limite de resistência na faixa de 2000 a 2100 MPa.

### 3.2.1 – Termodinâmica da transformação

De acordo com BHADESHIA <sup>(2)</sup>, transformações bainíticas envolvem sucessivas nucleações e crescimentos adifusionais do tipo martensítico, gerando quantidades significativas de deformação. Uma consequência deste tipo de crescimento adifusional é que as sub-unidades de ferrita bainítica são supersaturadas em carbono.

Uma vez que o crescimento de sucessivas sub-unidades de ferrita bainítica alcança um determinado tamanho, o excesso de carbono excedente difunde para a austenita residual, de forma que a placa seguinte cresça a partir da austenita enriquecida em carbono. Esta transformação prossegue, enriquecendo continuamente a austenita residual em carbono, enquanto a variação de energia livre for favorável. O processo finalmente para quando a concentração de carbono na austenita residual atinge a curva  $T'_0$ , local onde ferrita bainítica e austenita estão em equilíbrio ( $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} = 0$ ). Logo, não ocorrerá formação adifusional de uma nova sub-unidade de ferrita bainítica, de acordo com a figura 3.9.

A curva  $T_0$  é o local onde ferrita e austenita de mesma composição têm energia livre idêntica. A curva  $T'_0$  é similar a  $T_0$ , mas leva em conta a energia de deformação da ferrita bainítica devido ao mecanismo de cisalhamento da transformação, estimada em um valor de 400 J/mol <sup>(21)</sup>.

A reação é dita ser incompleta porque a austenita não alcança a composição de equilíbrio dada pela linha  $Ae_3$ . Se a formação da ferrita ocorre por mecanismo difusional (reconstrutivo), a transformação irá parar quando a concentração de carbono na austenita atinge a curva  $Ae_3$ , como é o caso de formação da ferrita poligonal.

Quando ocorre a precipitação de carbonetos, o consumo de carbono durante a formação dos carbonetos mantém a concentração na austenita abaixo de  $T'_0$ , com isso a austenita residual não se enriquece em carbono de forma a alcançar a curva  $T'_0$ , onde a transformação para. Logo, se obtêm uma microestrutura inteiramente bainítica.

A fração de ferrita bainítica aumenta à medida que a temperatura de transformação diminui. Isto pode ser explicado através da curva  $T'_0$  e a concentração média de carbono

na liga  $\bar{x}$  (Fig. 3.10). A fração máxima de bainita,  $V_b$ , que se pode formar para uma dada temperatura  $T$ , é dada pela equação 3.1:

$$V_b = \frac{(x_{T'_0} - \bar{x})}{x_{T'_0} - x_b} \quad (3.1)$$

onde  $x_{T'_0}$  é a concentração de carbono na austenita dado pela curva  $T'_0$  e  $x_b$  é a quantidade de carbono aprisionado na ferrita bainítica, ou em solução sólida ( $x_b = 0,03$  %peso).

Este aumento da fração de ferrita bainítica na microestrutura minimiza a austenita retida em forma de blocos. Isso porque esta austenita é bastante instável e tende a se transformar em uma martensita não revenida, dura e frágil de elevado carbono, sob a influência de uma pequena tensão <sup>(22)</sup>.

Existem outros dois métodos de aumentar a fração de ferrita bainítica: reduzindo a concentração média de carbono na liga  $\bar{x}$  (equação 3.1) e movendo a curva  $T'_0$  para elevadas concentrações de carbono devido à modificação do teor de elemento de liga substitucional do aço, de forma a alterar a estabilidade das fases <sup>(21)</sup>.

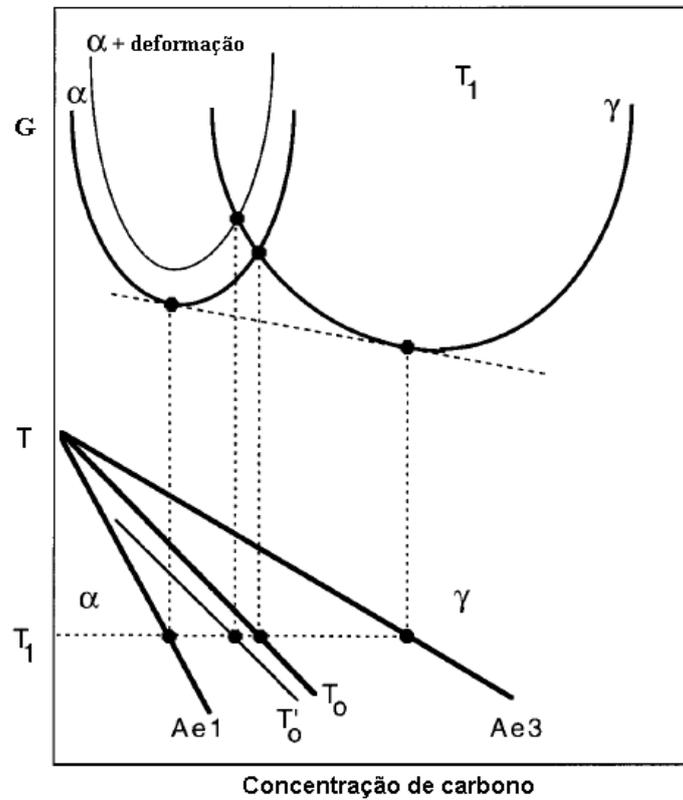


Figura 3.9 – Representação esquemática da origem da curva  $T_0$  <sup>(2)</sup>.

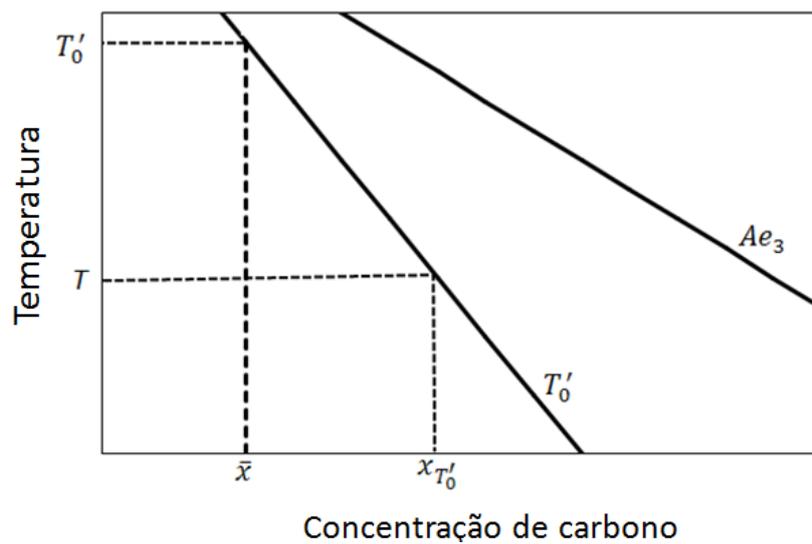


Figura 3.10 – Fenômeno da reação incompleta. Após a transformação bainítica, a austenita residual tem uma composição em carbono dada pela linha  $T_0'$ , ao invés de  $Ae_3$ .  $Ae_3$  se refere a linha de equilíbrio <sup>(22)</sup>.

### 3.3 – Austenita retida e efeito TRIP

Aços com elevada ductilidade e resistência têm sido estudados e projetados para serem aplicados, principalmente, na indústria automobilística. Nesse setor, eles são empregados como membros de partes estruturais com o objetivo de melhorar a segurança dos automóveis.

Esta combinação de resistência e ductilidade está associada à transformação induzida por deformação plástica da austenita retida em martensita (TRIP), presente, por exemplo, na microestrutura de um aço multiconstituído. A composição química e o ciclo de processamento são projetados de modo a se obter austenita retida na microestrutura final <sup>(23)</sup>.

O ciclo de processamento consiste em dois estágios de tratamentos térmicos de aços baixo carbono laminados a frio. O primeiro envolve um aquecimento na região intercrítica com o propósito de obter, de forma controlada, certa fração volumétrica de austenita juntamente com ferrita. Já o segundo, trata-se de um tratamento isotérmico no qual a austenita formada no aquecimento intercrítico se transforma em bainita. Durante o tratamento isotérmico, o excesso de carbono rejeitado da ferrita bainítica enriquece parte da austenita, de modo que, após o tratamento, a austenita torna-se estável à temperatura ambiente.

No entanto, durante o resfriamento pode ocorrer transformação parcial da austenita em martensita para menores tempos de tratamentos isotérmicos, conforme mostra a figura 3.11 <sup>(23, 24)</sup>. Isso acontece porque a austenita não se enriquece em carbono o suficiente para que a temperatura de formação de martensita ( $M_i$ ) permaneça abaixo da temperatura ambiente. Com isso, parte da austenita se transforma em martensita. Logo, a microestrutura de um aço TRIP multiconstituído consiste de ferrita intercrítica, bainita, austenita retida e ainda pode conter martensita. Essa microestrutura proporciona ao aço uma elevada resistência à fadiga e elevada absorção de energia no ensaio de impacto <sup>(25)</sup>.

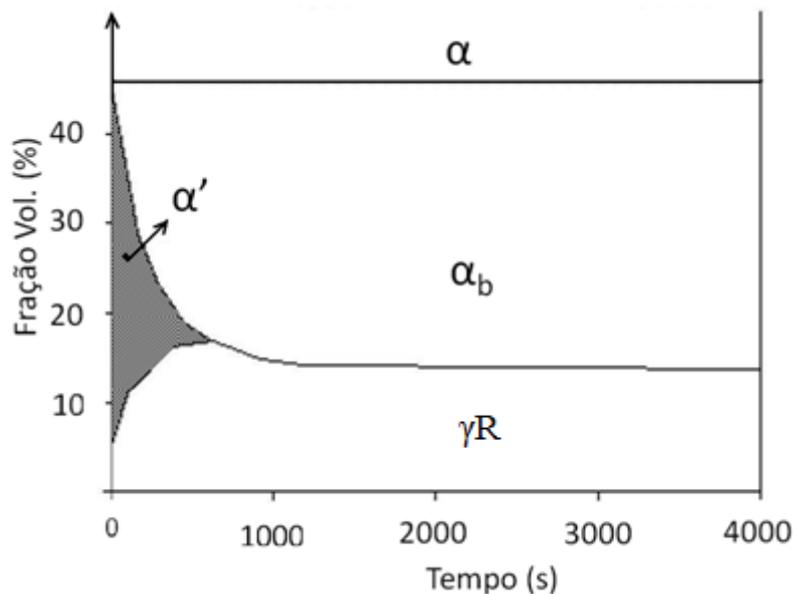


Figura 3.11 – Desenvolvimento da microestrutura de um aço (0,29% C, 1,42% Mn, 1,41% Si, 0,04% Al) em função do tempo (s) de formação de bainita a 360°C após aquecimento intercrítico por 760°C durante 6 min. ( $\alpha$ : ferrita intercrítica;  $\alpha_b$ : bainita;  $\alpha'$ : martensita;  $\gamma_R$ : austenita retida) <sup>(24)</sup>.

No entanto, esses aços TRIP multiconstituídos possuem alguma limitação em certa propriedade, como por exemplo, a capacidade de obter formas mais complexas. Essa deficiência deve-se ao início de formação de cavidades na interface da matriz de ferrita/austenita retida <sup>(25)</sup>. Sendo então necessário buscar alternativas para suprimir esta propriedade mecânica característica.

Uma alternativa é a produção do aço bainítico, que apresenta boa capacidade de obter componentes mecânicos com formas mais complexas devido a uma microestrutura uniforme de ferrita bainítica e austenita retida. Isso ocorre porque a matriz de ferrita é substituída pelos feixes de ferrita bainítica <sup>(25)</sup>.

A quantidade de bainita aumenta para maiores tempos de transformação isotérmica. No entanto, a quantidade máxima obtida para uma dada temperatura de transformação isotérmica é restrita pelo fenômeno da reação incompleta (Fig. 3.9) <sup>(26)</sup>. De acordo com

esse parâmetro, a austenita retida pode se apresentar em forma de blocos ou como filmes finos.

A presença de austenita retida sob as formas de filmes finos, que se encontram localizados entre os feixes de ferrita bainítica contêm uma maior concentração de carbono em relação aos blocos, isso porque o excesso de carbono presente na ferrita bainítica difunde para a austenita, enriquecendo-a <sup>(12)</sup>. Uma consequência, é que a austenita retida em forma de filme torna-a mais estável termicamente. A temperatura  $M_i$  correspondente aos filmes de austenita é menor do que a dos blocos. Portanto, em um tempo posterior de transformação, os blocos de austenita com menor concentração de carbono podem se transformar em martensita.

O teor de carbono na austenita residual ( $x_\gamma$ ) pode ser estimado em função da concentração de carbono na liga ( $\bar{x}$ ) <sup>(27)</sup>:

$$x_\gamma = \bar{x} + \frac{V_b(\bar{x} - x_b)}{1 - V_b} \quad (3.2)$$

onde  $V_b$  é a fração de ferrita bainítica formada.

Estes filmes de austenita retida ricos em carbono também a tornam mais estáveis mecanicamente, para maiores graus de deformação <sup>(28)</sup>. Já a presença na forma de blocos favorece a transformação em uma martensita dura e frágil no início da deformação, contribuindo para uma baixa tenacidade <sup>(29, 30)</sup>. A figura 3.12 mostra um esquema da presença de austenita retida em aço bainítico de alto teor de silício <sup>(31)</sup>.

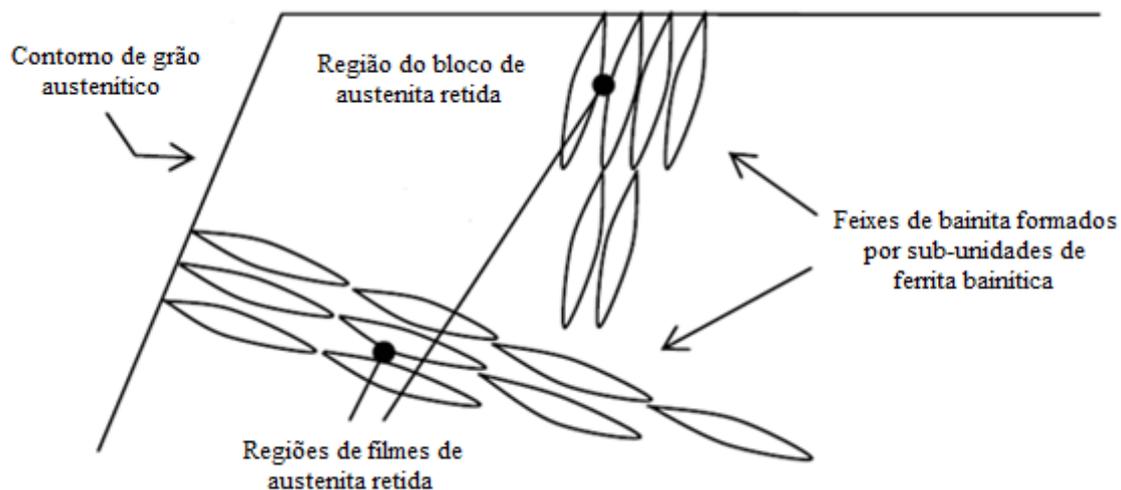


Figura 3.12 – Esquema da microestrutura bainítica ilustrando as posições em que se encontram os blocos e os filmes de austenita retida <sup>(31)</sup>.

A fração de austenita na forma de blocos e filmes pode ser deduzida a partir da fração total de austenita retida determinada por difração de raios-X. BHADESHIA <sup>(28)</sup> estimou que cerca de 15% do volume contido dentro do contorno de um feixe de bainita consiste de filmes de austenita retida intercalados com as sub-unidades de ferrita bainítica ( $V_{ab}$ ). Logo, a razão da fração volumétrica de filmes de austenita retida ( $V_{\gamma-f}$ ) em relação aos blocos ( $V_{\gamma-B}$ ) pode ser dada pela seguinte expressão:

$$\left(\frac{V_{\gamma-f}}{V_{\gamma-B}}\right) = \frac{0,15V_{ab}}{(V_{\gamma} - 0,15V_{ab})} \quad (3.3)$$

A maximização dessa razão é equivalente ao aumento da fração de bainita para uma dada temperatura de transformação isotérmica. Isto não apenas promove o enriquecimento de carbono, como também refina e reduz a quantidade de austenita na forma de blocos.

A variação da fração de austenita retida ( $V_R$ ) em função da deformação plástica ( $\epsilon$ ) é geralmente representada pela seguinte equação empírica <sup>(32)</sup>:

$$\ln V_R^0 - \ln V_R = k\epsilon \quad (3.4)$$

onde  $V_R^0$  é a fração inicial para zero de deformação. A constante  $k$  é o coeficiente do ajuste dos dados experimentais.

Ensaio de tração realizados <sup>(33)</sup> em amostras tratadas isotermicamente a, 200, 250 e 300°C, com as respectivas frações iniciais de austenita retida ( $V_\gamma^0$ ) 0,17; 0,21; 0,37; mostraram suas variações com a deformação verdadeira ( $\epsilon$ ) na figura 3.13.

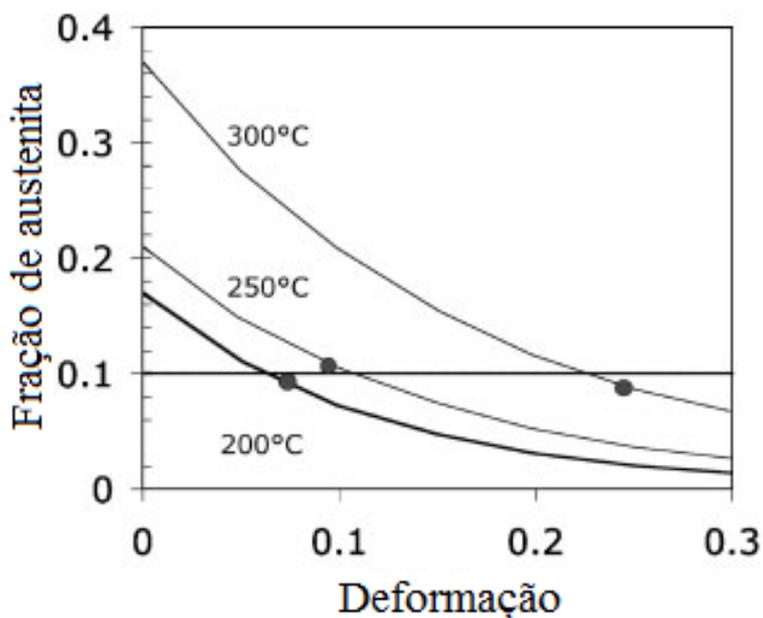


Figura 3.13 – Variação da fração de austenita em função da deformação plástica <sup>(34)</sup>.

De acordo com a figura 3.13, uma maior fração de austenita retida proporciona uma maior deformação até a fratura. Os pontos marcados nas curvas indicam a fração de

austenita retida em uma microestrutura com mistura de ferrita bainítica na qual ocorre a tensão de fratura. Esta tensão ocorre quando o conteúdo de austenita retida é reduzido até 10%. Esta é uma fração mínima necessária para ocorrer o efeito TRIP segundo BHADESHIA <sup>(34)</sup>.

De acordo com BHADESHIA <sup>(35)</sup>, aços TRIP multiconstituídos apresentam uma deformação uniforme de 15 a 30%. Dessa, apenas 2% de deformação pode ser uma contribuição do efeito TRIP. A deformação restante é resultado do comportamento de interação dos constituintes (martensita, bainita e ferrita) na microestrutura.

## 4 – METODOLOGIA

Neste capítulo é apresentada a metodologia usada para a obtenção de uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita retida e os métodos experimentais utilizados para a caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas.

### 4.1 – Material

O aço usado nesse trabalho foi fornecido pela ArcelorMittal Aços Longos (João Monlevade/MG) e corresponde ao aço SAE 9254, utilizado para a fabricação de eixos, molas helicoidais, ferramentas, hastes para amortecedores, etc. Sua composição química é descrita na tabela IV.1, assim como as temperaturas de transformação,  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , estimadas pelas fórmulas empíricas de Andrews<sup>(36)</sup>, equações 4.1 e 4.2, e pelo diagrama TTT<sup>(37)</sup> do aço ilustrado na figura 4.1.

Tabela IV.1 – Composição química do aço (% peso)

| Aço     | C    | Mn   | Si   | Cr   | $Ac_1(^{\circ}C)$ | $Ac_3(^{\circ}C)$ |
|---------|------|------|------|------|-------------------|-------------------|
| C-Mn-Si | 0,56 | 0,58 | 1,43 | 0,47 | 766               | 820               |

$$Ac_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W \quad (4.1)$$

$$Ac_3 = 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W \quad (4.2)$$

onde C, Si, Mn, etc; são elementos de liga cujo teor é fornecido em % peso.

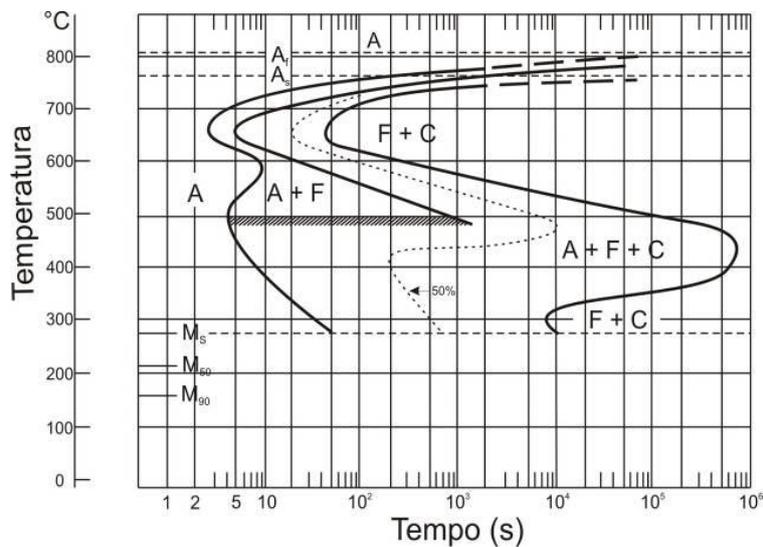


Figura 4.1 – Diagrama TTT de um aço de composição química semelhante ao deste trabalho (0,55%C, 0,78%Mn, 1,62%Si, 0,77%Cr) <sup>(37)</sup>.

O material foi fornecido como fio-máquina com 8 mm de diâmetro, cuja microestrutura é mostrada na figura 4.2. Amostras foram usinadas como corpos de prova de tração de tamanho reduzido com 4 mm de diâmetro e 25 mm de comprimento útil.

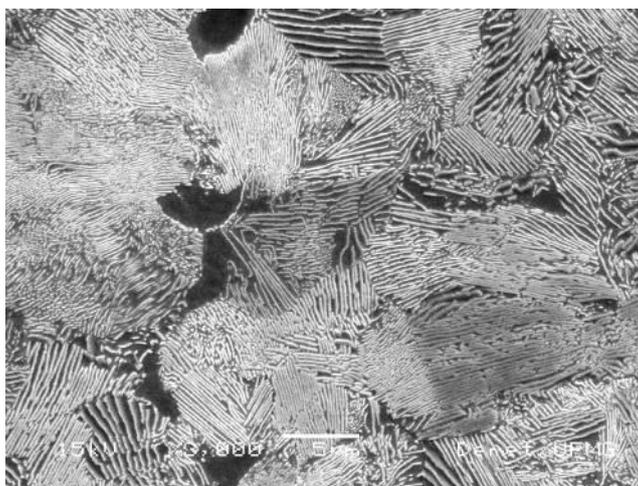


Figura 4.2 - Micrografia eletrônica de varredura do aço como o fornecido, laminado a quente. Ataque nital 2%. Perlita fina e ferrita pró-eutetóide – Fração volumétrica de (Vv) de ferrita pró-eutetóide 6,3%; Dureza Vickers = 324.

#### 4.2 – Tratamentos térmicos

Os corpos de prova foram austenitizados a 900°C durante 5 min, após atingir o equilíbrio térmico corpo de prova/forno. Passado este tempo, os mesmos foram transferidos rapidamente para um banho térmico mantido a uma temperatura fixa.

O banho consiste de uma liga Sn60-Pb40 que possui temperatura de fusão inferior a 200°C e foi realizado em um cadinho de aço inoxidável austenítico AISI 304. Durante os tratamentos isotérmicos não foram feitas agitações mecânicas e o monitoramento da temperatura foi executado por um termopar sonda tipo K. A figura 4.3 mostra o conjunto (cadinho/corpos de prova) usado para a realização dos tratamentos térmicos.



Figura 4.3 – Montagem usada para a realização dos tratamentos isotérmicos.

Foram realizados doze tratamentos isotérmicos, cujas temperaturas e respectivos tempos são apresentados na tabela IV.2. A figura 4.4 ilustra o ciclo completo dos tratamentos térmicos.

Tabela IV.2 – Condições dos tratamentos isotérmicos

| Temperatura (°C) | Tempo (h) |
|------------------|-----------|
| 200/220/270      | 0,5       |
| 200/220/270      | 2         |
| 200/220/270      | 24        |
| 200/220/270      | 48        |

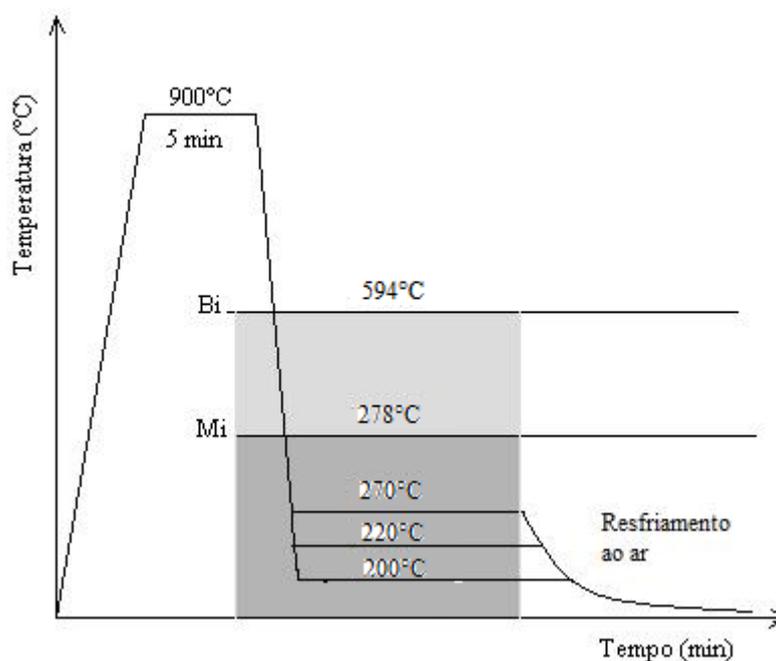


Figura 4.4 – Representação esquemática do tratamento térmico visando à obtenção dos aços com estrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida.

As temperaturas usadas para a realização dos tratamentos isotérmicos foram escolhidas com o propósito de obter uma microestrutura multiconstituída, uma vez que a

temperatura de início de transformação bainítica ( $B_i$ ) e martensítica ( $M_i$ ) foram 594 e 278°C, estimadas a partir das equações 4.3 e 4.4, respectivamente <sup>(3)</sup>.

$$B_i (\text{°C}) = 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo \quad (4.3)$$

$$M_i (\text{°C}) = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo \quad (4.4)$$

onde C, Si, Mn, etc; são elementos de liga fornecidos em %peso.

Para efeito de comparação das propriedades mecânicas, outros corpos de prova foram também austenitizados 900°C durante 5 min e temperados em água. Após a têmpera, esses foram revenidos a 450°C por 1 h. Essas são as condições de tratamentos térmicos utilizados na prática industrial.

#### 4.3 – Ensaio de Tração

Após os ciclos térmicos, os corpos de prova tratados foram submetidos a testes de tração em uma máquina INSTRON 5582, equipada com extensômetro de 10 mm de base de medida e pacotes de programas para aquisição e tratamento de dados (Merlin Series IX). Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente com uma taxa de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ) igual à  $10^{-3}s^{-1}$ . Durante o ensaio, foram realizados os registros da carga aplicada (kN) e do deslocamento  $\Delta l$  (mm). A partir dos dados obtidos, foram calculados a tensão de engenharia  $\sigma$  (MPa), juntamente com a deformação de engenharia  $e$  (%), equações 4.5 e 4.6:

$$e = \frac{l_f - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (4.5)$$

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (4.6)$$

onde  $l_0$  é o comprimento útil inicial do corpo de prova e  $l_i$  é o comprimento instantâneo após a deformação até a ruptura,  $A_0$  é a área da seção transversal inicial. A deformação verdadeira se define como a soma das variações instantâneas do comprimento do corpo de prova,  $dl$ , pelo comprimento instantâneo,  $l$ :

$$\varepsilon = \int_{l_0}^{l_i} d\varepsilon = \int_{l_0}^{l_i} \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l_i}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{l_0 + \Delta l}{l_0}\right) = \ln(1 + e) \quad (4.7)$$

Durante a deformação plástica se mantém a conservação de volume do corpo de prova:

$$A_i \cdot l_i = A_0 \cdot l_0 \quad (4.8)$$

onde  $A_i$  e  $l_i$  são a área instantânea da seção transversal e o comprimento instantâneo do corpo de prova respectivamente.

A partir da equação 4.6 e 4.8, a tensão verdadeira  $\sigma_v$  pode ser determinada da seguinte maneira:

$$\sigma_v = \frac{F}{A_i} = \frac{F}{A_0} \cdot \frac{l_i}{l_0} = \frac{F}{A_0} (e + 1) = \sigma (e + 1) \quad (4.9)$$

A partir dos dados coletados após o ensaio de tração e os tratamentos desses pelas equações 4.5 a 4.9, se obtém os seguintes parâmetros de caracterização mecânica do aço:

- Limite de resistência mecânica máxima (LR): é a carga máxima dividida pela área da seção transversal inicial do corpo de prova.
- Limite de escoamento (LE): é a tensão em condições de carregamento uniaxial, necessária para produzir uma pequena deformação plástica, em geral 0,002.
- Alongamento total (AT): corresponde ao alongamento da amostra até a ruptura.
- Alongamento uniforme (AU): se define como alongamento até a estricção.

O cálculo do expoente de encruamento ( $n$ ) na região de deformação plástica uniforme pode ser expresso pela equação de Hollomon (eq. 4.10):

$$\sigma_v = K\varepsilon^n \quad (4.10)$$

onde  $\sigma_v$  representa a tensão verdadeira,  $\varepsilon$  a deformação plástica verdadeira,  $K$  o coeficiente de resistência e  $n$  o expoente de encruamento.

Aplicando-se a propriedade logarítmica na eq. 4.10 tem-se:

$$\ln \sigma_v = \ln K + n \ln \varepsilon \quad (4.11)$$

Assumindo ( $n$ ) constante para intervalos muito pequenos de tensão verdadeira ( $\Delta\sigma_v$ ) e deformação verdadeira ( $\Delta\varepsilon$ ) e diferenciando a eq. 4.11, tem-se:

$$n = \frac{d\sigma_v/\sigma_v}{d\varepsilon/\varepsilon} = \frac{d\sigma_v}{d\varepsilon} \cdot \frac{\varepsilon}{\sigma_v} \quad (4.12)$$

A partir da eq. 4.12 foi possível plotar a curva do expoente de encruamento ( $n$ ) em função da deformação verdadeira ( $\varepsilon$ ). A mudança de comportamento apresentado por esta curva fornece informações sobre a transformação da austenita em martensita <sup>(29)</sup>. A estricção se inicia na carga máxima durante a deformação no ensaio de tração. Neste ponto, o aumento da tensão devido à diminuição da área transversal do corpo de prova se torna maior que o aumento da capacidade do corpo de prova em suportar o carregamento devido ao encruamento <sup>(38)</sup>.

A condição que provoca a deformação localizada é definida por:  $dF = 0$ .

$$F = \sigma_v \cdot A_i \rightarrow dF = A_i \cdot d\sigma_v + \sigma_v \cdot dA_i = 0 \rightarrow \frac{dA_i}{A_i} = - \frac{d\sigma_v}{\sigma_v} \quad (4.13)$$

Como o volume se mantém constante ( $dV = 0$ ) durante a deformação, tem-se:

$$V = A_i \cdot l \rightarrow A_i \cdot dl + l \cdot dA_i = 0 \rightarrow \frac{dl}{l} = - \frac{dA_i}{A_i} \quad (4.14)$$

Da equação 4.7 e 4.14 tem-se que:

$$d\varepsilon = \frac{dl}{l} = - \frac{dA_i}{A_i} \quad (4.15)$$

Igualando a equação 4.13 e 4.15, tem-se que:

$$\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon} = \sigma_v \quad (4.16)$$

A equação 4.16 representa a condição para iniciar a estricção, conforme a figura 4.5. Substituindo a equação 4.16 na 4.12, obtemos uma relação para a deformação na qual ocorre a formação da estricção. Essa deformação é a deformação uniforme verdadeira.

$$n = \sigma_v \cdot \frac{\varepsilon}{\sigma_v} \rightarrow n = \varepsilon_u \quad (4.17)$$

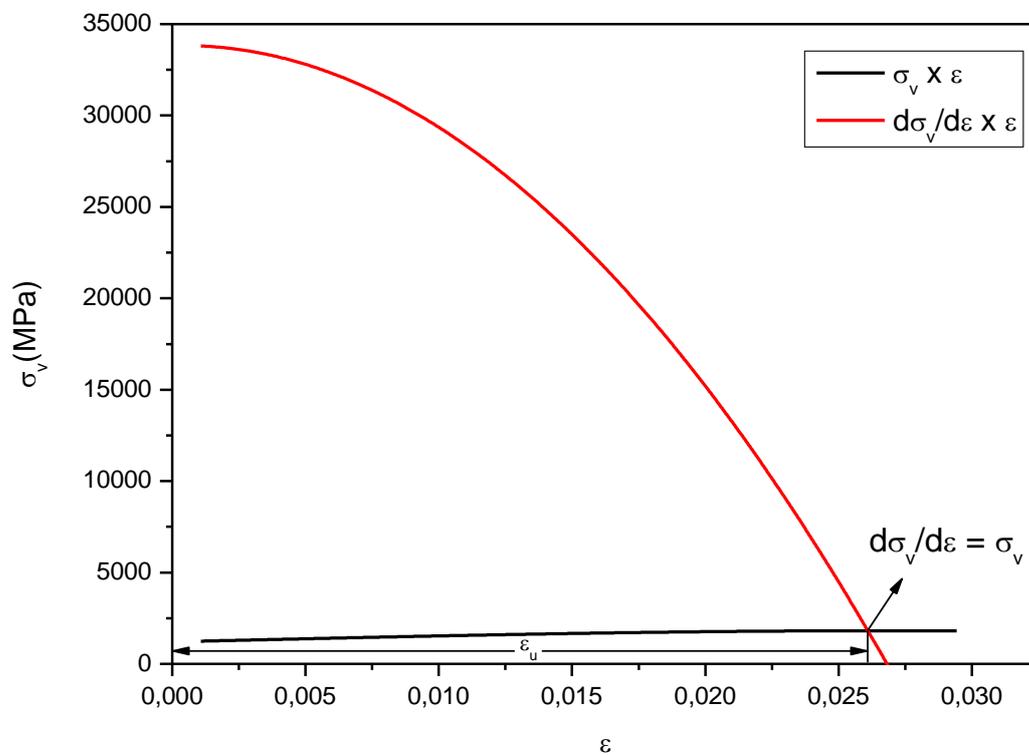


Figura 4.5 – Interpretação gráfica para a formação da estricção e a determinação da deformação verdadeira uniforme.

#### *4.4 – Teste de Microdureza*

No teste de microdureza foi usado o microdurômetro FUTURE TECH, utilizando o penetrador Vickers com carga de 0,3 kg e um tempo de penetração de 10 s. Foram realizadas pelo menos 20 medidas ao longo do diâmetro das amostras. A partir dessas medidas, foram realizados os cálculos do valor médio e o desvio padrão.

#### *4.5 – Caracterização Metalográfica*

As amostras foram preparadas de maneira convencional, utilizando para isso lixas de carboneto de silício (SiC) de granulometria, 100, 240, 320, 400, 600 e 1000 e acabamento especular com pasta de diamante de grãos de 9, 3 e 1  $\mu\text{m}$  no polimento final.

Foram realizados ataques químicos sobre a superfície polida com o reativo nital 2%. Tingimento a quente foi realizado para distinguir os constituintes martensita, ferrita bainítica e austenita retida. Este procedimento consiste em polir e atacar as amostras com reativo nital 2% durante 15 s. A etapa seguinte consiste em tratar termicamente as amostras durante 2,5 h a 260°C e resfriá-las até temperatura ambiente. Com este procedimento, vários constituintes aparecem em diferentes cores na micrografia. Ferrita poligonal e ferrita bainítica são de cor bege, austenita retida roxa e martensita azul escuro <sup>(39)</sup>.

#### *4.6 – Microscopia Óptica*

As micrografias foram registradas através do software Leica Application Suite V3, instalado em um computador e acoplado a um microscópio óptico metalográfico marca Leitz, modelo Metallux II.

#### 4.7 – *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*

A análise microestrutural foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), a fim de se identificar de forma mais precisa os constituintes presentes e caracterizar a superfície de fratura dos corpos de prova após os ensaios de tração.

#### 4.8 – *Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)*

Amostras para análises em microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram preparadas por método não convencional através do foco de feixe de íons (FIB) acoplado ao MEV. Nessa técnica de caráter destrutível, uma região retangular da amostra com dimensões de  $10 \times 2 \mu\text{m}^2$  foi selecionada afim de ser observada no MET. Sobre a superfície da região selecionada é depositado um filme de platina para que o corte em torno da área não danifique a superfície. Após a deposição do filme, um feixe de íons de gálio ( $\text{Ga}^+$ ) foi incidido em torno da área selecionada. O feixe de corrente de 1 nA a 10 pA e tensão 30 kV provoca uma erosão de profundidade de  $2 \mu\text{m}$  no entorno de três dos quatro lados do retângulo, e um corte no fundo da região selecionada, permanecendo a amostra suspensa por apenas um lado do retângulo.

Após essa etapa, uma agulha é soldada na extremidade da amostra e o feixe de íons  $\text{Ga}^+$  corta o último lado do retângulo, estando a amostra presa apenas na ponta da agulha. Posteriormente a agulha juntamente com a amostra selecionada é levada ao porta amostra para que a mesma seja desbastada em sua espessura. Então a extremidade livre da amostra é soldada no porta amostra e a ponta da agulha que segura a amostra é cortada. A partir daí, a amostra é desbastada até uma espessura de 20 nm para que a mesma seja observada no MET. O tempo de preparação de cada amostra é em torno de 8 h, sendo então um procedimento vantajoso com relação ao método de preparação convencional, onde leva um tempo aproximadamente de 7 dias.

Preparada a amostra, a mesma foi levada ao MET para uma melhor identificação dos constituintes e a verificação dos possíveis carbonetos presentes na microestrutura.

#### 4.9 – Difração de Raios-X

A fração de austenita retida foi quantificada por difração de raios-X através do método da comparação direta. Este método utiliza a integração dos picos mais intensos da austenita, caracterizados pelos planos (111), (200), (220) e (311), e da ferrita, caracterizados pelos planos (110), (200), (211) e (220)<sup>(40)</sup>, conforme exemplificado na figura 4.6. O cálculo da concentração de carbono na austenita retida foi realizado pelo método de extrapolação do parâmetro de rede da austenita, juntamente com a equação 4.18<sup>(41)</sup>. O valor de  $a_0$  é o parâmetro de rede da austenita retida e  $C_\gamma$  é a concentração de carbono da mesma.

$$a_0 = 3,578 + 0,033\%C_\gamma \quad (4.18)$$

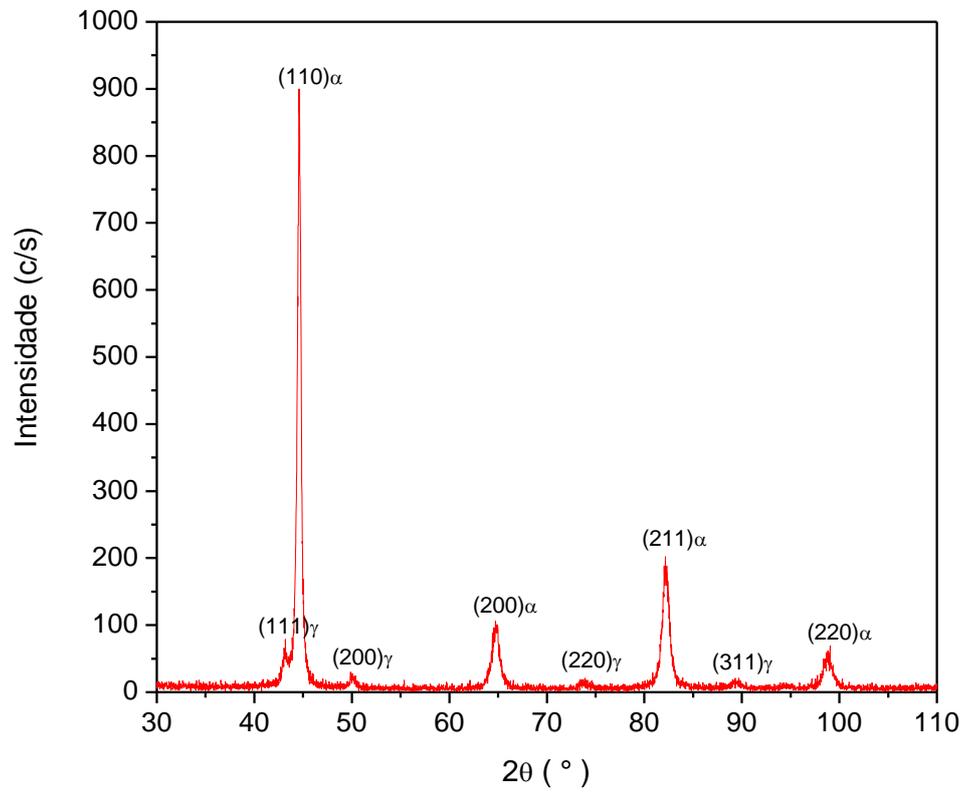


Figura 4.6 – Difratoograma do aço AISI 9254 multiconstituído tratado isotermicamente a  $270^\circ\text{C}$  por 2 h.

## 5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo é apresentada e discutida a caracterização microestrutural e as propriedades mecânicas conforme a metodologia proposta para a obtenção de uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita retida.

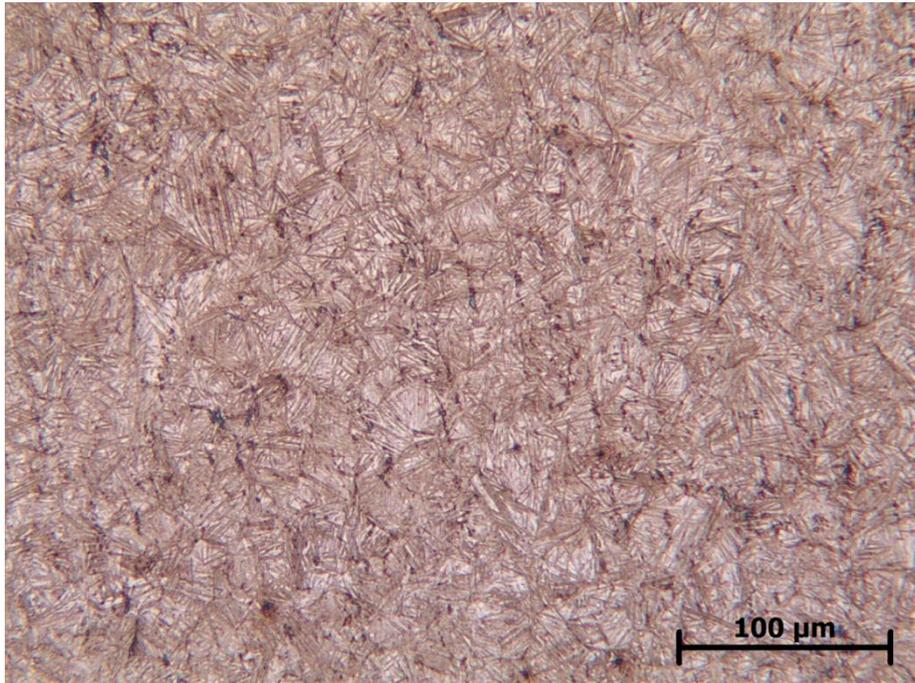
### *5.1 – Efeito do tempo e temperatura de tratamento sobre as microestruturas*

As figuras 5.1, 5.2 e 5.3 ilustram a microestrutura das amostras tratadas isotermicamente a 200, 220 e 270°C com tempos de tratamentos variando de 0,5 a 48 h, caracterizadas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

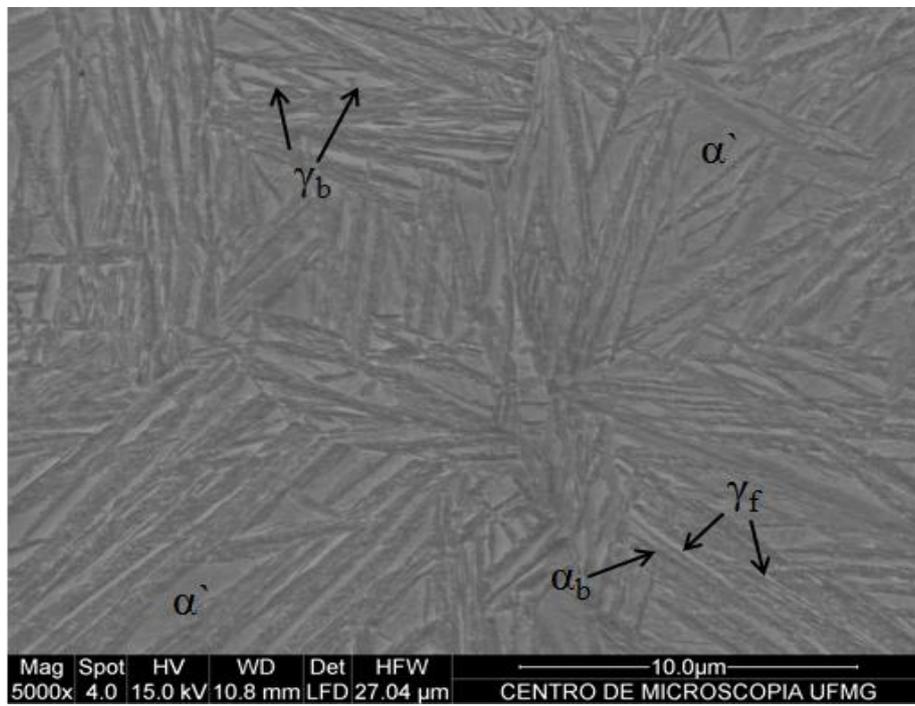
A figura 5.1 exibe a microestrutura das amostras tratadas para temperatura mais baixa (200°C). A presença majoritária de martensita, com alguma bainita e austenita retida pode ser observada. Pode-se observar também uma microestrutura mais refinada em função do tempo de tratamento isotérmico. Isso porque a fração de bainita aumenta com o tempo de tratamento. Logo, as amostras tratadas nos tempos de 24 e 48 h favorecem uma maior fração de bainita.

Os diferentes constituintes podem ser observados na figura 5.1(d). De acordo com a metodologia, cada cor corresponde a um constituinte, originado da camada de óxido formada em função da composição e de acordo com as condições (tempo e temperatura) do tingimento a quente. O azul corresponde à martensita, o roxo à austenita retida e a cor laranja à ferrita bainítica.

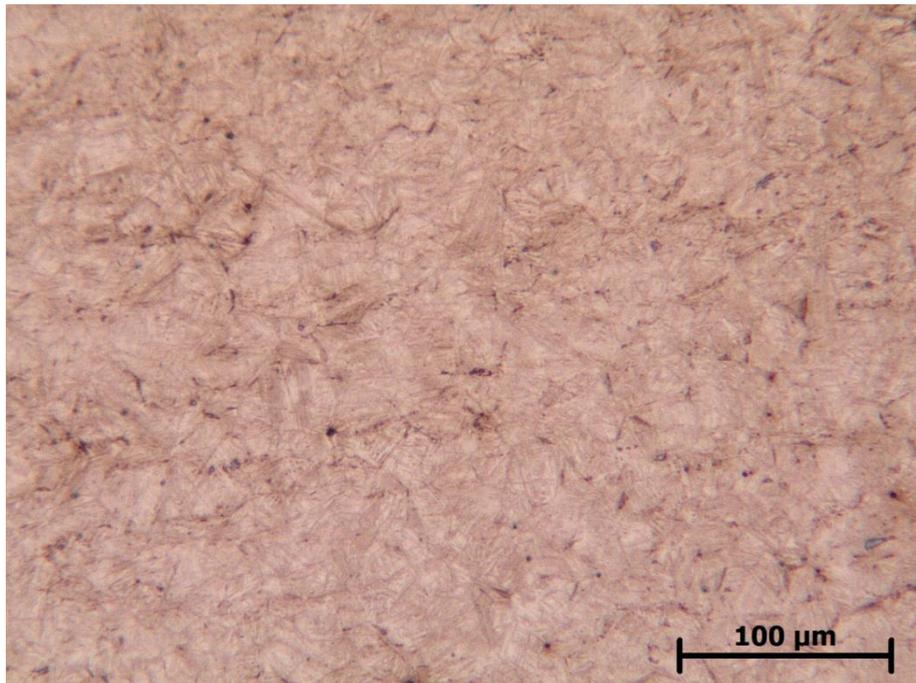
Nas imagens da figura 5.1(e), nota-se a presença de carbonetos, supostamente devido ao autorevenimento da martensita, que se precipitou no decorrer do tempo de tratamento isotérmico, após resfriamento inicial. De acordo com literatura <sup>(3)</sup>, o revenimento da bainita é mais lento, isso porque ela se auto-revine durante o seu processo de formação. Já a austenita retida inicia sua decomposição a 450°C por 30 min <sup>(42, 43)</sup>.



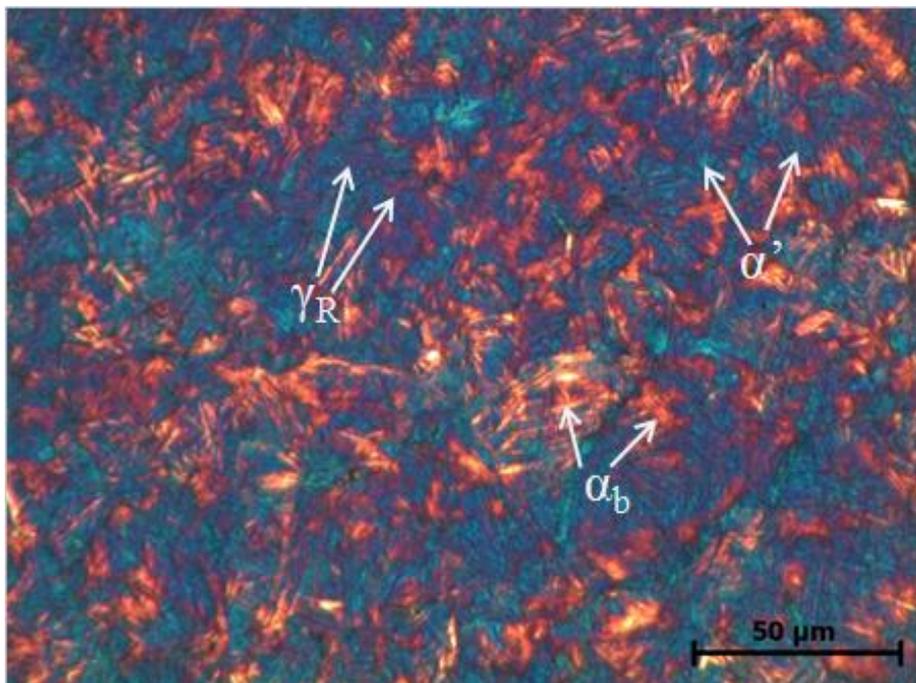
(a)



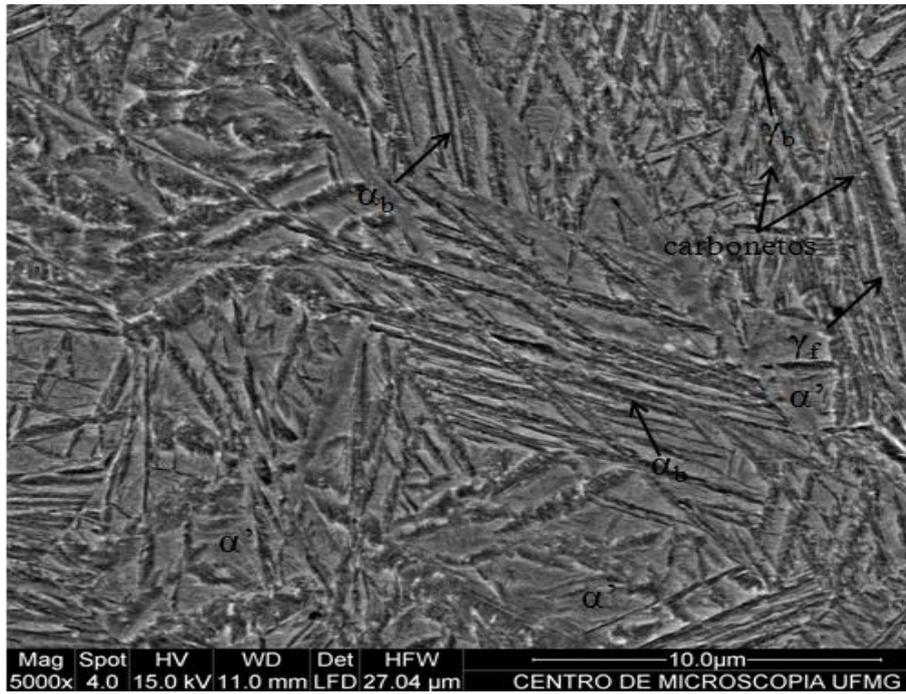
(b)



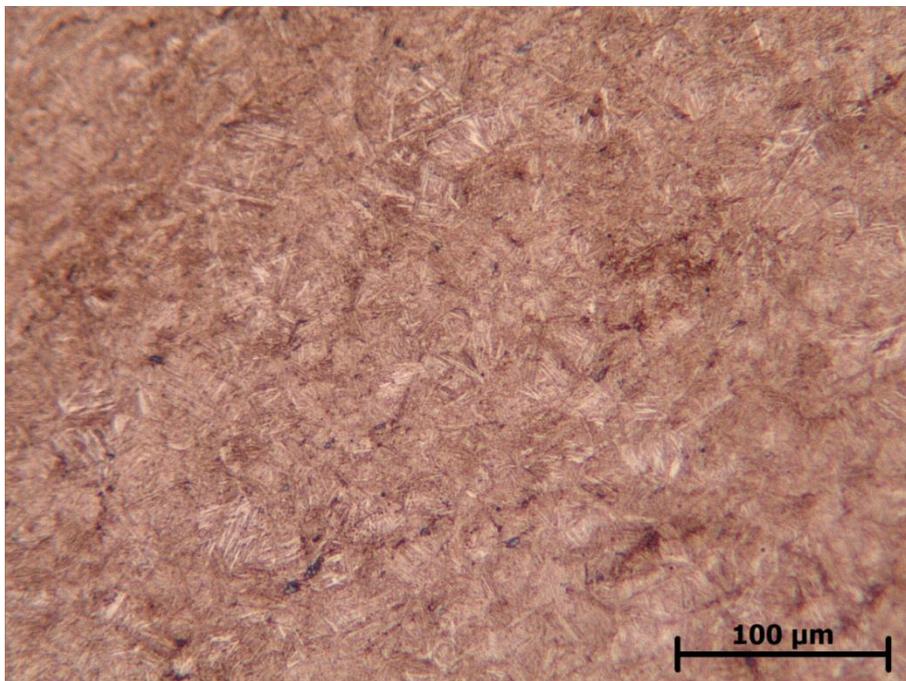
(c)



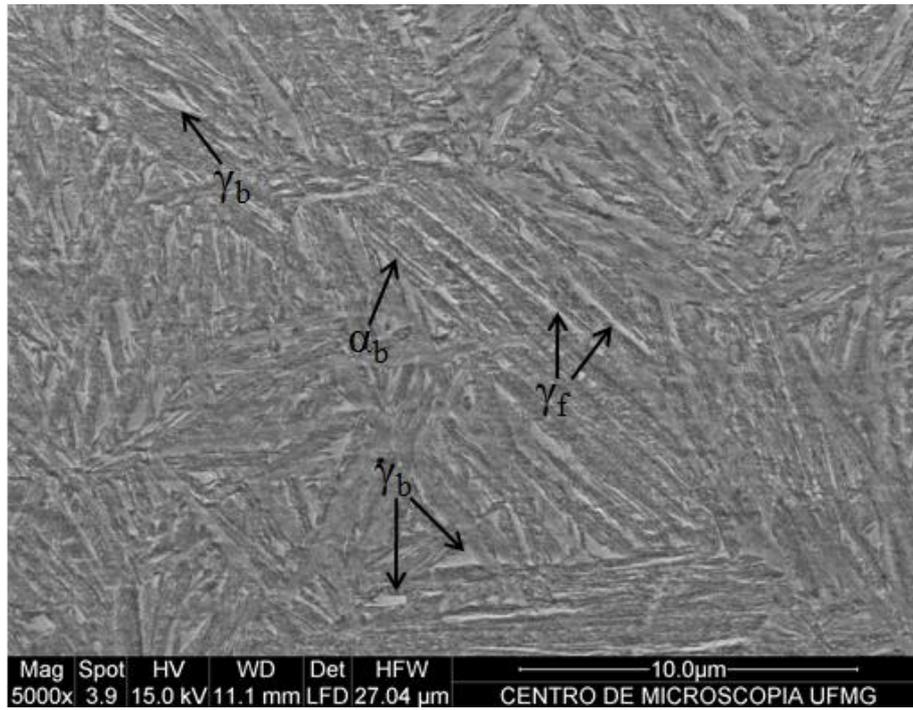
(d)



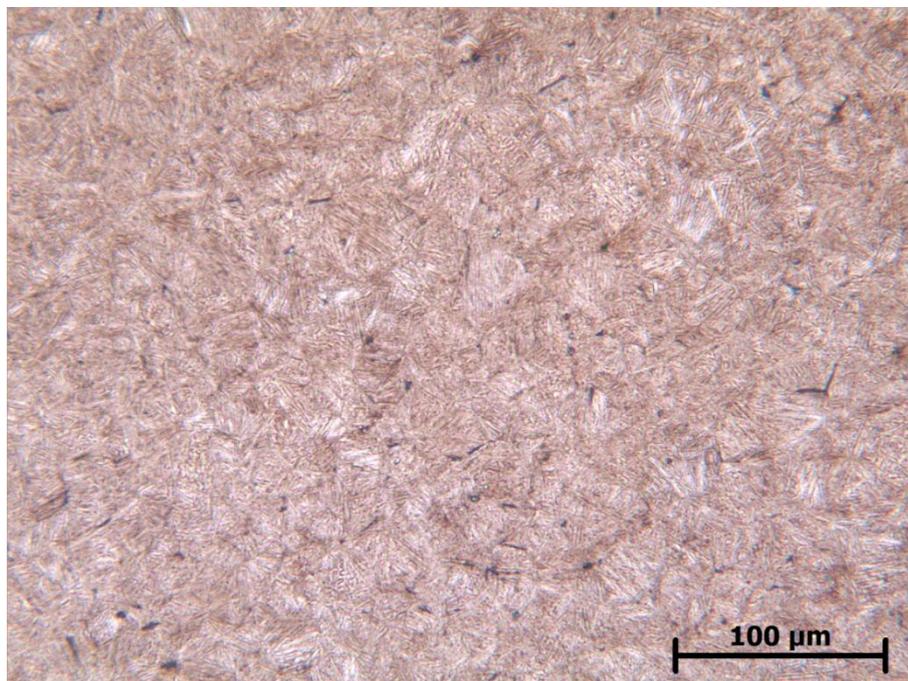
(e)



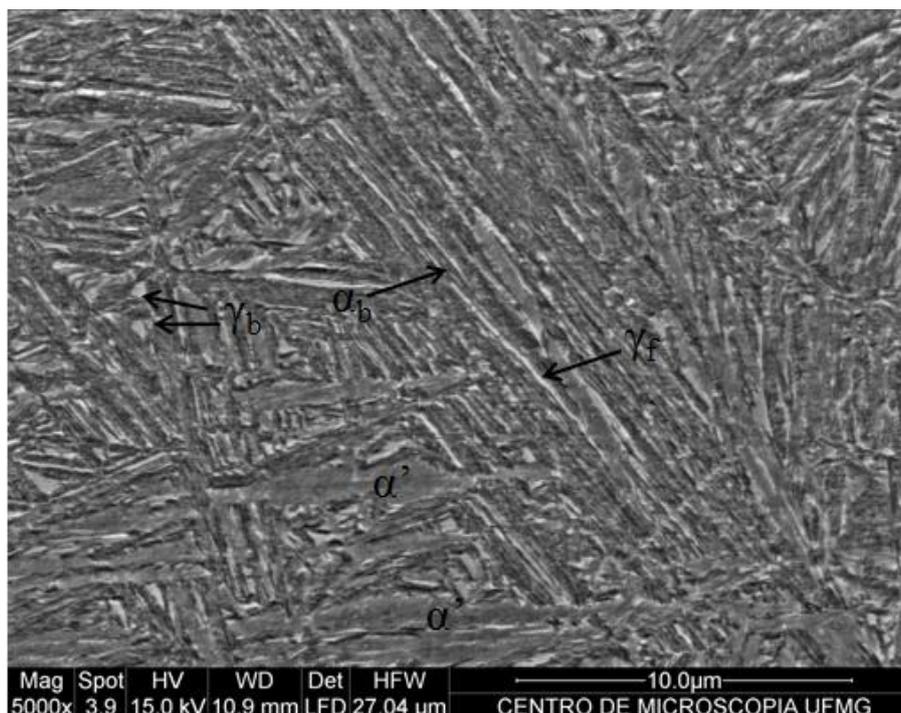
(f)



(g)



(h)

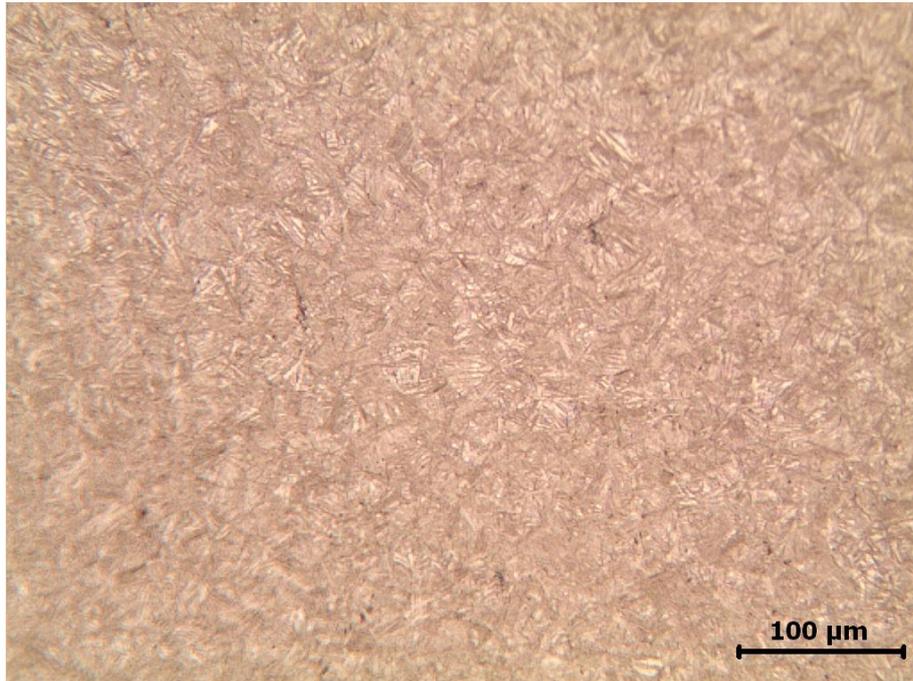


(i)

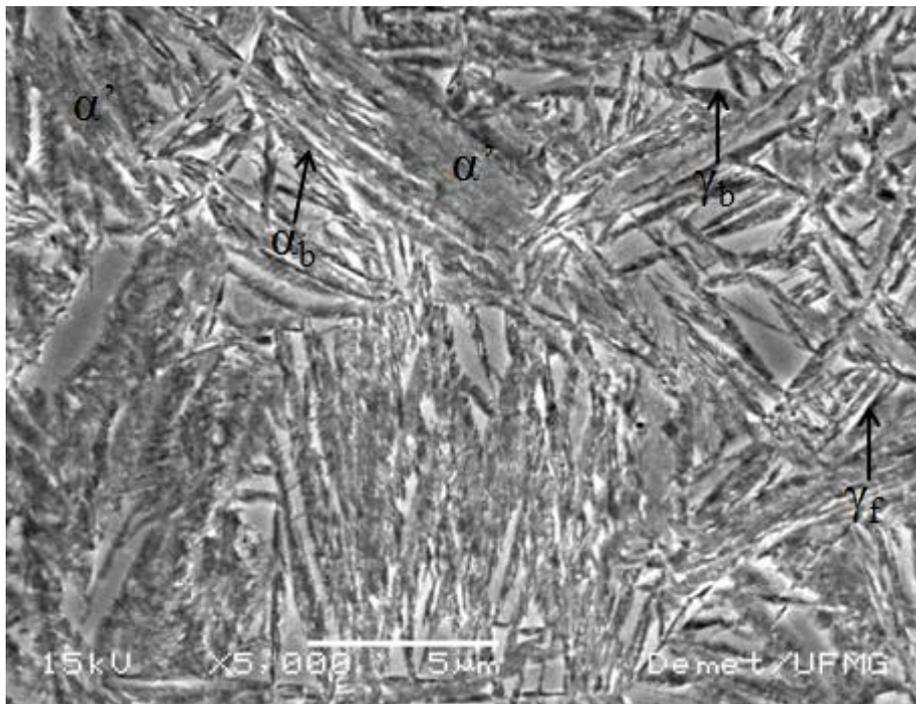
Figura 5.1 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 200°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d, e); 24 h (f, g); 48 h (h, i);  $\alpha'$  é a martensita;  $\gamma_b$  austenita em blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  ferrita bainítica.

A figura 5.2 apresenta a microestrutura das amostras tratadas a 220°C. Observa-se uma maior presença de bainita. Isso se deve a uma menor fração de martensita formada durante o resfriamento inicial, com isso maior é quantidade de austenita residual para se decompor em bainita no decorrer do tratamento isotérmico.

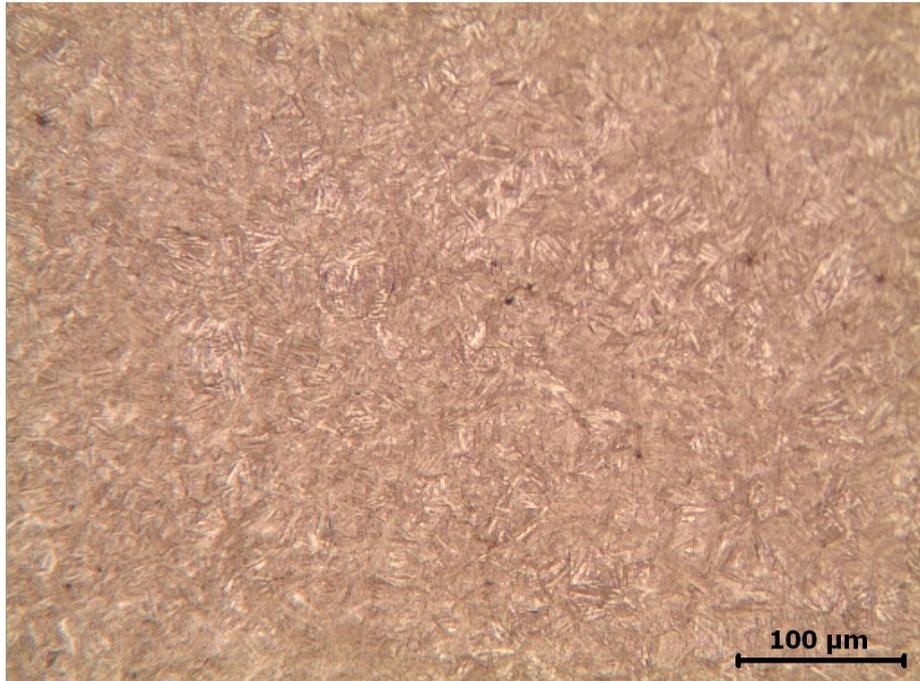
Conforme dito anteriormente, a microestrutura torna-se mais refinada à medida que o tempo de tratamento aumenta. Este refinamento é consequência de uma maior quantidade de ferrita bainítica, onde a austenita retida se encontra entre os feixes de ferrita bainítica sob a forma de filmes finos. Na figura 5.2 (d) observa-se a presença majoritária de bainita (laranja), martensita (azul) e alguma austenita retida (roxo) em uma amostra tratada isotermicamente por 2 h.



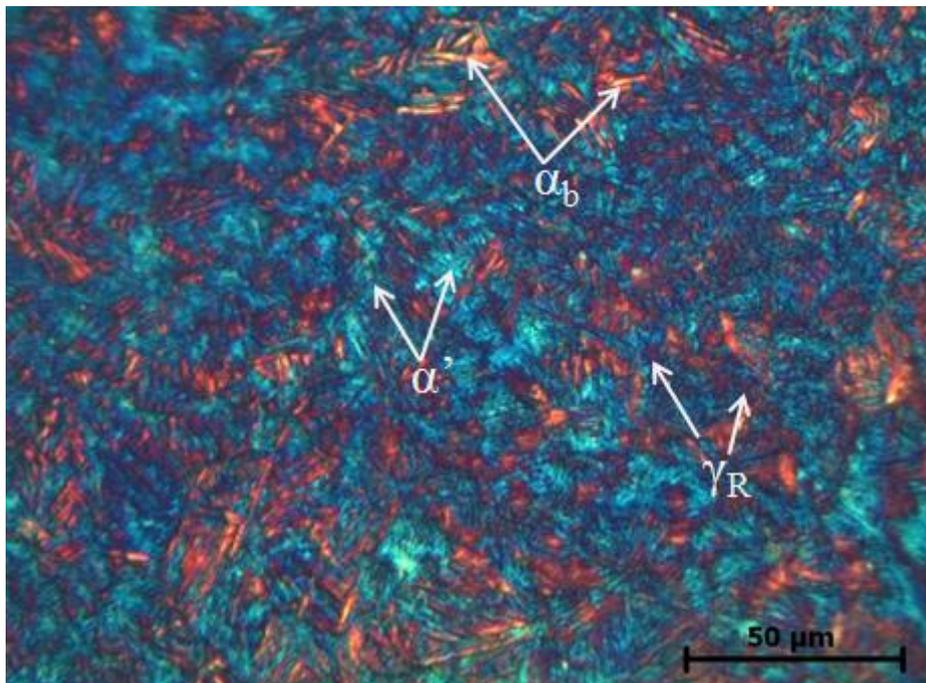
(a)



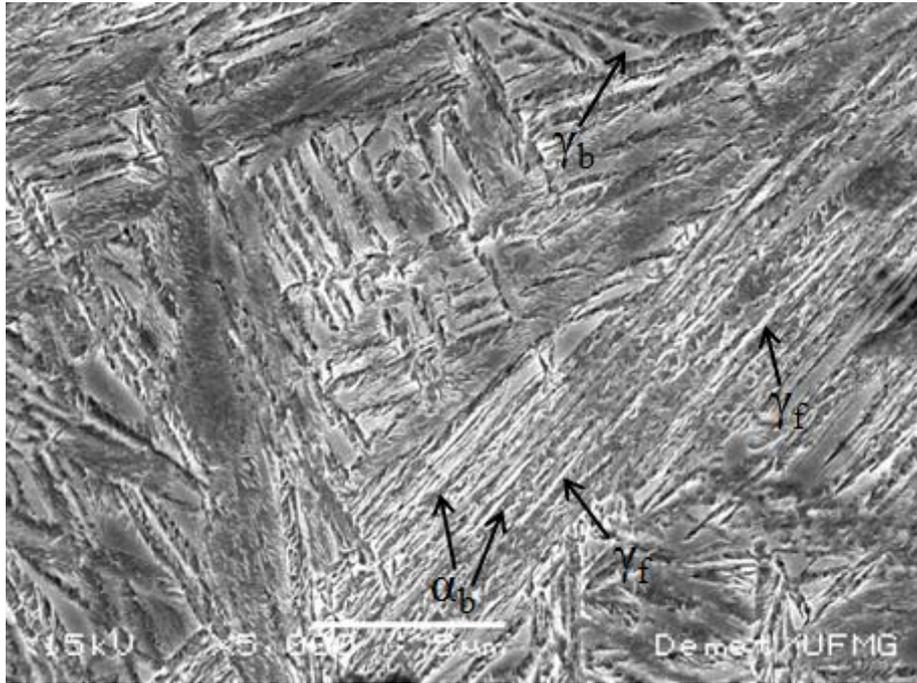
(b)



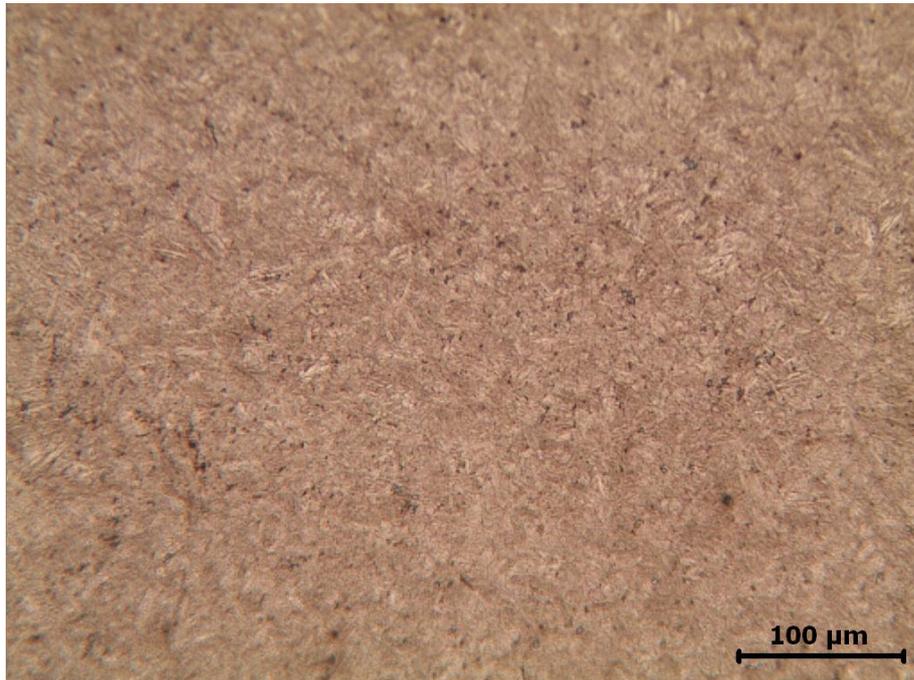
(c)



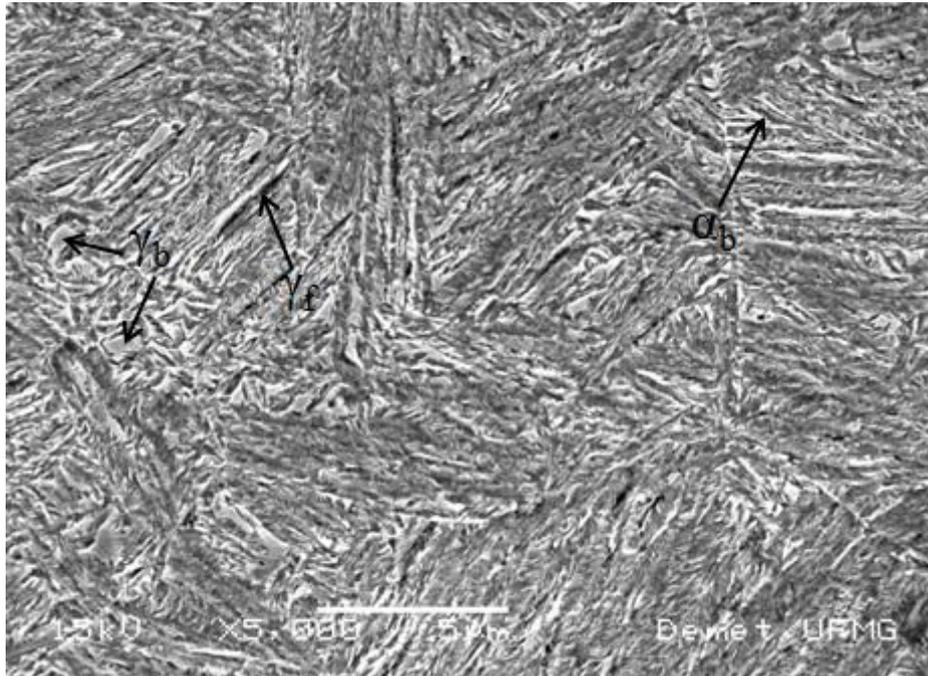
(d)



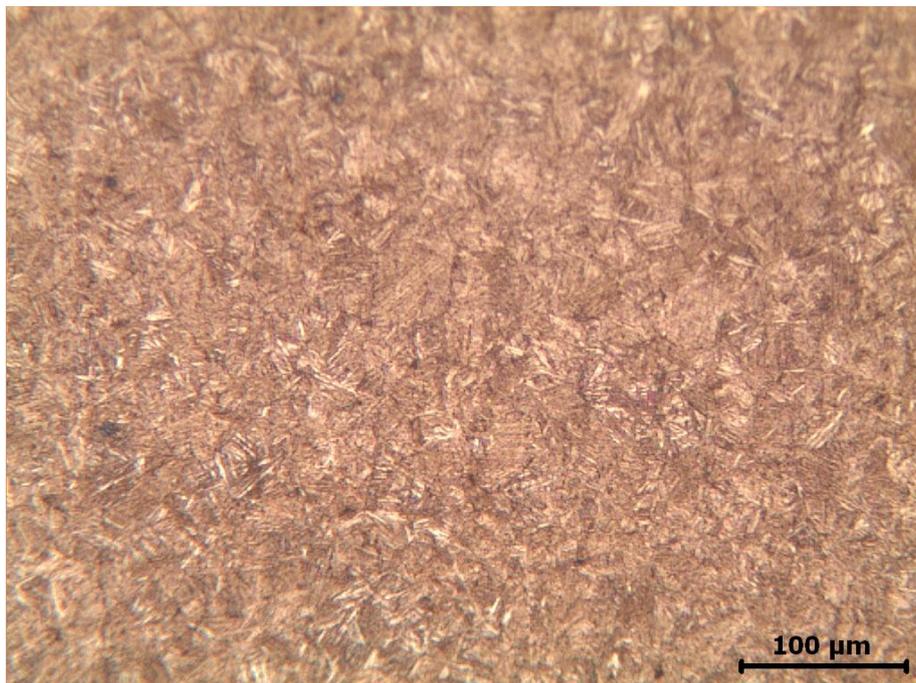
(e)



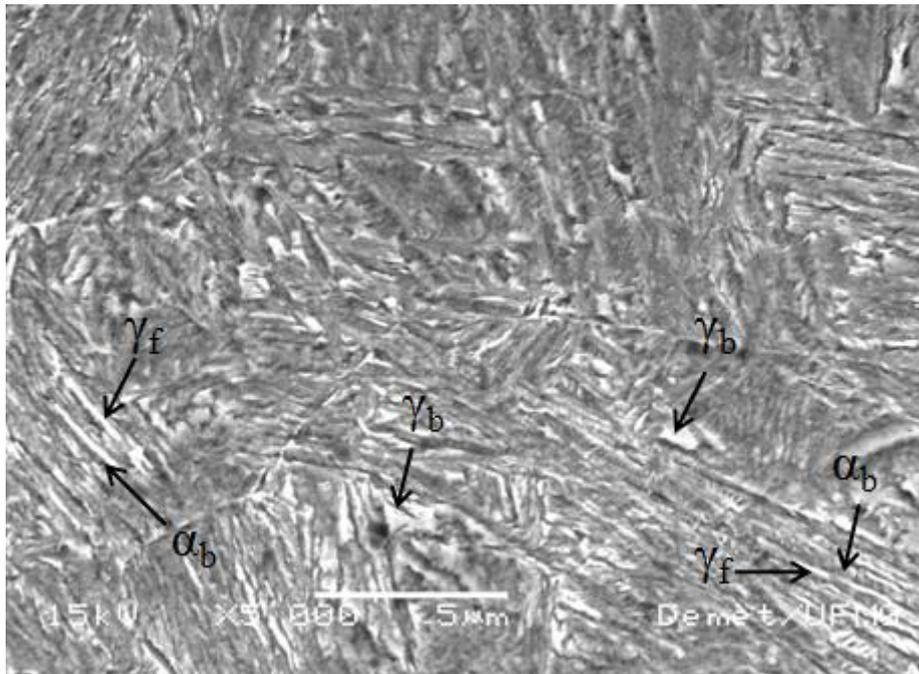
(f)



(g)



(h)



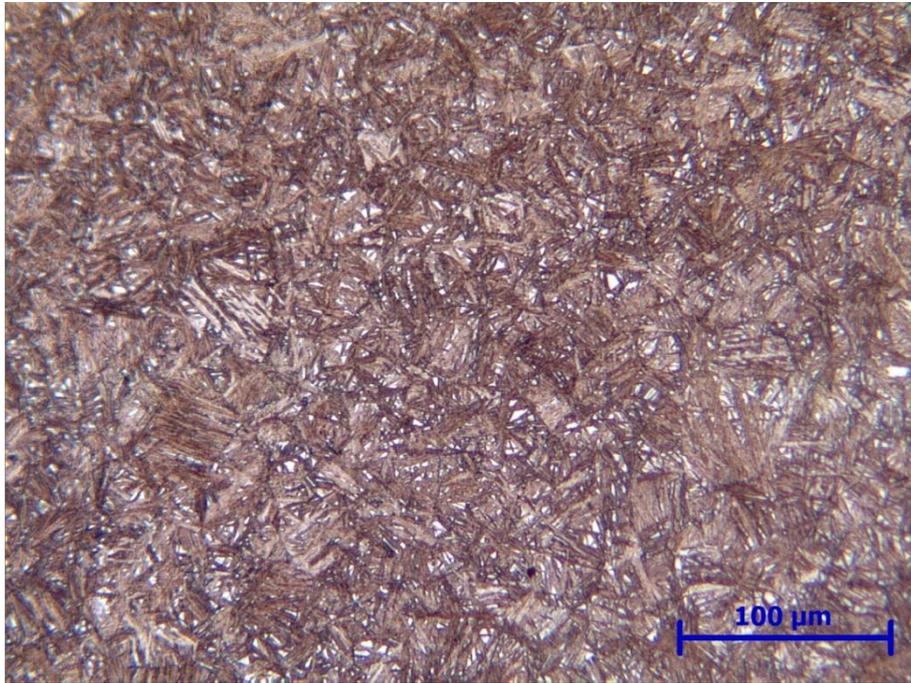
(i)

Figura 5.2 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 220°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d, e); 24 h (f, g); 48 h (h, i);  $\alpha'$  é a martensita;  $\gamma_b$  blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  ferrita bainítica.

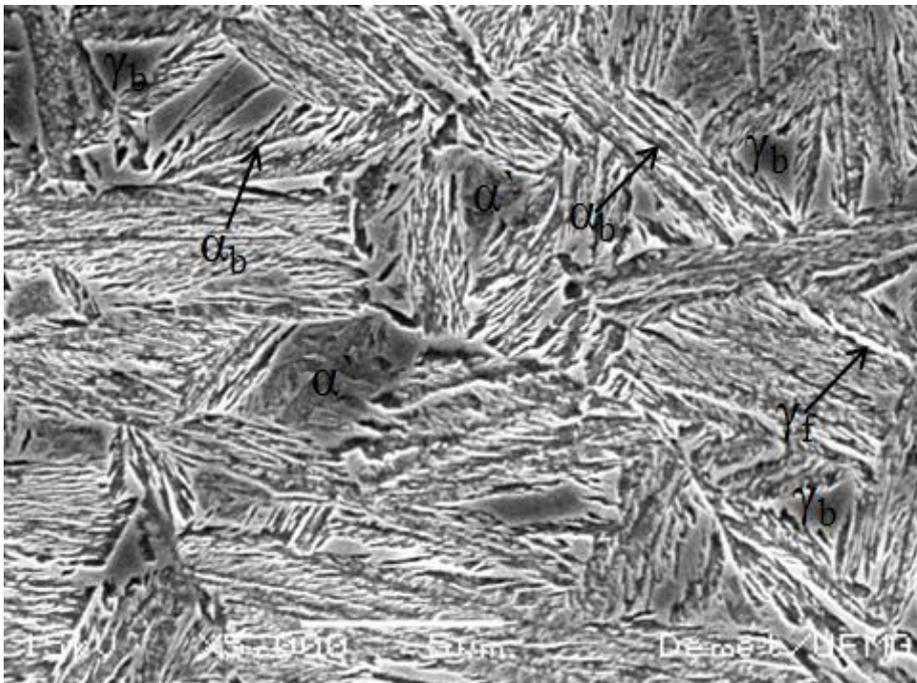
A figura 5.3 apresenta a microestrutura das amostras tratadas a 270°C. Feixes de ferrita bainítica formados entre filmes longos de austenita retida podem ser observados em toda a extensão das amostras para todos os tempos de tratamento isotérmico. Observa-se também a presença de alguns blocos de austenita retida.

A descrição acima se torna clara como por exemplo, na amostra tratada por 24 h (Fig. 5.3(f)) após o tingimento a quente. Observa-se a presença majoritária de bainita (amarelo), austenita retida na forma de filmes e blocos (roxo) e traços de martensita (azul).

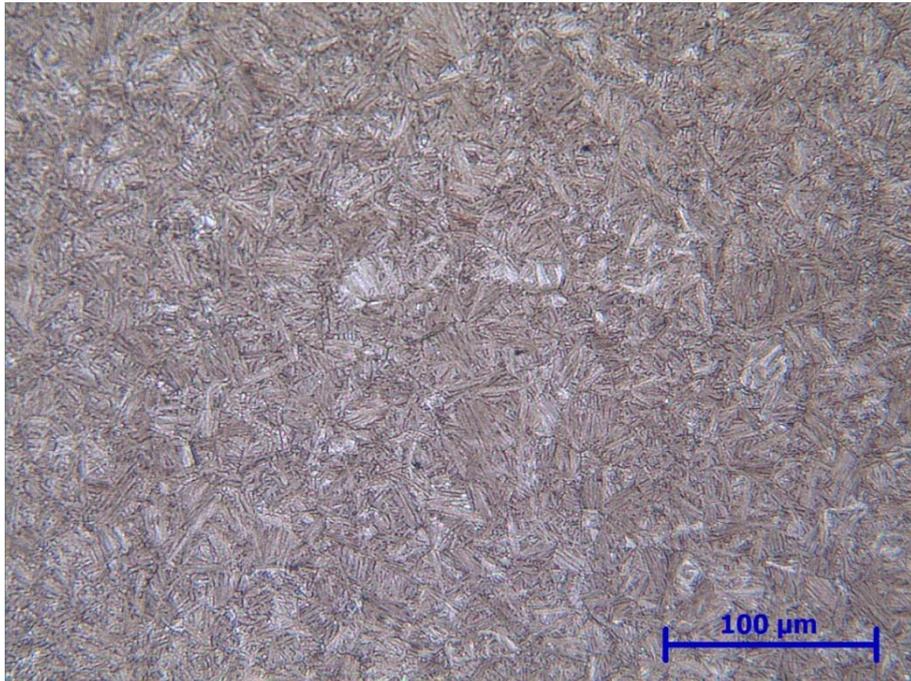
A figura 5.4 apresenta a microestrutura da amostra temperada em água, após austenitização a 900°C, e temperada revenida a 450°C por 1 h. Na amostra revenida observa-se maior fração volumétrica de carbonetos. Nota-se também uma grande variação na microdureza da amostra temperada e temperada revenida em função do revenimento da martensita e da decomposição da austenita retida <sup>(42, 43)</sup>.



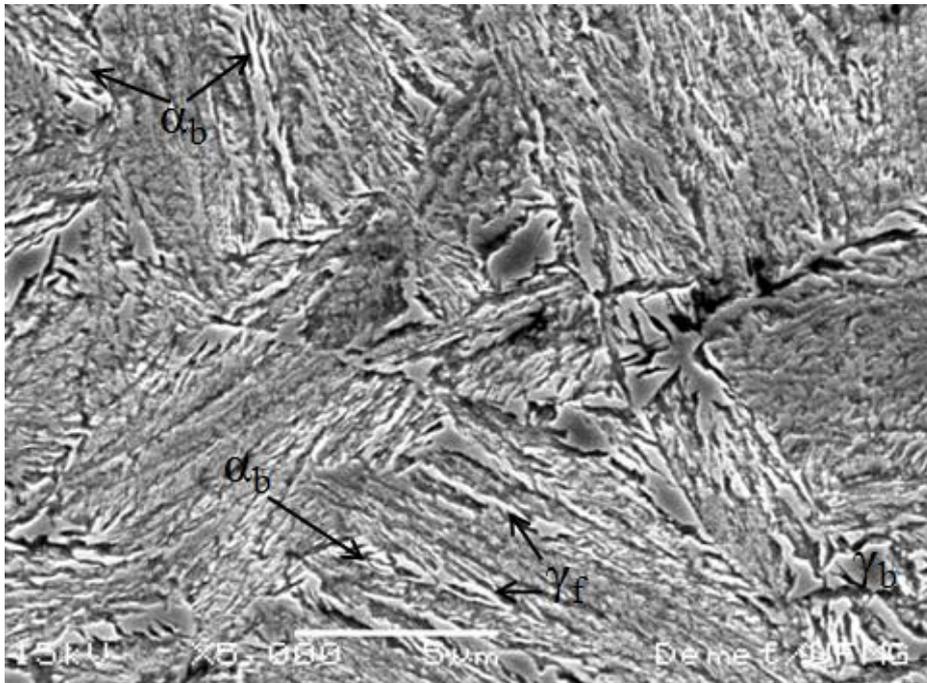
(a)



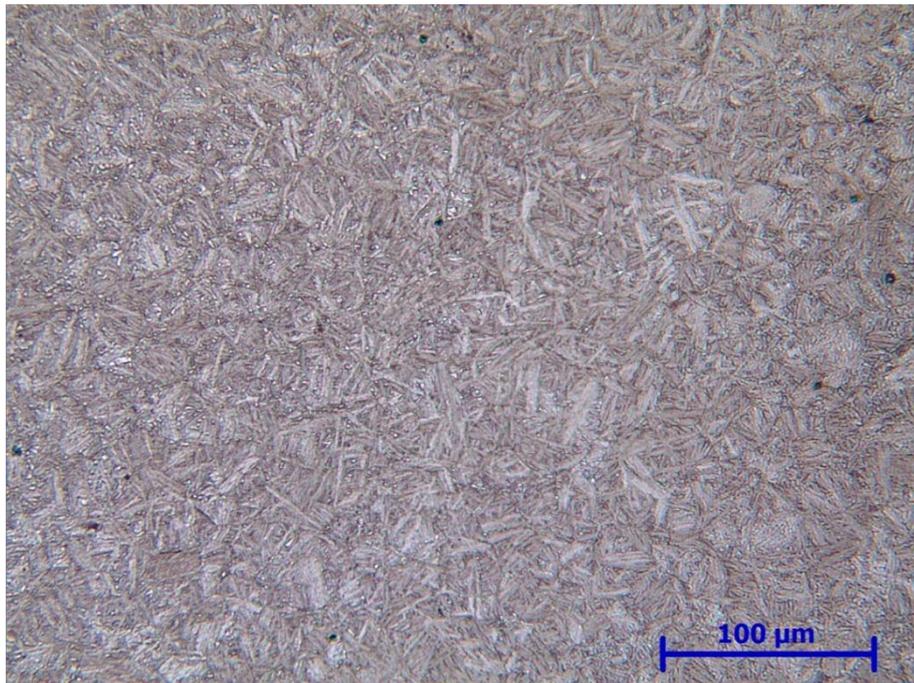
(b)



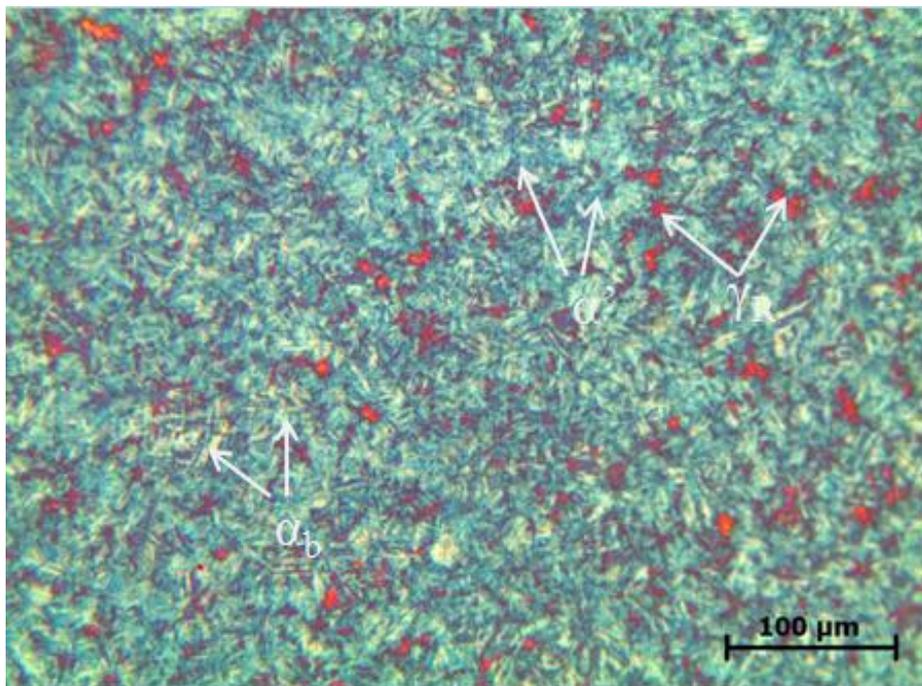
(c)



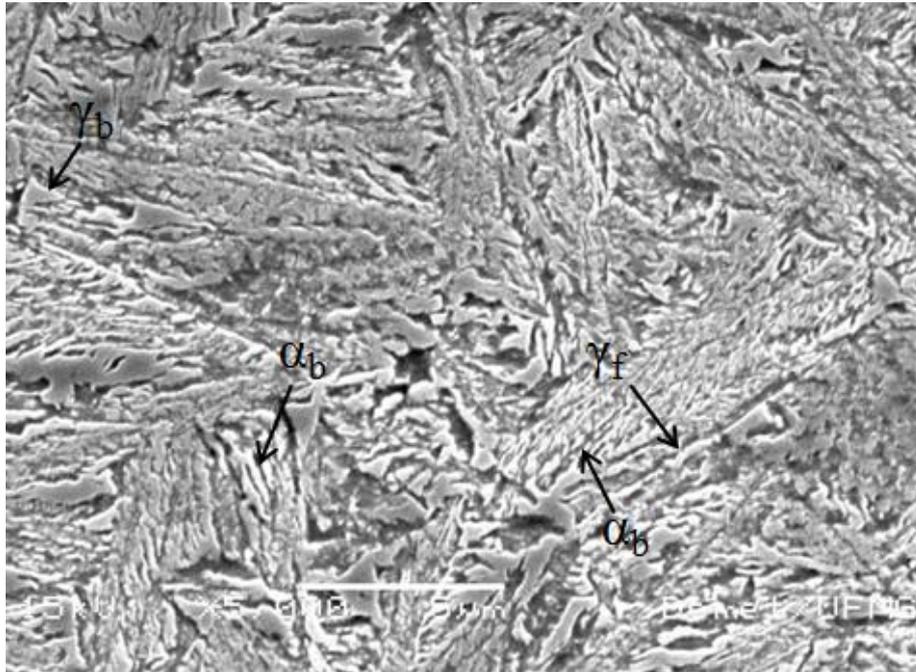
(d)



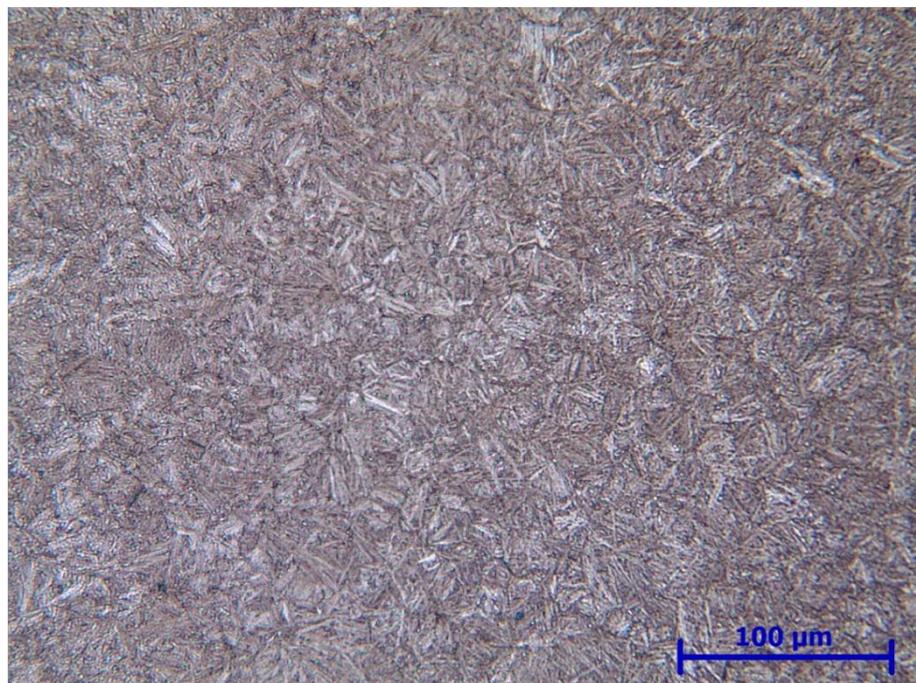
(e)



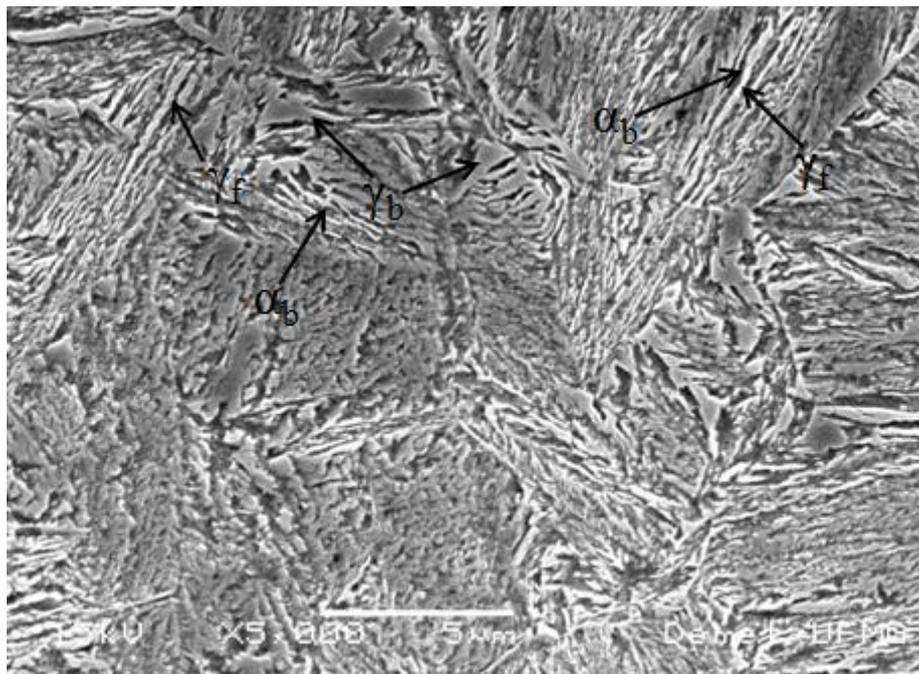
(f)



(g)



(h)

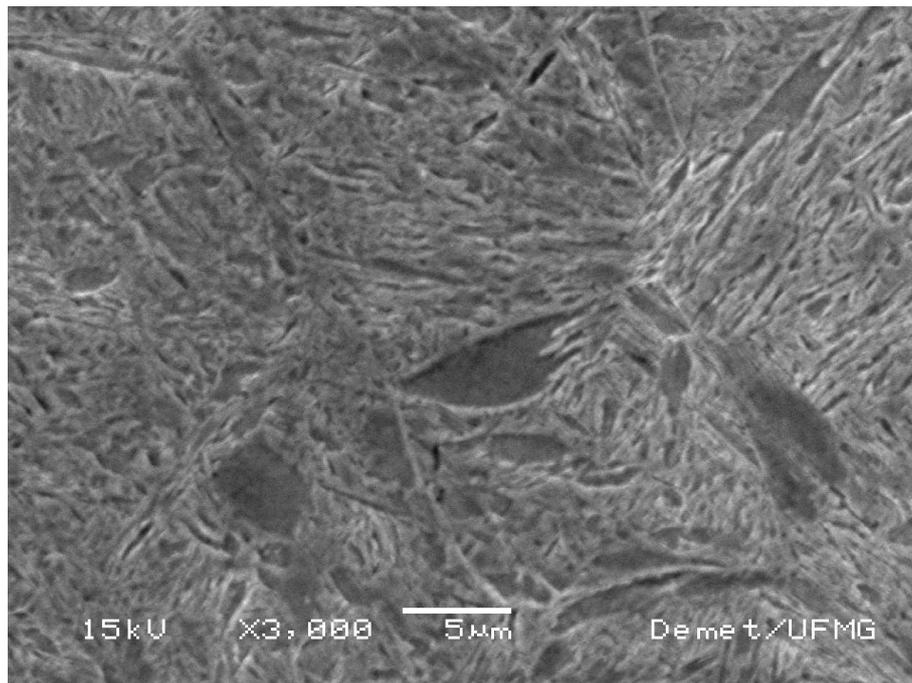


(i)

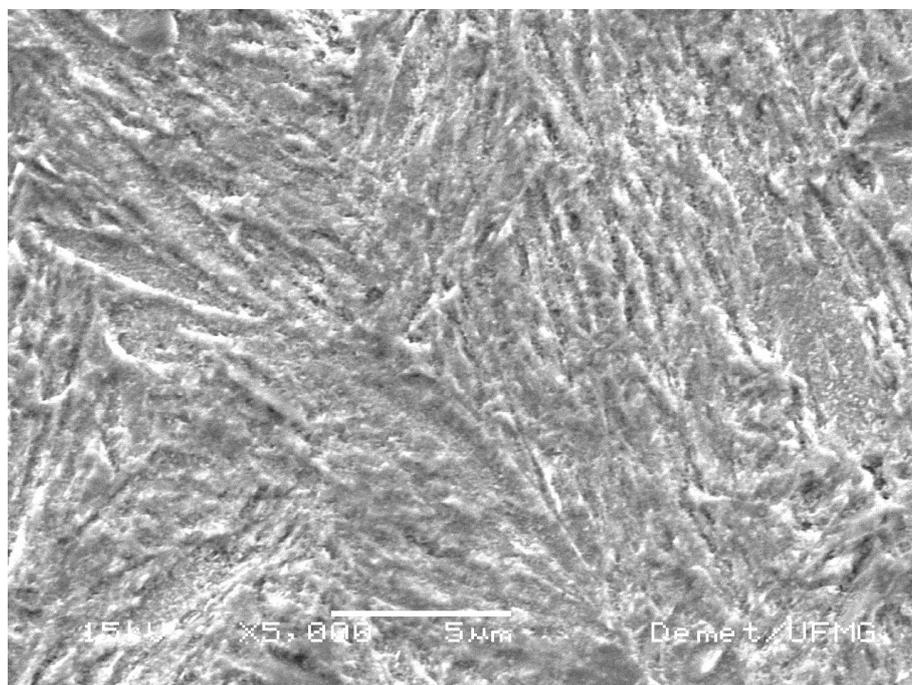
Figura 5.3 – Imagens de microscopia óptica e MEV das amostras tratadas isotermicamente a 270°C nos tempos de 0,5 h (a, b); 2 h (c, d); 24 h (e, f, g); 48 h (h, i);  $\alpha'$  martensita;  $\gamma_b$  blocos e  $\gamma_f$  filmes de austenita retida;  $\alpha_b$  é a ferrita bainítica.

Através da microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi possível confirmar a presença de feixes de ferrita bainítica e filmes finos de austenita retida em uma amostra tratada isotermicamente a 200°C por 2 h (Fig. 5.5). Nota-se também na figura 5.5 a presença de martensita.

Na figura 5.6(a), nota-se a presença de martensita e ferrita bainítica intercalada com filme de austenita retida em uma amostra tratada isotermicamente a 270°C por 0,5. Na figura 5.6(b) é mostrada a martensita com detalhe das maclas na placa de martensita. Acredita-se que essa martensita é formada no resfriamento final após o tratamento isotérmico.



(a)



(b)

Figura 5.4 – (a) Microestruturas das amostras do aço temperado em água; HV = 884; e (b) temperado e revenido a 450°C por 1 h; HV = 565.

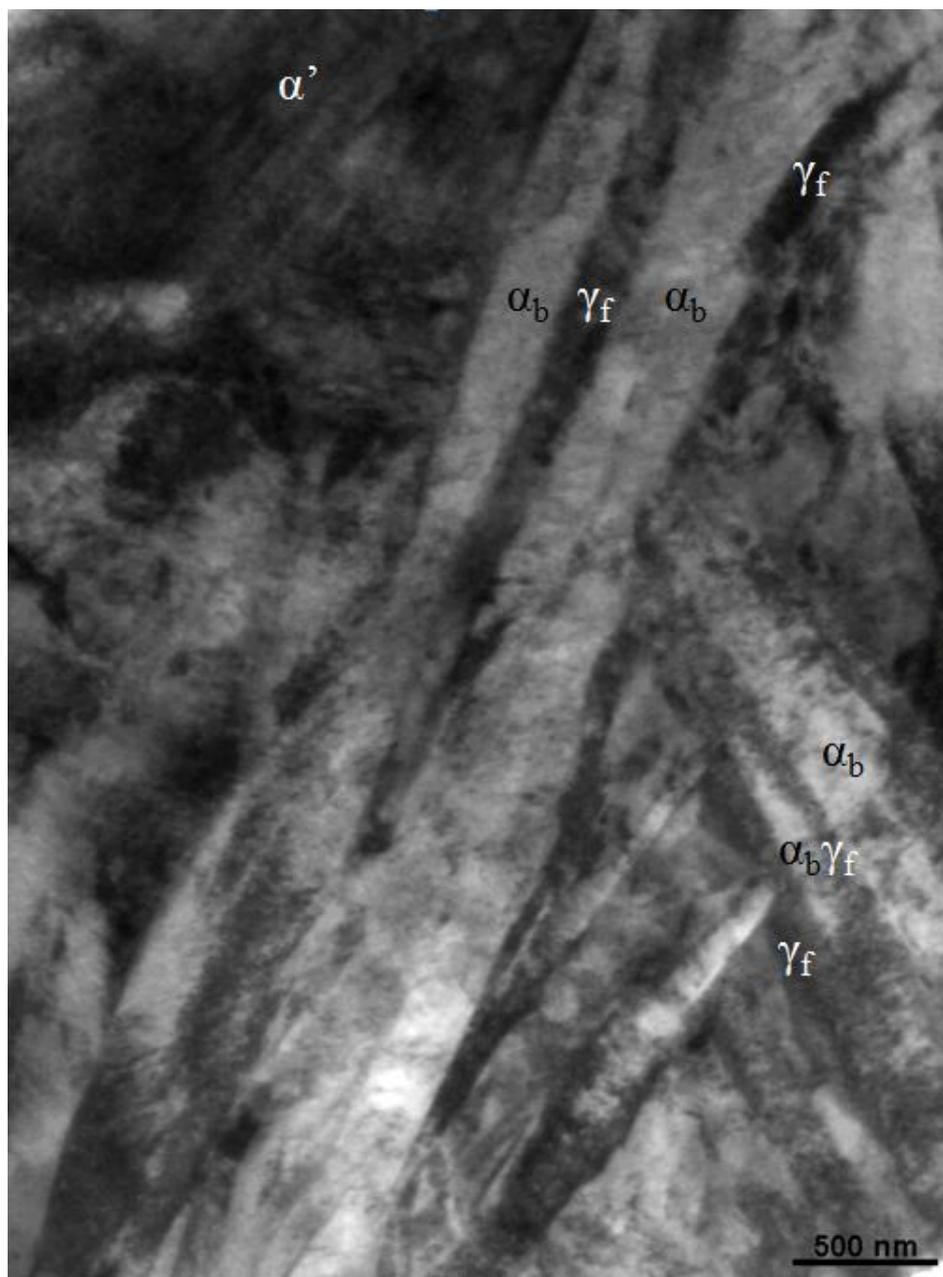
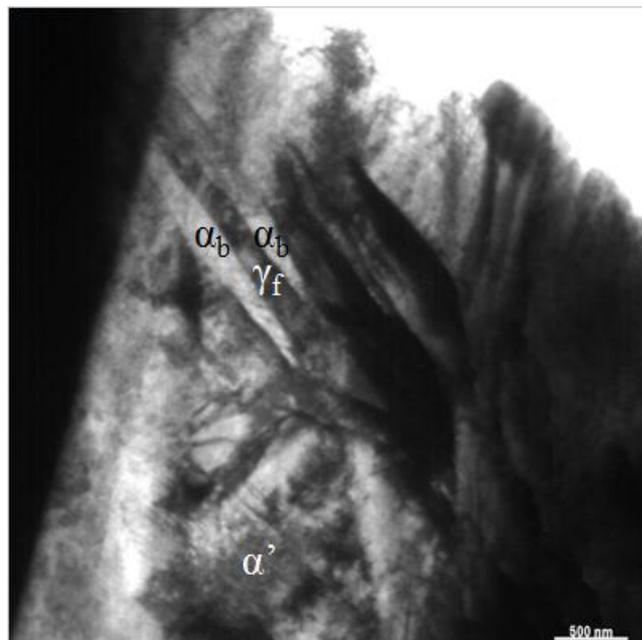
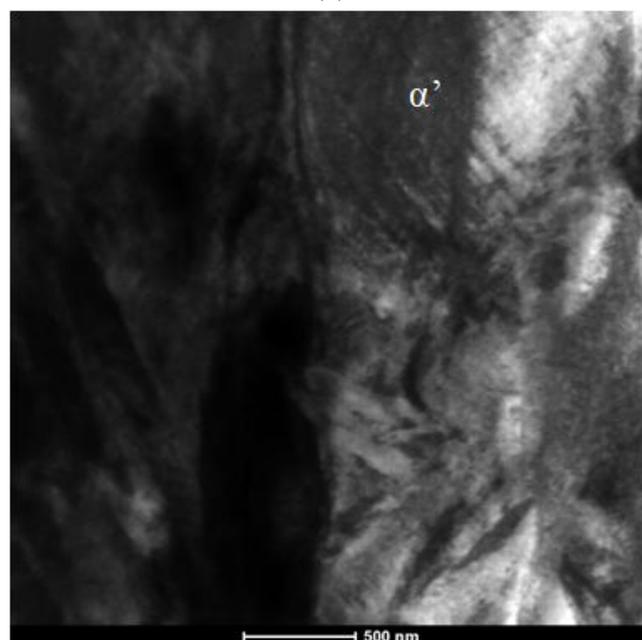


Figura 5.5 – Microscopia eletrônica de transmissão da amostra tratada isotermicamente a 200°C por 2 h;  $\alpha'$  martensita;  $\alpha_b$  ferrita bainítica;  $\gamma_f$  filmes de austenita retida.



(a)



(b)

Figura 5.6 – Microscopia eletrônica de transmissão da amostra tratada isotermicamente a 270°C por 0,5 h; (a)  $\alpha'$  martensita;  $\alpha_b$  ferrita bainítica;  $\gamma_f$  filme de austenita retida; (b) detalhe das maclas de martensita.

## 5.2 – Análise por Difração de Raios-X

Como detalhado no item 3.2.1 deste trabalho, a máxima quantidade de bainita que pode ser obtida para uma dada temperatura é limitada quando o teor de carbono na austenita residual atinge a curva  $T'_0$ . Nesse ponto, a austenita enriquecida em carbono não mais se transforma em bainita ( $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} = 0$ ).

As concentrações de carbono da austenita retida foram determinadas usando análises por raios-X para todas as amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos, conforme mostra a figura 5.7. Na figura 5.7 se apresentam os valores teóricos calculados para  $T'_0$ ,  $T_0$  e  $A_e3$ ,<sup>(44)</sup>.

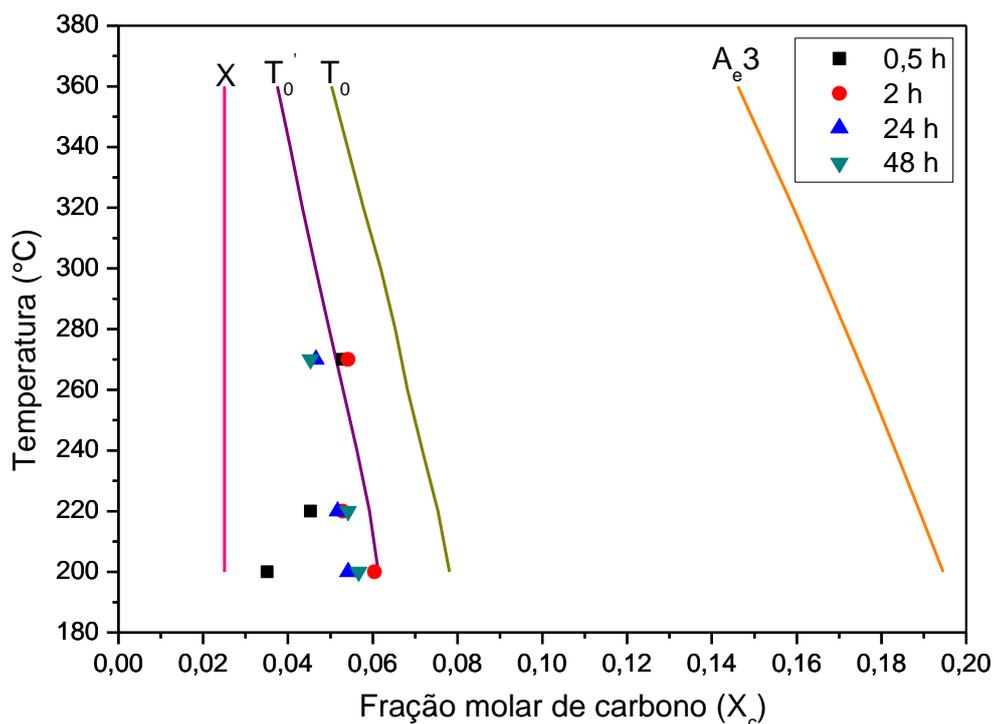


Figura 5.7 – Comparação dos dados experimentais e calculados  $T'_0$ ,  $A_e3$ . Os pontos representam a concentração de carbono em fração molar na austenita de acordo com o tempo e temperatura de tratamento isotérmico. A linha vertical (X) representa a fração molar de carbono na liga.

O fato que a concentração de carbono na austenita se aproxima da curva  $T'_0$  é consistente com o mecanismo na qual a ferrita bainítica cresce sem alguma difusão, e o excesso de carbono presente na ferrita bainítica difunde para a austenita após a transformação.

Análises de raios-X também foram usadas para calcular a quantidade de austenita retida presente na microestrutura de acordo com os tempos e temperaturas de tratamentos. Os resultados experimentais são apresentados na tabela V.1 e na figura 5.8. A fração de austenita retida geralmente é maior para a maior temperatura de transformação.

Nota-se também que a fração volumétrica de austenita retida diminui com o tempo de transformação isotérmica para todas as temperaturas de tratamento. Isso ocorre porque maior é a quantidade de ferrita bainítica formada no decorrer do tratamento isotérmico.

Tabela V.1 – Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono (% peso) para as condições de tratamentos isotérmicos

| Temperatura (°C) | Tempo (h)  |            |            |            |
|------------------|------------|------------|------------|------------|
|                  | 0,5        | 2          | 24         | 48         |
| 200              | 7,6 (0,7)  | 12,2 (1,3) | 8,5 (1,2)  | 8,2 (1,3)  |
| 220              | 9,2 (1,0)  | 7,4 (1,2)  | 6,6 (1,1)  | 6,3 (1,2)  |
| 270              | 10,3 (1,2) | 11,2 (1,2) | 12,6 (1,0) | 7,32 (1,0) |

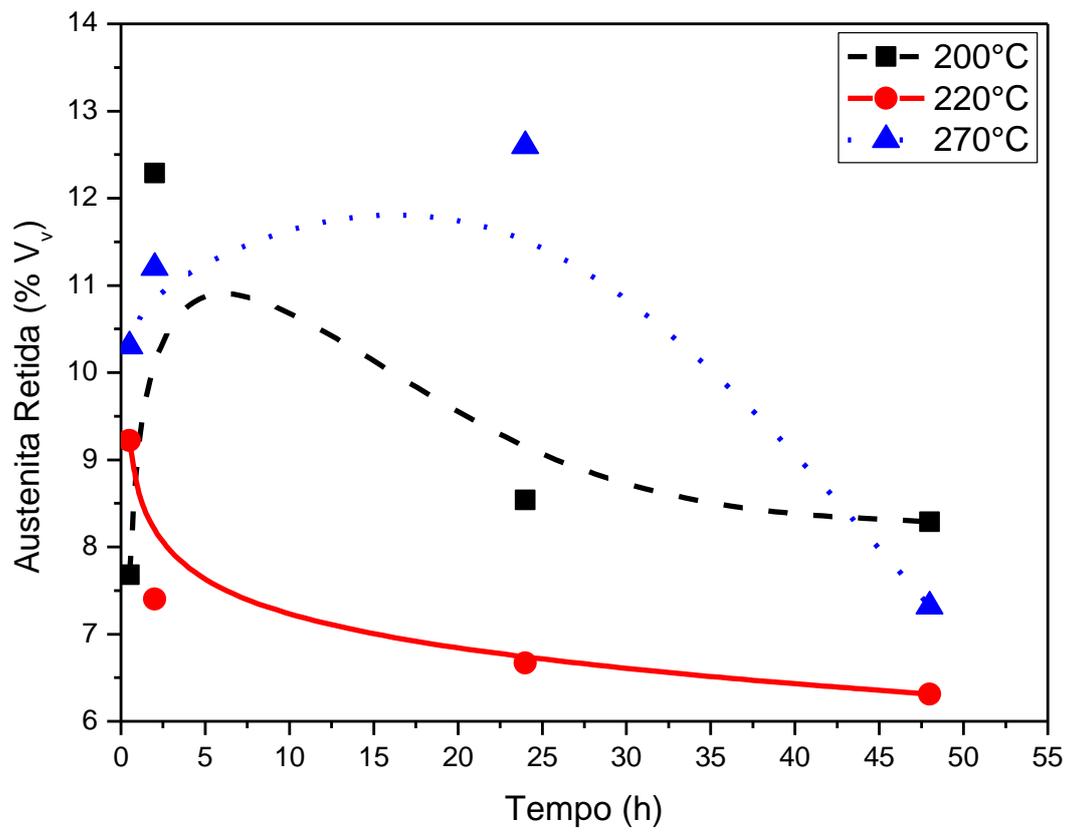


Figura 5.8 – Fração volumétrica de austenita retida em função do tempo e temperatura de transformação isotérmica.

### 5.3 – Efeitos dos tempos de tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas

#### 5.3.1 – Amostras tratadas isotermicamente a 200°C

Conforme descrito no capítulo 4, esta temperatura corresponde a menor das três temperaturas dos tratamentos isotérmicos realizados. Visto que essas atravessam  $M_i$ , quanto menor é a temperatura maior é a quantidade de martensita formada no início do tratamento isotérmico.

A figura 5.9 a seguir mostra as curvas ( $\sigma$  x  $e$ ) dos ensaios de tração para as amostras tratadas isotermicamente a 200°C em diferentes tempos de tratamentos.

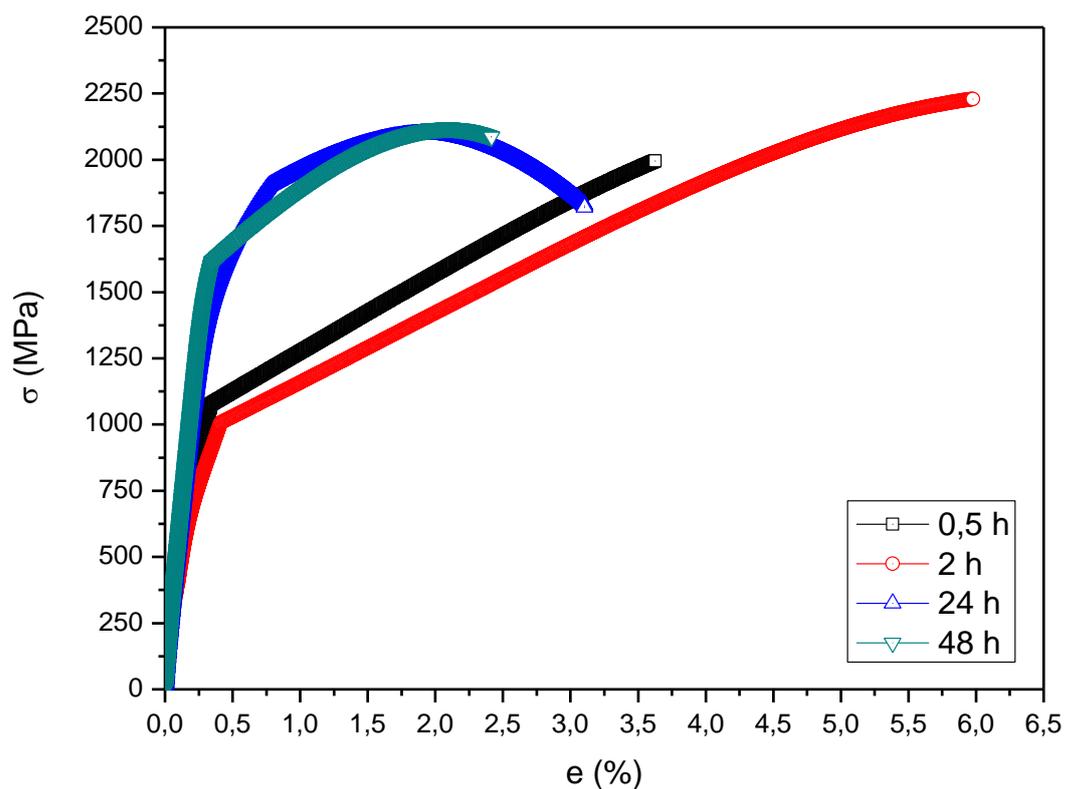


Figura 5.9 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 200°C.

Conforme mostra a figura 5.9, observa-se que as curvas do ensaio de tração para as amostras tratadas isotermicamente nos tempos de 0,5 e 2 h apresentam comportamentos similares. No entanto, maiores são o alongamento total e o limite de resistência para a amostra tratada por 2 h.

Isso ocorre porque a presença de austenita retida na forma de blocos transforma-se em martensita via efeito TRIP durante o ensaio de tração, proporcionando dessa forma uma maior resistência e alongamento total. O fato das amostras tratadas em tempos de 0,5 e 2 h apresentarem menores limites de escoamento comparados ao das amostras tratadas por 24 e 48 h se deve ao fato da deformação ocorrer primeiro nos blocos de austenita retida (constituente macio). A martensita (constituente duro) apenas começa a se deformar quando o encruamento da austenita (constituente macio) é tal que a tensão aplicada é suficiente para iniciar a deformação na martensita <sup>(34)</sup>.

Segundo SANDVIK e NAVALAINEN <sup>(45)</sup>, a tensão de fratura quando ocorre antes do início da estricção, caso em que a diferença entre o alongamento uniforme e total desaparece, está associada a presença de uma maior quantidade de austenita retida. Isso porque os blocos de austenita retida transformam em uma martensita dura e não revenida com uma baixa tensão aplicada, sendo a presença dessa martensita responsável pelo aumento do limite de resistência e a fratura do corpo de prova antes que ocorra o início da estricção.

O mesmo foi observado por MATLOCK *et al.*, <sup>(46)</sup> que constataram em um aço de alto teor de Si (23% austenita retida), que o baixo limite de escoamento juntamente com a deformação conduziu a um maior limite de resistência e uma limitada deformação não-uniforme, estando essas características relacionadas com a presença de austenita retida de elevado teor de carbono que se transformou em uma martensita não revenida induzida por deformação. As curvas de ensaio de tração para as amostras tratadas por 0,5 e 2 h a 200°C (Fig. 5.9) estão de acordo com o exposto acima pelo o autor..

Diferentemente do que ocorre a 0,5 e 2 h, as amostras tratadas nos tempos de 24 e 48 h apresentam maiores limites de escoamento e menores deformações. Acredita-se que isso se deve a presença de bainita na microestrutura e que esta possivelmente se forma para

tempos maiores que 2 h. Este aumento de resistência do aço está relacionado com a menor espessura dos feixes de ferrita bainítica e a sua elevada densidade de deslocações<sup>(30, 47)</sup>. O primeiro favorece com uma contribuição de até 1600 MPa, enquanto que uma parcela máxima de 500 MPa é estimada ser devida a densidade de deslocações.

Quando se trata da ductilidade, duas podem ser as justificativas para que as amostras tratadas por 24 e 48 h apresentem um menor valor. A primeira trata-se da precipitação de carbonetos a partir do autorevenimento da martensita em função dos tempos de tratamento isotérmicos. Esses carbonetos por sua vez são responsáveis pela nucleação das cavidades. Se a densidade de cavidades é elevada, então as distâncias entre elas são reduzidas e a coalescência ocorre rapidamente, levando a uma menor deformação plástica antes da fratura dúctil, ou seja, menor ductilidade.

A segunda é uma maior quantidade de austenita retida na forma de filmes finos relacionados com a presença de ferrita bainítica em função dos tempos de tratamentos isotérmicos. Esses filmes são mais estáveis mecanicamente, menos favoráveis para se transformar em martensita, e com isso menor, é a contribuição para a ductilidade via efeito TRIP.

As propriedades mecânicas das amostras obtidas nos ensaios de tração em diferentes tempos de tratamentos podem ser resumidas na tabela V.2. Estão apresentados os resultados do limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR), alongamento uniforme (AU), alongamento total (AT), razão elástica (LE/LR) e microdureza.

Tabela V.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C em diferentes tempos

| Tempo (h) | LE (MPa)  | LR (MPa)  | AU (%)    | AT (%)    | Microdureza (HV) | LE/LR |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------------|-------|
| 0,5       | 1092 ± 52 | 1994 ± 39 | 3,5 ± 0,7 | 4,2 ± 0,7 | 717 ± 5          | 0,55  |
| 2         | 979 ± 62  | 2248 ± 30 | 6,0 ± 0,1 | 6,0 ± 0,1 | 725 ± 4          | 0,43  |
| 24        | 1689 ± 41 | 2112 ± 15 | 1,6 ± 0,5 | 2,9 ± 0,3 | 675 ± 3          | 0,8   |
| 48        | 1651 ± 21 | 2105 ± 21 | 2,0 ± 0,1 | 2,3 ± 0,1 | 708 ± 4          | 0,78  |

Os expoentes de encruamento ( $n$ ) foram obtidos através das curvas dos ensaios de tração (Fig. 5.9) e estão apresentados na figura 5.10. Os resultados revelam um comportamento muito diferente quando as curvas são comparadas em função dos tempos de tratamentos isotérmicos.

Sabe-se que existe uma relação entre o comportamento da curva do expoente de encruamento ( $n$ ) e taxa para a qual a austenita retida transforma para martensita<sup>(23, 48)</sup>. A interpretação das curvas (Fig. 5.10) é descrita nos dois parágrafos abaixo.

No geral, o expoente de encruamento da amostra tratada por 2 h foi maior em toda a deformação. Isso acontece porque a austenita retida na forma de bloco é menos estável mecanicamente para que ocorra a transformação martensítica induzida por deformação, com isso proporcionando um aumento máximo no expoente de encruamento e a ductilidade<sup>(54)</sup>. O decréscimo pode ser observado em função da formação de uma martensita dura e não revenida que durante o ensaio de tração o corpo de prova rompe antes que o critério de instabilidade seja alcançado, conforme a figura 5.10.

No caso das amostras tratadas por 24 e 48 h, um menor expoente de encruamento foi observado. Isso porque uma elevada densidade de deslocamentos é gerada durante o processo de formação da bainita. Sendo assim, menores são as distâncias médias livres

para o movimento das mesmas. Outro fator deve-se aos filmes de austenita retida que apresentam uma maior estabilidade mecânica durante o ensaio de tração.

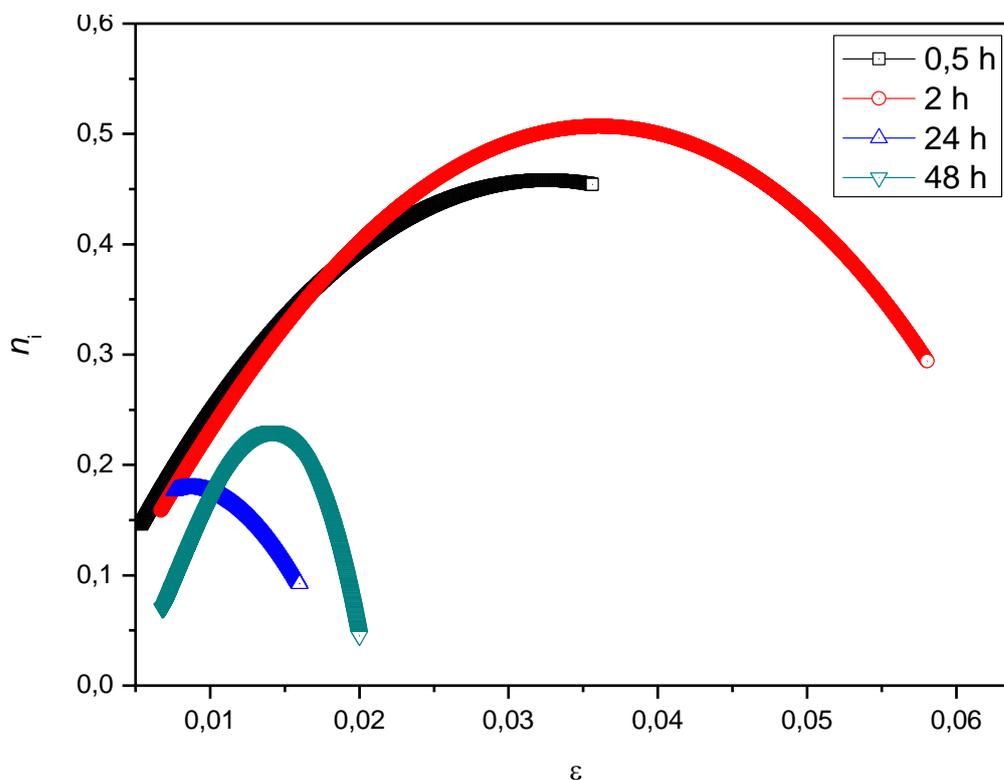


Figura 5.10 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ).

### 5.3.2 – Amostras tratadas isotermicamente a 220°C

Para essa temperatura, menor é a quantidade de martensita formada no início do tratamento isotérmico, refletindo dessa forma nas quantidades finais dos constituintes e consequentemente nas propriedades mecânicas das amostras.

A figura 5.11 apresenta as curvas ( $\sigma \times e$ ) dos ensaios de tração para as amostras tratadas isotermicamente a 220°C em diferentes tempos de tratamentos. Diferentemente das amostras tratadas a 200°C as amostras tratadas a 220°C apresentam deformação não uniforme para todos os tempos de tratamentos.

Uma possível explicação para esse comportamento, e conforme dito anteriormente, é a menor quantidade inicial de martensita formada para esse tratamento. Com isso maior será a fração de austenita residual para se decompor em bainita.

As propriedades mecânicas das amostras obtidas nos ensaios de tração em diferentes tempos de tratamentos podem ser resumidas na tabela V.3.

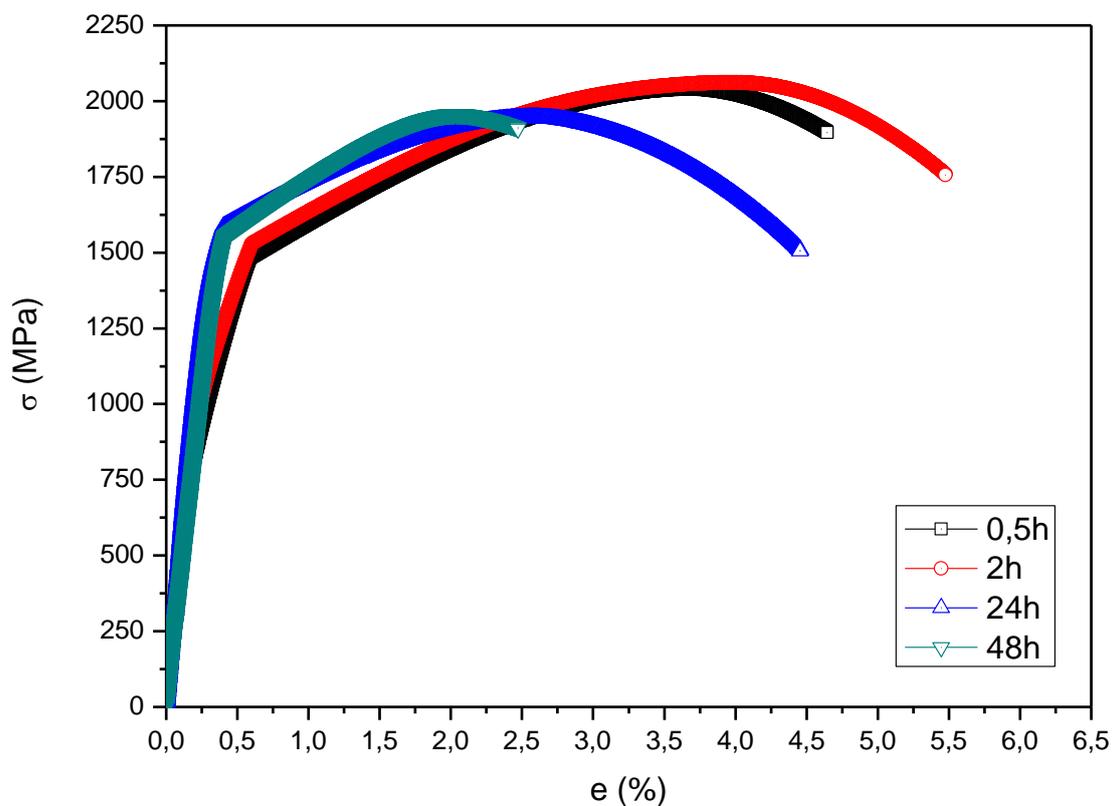


Figura 5.11 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração realizados sobre as amostras após os tratamentos isotérmicos a 220°C.

Tabela V.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C em diferentes tempos

| Tempo (h) | LE (MPa)  | LR (MPa)  | AU (%)    | AT (%)    | Microdureza (HV) | LE/LR |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------------|-------|
| 0,5       | 1217 ± 67 | 2020 ± 28 | 3,3 ± 0,4 | 4,1 ± 0,7 | 669 ± 4          | 0,6   |
| 2         | 1256 ± 79 | 2006 ± 74 | 3,4 ± 0,2 | 5,5 ± 0,1 | 669 ± 6          | 0,62  |
| 24        | 1648 ± 53 | 1927 ± 21 | 2,4 ± 0,2 | 4,0 ± 0,6 | 684 ± 4          | 0,85  |
| 48        | 1650 ± 54 | 1974 ± 27 | 2,1 ± 0,1 | 2,5 ± 0,1 | 693 ± 3          | 0,83  |

O expoente do encruamento ( $n$ ) obtido pelo cálculo da equação 4.12 é apresentado na figura 5.12. Os resultados mostram um comportamento similar com certa aproximação quando as curvas são comparadas em função dos tempos de tratamentos isotérmicos.

Comparando com as curvas da figura 5.10, observa-se que o comportamento das curvas de expoente de encruamento procede progressivamente até que a condição de instabilidade seja alcançada.

É importante observar que o único parâmetro que promove uma grande mudança no comportamento das curvas de expoente de encruamento (Fig. 5.10, 5.12) é a pequena variação de temperatura nos tratamentos isotérmicos. Por sua vez, existem muitas variáveis que são sensíveis a variação de temperatura e que a soma dessas variáveis possa modificar as propriedades mecânicas do material. No caso deste trabalho, pode-se citar como variável principal a fração inicial de martensita, e conseqüentemente fração de austenita residual para se decompor em bainita. Subordinadas a essas variáveis estão: a espessura dos feixes de ferrita bainítica, densidade de deslocação gerada a partir da fração de martensita e bainita formada, e morfologia da austenita retida, etc.

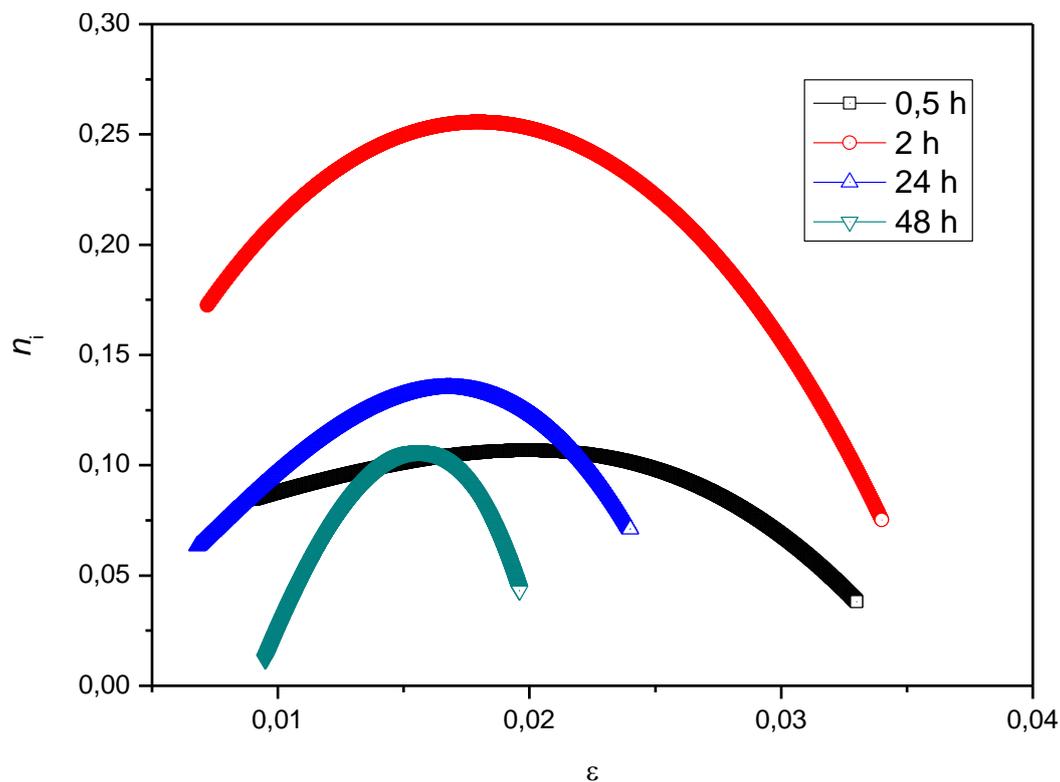


Figura 5.12 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ).

### 5.3.3 – Amostras tratadas isotermicamente a 270°C

Esta série corresponde à maior temperatura escolhida desse trabalho. Após a austenitização, o tratamento isotérmico ocorre um pouco abaixo a  $M_i$  (278°C), com isso menor é a quantidade inicial de martensita formada, comparada com as outras duas temperaturas escolhidas. Logo, maior é a quantidade de austenita residual para se decompor em bainita de acordo com o tempo de tratamento.

A figura 5.13 mostra as curvas ( $\sigma \times e$ ) dos ensaios de tração para as amostras tratadas isotermicamente a 270°C em diferentes tempos de tratamentos, juntamente com as propriedades mecânicas obtidas e apresentadas na tabela V.4 a partir das curvas.

Comparando-se os valores de microdureza nas tabelas V.2, V.3 e V.4, é interessante observar que esta propriedade diminui com o aumento da temperatura de tratamento, o

que se torna evidente que uma menor quantidade de martensita formou com o aumento da temperatura.

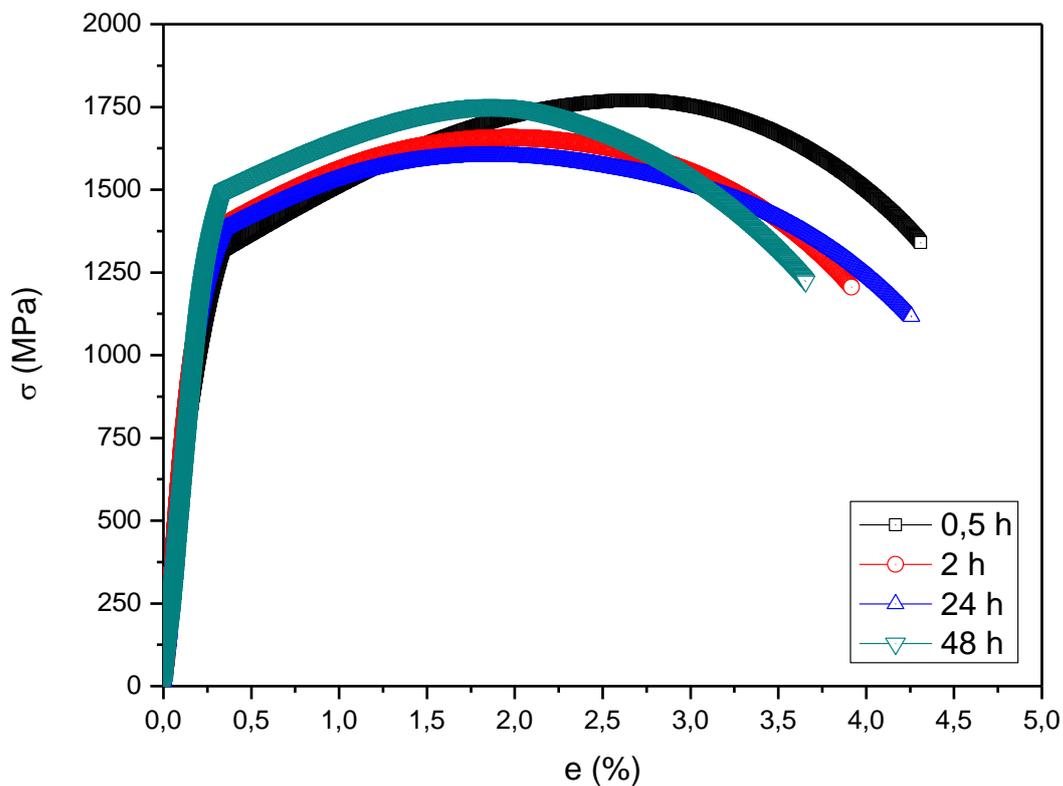


Figura 5.13 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração realizados sobre as amostras após os tratamentos isotérmicos a 270°C.

O expoente de encruamento ( $n$ ) obtido através das curvas dos ensaios de tração (Fig. 5.13) é apresentado na figura 5.14. Os resultados mostram que as curvas apresentaram um comportamento similar em todos os tempos de tratamento isotérmico, diferente apenas para a amostra tratada por 0,5 h.

Tabela V.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C em diferentes tempos

| Tempo (h) | LE (MPa)  | LR (MPa)  | AU (%)    | AT (%)    | Microdureza (HV) | LE/LR |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------------|-------|
| 0,5       | 1273 ± 7  | 1729 ± 41 | 2,6 ± 0,4 | 4,2 ± 0,4 | 520 ± 3          | 0,73  |
| 2         | 1363 ± 41 | 1613 ± 37 | 2,0 ± 0,1 | 3,7 ± 0,2 | 523 ± 4          | 0,84  |
| 24        | 1355 ± 40 | 1518 ± 73 | 1,6 ± 0,2 | 3,8 ± 0,7 | 505 ± 3          | 0,89  |
| 48        | 1500 ± 41 | 1762 ± 12 | 1,9 ± 0,1 | 3,5 ± 0,2 | 554 ± 3          | 0,85  |

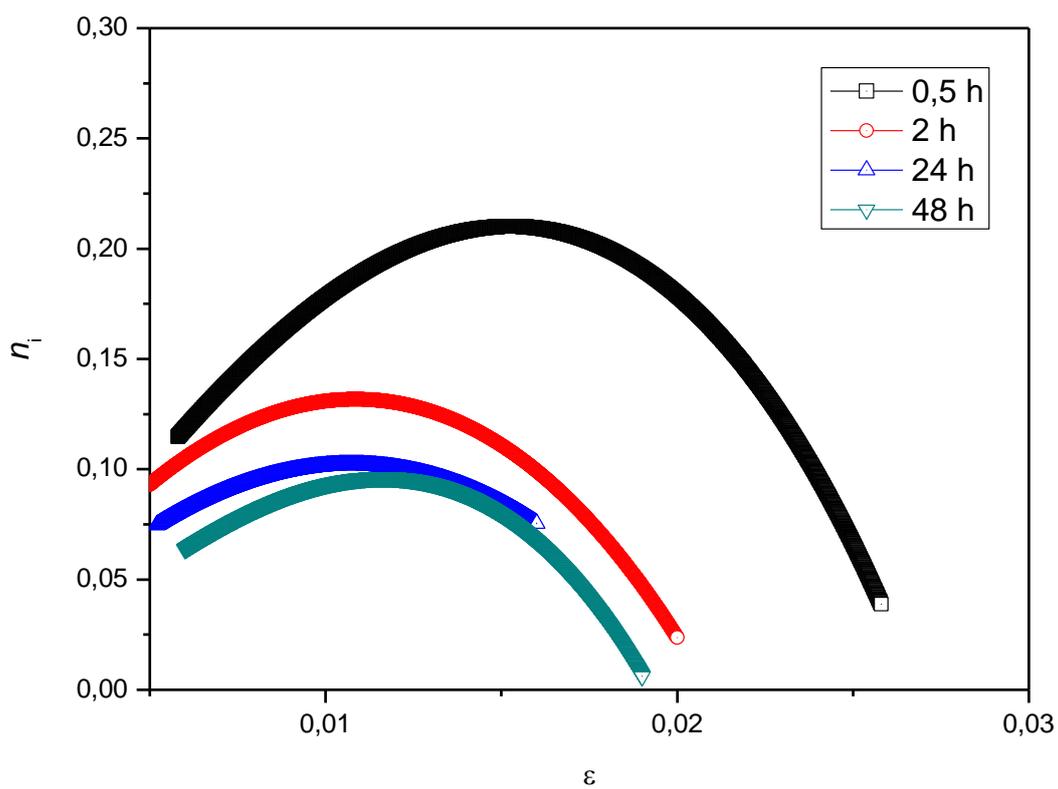


Figura 5.14 – Curvas dos expoentes de encruamento incremental ( $n_i$ ).

O mesmo acontece para os ensaios a 220°C (Fig. 5.12), que caminha para um comportamento similar. No entanto, para 270°C (maior temperatura) o comportamento das curvas de encruamento nos tempos de 2, 24 e 48 h são essencialmente os mesmos. Uma hipótese é que a partir de 2 h nenhuma mudança na quantidade de bainita e austenita ocorre, uma vez que a concentração de carbono na austenita residual atingiu a curva  $T_0'$  conforme o fenômeno da reação incompleta, figura 3.9<sup>(3)</sup>.

Outra informação que ajuda na interpretação do comportamento das curvas de encruamento (Fig. 5.10, 5.12, 5.14) são os valores apresentados da razão elástica (LE/LR) (Tab. V.2, V.3, V.4). Observa-se uma variação de 0,43 a 0,89. Estudos<sup>(45, 49)</sup> mostram que o menor valor da razão elástica é devido à grande quantidade de austenita retida na microestrutura. A maior fração de austenita retida na microestrutura é responsável pelo aumento da taxa de encruamento. De acordo com ZACCONE e KRAUSS<sup>(50)</sup>, o aumento na taxa de encruamento é atribuído a transformação da austenita retida em martensita durante a deformação.

Nota-se na Tabela V.2 os diferentes valores calculados da razão elástica, e que os mesmos apresentam uma grande diferença para as amostras tratadas em 0,5 e 2 h comparados com as amostras tratadas em 24 e 48 h. Isso não apenas está de acordo com o trabalho SANDVIK e NAVALAINEN<sup>(45)</sup>, como também leva à conclusão de que o aumento dos valores da razão elástica é uma consequência da transformação da austenita em bainita.

#### *5.4 – Análise comparativa das propriedades mecânicas do SAE 9254 tratado isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos*

Os resultados das propriedades mecânicas obtidas nesse trabalho para o aço SAE 9254, tratado em diferentes condições, permitem uma comparação direta com as obtidas na prática industrial. Esse por sua vez é utilizado no estado temperado e revenido a 450°C por 1 h. Desse modo, é feita a comparação quanto ao comportamento mecânico do aço aqui estudado com o praticado industrialmente.

Para uma dada temperatura de tratamento isotérmico e durante o resfriamento inicial, a quantidade de martensita formada é constante. No entanto, devem ser consideradas as variações das quantidades de bainita e austenita retida, assim como sua estabilidade (forma e teor de carbono) com o tempo de tratamento sobre as propriedades mecânicas.

Os resultados do limite de escoamento estão mostrados na figura 5.15. Observa-se que no geral, o limite de escoamento cresce com o tempo de transformação bainítica, mas a forma desse crescimento é diferente para cada temperatura de tratamento.

YOUNG e BHADESHIA <sup>(51)</sup> estudaram o efeito da fração de bainita sobre a resistência de uma microestrutura contendo martensita. Neste trabalho foi constatado que o aumento da fração de bainita em até 25% resultou em um pico máximo de limite de escoamento em função da quantidade de bainita. Isso pode ser explicado com base em dois fatores, sendo o primeiro deles, o aumento da resistência da martensita formada após a transformação isotérmica, quando a austenita residual se enriquece em carbono durante a formação da bainita. E o segundo, trata do efeito da restrição plástica, pelo qual a resistência da bainita é melhorada particularmente para baixa fração volumétrica de bainita, quando envolvida por uma martensita rígida.

Um crescimento suave é observado para a amostra tratada a 270°C. Para os tempos 0,5 e 2 h as amostras apresentam maiores limites de escoamento, se comparadas com as amostras tratadas nos mesmos tempos para as outras duas temperaturas. É provável que isso se deva à uma maior quantidade de bainita. Isso porque há tempo suficiente para

que seja iniciada formação de bainita, proporcionando dessa forma maiores limites de escoamento.

Para as temperaturas de 200 e 220°C observa-se um aumento expressivo no limite de escoamento quando as amostras são tratadas por 24 ao invés de 2 h. Intervalo esse que proporciona o início e o progresso de formação da bainita. Dessa forma, uma grande presença de bainita e martensita na microestrutura contribui para o aumento do limite de escoamento.

De acordo com MIIHKINEN e EDMONDS <sup>(52)</sup> o decréscimo do limite de escoamento está associado com o aumento do conteúdo de austenita retida. No entanto, o limite de resistência é menos sensível a fração de austenita retida quanto à espessura dos feixes de bainita.

Nota-se que para tempos de 24 e 48 h não houve uma grande diferença entre os limites de escoamento. Isso provavelmente mostra que para esse intervalo não houve uma grande mudança na quantidade de bainita formada.

Tomando como referência a amostra temperada e revenida, observa-se que para as amostras tratadas isotermicamente a 200 e 220°C por 24 e 48 h estas apresentam maiores limites de escoamento.

Em termos de custo, a produção desses aços que apresentam maiores limite de escoamento torna-se inviável, devido ao elevado tempo de tratamento isotérmico. Uma vez que para a amostra temperada e revenida, um alto limite de escoamento pode ser obtido com um tempo de revenimento por 1 h.

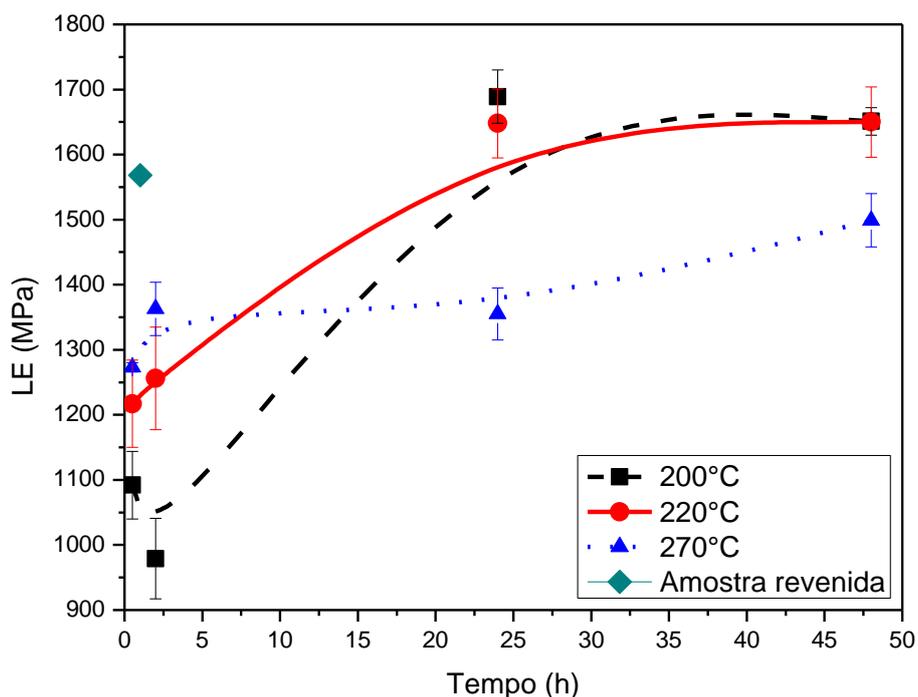


Figura 5.15 – Limite de escoamento em função da temperatura e tempo de tratamento, comparado com a amostra temperada e revenida.

Na figura 5.16, observa-se que quanto menores as temperaturas de transformação, maiores são os limites de resistência. Isso ocorre porque maior é a quantidade inicial de martensita formada, quanto menor for a temperatura de tratamento, que contribui para o aumento de resistência. No entanto, ocorrem variações nos limites de resistência no decorrer do tratamento isotérmico.

Para temperatura de 270°C, observa-se que o limite de resistência diminui suavemente para as amostras tratadas em 0,5, 2 e 24 h e torna a aumentar para o tempo de tratamento por 48 h. Conforme dito anteriormente, não apenas as quantidades dos constituintes, como também a estabilidade (composição química, forma) da austenita retida influencia o limite de resistência. Qualitativamente, a austenita pode afetar a resistência de diversos modos. A austenita residual pode ser transformada em martensita durante o resfriamento a temperatura ambiente, dessa forma aumentando a resistência. Como também, a austenita retida pode aumentar a resistência pela transformação em martensita durante o ensaio de tração via efeito TRIP<sup>(29)</sup>.

Para as amostras tratadas a 200 e 220°C não ocorre uma grande variação no limite de resistência no decorrer do tempo de tratamento, com valores bem próximos para amostras tratadas por 24 e 48 h. Conforme visto na figura 5.15, para esses dois tempos não houve variação no limite de escoamento. Isso reforça a idéia de que não ocorre uma mudança significativa quanto à quantidade dos constituintes na microestrutura para esses tempos de tratamentos.

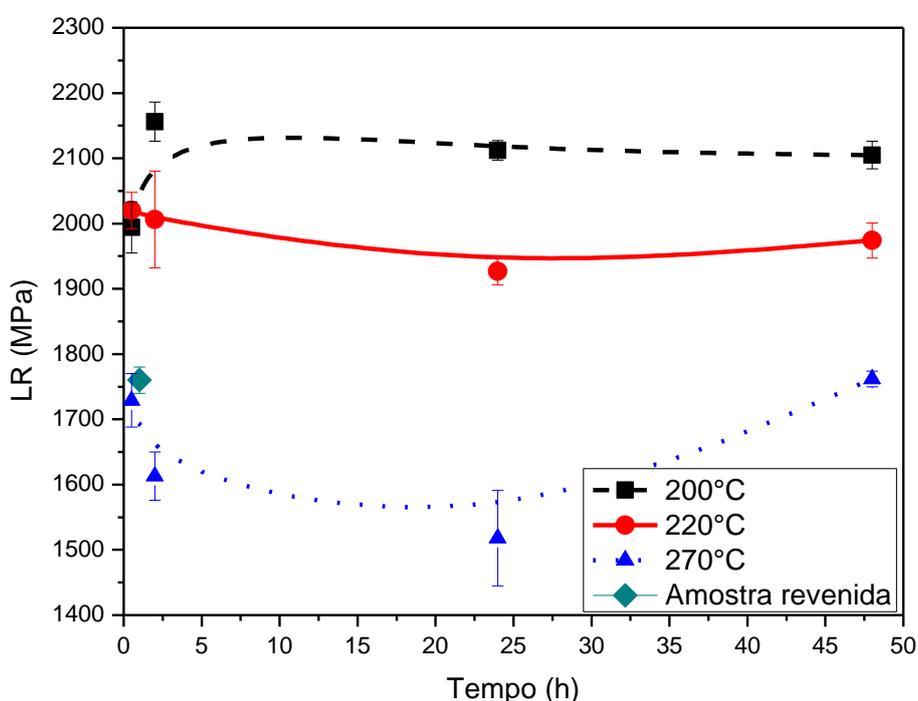


Figura 5.16 – Limites de resistência em função da temperatura e tempo de tratamento, comparados com a amostra temperada e revenida.

A figura 5.17 mostra a variação da microdureza em função do tempo de tratamento isotérmico para as três temperaturas. É fácil perceber que a dureza diminui com o aumento de temperatura. Isso se deve a uma menor quantidade de martensita formada no resfriamento inicial ( $M_i = 278^\circ\text{C}$ ), à medida que a temperatura de tratamento isotérmico aumenta.

Nota-se que no decorrer do tratamento isotérmico, e para todas as temperaturas, houve uma pequena variação nos resultados de microdureza. Essa variação corresponde a evolução da microestrutura em função das temperaturas e dos tempos de tratamentos isotérmicos. A figura 5.18 compara as impressões formadas no ensaio de microdureza com uma carga de 30 g, e por um tempo de aplicação de carga de 10 s, em uma amostra tratada isotermicamente a 220°C por 24 h. É evidente que as diferentes impressões correspondem a diferentes constituintes presentes na microestrutura. A maior impressão (menor microdureza) corresponde a um bloco de austenita retida e a menor impressão (maior microdureza) ao constituinte martensita.

O mesmo foi observado por MIIHKINEN e EDMONDS<sup>(53)</sup>, que a partir da comparação de diferentes imagens de impressões após o ensaio de microdureza, constataram que em função da reação incompleta da bainita, grande parte da austenita residual foi subsequentemente transformada em martensita no resfriamento em água.

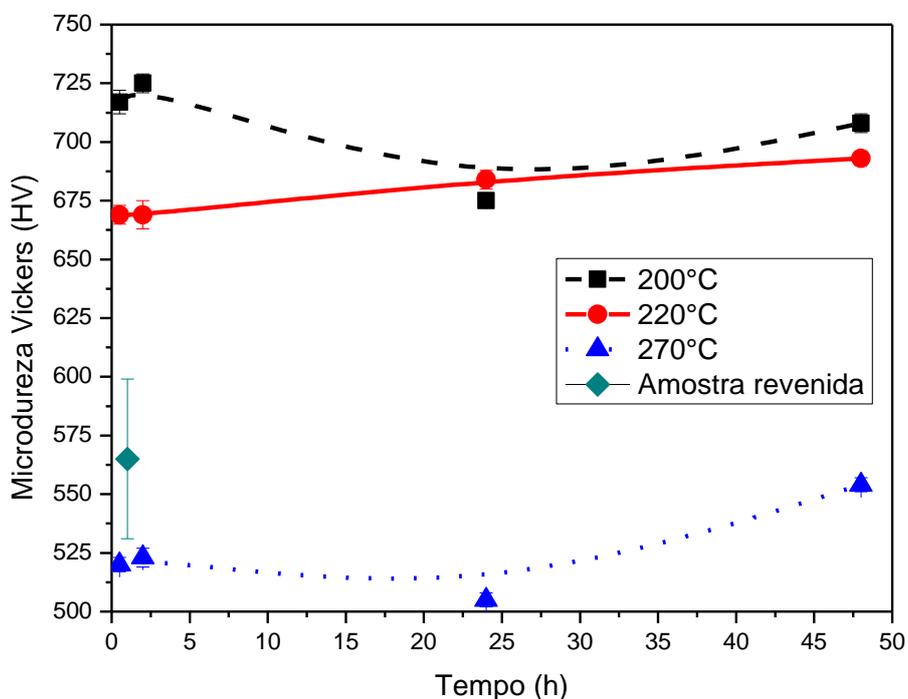


Figura 5.17 – Microdureza em função da temperatura e tempo de tratamento isotérmico comparada com a amostra revenida.

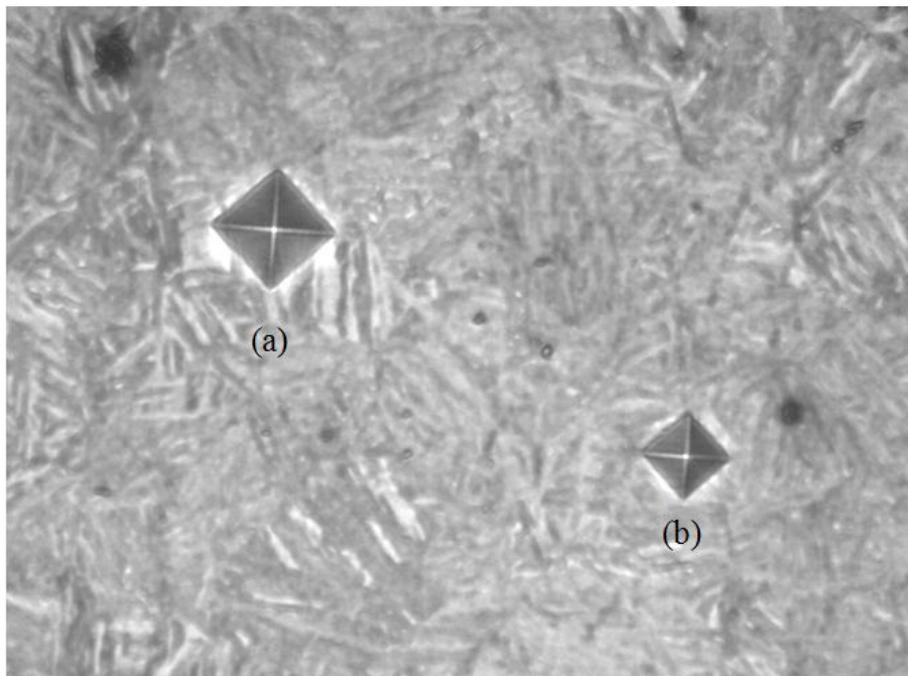


Figura 5.18 – Imagem comparativa de microdureza de diferentes constituintes; (a) bloco de austenita retida (398 HV); (b) martensita (777 HV).

A figura 5.19 mostra a variação do alongamento total em função do tempo de tratamento isotérmico para as três temperaturas. Observa-se, que para o tratamento realizado a 270°C, ocorre um decréscimo suave do alongamento total ao longo de todo o tempo de transformação. Para essa temperatura, um decréscimo da fração volumétrica de austenita retida é observado (Fig. 5.8).

Já para as amostras tratadas nas temperaturas de 200 e 220°C, observa-se um comportamento similar no decorrer do tratamento isotérmico, com um máximo de alongamento total atingido para amostras tratadas por 2 h. Isso talvez esta associado a grande presença de austenita retida na forma de blocos.

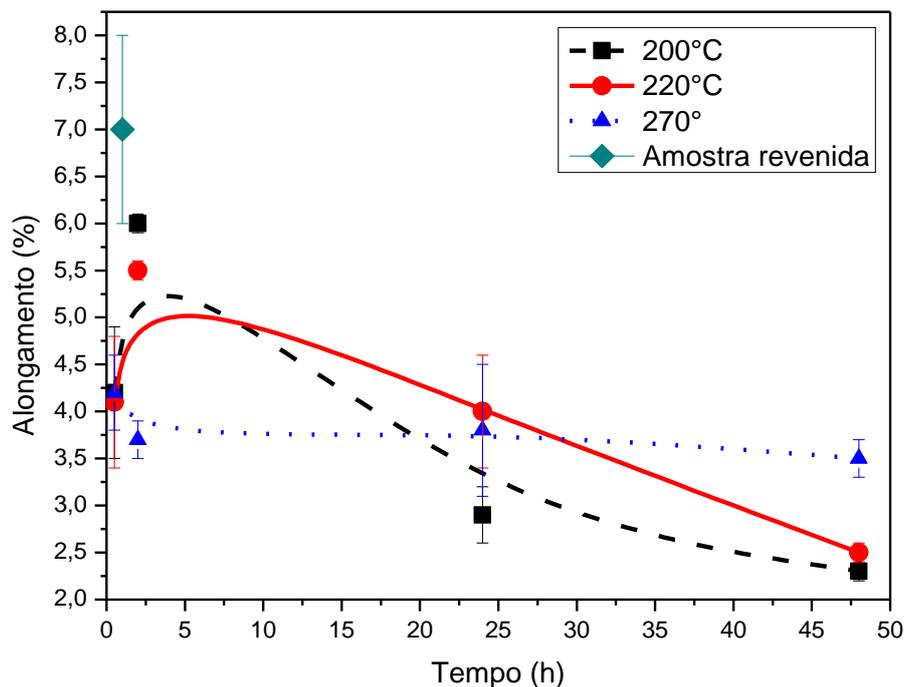


Figura 5.19 – Alongamento total em função da temperatura e tempo de tratamento isotérmico comparada com a amostra revenida.

### 5.5 – Análise da superfície de fratura

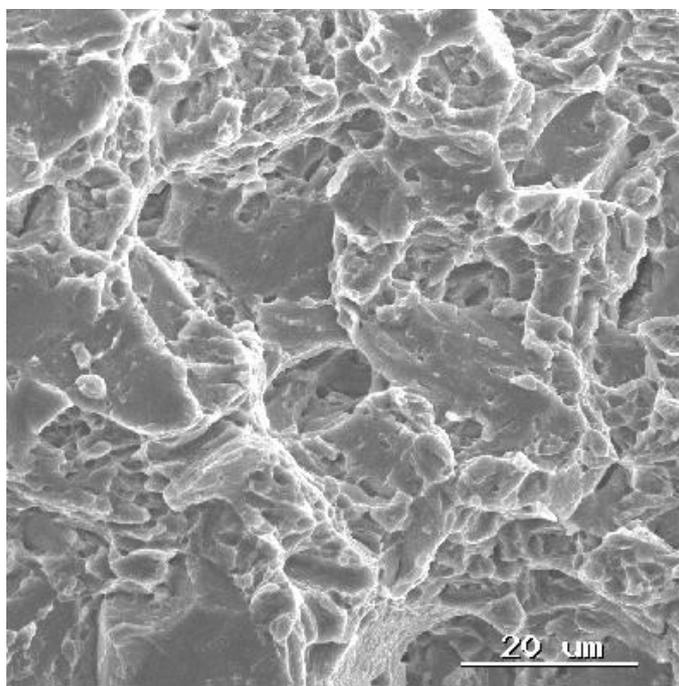
Em um trabalho recente <sup>(54)</sup> realizado sobre o aço bifásico ferrita-martensita e ferrita-bainita AISI 4340, onde a fração de ferrita foi fixada ( $V_v = 34\%$ ), os resultados mostraram a presença de vários mecanismos de fratura durante a deformação, que podem atuar simultaneamente. No caso do aço bifásico ferrita/martensita, há uma mistura de microcavidades que caracterizam a fratura dúctil e regiões de clivagem, correspondentes a fratura frágil. Esse tipo de fratura foi denominada de quasi-clivagem. Já para o caso do aço bifásico ferrita/bainita a fratura é predominantemente dúctil, formada por microcavidades.

Segundo AGLAN *et al.*, <sup>(55)</sup> as microcavidades usualmente nucleiam em regiões de descontinuidades de deformações, tais como contornos de grão, emaranhados de deslocamentos, inclusões, partículas de segunda fase, etc.

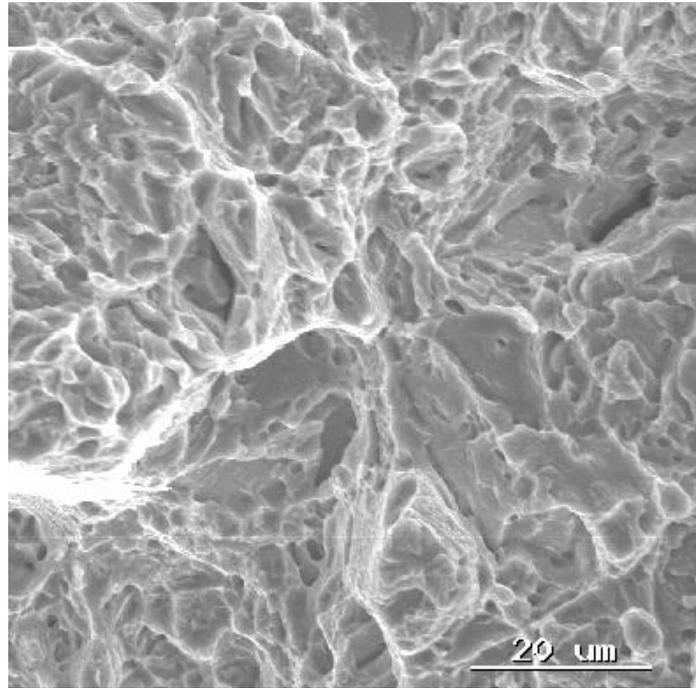
As mesmas características das superfícies de fraturas foram também observadas em um aço multiconstituído de elevada resistência. A liga (0,31% C; 1,51% Si; 1,44% Cr; 0,25% Mn; 3,52% Ni) constituída de ferrita bainítica ( $V_v = 62\%$ ), austenita retida ( $V_v = 12\%$ ) e martensita ( $V_v = 26\%$ ) apresentou superfície de fratura dúctil, enquanto a liga (0,32% C; 1,45% Si; 1,97% Mn; 1,26% Cr; 0,26% Mo) composta por ferrita bainítica ( $V_v = 26\%$ ), austenita retida ( $V_v = 7\%$ ) e uma grande quantidade de martensita ( $V_v = 67\%$ ) têm um aspecto de quasi-clivagem com regiões isoladas de fratura dúctil <sup>(54)</sup>.

As figuras 5.20 a 5.22 mostram as fractografias das amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos e ensaiadas em tração.

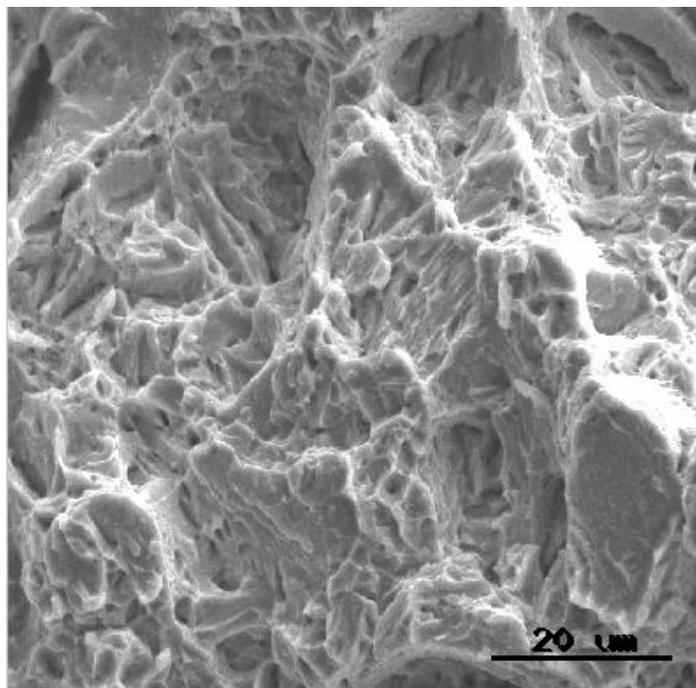
Nas figuras 5.20 a superfície de fratura é caracterizada por clivagem. Algumas microcavidades podem ser facilmente visualizadas (Fig. 5.20(a, d)); o qual exibe alguma ductilidade durante o ensaio de tração. Embora exista uma mistura nos mecanismos de fratura, a fratura frágil é o mecanismo dominante resultante da grande quantidade de martensita formada no resfriamento inicial do tratamento térmico.



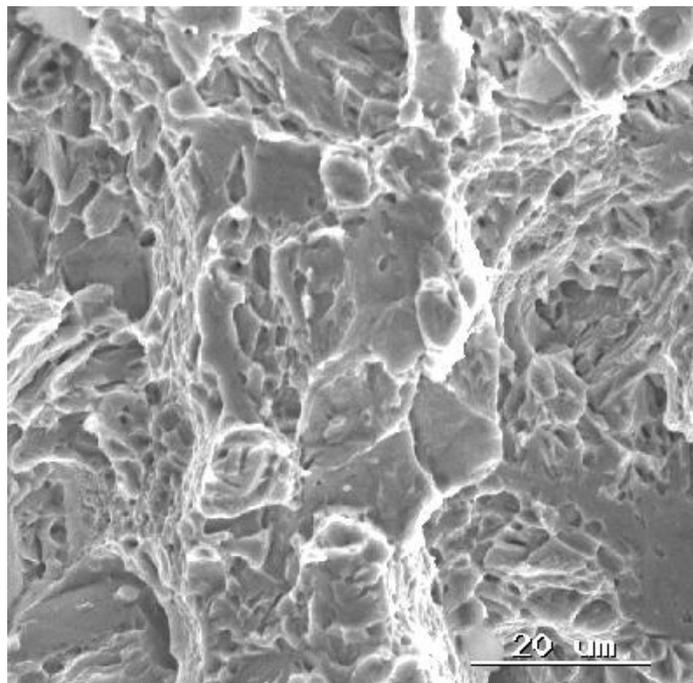
(a)



(b)



(c)



(d)

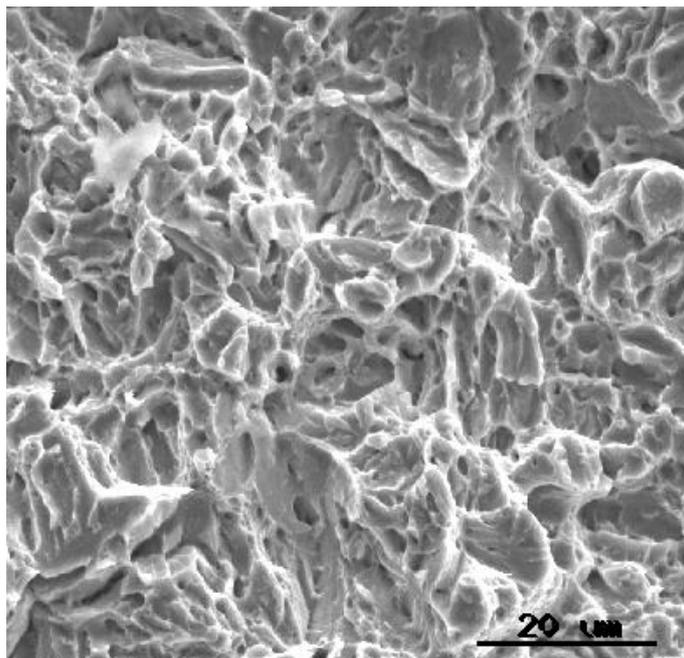
Figura 5.20 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 200°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d).

Na figura 5.21 a superfície de fratura é caracterizada por quasi-clivagem. Microcavidades podem ser facilmente visualizadas, a qual está associada a ductilidade durante o ensaio de tração. Embora exista uma mistura no mecanismo de fratura, a fratura dúctil é o mecanismo dominante.

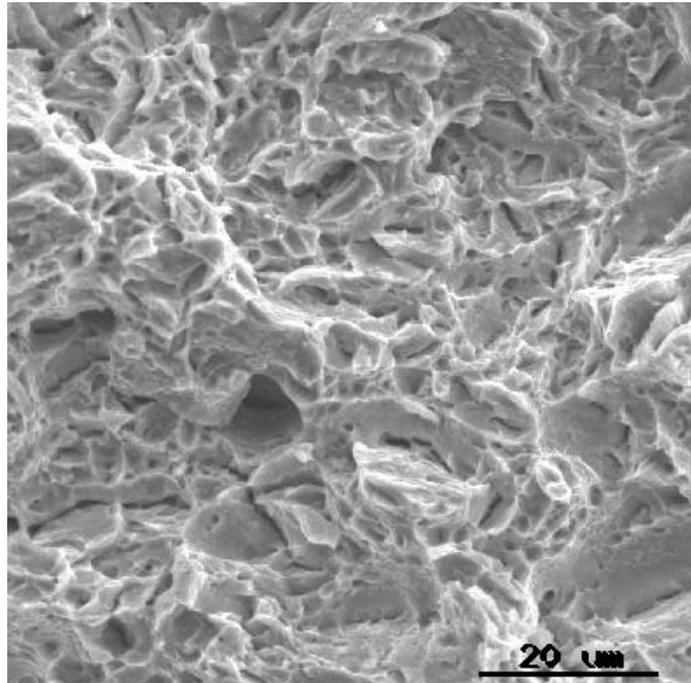
Observa-se também nas figuras 5.21 a presença discreta de trincas. TOMITA e OKABAYASHI <sup>(56)</sup> estudaram o aço bifásico (bainita/martensita) AISI 4340 e constataram que as trincas originam-se na interface da bainita com martensita. Isso é devido a elevada concentração de tensão iniciada na vizinhança da interface dos dois constituintes, como resultado de uma deformação não uniforme.

O mesmo foi observado por CABALLERO *et al.* <sup>(57)</sup> cujos os resultados sugere que o contorno entre placas de martensita e a matriz de bainita são responsáveis pela nucleação de trincas.

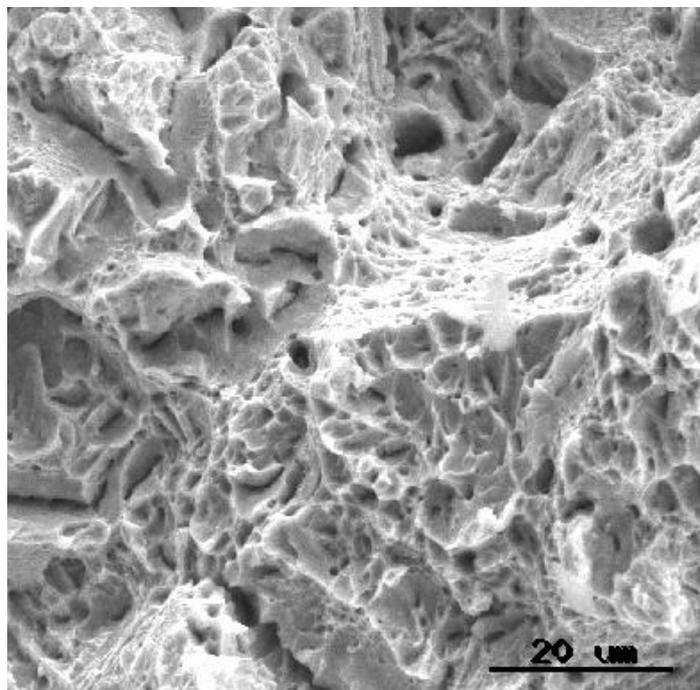
Conforme o exposto pelos autores <sup>(56, 57)</sup> e pelas imagens de fratura apenas, pode-se sugerir que as microestruturas (Fig. 5.21) para essa temperatura de transformação apresentam bainita.



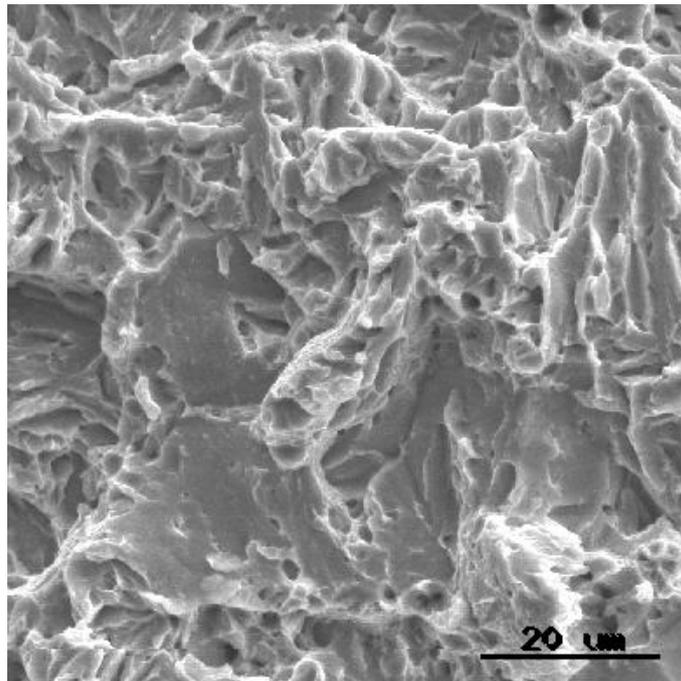
(a)



(b)



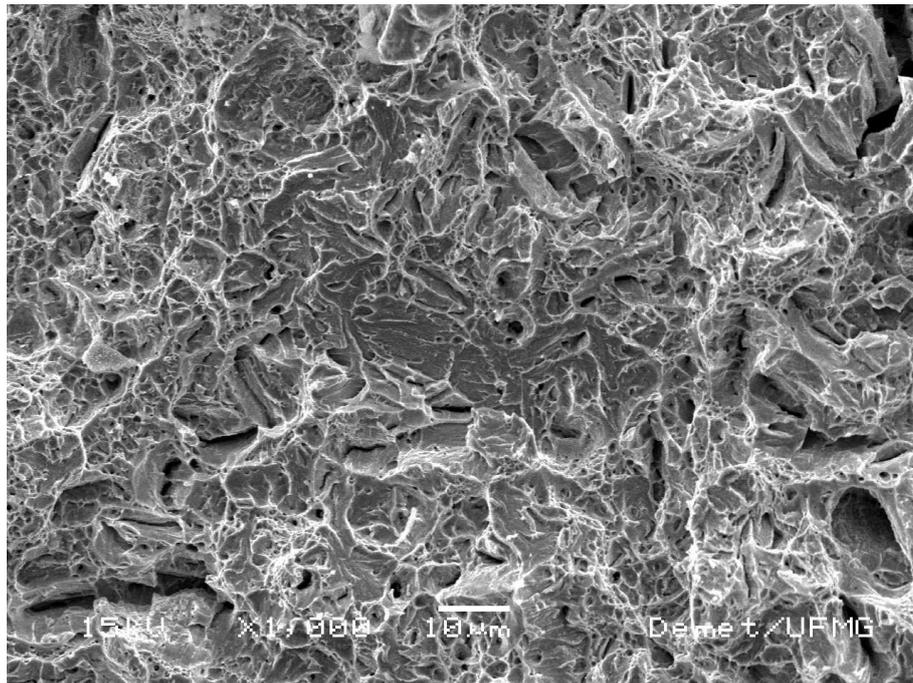
(c)



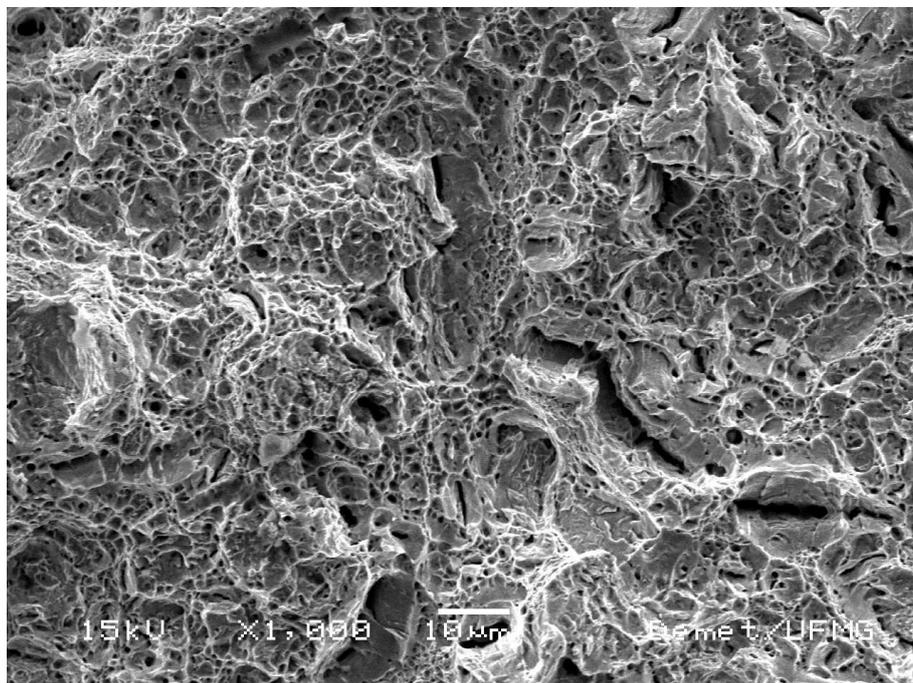
(d)

Figura 5.21 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 220°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d).

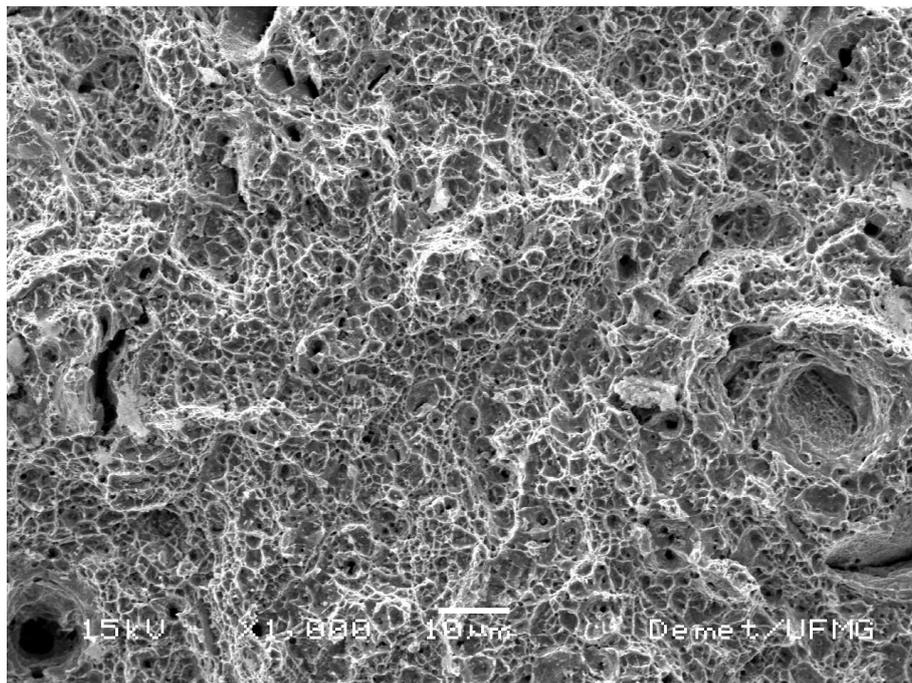
A figura 5.22 caracteriza uma fratura dúctil, apesar de conter regiões de fratura frágil (Fig. 5.20(a, b)). Presença de trincas pode ser observada. Nota-se também que o tamanho das microcavidades diminui com o aumento do tempo de tratamento isotérmico. De acordo com KUMAR <sup>(58)</sup> à medida que a fração de bainita aumenta o tamanho das microcavidades diminui.



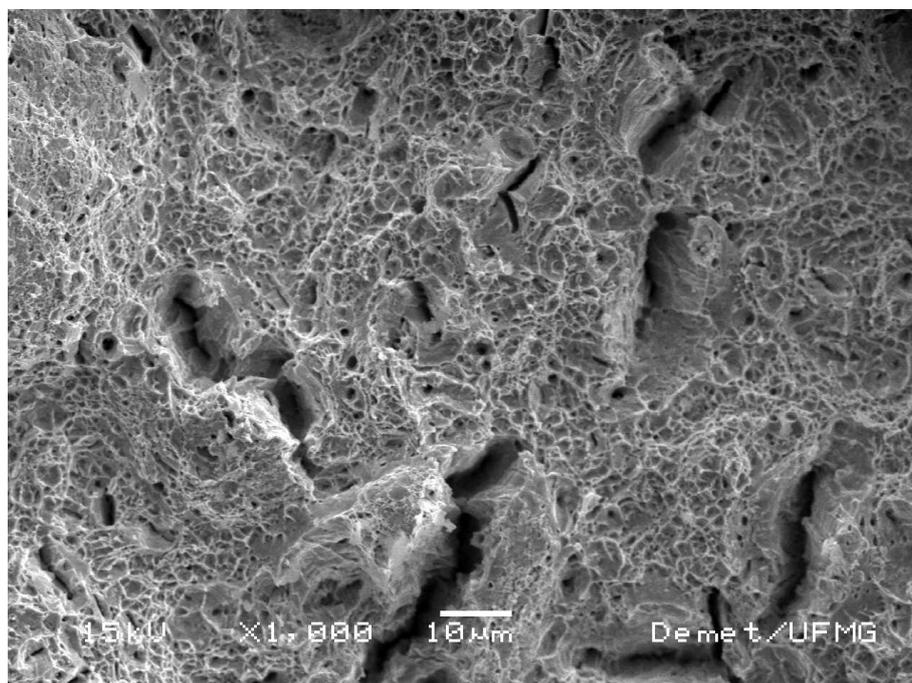
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.22 – Superfícies de fratura das amostras tratadas isotermicamente a 270°C nos tempos de 0,5 h (a); 2 h (b); 24 h (c); 48 h (d).

## 6 – CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi realizado o estudo da influência das temperaturas (200 - 270°C) e tempos (0,5 - 48 h) de tratamentos isotérmicos na formação de uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita retida e suas propriedades mecânicas em um aço alto carbono e rico em silício. A microestrutura obtida apresenta ótima combinação das propriedades mecânicas.

As amostras tratadas isotermicamente a 200°C apresentaram uma microestrutura majoritariamente martensítica com presença de bainita e austenita retida. Apesar de as amostras tratadas nos tempos de 24 e 48 h apresentarem maiores limites de escoamento (LE), os tratamentos isotérmicos realizados por 0,5 e 2 h apresentaram melhores combinações de propriedades mecânicas com limite de escoamento (LE) de 1092 e 979 MPa, limite de resistência (LR) de 1994 e 2248 MPa e alongamento total (AT) de 4,2 e 6%, respectivamente. Para esses mesmos tempos observa-se que as amostras apresentaram um maior expoente de encruamento ( $n$ ).

A análise de superfície de fratura é caracterizada por clivagem, isto é, frágil. Isso se deve a grande quantidade de martensita presente.

As amostras tratadas isotermicamente a 220°C apresentam uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida. Uma melhor combinação das propriedades mecânicas pode ser observada para amostras tratadas por 0,5 e 2 h, limite de escoamento (LE) de 1217, e 1256 MPa, limite de resistência (LR) de 2020, e 2006 MPa, alongamento uniforme (AU) 3,61 e 3,63% e alongamento total (AT) 4,1 e 5,5%, respectivamente.

As superfícies de fraturas são caracterizadas por quase-clivagem com presença de microcavidades. Embora exista uma mistura no mecanismo de fratura, a fratura dúctil é dominante. A presença de trincas, originadas da interface de bainita e martensita, podem ser observadas.

As amostras tratadas isotermicamente a 270°C apresentaram uma microestrutura majoritariamente bainítica, com austenita retida e alguma martensita. As propriedades mecânicas das amostras tratadas em tempos de 0,5 a 48 h mostram que o limite de escoamento (LE) variou de 1273 a 1500 MPa, limite de resistência de 1518 a 1762 MPa, alongamento uniforme (AU) de 1,9 a 2,6% e alongamento total (AT) de 3,5 a 4,2%.

As superfícies de fraturas são caracterizadas por microcavidades, ou seja, a fratura é dúctil com algumas regiões de fratura frágil. Uma maior presença de trincas pode ser observada nas interfaces de bainita e martensita.

Já para as amostras temperadas e revenidas por 450°C e 1 h as propriedades mecânicas foram 1575 MPa de limite de escoamento (LE) 1750 MPa de limite de resistência (LR) e 7% de alongamento total.

Conforme o efeito comparativo das propriedades mecânicas e a partir das figuras 5.15 a 5.17 e 5.19 pode-se concluir que as amostras temperadas e revenidas a 450°C por 1 h apresentam um menor custo de produção se comparados as amostras tratadas a 200 e 220°C por tempos de 24 e 48 h.

## **7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Investigar por microscopia eletrônica de transmissão (MET) amostras retiradas próximas a superfície de fratura para caracterizar os estados deformados e não deformados da microestrutura com o objetivo de confirmar o efeito TRIP.

Realizar a metalografia quantitativa e determinar a proporção de filmes em relação aos blocos de austenita retida. Analisar a sua influência sobre o comportamento de encruamento do aço.

Realizar ensaios de impacto e correlacionar a propriedade da tenacidade em função da fração dos constituintes formados durante os tratamentos isotérmicos.

## 8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AARONSON, H. I.; WELLS, C. Sympathetic Nucleation of Ferrite. Transactions AIME, v. 206, p. 1216-1223, 1956.
2. BHADESHIA, H. K. D. H. Bainite in Steels. 2<sup>nd</sup> ed. London: IOM Communications Ltd, 2001. 478 p.
3. HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADESHIA, H. K. D. H. Steels Microstructure and Properties. 2<sup>nd</sup> ed. London: Gray Publishing, 1995.
4. MATAS, S. J.; HEHEMANN, R. F. The Structure of Bainite Transformation in Hypoeutectoid Steels. Transactions AIME, v. 221, p. 179-185, 1961.
5. TAKAHASHI, M.; BHADESHIA, H. K. D. H. Model for Transition from Upper to Lower Bainite. Materials Science and Technology, v. 6, p. 592-603, 1990.
6. SING, S. B.; BHADESHIA, H. K. D. H. Estimation of Bainite Plate-Thickness in Low-Alloy Steel. Materials Science and Engineering A, v. 245, p. 72-79, 1998.
7. BHADESHIA, H. K. D. H.; WAUGH, A. R. Bainite: An Atom-Probe Study of the Incomplete Reaction Phenomenon. Acta Metallurgica, v. 30, p.775-784, 1982.
8. STARK, I.; SMITH, G. D. W.; BHADESHIA, H. K. D. H. The Distribution of Substitutional Alloying Elements During the Bainite Transformation. Metallurgical Transactions A, v. 21A, p. 837-844, 1990.

9. SWALLOW, E.; BHADSHIA, H. K. D. H. High Resolution Observations of Displacements Caused by Bainitic Transformation. *Materials Science and Technology*, v. 12, n. 1 - 4, p. 121-125, may 1996.
10. CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G.; BROWN, P. Very Strong Low Temperature Bainite. *Materials Science and Tecnology*, v. 18, p. 279-284, 2002.
11. KOZESCHNIK, E.; BHADSHIA, H. K. D. H. Influence of silicon on cementite precipitation in steels. *Materials Science and Technology*, v. 24, n. 3, p. 343-347, 2008.
12. BHADSHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The Bainite Transformation in a Silicon Steel. *Metallurgical Transactions A*, v. 10A, p. 895-907, 1979.
13. LESLIE, W. C. *The Physical Metallurgy of Steels*. Mc Graw-Hill. New-York, NY, 396p, 1982.
14. BHADSHIA, H. K. D. H. Very Strong Bainite, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v. 8, p. 251-257, 2004.
15. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H. Development of Hard Bainite, *ISIJ International*, v. 43, n. 8, p. 1238-1243, 2003.

16. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H. Superbainita. Una Nueva Microestructura Bainítica de Alta Resistencia, *Rev. Metal. Madrid*, v. 41, p. 186-193, 2005.
17. WANG, T. S.; LI, X. Y.; ZHANG, F. C.; ZHENG, Y. Z. Microstructures and Mechanical Properties of 60Si2CrVA Steel by Isothermal Transformation at Low Temperature, *Materials Science and Engineering A*, v. 438-440, p. 1124-1127, 2006.
18. HASE, K.; GARCIA-MATEO, C.; BHADSHIA, H. K. D. H. Bimodal Size-Distribution of Bainite Plates, *Materials Science and Engineering A*, v. 438-440, n. 25, p. 145-148, 2006.
19. CHAKRABORTY, J.; BHATTACHARJEE, D.; MANNA, I. Austempering of Bearing for Improved Mechanical Properties, *Scripta Materialia*, v. 59, p. 247-250, 2008.
20. SANTOS, D. B.; GUERRA, S. C.; PINHEIRO, I. P.; FAJARDO, F.; GONZALEZ, B. M. Formação de Bainita a Baixas Temperaturas em Aço Alto C-Si e seu Desempenho Mecânico. 64° Congresso Nacional da ABM – Belo Horizonte – MG, Julho, 2009. p. 1-11.
21. BHADSHIA, H. K. D. H. Some phase transformations in steels, *Materials Science and Technology*, v. 15, p. 22-29, 1999.

22. YANG, H.S. Low-Carbon, Low-Temperature Bainite. Pohang: Graduate Institute of Ferrous Technology/Pohang University of Science and Technology, 2008. 84p. (Master Thesis, Master of Science in the Graduate Institute of Ferrous and Technology).
23. JACQUES, P. J.; GIRAULT, E.; HARLET, Ph.; DELANNAY, F. The Developments of Cold-rolled TRIP-assisted Multiphase Steels. Low Silicon TRIP-assisted Multiphase Steels. *ISIJ International*, v. 41, n. 9, p. 1061-1067, 2001.
24. BARBACKI, A.; MIKOLAJSKI, E. Optimization of Heat Treatment Conditions for Maximum Toughness of High Strength Silicon Steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 78, p. 18-23, 1998.
25. SUGIMOTO, K.; IIDA, T.; SAKAGUCHI, J.; KASHIMA, T. Retained Austenite Characteristics and Tensile Properties in a TRIP Type Bainitic Sheet Steel. *ISIJ International*, v. 40, n. 9, p. 902-908, 2000.
26. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. Bainite in Silicon Steels: New Composition-Property Approach Part 1. *Metals Science*, v. 17, p. 411-419, 1983.
27. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The Mechanism of Bainite Formation in Steels. *Acta Metallurgica*, v. 28, p. 1265-1273, 1980.
28. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. Bainite in Silicon Steels: New Composition-Property Approach Part 2. *Metals Science*, v. 17, p. 420-425, 1983.

29. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; CHAO, J.; CAPDEVILA, C.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Mechanical Stability of Retained Austenite During Plastic Deformation of Super High Strength Carbide Free Bainitic Steels. *Journal of Materials Science*, v. 44, p. 4617-4624, 2009.
30. CABALLERO, F. G.; GARCIA-MATEO, C.; CHAO, J.; SANTOFIMIA, M. J.; CAPDEVILA, C.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Effects of Morphology and Stability of Retained Austenite on the Ductility of TRIP-aided Bainitic Steels. *ISIJ International*, v. 48, n. 9, p. 1256-1262, 2008.
31. SANTOFIMIA, M. J. La Transformación Bainítica Sin Formación de Carburos en Aceros. Madrid: Facultad de Ciencias Físicas, 2006. 223p.
32. SHERIF, M. Y.; GARCÍA-MATEO, C.; SOURMAIL, T.; BHADESHIA, H. K. D. H. Stability of Retained Austenite in TRIP-assisted Steels. *Materials Science and Technology*, v. 20, p. 319-322, 2004.
33. GARCÍA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. The Role of Retained Austenite on Tensile Properties of Steels with Bainitic Microstructures. *Materials Transactions*, v. 46, n. 8, p. 1839-1846, 2005.
34. BHADESHIA, H. K. D. H. The Dimensions of Steel. *Ironmaking and Steelmaking*, v. 34, n. 3, p. 194-199, 2007.

35. BHADSHIA, H. K. D. H. TRIP-Assisted Steels? ISIJ International, v. 42, n. 9, p. 1059-1060, 2002.
36. ANDREWS, K. W. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. Journal of Iron and Steel Institute, v. 203, p. 721-727, 1965.
37. VOORT, G. F. V. Atlas of Time-Temperatures Diagrams for Irons and Steels. ed. Metals Park, OH: ASM International. 1991. 804p.
38. DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy. 2<sup>nd</sup> ed. MCGRAW-HILL KOGAKUSHA, LTD. 774 p. 1976.
39. TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V. Effect of Microstructure on Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced-Plasticity Steels. Metallurgical Materials Transactions A, v. 35, p. 2331-2341, 2004.
40. CULLITY, B. D.; STOCH, S. R. Elements of X-ray Diffraction, 3<sup>a</sup> ed. Prentice Hall, Inc., New Jersey, 2001. p. 348-361.
41. DYSON, D. J.; HOLMES, B. Effect of Alloying Additions on the Lattice Parameter of Austenite. Journal of The Iron and Steels Institute, v. 208, p. 469-474, 1970.

42. GARCIA-MATEO, C.; PEET, M.; CABALLERO, F. G.; BHADSHIA, H. K. D. H. Tempering of Hard Mixture of Bainitic Ferrite and Austenite. *Materials Science and Technology*, v. 20, p. 814-848, 2004.
43. CABALLERO, F. G.; MILLER, M. K.; GARCIA-MATEO, C.; CAPDEVILA C.; BABU, S. S. Redistribution of alloying elements during tempering of a nanocrystalline steel. *Acta Materialia*, v. 56, p. 188-199, 2008.
44. Materials Algorithms Project (MAP), University of Cambridge: <http://www.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/mucg46-b.html>.
45. SANDVICK, B. P. J.; NEVALAINEN, H. P. Structure-Property Relationships in Commercial Low-Alloy Bainitic-Austenitic Steel with High Strength, Ductility and Toughness. *Metals Technology*, v. 8, p. 213-220, 1981.
46. MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G.; SPEER, J. G. Microstructures and Properties of Direct-Cooled Microalloy Forging Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 117, p. 324-328, 2001.
47. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. Ultra-high-strength Bainitic Steels, v. 45, n. 11, p. 1736-1740, 2005.
48. SUGIMOTO, K. I.; USUI, N.; KOBAYASHI, M.; HASHIMOTO, S. I. Effects of Volume Fraction and Stability of Retained Austenite on Ductility of TRIP-aided Dual-phase Steels. *ISIJ International*, v. 32, n. 12, p. 1311-1318, 1992.

49. CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G.; BROWN, P. Design of novel high strength bainitic steels: Part 2. *Materials Science and Technology*, v. 17, p. 517-522, 2001.
  
50. ZACCONE, M. A.; KRAUSS, G. Elastic Limits and Microplastic Response in Ultrahigh Strength Carbon Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 20A, p. 188-191, 1989.
  
51. YOUNG, C. H.; BHADESHIA, H. K. D. H. Strength of mixtures of bainite and martensite. *Materials Science and Technology*, v. 10, p. 209-214, 1994.
  
52. MIIHKINEN, V. T. T.; EDMONDS, D. V. Tensile deformation of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. *Materials Science and Technology*, v. 3, p. 432-440, 1987.
  
53. MIIHKINEN, V. T. T.; EDMONDS, D. V. Microstructural examination of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. *Materials Science and Technology*, v. 3, p. 422-431, 1987.
  
54. SAEIDI, N.; EKRAMI, A. Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 523, p. 125-129, 2009.

55. AGLAN, H. A.; LIU, Z. Y.; HASSAN, M. F.; FATEH, M. Mechanical and Fracture behavior of Bainitic Rail Steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 151, p. 268-274, 2004.
56. TOMITA, Y.; OKABAYASHI, K. Mechanical Properties of 0.40 Pct C-Ni-Cr-Mo High Strength Steel Having a Mixed Structure of Martensite and Bainite. *Metallurgical Transactions A*, v. 16A, p. 73-82, 1985.
57. CABALLERO, F. G.; CHAO, J.; CORNIDE, J.; GARCIA-MATEO, C.; SANTOFIMIA, M. J.; CAPDEVILA, C. Toughness deterioration in advanced high strength bainitic steels, v. 525, p. 87-95, 2009.
58. KUMAR, A.; SINGH, S. B.; RAY, K. K. Influence of bainite/martensite content on the tensile properties of low carbon dual-phases steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 474, p. 270-282, 2008.

