

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE UM AÇO 300M COM MICROESTRUTURA MULTIFÁSICA

Roberto Masato Anazawa, anazawa@ieav.cta.br^{1,2}

Antonio Jorge Abdalla, abdalla@ieav.cta.br¹

Tomaz Manabu Hashimoto, dmt@feg.unesp.br²

Marcelo dos Santos Pereira, marcelop@feg.unesp.br²

Gabriella Reis Carrer, gabriella.carrer@volkswagen.com.br³

¹Instituto de Estudos Avançados do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial – IEAv/DCTA
Rodovia dos Tamoios, km 5,5 – Putim – Caixa Postal 6044 – CEP 12228-970 – São José dos Campos, SP.

²Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista – FEG/UNESP
Av. Dr. Ariberto Pereira da Cunha, 333 – Caixa Postal 205 – CEP 12516-410 – Guaratinguetá, SP

³Volkswagen do Brasil Indústria de Veículos Automotores Ltda
Via Anchieta - km 23,5 - CPI 1189 - Bairro Demarchi - CEP 09823-901- São Bernardo do Campo, SP.

Resumo: *Este trabalho apresenta o estudo dos efeitos da microestrutura sobre as propriedades mecânicas de um aço de qualidade aeronáutica (AISI 300M). Este aço foi submetido à aplicação de tratamentos térmicos intercíticos e isotérmicos com o objetivo de formação de microestruturas com diferentes frações volumétricas das fases ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Para a caracterização microestrutural, as amostras foram submetidas a um triplice ataque químico (nital 2%, solução aquosa 10% de metabissulfito de sódio e reagente Le Pera) que permitiu não só identificar, mas também quantificar as fases presentes através de observações por microscopia óptica. Devido a microestrutura refinada deste aço, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) que permitiu obter micrografias de detalhes da microestrutura. A avaliação das propriedades mecânicas foi feita com base nos resultados de ensaios de tração.*

Palavras-chave: caracterização microestrutural, aços multifásicos, aço 300M.

1. INTRODUÇÃO

1.1 Aços Multifásicos

Os aços de alta resistência são, normalmente, utilizados em componentes estruturais temperados e revenidos, condições em que eles apresentam deficiências como baixa tenacidade. Por essa razão, nas últimas décadas, a atenção e os esforços têm sido focados na melhoria da tenacidade. Com esse objetivo foram desenvolvidos aços microligados, bifásicos, bainíticos e multifásicos. Os dois últimos representam o novo conceito de aços de alto desempenho estrutural com alta resistência e tenacidade.

Os aços multifásicos são obtidos por processamento termomecânicos ou térmicos e são constituídos de ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Por processos termomecânicos, a microestrutura multifásica é obtida por resfriamento contínuo, diretamente após os passes de laminação a quente. Nestes casos, os aços devem conter certos elementos de liga que retardem a transformação da austenita em ferrita e/ou perlita. Por processos térmicos, o aço é aquecido até uma temperatura intercítica e manutenção nesta temperatura por um tempo suficiente para que ocorra o equilíbrio das fases ferrítica e austenítica. Em seguida, o aço é resfriado rapidamente até uma temperatura pouco acima do início da transformação martensítica, nela permanecendo para que a austenita se transforme em bainita. Segundo Honeycombe e Bhadeshia (1995) e confirmado por todos aqueles envolvidos com a linha de pesquisa, a reação bainítica nunca se completa. Isto porque a ferrita bainítica, ao crescer, rejeita o excesso de carbono para austenita circunvizinha onde ocorre a precipitação de carboneto. Esta precipitação pode ser inibida em função da temperatura de transformação e da composição química do aço. Como consequência, a austenita residual é rica em carbono e é suficientemente estável de tal forma que não se transforma em martensita, durante o resfriamento final até a temperatura ambiente, pois a temperatura de início da transformação da martensita poderá ser muito baixa.

Os primeiros estudos comprovaram uma melhoria considerável nas propriedades mecânicas e eram restritos à comparação de propriedades, relação de resistência/ductilidade, associados com frações volumétricas e morfologia das fases, conforme Tomita (1991), Sakuma, Matlock e Krauss (1993) e Tomita e Okawa (1993). Em alguns trabalhos

como os de Koo e Thomas (1976), Furukawa et al (1979), Goel et al (1979) e Sachdev (1983), foi mencionada a contribuição da austenita retida, mas não devidamente elaborada. Na verdade a fração da austenita era sempre muito menor e, por isso, na maioria dos casos, era menosprezada.

Mais recentemente, os estudos como os de Sugimoto et al (1995), Wang e Zwaag (2001), Verlinden et al (2001), Zhao et al (2001) e Jung et al (2002), mostraram os efeitos benéficos da austenita retida em termos de alta taxa de encruamento em altas deformações uniforme e total. O entendimento deste efeito benéfico é associado a transformação da austenita retida metaestável em martensita induzida por deformação. A transformação produz aumento na densidade de discordâncias como um resultado da expansão de volume do produto transformado e as partículas duras de martensita aumentam o coeficiente de encruamento. O aumento da deformação total do material irá depender da estabilidade da austenita retida. Partículas estáveis de austenita irão transformar-se somente sob deformações mais altas e, por isso, retarda a ocorrência de instabilidade. Isso irá aumentar a deformação uniforme.

A transformação da austenita retida em martensita, induzida por deformação, é chamada de efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) e é comumente atribuída a dois diferentes mecanismos segundo Leblond, Devaux e Devaux (1989) e Marketz e Fisher (1995): (1) nucleação de variantes martensíticas auxiliada por tensão quando orientada favoravelmente e (2) deformação plástica das fases circunvizinhas devido às variações de volume e forma.

Há consenso entre os pesquisadores de que o efeito TRIP é o principal fenômeno que aumenta a relação resistência-ductilidade dos novos e assim chamados aços TRIP multifásicos.

1.2 Ataques Químicos Aplicados na Caracterização Microestrutural de Aços Multifásicos

Como a microestrutura tem efeitos expressivos nas propriedades físicas e mecânicas dos aços, é extremamente importante a caracterização com maior precisão possível das quantidades e morfologias das fases constituintes. Para revelar características de microestruturas específicas, os ataques químicos são os mais utilizados pela sua relativa facilidade e, principalmente, o baixo custo. A técnica consiste em um ataque químico seletivo em uma superfície polida do material em exame, que se baseia na corrosão controlada através da diferença de potencial eletroquímico em áreas com diferentes naturezas químicas ou físicas (Voort, 1984).

O ataque químico tem por objetivo modificar o relevo das fases por corrosão, de maneira que altere o contraste da coloração das superfícies e permita a identificação de uma ou outra fase. Estes ataques, entretanto, não mostram satisfatoriamente certos microconstituintes presentes, despertando interesse em pesquisas que possam ajudar a revelar as fases por análise metalográfica e microscopia ótica. A austenita retida, por exemplo, aparece nos aços multifásicos em frações maiores ou menores dependendo dos parâmetros do tratamento térmico. No entanto, no estudo do efeito TRIP de aços multifásicos é de fundamental importância a caracterização qualitativa e quantitativa desta fase, que outrora era desprezada (Girault et al, 1998).

O reagente mais utilizado para os aços é o nital (solução de HNO_3 e álcool etílico), que esboça o contorno de grão da ferrita, ferrita-cementita e martensita ou bainita. Quando examinado por microscopia ótica, o ataque com nital de aços que contém uma dispersão muito fina de partículas de martensita em uma matriz de ferrita dificilmente apresenta contraste visível. Entretanto, é conveniente para determinar a quantidade total de ferrita e austenita retida. O ataque com nital mostra com clareza, nas áreas brancas, a ferrita e austenita e, nas áreas escuras, martensita, bainita e perlita.

Com o surgimento do aço de alta resistência com estrutura multifásica complexa somente o ataque com nital não é suficiente para revelar diferentemente todas as fases que são encontradas neste tipo de aço.

LePera (1979) trabalhou no progresso dos contrastes utilizando vários ataques. O que apresenta melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfito de sódio, chegando assim a uma mistura, de 1% de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) diluído em água e 4% de ácido pícrico ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3\text{OH}$) diluído em álcool etílico, denominado reagente LePera. Com esse ataque, a martensita aparece branca, a bainita preta e a ferrita aparece marrom e, em muitos casos, os contornos de grãos não são fortemente delimitados. Neste ataque verificou-se que a composição química do material exerce forte influência sobre a estrutura que será revelada e os contornos de grão não ficam sempre bem evidentes; este último problema foi resolvido com um pré-ataque de nital a 2%.

LePera (1980) propôs um segundo método que consistiu no aperfeiçoamento do anterior. Desta vez, o reagente utilizado na seqüência de polimento e pré-ataques, em substituição ao nital, foi a solução 4% de ácido pícrico em etanol. Após dois a três pré-ataques e polimentos a amostra sofre um polimento final para, então, ser atacada com reagente LePera, obtendo a martensita branca, bainita preta e a ferrita marrom.

Girault et al. (1998) aperfeiçoaram a técnica de LePera, adequando para observar quatro fases simultaneamente de aços multifásicos. Os resultados obtidos foram: a ferrita assume uma coloração azul esverdeada (ou marrom clara), a bainita aparece marrom escuro e a martensita, bem como a austenita retida, permanecem brancas. Observaram que as superfícies das amostras metalográficas podem ser mais ou menos sensíveis ao ataque do reagente em função da composição química do aço. Se após o ataque químico a superfície da amostra tender para uma coloração azul, isto significa segundo os autores, que a mistura requer uma proporção ligeiramente superior da solução de ácido pícrico. Se por outro lado a superfície apresentar uma tendência para coloração marrom, é necessária uma pequena adição da solução de metabissulfito de sódio.

Uma das evoluções mais significativas da metalografia foi a identificação de fases presentes nos materiais através de micrografias coloridas. Frequentemente, a determinação de fases que não pode ser realizada através de fotomicrografias padrão, produzidas em preto e branco ou em escala de cinzas, pode ser feita quando é aplicada uma escala de cores (Amar, Speer e Matlock, 2003). Além disso, o alto custo associado ao processamento convencional de

fotografias coloridas e as dificuldades específicas na preparação das amostras têm restringido a aplicação da análise metalográfica por cores como uma ferramenta de controle de qualidade padrão para a avaliação de materiais, tanto nos centros de pesquisa e desenvolvimento como nas linhas de produção. Contudo, evoluções tecnológicas, associadas com a fotografia digital, e as melhorias nos sistemas digitais de armazenamento de imagens, tornaram possível a aquisição de imagens coloridas de elevada qualidade, por técnicas de microscopia ótica, com custos bastante reduzidos.

Este trabalho tem por objetivo realizar a caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica obtida com a realização de tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. A caracterização microestrutural foi feita por técnica de tríplex ataque químico com nital 2%, solução aquosa 10% de metabissulfito de sódio e reagente LePera (Pereira, 2004, Hashimoto, 2004). A quantificação das fases foi feita por análises de imagens obtidas por um microscópio óptico, aproveitando as melhores características de cada reagente. A avaliação e a relação das propriedades mecânicas com as diversas microestruturas formadas foram feitas através dos resultados de ensaios de tração.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Estudou-se um aço de ultra-alta resistência, o 300M, utilizado na confecção de envelopes motores (propulsores) do Veículo Lançador de Satélites (VLS) e alguns veículos de sondagem, os quais fazem parte do Programa Espacial Brasileiro. A sua composição química é apresentada na Tab. 1.

Tabela 1 – Composição química do aço 300M (% em massa)

Elementos de Liga	C	S	P	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	V	Cu
% em massa	0,39	0,0005	0,009	1,78	0,76	0,76	1,69	0,40	0,003	0,08	0,14

Para o estudo da determinação de austenita retida utilizou-se um roteiro de tratamentos térmicos baseado no estudo feito por Tomita e Okawa (1993), que estudando o mesmo tipo de aço, obtiveram quantidade de austenita retida na faixa de 2 a 22%. Os corpos-de-prova receberam um tratamento inicial de recozimento pleno para eliminar os efeitos de laminação. Foram aquecidos a 900°C, mantido por 2 horas e resfriados ao forno até a temperatura ambiente. O primeiro lote foi mantido na condição de recozido. Os outros lotes foram submetidos ao seguinte roteiro de tratamentos térmicos:

A) Aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 320°C, mantido por 20 minutos e resfriado em óleo (IT320°C);

B) Aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo (IT350°C);

C) Aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um outro forno a 370°C, mantido por 23 minutos e resfriado em óleo (IT370°C);

D) Aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um outro forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo (IT400°C);

E) Aquecimento a 760°C, mantido por 15 minutos e resfriado em óleo (IC760°C) e

F) Tratamento térmico de têmpera e revenimento convencional: aquecimento na temperatura de 900°C por uma 1 hora, resfriado em óleo e aquecimento na temperatura de 300°C por 2 horas.

O esquema da Fig. 1 representa os ciclos de tratamentos térmicos que foram aplicados nos corpos-de-prova.

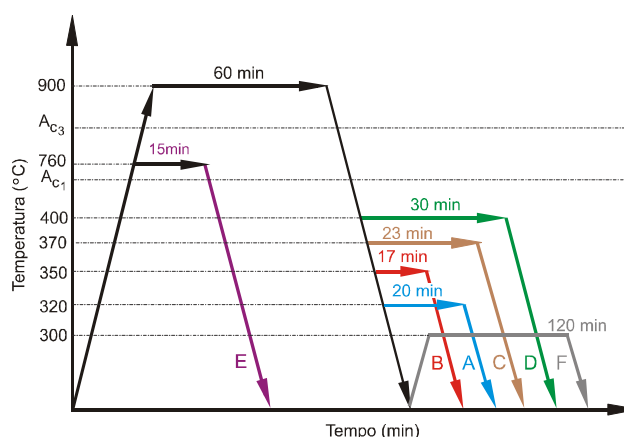


Figura 1 – Gráfico esquemático dos tratamentos aplicados.

Foram preparadas amostras metalográficas de cada condição de tratamento aplicado ao aço, seguindo procedimento convencionais de corte, embutimento, lixamento e polimento, além de tomar precauções como limpeza, secagem e armazenamento. Na falta de um reagente químico adequado para caracterizar todos os constituintes de uma

microestrutura multifásica, neste trabalho foi utilizada uma técnica de tríplice ataque químico com reagentes já conhecidos como nital, solução de metabissulfito de sódio e reativo de LePera.

Inicialmente as amostras foram atacadas com nital 2%. Como esperado, este reagente revelou duas colorações distintas que foram quantificadas, sendo as áreas brancas, sabidamente, constituídas de ferrita e austenita retida e as áreas pretas constituídas de martensita, bainita e perlita. A presença da perlita foi considerada nula nas condições de tratamentos térmicos realizados.

Para possibilitar a distinção entre austenita retida e ferrita, após eliminar todos os vestígios de nital, as amostras foram atacadas com solução aquosa de metabissulfito de sódio – 10g $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ em 100ml de água destilada. Este reagente, como é sabido, ataca e escurece todas as fases, exceto a austenita retida, mantendo-a branca. Determinada as frações volumétricas da austenita retida, por subtração, pode-se separar a fase ferrita, a partir dos resultados obtidos com o ataque de nital.

Finalmente, após eliminar todos os vestígios do reagente anterior, as amostras foram atacadas com o reativo LePera que é uma mistura, em partes iguais, de solução aquosa 1% de metabissulfito de sódio com solução 4% de ácido pícrico em álcool etílico. Da mesma forma que nos ataques anteriores, é sabido que este reagente ataca a ferrita, tornando-a marrom clara, a bainita, tornando-a marrom escuro e o constituinte MA (martensita + austenita retida) permanece branco brilhante. É conhecido também que, dependendo das condições de ataque e composição química do aço, muitas vezes, a distinção entre ferrita e bainita torna-se muito difícil, permitindo apenas a quantificação com boa precisão do constituinte MA.

Os três ataques permitiram a formulação de um sistema de quatro equações com quatro incógnitas, o que possibilitou a determinação da fração volumétrica de cada uma das fases.

Após cada ataque, a amostra foi imediatamente observada ao microscópio óptico de marca Nikon, modelo Epiphot 200, onde é acoplada uma câmera para aquisição de imagens. Foram capturadas vinte imagens de cada amostra, como estabelece a norma ASTM E-1382, com um aumento de 1000X (objetiva de 100X e adaptador de 10X) com o auxílio do programa *Spot Insight*. O processamento (captura e armazenamento) e a quantificação das fases foram utilizados o programa *Image J (Image Processing and Analysis in Java)*. O *Image J* consiste em um programa que possui ferramentas pré-programadas para as principais formas de manipulação de imagens e filtros e manipulação de níveis de cinza, cálculos com imagens. Este programa é de acesso livre e gratuito, podendo ser obtido pela Internet (<http://rsb.info.nih.gov/ij>).

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi feita em um microscópio eletrônico de varredura LEO 451 VPi. Foram adquiridas imagens com aumentos de 2000, 7000, 15000 e 20000 vezes para cada condição, com o método de elétrons retro-espalhados (*back scattering electrons – BSE*). As amostras analisadas ao MEV foram preparadas conforme procedimentos metalográficos descritos anteriormente para a caracterização em microscopia óptica. Para melhor visualização das fases, as amostras foram atacadas com nital 2% durante um tempo de 10 a 15s, o ataque foi interrompido com água em abundância, em seguida as amostras foram secas com algodão embebido em álcool. Antes da análise as amostras foram mantidas sob vácuo para eliminar a umidade.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina MTS 810.23 com 250 kN de carga. No ensaio de tração foram avaliados os seguintes parâmetros: 1) limite de escoamento: foi considerada a tensão que produz uma deformação permanente de 0,2%. Este método é utilizado quando a curva tensão versus deformação apresenta escoamento contínuo; 2) limite de resistência à tração: calculada pelo carregamento máximo aplicado durante o ensaio, dividido pela área inicial do corpo-de-prova e 3) alongamento: calculado pela variação percentual no comprimento da região útil do corpo-de-prova, antes e após o rompimento.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Tratamentos Térmicos

Inicialmente o aço como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico possui microestrutura perlítica e outras fases em menor proporção, esta é uma estrutura de grãos refinados composta por pequenas partículas de cementita, uniformemente dispersas, embutidas em uma matriz contínua de ferrita.

As microestruturas multifásicas do aço 300M foram obtidas através do aquecimento a 900°C por 1 hora (temperatura de austenitização) com transformações isotérmicas a 320, 350, 370 e 400°C onde a austenita se transforma lentamente em bainita. Durante o resfriamento em óleo, parte da austenita se transforma em martensita e outra parte se conserva (austenita retida). A microestrutura resultante é composta de bainita, martensita, austenita retida e provavelmente ferrita. A quantidade de cada fase presente é influenciada pelo tempo e pela temperatura em que o material é mantido no patamar de transformação isotérmica. Quanto menor o tempo e a temperatura deste patamar, menor a quantidade de austenita retida (Kim et al, 2001). É correto ressaltar que quanto maior o tempo na temperatura de austenitização, maior o tamanho de grão na microestrutura final.

Através do aquecimento à temperatura intercrítica de 760°C seguido pelo resfriamento em óleo, obtém-se uma microestrutura multifásica, onde coexistem as fases austenita retida, ferrita, martensita e bainita.

O tratamento de têmpera e revenimento convencional (TRC) fazem com que haja a formação de martensita revenida, com um pouco de austenita retida. O aquecimento à temperatura de austenitização propicia a formação de

austenita, com o resfriamento em óleo (brusco), esta austenita se transforma em martensita (têmpera), em seguida o revenimento tem o papel de aliviar as tensões na microestrutura do material.

3.2 Caracterização Microestrutural

3.2.1 Microscopia óptica

O primeiro ataque foi feito com nital 2%. O nital é usualmente aplicado na revelação de microestruturas de aços ao carbono, apresentando alguma limitação na identificação de determinadas fases, especialmente quando elas existem simultaneamente, como é o caso nos aços multifásicos. As amostras atacadas com nital tendem a diferenciar basicamente duas tonalidades de cinza: a mais clara corresponde a ferrita e austenita retida, a mais escura corresponde a martensita, bainita e perlita. Este primeiro ataque é utilizado principalmente para revelar os contornos de grãos. Nas amostras atacadas com este reagente observou-se que a microestrutura apresenta-se bastante complexa, com muitas fases e formato acicular ou em ripas (martensita) como é evidenciado na Fig. 2. A Fig. 2 exibe uma micrografia obtida através de microscopia óptica da microestrutura do aço 300M recozido, após ataque de nital 2%. Este aço apresenta alta temperabilidade e, mesmo recozido, apresenta uma estrutura bastante refinada e complexa. As microestruturas apresentam-se bastante complexas com diversos microconstituintes. As regiões mais escuras (cinza e preto) são constituídas de martensita e bainita, as regiões mais claras apresentam porções de ferrita e austenita retida.

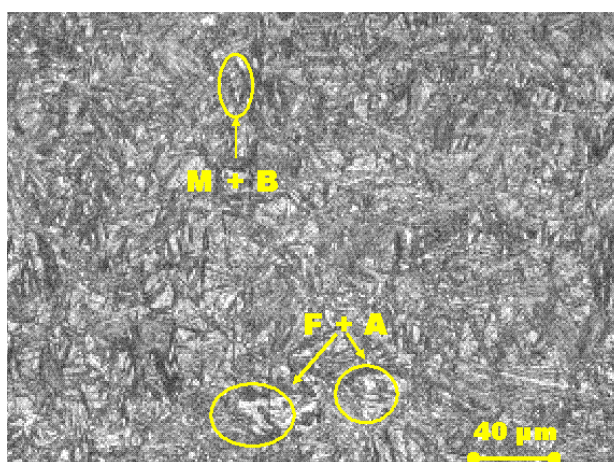


Figura 2 – Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M recozido, após ataque com nital 2%.
A=austenita retida, B=bainita, F=ferrita e M=martensita.

O segundo ataque foi realizado com solução aquosa a 10% de metabissulfito de sódio. O objetivo principal deste ataque é destacar a austenita retida. Ao ser submetido à solução de metabissulfito de sódio, ocorre um ataque na superfície das amostras de forma que apenas a região com austenita retida não seja atacada, tornando-se branca, ao ser analisada ao microscópio óptico. As outras regiões adquirem tonalidades mais escuras, e podem tomar colorações cinza, azul ou marrom.

A Fig. 3 apresenta a micrografia do aço 300M obtido por microscopia óptica, na condição IT 370°C. As áreas claras representam a austenita retida e as outras regiões (áreas escuras) predominantemente a bainita e martensita.

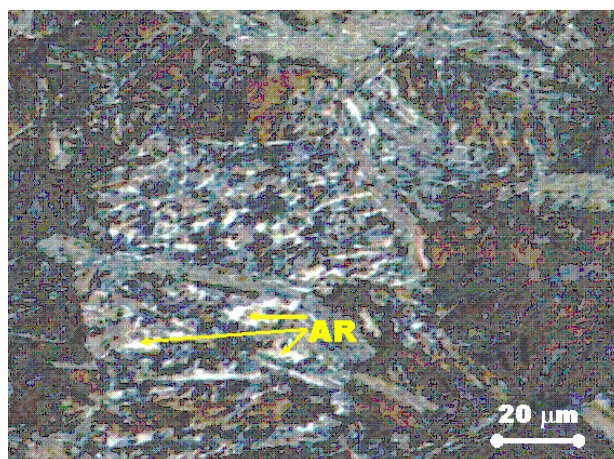


Figura 3 – Micrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M na condição IT 370°C, após ataque com metabissulfito de sódio. AR=austenita retida.

O terceiro ataque foi feito com o reagente LePera. Normalmente, quando se realizam ataques químicos para a observação por microscopia óptica, a bainita é de difícil visualização. O ataque com o reagente LePera contribui principalmente para identificar a bainita que aparece numa tonalidade marrom mais escura. Por meio deste ataque, a ferrita pode aparecer com tonalidade de azul ou marrom claro e a martensita mais a austenita retida aparecem com áreas claras, Essas características podem ser visualizadas nas Figs. 3a e 3b. A Fig. 3a apresenta a micrografia do aço 300M na condição IT 370°C, após ataque com reagente LePera. Ocorreu a formação predominante de bainita superior (cor marrom) formada na temperatura de 370°C. Uma mistura de martensita e austenita retida está representada nas regiões azuis esbranquiçadas. A micrografia da Fig. 3b apresenta a microestrutura do aço 300M na condição IC 760°C. Representa uma microestrutura multifásica, com ferrita (azul), bainita (marrom escura) e martensita mais a austenita retida (branca).

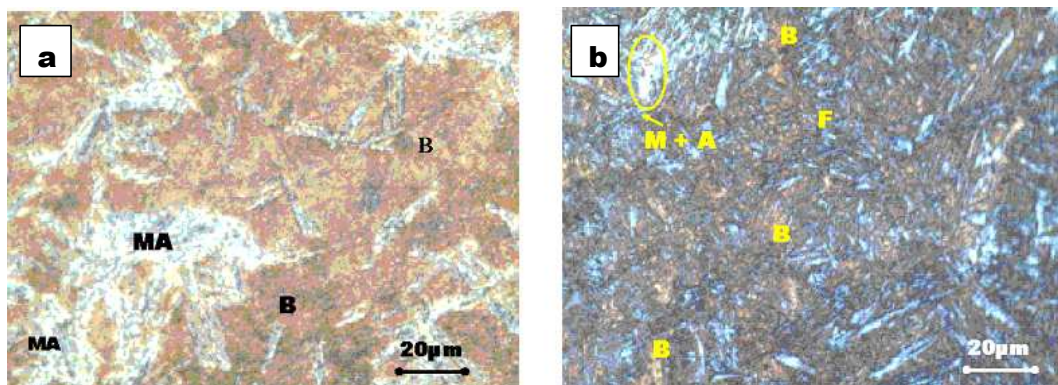


Figura 3 – Fotomicrografia obtida por microscopia óptica do aço 300M, após ataque com reagente LePera nas condições: a) IT 370°C e b) IC 760°C. B=bainita, F=ferrita e M+A=martensita mais austenita retida.

Com os resultados dos três ataques foi possível uma formulação de um sistema de quatro equações com quatro incógnitas e deduzir os resultados individuais de frações volumétricas de todas as fases presentes no aço para cada tipo de tratamento térmico utilizado. Fez-se a caracterização microestrutural pelo triplice ataque, quantificação de cada fase foi feita utilizando o software *Image J*. Os resultados são apresentados na Tab. 2.

Tabela 2 – Fração volumétrica das fases presentes.

Tratamento Térmico	Bainita (%)	Ferrita (%)	Martensita (%)	Austenita Retida (%)
Recozido	78±8	5±4	8±2	7,3±2
IT 320°C	86±4	*	4,3±1	9,0±3
IT 350°C	76±9	*	4,4±4	18,4±5
IT 370°C	76±9	*	3,7±3	21,8±7
IT 400°C	78±6	*	2,2±2	21,2±4
IC 760°C	61±10	22±7	12,0±2	4,1±0,5
TRC	53±11	6±5	36,9±2	3,1±2

Nota-se a predominância de bainita principalmente nas amostras onde se utilizou a permanência em temperaturas isotérmicas (320, 350, 370 e 400°C). A microestrutura obtida no tratamento IC 760°C apresenta a fase ferrita, bainita e martensita em maior proporção e no aço temperado e revenido convencional (TRC), a estrutura é composta basicamente de martensita e bainita. O aumento da fração volumétrica de ferrita observada no tratamento térmico IC 760°C, é justificada pela permanência deste aço na temperatura intercrítica de 760°C por 15 minutos, onde a ferrita forma-se e não se transforma no resfriamento posterior.

3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nesse trabalho, o aço 300M apresentou uma microestrutura muito refinada, sendo necessário um aumento igual ou superior à 1000 vezes para que se obtivesse uma imagem adequada para a realização de algumas análises metalográficas. Como alternativa, foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV). O ataque químico utilizado foi o nital 2% com tempo de exposição de em média 15s.

As Figs. 4a e 4b apresentam as micrografias obtidas por MEV da microestrutura do aço 300M, como fornecido, sem a aplicação de tratamento térmico, com ampliações de 1000 e 2000 vezes, respectivamente, apresentando a ferrita e a cementita em forma lamelar típica da perlita (as linhas brancas correspondem à cementita). A perlita não é uma fase, e sim, uma mistura mecânica da ferrita e cementita, que ocorre sob a forma de lamelas paralelas, como pode ser observado nestas figuras.

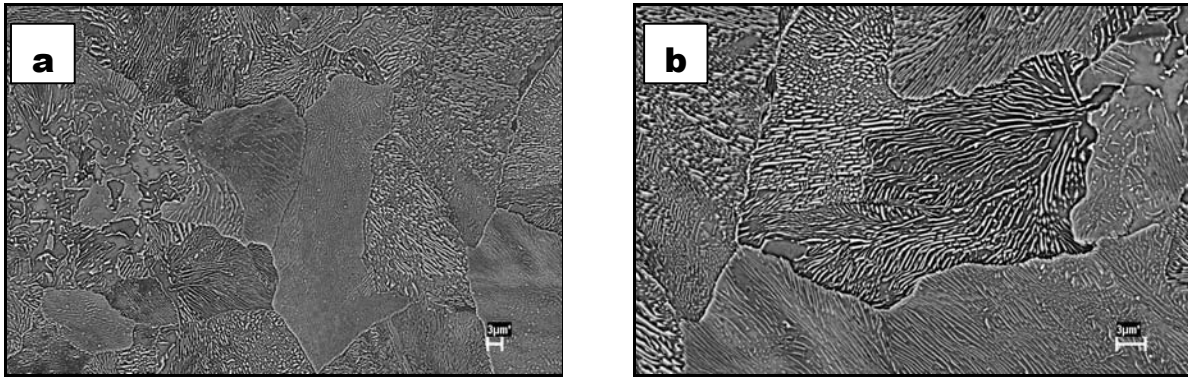


Figura 4 – Fotomicrografias obtidas por MEV do aço 300M como fornecido sem a aplicação de tratamento térmico. Ataque químico: nital 2%. a) Ampliação: 1000 vezes e b) Ampliação: 2000 vezes.

A análise por MEV das microestruturas multifásicas evidenciaram o aparecimento da estrutura em diferentes tonalidades de cinza. A tonalidade de cinza escura identifica a presença da ferrita e bainita. A tonalidade cinza claro destaca a martensita e austenita retida aparece com coloração branca.

Na fotomicrografia da Fig. 5, a martensita é identificada por apresentar-se na superfície cinza clara com uma superfície rugosa. A austenita retida aparece com tonalidade clara (quase branca), porém com uma superfície lisa e homogênea. A bainita, diferente das fases anteriores, surge com morfologia acicular, intercalada pela ferrita acicular, com uma coloração cinza escura. Pela temperatura de manutenção (400°C) trata-se da bainita superior com austenita retida.

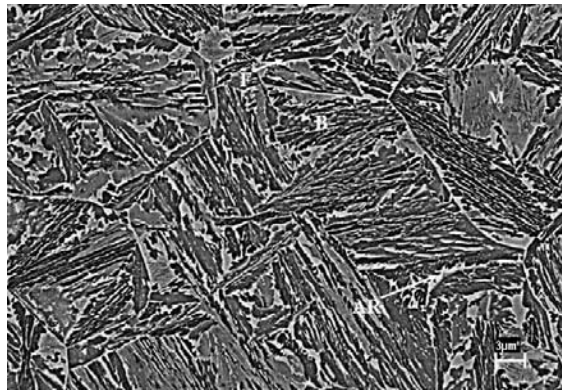


Figura 5 – Fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição IT 400°C. Ampliação: 2000 vezes. Ataque químico: Nital 2%. AR=austenita retida, B=bainita, F=ferrita e M=martensita.

A Fig. 6a apresenta a fotomicrografia obtida por MEV do aço 300M na condição IT 350°C, com ampliação de 2000 vezes. A microestrutura é muito refinada e complexa. Para permitir a visualização de mais detalhes das fases que constituem esta microestrutura foram feitas ampliações maiores, como pode ser visualizado na Fig. 6b: a região assinalada na Fig. 6a, com uma ampliação maior (7000 vezes), apresenta mais detalhes de todas as fases como austenita retida (lâminas em tons brancos), bainita, ferrita e martensita, permitindo uma melhor identificação dessas fases.

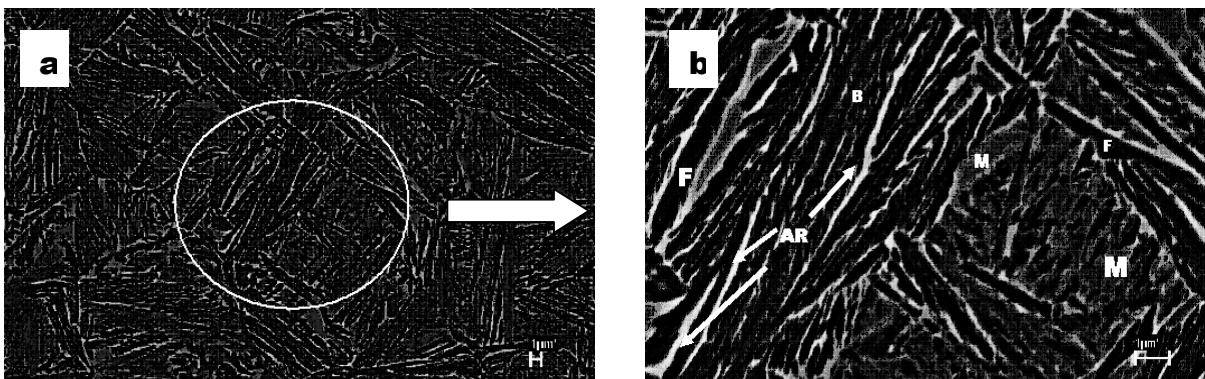


Figura 6 – a) Micrografia obtida por MEV do aço 300M na condição IT 350°C. Ampliação: 2000 vezes. b) Micrografia apresentando a ampliação da área delimitada do círculo da Fig. 6a. Ampliação: 7000 vezes. Ataque químico: nital 2%. AR=austenita retida, B=bainita, F=ferrita e M=martensita.

3.2.3 Ensaio de Tração

A Fig. 7 apresenta as curvas de tensão versus deformação dos ensaios de tração para os casos estudados.

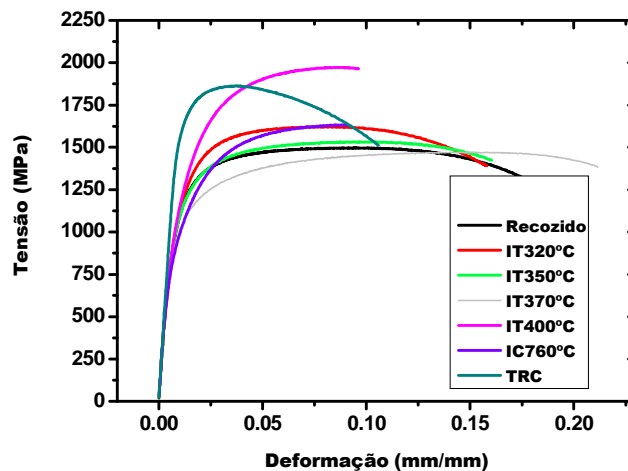


Figura 7 – Medidas de tração.

Pela análise dos resultados obtidos nos ensaios de tração, podem ser determinadas as seguintes propriedades mecânicas do aço multifásico: limite de escoamento (σ_e), limite de resistência à tração (σ_{res}), alongamento e estricção. Os resultados estão apresentados na Tab. 3, em que são listadas as propriedades mecânicas.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas do aço 300M.

Tratamento Térmico	σ_e (MPa)	σ_{res} (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
Recozido	951±12	1496±25	16,2±1,8	35,3±4,6
IT320°C	1067±11	1615±25	10,0±0,9	35,0±4,4
IT350°C	950±10	1528±23	11,8±1,2	29,2±4,0
IT370°C	1006±11	1469±21	14,7±1,3	28,8±3,3
IT400°C	1186±12	1970±34	10,9±1,1	11,1±2,9
IC760°C	893±10	1635±27	7,6±0,7	9,9±1,0
TRC	1598±25	1871±29	7,3±0,6	29,5±3,5

Os tratamentos térmicos aplicados resultaram em aumento nas propriedades mecânicas, para a maior parte dos casos estudados. Nota-se também uma redução da ductilidade, medida pelo alongamento e estricção.

O maior valor atingido para o limite de resistência foi encontrado para o tratamento IT 400°, com microestrutura predominantemente bainítica (bainita superior) seguido do aço tratado na condição TRC, com vantagem de que o primeiro apresenta um alongamento um pouco superior. Este efeito está associado à presença de austenita retida em torno de 26%, evidenciando a atuação do efeito TRIP. Um outro efeito que devemos levar em conta é que, além da microestrutura bainítica, o tempo de permanência na temperatura de 400°C, parece ter provocado a precipitação de carbonetos, contribuindo para o aumento da resistência.

Através do tratamento térmico IT 370°C não foi observado ganhos na resistência mecânica em comparação com o aço recozido. Nos outros tratamentos isotérmicos (320 e 350°C) ocorreu uma pequena elevação no limite de resistência, porém com a perda da ductilidade.

No tratamento intercrítico IC 760°C proporcionou um aumento no limite de resistência, semelhante ao aço na condição IT 320°C (com predomínio bainítico), porém, apesar da microestrutura apresentar 22% de ferrita (fase dúctil), ela não contribuiu para melhorar o alongamento do aço na condição intercrítica.

4. CONCLUSÕES

Com relação à caracterização microestrutural e mecânica do aço 300M, de acordo com os resultados obtidos, podem ser apresentadas as seguintes conclusões:

- Com o conjunto de rotas de tratamentos térmicos foi possível a obtenção de microestruturas multifásicas, com ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Os ensaios de tração permitiu observar que alguns tratamentos térmicos possibilitaram combinações de propriedades mecânicas vantajosas (associação de elevadas resistência a tração e mantendo níveis aceitáveis de ductilidade);

- A microscopia óptica, associada à técnica de tríplice ataque químico, mostrou-se uma forte ferramenta na caracterização das amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos e permitiu a quantificação das fases presentes;
- A microscopia eletrônica (MEV) também se mostrou bastante útil para revelar detalhes das fases presentes, sendo eficiente para caracterização de morfologia e topografia da superfície, porém não permite contraste de cor, dificultando a quantificação das fases por análise de imagens.

5. REFERÊNCIAS

- Amar, K., Speer, J. G., Matlock, D. K., 2003, "Color tint-etching for multiphase steels", *Advanced Materials & Processes*, vol. 161, nº 3, pp. 27 – 30.
- Furukawa, T et al., 1979, "Process factors for highly ductile dual-phase steel sheet". In: *Structure and properties of dual-phase steel*, Warrendale, R. A. Kot and J. W. Morris, pp. 281 – 298.
- Girault E. et al, 1998, "Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels", *Materials Characterization*, New York, vol. 40, pp. 111 – 118.
- Goel, A., Ray, R. K., Murty, G. S., 1979, "Bauschinger effect in a dual-phase", *Scripta Metallurgica*, London, vol. 17, pp. 375 – 380.
- Hashimoto, T. M., 2004, "Caracterização mecânica e microestrutural de um aço médio carbono com estruturas bainíticas e multifásicas", 98 p. Tese (Livre Docência) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista.
- Honeycombe, R. W. K., Bhadeshia, N. K. D. H., 1996, "The bainitic reaction". In: *Steels: Microstructures and properties*, London, E. Arnold, pp. 115 – 139.
- Iung, T. et al., 2002, "Detailed study of the transformation mechanisms in ferrous TRIP-aided steels", *Steels Research*, vol. 73, nº 6 – 7, pp. 218 – 224.
- Kim, S. J. et al., 2001, "Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0,15wt pct C transformation – induced plasticity – aided cold – rolled steels sheets", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Warrendale, vol. 32A, pp. 505 – 513.
- Koo, J. Y., Thomas, G., 1976, "Thermal cycling and microstructures for improved properties of Fe – 0,12%C – 0,5Mn steels", *Materials Science and Engineering A*, Lausanne, vol. 24, pp. 187 – 198.
- Leblond, J. B., Devaux, J., Devaux, J. C., 1989, "Mathematical-modeling of transformation plasticity in steels - case of ideal-plastic phases", *International Journal of Plasticity*, London, vol. 5, nº 6, pp. 551 – 572.
- LePera, F. S., 1979, "Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels", *Metallography*, vol. 12, pp. 263 – 268.
- LePera, F. S., 1980, "Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steels", *Journal of metals*, vol. 32, pp. 38 – 39.
- Marketz, F., Fischer, F. D., 1995, "A mesoscale study on the thermodynamic effect of stress on martensitic transformation", *Metallurgical Transactions A*, Warrendale, vol. 26, pp. 267 – 278.
- Pereira, M. S., 2004, "Caracterização microestrutural e mecânica de um aço multifásico, em consonância com o projeto ULSAB – AVC", 138p., Tese (Livre Docência) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista.
- Sachdev, A. K., 1983, "Effect of retained austenite on the yielding and deformation behavior of a dual-phase steel", *Acta Metallurgica*, vol. 31, pp. 2037 – 2042.
- Sakuma, Y., Matlock, D. K., Krauss, G., 1993, "Effect of molybdenum on microstructure and mechanical properties of intercritically annealed and isothermally transformed low carbon steel", *Materials Science and Technology*, London, vol. 9, pp. 718 – 724.
- Sugimoto, K. et al., 1995, "Influence at deformation temperature on the Bauschinger effect of a TRIP-aided dual-phase steel", *Materials Transactions*, Kobe, vol. 36, nº5, pp. 632 – 638.
- Tomita, Y., 1991, "Effect of martensite morphology on mechanical properties of low alloy steels having mixed structure of martensite and lower bainite", *Materials Science and Technology*, London, vol. 7, pp. 299 – 306.
- Tomita, Y., Okawa, T., 1993, "Effect of microstructure on mechanical properties of isothermally bainite-transformed 300M steel", *Materials Science and Engineering A*, Lausanne, vol. 172, pp. 145 – 151.
- Voort G. F. V., 1984, "Metallography: Principles and Practice", New York: Mc Graw-Hill, 752 p.
- Verlinden, B. et al., 2001, "Austenite texture and bainite/austenite orientation relationships in TRIP steel", *Scripta Materialia*, New York, vol. 45, pp. 909 – 916.
- Wang, J., Vander Zwaag, S., "Stabilization mechanism of retained austenite in transformation-induced plasticity steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Warrendale, vol. 32A, pp. 1527 – 1539.
- Zhao, L. et al., 2001, "Magnetic and X-ray diffracting measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels", *Materials and Science Engineering A*, Lausanne, vol. 313, pp. 145 – 152. Verlinden et al (2001)

MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A MULTIPHASE 300M STEEL

Roberto Masato Anazawa, anazawa@ieav.cta.br¹

Antonio Jorge Abdalla, abdalla@ieav.cta.br¹

Tomaz Manabu Hashimoto, dmt@feg.unesp.br²

Marcelo dos Santos Pereira, marcelop@feg.unesp.br²

Gabriella Reis Carrer, gabriella.carrer@volkswagen.com.br³

¹Instituto de Estudos Avançados do Comando Geral de Tecnologia Aeroespacial – IEAv/CTA
Rodovia dos Tamoios, km 5,5 – Putim – Caixa Postal 6044 – CEP 12228-970 – São José dos Campos, SP.

²Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista – FEG/UNESP
Av. Dr. Ariberto Pereira da Cunha, 333 – Caixa Postal 205 – CEP 12516-410 – Guaratinguetá, SP.

³Volkswagen do Brasil Indústria de Veículos Automotores Ltda
Via Anchieta - km 23,5 - CPI 1189 - Bairro Demarchi - CEP 09823-901- São Bernardo do Campo, SP.

Abstract: *This paper reports the study of the effects of the microstructure on the mechanical properties of an aircraft grade steel (AISI 300M). This steel was subjected to the application of intercritically and isothermally heat treatments for the purpose of build-up microstructures having different volume fractions of the ferrite, bainite, martensite and retained austenite phases. For microstructural characterization the specimens have been subjected to a triple chemical etching (2% nital, 10% sodium metabisulfite and LePera reagent) which allowing not only identify, but also quantify the phases present through observations by light optical microscopy. Due to the refined microstructure of the subject steel, an scanning electron microscope (SEM) was employed, which enabled obtaining further details on the microstructure. The evaluation of the mechanical properties was done based on tensile tests results.*

Key-words: microstructural characterization, multiphase steels, 300M steel.