UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

Roberto Ramon Mendonça

**Têmpera e Partição de Aço Baixa Liga com
Pré-Microestrutura bainítica**

São Carlos
2019

Roberto Ramon Mendonça

**Têmpera e Partição de Aço Baixa Liga com
Pré-Microestrutura bainítica**

Versão Original

Tese apresentada na Escola de Engenharia de
São Carlos - Universidade de São Paulo - para
obtenção do título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento,
Caracterização e Aplicação de Materiais

Orientadora: Prof. Dr. Luralice de Campos
Franceschini Canale

São Carlos
2019

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues
Fontes da EESC/USP

M539t Mendonça, Roberto Ramon
 Têmpera e partição de aço baixa liga com pré-
 microestrutura bainítica / Roberto Ramon Mendonça;
 orientadora Lauralice de Campos Franceschini Canale. -- São
 Carlos, 2019.

 Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em
 Engenharia Ciência e Engenharia de Materiais e Área de
 Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação
 de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos da
 Universidade de São Paulo, 2019.

 1. Pré-microestrutura bainítica. 2. Austenita retida.
 3. Têmpera e partição. 4. Efeito TRIP. 5. Bainita livre de
 carbonetos. I. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Tecnólogo **ROBERTO RAMON MENDONÇA**.

Título da tese: "Têmpera e partição de aço baixa liga com pré-microestrutura bainítica".

Data da defesa: 01/11/2019.

Comissão Julgadora:

Resultado:

Profa. Titular **Lauralice de Campos Franceschini Canale**
(Orientadora)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Titular **Luiz Carlos Casteletti**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Dr. **Mauricio Angeloni**
(FATEC/Sertãozinho)

APROVADO

Prof. Dr. **Artur Mariano de Sousa Malafaia**
(Universidade Federal de São João del-Rei)

Aprovado

Prof. Dr. **José Eduardo Spinelli**
(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais:

Prof. Associado **Marcelo Falcão de Oliveira**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:

Prof. Titular **Murilo Araujo Romero**

**“Não importa o que aconteceu com você, mas o que você
fez com aquilo que aconteceu com você.”**

Jean-Paul Satre

DEDICATÓRIA

**Aos meus pais Tercio e Elisabete e a todos os que, direta ou indiretamente, ofereceram
alguma contribuição durante meu período de doutorado**

AGRADECIMENTOS

Agradeço a meus pais, Tercio Mendonça e Elisabete M.D. Mendonça, e a minha irmã Juliana Mendonça, pelo apoio ao longo da minha jornada.

A minha namorada Gabriela Gonçalves Ferreira, pela paciência e companheirismo.

Um agradecimento especial a minha orientadora Dr. Luralice C.F. Canale, pelo apoio paciente e por ter acreditado em mim.

Ao professor Dr. Luis Carlos Casteletti, pela co-orientação informal, fundamental para este trabalho.

A todas as empresas, departamentos e universidades que apoiaram e acreditaram no projeto:

- Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo – Campus São Carlos - juntamente com os professores Dr. Carlos Alberto Fortulan e Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto e os servidores Victor Luiz Barioto, Priscila Granato, Pedro de Lorenzo, André, Douglas Bon, José Augusto Lopes da Rocha e demais.
- Faculdade de Tecnologia de Sertãozinho (FATEC) juntamente com o atual diretor Maurício Angeloni, os técnicos Edson Boldrin e Márcia Gomes, os professores Alessandro Fará, Otávio Gamboni, Omar Maluf e todos os servidores.
- Instituto Federal de São Paulo (IFSP), Universidade de Óduba juntamente com a Dr. Marosi Ildikó e o Dr. Felde Imre.
- Rassini NHK, pelo fornecimento de material com a ajuda do gerente responsável João Gilberto Lúcio.
- Durferrit, pela disponibilidade em realizar os tratamentos térmicos com a ajuda do atual diretor Danilo Assad Ludewigs e o técnico Carlos Antônio.
- Mariano & Monteiro Ltda, pelo auxílio em toda a parte de usinagem do projeto.
- CCM Estruturas Metálicas com o diretor Paulo Vitor de Vilhena Moraes.

Agradeço aos amigos Ricardo Henrique Buzolin, Nelson Campos, Fernanda Venturin, Etleva Kalemi, Graham Price, João Fiore Lovo, Izaura Maria Nogueira, Virgínia Gonzaga, Heloísa de Aquino, Tamiris de Paula Anjoletto, Patrícia Nascimento, Luigi Mazzucco, José Carlos Ruiz Peres, Nora Mazziero Bianco e família e aos mentores Carlos Martins Delgado Neto, Eduardo Nogueira da Graça e Eros Silva.

RESUMO

MENDONÇA, R.R. **Têmpera e partição de aço baixa liga com pré-microestrutura bainítica**. 2019. 175p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Os aços temperados e particionados têm despertado interesse no que se refere ao equilíbrio entre resistência e ductilidade, comumente representado pelo índice PSE (produto da resistência pelo alongamento). A estabilização da austenita retida em baixas temperaturas pode provocar o fenômeno da plasticidade induzida por transformação (efeito TRIP). Com o surgimento da têmpera e partição (T&P), diversas variações desse tratamento têm sido propostas. Dentre elas, o efeito da pré-microestrutura tem se mostrado muito importante na melhoria das propriedades mecânicas. Dessa forma, no presente trabalho foi proposto um processo inédito de têmpera e partição a partir de pré-microestruturas bainíticas. O intuito dessa abordagem foi verificar, a partir de diferentes proporções e morfologias bainíticas, os diferentes níveis de estabilização da austenita retida. Além disso, a obtenção de microestruturas multifásicas têm sido relatada na literatura com boas características mecânicas. A caracterização microestrutural foi feita por meio de microscopias ópticas e eletrônica de varredura, e ensaios de dureza, tração e impacto. Os resultados encontrados foram de encontro aos relatados na literatura, indicando que uma homogênea distribuição de finos carbonetos pode gerar melhores resultados do que a tão aclamada austenita retida. Foram encontrados valores de limite de resistência à tração de 1.081 MPa com alongamento total de 23%, gerando valores de PSE de 24.8 GPa·% com resistência ao impacto de 62 J/cm². Os tratamentos térmicos realizados também mostraram-se mais eficazes que os tradicionais tratamentos de austêmpera e têmpera com revenimento para competir com os aços da nova geração.

Palavras-chave: Bainita, Austenita retida, Têmpera e partição, Efeito TRIP, Pré-microestrutura.

ABSTRACT

MENDONÇA, R.R. **Quenching and partitioning of a low alloy steel with bainitic prior microstructure.** 2019. 175p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Quenched and partitioned (Q&P) steels have been of great interest to researchers due to its balance between strength and ductility, usually represented by the product of strength and elongation (PSE) index. Retained austenite, when stabilized at room temperature, can promote the transformation induced plasticity phenomenon (TRIP) effect. With the advent of quenching and partition heat treatment many variations to this process were made. Among them, the influence of prior microstructures has been shown to be very important in improving the mechanical properties. In this way, this research proposed a new processing route for the Q&P starting from a bainitic microstructure. The intention of this approach was to verify, by means of different bainite proportions, different levels of retained austenite stabilization. In addition, there have been positive results in obtaining of multiphase microstructures. Microstructural characterization was evaluated by both optical microscopy and scanning electron microscopy while mechanical properties were analyzed by hardness, tensile and impact tests. The results went against the finding of traditional literature by indicating that a homogeneous distribution of fine carbides may give better results than the acclaimed retained austenite. Tensile tests achieved 1,081 MPa with 23% of total elongation, resulting in an impressive PSE value of 24.8 GPa·% and 62 J/cm² from impact testing. All the tested routes gave better results than either of the traditional processes (i.e., austempering or quenching and tempering).

Keywords: Bainite, Retained austenite, Quenching and partitioning, TRIP effect, Prior microstructure.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Barras estruturais utilizadas na indústria automobilística, fabricadas com o aço 980, temperado e particionado. A) Pilar B externo com reforço. Espessura: 2mm. B) Pilar B interno. Espessura: 1,2mm. C) Membro inferior frontal esquerdo. Espessura: 1,8mm. D) Pannel interno de porta. Espessura: 1mm. 27
- Figura 2** – Gráfico tensão vs deformação para diferentes tipos de aços e suas aplicações em uma estrutura veicular. 28
- Figura 3** - Alongamento vs resistência dos aços convencionais HSS e as primeira e segunda gerações dos aços AHSS. Percebe-se um vazio entre os aços convencionais de primeira geração e grupo dos aços de segunda geração. 36
- Figura 4** – Esquema de uma T&P em 2-etapas, ou seja, a temperatura de partição praticada é superior à temperatura realizada para a têmpera. É possível observar as concentrações de carbono nas fases em função da temperatura de transformação. A concentração de carbono na liga, na austenita e na martensita, é representada por C_i , C_γ e C_m , respectivamente. QT representa a temperatura de têmpera e PT, a temperatura de partição. 38
- Figura 5** - Aparecimento de martensita revenida nos aços T&P. AR, M, MA e MR são Austenita retida, martensita, constituinte martensita/austenita retida em martensita revenida, respectivamente. *A nomenclatura utilizada foi mantida original (martensita revenida), porém, ao longo deste trabalho, será possível perceber que devido a morfologia e distribuição de carbonetos mostrados na imagem, também seria possível chama-la de bainita. 40
- Figura 6** - A) Curva tensão vs deformação de engenharia, comparando aços carbono convencionais, HSLA e DP's. B) Microscopia eletrônica de varredura de um aço atacado com Nital, mostrando aspectos diferenciados entre a martensita (M) e a austenita retida (AR - nota-se que a segunda possui um aspecto mais liso) em uma matriz de ferrita poligonal (FP). 42
- Figura 7** - A), B) e C): Imagens de aços multifásicos, mostrando diversas microestruturas. FI, M, RA, BF, CCGe P são ferrita intercrítica, martensita, austenita retida, ferrita bainítica, carbonetos de contornos de grão e perlita, respectivamente. 43
- Figura 8** – Desenvolvimento de um aço multifásico, a partir de uma austenitização intercrítica. A ferrita é representada por α_e e a austenita por γ . 43
- Figura 9** – Comparativo entre martensita, ferrita e ferrita Widmanstätten. A) As regiões escuras são martensita (austenita primária) e as claras são ferrita Widmanstätten. B) Ferrita Widmanstätten em um aço 0,5%C. Não consta escala na imagem original. C) As formas morfológicas mais comuns encontradas da ferrita Widmanstätten. 44
- Figura 10** – A) As regiões escuras são martensita prévia (M1) e as claras são ferrita. A formação de placas de ferrita Widmanstätten também pode ser observada (W). B) É possível notar uma região parecida com a ferrita Widmanstätten, porém, chamada pelo autor de bainita. C) Uma região que poderia, pela avaliação de outras imagens, ser chamada de perlita (P) ou ferrita (F), é mostrada como bainita (B) e perlita (P). 45

Figura 11 – Influência da temperatura de transformação na formação de fases para um aço contendo 0,011% C. A ferrita é representada por α e austenita, por γ .	46
Figura 12 – Representação esquemática da formação de bainita superior e inferior.	47
Figura 13 – Microestrutura bainítica: inferior (A) e superior (B)	47
Figura 14 – Tipos de bainita. A) Ausferrita. As fases indicadas em “B)”, como FBe M, são ferrita bainítica (ou quase ferrita) e ilhas de martensita/austenita, também chamadas de constituinte MA, respectivamente. C) Observa-se ilhas de AR e bainita granular.	48
Figura 15 – Comparativo entre ferrita e bainita. A) Aparecimento de ferrita na microestrutura de um aço 0.069C-0.19Si-1.51Mn. B) Ripas de bainita nucleadas em uma matriz martensítica. C) Aparecimento de uma fase nomeada de bainita coalescida, muito semelhante à imagem “A)”, o que dificulta uma padronização e diferenciação das microestruturas. M e A são martensita e austenita, respectivamente.	49
Figura 16 – Comparativos entre ferrita Widmanstätten e bainita. A) Considerada pelos autores como CFB. AR é representada por γ . B) Concluído pelos autores como sendo CFB. C) Claramente, uma estrutura bainítica bastante ordenada, apresentando contornos de grãos facilmente observáveis.	50
Figura 17 – Comparativo entre a chamada bainita ferrítica (BF na Figura A) e bainita (B na Figura “B”). PF, RA e M são perlita, austenita retida e martensita, respectivamente.	51
Figura 18 – As imagens apresentadas no trabalho de Ferrer diferem das citadas em outros trabalhos, o que dificulta um consenso quanto à nomenclatura e à identificação de fases apropriada em aços multifásicos. Nas imagens abaixo, B, α' , α_w , α_q e P são, respectivamente, bainita, martensita (considerada como ferro alfa na forma tetragonal de corpo centrado –TCC), ferrita widmanstätten, ferrita poligonal e perlita. A formatação e siglas foram mantidas originais a fim de preservar a qualidade da imagem.	52
Figura 19 – Classificação de fases segundo Ferrer. As legendas são as mesmas daquelas usadas na Figura 18. A formatação e siglas foram mantidas originais a fim de preservar a qualidade da imagem.	52
Figura 20 – A) Observam-se regiões de bainita superior (UB) que, aproximadas, são chamadas de martensita não revenida com filmes de austenita retida (RA/UM), conforme letra “B”).	53
Figura 21 – Topografia de uma região martensita e ferrítica, em um aço multifásico.	53
Figura 22 – Comparativo entre a martensita revenida (MR) e bainita inferior. (BI) em imagens diferentes (a, b e c). AR é a representação da austenita retida.	54
Figura 23 – Dificuldade na diferenciação da bainita (A) e da martensita revenida (B).	54
Figura 24 – Exemplo de tratamento CFB, realizado acima e abaixo de M_s . É possível notar que o tratamento é semelhante a austêmpera convencional, consistindo de uma austenitização seguida de uma manutenção isotérmica.	56
Figura 25 – Mostradas microscopias de aços CFB's. A) MEV possibilitando uma visualização mais precisa da microestrutura, mostrando uma morfologia bainítica bastante refinada. B) Microscopia ótica também de um aço CFB.	56

Figura 26 – Estágios de formação da martensita, observados com a variação entre temperatura e 58
fração volumétrica da fase.

Figura 27 – Microscopias indicando cada estágio de formação da martensita para um aço 58
eutetóide. A) Austenitizado a 850°C, temperado a 210°C e revenido a 300°C. B) Austenitizado a
850°C, temperado a 200°C e revenido a 300°C. C) Austenitizado a 850°C, temperado a 180°C e
revenido a 300°C. D) Austenitizado a 850°C, temperado a 20°C e revenido a 300°C. Não há
escala na imagem original.

Figura 28 – Imagem indicando presença de martensita em regiões onde claramente seria 59
chamada de CFB's (*Carbide-Free Bainite*) por outros autores.

Figura 29 – A) e B) -Diferentes tipos de martensita em pontos diferentes de uma amostra. 60
Martensita em ripas (ML) e martensita em placas (MP).

Figura 30 – Microestrutura completamente martensítica em A) e grãos bainíticos, após partição, 60
em B). M e B são martensita e bainita, respectivamente.

Figura 31 – Topografia mostrando a diferença entre a martensita de primeira formação (M1) 61
e a martensita de segunda geração (M2). A) Microscopia de uma amostra contendo os dois tipos
de martensita. B) M1 e M2 observados pelo ensaio topográfico.

Figura 32 – Esquema ilustrando um processo de T&P, com finalizado com revenimento. Nota-se 61
que as distribuições de carbono, ao final, são as mesmas de antes do revenimento, porém as
morfologias são alteradas. P, γ , c e α são perlita, austenita, cementita e ferrita, respectivamente.

Figura 33 – Imagens que mostram diversas variações da martensita. A) Nota-se a precipitação 62
de carbonetos no interior de um grão/ripa martensítica em TM e regiões de superfície
aparentemente mais lisas, classificadas como o constituinte M/A (RA e MR). B) Uma micrografia
diferente para as mesmas microestruturas.

Figura 34 - A) Presença de M2 e M1 com carbonetos (em outras palavras: martensita revenida). 63
B) Outro trabalho mostrando a presença de bainita ferrítica (BF) ou CFB em duas morfologias
sutilmente distintas, com a ocorrência de martensita revenida. A partir de dois trabalhos
diferentes, é possível notar a diferença de nomenclatura para fases semelhantes.

Figura 35 – Carbonetos comumente encontrados nos aços multifásicos: A) Carbonetos de 63
transição, B) Cementita em precipitados maiores. A fase representada por BF é ferrita bainítica.

Figura 36 – Composição química da martensita. A) Região comparativa para análise. B) Perfil 64
de carbono na martensita. C) Perfil de outros elementos.

Figura 37 – Tipos de AR encontradas nos aços multifásicos. A) Amostra contendo ferrita 65
bainítica, austenita retida e carbonetos granulares (CG), nota-se a presença de dois tipos de AR:
filmes nanométricos (γ nano) e sub-micro (γ sub). B) Percebe-se duas morfologias na AR: em
filmes (γ F) e em blocos (γ B).

Figura 38 – Perfil de carbono e sua influência na formação das fases presentes. A, FI, F e M são 67
austenita, ferrita intercrítica, ferrita epitaxial e martensita, respectivamente.

Figura 39 - Martensita revenida no centro do grão, indicado pela precipitação de carbonetos 67
(carbide precipitation). Notam-se os contornos dos grãos com aparência bastante lisa, indicando
ser AR.

Figura 40 – Características microestruturais e morfológicas da AR nosaços multifásicos. A) Contornos de grãos com pouca ou nenhuma quantidade de AR. B) Contornos de grãos com quantidade considerável de AR, com fácil identificação por meio das regiões de aparência mais lisa e suave. M, F, M/RA são, respectivamente, martensita, ferrita e constituinte martensita/austenita.	68
Figura 41 – Observação da precipitação de cementita com AR, nos contornos de grãos.	68
Figura 42 - Ilustração do tratamento realizado em um aço, a partir de diferentes microestruturas, sendo o grupo A) para pré-microestruturas convencionais contendo ferrita e perlita e o B) para pré-microestruturas martensíticas.	70
Figura 43 - Esquema de desenvolvimento da microestrutura de aço T&P com pré-microestrutura martensítica: A) Austenitização; B) pré-têmpera; C) recozimento intercrítico com formação de austenita em blocos nos contornos de grãos martensíticos; formação de austenita acicular entre as ripas de martensita e migração dos contornos de grão martensíticos; D) têmpera à 240°C para transformação de parte da austenita intercrítica em martensita; E) particionamento à 400°C com migração do carbono da martensita para a austenita, revenimento da martensita; F) têmpera à temperatura ambiente com formação de nova martensita (fresh martensite).	70
Figura 44 - Curvas de Tensão versus Deformação em comparativo com aços T&P convencionais e T&P com pré-microestruturas modificadas.	71
Figura 45 - Imagens de TEM de três tipos diferentes de austenita retida com tamanho e morfologias diferentes, sendo A) campo claro e B) campo escuro. RA1: Austenita retida em blocos, RA2: Filmes ultrafinos de austenita retida, RA3: Austenita retida em ripas espessas.	73
Figura 46 - Variação das cores com mudanças na microestrutura. M, B e MA são martensita, bainita e constituinte martensita/austenita retida, respectivamente.	76
Figura 47 – Visualização da AR, por meio do ataque com SMB, revelada como regiões bastante claras. AR é austenita retida.	77
Figura 48 – Revelação com LePera, mostrando bainita com coloração escura e martensita ou MA em regiões mais claras. B e MA são bainita e constituinte martensita/austenita, respectivamente.	77
Figura 49 – Comparativo de uma mesma microestrutura analisada por microscopia ótica com ataque LePera e MEV com ataque de Nital. AR é austenita retida.	78
Figura 50 – Relação entre propriedades e austenita retida em um aço multifásico C-Si-Mn-Cr.	81
Figura 51 - Formação de micro mecanismos de deformação em um ensaio de tração.	82
Figura 52 – Efeito das fases nas propriedades mecânicas de um aço bainítico.	83
Figura 53 - Esquema de tratamento térmico realizado.	88
Figura 54 - Dimensões dos corpos de prova de tração (em milímetros).	93
Figura 55 - Dimensões dos corpos de impacto (em milímetros).	93
Figura 56 - Diagrama TTT do aço SAE 9254	96
Figura 57 - Curva de dilatometria para as temperaturas Ac1 e Ac3	96
Figura 58 - Curva de dilatometria para as temperaturas Ms e Mf.	97
Figura 59 – Resultado de DRX para as pré-microestruturas. A) Grupo austemperado a 260°C.	100

B) Grupo austemperado a 350°C. C) Grupo austemperado a 420°C.

Figura 60 – Resultados de DRX para as microestruturas finais. A) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 260°C. B) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 350°C. C) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 420°C.

Figura 61 - Material como recebido.

Figura 62 – Rota 420°C/400s – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, M, A, CFB, BSe BC são bainita, constituinte MA, martensita, austenita, bainita livre de carbonetos, bainita superior e bainita coalescida, respectivamente.

Figura 63 – Rota 420/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, A e C são bainita, constituinte MA, austenita e carbonetos, respectivamente.

Figura 64 – Rota 420/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, A e C são bainita, constituinte M/A, austenita e carbonetos, respectivamente.

Figura 65 - Rota 350/400 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, M, MA e A são bainita, martensita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Figura 66 - Rota 350/800 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e A são bainita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Figura 67 - Rota 350/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e A são bainita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Figura 68 - Rota 260/400 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B e M são bainita e martensita, respectivamente.

Figura 69 - Rota 260/800 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e MR são bainita, constituinte MA e martensita revenida, respectivamente.

Figura 70 - Rota 260/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G)

referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, MRe C são bainita, constituinte MA, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Figura 71 – Rota 420/400-772/100 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, MR, BC/F, CFB e C são constituinte MA, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos e carbonetos, respectivamente.

Figura 72 – Rota 420/400-772/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, MR, BC/F, CFB e C são constituinte MA, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos e carbonetos, respectivamente.

Figura 73 – Rota 420/800-772/100 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, A, MR, BC/F, CFB, P e C são constituinte MA, austenita, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos, perlita e carbonetos, respectivamente.

Figura 74 – Rota 420/800-772/400 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MR, CFB, A e C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida, bainita livre de carbonetos, austenita e carbonetos, respectivamente.

Figura 75 – Rota 420/1200-772/100 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MR e C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Figura 76 – Rota 420/1200-772/400 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MRe C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Figura 77 – Rota 350/400-772/100 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, MA e C são bainita coalescida/ferrita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 78 – Rota 350/400-772/400 -A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, CFB, MA, MR, Be C são bainita coalescida/ferrita, bainita livre de carbonetos, constituinte MA, martensita revenida, bainita e carbonetos, respectivamente.

Figura 79 – Rota 350/800-772/100-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os

ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MR, BC/F, F, B, A, MA e C são martensita revenida, bainita coalescida/ferrita, ferrita, bainita, austenita, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 80 – Rota 350/800-772/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 133 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, CFB, MR, MA e C bainita coalescida, austenita, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 81 – Rota 350/1200-772/100-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 135 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, BC/F, MR, MA e C são bainita coalescida, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 82 – Rota 350/1200-772/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 136 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, MR, MA e C são bainita coalescida, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 83 – Rota 260/400-772/100-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 138 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, e C são bainita coalescida, martensita revenida, e carbonetos, respectivamente.

Figura 84 – Rota 260/400-722/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 139 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 85 – Rota 260/800-772/100-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 141 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 86 – Rota 260/800-772/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 142 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 87 – Rota 260/1200-772/100-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 144 ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Figura 88 – Rota 260/1200-772/400-A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os 144

ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B/F, MR, MA, A, Me C bainita coalescida/ferrita, bainita/ferrita, martensita revenida, constituinte MA, austenita, martensita e carbonetos, respectivamente.

Figura 89 - Imagem de microdureza realizada com carga de 0,49N na rota 350/400-772/400. 148

Figura 90 - Imagem de microdureza realizada com carga de 0,49N na rota 350/800-772/400. 148

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparativo de propriedades mecânicas de diversos trabalhos diferentes	82
Tabela 2 - Composição química do aço 9254 pela literatura	85
Tabela 3 - Composição química do aço 9254 pelo fabricante	85
Tabela 4 - Cálculo teórico das temperaturas importantes	86
Tabela 5 - Nomenclatura das amostras/rotas	87
Tabela 6 - Resumo de todas as rotas de processamento utilizadas no trabalho	89
Tabela 7 - Condições de medida dos experimentos	90
Tabela 8 - Reagentes utilizados no trabalho	91
Tabela 9 - Resultado da análise da composição química por EDX	95
Tabela 10 - Comparativos entre resultados de temperaturas críticas. Os números em vermelho indicam as temperaturas escolhidas para o trabalho.	97
Tabela 11 - Resultado de austenita retida nas amostras	99
Tabela 12 - Dureza das rotas	147
Tabela 13 - Resultado dos ensaios de tração. LRT, DP, LE, AT e PSE são limites de resistência à tração, desvio padrão, limite de escoamento, alongamento total e produto da resistência pelo alongamento, respectivamente.	149
Tabela 14 - Resultados dos ensaios de impacto	151
Tabela 15 - Resumo dos resultados. Sendo AR: austenita retida, HRC: dureza Rockwell, DP: desvio padrão, HV: microdureza vickers, LRT: limite de resistência à tração, LE: limite de escoamento, A.T: alongamento total, I: energia de impacto, PSE: produto resistência por alongamento, RA.C: %RA consumida.	152

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

AHSS	– Advanced High Strength Steels (Aços avançados de alta resistência)
AR	– Austenita retida
BF	– Bainita ferrítica
BH	– Bake hardening (Aços ultra baixo carbono)
CCG	– Carboneto de contorno de grão
C	– Carbono
c	- cementita
CFB	– Carbide-free Bainite (Bainita livre de carbonetos)
C_i	– Carbono na liga
C_m	– Carbono na martensita
C_γ	– Carbono na austenita
DP	– Dual Phase (Aços de duas fases)
ECC	– Equilíbrio constrito de carbono
FI	– Ferrita intercrítica
FB	– Ferrita bainítica
f_m	– Fração de austenita transformada em martensita
FW	– Ferrita Widmanstätten
HSLA	– High Strength Low Alloy (Aços de alta resistência e baixa liga)
HSS	– High strenght steel
K	– Kelvin
M	– Martensita
M1	– Martensita de primeira têmpera com possibilidade de ser revenida durante a partição
M2	– Martensita de segunda têmpera (não revenida)
MA	– Constituinte martensita/austenita
MART	– Martensitic (Aços martensíticos)
MEV	– Microscopia eletrônica de varredura
M_f	– Fim de formação martensítica
MP	– Martensita em placas
ML	– Martensita em ripas
MO	– Microscopia ótica
MPa	– Megapascal
MR	– Martensita revenida
M_s	– Início de formação martensítica
n	– Taxa de encruamento
nm	– unidade de medida nanômetro

P – Perlita

PSE – Produto da resistência pelo alongamento

PT – Partitioning Temperature (Temperatura de partição)

QT – Quenching Temperature (Temperatura de têmpera)

R – Constante universal dos gases

SBM – Sodium Metabisulfite 10% (Metabisulfito de Sódio 10%)

T – Temperatura

T&P – Têmpera e partição

TRIP – Transformation Induced Plasticity (Transformação induzida por plasticidade)

ULSAB – Ultralight steel auto body project

ULSAB-AVC – Ultralight steel auto body – Advanced vehicle concepts

X_{Eq}^{α} – Composição única para a ferrita no equilíbrio

X_{Eq}^{γ} – Composição única para a austenita no equilíbrio

X_C^{liga} – pPrcentual atômico de carbono na liga,

$X_{c/CCE}^{\gamma}$ – Respectiva concentração de carbono da fração de austenita na CCE

X_c^{α} – Composição da ferrita

X_c^{γ} – Composição da austenita

f_{CCE}^{γ} – Fração de austenita

f_i^{γ} - Fração molar de austenita retida antes da etapa de partição

μ_C^{α} – Potencial químico do carbono na ferrita

μ_C^{γ} – Potencial químico do carbono na austenita

μ_{Fe}^{α} – Potencial químico do ferro na ferrita

μ_{Fe}^{γ} – Potencial químico do ferro na austenita

α – Ferrita

α'_m – Martensita

α'_w – Ferrita Widmānstatten

α_p – Ferrita poligonal

η - Encruamento

γ - Austenita

ε – Carbonetos épsilon

μm – unidade de medida micrón

wt% - porcentagem em massa

SUMÁRIO

1	Introdução	27
2	Objetivos	31
3	Revisão bibliográfica	33
3.1	Concepção e características dos aços multifásicos	33
3.2	Conceito de Equilíbrio Constrito de Carbono (CCE) e a T&P	36
3.3	Caracterização das microestruturas dos aços multifásicos	41
3.3.1	Ferrita e bainita	41
3.3.2	Martensita	57
3.3.3	Austenita retida	65
3.3.4	O efeito da pré-microestrutura no tratamento de T&P	69
3.3.5	Caracterização microestrutural dos aços T&P: Reagentes	75
3.4	Propriedades mecânicas	79
4	Materiais e métodos	85
4.1	Composição química e temperaturas críticas	85
4.2	Tratamentos térmicos	86
4.3	Caracterização por difração de raios-x (DRX)	89
4.4	Caracterização por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV)	90
4.5	Caracterização mecânica	91
4.5.1	Microdureza Vickers e dureza Rockwell	92
4.5.2	Ensaio de Tração	92
4.5.3	Ensaio de Impacto	93
5	Resultados e discussão	95
5.1	Composição química	95
5.2	Levantamento de temperaturas críticas	95
5.3	Caracterização por difração de raios-x (DRX)	98
5.4	Caracterização por microscopias ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV)	102
5.4.1	Caracterização do material como recebido	102
5.4.2	Pré-microestruturas	103
5.4.3	Microestruturas finais	118
5.5	Dureza	146
5.6	Ensaio de tração	149
5.7	Ensaio de impacto	151
6	Considerações finais	155
	Conclusões	157
	Sugestões para trabalhos futuros	159
	Referências	161
	ANEXOS	171

1. INTRODUÇÃO

Os aços avançados de alta resistência mecânica (AHSS) são foco de muitos estudos com relação a sua terceira geração que prevê a utilização de austenita retida (AR), com fases mais resistentes como a martensita e a bainita [1][2]. É privilegiada a posição dos aços AHSS quando comparados aos estruturais que se utilizam do conceito e das boas características apresentadas pelos aços bainíticos livres de carbonetos (CFB). Sua origem está na proposta de um novo tratamento térmico, apresentada em 2003, capaz de estabilizar a AR em temperatura ambiente em aços com menor quantidade de elementos de liga [3]. Esse processo foi chamado de Têmpera e Partição (T&P) e teve como grande atrativo a possibilidade de um controle adequado da fração volumétrica e da estabilização de AR a ser produzida nesses aços.

O desafio em atender às demandas da indústria consiste em elevar as propriedades dos aços multifásicos para tensões de escoamento superiores a 700 MPa e alongamentos superiores a 18% [4]. A presença da AR em aplicações que exijam alta resistência com boa conformabilidade vem se mostrando muito atrativa, especialmente na fabricação de itens estampados [1] ou em situações em que valores mais elevados de resistência ao impacto são desejados [1][5]. Isto é de grande interesse para o atendimento dos requisitos de segurança exigidos pela indústria automotiva em relação as barras estruturais, pilares, painéis e membros, mostrados na Figura 1 [6].

Figura 1 - Barras estruturais utilizadas na indústria automobilística, fabricadas com o aço 980, temperado e particionado. A) Pilar B externo com reforço. Espessura: 2mm. B) Pilar B interno. Espessura: 1,2mm. C) Membro inferior frontal esquerdo. Espessura: 1,8mm. D) Painel interno de porta. Espessura: 1mm.

Fonte: [6]

Segundo Streicher et al. [7] e Dimatteo et al. [8], existem três razões principais para a alta demanda por essa nova classe de aços:

- Redução de peso nos veículos, reduzindo o consumo de combustível e a emissão de gases;
- Aumento de segurança para os ocupantes;
- Competição com outros materiais como alumínio, magnésio, níquel, manganês e plásticos.

Nos últimos anos, houve um aumento da demanda por barras estruturais e partes relacionadas ao chassi, para melhorar os até então 390-440 MPa de limite de resistência à tração para valores mais altos, mantendo-se a conformabilidade, ductilidade e tenacidade. A Figura 2 [9] mostra as propriedades mecânicas em função de partes específicas aplicadas nos veículos. O aparecimento da AR estabilizada provoca o fenômeno da plasticidade induzida por transformação (efeito TRIP) que oferece uma boa relação entre resistência e ductilidade. Essa transformação promove um aumento do alongamento uniforme e também da taxa de encruamento, uma vez que evita o aparecimento de deformações localizadas [2][10]. Os valores de resistência para essa classe de materiais também sobem para a interessante faixa de 590-780 MPa, obtidos por meio de uma microestrutura multifásica.

Figura 2– Gráfico tensão vs deformação para diferentes tipos de aços e suas aplicações em uma estrutura veicular.

Fonte: Adaptado de [9]

A resistência ao impacto é outro fator bastante importante, uma vez que no caso de uma colisão, espera-se que o material absorva o máximo de energia possível. Dessa forma, trabalhos iniciais dos aços com T&P mostraram propriedades mecânicas com possível aplicação em automóveis [11].

Desde o surgimento do tratamento de T&P, diversas modificações ao processo foram introduzidas [12][13][14][15][16][17] com o intuito de obter diferentes microestruturas, variações da morfologia, estabilização e concentração de carbono na austenita retida, além da obtenção de microestruturas mistas [18][19].

Dentre esses estudos, poucos avaliam o efeito da pré-microestrutura no processo de têmpera e partição. Assim, notou-se grande oportunidade de pesquisa nesse campo, uma vez que os resultados obtidos até o momento foram bastante otimistas, com tensões de escoamento próximas aos tratamentos de T&P convencionais, mas com alongamentos até quatro vezes maiores e quantidades de AR superiores [14][20][21]. Os estudos realizados avaliaram o efeito de uma pré-microestrutura martensítica nos aços temperados e particionados e observaram que um dos principais fatores, que afetam as propriedades dos aços, foi o refino da fase martensítica. Além disso, observou-se que a morfologia das fases tem grande influência nas microestruturas que se formarão posteriormente e, conseqüentemente, na austenita retida que se formará no final do processo [14][20].

Este trabalho foi proposto nesse contexto e para tal, utilizou-se microestruturas mistas prévias contendo bainita, ferrita bainítica livre de carbonetos, austenita retida e martensita em conjunto com a T&P, no intuito de apresentar novas possibilidades de microestruturas e propriedades mecânicas. Diversos estudos mostram que é possível a obtenção de aços com tamanhos de grãos bastante refinados nos tratamentos a partir da bainita livre de carbonetos (CFB)[22], o que colaboraria para microestruturas finais com boas propriedades mecânicas. Além do mais, jamais se estudou a evolução microestrutural de uma microestrutura pré-bainítica com posterior tratamento de T&P, utilizando temperatura intercrítica. Dessa forma, desenvolveu-se rotas de processamento inéditas para os aços T&P, a partir de pré-microestruturas mistas com matriz bainítica.

2. OBJETIVOS

O objetivo principal do trabalho foi o de avaliar a influência de pré-microestruturas contendo bainita na têmpera e partição com diferentes tempos em temperatura intercrítica e suas implicações na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE 9254.

Para atingir esse objetivo geral os seguintes objetivos específicos foram planejados:

- Caracterização das pré-microestruturas e das microestruturas finais utilizando a técnica de múltiplos ataques também proposta neste trabalho;
- Confirmação das microestruturas óticas por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Caracterização das propriedades mecânicas das microestruturas multifásicas finais por meio dos ensaios de dureza, tração e impacto;
- Avaliação da influência da austenita retida nas propriedades mecânicas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, serão destacados os principais trabalhos envolvendo aços multifásicos, com foco no seu processamento, características, conceitos, inovações recentes e aplicações industriais. Serão descritos os principais aspectos do fenômeno da partição no processo de T&P, por meio do conceito do Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC), o efeito da pré-microestrutura nesses aços, bem como as características do efeito da plasticidade induzida por transformação. Por fim, serão discutidos os processos competitivos que podem influenciar a T&P.

3.1 Concepção e características dos aços multifásicos

O desenvolvimento de novas ligas, capazes de atender às demandas constantes da indústria, principalmente a automobilística, continua sendo um desafio para os pesquisadores. Buscam-se melhores combinações de processamento, microestrutura, morfologia e propriedades mecânicas [1]. Em relação às características mecânicas, exige-se materiais que consigam contemplar alta resistência mecânica com boa ductilidade, além de tenacidade e conformabilidade [5][10][23].

Apesar de já ser uma preocupação histórica, o paradoxo entre resistência e ductilidade continua, ainda hoje, a ser um grande desafio. Além disso, há também a necessidade de redução das espessuras das chapas na busca por produtos mais leves, para atendimento às restrições nas emissões de poluentes e também na economia de combustíveis [24][25]. A segurança dos ocupantes também deve ser elevada, por meio de componentes que absorvam impactos em uma possível colisão [10][26]. Nesse cenário complexo e antagônico entre alta resistência *versus* boa ductilidade, os aços avançados de alta resistência mecânica ocupam posição privilegiada em relação aos aços de última geração, pois a combinação de microestruturas mistas busca atender a requisitos industriais [24].

As primeiras gerações de aços avançados de alta resistência foram inseridas na indústria automotiva a partir do projeto intitulado *Ultra Light Steel Auto Body* (ULSAB), que envolveu diversos países e companhias de todo o mundo. Foram introduzidos aços de alta resistência (*High Strength Steels* - HSS) como o *Bake-Hardening* (BH) e os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL). O projeto, finalizado em 1998, foi considerado como altamente benéfico em relação ao aumento de segurança e na redução do consumo de combustível [27].

Posteriormente, em sua continuação, nomeada de *Advanced Vehicle Concepts* (ULSAB – AVC), foi proposta a utilização dos chamados “aços avançados de alta resistência” ou “aços de última geração de alta resistência” [28]. Entre eles, destacam-se os aços *Dual Phase* (DP), os *Martensitics* (MART), os *Complex Phase* (CP), os *Twinning Induced Plasticity* (TWIP) e os aços com o efeito TRIP. Este último é objeto de estudo deste trabalho.

O efeito TRIP foi inicialmente relatado em 1937 e, posteriormente, descrito como um fenômeno de transformação da AR metaestável em martensita, durante a deformação plástica, o que elevou a ductilidade dos aços [29]. Essa plasticidade mais elevada é resultante, basicamente, da deformação causada por essa transformação de fase, com uma deformação uniforme e maior absorção de energia [30]. Inicialmente, os aços TRIP eram obtidos com teores mais elevados de manganês e níquel, elementos com tendência de reduzir a temperatura de início da transformação martensítica (M_s), colaborando para a estabilização da AR em baixas temperaturas. Entretanto, o alto custo destes elementos fez com que pesquisadores se interessassem pelo desenvolvimento de processamentos capazes de obter a austenita em baixas temperaturas, e com uma redução na quantidade de elementos de ligas [2][3]. Observações iniciais em aços com teor de silício de 2% demonstraram que valores mais altos de alongamento estavam relacionados as quantidades mais elevadas de AR, bem como sua devida estabilização. Esse estudo foi o ponto de partida para o desenvolvimento de aços de alta resistência e baixa liga [10].

Um aspecto microestrutural importante dos aços com o efeito da plasticidade induzida por transformação é a transformação prematura da AR em martensita, que pode ocorrer até mesmo durante o resfriamento do aço. Essa transformação precoce geralmente decorre da baixa estabilização e do baixo enriquecimento de carbono da austenita. Tais ocorrências são deletérias para o material [10][31].

Deformações ou tensões aplicadas à esses materiais aumentam o número de defeitos cristalinos que se tornarão sítios para a transformação martensítica. Entretanto, um número excessivo de defeitos pode inibir essa transformação, uma vez que haverá inibição do crescimento dos núcleos, em decorrência de tensões internas produzidas [32].

Em relação às propriedades mecânicas, aços TRIP oferecem boa relação entre resistência e ductilidade por apresentarem microestrutura geralmente composta por martensita, responsável por elevar a resistência, e AR, por aumentar a ductilidade.

As microestruturas mistas têm chamado atenção por apresentarem boas propriedades mecânicas, como mostrou Huang et al. [33] em um tratamento pouco usual, chamado de “têmpera com longa partição”. Obteve-se um aumento de resistência ao impacto de até 16,5% superior (equivalente a 16,9 J/cm²) quando comparados aços temperados e revenidos, com temperados e particionados, mantendo os valores do “produto da resistência pelo alongamento” (PSE). Além disso, outros trabalhos apresentaram aços com 900 MPa de limite de escoamento e que alcançaram alongamentos totais de até 22% [34].

A AR estável em baixas temperaturas é consequência de um enriquecimento de carbono que ocorre durante o processamento dos aços. A princípio, o tratamento responsável pela obtenção da AR estabilizada consistia de uma austenitização, completa ou parcial, com posterior tratamento isotérmico na faixa de temperatura da estrutura bainítica. A microestrutura final resultante era composta por bainita entremeada de filmes de austenita. A reação de enriquecimento de C da austenita ocorre com a partição do carbono, fazendo com que seja possível alcançar concentrações muito superiores à concentração inicial de carbono da liga [32][35]. Desse modo, os aços TRIP baixa liga se apresentam como uma alternativa interessante, tanto em relação às propriedades mecânicas, quanto ao custo, quando comparados com aços DP, por exemplo.

Os aços TRIP baixa liga, que atualmente são considerados como a grande aposta dos aços de terceira geração, foram precedidos por diversas outras classes já citadas anteriormente, nos projetos ULSAB e ULSAB-AVC. Estes aços precursores serviram de base para o que se tem hoje, e esta evolução pode ser observada na Figura 3 [36], que mostra os aços HSS convencionais juntamente com a primeira e segunda geração dos aços AHSS. Nota-se uma grande lacuna entre os aços da segunda geração e os das outras duas categorias. Segundo alguns trabalhos [1] [36] [37], os aços CFB e T&P são os grandes candidatos a ocuparem essa região vazia por terem propriedades intermediárias entre os aços de primeira e segunda geração, além de serem mais atrativos do ponto de vista econômico, uma vez que utilizam, preferencialmente, aços com menores teores de elementos de liga.

Figura 3 - Alongamento vs resistência dos aços convencionais HSS e as primeira e segunda gerações dos aços AHSS. Percebe-se um vazio entre os aços convencionais de primeira geração e o grupo dos aços de segunda geração.

Fonte: [36]

Outra característica interessante dos aços TRIP é sua elevada taxa de encruamento η quando comparado com outros aços [38]. Esse valor mais elevado de η permite maior absorção de energia. Um estudo com dois aços contendo 0,32% e 0,76% de silício mostrou que a fração volumétrica de AR obtida foi mais elevada no aço com maior teor do elemento, sendo encontrada uma quantidade total de 23%. Além disso, esse e outros estudos mostram a relação entre teores mais elevados de AR e melhores valores de tenacidade ao impacto [39][40].

Esses aços são particularmente interessantes em aplicações automobilísticas, uma vez que sua capacidade de absorção de energia durante o impacto em um acidente pode salvar a vida dos ocupantes. Essa maior absorção é atribuída à transformação da AR remanescente em martensita, durante a deformação plástica.

3.2 O Conceito de Equilíbrio Constrito de Carbono (CCE)

O conceito de CCE foi proposto por Edmonds et al. [35], a partir de particularidades ainda não esclarecidas sobre a partição de carbono em fases em que a difusão não é o fenômeno dominante. No caso da transformação martensítica, sabe-se que é um processo adifusional em que não ocorre migração de átomos intersticiais, indicando que essa nova fase pode estar supersaturada de carbono. Nos processos convencionais, a posterior partição de carbono entre a martensita e austenita retida não é relevante devido às baixas temperaturas utilizadas nos

tratamentos e também devido à eliminação da supersaturação por processos competitivos, como a precipitação de carbonetos durante o revenimento [3][32].

O modelo CCE não considera a cinética da reação, mas propõe um limite máximo/final para o processo de partição quando a martensita está em metaequilíbrio com a austenita e não há reações competitivas (como a formação de cementita/carbonetos) e tampouco deslocamento de interfaces. Nessas condições, o fenômeno da partição terminará quando o potencial químico de carbono for homogêneo no sistema (sendo, esta situação, chamada de Equilíbrio Constrito de Carbono – CCE). Nesse estado final, há uma interface constrita, em que haverá somente difusão de átomos intersticiais, uma vez que as temperaturas praticadas são baixas, não permitindo a difusão de átomos substitucionais [3][35][41]. Estudos anteriores comprovaram que a partição do carbono presente na martensita supersaturada seria transferido para a austenita devido à diferença de solubilidade entre as duas fases, além de relatarem migração de carbono para a austenita após revenimento a 200 °C por cerca de uma hora [42][43].

O conceito de CCE pode ser explicado de maneira simplificada, como um estado em que não ocorre movimentação dos átomos substitucionais (incluindo, assim, os átomos de Fe), mas apenas difusão em larga escala dos átomos de carbono. Embora os níveis teóricos previstos para a migração de carbono para a austenita sejam altos, existe um limite prático para o enriquecimento possível. Uma explicação mais detalhada do desenvolvimento do modelo teórico desse processo pode ser encontrada em um trabalho de Edmonds et al. [35]. Então, a partir do conceito de CCE, foi proposto o processo de T&P com o intuito de se obter microestruturas mistas compostas por martensita e frações controladas de AR [44]. Dessa forma, é possível também que haja a ocorrência do efeito TRIP, uma vez que há a AR estabilizada em baixas temperaturas [35][45][46]. No processo, o carbono presente na martensita supersaturada migra para a austenita ainda não transformada, estabilizando-a. Esse enriquecimento pode facilmente resultar em quantidades de carbono muito maiores que a quantidade original presente na liga, como apresenta a literatura. Em [18] foram observados, para um aço com teor de carbono de 0,2%, quantidades de até 1,4%C na austenita remanescente, o que é sustentado por outros autores [47][48][49].

As etapas do processo consistem, basicamente, em uma austenitização completa ou parcial do aço, com presença de frações iniciais completamente austeníticas para o primeiro caso e de ferrita/austenita para o segundo. Uma austenita resultante de um tratamento intercrítico é mais estável, uma vez que possui uma maior concentração de carbono do que uma austenita resultante de uma austenitização completa. Após isso, uma têmpera é realizada dentro da região de início e fim da transformação martensítica (M_s e M_f , respectivamente). Após a

têmpera, o aço é mantido em uma mesma temperatura ou superior, sendo essa etapa caracterizada como partição ou particionamento. Caso a temperatura praticada na etapa de partição seja a mesma em que o aço sofreu a têmpera, denomina-se T&P de 1-Etapa. Caso seja superior à temperatura de têmpera, denomina-se T&P de 2-Etapas [5][45][50]. Além de se esperar que o fenômeno da partição ocorra imediatamente após o resfriamento, menores quantidades de AR são esperadas no processo de duas etapas. Isso decorre pois, com o aumento da temperatura após a primeira têmpera, ocorre competição com a formação de carbonetos e na decomposição da AR em bainita [51].

Um exemplo simplificado de uma rota de processamento comum é mostrado na Figura 4 [3], em que podem ser observadas também as variações das concentrações de carbono em cada fase, durante cada etapa do processo.

Figura 4—Esquema de uma T&P em 2-etapas, ou seja, a temperatura de partição praticada é superior à temperatura realizada para a têmpera. É possível observar as concentrações de carbono nas fases em função da temperatura de transformação. A concentração de carbono na liga, na austenita e na martensita, é representada por C_i , C_γ e C_m , respectivamente. QT representa a temperatura de têmpera e PT, a temperatura de partição.

Fonte:[3]

Um fator importante no processo são os cálculos das temperaturas de têmpera e também de início das principais transformações. Essas informações colaborarão para a escolha das melhores rotas no processo. Temperaturas mais baixas de têmpera resultam em maior quantidade de martensita e, conseqüentemente, menos AR, porém permitirá um maior enriquecimento de carbono para essa AR remanescente, deixando-a mais estabilizada.

Entretanto, temperaturas de têmpera mais altas favorecem uma maior quantidade de AR, porém com menos carbono presente na martensita supersaturada formada, o que causa menor estabilização de AR. Isso porque, quanto maior a quantidade de AR, mais carbono estará disponível para enriquecê-la.

Uma AR menos estabilizada transforma-se facilmente em martensita quando ocorre o resfriamento final. Essa martensita formada após a segunda têmpera é chamada de martensita de segunda geração (ou M2) e tenderá a se formar a partir da austenita que estiver pouco enriquecida de carbono após o processo de particionamento. Já para a austenita que está muito enriquecida/estabilizada, há o risco de formação de carbonetos em processos de reaquecimento posteriores. Além da formação de carbonetos, pode haver decomposição da AR em bainita [51]. Nota-se, assim, que as temperaturas a serem praticadas variam de acordo com os objetivos desejados [2][3][5][45].

O cálculo da fração volumétrica de martensita produzida é controlado pela temperatura de têmpera (QT) que deve ocorrer entre M_s e M_f , realizada logo após a austenitização. A temperatura de M_s pode ser estimada a partir de equações conhecidas da literatura, como no caso da Eq.1, na qual as influências dos elementos de liga são incorporadas [52][53]. Por meio da relação Koistinen-Marburger [54] pode-se determinar as frações de AR e martensita após o resfriamento sofrido abaixo de M_s ,

$$f_m = 1 - e^{-1,1 \times 10^{-2}(M_s - QT)} \quad (\text{Eq. 1})$$

sendo f_{mn} é a fração de austenita transformada em martensita, devido à têmpera a uma temperatura abaixo de M_s , em que M_s é calculado segundo a Eq. 2. Em austenitizações intercríticas, assume-se que todo o carbono encontra-se na austenita.

Os valores de início da transformação martensítica e bainítica podem ser calculados por meio de equações empíricas presentes na literatura (Eq. 2 e Eq. 3), como [52][53][55]:

$$M_s (C^\circ) = 539 - 423.\%C - 30,4.\%Mn - 17,7.\%Ni - 12,1.\%Cr - 7,5.\%Mo \quad (\text{Eq. 2})$$

$$B_s (C^\circ) = 830 - 270.\%C - 90.\%Mn - 37.\%Ni - 70.\%Cr - 83.\%Mo \quad (\text{Eq. 3})$$

A função da etapa de partição será, portanto, possibilitar o transporte de C da martensita supersaturada para a AR. Entretanto, para que isto ocorra, os processos competitivos (como a formação de carbonetos) devem ser eliminados. Se isto ocorrer, pode-se assumir que todo o

carbono se difundiu para a austenita. Para a eliminação, supressão ou retardamento dos processos competitivos acima citados, a escolha da composição química adequada é fundamental. A adição de componentes como o silício e o alumínio retardam a formação de carbonetos [56][57].

Apesar da supressão esperada com a adição de elementos, ainda pode ocorrer a formação de carbonetos de transição. Isso ocorre porque o carbono pode se difundir para os campos de tensão das discordâncias que acabam por promover sítios para nucleação e crescimento dessa fase durante o estágio de particionamento. Este fato é conhecido dos aços revenidos e, dessa forma, pode-se estabelecer uma relação muito próxima entre os processos de revenimento e partição. Alguns trabalhos indicam regiões de martensita revenida nos aços Q&P [58][59], como pode ser observado na Figura 5.

Figura 5 - Aparecimento de martensita revenida nos aços T&P. AR, M, MA e MR são Austenita retida, martensita, constituinte martensita/austenita retida e martensita revenida, respectivamente. *A nomenclatura utilizada foi mantida original (martensita revenida), porém, ao longo deste trabalho, será possível perceber que devido a morfologia e distribuição de carbonetos mostrados na imagem, também seria possível chama-la de bainita.

Fonte: [59]

Em estudo realizado em duas ligas, sendo uma com 0,01Si e outra com 1,98Si, notou-se que a adição de silício estabiliza a fase austenítica durante o estágio de particionamento, retardando sua decomposição. Além disso, houve uma redução da fração volumétrica de

austenita retida em um tempo até quatro vezes menor nos aços com baixos teores de silício, comprovando o efeito retardante do elemento na precipitação de carbonetos [60]. Em aços martensíticos, a formação desses carbonetos não é tão prejudicial quanto para aços temperados e particionados, uma vez que a formação desses processos competitivos consomem parte do carbono necessário para a estabilização da AR. Aliado a isso, [61] observou-se que quantidades excessivas de silício levam à formação de ferrita proeutetoide, que denigre as propriedades mecânicas.

3.3 Caracterização das microestruturas dos aços multifásicos

3.3.1 Ferrita e bainita

A ferrita é constituída basicamente de ferro puro, uma vez que a solubilidade do carbono na forma alotrópica alfa (α) é praticamente desprezível. É obtida por meio de resfriamentos mais lentos ou rotas e composições químicas diferenciadas. Também, possui 48 planos de escorregamento, permitindo que, à temperatura ambiente, haja grande movimentação de discordâncias e mudanças de forma, garantindo boa conformabilidade [58]. Assim, apresenta-se como a fase mais deformável que pode ser encontrada nos aços. Dependendo do ataque químico, pode ser caracterizada de diferentes formas, mas geralmente apresenta-se em uma coloração clara [62][63][64]. Por apresentar características opostas às fases mais duras, como a martensita, tem sido empregada nos aços multifásicos para contrabalancear a dureza e fragilidade inerente das outras fases [12][65][66] .

Devido às condições de resfriamento e tratamento, é possível sua obtenção em diversas morfologias. E dentre as principais estão: Ferrita equiaxial, ferrita acicular, ferrita Widmānstaten (FW) e ferrita bainítica [58][67].

Alguns trabalhos citam a relação e a semelhança entre essas variações da ferrita, bem como as dificuldades em sua diferenciação [68]. Uma tendência em classificar de um modo mais grosseiro, em que fique apenas bainita e ferrita, provavelmente na intenção de evitar conflitos de classificação, é um fato observado nas últimas pesquisas [69][70]. Ainda, é comum não diferenciar bainita de ferrita, chamando a fase de ferrita bainítica, considerando-as como a mesma microestrutura [64][71], o que é coerente, uma vez que a diferença entre elas é, de modo geral, a morfologia e distribuição dos carbonetos. De qualquer forma, é de considerável importância uma compreensão básica dessas possíveis microestruturas.

No caso da ferrita equiaxial, pode-se considerá-la como a microestrutura do ferro puro, o que é comum nos aços baixa liga. Também, mais recentemente, tem sido utilizada em aços mais avançados, como os TRIP, *Dual Phase*, multifásicos, entre outros, principalmente devido sua alta ductilidade. Em aplicações que se requeiram boa conformabilidade normalmente são ferríticos, principalmente aqueles destinados à indústria automobilística [58]. Um comparativo entre as propriedades mecânicas de um aço DP e um aço carbono convencional é mostrado na Figura 6A. A formação de microestruturas bifásicas dependendo do teor de carbono é mostrada na Figura 6B.

Figura 6–A) Curva tensão vs deformação de engenharia, comparando aços carbono convencionais, HSLA e DP's. B) Microscopia eletrônica de varredura de um aço atacado com Nital, mostrando aspectos diferenciados entre a martensita (M) e a austenita retida (AR - nota-se que a segunda possui um aspecto mais liso) em uma matriz de ferrita poligonal (FP).

Fonte: A) [72] e B) [73]

A mesma ferrita, em outros casos, é nomeada de ferrita intercrítica, quando obtida em temperaturas de austenitização intercríticas (Figura 7A, B e C [74]). Sua morfologia é bem próxima da chamada ferrita poligonal (Figura 6B).

Figura 7 – A), B) e C): Imagens de aços multifásicos, mostrando diversas microestruturas. FI, M, AR, BF, CCG e P são ferrita intercrítica, martensita, austenita retida, ferrita bainítica, carbonetos de contornos de grão e perlita, respectivamente.

Fonte: [74]

No caso de aços TRIP com austenitização intercrítica e resfriamentos um pouco mais rápidos, geralmente a microestrutura tenderá a ser uma matriz ferrítica com a formação da AR nos contornos de grãos. Em alguns casos, pode haver algumas mudanças na morfologia da ferrita, que pode vir a se apresentar como acicular. A Figura 8 [75] apresenta o desenvolvimento de um aço a partir de uma austenitização intercrítica, em que é possível notar o modo de transformação decorrente de tal tratamento, dependendo do teor de carbono do aço. Nota-se que na formação de um grão pode haver mais de uma fase presente. Esse entendimento tem relevância uma vez que este fenômeno irá ocorrer para as microestruturas de aços T&P, como será abordado posteriormente.

Figura 8–Desenvolvimento de um aço multifásico, a partir de uma austenitização intercrítica. A ferrita é representada por α e a austenita por γ .

Fonte: [75]

Pode-se também considerar que a diferença básica entre os vários tipos de ferrita mencionados anteriormente é a morfologia, que inclui a distribuição de carbonetos na microestrutura. Outra microestrutura comumente relatada é a ferrita Widmännstatten, que aparece em temperaturas próximas da transição ferrítica/perlítica para a bainítica. Devido à sua região de formação e morfologia, não é uma microestrutura muito simples de ser caracterizada [50][76]. Nas duas micrografias da Figura 9 (A e B) pode-se observar o aparecimento desta fase. E, na imagem c, é ilustrada as formas morfológicas mais comuns encontradas da ferrita Widmännstatten (FW)[77][67][78].

Figura 9–Comparativo entre martensita, ferrita e ferrita Widmanstätten. A) As regiões escuras são martensita (austenita primária) e as claras são ferrita Widmanstätten. B) Ferrita Widmanstätten em um aço 0,5% C. Não consta escala na imagem original. C) As formas morfológicas mais comuns encontradas da ferrita Widmanstätten.

Fonte: A) [79] B) e C) [67]

Em um aço convencional com microestrutura multifásica, foi observada a presença de ferrita Widmännstatten juntamente com perlita e bainita, como pode ser observado na Figura 10. É possível notar que na primeira imagem (Figura 10A) os autores chamam a fase acicular de ferrita Widmännstatten, enquanto que na segunda imagem (Figura 10B), em aproximações menores e para outro meio de resfriamento, uma fase semelhante é chamada de bainita. Na terceira imagem (Figura 10C), a fase que, a princípio, se assemelha à ferrita acicular é nomeada de perlita [80]. Dessa forma, nota-se grande dificuldade e mesmo incoerência na nomenclatura

e caracterização de fases em aços multifásicos. Outros exemplos e comentários das outras microestruturas aparecerão no decorrer do texto.

Figura 10 – A) As regiões escuras são martensita prévia (M1) e as claras são ferrita. A formação de placas de ferrita Widmanstätten também pode ser observada (W). **B)** É possível notar uma região parecida com a ferrita Widmanstätten, porém, chamada pelo autor de bainita. **C)** Uma região que poderia, pela avaliação de outras imagens, ser chamada de perlita (P) ou ferrita (F), é mostrada como bainita (B) e perlita (P).

Fonte: A) [79] B) [67] e C) [80]

Em relação à ferrita bainítica, optou-se, neste trabalho, por explicá-la juntamente com a fase bainítica, mais adiante.

A bainita é a microestrutura que aparece em temperaturas logo após aquela de surgimento da ferrita Widmanstätten, como pode ser observado na Figura 11 ([74]). A imagem mostra mudanças na temperatura de transformação e as microestruturas de formação correspondentes, quando aumentadas as taxas de resfriamento e reduzida a temperatura. Quando uma taxa crítica atinge uma nova região de transformação austenítica, a fase anterior é suprimida e surge uma nova fase. Por fim, até mesmo a transformação martensítica (que será abordada nas próximas seções), quando em taxas de resfriamento muito altas, sofre uma variação da transformação que passa de uma alta migração de discordâncias com alterações nos parâmetros de rede para a formação de maclas [81].

Figura 11–Influência da temperatura de transformação na formação de fases para um aço contendo 0,011% C. A ferrita é representada por α e austenita, por γ .

Fonte: Adaptado de [74]

A imagem anterior (Figura 11) dá uma visão geral das relações entre transformações e resfriamento. Assim, a fase bainítica tem como característica um refino muito maior do que aquele encontrado em fases “superiores”, como a ferrita Widmanstätten, equiaxial e acicular. Ainda, como é de conhecimento geral, há uma divisão também para a fase bainítica, ficando entre a bainita superior, cuja ocorrência se dá em temperaturas mais elevadas, e a bainita inferior, que aparece em temperaturas inferiores, imediatamente após aquela de início da formação martensítica (M_s). Microestruturalmente, a diferença se dá no refino, forma e distribuição dos carbonetos na ferrita, como pode ser observado na Figura 12 [32].

Figura 12–Representação esquemática da formação de bainita superior e inferior.

Fonte: [32]

Outro ponto importante a ser ressaltado é que a distinção entre bainita inferior e superior geralmente não é fácil e nem exata. Vários artigos recentes não se posicionam quanto a essa distinção, uma vez que a confirmação não pode ser facilmente feita pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV). Além disso, dificilmente haverá a ocorrência de apenas um tipo de bainita, em que todo o carbono precipitou exatamente como superior ou inferior. De todo modo, a Figura 13 (A e B) mostra as metalografias do mesmo aço austemperado em diferentes temperaturas e com pouco teor de silício. Assim, a microestrutura resultante foi bainita inferior para a Figura 13A e superior para a Figura 13B. Nota-se também a formação de carbonetos globulares [82].

Figura 13–Microestrutura bainítica: inferior (A) e superior (B)

Fonte: [82]

Além dos aços T&P, grandes protagonistas atualmente e candidatos a preencherem a lacuna, já citada na Figura 3, como aços da terceira geração, há também os aços conhecidos como bainíticos livres de carbonetos (CFB) já citados anteriormente como ferrita bainítica. Nessa microestrutura, há a formação das ripas aciculares de bainita sem a formação de carbonetos, pois o carbono se difundiu para a AR, estabilizando-a. Foi chamada também de ausferrita [61]. Essa microestrutura pode ser observada em [61] (Figura 14A), sendo que, segundo o autor, há misturas de bainita inferior e superior, com áreas brancas compostas de AR.

Essas várias nomenclaturas se tornam ainda mais confusas quando analisados muitos trabalhos sobre o tema, em que alguns autores citam microestruturas diferentes, como mostra a Figura 14B, em que é citada uma ferrita bainítica ou “quase ferrita” [83]. Na Figura 14C há o que os autores chamaram de estrutura bainítica granular típica [84]. Além disso, no mesmo trabalho cita-se o fenômeno do revenimento da bainita, que não foi relatado em nenhum outro trabalho pesquisado.

Figura 14 - Tipos de bainita. A) Ausferrita. As fases indicadas em “B)”, como FB e M, são ferrita bainítica (ou quase ferrita) e ilhas de martensita/austenita, também chamadas de constituinte MA, respectivamente. C) Observa-se ilhas de AR e bainita granular.

Fonte: A) [61] B) [83] E C) [84]

Outro trabalho explica o fato da ferrita acicular ser formada nos contornos de grãos, enquanto que a bainita é formada de fora para dentro dos grãos austeníticos [85]. A diferenciação, porém, é extremamente difícil de ser confirmada, como pode ser visto na Figura 15A. Na Figura 15B, observa-se bainita (ripas pretas) com AR (região clara), em um aço austemperado em baixas temperaturas por longos períodos [86]. No caso, não houve formação de carbonetos, apesar do longo período, possivelmente devido às baixas temperaturas praticadas na austêmpera, de forma que o carbono preso nas discordâncias não tinha energia suficiente para nuclear e crescer. Salvas as diferenças nas fotos devido às diferentes técnicas de caracterização, sendo no caso MEV e microscopia ótica (MO), é possível notar o quão difícil é uma diferenciação entre ferrita e bainita. Por fim, na Figura 15C, é possível notar uma microestrutura semelhante àquela apresentada na Figura 5A, porém os autores a chamaram de bainita coalescida [87].

Figura 15—Comparativo entre ferrita e bainita. A) Aparecimento de ferrita na microestrutura de um aço 0.069C-0.19Si-1.51Mn. B) Ripas de bainita nucleadas em uma matriz martensítica. C) Aparecimento de uma fase nomeada de bainita coalescida, muito semelhante à imagem “A”, o que dificulta uma padronização na diferenciação das microestruturas. M e A são martensita e austenita, respectivamente.

Fonte: A) [85] B) [86] C) [87]

Em outros trabalhos, uma região diferente do comum pode ser observada (Figura 16A [88]), de forma que, para os autores, não ficou claro o que seria a região mostrada pela seta, porém concluíram que possivelmente era bainita ferrítica livre de carbonetos. No segundo (Figura 16B[7]), mais recente, concluiu-se que era de fato a microestrutura CFB. No terceiro, uma região bainítica se destaca claramente das demais, de forma que sua orientação apresenta-se direcional e ordenada na área em específico (Figura 16C [89]).

Figura 16—Comparativos entre ferrita Widmanstätten e bainita. A) Considerada pelos autores como CFB. AR é representada por γ . B) Concluído pelos autores como sendo CFB. C) Claramente, uma estrutura bainítica bastante ordenada, apresentando contornos de grãos facilmente observáveis.

Fonte: A) [88], B) [7] C) [89]

Assim como as divergências mostradas acima, outra incoerência na caracterização e diferenciação entre bainita ferrítica e bainita pode ser observada na Figura 17(A) e (B), em que

alguns autores chamam a microestrutura de bainita e outros de ferrita bainítica [90]. Essa distinção pode ser elucidada via microscopia eletrônica de transmissão (MET). Nota-se, porém, ser difícil a distinção por meio da microscopia ótica.

Figura 17—Comparativo entre a chamada bainita ferrítica (BF na Figura “A”) e bainita (B na Figura “B”). P, RA e M são perlita, austenita retida e martensita, respectivamente.

Fonte: [90]

O trabalho de Ferrer [31] colaborou bastante para caracterizar aços multifásicos, pois apresentou um estudo aprofundado e detalhado sobre o assunto (Figuras 18 e 19). Quando comparado com os trabalhos da Figura 16(A) e (B), a microestrutura chamada de bainita livre de carbonetos é considerada como ferrita Widmānstatten no trabalho de Ferrer. O autor diferencia a ferrita Widmānstatten da CFB pelo comprimento do grão que tende a ser mais alongado na segunda, mas vai de encontro, porém, a outros autores já citados anteriormente. A bainita livre de carbonetos nada mais será do que uma ferrita acicular com austenita retida em filmes finos [91]. As outras microestruturas que são mostradas nas figuras serão discutidas adiante.

Na Figura 20 [92], nota-se a presença de bainita superior porém, quando feita uma aproximação, segundo os autores, a mesma é composta por filmes finos de AR com martensita não revenida (martensita de segunda formação – M2).

Figura 18– As imagens apresentadas no trabalho de Ferrer diferem das citadas em outros trabalhos, o que dificulta um consenso quanto à nomenclatura e à identificação de fases apropriada em aços multifásicos. Nas imagens abaixo, B, $\alpha'm$, α_w , α_q e P são, respectivamente, bainita, martensita (considerada como ferro alfa na forma tetragonal de corpo centrado – TCC), ferrita widmanstätten, ferrita poligonal e perlita. A formação e siglas foram mantidas originais a fim de preservar a qualidade da imagem.

Fonte: [31]

Figura 19– Classificação de fases segundo Ferrer. As legendas são as mesmas daquelas usadas na Figura 18. A formação e siglas foram mantidas originais a fim de preservar a qualidade da imagem.

Fonte: [31]

Figura 20 – A) Observam-se regiões de bainita superior (UB) que, aproximadas, são chamadas de martensita não revenida com filmes de austenita retida (RA/UM), conforme letra “B”.

Fonte: [92]

Nota-se que dentre as diferenças que permitem identificar as fases, a topografia tem um papel fundamental. Assim, Ros-Yáñez, Houbaert e Mertns [65] fizeram uma análise topográfica por meio da técnica AFM de um aço multifásico, para compreender melhor as características de cada uma das fases. Na Figura 21, são mostrados esses resultados. Nota-se que a região ferrítica/bainítica possui uma textura mais rugosa, enquanto que a martensita se apresenta mais lisa.

Figura 21–Topografia de uma região martensita e ferrítica, em um aço multifásico.

Fonte: [65]

Além da dificuldade de caracterização entre os tipos de bainita com a ferrita, há também a possibilidade de confusão entre a bainita, principalmente coalescida, com a martensita revenida. Para tanto, [93] mostrou que a diferença entre elas está no tamanho dos carbonetos, sendo que, na segunda microestrutura, os mesmos se apresentam de forma mais grosseira, como pode ser observado na Figura 22. Maiores detalhes sobre a martensita revenida serão dados nos próximos tópicos.

Figura 22–Comparativo entre a martensita revenida (MR) e bainita inferior. (BI) em imagens diferentes (a, b e c). AR é a representação da austenita retida.

Fonte: [93]

Ainda comparando as fases bainita e martensita, pode-se notar a partir de alguns trabalhos a dificuldade em diferenciar as duas fases [94]. Na Figura 23, é possível notar a semelhança entre elas para uma transformação parcial. No caso da Figura 23A, observam-se as ripas aparentes de bainita em uma matriz martensítica para um aço com 0,8%C tratado isotermicamente a 325°C. Já para a Figura 23B, o mesmo aço foi temperado a 175°C com posterior revenimento a 300°C.

Figura 23–Dificuldade na diferenciação da bainita (A) e da martensita revenida (B).

Fonte: [94]

O desenvolvimento da T&P se deu a partir de algumas características já conhecidas dos aços CFB. O ponto chave desse tratamento, muito estudado por Bhadeshia em vários trabalhos [32][86][95] e também por outros autores [2][96][97] mais recentemente, consiste na adição dos já conhecidos elementos supressores da formação de carbonetos, resultando em uma bainita livre de carbonetos. Assim, o carbono será responsável por estabilizar a austenita retida e impedir quaisquer outras decomposições, assim como ocorre nos aços T&P [2] e que vai de encontro com a convencional têmpera com revenimento (T&R) em que, para a estabilização da microestrutura final, há um incentivo para que ocorra a decomposição da austenita não transformada. Dessa forma, é possível, por meio dos aços CFB, a obtenção de microestruturas muito refinadas formadas por ripas bainíticas com austenita retida na forma de filmes finos [71], que proporcionam propriedades muito atrativas [2][26][79][98]. Essa microestrutura é consequência da composição química que permite o aparecimento da morfologia supracitada, em que a bainita será responsável pela resistência e a austenita retida pela ductilidade: frear a propagação de trincas, aumentando a tenacidade; sofrer o efeito TRIP e aumentar a taxa de encruamento, o alongamento e até mesmo a formabilidade desses aços, como mencionado na seção 3.1. Basicamente, o tratamento de *Carbide-Free Bainite* (CFB) consiste de um resfriamento isotérmico na região de formação bainítica. Um exemplo de tratamento para a obtenção de uma estrutura bainítica livre de carbonetos pode ser observado na Figura 24 [99]. No estudo, foi realizado um tratamento isotérmico acima e abaixo de M_s em dois aços contendo 0,15%C (Figura 24A) e 0,28%C (Figura 24B), ambos prevendo a obtenção de bainita livre de carbonetos devido à quantidade de silício e de alumínio. No resultado comparativo, o tratamento realizado em temperaturas abaixo de M_s apresentou ripas bainíticas mais finas, além de blocos do constituinte martensita/austenita retida (MA) menores. Também já foi comentada na seção 3.1 a possível decomposição da austenita em ferrita bainítica com ou sem a formação de carbonetos, dependendo dos teores de elementos supressores.

Alguns outros trabalhos também relataram bons resultados de propriedades mecânicas com a obtenção de uma microestrutura bainítica altamente refinada, chamada até mesmo de nanobainita (Figura 25A e B). As rotas são realizadas em temperaturas mais baixas, chegando a ocorrer a formação de bainita em temperaturas inferiores a M_s [100][2][101].

Figura 24 – Exemplo de tratamento CFB, realizado acima e abaixo de M_s . É possível notar que o tratamento é semelhante a austêmpera convencional, consistindo de uma austenitização seguida de uma manutenção isotérmica.

Fonte: [99]

Figura 25 – Mostra duas microscopias de aços CFB's. A) MEV possibilitando uma visualização mais precisa da microestrutura, mostrando uma morfologia bainítica bastante refinada. B) Microscopia ótica também de um aço CFB.

Fonte: A) [100] E B) [102]

A formação de uma bainita livre de carbonetos permitiu uma ampla gama de aplicações industriais. Como já mencionados, os tratamentos isotérmicos para a obtenção de estruturas CFB podem ser realizados, inclusive, abaixo da temperatura de início da transformação martensítica, como propõem alguns trabalhos mais recentes [99][103][104][105]. Microestruturas altamente refinadas e propriedades mecânicas interessantes tem sido obtidas nesses tratamentos também chamados “*below- M_s* ”. Esse tratamento mostrou-se eficaz em reduzir o tamanho e a fração volumétrica das fases martensítica e austenita retida na forma de blocos, favorecendo aplicações que exijam uma maior tenacidade ao impacto.

Neste momento, é possível fazer um paralelo entre os tratamentos de T&P e CFB, pois ambos se utilizam da possibilidade de obtenção de microestruturas livres de carbonetos e com a retenção da austenita enriquecida com carbono. Alguns trabalhos recentes sugerem aços

multifásicos com martensita, bainita livre de carbonetos e AR proporcionando propriedades atrativas para aplicações industriais [69][96][106].

Outro ponto a favor desses aços é que sua produção é realizada em temperaturas superiores, como no caso dos aços T&P, em que a primeira têmpera é realizada sempre acima da temperatura de M_f , gerando uma grande redução das tensões proporcionadas pelo rápido resfriamento, evitando trincas. Outras possibilidades de aplicação desses aços pela indústria consistem nas barras estruturais, chapas para conformação utilizadas pela indústria automobilística (Figura 1) e até mesmo aplicações que necessitem de boa resistência à fadiga [2][37].

3.3.2 Martensita

O resfriamento brusco da austenita gera a martensita, que é uma fase muito dura e frágil. Diferentemente das fases citadas no tópico anterior, que aparecem com alguma movimentação atômica, a martensita se forma com a deformação do parâmetro de rede da austenita, causando mudança na sua forma e ocorrendo uma expansão de volume. Sua formação se dá em blocos ou ripas e normalmente é uma reação atérmica, isto é, sem difusão. A fração de transformação depende do super-resfriamento abaixo de M_s e não é dependente do tempo, uma vez que é consequência de uma nucleação e de um crescimento extremamente rápido. Além disso, é normal a ocorrência de alguma austenita não transformada, mantida à temperatura ambiente (austenita retida, que será detalhada no tópico seguinte) [67][91][107]. Sua morfologia no microscópio ótico se dá geralmente em ripas ($\%C < 0,6$) e em placas ($\%C > 0,6$), sendo possível haver a ocorrência das duas formas num mesmo material.

A Figura 26 indica a fração de martensita em função da temperatura de resfriamento (dentro, obviamente, da faixa M_s/M_f), e mostra as possíveis formações das ripas martensíticas. A transformação será primeiramente observada em temperaturas imediatamente abaixo de M_s e é indicada pela formação de poucas e pequenas placas lenticulares (no caso de um aço eutetóide, como mostrado na Figura 27A e B), conhecida como martensita em placas. A temperatura M_s de um aço eutetóide gira em torno de 230°C . Placas adicionais serão formadas conforme a temperatura decresce (Figura 27C e D). A fração volumétrica da fase irá aumentar como mostrado na Figura 26 (que, inclusive, destaca a curva de transformação para a martensita). Arelado a isso, é possível observar o desenvolvimento dessa microestrutura na Figura 27A-D, em que se nota o aumento do aparecimento das ripas, sendo as regiões brancas/claras a martensita formada na segunda têmpera juntamente com a austenita não

transformada [67][108]. Há uma semelhança, mencionada anteriormente, entre a bainita e a martensita, quando comparadas as Figuras 27B e 15B.

Figura 26—Estágios de formação da martensita, observados com a variação entre temperatura e fração volumétrica da fase.

Fonte: Adaptado de [67]

Figura 27—Microscopias indicando cada estágio de formação da martensita para um aço eutetóide. A) Austenitizado a 850°C, temperado a 210°C e revenido a 300°C. B) Austenitizado a 850°C, temperado a 200°C e revenido a 300°C. C) Austenitizado a 850°C, temperado a 180°C e revenido a 300°C. D) Austenitizado a 850°C, temperado a 20°C e revenido a 300°C. Não há escala na imagem original.

Fonte: [67]

A martensita e a AR têm importância fundamental nos aços T&P. A primeira confere dureza e resistência. A outra será responsável pelos bons alongamentos causados pelo efeito TRIP. Como já mencionado, atualmente outras fases foram incluídas nessa geração de aços.

A identificação da martensita é bastante complexa, sendo facilmente confundida com a bainita (ver Figura 28 [109]) e identificável, preferivelmente, em baixas frações, por questões de contraste. O uso de outros métodos como microscopia eletrônica e dilatometria são comumente utilizados [110]. A forma mais comum de martensita que pode ser observada nos aços T&P são as ripas, uma vez que os aços T&P tendem a não ter mais que 0,6%C. Porém, há também o chamado constituinte martensita/austenita (M/A), que é um aglomerado das duas fases não possível de distinção. Essa denominação é atualmente muito utilizada. A Figura 29A e B mostra o aparecimento dessas duas fases em um mesmo material. É possível notar, em ambas, as diferenças de morfologia [111].

Figura 28—Imagem indicando presença de martensita em regiões onde claramente seria chamada de CFB's (*Carbide-Free Bainite*) por outros autores.

Fonte: [109]

Em outro trabalho, uma microestrutura semelhante é considerada a nucleação de alguns grãos de bainita em uma matriz martensítica para aços temperados, particionados e revenidos (uma nova variação do T&P). Uma microestrutura tripla, contendo M, B e AR, foi obtida. A austenita resultante neste caso foi em filmes finos com espessura de 20nm. A bainita nucleou na etapa de particionamento do processo (Figura 30 [69]).

Figura 29 – A) e B) - Diferentes tipos de martensita em pontos diferentes de uma amostra. Martensita em ripas (ML) e martensita em placas (MP).

Fonte:[111]

Figura 30 – Microestrutura completamente martensítica em A) e grãos bainíticos, após partição, em B). M e B são martensita e bainita, respectivamente.

Fonte:[69]

Uma fase muito comum de se encontrar nos aços T&P consequentemente acaba sendo a martensita revenida. Uma vez que há um resfriamento isotérmico entre M_s e M_f , a martensita que se forma primeiro (na primeira têmpera, chamada de M1) tenderá a sofrer um revenimento (também chamado de auto-revenimento [112]) que será maior se a partição for mais longa. Após o resfriamento final, a austenita pouco estável (*i.e.* pouco enriquecida) se transformará em uma nova martensita (M2), que não sofrerá nenhum alívio ou revenimento [44][35][113]. A martensita M2 é frágil e pode comprometer as propriedades mecânicas quando em alta quantidade no material, de forma que há uma tentativa de reduzir sua ocorrência ao máximo nos aços [59]. M1 e M2 podem ser observadas por MEV (Figura 31A), por meio de uma textura aparente, com alguma dificuldade, dependendo das condições [114]. Entretanto [65], um exame topográfico mostrou de forma mais detalhada as características de cada uma delas (Figura 31B[65]). Nota-se claramente que há diferença de rugosidade entre as duas fases.

Figura 31–Topografia mostrando a diferença entre a martensita de primeira formação (M1) e a martensita de segunda geração (M2). A) Microscopia de uma amostra contendo os dois tipos de martensita. B) M1 e M2 observados pelo ensaio topográfico.

Fonte: A) [114] B) [65]

Principalmente quando há a ocorrência de bainita, a martensita revenida torna-se complicada de ser identificada. Porém, em relação à distribuição de carbonetos, existem algumas características que facilitam sua caracterização. É importante notar que o aparecimento de carbonetos nos aços T&P é relativamente comum, uma vez que apenas altos teores de elementos supressores e rotas não muito longas são capazes de evitá-los [115]. Um esquema apresentado por [116](Figura 32) explica o aparecimento da martensita revenida. A ocorrência dessa fase pode se dar antes mesmo da realização do revenimento, após o processo de T&P.

Figura 32–Esquema ilustrando um processo de T&P, com finalizado com revenimento. Nota-se que as distribuições de carbono, ao final, são as mesmas de antes do revenimento, porém as morfologias são alteradas. P, γ , c e α são perlita, austenita, cementita e ferrita, respectivamente.

Fonte: Adaptado de [116]

A Figura 33A e B [59] mostram as fases martensita revenida (MR), M2 e AR para um aço médio carbono de baixa liga. Na Figura 33A, é possível observar ripas martensíticas empobrecidas de carbono com alguns carbonetos internos. Segundo os autores, isso se dá graças à ocorrência de um pequeno auto-revenimento. As áreas lisas da micrografia são consideradas como constituinte M/A, uma vez que não é possível a distinção entre M2 e AR. Como as frações de área na imagem foram notadamente maiores do que as medidas por difração de raios-x (DRX), pode-se inferir com certeza que houve formação de martensita (*Fresh Martensite* - M2) na segunda têmpera. Na Figura 33B, percebeu-se um enriquecimento insuficiente de carbono pela austenita, já que a metalografia mostra ilhas grosseiras de martensita não revenida (FM/M2). No trabalho, quando a temperatura da têmpera foi alcançada, análises dilatométricas indicaram 50% de AR, enquanto que na microestrutura final (após o particionamento), havia 12% de AR e, portanto, poderia ser esperada a formação de 38% de martensita não revenida.

Figura 33 – Imagens que mostram as diversas variações da martensita. A) Nota-se a precipitação de carbonetos no interior de um grão/ripa martensítica em TM e regiões de superfície aparentemente mais lisas, classificadas como o constituinte M/A (RA e MR). B) Uma micrografia diferente para as mesmas microestruturas.

Fonte: [59]

Na Figura 34A, nota-se uma microestrutura constituída por martensita e carbonetos. Há filmes de austenita retida, martensita empobrecida de carbono (martensita revenida ou M1) e martensita secundária (*Fresh Martensite* ou M2. Os carbonetos precipitados dentro do grão martensítico são evidentes. Já na Figura 34B tem-se uma microestrutura composta pelo constituinte MA (martensita e austenita retida, que será mostrado na próxima Seção), martensita revenida (com os carbonetos evidentes) e *Carbide-Free Bainite* (CFB) [117].

Figura 34 – A) Presença de M2 e M1 com carbonetos (em outras palavras: martensita revenida). B) Outro trabalho mostrando a presença de bainita ferrítica (BF) ou CFB em duas morfologias sutilmente distintas, com a ocorrência de martensita revenida. A partir de dois trabalhos diferentes, é possível notar a diferença de nomenclatura para fases semelhantes.

Fonte: a) [118] b) [117]

A Figura 35A [89] e Figura 35B [119] mostram e caracterizam os carbonetos que podem ser os de transição “ε”, ou até a cementita propriamente dita. Na Figura 35A é possível observar carbonetos dispersos dentro de uma ripa martensítica. Já na Figura 35B um aço Fe-2Mn-0.25C-0.5Al com pré-microestrutura martensítica foi austenitizado intercriticamente e temperado, resultando em uma microestrutura multifásica contendo carbonetos dispersos, de modo a ser possível considerar a microestrutura como martensita revenida quando comparado com outras referências [67][108].

Figura 35–Carbonetos comumente encontrados nos aços multifásicos: A) Carbonetos de transição, B) Cementita em precipitados maiores. A fase representada por BF é ferrita bainítica.

Fonte: A) [89] B) [119]

A diferença entre a M1 e M2 se dá também em decorrência do ataque químico mais acentuado ou não por uma mesma solução (Nital 2%). A Figura 36 [110] mostra um estudo realizado com o intuito de analisar o perfil de composição química nas diferentes martensitas de um aço. De acordo com as observações obtidas, espera-se que uma martensita com um alto

contraste e com um tamanho maior contenha mais carbono que o restante da microestrutura. A seta indica a linha em que a análise com microanalisadores de sonda eletrônica (EPMA - Figura 36A) foi realizada em numa imagem de MEV. Na microestrutura, nas áreas mais atacadas há menos carbono do que nas regiões mais claras, indicando ser martensita empobrecida de carbono (Figura 36B), como comentado nas Figuras 33A e 34A, apesar de não apresentarem evidente precipitação de carbono. Como se pode notar na Figura 36C, as concentrações dos elementos de liga permaneceram constantes, mesmo quando atravessadas as interfaces dos dois tipos de martensita. Essas observações sugeriram que as regiões mais fortemente atacadas correspondem a uma martensita formada na primeira têmpera (M1), enquanto que o restante da microestrutura consiste em uma martensita formada na têmpera final (M2), juntamente com AR (as características da AR nas metalografias serão comentadas nos tópicos a seguir). Outros trabalhos [120] corroboram os resultados relatados e confirmam que a martensita revenida é mais facilmente atacada do que a martensita formada na segunda têmpera, devido à nucleação e crescimento de precipitados de carbonetos de transição e cementita após o revenimento. Com base nessas características metalográficas, pode-se concluir que, para a identificação de aços multifásicos contendo mais de um tipo de martensita, aquela que sofrer um ataque mais intenso será M1, enquanto que as fases em “bloco” e mais claras serão as M2, formadas a partir de austenitas não transformadas e não estabilizadas após a primeira têmpera.

Figura 36—Composição química da martensita. A) Região comparativa para análise. B) Perfil de carbono na martensita. C) Perfil de outros elementos.

Fonte: [110]

3.3.3 Austenita Retida

A Austenita retida é a principal fase nos aços multifásicos T&P, pois será responsável pelo efeito TRIP e por maiores alongamentos e conformabilidades [121]. É a austenita que não se decompôs ou se transformou em outra fase durante o resfriamento. Isso pode acontecer por várias razões. A principal é a composição química e, mais recentemente, as rotas empregadas. Sua ocorrência é sempre muito comum nos aços, mesmo que em quantidades muito pequenas. Entretanto, é importante frisar que seu aparecimento em baixas temperaturas não significa que haverá estabilidade e, dessa forma, trata-se de uma fase metaestável que, por alguma razão, ficou constricta na estrutura CFC à temperatura ambiente. Até o advento dos aços avançados, sua presença era comumente indesejada e sua eliminação/decomposição ocorria no revenimento [122][123].

Em praticamente todos os casos, sua microestrutura em uma metalografia será visualizada como uma região clara/branca. As questões relacionadas à aparência das fases no MO serão discutidas no tópico a seguir. Por hora, serão comentadas as condições da forma como se apresentam. A formação morfológica da AR se dá comumente em formas de filmes finos ou blocos (Figura 37A e B[82][124]), dependendo das variáveis como composição química, rota de processamento, morfologia de outras fases, etc ([92][123][124]). A forma preferível de se obter a austenita retida nos aços T&P é em filmes finos, uma vez que, conforme o tamanho da partícula se reduz, sua estabilidade e distribuição entre as ripas martensíticas e/ou bainíticas é ampliada, obtendo-se melhores propriedades mecânicas. Geralmente, quando em blocos, há uma menor estabilidade e, conseqüentemente, a transformação em martensita (ocorrência do efeito TRIP) se dá mais rapidamente (*i.e.* em baixas tensões), fazendo com que os resultados mecânicos sejam piores [90].

Figura 37–Tipos de AR encontradas nos aços multifásicos. A) Amostra contendo ferrita bainítica, austenita retida e carbonetos granulares (CG), nota-se a presença de dois tipos de AR: filmes nanométricos (γ nano) e sub-micro (γ sub). B) Percebe-se duas morfologias na AR: em filmes (γ F) e em blocos (γ B).

Fonte: a) [82] b) [124]

Uma importante questão levantada mais recentemente se dá em relação à forma como a austenita retida é formada durante o resfriamento em relação às questões difusionais. Sabe-se, como já mencionado diversas vezes, que a grande maioria dos autores identifica os blocos de AR como sendo formados por um constituinte contendo também a martensita, comumente chamado de constituinte MA. A formação desse bloco se dará a partir de um enriquecimento de carbono no grão austenítico a partir da superfície/contornos. Quanto mais tempo disponível, mais carbono difundirá grão adentro, respeitando os limites termodinâmicos postulados pelo conceito CCE (Seção 3.2). Dessa forma, após o tempo estipulado de particionamento, o centro dos grãos austeníticos não terão tido tempo/capacidade suficiente para estabilizar. Assim, no resfriamento final, o centro do grão (não enriquecido/estabilizado de carbono) se transformará em martensita, enquanto que sua superfície se manterá como austenita a temperatura ambiente, como mostra a Figura 38.

A partir de então, alguns autores propuseram a explicação desse fenômeno de formação da AR. [92] montou um esquema mostrando a formação a partir de uma austenitização parcial (Figura 39). A partir deste esquema, pode-se perceber que a formação da ferrita prévia introduz um gradiente de carbono na austenita remanescente, durante a primeira têmpera, levando a um aumento da concentração de carbono nas áreas de contorno do grão austenítico, mas deixando empobrecida sua região central. Como resultado disso, haverá uma martensita formada no centro do grão, enquanto que as áreas periféricas se enriquecerão de carbono, reduzindo a temperatura M_s daquela região, fazendo com que seja possível a estabilização de AR metaestável em baixas temperaturas (fato já mencionado no início desse capítulo). A morfologia final foi apresentada juntamente com o perfil de carbono esperado em cada situação. A situação foi comprovada no mesmo trabalho em uma micrografia que aqui é apresentada na Figura 39, mostrando uma imagem de MEV em que é possível notar a diferença entre o centro do grão (região aparentemente mais rugosa) e a superfície (região lisa, com maior enriquecimento de carbono). Essa explicação colabora com a análise metalográfica dos aços multifásicos, uma vez que facilita, em parte, a identificação e o entendimento do controverso constituinte MA.

Figura 38 – Martensita revenida no centro do grão, indicado pela precipitação de carbonetos (carbide precipitation). Nota-se os contornos dos grãos com aparência lisa, indicando ser AR.

Fonte: [92]

Outros trabalhos também apresentaram imagens que comprovaram o aparecimento da AR nas extremidades do grão [73][74][120]. Na Figura 40(A e B) [125] é possível notar claramente regiões de contorno mais lisas e brancas do que as regiões centrais, onde é possível observar a martensita.

Figura 39 - Perfil de carbono e sua influência na formação das fases presentes. A, FI, FE e M são austenita, ferrita intercrítica, ferrita epitaxial e martensita, respectivamente.

Fonte: [92]

Figura 40 – Características microestruturais e morfológicas da AR nos aços multifásicos. A) Contornos de grãos com pouca ou nenhuma quantidade AR. B) Contornos de grãos com quantidade considerável de AR, com fácil identificação por meio das regiões de aparência mais lisa e suave. M, F, M/RA são, respectivamente, martensita, ferrita e constituinte martensita/austenita.

Fonte: [125]

A Figura 41 [126] mostra regiões bastante claras, adjacentes aos grãos martensíticos, mostrando ser de fato austenita retida enriquecida. Nota-se, também, o aparecimento de cementita na microestrutura.

Figura 41–Observação da precipitação de cementita com AR, nos contornos de grãos.

Fonte: [126]

3.3.4 O efeito da pré-microestrutura no tratamento de T&P

Entre as diversas variações de tratamentos que surgiram após a T&P, uma delas, até então não considerada, chamou a atenção: a pré-microestrutura do aço a ser tratado. Os aços eram tratados a partir de uma pré-microestrutura baseada em ferrita e perlita, o que ainda é praticado na maior parte dos casos. Entretanto, sabe-se que a microestrutura prévia tem forte influência nas etapas de formação das fases subsequentes. As condições iniciais da austenita também influenciam na microestrutura e nas propriedades mecânicas após o tratamento térmico [127]. Entre os principais parâmetros que governam os mecanismos de formação da austenita destacam-se a taxa de aquecimento e a microestrutura prévia (em termos de tamanho de grão e distribuição de fases)[127][128].

Trabalhos pioneiros nesse assunto datam de 1938 [129], em que se notou que a pré-microestrutura influenciava o desenvolvimento das fases seguintes. Posteriormente, reportou-se [130] que a transformação bainítica a 300-400 °C foi acelerada devido à pré-existência de martensita na microestrutura inicial, que fora formada a 150 °C em aços com 0,86 e 1,21%C. Outros estudos chegaram a conclusões semelhantes, mostrando que uma martensita prévia acelera a formação de bainita [131]. Notou-se também que as ripas bainíticas formaram-se adjacientemente às ripas martensíticas, mantendo-se na mesma orientação cristalográfica.

Outras pré-microestruturas foram utilizadas para avaliação do desenvolvimento das fases seguintes. Observou-se que a presença prévia de bainita inferior acelerou a formação de bainita superior em aços com 0,31 e 0,69%C [132]. Nesse mesmo trabalho, foi sugerido que o efeito da aceleração da formação de bainita superior se deu devido às tensões induzidas pela transformação inicial em bainita inferior. Essa teoria foi comprovada: amostras recozidas a temperaturas superiores à da transformação da bainita para alívio de tensões apresentaram desaceleração de transformação, mostrando também que a formação prévia de bainita inferior servia como pontos de pequenos núcleos para o desenvolvimento da bainita superior que se desenvolveria posteriormente.

Em um trabalho recente sobre a influência da pré-microestrutura nos tratamentos térmicos, em específico nos T&P (Figura 42), estudaram-se-se duas rotas alternativas para um aço contendo 0,2%C, 2,2%Mn e 1,8%Si, sendo que ambas foram austenitizadas intercriticamente antes do tratamento de T&P [14]. No primeiro grupo, a microestrutura inicial era composta de ferrita e perlita. No segundo grupo, os aços sofreram uma têmpera comum, deixando a microestrutura prévia composta de martensita. O tratamento subsequente de T&P escolhido foi realizado em uma temperatura intercrítica em tempos variados de patamar. O

tratamento intercrítico tem se mostrado muito benéfico do ponto de vista das propriedades mecânicas dos aços multifásicos, uma vez que o aparecimento de ferrita e de bainita equilibram as duras características da martensita presente nos aços T&P [12][20]. Um esquema detalhado da evolução da microestrutura do grupo de aço que sofreu uma têmpera prévia pode ser observado na Figura 43 [14]. As microestruturas resultantes dessa rota foram ripas de ferrita com ripas de martensita e austenita retida acicular.

Figura 42 - Ilustração do tratamento realizado em um aço, a partir de diferentes microestruturas, sendo o grupo A) para pré-microestruturas convencionais contendo ferrita e perlita e o B) para pré-microestruturas martensíticas.

Fonte: [14]

Figura 43 - Esquema de desenvolvimento da microestrutura de aço T&P com pré-microestrutura martensítica: A) Austenitização; B) pré-têmpera; C) recozimento intercrítico com formação de austenita em blocos nos contornos de grãos martensíticos; formação de austenita acicular entre as ripas de martensita e migração dos contornos de grão martensíticos; D) têmpera à 240°C para transformação de parte da austenita intercrítica em martensita; E) particionamento à 400°C com migração do carbono da martensita para a austenita, revenimento da martensita; F) têmpera à temperatura ambiente com formação de nova martensita (fresh martensite).

Fonte: [14]

Foi constatado que uma pré-microestrutura com maiores níveis de tensão e mais refinada favorece a nucleação das novas fases e a formação de uma estrutura final também mais fina, colaborando para boas propriedades mecânicas capazes de ocupar posições interessantes na categoria dos aços de terceira geração [14][37][133], como já explanado na primeira sessão. Outro fator interessante observado em [14] foi que microestruturas prévias com maiores tensões e densidades de discordâncias proporcionaram maiores quantidades finais de AR.

Quando os constituintes prévios foram ferrita poligonal e perlita, a quantidade de AR foi reduzida devido a um aumento de austenita intercrítica, resultado de um relativo declínio local da densidade de discordâncias, levando a uma menor estabilidade de austenita em baixas temperaturas, fator que já foi relatado em [134].

Em relação às propriedades mecânicas, os aços com pré-microestruturas diferentes dos usuais apresentaram bons resultados, principalmente em relação à ductilidade. Também foi observado que o tempo na temperatura intercrítica influenciou muito pouco nesses aços. Um comparativo entre os aços com pré-microestruturas convencionais (amostras A1 e A2) e com pré-microestruturas modificadas (amostras B1 e B2) pode ser observado na Figura 44 [14]. Notou-se, ainda, que a presença de AR na forma acicular, juntamente com a ferrita em ripas, colaborou para os resultados mais atraentes do segundo grupo de amostras em termos de propriedades mecânicas.

Figura 44 - Curvas de Tensão versus Deformação em comparativo com aços T&P convencionais e T&P com pré-microestruturas modificadas.

Fonte: [14]

Em outro trabalho recente, foi estudada a mesma pré-microestrutura martensítica em um aço contendo 1,6%C com posterior T&P, à temperatura de austenitização intercrítica [20]. Observou-se que, mesmo após a austenitização intercrítica, a microestrutura manteve-se em forma de ripas e a instabilidade da cementita colaborou para produzir uma austenita intercrítica altamente estável e com alta concentração de carbono. Além disso, também se sugere que a alta densidade de discordâncias presente na pré-microestrutura martensítica colabora para uma aceleração da formação das fases seguintes [20], o que é confirmado por outros autores [135][136].

Em outra pesquisa [137], a transformação bainítica ocorreu mais rapidamente em uma pré-microestrutura mista contendo martensita e austenita do que para uma pré-microestrutura completamente austenítica. As ripas bainíticas tiveram sua formação acelerada ao redor das ripas martensíticas. Também houve um aumento da formação de bainita quando aumentada a presença de martensita na pré-microestrutura.

Em relação às propriedades mecânicas, os aços com pré-microestruturas diferentes do convencional apresentaram boas combinações de resistência versus ductilidade. O principal argumento que sustenta essa característica é a maior quantidade e estabilidade da austenita presente na microestrutura final encontrada nesses aços, chegando a mais de 12% em alguns casos [14][20]. Essas porcentagens de AR levaram a tensões de escoamento de 650 MPa com até 25% de alongamento. A formação de austenita na forma de ripas intercaladas com a matriz martensítica foi elencada como a responsável por resultar em melhores propriedades mecânicas [20]. Assim, alguns estudos tem focado seus esforços em compreender melhor as diferentes morfologias da AR (Figura 45A e B) [69]. Neles, nota-se a ocorrência de três tipos diferentes de austenita retida obtidos em um aço Si-Mn tratado com o objetivo de aparecimento de *Carbide-Free Bainite* em processo de T&P. [106] obteve em uma de suas rotas realizadas em aços ao Cr-Si-Mn resistências de até 1700 MPa, com alongamentos totais de mais de 25% e tenacidade ao impacto a -40°C de 48 J/cm².

Figura 45 - Imagens de TEM de três tipos diferentes de austenita retida com tamanho e morfologias diferentes, sendo A) campo claro e B) campo escuro. RA1: Austenita retida em blocos, RA2: Filmes ultrafinos de austenita retida, RA3: Austenita retida em ripas espessas.

Fonte: [69]

Essas características atrativas foram relacionadas com os filmes ultrafinos e estáveis de austenita, que mantiveram a ocorrência do efeito TRIP em tensões mais elevadas. Resultados de PSE's, alcançando valores de até 47,5 GPa, foram atingidos nesses aços multifásicos [138].

Alguns estudos propuseram a formação de estrutura bainítica juntamente com o processo de T&P [96], para se obter aços multifásicos contendo bainita, martensita empobrecida, austenita retida e M2. Foram desenvolvidos dois processos, o de Têmpera com Partição e Revenimento (QPT) [139][69] e o de Têmpera e Partição com formação Bainítica (BQ&T) [138], para a formação desses aços multifásicos. Esses estudos, entretanto, utilizaram pré-microestruturas convencionais em seus trabalhos. Apesar disso, boas propriedades foram

obtidas nos aços multifásicos resultantes desses tratamentos. A variável mais fortemente pesquisada tem sido a das variações de forma, quantidade e morfologia da austenita retida.

A proposta de se utilizar a bainita como pré-microestrutura, principalmente em sua forma livre de carbonetos, abriu novas possibilidades de compreensão dos mecanismos de desenvolvimento dessa microestrutura em temperatura ambiente, juntamente com a AR totalmente estabilizada e com posterior tratamento intercrítico. Esse é um estudo inovador. Além disso, como proposto por [14], que uma microestrutura martensítica altamente refinada colabora para a produção de aços T&P com boas propriedades, espera-se que o mesmo possa ocorrer com uma microestrutura refinada de bainita, que pode ser obtida em diversas morfologias, dependendo da temperatura de tratamento [22]. Ademais, cada uma das morfologias de bainita resultante pode proporcionar diferentes propriedades mecânicas, como alta resistência à tração e baixa tenacidade ao impacto, no caso da bainita superior, e o oposto, para a bainita inferior. Essa diferença nas propriedades desses tipos de bainita resulta da interface das morfologias, dos tamanhos das fases, da interface entre a ferrita bainítica livre de carbonetos com a austenita retida e também dos ângulos entre os grãos bainíticos, que podem prevenir a propagação de trincas e aumentar a tenacidade ao impacto, relatado em trabalhos posteriores [85].

Outros estudos sugerem que pré-microestruturas mais refinadas e com carbonetos mais dispersos e finos (como se espera obter em algumas rotas deste trabalho) favorecem os pontos de nucleação em uma posterior austenitização, reduzindo a necessidade de maiores tempos de patamar [127]. Tais diferenças proporcionaram aos aços T&P diferentes microestruturas e propriedades finais, abrindo nova gama de aços candidatos à terceira geração. Uma pré-microestrutura formada por bainita livre de carbonetos foi idealizada para dividir os grãos iniciais de austenita e refinar as microestruturas finais, aumentando nesses aços a resistência ao impacto. A migração de carbono para a estabilização da austenita retida poderá ocorrer não somente por meio da martensita supersaturada, mas também partindo da ferrita bainítica, o que aumenta a quantidade de AR no aço.

O estudo de diferentes morfologias e frações volumétricas de pré-microestruturas bainíticas poderá gerar austenita retida em quantidades superiores às usuais e também em níveis de estabilização diferentes. Deve-se lembrar também que todos esses benefícios podem ser alcançados em aços de baixo custo, uma vez que não possuem em sua composição teores elevados de elementos mais caros como níquel e molibdênio[135].

3.3.5 Caracterização microestrutural dos aços T&P: Reagentes

A caracterização dos aços em geral é complexa por diversos fatores: composição, homogeneidade, processamento, secção transversal, etc. Nos últimos anos, com o forte avanço dos aços multifásicos, pesquisas antigas que tratavam da caracterização metalográfica desses aços voltaram a ser foco de atenção dos pesquisadores, principalmente as que trabalhavam com aços T&P [73][140]. Novos trabalhos, corroborando a importância da utilização de novas técnicas de identificação de fases, tem sido publicados [141]. Para revelar as características microestruturais dos aços, diversos métodos têm sido modificados em suas composições químicas originais. Os métodos tradicionais (leia-se a grande maioria) utilizam processos de corrosão controlados dirigidos por diferentes potenciais eletroquímicos entre as áreas de superfície e as heterogeneidades físicas [142].

Além do tradicional Nital (com teor de ácido nítrico variando de 1% até valores de 5%), que não é considerado um ataque colorido, mas cumpre a função de identificação de grande parte dos aços disponíveis, outros reagentes com propriedades em colorir cada fase de uma forma específica (técnica chamada de ataque colorido [143]) têm chamado a atenção. Outra vantagem que estes reagentes oferecem é em relação a segurança de manuseio [144] quando comparado, por exemplo, ao ácido pícrico. A divisão, portanto, entre os tipos de reagentes se dá em dois grupos: os ataques corrosivos e os ataques do tipo colorido.

Ataques corrosivos:

Esta classe de reagentes ataca a superfície da amostra com uma corrosão controlada, resultado da diferença de potencial eletrolítico entre as regiões da superfície atacada [142]. Esta diferença pode existir entre o contorno/interior dos grãos, entre fases ou entre diferentes orientações cristalográficas.

Nesta classe, cada reagente tem suas peculiaridades e características ao revelar determinada microestrutura. Os dois principais são à base de ácido nítrico (Nital) e à base de ácido pícrico (Picral). O Nital tem boa capacidade de revelar ferrita em uma matriz martensítica e em contornos de grãos ferríticos em aços de baixo carbono. O Picral acaba por ser melhor em revelar cementita em ligas ferríticas e constituintes de ferrita-cementita, como perlita e bainita.

Algumas imagens obtidas em corpos de prova atacados com Nital 2% em aços multifásicos podem ser observadas na Figura 46 [145]. Nota-se que há variações na tonalidade das amostras.

Figura 46 - Variação das cores com mudanças na microestrutura. M, B e MA são martensita, bainita e constituinte martensita/austenita retida, respectivamente.

Fonte: [145]

Ataques coloridos:

Aplicam-se na superfície da amostra uma camada anódica ou catódica [143]. O filme fino depositado tem, geralmente, espessura entre 40 e 500 nm. Esse tipo de ataque é feito a partir de componentes à base de metabissulfitos e de triossulfatos. O mais comum deles é metabissulfito de sódio aquoso (comumente abreviado de SMB), que revela contornos de grãos ferríticos. Colore alguns grãos ferríticos (alguns permanecem brancos) [146], perlita e bainita, de forma semelhante ao Picral, mas com diferenças para a martensita, como temperada ou revenida. O uso dos reagentes coloridos, utilizados para colorir determinadas fases, é bastante recomendado para aços multifásicos, estudo de tamanho de grão, detecção de segregação e deformação residual [144]. Em alguns trabalhos, o SMB revelou a martensita em uma tonalidade escura e não a atacou (mantendo-a branca) e a austenita retida (Figura 47 [145]), o que facilitou sua diferenciação. Sua principal utilização se dá na caracterização do constituinte MA. Para melhor visualização da microestrutura, faz-se um pré-ataque de Nital, antes da aplicação do SMB[145][147].

Figura 47 – Visualização da AR, por meio do ataque com SMB, revelada como regiões bastante claras. AR é austenita retida.

Fonte: [145]

O LePera é outro reagente importante nessa categoria e tem em sua composição uma mistura de partes iguais de duas soluções distintas:

Solução 1: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada

Solução 2: 4% de ácido pícrico diluído em etanol.

O LePera, muito estudado na literatura recente, apresenta bons resultados na distinção de microestruturas [146]. É importante salientar que esse reagente pode ser modificado para atender às condições de processamento, composição química (entre outras características) e a uma boa revelação da microestrutura. Este reagente mostrou-se eficiente na identificação das fases bainítica/ferrítica, na coloração escura/marrom claro e, principalmente, do constituinte MA como uma fase mais clara/branca (Figura 48 [145][148][149]). Em outro trabalho [149], o nital foi mais eficiente que o LePera na observação da fase ferrita Widmännstatten.

Figura 48 – Revelação com LePera, mostrando bainita com coloração escura e martensita ou MA em regiões mais claras. B e MA são bainita e constituinte martensita/austenita, respectivamente.

Fonte: [145]

A maior dificuldade na utilização dessas técnicas é a repetibilidade, que é difícil de ser obtida até mesmo para materiais e condições semelhantes, por haver muitas variáveis. Dentre as principais, estão preparação das amostras, preparação dos reagentes, tempo de fabricação dos reagentes e técnica de aplicação na amostra. Também diferentemente dos ataques convencionais, deve-se manter a fina camada depositada pelos reagentes coloridos, deixando-os na amostra. Essa camada de filme muito fino depositado (da ordem de $30\mu\text{m}$ [150]) será responsável por colorir regiões específicas no material e permitir um contraste, quando observado no MO.

Um comparativo entre a caracterização de aços multifásicos pela microscopia ótica (ataque com LePera) e MEV, [112] mostrou que a identificação é possível apenas por meio do primeiro. Porém, como pode ser observado na Figura 49, um trabalho conjunto é mais garantido.

Figura 49– Comparativo de uma mesma microestrutura analisada por microscopia ótica com ataque LePera e MEV com ataque de Nital. AR é austenita retida.

Fonte:[112]

Além dos reagentes já citados, o Beraha tem sido bastante utilizado, devido sua possibilidade de adaptações em relação às misturas obtidas [151][146]. Uma de suas composições, chamada apropriadamente por Beraha-Martensítico (Beraha M), tem por finalidade colorir de azul toda a fase martensítica do aço [152][153]. Além disso, tende a colorir de azul ou amarelo microestruturas mais grosseiras e de marrom microestruturas mais refinadas ou bainita [154] [155]. Alguns autores [156] conseguiram bons resultados com o B-M, que coloriu ferrita como marrom escuro e austenita retida como branco.

3.4 Propriedades Mecânicas

Os aços de ultra-resistência de terceira geração têm como objetivo atender demandas que tangem às propriedades mecânicas faltantes nas regiões em branco do gráfico, e oferecer tais requisitos para materiais de baixo custo (Figura 3 - Capítulo 1).

A relação com as fases presentes é um tanto quanto óbvia, pois mais fases duras proporcionam maiores resistências e durezas; as mais “moles”, maiores ductilidades e alongamentos. Entretanto, como já mencionado anteriormente, proporções, morfologias, grau de refinamento da microestrutura, entre outros fatores, alteram consideravelmente as propriedades mecânicas.

No início da descoberta dos aços T&P, martensita e austenita retida eram praticamente todo o universo dessa nova classe de aço. Surgiram, então, trabalhos que mesclavam outras microestruturas. A partir de 2010, valores superiores a 1000 MPa e 20% de alongamento começaram a ser exigidos para a 3ª geração de aços[37]. Desde então, diversos trabalhos tem tentado alcançar valores próximos a esses. A grande maioria utiliza aços mais elaborados e com maiores teores de elementos de liga. Alguns tentam simplificar e baratear custos por meio da obtenção de boas propriedades com aços comerciais.

Alguns trabalhos mais antigos reportam tensões de escoamento da ordem de 800 MPa, com alongamentos de 18,5%, para um aço 0,19C-1,59Mn-1,63Si. Vários e diferenciados são as condições e resultados. Alguns valores, porém, foram obtidos em um ensaio realizado com apenas uma amostra, o que reduz a confiabilidade dos resultados [7].

Avançando rapidamente na linha do tempo, alguns trabalhos mais recentes mostraram resultados bastante promissores para os aços T&P. Para [157], rotas processadas a partir da têmpera e partição, em uma etapa de um aço Fe-0,21C-1,67Si-1,65Mn-0,2V (em massa), apresentaram resultados interessantes que podem ser observados na Figura 50A. Os resultados variaram de uma tensão máxima entre 1230 e 1330 MPa, com alongamentos indo de 11 a 15%. Apesar de comumente citado nos artigos, nem sempre há uma relação direta entre o aumento da quantidade de AR e reduções de resistência mecânica, como relata a Figura 50 [111]. Neles, foram obtidas diferentes propriedades mecânicas em um aço 35CrMnSi, por meio de uma têmpera e partição realizada em apenas uma etapa. O resultado de tensão máxima foi de 1975 MPa, com um escoamento de 1425 MPa e um alongamento total de 11,5%.

Diversos trabalhos apresentam possibilidades de melhoras significativas nas propriedades mecânicas dos aços temperados e particionados. Resistências máximas variando entre 1000 e 1800 MPa, tensões de escoamento mantendo-se entre 500 e 1300 MPa e

alongamentos variando entre 10 e 37% são possíveis de se encontrar em trabalhos publicados recentemente. A Tabela 1 apresenta publicações recentes e os resultados das melhores rotas encontradas em cada artigo científico.

Alguns trabalhos colaboram com a proposição de teorias que explicam as características mecânicas desses aços multifásicos. [158] propôs um comparativo das respostas às tensões impostas em um ensaio para dois aços multifásicos de mesma composição química, mas com microestruturas prioritariamente lamelares ou equiaxiais (Figura 51). No primeiro estágio, a deformação plástica ocorreu nas duas amostras, com os grãos lamelares rotacionando facilmente durante a aplicação da tensão, devido a ângulos entre os grãos lamelares e a direção da tensão aplicada. Este processo não ocorre nos grãos equiaxiais. No segundo estágio, a austenita em blocos se transforma rapidamente em martensita, devido sua baixa estabilidade. Na última etapa, uma contínua deformação plástica se mantém, porém há novas transformações martensíticas ocorrendo na amostra lamelar. A AR em filmes finos ainda é metaestável, apesar de mais estabilizada que sua semelhante em blocos e, por isso, há um retardo em sua mudança de estrutura.

Figura 50 – Relação entre propriedades e austenita retida em um aço multifásico C-Si-Mn-Cr.

Fonte: [111]

Tabela 1–Comparativo de propriedades mecânicas de diversos trabalhos diferentes.

Ano/Publicação	Composição Química	Tensão Máxima (MPa)	Tensão de esc. (MPa)	TEL (%)	Impacto (J/cm ²)	PSE (GPa·%)
2018 [159]	Fe-0.56C-1.45Si-0.7Mn-0.65Cr	Min. 1450	Min. 1300	Min.6	Min.8	Min.8,7
2011 [160]	Fe-0.55C-1.5Si-0.7Mn-0.7Cr	1150	1030	16	-	18,4
2012 [161]	Fe-0.56C-0.58Mn-1.43Si-0.47Cr	1729	1273	4,2	-	7,2
2014 [162]	Fe-0.56C-1.43Si-0.58Mn-0.47Cr	1614	1460	8,3	11	13,4
2015 [33]	Fe-0.2C-2.2Mn-1.3Si-1.1Cr-0.25Mo-0.25Ni	1393	1102	14	95	19,5
2015 [139]	Fe - 0.4C-2.0Mn-1.7Si-0.4Cr	1684	1360	26,4	-	44,5
2015 [34]	Fe-0.25C-1.5Si-3Mn	1267	821	28	-	35,5
2015 [48]	Fe-0,19C-1,5Mn-1,5Si	1325	1067	16,3	66*	21,5
2015 [163]	Fe-0.58C-1.5Si-0.69Mn-0.63Cr	1775	1553	10	120	17,5
2016 [46]	Fe-0.17C-1.3Si-1.6Mn- 0.25Al-.3Cr	837	621	37	-	30
2016 [124]	Fe-0.30C- 1.5Mn-1.5Si	948	597	29,5	-	28
2017 [125]	Fe-0,23C-2Si-2,4Mn-2Al	945	548	28,5	-	27
2017 [164]	Fe-0.20C-2.0Mn-1.5Si-0.5Cr-0.28Mo	1416	1005	18	-	25,5
2017 [106]	0.23C-1.93Si-2.18Mn	1144	853	25,5	-	29
2017 [165]	Fe-0,36C-1,38Si-1,24Mn	918	782	13	-	12
2017 [12]	0.37C-1.24Si-1.18Cr-0.85Mn	1400	750	13,5	-	19
2018 [166]	Fe-0,18C-2,45Mn-1,03Si	1039	501	23	-	24

*J298 (J)

Fonte: Próprio autor.

Figura 51 - Formação de micro mecanismos de deformação em um ensaio de tração.

Fonte: [158]

Um estudo mais recente entre dois aços diferentes quanto ao teor de Si, apresentou diferenças nas propriedades mecânicas, em função das microestruturas obtidas em cada caso (CFB na amostra com adição de silício e carbonetos esféricos na amostra sem o elemento) [167]. A explicação é dada a partir do esquema montado na Figura 52.

Figura 52 – Efeito das fases nas propriedades mecânicas de um aço bainítico.

Fonte: [167]

Observa-se que a transformação martensítica da AR, acompanhada por uma expansão de volume e absorção de energia, pode inibir a propagação de uma trinca por fadiga, aumentando a tenacidade e prolongando a vida em fadiga no aço formado por CFB. Além disso, a transformação martensítica da AR aumenta o encruamento quando sob tensões cíclicas. Em tensões na região plástica, a vida em fadiga foi aumentada com o aumento da estabilidade da microestrutura, sendo essa propriedade melhorada por meio de carbonetos estáveis e placas grossas de bainita ferrítica. Do contrário, a vida em fadiga é reduzida quando há o aparecimento de placas finas bainíticas. Com relação a tensões trativas, a resistência do CFB foi 100MPa maior do que a amostra contendo carbonetos. Sob tensões cíclicas, a amplitude da tensão do CFB também foi mais alta para uma mesma vida em fadiga. Esse resultado sugeriu que os carbonetos exercem diferentes efeitos nas amostras de tração e por tensões cíclicas. Também foi relatado que carbonetos de segunda fase poderiam melhorar a resistência à tração, enquanto que para cargas dinâmicas há um aumento da concentração de tensão, o que favorece a nucleação de trincas [167].

MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Composição química e temperaturas críticas

A composição química dos aços exerce forte influência no aprisionamento e estabilização da AR em baixas temperaturas. Dessa forma, o aço escolhido para o trabalho foi o SAE 9254, de baixa liga, mas com teor de Si suficiente para inibir a formação de carbonetos, permitindo a obtenção da AR na microestrutura final [96][161]. O manganês atua na redução das temperaturas de B_s e M_s e o cromo, no aumento da temperabilidade. A concentração de ambos promove maior temperabilidade no aço[161]. Além disso, o aço possui uma composição atrativa, do ponto de vista econômico, devido à ausência de elementos mais caros como vanádio, níquel, molibdênio, entre outros [37][2]. A composição química nominal do aço utilizado neste trabalho é apresentada na Tabela 2. Também foi realizado um teste em um espectrômetro de emissão óptica marca ANACOM modelo B2Advanced, cujo resultado encontra-se no ANEXO 3.

Tabela 2 – Composição química do aço.

	C%	Si%	Mn%	Cr%	Ni%	Mo%
Literatura	0,51 – 0,59	1,20 – 1,60	0,60 – 0,80	0,60 – 0,80	-	-

Fonte: Adaptado de [161] e [168].

A obtenção da composição química foi levantada com base na literatura e do grau do aço a partir de tabelas de fabricantes e também do laudo técnico do material usado neste trabalho (Tabela 3 e ANEXO 1). Foi realizada ainda uma análise por meio de um equipamento de Espectrometria de Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva, modelo EDX-720, para confirmar se a composição do material estava de acordo com as apresentadas pela literatura e pelo fornecedor. Também foi realizado um teste em um espectrômetro de emissão óptica marca ANACOM modelo B2Advanced, cujo resultado encontra-se no ANEXO 3.

Tabela 3 – Composição química do aço 9254 pelo fabricante.

	C%	Si%	Mn%	Cr%	Ni%	Mo%
Fabricante	0,53	1,31	0,69	0,68	0,15	0,04

Fonte: Laudo técnico Gerdau ANEXO 1.

O aço foi adquirido em barras com bitola de 14mm, fornecido pela Rassini-NHK. As fases presentes no material recebido eram perlita e ferrita proeutetóide. O tamanho de grão do material nessa condição era 7.0 – ASTM. Pequenas amostras de 7mm de diâmetro e de 42mm de comprimento foram usinadas para a aplicação dos tratamentos térmicos.

A curva TTT do aço foi obtida com o software JMatPro, fornecido em parceria com a empresa SenteSoftware. As principais temperaturas de transformações (A_{c1} , A_{c3} , B_s , M_s e M_f) foram obtidas via software, cálculos empíricos e dilatométrica, para garantir maior precisão nos tratamentos térmicos. Assim, foi possível obter resultados mais precisos e confiáveis.

As temperaturas de B_s e M_s foram obtidas por meio de cálculo empírico, a partir das fórmulas de Andrews [52]. Para A_{c1} e A_{c3} , utilizou-se [107]. Os resultados podem ser conferidos na Tabela 4. Os demais resultados das temperaturas críticas são apresentados na Seção 5 – “Resultados e Discussão”.

Tabela 4 - Cálculo teórico das temperaturas críticas.

	A_{c1}	A_{c3}	B_s	M_s	M_f
Cálculo Empírico	757°C	807°C	568°C	282°C	-

Fonte: Próprio autor.

Em relação às dilatométricas, foi utilizado o dilatômetro horizontal NETZSCH, modelo DIL402C, para o levantamento das temperaturas de A_{c1} e A_{c3} . Para o levantamento das temperaturas de B_s , M_s e M_f , utilizou-se o dilatômetro da marca Bähr, modelo DIL 805A, do laboratório de pesquisa da Villares Metals do Brasil.

4.2 Tratamentos térmicos

As rotas escolhidas no trabalho baseiam-se na literatura e nas hipóteses já mencionadas na seção 3. Dessa forma, com o intuito de se obter as fases de bainita livre de carbonetos (CFB) em diferentes formas (superior e inferior), traços de martensita e diferentes morfologias, concentrações de carbono e estabilizações de austenita retida como pré-microestruturas, foram utilizadas diferentes temperaturas de austêmpera, em diferentes tempos, com base na literatura recente [96][71][103][161][163][169].

Para a elaboração dos tratamentos térmicos, foram utilizados banhos de sais em todas as etapas, a de aquecimento e a de resfriamento, para maior garantia e controle das temperaturas praticadas. Os sais AS140 e GS 540/R2 foram cedidos pela empresa Durferrit e utilizados para resfriamento e austenitização, respectivamente.

A metodologia utilizada na nomenclatura das amostras foi escolhida para facilitar a identificação no decorrer do capítulo de discussões. Os primeiros dígitos serão as temperaturas utilizadas na obtenção das pré-microestruturas separadas por uma barra (“/”) indicando o tempo de manutenção naquela temperatura. Em seguida, um traço (“-“) separa a primeira (pré-microestruturas) da segunda etapa (tratamentos finais). Essa última foi escolhida para todas as amostras em 772°C, seguida de nova separação por uma barra (“/”) e finalizando com o tempo mantido nessa austenitização (que pode variar em 100 ou 400s). Um exemplo da nomenclatura utilizada pode ser visto na Tabela 5. Todos as rotas partiram inicialmente de uma austenitização completa.

Tabela 5 - Nomenclatura das amostras/rotas.

Austenitização inicial (para todas as amostras, sendo assim omitida na nomenclatura)	Pré-microestruturas		Etapa final – Austenitização intercrítica		Nomenclatura utilizada na amostra
T°(C)	T°(C)	Tempo (s)	T°(C)	Tempo (s)	-
880 (omitido)	260	1200	772	100	260/1200-772/100
880 (omitido)	350	800	772	400	350/800-772/400

Fonte: Próprio autor.

Na Figura 53, é possível observar, da esquerda para a direita, a realização de uma austenitização completa na primeira etapa, com velocidade de aquecimento de aproximadamente 10°C/s e temperatura de patamar de 880°C, com manutenção de 8 minutos, para completa homogeneização. O sal utilizado nas temperaturas mais elevadas (772°C e 880°C) foi o GS540/R2, que não contém cianeto. O intuito foi utilizar um banho neutro que não descarbonetaria e nem cementaria o aço para quaisquer quantidades de C que o mesmo pudesse conter. A Tabela 6 resume, de forma simplificada, as rotas utilizadas neste trabalho. A explicação das rotas escolhidas foi feita em duas etapas:

Etapa 1 – Completada a austenitização, realizou-se um tratamento isotérmico em três temperaturas e em três tempos de manutenção em cada temperatura. O propósito de tal procedimento foi esclarecido anteriormente e os tempos selecionados serviram para a obtenção de diferentes quantidades de bainita, AR e martensita, além de proporcionar uma compreensão mais profunda do desenvolvimento da microestrutura. Os tempos escolhidos foram de 400, 800 e 1200 segundos, selecionados por meio do diagrama TTT do aço, também apresentado na Seção 5 – “Resultados e Discussão”. As temperaturas praticadas nesses tempos foram de 420°C, 350°C e 260°C. O resfriamento das amostras foi realizado a uma taxa de aproximadamente 20°C/s. A etapa de formação da pré-microestrutura foi finalizada com resfriamento ao ar.

Etapa 2 – Realizou-se uma austenitização intercrítica a 772°C, com base na condição mais segura de temperatura intercrítica obtida entre software e dilatometria. Nesse patamar, selecionaram-se quatro tempos de manutenção, a fim de acompanhar a modificação da pré-microestrutura bainítica no tratamento intercrítico. Para cada pré-microestrutura formada anteriormente realizou-se o tratamento isotérmico nos tempos de 100 e 400 segundos. Após isso, todas as amostras foram temperadas e particionadas a 175°C, por 45 segundos. O sal utilizado nas temperaturas mais baixas (abaixo de 420°C) foi o AS140, que é feito à base de nitritos e nitratos.

Figura 53 - Esquema de tratamento térmico realizado.

Fonte: Próprio autor.

Tabela 6– Resumo todas as rotas de processamento utilizadas no trabalho.

Austenitização 880°C 8min	420°C/400s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	420°C/800s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	420°C/1200s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	350°C/400s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	350°C/800s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	350°C/1200s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	260°C/400s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	260°C/800s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	
Austenitização 880°C 8min	260°C/1200s	Austenitização Intercrítica 772°C	100s	T&P 175°C/45s
			400s	

Fonte: Próprio autor.

4.3 Caracterização por Difração de Raios-X (DRX)

A técnica de DRX foi utilizada para determinação da fração de austenita retida nas amostras, baseando-se no fato de que a intensidade do feixe difratado para uma dada reflexão depende da percentagem em volume da fase no material [170]. Neste trabalho, utilizou-se um difratômetro PANalytical (modelo Empyrean) usando a radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), com geometria Bragg-Brentano, operando a 40kW e 35mA. A metodologia proposta por Rietveld

[171] foi utilizada para proceder à quantificação da fração volumétrica das fases presentes, empregando-se a função pseudo-Voigt para o ajuste dos perfis. Todas as amostras foram submetidas às mesmas condições de medida, descritas na Tabela 7.

Tabela 7 - Condições de medida dos experimentos.

Parâmetros	Condições
Radiação	CuK α ($\lambda = 1,5418\text{\AA}$)
Tensão	40 kV
Corrente	30 mA
Faixa angular de varredura	10° a 90°
Passo de varredura	0.0130 °
Tempo de varredura por passo	2 s
Fenda de divergência	1 °
Fenda receptora	0.1 mm

Fonte: Próprio autor.

4.4 Caracterização por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV)

Para as análises da microestrutura, extraíram-se pequenas amostras de cada uma das rotas produzidas. Inicialmente, as amostras foram embutidas em baquelite e lixadas manualmente com lixas de SiC. As granulometrias variaram de 80 a 2500 mesh, com posterior polimento em alumina.

Em relação aos ataques químicos, optou-se por utilizar os mais comuns e conhecidos em revelar microestruturas multifásicas. Dessa forma, a Tabela 8 resume os reagentes juntamente com os modos de utilização e as principais fases que se esperava revelar em cada caso.

Tabela 8– Reagentes utilizados no trabalho

Reagente	Fases Reveladas	Modo de Aplicação/ preparação	Tempo de aplicação
Nital 2% (2% Ácido nítrico diluído em etanol)	Bainita Martensita Ferrita	Esfregar	5 – 25 segundos dependendo da amostra
LePera Modificado (Mistura de 1:1 de: 0,5% Metabissulfito de sódio em solução aquosa + 2% ácido pícrico em etanol)	Bainita Martensita Ferrita Austenita Retida	Esfregar	2 – 15 segundos dependendo da amostra
SMB - Metabissulfito de sódio 10% (Solução de 10% de Metabissulfito de sódio em solução aquosa)	Austenita retida	Preparação prévia: Pré-ataque rápido com Nital 2% + Esfregar	5 – 30 segundos dependendo da amostra
Beraha Martensítico (2 gr de bifluoreto de amônia + 2 gr de metabissulfito de potássio diluídos em 100 ml de uma solução contendo 1:5 de HCl em água destilada)	Martensita Austenita retida	Esfregar	1 – 10 segundos dependendo da amostra

Fonte: Próprio autor.

Na microscopia óptica, utilizou-se um microscópio Zeiss®, modelo AX10 e na microscopia eletrônica de varredura, um microscópio FEI, modelo Inspect F-50, para mostrar a evolução microestrutural e as microestruturas finais.

4.5 Caracterização mecânica

A caracterização das propriedades mecânicas ocorreu por meio de ensaios de microdureza, tração e impacto.

4.5.1 Microdureza Vickers e dureza Rockwell

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados com base na norma ASTM E-92 [172], utilizando-se um Microdurômetro Time Group Co., modelo MHV-2000, e os seguintes parâmetros:

- Tempo de indentação: 15 segundos;
- Carga aplicada: 9,8N;
- Carga aplicada para realização de microdureza associada com imagem: 0,49N.

As indentações foram realizadas perfazendo-se uma linha transversal na amostra cilíndrica, de forma a ser possível traçar um perfil de dureza em relação à superfície e ao centro da amostra. Foram realizadas ao menos 20 indentações em cada amostra.

Também foram realizadas medidas de dureza das fases. Isto foi possível de ser feito apenas em duas rotas (350/400-772/400 e 350/800-772/400). No entanto foi necessário reduzir a carga utilizada para 0,49N.

Para o ensaio Rockwell, utilizou-se um equipamento da marca Pantec, modelo PAN 300JW. A carga principal utilizada foi de 150 kN. Foram realizadas 7 indentações por amostra, respeitando-se a distância necessária prevista na norma ASTM E-18 [173]. Foram realizadas ao menos 10 indentações em cada amostra.

4.5.2 Ensaio de Tração

Devido à grande quantidade de rotas e ao número limitado de corpos de prova para os ensaios mecânicos, apenas as rotas mais interessantes do ponto de vista microestrutural e microdureza foram avaliadas pelo ensaio de tração. Foram utilizados 5 corpos de prova para cada rota selecionada. Para isso, os corpos de prova foram usinados com as dimensões indicadas na Figura 54.

Figura 54 - Dimensões dos corpos de prova de tração (em milímetros).

Fonte: Próprio autor.

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente, respeitando-se as normas ASTM E8[174].

4.5.3 Ensaio de Impacto

Com relação ao ensaio de impacto, foi utilizada a norma ASTM E-23 [175]. É importante salientar que os corpos de prova de impacto tiveram sua seção transversal alterada de 10 mm x 10 mm para 10 mm x 7.5 mm, pois o diâmetro das barras não permitiu a medida normal. Essa alteração é prevista pela norma e seu valor será convertido posteriormente por meio de uma tabela presente na mesma. Foram ensaiados 5 corpos de prova para cada rota selecionada. As dimensões dos corpos de prova podem ser observadas na Figura 55.

Figura 55 - Dimensões dos corpos de impacto (em milímetros).

Fonte: Próprio autor.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Composição química

O ensaio por Espectrometria de Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva comprovou que a composição química do aço está de acordo com a literatura e também com o informado pelo certificado do fabricante, como pode ser observado na Tabela 9. Este equipamento não é capaz de identificar o carbono. Por isso, para ele não há resultado. Mesmo assim, foi possível identificar o aço como SAE 9254.

Tabela 9–Resultado da análise da composição química por EDX.

	C%	Si%	Mn%	Cr%	Ni%	Mo%
EDX	-	1,35	0,63	0,79	0,12	0,06

Fonte: Próprio Autor.

5.2 Levantamento de temperaturas críticas

O levantamento da curva TTT do aço, a partir do software JMatPro, pode ser visto na Figura 56, sendo possível identificar as temperaturas A_{c1} , A_{c3} , B_s , M_s e M_f , bem como os tempos de manutenção necessários para a transformação completa das fases. Entretanto, como as faixas de temperatura dos tratamentos térmicos utilizadas precisam ser definidas com maior precisão, foram realizados os ensaios dilatométricos, apresentados nas Figuras 57 e 58. A literatura também apresenta valores dessas temperaturas, organizados na Tabela 10, juntamente com os obtidos pela simulação e pela dilatometria. Observa-se que há variação entre eles. Para a escolha das rotas, escolheu-se a situação mais crítica para cada caso, de forma que fosse garantida a passagem pelas temperaturas previstas e não houvesse risco de, por alguma variação de processo, ocorrer entradas em outras regiões e formação de fases que pudessem confundir a análise dos resultados.

Figura 56 - Diagrama TTT do aço SAE 9254

Fonte: Próprio Autor.

Figura 57 - Curva de dilatometria para as temperaturas Ac1 e Ac3

Fonte: Próprio Autor.

Figura 58 - Curva de dilatometria para as temperaturas Ms e Mf.

Fonte: Próprio Autor.

Tabela 10 - Comparativos entre resultados de temperaturas críticas. Os números em vermelho indicam as temperaturas escolhidas para o trabalho.

	A _{c1}	A _{c3}	Bs	Ms	Mf
Software	764	780	506	271	147 (90%)
Cálculo empírico	757	807,5	568	282/253	-
Dilatometria	764,1	787	-	270	115

Fonte: Próprio Autor.

5.3 Caracterização por Difração de Raios-X (DRX)

Um resumo das quantidades obtidas de AR para cada rota pode ser observado na Tabela 11. Os padrões de difração referentes às amostras do grupo “pré-microestruturas” podem ser observados por meio da Figura 59(A, B e C).

É importante ressaltar que, a princípio, a única fase possível de ser observada e quantificada é aquela referente à austenita retida, uma vez que os picos pertencentes às fases ferrita/bainita e martensita ocupam as mesmas posições 2θ no gráfico, o que pode ser atribuído à semelhança entre seus parâmetros de rede e estruturas cristalinas (cúbica de corpo centrado e tetragonal de corpo centrado, respectivamente). Ademais, tendo em vista que as duas fases estão presentes nas rotas realizadas, não é possível distingui-las por esse método. Apesar disso, os picos observados nas análises de DRX deste trabalho mostraram-se coerentes com os difratogramas de aços multifásicos pesquisados em outros trabalhos [21][176][177].

Nos resultados obtidos para as pré-microestruturas (Figura 60A, B e C) foi possível observar que em todas as amostras encontrou-se alguma quantidade de austenita retida, identificada pela presença dos planos (111), (200), (220), (311) e (400), exceto a rota 260/400. Isso ocorreu devido ao baixo tempo de tratamento isotérmico, não permitindo o enriquecimento da austenita para estabilização [178]. Os outros planos apontados no gráfico referem-se tanto à presença de ferrita/bainita quanto martensita na microestrutura.

Para as microestruturas finais (Figura 60A, B e C), observou-se que nas rotas em que a manutenção da temperatura intercrítica foi menor (100s), a identificação dos planos referentes à austenita retida foi praticamente nula (variando de 0 a 3%).

Para as amostras finais do grupo austemperado a 260°C, os planos relacionados à fase AR foram: (111), (200), (220), (311) e (400), que coincidem com planos encontrados em referências [179][124]. Entretanto, pode ser observado que, para as rotas mantidas no patamar intercrítico por 100s, os picos referentes aos planos (111) foram menos intensos, apesar de ainda presentes. A mesma situação foi observada nas amostras do grupo resfriado a 350°C, que por sua vez apresentaram os planos (111), (200), (311) e (400). As amostras do grupo 420°C apresentaram apenas AR, identificada pela presença do plano (400).

Tabela 11 - Resultado de austenita retida nas amostras

Rota		A.R
Pré-Microestruturas	260/400	0%
	260/800	12%
	260/1200	10%
	350/400	10%
	350/800	12%
	350/1200	11%
	420/400	22%
	420/800	13%
	420/1200	5%
Microestruturas finais	260°C/400s.772°C/100	0%
	260°C/400s.772°C/400	9%
	260°C/800s.772°C/100	0%
	260°C/800s.772°C/400	7%
	260°C/1200s.772°C/100	0%
	260°C/1200s.772°C/400	8%
	350°C/400s.772°C/100	1%
	350°C/400s.772°C/400	7%
	350°C/800s.772°C/100	1%
	350°C/800s.772°C/400	7%
	350°C/1200s.772°C/100	1%
	350°C/1200s.772°C/400	8%
	420°C/400s.772°C/100	3%
	420°C/400s.772°C/400	5%
	420°C/800s.772°C/100	2%
	420°C/800s.772°C/400	4%
	420°C/1200s.772°C/100	0%
	420°C/1200s.772°C/400	3%

Fonte: Próprio Autor.

Figura 59 – Resultado de DRX para as pré-microestruturas. A) Grupo austemperado a 260°C. B) Grupo austemperado a 350°C. C) Grupo austemperado a 420°C.

Fonte: Próprio Autor.

Figura 60 – Resultados de DRX para as microestruturas finais. A) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 260°C. B) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 350°C. C) Grupo baseado nas pré-microestruturas austemperadas a 420°C.

Fonte: Próprio Autor.

5.4 Caracterização por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV)

Com base nos trabalhos citados e estudados na seção 3, optou-se por apresentar os dois tipos de microscopia em conjunto, de forma que, durante a discussão, uma auxilia a outra. A princípio, são apresentadas e discutidas as microestruturas prévias e, em seguida, as amostras originadas de cada uma delas. A técnica de múltiplos ataques, utilizada neste trabalho, facilitou a identificação das fases. É preciso, porém, fazer algumas ressalvas.

Em primeiro lugar, a utilização de ataques coloridos e pouco convencionais se mostrou de difícil realização e replicação (repetibilidade de resultados), de forma que esses ataques se mostraram suscetíveis a questões atmosféricas e ambientais. Dessa forma, após várias tentativas de se chegar a um ponto ideal (ou o mais próximo disso), estabeleceu-se que os ataques seriam preparados no mesmo dia em que pudessem ser utilizados e sua aplicação se daria logo após o polimento, como indicam outros trabalhos [145].

Em segundo lugar, mesmo seguindo corretamente as metodologias de diversos trabalhos (como os citados na Seção 3), os resultados apresentaram colorações diferentes, mesmo após a variação das proporções dos reagentes, como previsto em norma e em referências. Assim, uma análise dos ataques coloridos, juntamente com as imagens de MEV, foi crucial para a completa identificação das fases, nas várias rotas propostas neste trabalho.

5.4.1 Caracterização do material no estado como-recebido

O material como-recebido pode ser visto na Figura 61. A microestrutura consiste em perlita e ferrita.

Figura 61 - Material como-recebido.

Fonte: Próprio autor.

5.4.2 Pré-microestruturas

O conjunto de imagens da Figura 62 à Figura 70 foram obtidas por meio da MO e MEV das pré-microestruturas. A primeira imagem (Figura 62) mostra a rota 460/400, em que a curva de fim da formação bainítica se dá muito próxima da finalização do tratamento, de forma que algum resquício de martensita era previsto, já que havia a possibilidade de uma formação bainítica não completa.

Como esperado pela técnica metalográfica de múltiplos ataques, nem todas as imagens seriam necessariamente essenciais na identificação das fases, porém iriam colaborar de forma conjunta para o objetivo final. Assim, nota-se que o ataque realizado com Beraha M possibilitou a visualização de regiões bainíticas bastante evidentes e algumas regiões claras de MA.

O ataque com Nital 2% acabou apresentando imagem menos nítida dentre os outros. Pode-se identificar apenas regiões bainíticas e algumas possíveis regiões de MA, porém com baixa nitidez.

O SMB 10% mostrou-se bastante efetivo no contraste entre regiões claras (A ou MA) e em outras fases, como era de se esperar, segundo outros trabalhos [145].

Por fim, o ataque com LePera M. mostrou ser o melhor na identificação geral da rota 460/400, pois tornou possível identificar todas as fases presentes no aço, mostrando a bainita em maior presença e com coloração marrom [71].

A melhor comprovação na identificação de fases foi, sem dúvida, as imagens geradas a partir do MEV. Nelas, foi possível identificar alguns tipos de bainita presentes na microestrutura, como coalescida, bainita superior e CFB (mais refinada e orientada que as demais [49]), o que faz sentido ao se pensar que os 420°C utilizados na rota estão em um meio termo entre os 506°C de início de formação bainítica e 270°C de início de formação martensítica. Além do que, o tempo mantido ficou próximo da transformação completa. Não foi possível identificar nenhuma precipitação de carbonetos, o que também é coerente com o pouco tempo de manutenção de austêmpera somado à presença de Si na composição química do aço.

Para a rota realizada a 420°C (Figura 63), com tempo intermediário (800s), notou-se uma redução da quantidade de martensita e um aumento de bainita. Ademais, as imagens de microscopia ótica não se mostraram muito nítidas na identificação, sendo o LePera o melhor ataque, revelando claramente regiões em marrom claro/branco e regiões em marrom escuro/azul escuro como MA e bainita, respectivamente. Também foi possível identificar alguns filmes

finos de austenita retida entre a bainita, porém a visualização foi melhor por meio do MEV.

Por fim, a rota mantida por maior tempo (Figura 64) consequentemente tenderia a apresentar uma maior quantidade de bainita juntamente com uma possível formação de carbonetos. As microscopias óticas mais uma vez não se mostraram muito nítidas para a diferenciação entre bainita e martensita [70], ficando o melhor resultado com o ataque de LePera, em que foi possível observar quantidades menores de MA. A bainita apareceu com uma coloração marrom. Nas imagens de MEV, notou-se que houve precipitação de carbonetos na estrutura, além de uma bainita um pouco coalescida, devido ao tempo mantido. Assim, para as rotas do grupo 420°C, pode-se notar um aumento da quantidade de bainita, uma redução dos níveis de martensita e austenita retida da microestrutura (como também comprovado pelo DRX – Tabela 11) e o posterior aparecimento de carbonetos na rota 420/1200.

Figura 62 – Rota 420°C/400s – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, A, CFB, BS e BC são bainita, constituinte MA, austenita, bainita livre de carbonetos, bainita superior e bainita coalescida, respectivamente.

Fonte: Próprio Autor.

Figura 63–Rota 420/800 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, A, são bainita, constituinte MA, e austenita respectivamente.

Fonte: Próprio Autor.

Figura 64–Rota 420/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, A e C são bainita, constituinte MA, austenita e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio Autor.

Para as rotas realizadas a 350°C, esperava-se obter uma microestrutura mais refinada, com maiores quantidades de martensita e consequente maior dureza (que será discutida na seção de propriedades mecânicas). Essas características se deram principalmente devido a forma do diagrama TTT que, para a temperatura proposta e os tempos de manutenção escolhidos, ocasionaram que o tratamento fosse interrompido no meio da transformação bainítica, o que proporcionou a possibilidade de estudar a T&P a partir de pré-microestruturas contendo quantidades mistas de bainita e de martensita.

É importante citar que foi mais fácil a identificação das fases por meio da microscopia ótica para as rotas de 350°C, principalmente devido ao melhor balanço entre microestruturas. Nas rotas anteriores havia presença majoritária de bainita.

Para as microestruturas desse grupo, observou-se que há aumento na quantidade de bainita, na medida em que for maior o tempo de patamar isotérmico bem como do seu refinamento, devido às baixas temperaturas utilizadas. Observou-se ainda a presença de austenita retida na forma de filmes finos e blocos, bem como do constituinte MA.

A Figura 65 mostra a rota 350/400. O ataque com Beraha M proporcionou boa visualização da microestrutura mista mesmo não sendo sua função principal (que é revelar somente a martensita). Assim, ripas bainíticas são facilmente observadas numa coloração azul bastante escura. O mesmo se deu para o ataque com Nital 2%.

O ataque com SMB 10% cumpriu sua função de identificação da AR, porém não foi possível distinguir a bainita da martensita. O LePera se saiu como a melhor escolha na identificação, revelando a bainita em ripas na coloração marrom claro e o constituinte MA. As imagens de MEV complementaram a confirmação das fases presentes, de forma que a última imagem não deixou dúvidas quanto ao tipo de bainita obtida na rota, sendo claramente inferior e bastante refinada [59][180]. Sua identificação só foi possível em aproximações maiores.

A rota 350/800 (Figura 66) apresentou, como esperado, uma quantidade maior de bainita, porém não tão refinada quanto à primeira. As amostras atacadas principalmente com Beraha M e Nital 2% (Figura 66) ficaram bastante borradas, de forma a permitir dizer que a bainita coalesceu [87]. Também não foi possível identificar claramente a presença de austenita nessas amostras, porém algumas regiões brancas sugerem sua presença.

No ataque com SMB 10%, é possível observar pontos claros semelhantes aos citados anteriormente, porém não de forma tão expressiva quanto a da amostra atacada com LePera, em que foi possível distinguir claramente as duas fases (bainita e A/MA). Inclusive, pelo tamanho das fases brancas que aparecem, pode-se sugerir que a maior parte seja austenita retida e não MA, que tende a aparecer em blocos maiores. As imagens de MEV colaboraram muito

para confirmar o coalescimento da bainita. Permitiram também observar alguns pouco blocos de A/MA no material. A austenita foi observada na forma de blocos e filmes finos, como indicado nas imagens E e F. Nessas imagens, também foi possível observar quantidades de MA.

A última rota do grupo 350°C (350/1200 - Figura 67) apresentou uma microestrutura com maior quantidade de bainita e poucas ilhas de MA. A imagem resultante de MEV ficou próxima a outras relatadas na literatura [135].

Figura 65 - Rota 350/400 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, M, MA e A são bainita, martensita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 66 - Rota 350/800 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e A são bainita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 67 - Rota 350/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e A são bainita, constituinte MA e austenita, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A última rota destinada à formação das pré-microestruturas (grupo 260°C – da Figura 68 à 70) apresentou, como esperado, uma quantidade majoritária de martensita na microestrutura. A Figura 68 (A-D) mostra as microscopias óticas da rota 260/400. Ela demonstra a importância do método deste trabalho na identificação metalográfica.

O ataque com Beraha M, que até então havia se mostrado pouco efetivo para revelar outras rotas, mostrou-se aqui o melhor para microestruturas predominantemente martensíticas, deixando a coloração da imagem em uma tonalidade azul bastante forte, indicando a presença clara desta fase na amostra.

A amostra atacada com Nital 2% revelou, de forma bastante nítida, uma fase escura de morfologia acicular, esclarecendo que houve um início de formação bainítica (apesar da temperatura de resfriamento ter sido abaixo de M_s e o tempo bastante curto), como relatado em outros trabalhos [103][181][105].

O reagente SMB 10% não permitiu uma identificação clara da microestrutura. Pequenos pontos brancos (regiões circuladas) parecem ser alguma austenita remanescente, apesar de não ter sido identificada nas análises de DRX (Tabela 10).

O ataque com LePera identificou grande quantidade de martensita (regiões claras) e o aparecimento de ripas bainíticas com coloração marrom, de forma semelhante ao apresentado em [71][96][135][182].

Nas imagens de MEV, foi possível observar as mesmas ripas bainíticas (escuras) [33][139] em uma matriz martensítica (regiões claras). É importante salientar que não houve aparente precipitação de carbonetos para esta rota.

A figura 69 mostra a rota 260/800. O ataque com Beraha M continuou apresentando forte coloração azul, indicando alta quantidade de martensita. O Nital 2% ofereceu a possibilidade de se observar aumento na quantidade de bainita, o que é natural, justamente por haver maior tempo de manutenção isotérmica. O SMB 10%, assim como na imagem anterior, apresentou alguns pontos claros, indicando a presença de austenita retida em blocos pequenos. O ataque com LePera também se manteve no mesmo padrão ao anterior, apenas com um indicativo de aumento de bainita e uma coloração marrom clara/ branca para a martensita. O MEV contribuiu para indicar a presença de martensita revenida, resultante da decomposição da M1 de primeira têmpera e permitiu a fácil identificação das já esperadas bainita e MA.

Para a rota 260/1200 (Figura 70), observou-se que, conforme as fases e suas respectivas quantidades alteradas, a coloração das imagens foi modificada. A principal diferença se deu no ataque com Beraha M, que tem como principal característica colorir de azul a martensita. Nessa última rota, devido ao tempo de manutenção isotérmica, a presença de uma maior quantidade

de bainita já era esperada. Assim, a coloração da amostra ficou num tom de azul/marrom escuro. Também foi possível notar maior nitidez nas ripas de bainita.

O Nital 2% manteve-se constante, como nas amostras anteriores, mostrando o aumento esperado de bainita. Nesta rota, o ataque com SMB 10% mostrou-se ruim na identificação de quaisquer fases. Para compreender o fenômeno, foram necessárias as imagens complementares de LePera e MEV. Houve clara decomposição da martensita de primeira geração (M1), tornando-se martensita revenida [120]. Isso explica as distorções na coloração das imagens com ataques múltiplos. Observou-se que a martensita revenida (MR) influencia fortemente na identificação das fases.

A martensita, no ataque LePera, visualizada claramente na cor branca (Figura 68D), tendeu a mudar de tonalidade conforme ocorria sua decomposição (Figura 69D). Atinge seu ponto de aparecimento de maneira nítida e a cor resultante do ataque colorido foi um tom de marrom (Figura 70 D). A confirmação de sua presença se deu pela análise de MEV, em uma aproximação maior, em que foi possível notar uma fase visualmente “embaçada” (indicada por MR) e uma precipitação clara de carbonetos de transição nas ripas bainíticas [89][117][118][183][184], com uma quantidade considerável de silício no material [89], indicando decomposição nas duas fases. Foi observada, como nas amostras anteriores, a presença do constituinte MA.

No geral, as rotas do grupo 260 apresentaram uma microestrutura bastante refinada, contendo poucas quantidades de bainita e uma presença majoritária de martensita, bem como quantidades de austenita para as rotas de maior tempo de patamar (800 e 1200s). A formação de bainita abaixo de M_s é bastante relatada na literatura e suas características nas imagens aqui apresentadas condizem com outros trabalhos que abordam a presença de martensita e bainita na mesma microestrutura [69][185][186].

Figura 68 - Rota 260/400 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B e M são bainita e martensita, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 69 - Rota 260/800 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA e MR são bainita, constituinte MA e martensita revenida, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 70 - Rota 260/1200 – A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. B, MA, MR e C são bainita, constituinte MA, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

5.4.3 Microestruturas Finais

Nas Figuras 71 e 72, é possível observar as primeiras das rotas finais obtidas. Nelas, notou-se que as metalografias realizadas com os reagentes Beraha M, Nital 2% e SMB 10% não possibilitaram uma fácil compreensão das fases obtidas. Assim, o LePera mostrou ser o melhor na identificação, permitindo observar áreas mais escuras como bainita e claras como MA. De qualquer forma, como mencionado para as fases anteriores, os ataques com microscopia ótica apenas proporcionaram uma antecipação do que pode haver no aço. Porém, para melhor distinguir as exatas fases presentes, é necessária uma avaliação com MEV.

Para a rota 420/400-772/100 (Figura 71), as imagens de MEV mostraram claramente a presença de MA, bainita coalescida/ferrita, martensita revenida, bainita livre de carbonetos e carbonetos. A presença de MA era esperada uma vez que ela sempre aparecerá em aços que não foram revenidos. A bainita superior e a bainita já coalescida da pré-microestrutura (Figura 62) mantiveram-se como bainita coalescida ou ferrita, com algumas precipitações de carbonetos visíveis.

O constituinte MA da microestrutura prévia sofreu um início de revenimento, sendo comprovada sua presença pela característica das regiões com pouca nitidez da imagem, com um tom cinza claro e principalmente por sua ocorrência em blocos, indicando regiões prévias de MA (ou M2, que é a martensita de segunda têmpera, que não foi revenida). É importante ressaltar que foi observada, tanto na pré quanto na microestrutura final, a presença de CFB. Isso acaba por ser um indicativo que a região em que a mesma ocorreu tem um teor maior de elementos supressores da cementita, de forma que, mesmo depois de um reaquecimento intercrítico, essas regiões conseguiram manter a inibição à formação de carbonetos.

Com a rota 420/400-772/400 (Figura 72), houve mudanças decorrentes do maior tempo de exposição na temperatura intercrítica. A princípio, nota-se que o reagente LePera, para esta rota, resultou em cores escuras (majoritariamente bainita) e um tom de marrom claro, resultante de um certo revenimento da MA, como já observado e comentado anteriormente (da Figura 68A á 70).

Com as imagens de MEV, foi possível observar que houve um aumento das regiões de MA e, conseqüentemente, da quantidade de austenita retida. Esses fatores são decorrentes de um maior tempo na temperatura intercrítica. A presença de bainita em diferentes formas foi de fácil identificação, porém em menor quantidade do que na rota anterior. Nessa rota foi também observado o aparecimento de carbonetos.

Figura 71 – Rota 420/400-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, MR, BC/F, CFB e C são constituente MA, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 72–Rota 420/400-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, MR, BC/F, CFB e C são constituinte MA, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A partir da rota 420/800-772/100 (Figura 73), foi possível observar a principal característica da martensita revenida (identificada como MR na Figura 73F). Nela se nota uma área mais escura e embaçada, a partir de um bloco de MA, dando a indicação clara de que se trata de uma região revenida [46]. Também foi possível notar a presença de pequenos núcleos de perlita, muito semelhante a encontrada por [187].

A mesma rota, quando mantida por mais tempo na zona intercrítica (420/800-772/400 – Figura 74), apresenta maior quantidade de MA. Esse aumento se dá pela maior formação de austenita nucleada na região intercrítica, disponível para se transformar em martensita. Houve, para a maioria dos casos, um aumento da quantidade de austenita retida com o aumento do tempo de patamar. Isso se deu devido à possibilidade de enriquecimento da parte da austenita, fazendo com que essa ficasse rica em carbono e, conseqüentemente, baixando sua temperatura M_s e permitindo sua retenção à temperatura ambiente. Ainda foi possível observar as fases bainita coalescida, *Carbide-Free Bainite* (CFB) [98][188], martensita revenida, carbonetos [189] e algumas regiões de AR em filmes finos e em blocos (junto com MA). Mais uma vez, as imagens feitas com ataques coloridos permitiram apenas a identificação de algumas fases em específico, não suficientes para permitir claramente a visualização de todos os constituintes. Apenas o ataque com LePera permitiu identificar regiões bainítica/MR e MA.

Figura 73—Rota 420/800-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, A, MR, BC/F, CFB, P e C são constituinte MA, austenita, martensita revenida, bainita coalescida ou ferrita, bainita livre de carbonetos, perlita e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 74—Rota 420/800-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MR, CFB, A e C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida, bainita livre de carbonetos, austenita e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

As rotas provenientes do grupo de pré-microestruturas 420/1200 mostraram-se bastante diferentes das anteriores. É necessário esclarecer que essas rotas derivam da rota que mais continha bainita (do tipo superior) dentre todas e, assim, já era esperado que haveria diferenças significativas nos resultados obtidos. As duas rotas finais (420/1200-772/100 e 400) resultaram em bainitas mais grosseiras que aquela obtida na pré-microestrutura, no que tange aos carbonetos distribuídos.

A primeira rota (420/1200-772/100 - Figura 75) resultou em uma grande quantidade de bainita coalescida/ferrita com carbonetos aparentemente esferoidizados. Também percebeu-se pouca formação de MA, o que sugere que, devido ao baixo tempo na temperatura intercrítica, houve apenas tempo de coalescer a bainita e precipitar/esferoidizar carbonetos, não permitindo formação de austenita, seja ela enriquecida de carbono ou não. Apesar da não esperada presença de AR na microestrutura final, algumas regiões com grandes aproximações podem sugerir uma quantidade bastante pequena, porém não identificada pelo DRX (Tabela 10) e sendo considerada como carbonetos dispersos em formatos não esféricos. As imagens coloridas mantiveram-se no padrão das imagens anteriores, não permitindo uma clara distinção entre fases.

Para a rota 420/1200-772/400 (Figura 76), a quantidade de bainita coalescida foi menor devido ao maior tempo disponível para nucleação de austenita e, posteriormente, resultando na formação de MA e AR. Também foi possível observar martensita revenida. Os carbonetos encontrados foram maiores que os da amostra 420/1200-772/100 e também que os da pré-microestrutura que gerou a rota.

Figura 75–Rota 420/1200-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MR e C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 76—Rota 420/1200-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MA, BC/F, MR e C são constituinte MA, bainita coalescida ou ferrita, martensita revenida e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A primeira rota do grupo resfriado isotermicamente a 350°C (350/400-772/100 – Figura 77) apresentou diferenças significativas em relação ao grupo anterior. Primeiro, a imagem obtida com LePera tornou visivelmente mais fácil identificar as fases presentes. Com o auxílio do MEV, foi possível notar ripas bainíticas em azul escuro, regiões de martensita revenida ou bainita coalescida em marrom escuro e pequenas regiões de MA em branco. Os outros ataques coloridos não foram melhores que os anteriores, de forma que não foi possível inferir quais microestruturas estariam presentes. A presença de carbonetos também foi identificada.

Para a segunda rota do grupo de pré-microestruturas 350/400 (rota 350/400-772/400 – Figura 78), notou-se uma microestrutura mais grosseira e o aparecimento da CFB, que se deu muito provavelmente ao maior tempo em alta temperatura, que permitiu um maior enriquecimento de austenita. Também foi possível observar as presenças de BC/F, TM, B, MA e C.

É importante salientar que as ripas de CFB, diferentemente das ripas bainítica, encontram-se mais agrupadas e orientadas [49]. Para a bainita coalescida/ferrita e martensita revenida, há o aparecimento de uma grande quantidade de carbonetos.

Em relação aos ataques coloridos, mais uma vez o LePera mostrou-se o mais interessante para este tipo de microestrutura. Foi possível diferenciar claramente as regiões correspondentes à MA. Entretanto, não foi possível um detalhamento maior das regiões escuras, como identificação de tipos de bainita e martensita revenida, bem como carbonetos, sendo necessária a colaboração das imagens de MEV.

Figura 77–Rota 350/400-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, MA e C são bainita coalescida/ferrita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 78—Rota 350/400-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, CFB, MA, MR, B e C são bainita coalescida/ferrita, bainita livre de carbonetos, constituinte MA, martensita revenida, bainita e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A rota 350/800-772/100 (Figura 79) apresentou colorações diferentes. Esses tons foram associados à martensita revenida, quando mais claro, e à bainita coalescida, quando mais escuro. Além disso, houve poucas regiões de MA, indicando que o pouco tempo de manutenção intercrítica não foi suficiente para formar ou enriquecer uma grande quantidade de austenita, seja para formação de MA após a têmpera e partição, seja para a formação de austenita retida (que resultou em apenas 1%). Essa situação ocorreu devido à maior quantidade de bainita na microestrutura prévia, uma vez que a manutenção no isotérmico a 350°C foi de 800s. Isso sugere que uma microestrutura majoritariamente bainítica tenderá a ser completamente coalescida em um posterior reaquecimento, de forma a permitir a precipitação de carbono mesmo com a adição de elementos supressores, como já confirmaram outros trabalhos [89].

Também foi possível encontrar nas imagens regiões supostamente referentes à austenita retida em forma de filmes finos (como evidenciado na Figura 78E). Mesmo tendo pouquíssima AR nesta amostra, é bastante provável que essa constatação esteja correta, pois os carbonetos geralmente se formam em morfologias mais esféricas, como apresentaram outros trabalhos[190][119] e a maioria das rotas resultantes neste trabalho.

Outra fase que ficou mais evidente nessa amostra foi a formação de ferrita. Até o momento, nas outras rotas, escolheu-se nomear regiões mais complexas de bainita coalescida ou ferrita (BC/F), uma vez que sua morfologia, tonalidade, rugosidade aparente e precipitação de carbonetos não permitiam uma completa distinção entre elas. Agora, porém, foram percebidas algumas regiões com morfologia mais equiaxial, escura e com uma quantidade muito reduzida de carbonetos precipitados internamente, sugerindo fortemente a presença de ferrita na microestrutura [191]. Ademais, levando-se em conta a grande quantidade de bainita na microestrutura prévia, faz sentido crer que houve de algum modo uma nucleação facilitada de ferrita durante o período intercrítico, permitindo, mesmo após o tratamento de T&P final, uma quantidade limitada (porém existente) da fase mencionada. Essa ocorrência já foi comentada anteriormente, sendo embasada por diversos trabalhos.

Os carbonetos nessa rota foram formados, porém mantiveram-se num tamanho pequeno quando comparados com algumas rotas anteriores (comparar com Figura 75G).

O ataque colorido que permitiu melhor visualização da microestrutura foi o LePera (Figura 78D). Como nas outras amostras, apesar de a identificação não ser muito precisa, é importante mencionar o fato de que, nessa, a primeira amostra a conter ferrita na microestrutura apresentou poucas regiões com pontos escuros. É possível que o reagente LePera tenha identificado a ferrita e a atacado mais fortemente que as outras fases. Relatos semelhantes não foram encontrados em outros trabalhos.

A segunda rota (350/800-772/400– Figura 80) apresentou muitas regiões de MA, indicando que houve grande transformação austenítica durante a etapa de tratamento intercrítico. Também foram observadas as formas bainítica coalescidas e CFB [164], bem como a precipitação de carbonetos. E aqui, seguindo a rota anterior, percebeu-se também uma melhora significativa na identificação com o ataque colorido LePera (Figura 79D), em que é possível notar regiões brancas com regiões escuras aciculares, indicando as partes bainíticas da microestrutura. Os outros ataques não ficaram satisfatórios a ponto de permitir uma fácil identificação das fases presentes.

A microestrutura resultante foi bastante diferente das demais mostradas até então. Aparentou ter uma textura diferenciada das demais e mostrou-se bastante homogênea. Entretanto, quando observada mais detalhadamente, percebe-se que há dois tons e colorações diferentes.

Figura 79–Rota 350/800-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. MR, BC/F, F, B, A, MA e C são martensita revenida, bainita coalescida/ferrita, ferrita, bainita, austenita, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 80—Rota 350/800-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, CFB, MR, MA e C bainita coalescida, austenita, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A última dupla de pré-microestruturas obtidas na temperatura de 350°C apresentou, em ambos os casos, um notável aumento na precipitação de carbonetos em relação às rotas anteriores pertencentes ao mesmo grupo. Para o primeiro (350/1200-772/100 – Figura 81), notou-se grande quantidade de bainita coalescida, bem como algumas regiões de martensita revenida, provenientes das poucas regiões de MA da pré-microestrutura (Figura 67). Também se percebeu a presença de regiões de MA, decorrentes de algumas poucas formações de austenita, resultantes do tratamento intercrítico.

A formação de carbonetos, assim como nas rotas anteriores do grupo, também foi observada. A visualização com os ataques coloridos não foi satisfatória, colaborando mais uma vez para confirmar a dificuldade de identificar bainita coalescida e martensita revenida por meio do MO.

Para a segunda rota (350/1200-772/400– Figura 82), a presença de MA foi aumentada consideravelmente, como esperado. Houve grande precipitação de carbonetos nas regiões bainítica, indicando um coalescimento e também um tipo superior de bainita. Também foram observadas regiões revenidas. Em relação aos ataques coloridos, o padrão se manteve em relação ao LePera, que se saiu melhor, principalmente na presença de maior quantidade de MA.

Figura 81–Rota 350/1200-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, BC/F, MR, MA e C são bainita coalescida, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 82–Rota 350/1200-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC, MR, MA e C são bainita coalescida, bainita livre de carbonetos, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

As rotas do último grupo de pré-microestruturas (260°C) foram as que continham a maior quantidade de martensita e menor quantidade de bainita. Assim, foi possível identificar o comportamento de cada uma dessas fases após o tratamento intercrítico e a T&P finais.

Na Figura 83 (rota 260/400-772/100), notou-se uma microestrutura majoritariamente constituída de martensita revenida. Além disso, é importante ressaltar que a pouca bainita existente na microestrutura prévia transformou-se em coalescida ou ferrita, com alguns carbonetos internos evidentes. As metalografias coloridas mostraram-se ruins na identificação de amostras com alta quantidade de martensita revenida, como mencionado para algumas rotas anteriores.

Para a rota 260/400-772/400 (Figura 84), houve uma quantidade maior de microestruturas resultantes. Uma grande quantidade de MA foi identificada, indicando que houve tempo suficiente de formação de austenita intercrítica durante a segunda austenitização. Também foi observada a presença de martensita revenida, resultante de parte da martensita obtida na etapa de obtenção das pré-microestruturas. Bainita coalescida/ferrita, bainita e carbonetos foram obtidos ao final, uma vez que, devido ao fato de que o maior tempo de manutenção na austenitização intercrítica permitiu uma formação considerável de ferrita e/ou algum coalescimento da pouca bainita já existente.

Figura 83–Rota 260/400-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, e C são bainita coalescida, martensita revenida, e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 84—Rota 260/400-722/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Para a rota 260/800-772/100 (Figura 85), foi possível notar que o maior tempo de exposição em altas temperaturas fez com que a pouca bainita prévia praticamente desaparecesse, ficando apenas alguns resquícios de bainita coalescida/ferrita com grande precipitação de carbonetos. Além disso, a formação de uma martensita revenida se deu praticamente por completo mais uma vez.

Os ataques coloridos não foram efetivos na identificação da martensita revenida. Entretanto, nesse ponto, é possível dizer que há uma característica geral nas imagens resultantes de microestruturas majoritariamente constituídas por martensita revenida. Essas imagens ficam com um aspecto de pouca nitidez, parecendo embaçadas. A partir disso, pode-se inferir que essa é a imagem resultante. Porém, como já mencionado anteriormente, esse será apenas um ponto de partida para uma avaliação mais aprofundada por meio de outros equipamentos, como o MEV.

Na segunda rota (260/800-772/400– Figura 86), percebeu-se uma maior quantidade de MA juntamente com bainita, bainita coalescida, martensita revenida e carbonetos. A martensita revenida da rota imediatamente anterior foi muito provavelmente transformada em austenita e bainita coalescida durante a etapa de austenitização intercrítica, sendo reduzida a quantidades bem pequenas.

Figura 85—Rota 260/800-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 86 – Rota 260/800-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

A rota 260/1200-772/100 (Figura 87) mostrou, como esperado, uma microestrutura com grande quantidade de regiões de martensita revenida com poucas regiões martensíticas. Essa rota era, dentre as resfriadas em menor temperatura (260°C), a que continha na pré-microestrutura uma maior quantidade de martensita revenida e bainita (Figura 70), devido ao tempo de manutenção ser mais longo durante a etapa de formação da pré-microestrutura.

Ao final, a microestrutura resultante foi uma composição majoritária de martensita revenida, bainita coalescida/ferrita, carbonetos e algumas regiões martensíticas (indicadas por M na Figura 87F). Essas últimas mencionadas não foram caracterizadas como MA, uma vez que os resultados de DRX não apresentaram quantidades significativas de austenita, considerada como inexistente nessa rota. Assim, quaisquer regiões similares à MA foram consideradas apenas como martensita, uma vez que ambas possuem a mesma aparência. Os resultados obtidos pela metalografia colorida não foram suficientes para identificação das fases.

A última rota (260/120-772/400 – Figura 88) mostrou uma fase não observada tão claramente nas rotas anteriores. O resultado esperado foi uma maior quantidade de regiões de MA juntamente com martensita revenida.

O diferencial para essa rota, no entanto, foi uma grande quantidade de bainita muito semelhante à ferrita acicular, com pouca formação de carbonetos e, quando existentes, muito pequenos. Assim, essa fase foi nomeada de B/F, uma vez que as duas microestruturas são/podem ser consideradas as mesmas, baseando-se na literatura já comentada nas seções anteriores. Também foi observada uma quantidade muito pequena de bainita coalescida.

Como já mencionado anteriormente, a maior quantidade de MA nas microestruturas mantidas à temperatura intercrítica por 400s se dá devido ao maior tempo disponível para recristalização de austenita intercrítica, durante a manutenção nos 772°C.

Figura 87–Rota 260/1200-772/100 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B, MR, MA e C bainita coalescida/ferrita, bainita, martensita revenida, constituinte MA e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

Figura 88—Rota 260/1200-772/400 - A), B), C) e D) mostram as microscopias óticas para os ataques de Beraha Martensítico, Nital 2%, SMB 10% e LePera Modificado, respectivamente. E), F) e G) referem-se às microscopias eletrônicas de varredura. BC/F, B/F, MR, MA, A, M e C bainita coalescida/ferrita, bainita/ferrita, martensita revenida, constituinte MA, austenita, martensita e carbonetos, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

5.5 Dureza

Os resultados de dureza Rockwell C e microdureza Vickers podem ser vistos na Tabela 12. Para as pré-microestruturas, em temperatura e tempo maiores, houve decréscimo das médias da dureza. Mas essa tendência foi menor quando comparada às rotas 420/800 e 420/1200.

Seguindo a tendência das rotas anteriores, esperava-se uma redução da dureza mais proeminente para o maior tempo (420/1200), porém o resultado foi bastante próximo ao anterior. Essa dureza mais alta que o esperado ocorreu pelo maior tempo e temperatura a que o material ficou exposto, permitindo a precipitação de carbonetos que colaboraram para evitar a queda da dureza. Esse resultado é corroborado com a observação clara de uma maior quantidade de carbonetos quando comparadas as microscopias das duas imagens (seção anterior - Figuras 63 e 64). A média de dureza para as rotas tratadas a 350°C foi mais alta do que as rotas a 420°C, indicando que houve formação de diferentes formas de bainita (inferior e superior, respectivamente).

Para as rotas finais do grupo tratado a 260°C, observou-se que as durezas não variaram muito, mantendo-se muito próximas umas das outras. Já para as rotas do grupo de 350°C, houve uma tendência ao aumento de dureza quanto maior o tempo de exposição à austenitização intercrítica (400s). Assim, notou-se que o maior tempo permitiu a formação de uma maior quantidade de austenita durante a segunda austenitização, permitindo uma formação de maior quantidade de martensita (não revenida) ao final do processo, provocando o aumento da dureza. A mesma tendência foi observada para as rotas do grupo a 420°C.

Nas Figuras 89 e 90 é possível observar uma microdureza feita especialmente para visualização e compreensão das diferenças de dureza nas fases em questão. As únicas rotas possíveis de se observar essa ocorrência foram a 350/400-772/400 e 350/800-772/400, que apresentaram regiões maiores de martensita. Essas regiões martensíticas (ou MA, região clara) apresentaram dureza de 775HV e 650HV, respectivamente, enquanto que as regiões escuras (bainita) apresentaram durezas de 356Hv e 352HV, respectivamente.

Tabela 12 - Dureza das rotas

Categoria	Rota	A.R	HRC	Desv.Pad. (HRC)	HV	Desv.Pad (HV)
Pré- microestruturas	260/400	0%	62	1,8	743	25,8
	260/800	12%	59,5	0,9	709	15,3
	260/1200	10%	57	1,6	680	18,5
	350/400	10%	51	0,8	530	12,5
	350/800	12%	49	1,2	499	15,0
	350/1200	11%	46,5	1,6	466	22,6
	420/400	22%	38,5	2,4	377	22,5
	420/800	13%	37,5	0,9	363	7,5
	420/1200	5%	37	1,0	359	8,6
Rotas Finais	260/400s-772/100	0%	35	1,1	345	9,8
	260/400-772/400	9%	34,5	1,3	343	10,9
	260/800-772/100	0%	34	1,0	335	8,9
	260/800-772/400	7%	34	0,9	337	6,7
	260/1200-772/100	0%	34	0,8	342	6,7
	260/1200s-772/400	8%	36	1,9	352	16,4
	350/400-772/100	1%	33,5	1,2	331	7,7
	350/400s-772/400	7%	42	2,9	423	30,6
	350/800-772/100	1%	33,5	1,0	331	8,0
	350/800-772/400	7%	43	1,0	419	7,9
	350/1200-772/100	1%	34,5	0,9	340	7,8
	350/1200-772/400	8%	38,5	1,4	386	15,0
	420/400-772/100	3%	35	1,0	344	8,2
	420/400-772/400	5%	42	1,7	423	19,4
	420/800-772/100	2%	34	1,2	342	9,2
	420/800-772/400	4%	37	1,7	368	16,0
	420/1200-772/100	0%	32	1,3	325	12,0
	420/1200-772/400	3%	37	1,9	360	18,8

Fonte: Próprio autor.

Figura 89 - Imagem de microdureza realizada com carga de 0,49N na rota 350/400-772/400

Fonte: Próprio autor.

Figura 90 - Imagem de microdureza realizada com carga de 0,49N na rota 350/800-772/400

Fonte: Próprio autor.

5.6 Ensaio de tração

Os resultados dos ensaios de tração podem ser observados na Tabela 13.

Tabela 13 - Resultados dos ensaios de tração. LRT, DP, LE, AT e PSE são limites de resistência à tração, desvio padrão, limite de escoamento, alongamento total e produto da resistência pelo alongamento, respectivamente.

	Limite de resistência à tração - LRT (MPa)	Desv. Pad. (LRT)	Limite de escoamento - LE (MPa)	Desv. Pad. (LE)	Alongamento Total (AT) (%)	Desv. Pad. (AT)	PSE
260/400-772/100	1081	18,7	952	18,3	23	1,5	24,7
260/1200-772/400	1150	10,9	1103	47,1	20	2,1	23,0
350/400-772/400	1004	8,0	958	33,0	21	1,1	21,0
350/800-772/100	1049	9,8	1040	19,1	22	0,5	23,1
420/400-772/400	1051	12,0	1005	31,5	17	1,3	17,8
420/800-772/100	1003	7,0	957	34,9	18	0,7	18,0

Fonte: Próprio autor.

A rota 260/400-772/100, composta por poucas regiões de bainita coalescida/ferrita e uma quantidade majoritária de martensita revenida, apresentou o melhor PSE de todas as rotas apresentadas, mesmo com uma quantidade nula de austenita retida. É importante salientar que esse resultado de PSE supera até mesmo os tradicionais tratamentos de austêmpera e têmpera e revenido para o aço em questão [159][160][161][163][177], e tratamentos mais inovadores como têmpera e partição com austenitização intercrítica [12]. A microestrutura resultante foi semelhante com uma microestrutura convencional do aço na condição temperada e revenida. Entretanto, é possível inferir que as poucas regiões de bainita coalescida/ferrita encontradas na microestrutura foram responsáveis por um melhor balanço final das propriedades e pelo maior valor de PSE neste trabalho.

A segunda rota (260/400-772/400) apresentou um valor de PSE bastante elevado e próximo da anterior, de 23. Porém, é interessante notar que a microestrutura nesse caso foi composta por uma quantidade considerável de martensita não revenida e bainita coalescida/ferrita com precipitação de carbonetos. Não era esperado que a combinação dessas duas microestruturas proporcionasse um bom balanço de propriedades mecânicas, uma vez que os relatos de ambas na literatura não são promissores [192][193][194]. A primeira, por ser pouco dúctil e se transformar em martensita em baixas tensões [195][192] e a segunda, pela baixa resistência e até mesmo baixa ductilidade em algumas situações (quando mais próxima da bainita superior)[22][194]. É bastante provável que o bom resultado aconteceu a partir da combinação dessas duas fases antagônicas (uma mais dura e outra mais tenaz), associadas a

uma fina (e não grosseira, como no caso da bainita superior) distribuição de carbonetos [196]. Nesse ponto, pela característica geral da microestrutura apresentada, ter-se-ia uma bainita superior, devido ao coalescimento da bainita prévia e à notável precipitação de carbonetos. Entretanto, pelas micrografias, notou-se que essa precipitação foi pequena e dispersa, resultando em uma melhora das propriedades ao invés da piora esperada.

A amostra 350/400-772/400 apresentou um valor intermediário em relação às testadas neste trabalho, ficando com um PSE de 21. Comparando com a microestrutura já apresentada no início dessa seção, observa-se que os carbonetos também têm forte influência nas propriedades. Nessa, a microestrutura não mostrou quantidades altas de carbonetos, nem uma distribuição tão homogênea como na amostra com melhor desempenho (260/400-772/100). Ainda assim, o resultado final foi bom devido à combinação de outras fases, como a CFB e bainita coalescida/ferrita, em associação com fases mais duras, como a martensita não revenida.

Outra rota que resultou em um alto PSE foi a 350/800-772/100, que apresentou um valor de 23,1. Quando analisada sua microestrutura, percebe-se que mais uma vez a distribuição homogênea de carbonetos pequenos foi responsável pelas boas propriedades mecânicas, além de uma microestrutura mista contendo bainita coalescida/ferrita e martensita revenida. O valor obtido no limite de escoamento, inclusive, foi 8,5% maior do que na primeira amostra (com maior PSE), o que, do ponto de vista de aplicações práticas, é até mais interessante.

A rota 420/400-772/400 foi a que resultou no PSE menos expressivo, porém ainda competitivo quando comparado com outros tratamentos realizados em aços com composição semelhante [160][163] e com aços contendo maiores elementos de liga [33][12]. Apesar de conter grandes quantidades de martensita não revenida, como em outras microestruturas anteriores, o balanço com outras fases não foi efetivo o suficiente para superá-las.

A rota 420/800-772/100 não apresentou valores de PSE suficientes para superar as outras microestruturas, ficando com 18, muito semelhante à rota 420/400-772/400. A microestrutura da bainita coalescida/ferrita formou-se em uma morfologia menos acicular que as anteriores, sendo neste caso o provável motivo do seu desempenho não tão representativo frente às outras rotas.

5.7 Ensaaios de impacto

Os resultados de impacto podem ser observados na Tabela 14.

Tabela 14 - Resultados dos ensaios de impacto.

	AR	Impacto (J/cm ²)	Desv. Pad. (Impacto)
260/400-772/100	0%	62	2,7
260/1200-772/400	8%	32	1,1
350/400-772/400	7%	46	1,1
350/800-772/100	1%	48	3
420/400-772/400	5%	16	1,2
420/800-772/100	2%	18	0,4

Fonte: Próprio autor.

Os valores obtidos reforçam os resultados encontrados nos ensaios de tração, mostrando uma tendência geral contrária ao proposto nas referências dos aços multifásicos de terceira geração, em que a austenita retida desempenha um papel fundamental também nos resultados de impacto.

A rota 260/400-772/100 teve o maior valor de energia de impacto absorvida, cujo valor foi de 62 J/cm², mesmo com teor nulo de AR e uma quantidade considerável e bem distribuída de carbonetos. Quando comparada com outras rotas com um aço de composição semelhante, observou-se que os resultados foram muito melhores [162][197], inclusive considerando os valores de PSE já apresentados.

A rota 260/1200-772/400 teve um desempenho muito abaixo do esperado e seu PSE foi próximo do máximo. Porém, a energia de impacto absorvida de 32 J/cm² possivelmente foi influenciada pela microestrutura composta por uma quantidade grande de martensita não revenida/MA.

Para as rotas do grupo de 350°C (350/400-772/400 e 350/800-772/100), mais uma vez percebeu-se que as propriedades mecânicas são melhoradas bem mais do que com a quantidade de austenita retida, à medida em que há maior quantidade e distribuição de finos carbonetos. O valor subiu cerca de 5%, indo de 46 J/cm² para 48 J/cm², enquanto que a quantidade de austenita retida caiu 85%. Isso mostra uma diferença considerável, além de ser um resultado inesperado quando se trata dos aços de terceira geração, uma vez que isso vai de encontro ao que é relatado nas referências mencionadas ao longo desta seção.

As amostras 420/400-772/400 e 420/800-772/100 não atingiram o resultado esperado. Apresentaram desempenho melhor em amostras com menor quantidade de austenita retida

(420/800-772/100) e com maior dispersão de carbonetos, indo mais uma vez de encontro ao esperado. A Tabela 15 faz um compilado de todas as informações obtidas nesse trabalho, facilitando visualização e compreensão. O ANEXO 2 apresenta a localização das rotas obtidas neste trabalho no diagrama tensão por alongamento, junto das várias classes de aços.

Tabela 15 – Síntese dos resultados. Sendo AR: austenita retida, HRC: dureza Rockwell, HV: microdureza vickers, LRT: limite de resistência à tração, LE: limite de escoamento, AT: alongamento total, I: energia de impacto, PSE: produto resistência por alongamento.

Rota	AR (%)	HRC	Desv.Pa d (HRC)	HV	Desv.Pa d (HV)	LRT (MPa)	Desv.Pa d (LRT)	LE (MPa)	Desv.Pa d (LE)	AT (%)	Desv.Pa d (AT)	I (J/cm ²)	Desv.Pa d (I)	PSE (GPa·%)
260/400	0%	62	1,8	743	25,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/800	12%	59,5	0,9	709	15,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/1200	10%	57	1,6	680	18,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/400	10%	51	0,8	530	12,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/800	12%	49	1,2	499	15,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/1200	11%	46,5	1,6	466	22,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/400	22%	38,5	2,4	377	22,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/800	13%	37,5	0,9	363	7,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/1200	5%	37	1,0	359	8,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/400s-772/100	0%	35	1,1	345	9,8	1081	18,7	952	18,3	23	1,5	62	2,7	24,7
260/400-772/400	9%	34,5	1,3	343	10,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/800-772/100	0%	34	1,0	335	8,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/800-772/400	7%	34	0,9	337	6,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/1200-772/100	0%	34	0,8	342	6,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
260/1200s-772/400	8%	36	1,9	352	16,4	1150	10,9	1103	47,1	20	2,1	32	1,1	23,0
350/400-772/100	1%	33,5	1,2	331	7,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/400s-772/400	7%	42	2,9	423	30,6	1003	8,0	958	33,0	21	1,1	46	1,1	21,0
350/800-772/100	1%	33,5	1,0	331	8,0	1049	9,8	1040	19,1	22	0,5	48	3,0	23,1
350/800-772/400	7%	43	1,0	419	7,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/1200-772/100	1%	34,5	0,9	340	7,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
350/1200-772/400	8%	38,5	1,4	386	15,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/400-772/100	3%	35	1,0	344	8,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/400-772/400	5%	42	1,7	423	19,4	1051	12,0	1005	31,5	17	1,3	16	1,2	17,8
420/800-772/100	2%	34	1,2	342	9,2	1003	7,0	957	34,9	18	0,7	18	0,4	18,0
420/800-772/400	4%	37	1,7	368	16,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/1200-772/100	0%	32	1,3	325	12,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
420/1200-772/400	3%	37	1,9	360	18,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Próprio autor.

6. Considerações Finais

A bainita tem como tendência coalescer quando reaquescida e neste caso ela é caracterizada pela precipitação de carbonetos em seu interior.

Tempos de apenas 400s em temperaturas inferiores a 260°C não permitem que o fenômeno da partição enriqueça suficientemente alguma austenita. Para que seja possível essa ocorrência, é necessário um mínimo de 800s (dentro das condições experimentais dessa pesquisa).

Observando as pré-microestruturas, notou-se que o melhor tempo para o enriquecimento da máxima quantidade de AR possível foi de 800s. Tempos maiores levaram à ocorrência de processos competitivos que consomem carbono, prevalecendo a precipitação de carbonetos. Um único caso contrário foi a rota tratada a 460°C, fato que pode ser explicado pela maior mobilidade atômica devido a alta temperatura quando comparada com as demais utilizadas no trabalho. Assim, para esse caso, todos os processos foram acelerados (tanto o enriquecimento de AR, quanto a precipitação de carbonetos).

O fato anterior é consequência de possíveis variações locais de elementos de liga, como, por exemplo, o silício, que pode colaborar para um retardo na formação de carbonetos em determinada região e favorecer a formação de CFB ou ferrita.

Mesmo com um teor considerável de silício, houve formação de carbonetos, como embasam outros autores [198][199], inclusive, para aços de composição química semelhante [200]. Espera-se que os carbonetos colaborem em dificultar a movimentação das discordâncias [201], promovendo assim o aumento da resistência mecânica.

A formação desses pequenos carbonetos esferoidizados pode ser benéfica para a melhora do balanço entre resistência mecânica e ductilidade dos aços [202]. Outros trabalhos recentes também relataram bons resultados a partir da precipitação de carbonetos em aços microligados [203][204].

A abordagem de caracterização por meio de múltiplos ataques e observação em conjunto facilita, de modo geral, a identificação de fases, colaborando em casos de impossibilidade do uso de MEV.

De uma maneira geral, o melhor reagente para a observação dos aços multifásicos foi o LePera, devido ao bom contraste que causa nas fases. Resultados de trabalhos recentes (2019) corroboram esse resultado [205]. Porém, o exame por meio do microscópio eletrônico de varredura ainda é essencial para identificação da morfologia, distribuição e presença de fases

menores.

A martensita não revenida (M2) não foi tão prejudicial às propriedades mecânicas como frequentemente relatado na literatura, e em associação com outras microestruturas permitiu um balanço adequado de PSE.

Indo de encontro ao comumente relatado, a melhor rota em termos de PSE foi a 420/400-772/100, que não apresentou austenita retida, mas resultou em valores mais interessantes do que em tratamentos já consagrados e também quando comparada a tratamentos mais recentes em aços até mais nobres que os utilizados neste trabalho. Apesar da grande quantidade de trabalhos que exaltam a presença de austenita retida, é possível encontrar alguns poucos que corroboram o resultado encontrado neste trabalho [163] [206].

A localização dos resultados das amostras obtidas neste trabalho pode ser observada no ANEXO 2, indicada por pontos vermelhos distribuídos em um diagrama resistência por alongamento similar ao apresentado na Figura 3 da Seção 2.

Como não houve medida da quantidade de carbono que migrou para a austenita e a enriqueceu, é importante ressaltar que há uma possibilidade de que as amostras que apresentaram propriedades mecânicas ruins contendo AR possam estar com baixo enriquecimento de carbono. Porém, mesmo se este for o caso, as ótimas propriedades mecânicas na amostra com 0% de AR ainda é bastante considerável.

Na literatura há ainda muita controvérsia/divergência entre os próprios pesquisadores da área e há relatos de resultados excepcionais, porém carência de informações para replicá-los.

7. Conclusões

Quanto aos ataques, o LePera mostrou-se como o melhor reagente na identificação de aços multifásicos por meio da microscopia ótica. A técnica de múltiplos ataques utilizadas facilita a identificação de fases quando considerado apenas o uso da microscopia ótica. A utilização do MEV é fundamental para uma completa identificação das fases presentes nesse tipo de aço.

Tempos e temperaturas menores (rota 260/400, por exemplo) não permitem uma estabilização adequada de austenita retida, resultando em menores quantidades.

Tempos mais longos ou temperaturas mais altas adiantam tanto o enriquecimento e estabilização da austenita quanto a precipitação de carbonetos e também favorecem o coalescimento da bainita.

A martensita não revenida (M2 ou *Fresh martensite*) não prejudicou as propriedades mecânicas tão agressivamente como relatado na literatura. É possível que esse resultado se deu devido à grande quantidade de outras fases, que possivelmente contrabalancearam as propriedades reduzindo o efeito dessa martensita mais frágil.

Uma fina e homogênea distribuição de carbonetos na microestrutura foi mais benéfica para as propriedades mecânicas do que a tão aclamada austenita retida.

A austenita retida não foi tão fundamental para um bom balanço entre resistência e alongamento, como proposto nas principais referências de aços multifásicos.

Foi possível obter para o aço comercial 9254, por meio da rota 260/400-772/100, um limite de resistência à tração de 1073 MPa e 23% de alongamento, resultando em um PSE de 24,7 GPa·% e 62 J/cm² no ensaio de impacto.

Os resultados obtidos por essa nova rota proposta são melhores que tratamentos convencionais de têmpera com revenimento e austêmpera, relatados na literatura.

8. Sugestões Para Trabalhos Futuros

- Verificação da influência dos carbonetos nas propriedades mecânicas dos aços multifásicos e caracterização quanto ao tamanho, distribuição e morfologia desses carbonetos.
- Compreender melhor a influência da martensita *Fresh* (ou M2) nas propriedades dos aços.
- Verificar a influência do enriquecimento da austenita retida nas propriedades mecânicas desses aços.

Referências

- [1] SANTOFIMIA, M. J.; VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Combining bainite and martensite in steel microstructures for light weight applications. **Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, v. 113, n. 2, p. 143–148, 2013.
- [2] EDMONDS, D.; MATLOCK, D.; SPEER, J. The recent development of steels with carbide-free acicular microstructures containing retained austenite. **Metallurgia Italiana**, v. 103, n. 1, p. 41–49, 2011.
- [3] SPEER, J. et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. **Acta Materialia**, v. 51, n. 9, p. 2611–2622, 2003.
- [4] MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G. Processing opportunities for new advanced high-strength sheet steels. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 25, n. 1–3, p. 7–13, 2010.
- [5] JIN, X. Quenching and Partitioning Heat Treatment for High-Strength Low-Alloy Steels. n. June, p. 1–16, 2015.
- [6] WANG, L.; SPEER, J. G. Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment. **Metallography, Microstructure, and Analysis**, v. 2, n. 4, p. 268–281, 2013.
- [7] STREICHER, A. M. et al. Quenching and partitioning response of a Si-added TRIP sheet steel. **International Conference on Advanced High-Strength Sheet Steels for Automotive Applications**, p. 51–62, 2004.
- [8] DIMATTEO, A. et al. Microstructures and properties of TRAnsformation Induced Plasticity steels. **La metallurgia italiana**, p. 36–41, 2006.
- [9] JHA, G. et al. Advanced High-Strength Steels Application Guidelines Version 6.0. **Materials Science Forum**, v. 500–501, n. September, p. 151–154, 2005.
- [10] MARTINS, A. R. F. DE A. Têmpera e Partição em Aços de Alta Resistência contendo Ni: Modelagem Cinética, Microestrutura e Propriedades Mecânicas. p. 194, 2007.
- [11] DE COOMAN, B. C. Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, n. 3–4, p. 285–303, 2004.
- [12] TARIQ, F.; BALOCH, R. A. Formation of Multiphase Microstructure in Steel 35CrMnSi by Intercritical Annealing – Quenching – Partitioning Heat Treatment. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 58, n. 9–10, p. 562–567, 2017.
- [13] LI, Y. et al. Microstructural evolution in 35CrMnSi steel during multi-cyclic quenching and partitioning heat treatment. **Science China Technological Sciences**, v. 56, n. 10, p. 2581–2585, 2013.
- [14] DING, R. et al. A new type of quenching and partitioning processing developed from martensitic pre-microstructure. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 29, n. 6, p. 704–709, 2014.
- [15] ZHU, Y. et al. Stepping-quenching-partitioning treatment of 20SiMn2MoVA steel and effects of carbon and carbide forming elements. **Science China Technological Sciences**, v. 55, n. 7, p. 1838–1843, 2012.
- [16] DING, R. et al. Effect of ultragrain refinement on quenching and partitioning steels manufactured by a novel method. **Materials and Design**, v. 87, p. 640–649, 2015.
- [17] TAO, X. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of X12CrMoWVNbN10-1-1 steel during quenching and tempering process. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 5, n. 1, p. 45–57, 2016.
- [18] MANDAL, G. et al. Effect of partial and full austenitisation on microstructure and mechanical properties of quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 676, p. 56–64, 2016.
- [19] SANTOFIMIA, M. J. et al. New low carbon Q&P steels containing film-like intercritical

- ferrite. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 23, p. 6429–6439, 2010.
- [20] DING, R. et al. Effect of intercritical temperature on quenching and partitioning steels originated from martensitic pre-microstructure. **Journal of Materials Research**, v. 29, n. 21, p. 2525–2533, 2014.
- [21] ZHANG, J.; DING, H.; ZHAO, J. W. Effect of Pre-Quenching Process on Microstructure and Mechanical Properties in a Nb-Microalloyed Low Carbon Q-P Steel. **Materials Science Forum**, v. 816, p. 729–735, 2015.
- [22] LONG, X. Y. et al. Carbide-free bainite in medium carbon steel. **Materials and Design**, v. 64, p. 237–245, 2014.
- [23] COOMAN, B. C. DE; SPEER, J. G.; TRIP, M. Quench and Partitioning Steel: a New AHSS Concept for Automotive Anti-Intrusion Applications. v. 77, n. 9, p. 634–640, 2006.
- [24] BRANAGAN, D. J. et al. Overcoming the Paradox of Strength and Ductility in a New Generation of AHSS. p. 3–8, 2016.
- [25] JOHN G. SPEER *, ANA L. ARAUJO, DAVID K. MATLOCK, E. DE M. **2017 - Nb-Microalloying in Next-Generation Flat-Rolled Steels An Overview**, 2016.
- [26] BRANAGAN, D. J. et al. New Mechanisms Governing Local Formability In 3rd Generation AHSS. 2017.
- [27] IRON, A. UltraLight Steel Auto Body Final Report. 1998.
- [28] REPORT, O. ULSAB-AVC. 2002.
- [29] STEELS, M. T. et al. Work-Hardening and Ductility Enhancement Mechanism of Cold Rolled. v. 16, n. 4, p. 533–541, 2010.
- [30] COELHO, D. M. D. S. Efeito da Temperatura de Austenitização no Processo de Têmpera e Partição. p. 100, 2008.
- [31] FERRER, M. H. Estudo das Transformações de Fase de Aços TRIP ao Si-Mn Microligados com Nb. p. 238, 2003.
- [32] BHADOSHIA, H. K. D. H. **Bainite in Steels**. London: IOM Communications LTD, 2001.
- [33] HUANG, X. et al. Journal of Materials Processing Technology Effect of a quenching – long partitioning treatment on the microstructure and mechanical properties of a 0.2C % bainitic steel. v. 222, p. 181–187, 2015.
- [34] DIEGO-CALDERÓN, I. DE et al. Revista de Metalurgia , Vol 51 , No 1 (2015) Effect of Q & P parameters on microstructure development and mechanical behaviour of Q & P steels. v. 51, n. 1, p. 1–11, 2017.
- [35] EDMONDS, D. V. et al. Quenching and partitioning martensite-A novel steel heat treatment. **Materials Science and Engineering A**, v. 438–440, n. SPEC. ISS., p. 25–34, 2006.
- [36] WAGONER, R. H.; SMITH, G. R. Advanced High Strength Steel Workshop. **Knowledge Creation Diffusion Utilization**, 2006.
- [37] SPEER, J. et al. Seminar: Quenching and Partitioning - Science and Technology - Advanced Steel Processing and Products Research Center. 2013.
- [38] CAI, M. H. et al. Strain hardening behavior of high performance FBDP, TRIP and TWIP steels. **Steel Research International**, v. 82, n. 3, p. 242–248, 2011.
- [39] MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G.; SPEER, J. G. Microstructures and properties of direct-cooled microalloy forging steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 117, n. 3, p. 324–328, 2001.
- [40] HUANG, Y. et al. Effect of bainitic isothermal transformation plus Q&P process on the microstructure and mechanical properties of 0.2C bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 678, n. 24, p. 339–346, 2016.
- [41] CLARKE, A. J. et al. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment. **Acta Materialia**, v. 56, n. 1, p.

16–22, 2008.

[42] MATAS, S.; HEHEMANN, R. F. Retained Austenite and the Tempering of Martensite. **Nature**, v. 187, n. 4738, p. 685–686, ago. 1960.

[43] SARIKAYA, M. et al. **Solute-element partitioning and austenite stabilization in steels**. United States: [s.n.].

[44] SPEER, J. G. et al. The “quenching and partitioning” process: background and recent progress. **Materials Research**, v. 8, n. 4, p. 417–423, 2005.

[45] EDMONDS, D. V. et al. Quenching and Partitioning Steel. **Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys**, n. June, p. 2776–2793, 2016.

[46] LI, W. SONG et al. Microstructural evolution and mechanical properties of a low-carbon quenching and partitioning steel after partial and full austenitization. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 23, n. 8, p. 906–919, 2016.

[47] GUO, H. et al. Quenching and partitioning steel produced through hot rolling, direct quenching and annealing. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 32, n. 15, p. 1605–1612, 2016.

[48] HUANG, F. et al. Effect of Partitioning Treatment on the Mechanical Property of Fe-0.19C-1.47Mn-1.50Si Steel with Refined Martensitic Microstructure. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 47, n. 3, p. 1072–1082, 2016.

[49] GHAZVINLOO, H. R.; HONARBAKHSR-RAOUE, A. Effect of partitioning time on microstructural evolution of C-Mn-Si steel in one-step quenching and partitioning process. **Journal of Materials and Environmental Science**, v. 6, n. 1, p. 22–27, 2015.

[50] SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Overview of mechanisms involved during the quenching and partitioning process in steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 42, n. 12, p. 3620–3626, 2011.

[51] MATLOCK, D.; BRAUTIGAM, V.; SPEER, J. G. **Application of the Quenching and Partitioning Process to a Medium.pdf**, 2003.

[52] ANDREWS, K. . **Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures_FL 417 2012-1.pdf**, 1965.

[53] TRZASKA, J. Calculation of critical temperatures by empirical formulae. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 61, n. 2B, p. 981–986, 2016.

[54] KOISTINEN, D. P.; MARBURGER, R. E. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. **Acta Metallurgica**, v. 7, n. 1, p. 59–60, 1959.

[55] ATKINS, M. **Atlas of continuous cooling transformation diagrams for engineering steels**, 1980.

[56] CABALLERO, F. G. et al. Very strong low temperature bainite. **Materials Science and Technology**, v. 18, n. 3, p. 279–284, 2002.

[57] SAMPATH, S. et al. The role of silicon, vacancies, and strain in carbon distribution in low temperature bainite. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 673, p. 289–294, 2016.

[58] KRAUSS, G. **Steel: processing structure and performance.pdf**, 1995.

[59] PARAVICINI BAGLIANI, E. et al. Microstructure, tensile and toughness properties after quenching and partitioning treatments of a medium-carbon steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 559, p. 486–495, 2013.

[60] KIM, B.; SIETSMA, J.; SANTOFIMIA, M. J. The role of silicon in carbon partitioning processes in martensite/austenite microstructures. **Materials and Design**, v. 127, n. February, p. 336–345, 2017.

[61] CHEN, X.; LI, Y. Microstructure and mechanical properties of austempered high silicon cast steel. **China Foundry**, v. 10, n. 3, p. 155–161, 2001.

- [62] VANDER VORT, G. Color Metallography. n. November, p. 22–25, 2005.
- [63] **Colour tint etching in multiphase steel.pdf.** , [s.d.].
- [64] MANDAL, D. et al. Effect of austempering treatment on microstructure and mechanical properties of high-Si steel. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 4, p. 1069–1075, 2009.
- [65] ROS-YÁÑEZ, T.; HOUBAERT, Y.; MERTENS, A. Characterization of TRIP-assisted multiphase steel surface topography by atomic force microscopy. **Materials Characterization**, v. 47, n. 2, p. 93–104, 2001.
- [66] KOH-ICHI SUGIMOTO, MICHITAKA TSUNEZAWA, TOMOHIKO HOJO, S. I. Ductility of 0.1-0.6C-1.5Si-1.5Mn Ultra High-strength TRIP-aided Sheet Steels with Bainitic Ferrite Matrix. **ISIJ International**, v. 44, n. 9, p. 1608–1614, 2004.
- [67] SAMUELS, L. **Light Microscopy of Carbon Steels**, 1999.
- [68] XIE, Z. J. et al. Stability of retained austenite in multi-phase microstructure during austempering and its effect on the ductility of a low carbon steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 603, p. 69–75, 2014.
- [69] GAO, G. et al. A carbide-free bainite/martensite/austenite triplex steel with enhanced mechanical properties treated by a novel quenching-partitioning-tempering process. **Materials Science and Engineering A**, v. 559, p. 165–169, 2013.
- [70] ZHAO, P. et al. Multiphase bainite - martensite steels: The significant impact of niobium microalloying on structure and mechanical behavior. **Materials Science and Engineering A**, v. 730, n. April, p. 262–269, 2018.
- [71] HOFER, C. et al. Structural characterization of “carbide-free” bainite in a Fe–0.2C–1.5Si– 2.5Mn steel. **Materials Characterization**, v. 102, p. 85–91, 2015.
- [72] ELONGATION, Y. P. et al. Tempering Characteristics of a Vanadium Containing Dual Phase Steel. v. 13, n. October, p. 1679–1686, 1982.
- [73] GIRAULT, E. et al. Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructure of TRIP-Assisted Steels. **Materials Characterization**, v. 40, n. 2, p. 111–118, 1998.
- [74] THOMAS, G. A.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Quenched and partitioned microstructures produced via Gleeble simulations of hot-strip mill cooling practices. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 42, n. 12, p. 3652–3659, 2011.
- [75] MATLOCK, D. K.; ZIA-EBRAHIMI, F.; KRAUSS, G. Structure, Properties and Strain Hardening of Dual-Phase Steels, Deformation, Processing, and Structure, G. Krauss, Ed., American Society for Metals, 1984, p 47–87. p. 1984, 1984.
- [76] Transformation and Hardenability in Steels - Symposium : February 27-28 , Hardcover – 1977. p. 1977, 1977.
- [77] AARONSON, H. I. The Proeutectoid Ferrite and the Proeutectoid Cementite Reactions, Decomposition of Austenite by Diffusional Processes. p. 1962, 1962.
- [78] GREWAL, R. et al. Formation of Widmanstätten ferrite at very high temperatures in the austenite phase field. **Acta Materialia**, v. 109, n. November, p. 23–31, 2016bz.
- [79] KOLK, A. J. Master thesis. n. August, 2014.
- [80] RAYGAN, S.; RASSIZADEHGHANI, J.; ASKARI, M. Comparison of Microstructure and Surface Properties of AISI 1045 Steel after Quenching in Hot Alkaline Salt Bath and Oil. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 18, n. 2, p. 168–173, 2009.
- [81] WILSON, E. A. 1994 - The gamma to alfa Transformation in Low carbon Irons. **The Prairie Naturalist**, v. 35, n. 2, p. 117–120, 1994.
- [82] SOURMAIL, T. et al. Corrigendum to “High hardness and retained austenite stability in Si-bearing hypereutectoid steel through new heat treatment design principles” [Mater. Des. 142 (2018) 279–287](S0264127518300431)(10.1016/j.matdes.2018.01.035). **Materials and Design**, v. 150, p. 17, 2018.

- [83] SUGIMOTO, K. et al. Retained Austenite Characteristics and Tensile Properties in a TRIP Type Bainitic Sheet Steel. **ISIJ International**, v. 40, n. 9, p. 902–908, 2000ce.
- [84] ZHOU, W. et al. High strength low-carbon alloyed steel with good ductility by combining the retained austenite and nano-sized precipitates. **Materials Science and Engineering A**, v. 587, p. 365–371, 2013.
- [85] DÍAZ-FUENTES, M.; IZA-MENDIA, A.; GUTIÉRREZ, I. Analysis of different acicular ferrite microstructures in low-carbon steels by electron backscattered diffraction. Study of their toughness behavior. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 34 A, n. 11, p. 2505–2516, 2003.
- [86] GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Development of Hard Bainite. **ISIJ International**, v. 43, n. 8, p. 1238–1243, 2003.
- [87] LAN, H. F. et al. Improvement of strength-toughness combination in austempered low carbon bainitic steel: The key role of refining prior austenite grain size. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 710, p. 702–710, 2017.
- [88] SPEER, J. G. et al. Quenching and Partitioning- A Fundamentally New Process to Create High Strength TRIP Sheet Microstructures. **Materials Science and Technology 2003 Meeting**, p. 505–522, 2003.
- [89] DAI, Z. et al. Elucidating the effect of Mn partitioning on interface migration and carbon partitioning during Quenching and Partitioning of the Fe-C-Mn-Si steels: Modeling and experiments. **Acta Materialia**, v. 144, p. 666–678, 2018.
- [90] STEEL, T. Effect of Microstructure on the Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced-Plasticity Steels. **International Conference on Advanced High Strength Sheet Steels for Automotive Applications Preceedings**, v. 35, n. August, p. 231–237, 2004.
- [91] KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. [s.l: s.n.].
- [92] SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Microstructural evolution of a low-carbon steel during application of quenching and partitioning heat treatments after partial austenitization. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 40, n. 1, p. 46–57, 2009.
- [93] LI, H. Y. et al. Bainitic transformation during the two-step quenching and partitioning process in a medium carbon steel containing silicon. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 23, p. 6255–6259, 2010.
- [94] VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Martensite formation in partially and fully austenitic plain carbon steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 40, n. 5, p. 1059–1068, 2009.
- [95] BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The bainite transformation in a silicon steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 10, n. 7, p. 895–907, 1979.
- [96] DAVUT, K. Development of Carbide Free Bainite + Martensite Duplex. p. 634–637, 2016.
- [97] KANG, J. et al. Low cycle fatigue behavior in a medium-carbon carbide-free bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 666, p. 88–93, 2016.
- [98] ZHAO, P. et al. The significance of ultrafine film-like retained austenite in governing very high cycle fatigue behavior in an ultrahigh-strength MN-SI-Cr-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 645, p. 116–121, 2015.
- [99] ZHAO, L. et al. Below- Ms austempering to obtain re fi ned bainitic structure and enhanced mechanical properties in low-C high-Si / Al steels. v. 112, p. 96–100, 2016.
- [100] SOURMAIL, T. et al. **Novel nanostructured bainitic steel grades to answer the need for high-performance steel components (Nanobain).RFSR-CT-2008-00022**. [s.l: s.n.].
- [101] SOLIMAN, M.; PALKOWSKI, H. Ultra-fine Bainite Structure in Hypo-eutectoid Steels. **ISIJ International**, v. 47, n. 12, p. 1703–1710, 2007.

- [102] GOLA, A. M.; GHADAMGAHI, M.; OOI, S. W. Microstructure evolution of carbide-free bainitic steels under abrasive wear conditions. **Wear**, v. 376–377, p. 975–982, 2017.
- [103] ALBERTO, J.; SANTOS, D. B. Effect of tempering temperature on isothermal decomposition product formed below Ms. v. 2, n. 2, p. 93–99, 2013.
- [104] WANG, K. et al. Microstructure-property relationship in bainitic steel: The effect of austempering. **Materials Science and Engineering A**, v. 675, n. August, p. 120–127, 2016.
- [105] HIDALGO, J.; SIETSMA, J.; SANTO, M. J. Materials Characterization Characterization of bainitic / martensitic structures formed in isothermal treatments below the M_s temperature. v. 128, n. April, p. 248–256, 2017.
- [106] GAO, G. et al. Enhanced ductility and toughness in an ultrahigh-strength Mn-Si-Cr-C steel: The great potential of ultrafine filmy retained austenite. **Acta Materialia**, v. 76, p. 425–433, 2014.
- [107] Steels : Microstructure and Properties. p. 3, [s.d.].
- [108] BROOKS, C. R. Heat Treatment of the Plain Carbon and Low-Alloy Steels. ASM International. p. 1996, 1996.
- [109] JIRKOVÁ, H. et al. Optimisation of the Q-P process parameters for low alloyed steels with 0.2% C. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 59, n. 3, p. 1205–1210, 2014.
- [110] SANTOFIMIA, M. J. et al. Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel. **Acta Materialia**, v. 59, n. 15, p. 6059–6068, 2011.
- [111] TARIQ, F.; BALOCH, R. A. One-step quenching and partitioning heat treatment of medium carbon low alloy steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 23, n. 5, p. 1726–1739, 2014.
- [112] HOFER, C. et al. Materials Characterization High-resolution characterization of the martensite-austenite constituent in a carbide-free bainitic steel. **Materials Characterization**, v. 144, n. July, p. 182–190, 2018.
- [113] MOOR, E. DE; SPEER, J. G. **10. Bainitic and quenching and partitioning steels**. [s.l.] Elsevier Ltd, 2017.
- [114] DE KNIJF, D. et al. Effect of fresh martensite on the stability of retained austenite in quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 615, p. 107–115, 2014.
- [115] SOURMAIL, T. The effect of silicon on the nanoprecipitation of cementite. v. 61, p. 6983–6992, 2013.
- [116] ZHOU, L. et al. Materials Characterization Relationship between microstructure and mechanical properties of M50 ultra-high strength steel via quenching-partitioning-tempering process. **Materials Characterization**, v. 146, n. October, p. 258–266, 2018.
- [117] NAVARRO-LÓPEZ, A. et al. Influence of the prior athermal martensite on the mechanical response of advanced bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 735, p. 343–353, 2018.
- [118] HAJYAKBARY, F. et al. Interaction of carbon partitioning, carbide precipitation and bainite formation during the Q&P process in a low C steel. **Acta Materialia**, v. 104, p. 72–83, 2016.
- [119] LIU, L.; HE, B.; HUANG, M. The Role of Transformation-Induced Plasticity in the Development of Advanced High Strength Steels. v. 1701083, p. 1–17, 2018.
- [120] WANG, C. Y. et al. Characterization of microstructure obtained by quenching and partitioning process in low alloy martensitic steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 527, n. 15, p. 3442–3449, 2010.
- [121] GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. **Advanced High Strength Bainitic Steels**. [s.l.] Elsevier, 2014. v. 1
- [122] KAMBLEV, A.; AIBHAV, K. A Text Book of Metallurgy: Properties and Applications

of Ferrous and Non-ferrous Materials. **Harshal Publication**, p. 2017, 2017dr.

[123] HERRING, D. H. A discussion of retained austenite. **Industrial Heating**, v. 72, n. 3, p. 14–16, 2005.

[124] ZHAO, P. et al. Multiphase bainite - martensite steels: The significant impact of niobium microalloying on structure and mechanical behavior. **Materials Science and Engineering A**, v. 703, n. 5, p. 9–15, 2018.

[125] WANG, H. SONG et al. Microstructural evolution and mechanical properties of dual phase steel produced by strip casting. **Materials Science and Engineering A**, v. 703, n. January, p. 486–495, 2017.

[126] DE MOOR, E. et al. Effect of Carbon and Manganese on the Quenching and partitioning Response of CMnSi Steels. **ISIJ International**, v. 51, n. 1, p. 137–144, 2011.

[127] SPEZZAPRIA, M. et al. Effect of Prior Microstructure and Heating Rate on the Austenitization Kinetics of 39NiCrMo3 Steel. **Steel Research International**, v. 88, n. 5, p. 1–10, 2017.

[128] BROWN, R. L. A review of: “STEELS: HEAT TREATMENT AND PROCESSING PRINCIPLES” by G. Krauss ASM International 497 pages, Second Edition, hard cover, \$75, 1990. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 6, n. 3, p. 569–570, jan. 1991.

[129] LANGE, H. MATHIEU, K. Ueber den Ablauf der Austenitumwandlung im unterkühlten Zustand bei Eisen-Nickel-Kohlenstoff-Legierungen, Mitt. n. 20, p. 125–134, 1938.

[130] JELLINGHAUS, W. Anregung der Zwischenstufen-Umwandlung des Stahles durch kleine Mengen von α -Eisen. **Archiv für das Eisenhüttenwesen**, v. 23, n. 11–12, p. 459–470, 1952.

[131] GONG, W. et al. Effect of prior martensite on bainite transformation in nanobainite steel. **Acta Materialia**, v. 85, p. 243–249, 2015.

[132] GOODENOW, R.H., BARKALOW, R.H., HEHEMANN, R. F. Bainite transformation in hypoeutectoid steels. **Physical Properties of Martensite and Bainite, Special Report 93**, v. London, n. 93, p. 135–141, 1969.

[133] CABALLERO, F. G.; GARCIA-MATEO, C.; MILLER, M. K. Design of novel bainitic steels: Moving from ultrafine to nanoscale structures. **Jom**, v. 66, n. 5, p. 747–755, 2014.

[134] LEE, S.; LEE, S. J.; DE COOMAN, B. C. Reply to comments on “austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning”. **Scripta Materialia**, v. 66, n. 10, p. 832–833, 2012.

[135] TOJI, Y.; MATSUDA, H.; RAABE, D. Effect of Si on the acceleration of bainite transformation by pre- existing martensite. **Acta Materialia**, v. 116, p. 250–262, 2016.

[136] NATORI, M. et al. Difference in recrystallization behavior between lath martensite and deformed ferrite in ultralow carbon steel. **Scripta Materialia**, v. 53, n. 5, p. 603–608, 2005.

[137] KAWATA, H. et al. Effect of Martensite in Initial Structure on Bainite Transformation. **Materials Science Forum**, v. 638–642, p. 3307–3312, 2010.

[138] GUI, X. et al. Effect of bainitic transformation during BQ&P process on the mechanical properties in an ultrahigh strength Mn-Si-Cr-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 684, n. September 2016, p. 598–605, 2017.

[139] OF, J.; SCIENCETECHNOLOGY, M. Tempering Behavior of Ductile 1700 MPa Mn – Si- Cr – C Steel Treated by Quenching and Partitioning Process Incorporating Bainite Formation. v. 31, n. June 2015, p. 199–204, 2014.

[140] LEPERA, F. S. Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel. **Jom**, v. 32, n. 3, p. 38–39, 1980.

[141] VAN DE VOORT, R. Etching Isothermally Treated Steels. **Heat Treating Progress**, n. May, 2001.

[142] VOORT, V. DER. **Metallography Principles and Practice** -. [s.l: s.n.].

- [143] VOORT, G. F. VANDER. Color Metallography. v. 9, p. 493–512, 2004.
- [144] GEORGE, B.; VOORT, V. Microstructure of Ferrous Alloys. v. 3, n. 7, p. 1–5, [s.d.].
- [145] SOUZA, G. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO MÉDIO CARBONO E BAIXA LIGA (COM ESTRUTURA BAINÍTICA / MARTENSÍTICA) VIA MICROSCOPIA ÓPTICA. p. 0–161, 2008.
- [146] HAIRER, F. et al. ETCHING TECHNIQUES FOR THE MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF COMPLEX PHASE STEELS BY LIGHT MICROSCOPY. p. 50–54, [s.d.].
- [147] ASTM STANDARD. Standard Practice for Maroetching Metals and Alloys. **ASTM International**, v. E 407, p. 1–21, 1999.
- [148] HOFER, B. C. et al. Influence of Heat Treatment on Microstructure Stability and Mechanical Properties of a Carbide-Free Bainitic Steel. p. 1–5, 2017.
- [149] ERISIR, E.; GÜMÜŞ, S.; BILIR, O. G. MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF MEDIUM CARBON DUAL PHASE STEELS AFTER INTERMEDIATE QUENCHING. p. 1–6, 2013.
- [150] REISINGER, S. et al. Differentiation of grain orientation with corrosive and colour etching on a granular bainitic steel. **Micron**, v. 99, n. March, p. 67–73, 2017.
- [151] VOORT, G. F. VANDER; MANILOVA, E. P. Imaging Phases in Steels. n. February, p. 32–37, 2005.
- [152] MACKENZIE, D. S.; TOTTEN, G. E. Analytical Characterization of Aluminum , Steel ,. p. 2005, 2005.
- [153] ASM. Metallography and Microstructures. **Technology**, v. 9, p. 3470, 2001.
- [154] ZHAI, Q. Effects of niobium alloying on microstructure, toughness and wear resistance of austempered ductile iron. **Materials Science & Engineering A**, 2019.
- [155] RADZIKOWSKA, J. M. Metallography and Microstructures of Cast Iron. **ASM Handbook: Metallography and Microstructures** , v. 9, p. 565–587, 2004.
- [156] MEIER, L. et al. In-situ measurement of phase transformation kinetics in austempered ductile iron. **Materials Characterization**, v. 85, p. 124–133, 2013.
- [157] TAN, X. et al. Microstructure–properties relationship in a one-step quenched and partitioned steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 589, p. 101–111, 2014.
- [158] SUN, S.; ZHAO, A. Effect of microstructure morphology on mechanical properties of quenching and partitioning steel. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 34, n. 3, p. 347–354, 2018.
- [159] Material specification sheet Saarlust - 54SiCr6. p. 7102, [s.d.].
- [160] CHOI, S. Ph.D. thesis January, 2011 Sangwoo Choi. 2011.
- [161] JR, J. A. C. et al. Influence of Temperature and Time of Austempering Treatment on Mechanical Properties of SAE 9254 Commercial Steel. v. 83, n. 1, p. 22–31, 2012.
- [162] STEEL, M. B. et al. EFFECT OF RETAINED AUSTENITE ON IMPACT TOUGHNESS OF THE. v. 922, p. 298–303, 2014.
- [163] MURATHAN, F.; KILI, V.; DAVUT, K. EFFECT OF AUSTEMPERING HEAT TREATMENTS ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AISI 9254. p. 619–622, 2015.
- [164] GAOA, G. et al. Concurrent enhancement of ductility and toughness in an ultrahigh strength lean alloy steel treated by bainite-based quenching-partitioning-tempering process. **Materials Science & Engineering A**, v. 74, n. 6, p. 717–721, 2017.
- [165] GHAZVINLOO, H. R.; HONARBAKHSHE-RAOOF, A. Mechanical Properties of a High Si and Mn Steel Heat Treated by One-Step Quenching and Partitioning ONE-STEP QUENCHING AND PARTITIONING. n. July, 2015.
- [166] SHAMANIAN, I. H. M.; GHASSEMALI, M. A. E. Development of Ultrahigh Strength TRIP Steel Containing High Volume Fraction of Martensite and Study of the Microstructure

and Tensile Behavior. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, 2018.

[167] LONG, X. et al. Study on microstructures and properties of carbide-free and carbide-bearing bainitic steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 715, n. September 2017, p. 10–16, 2018.

[168] HARRY CHANDLER. Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels. **Mechanical Handling**, p. 41–58, 2006.

[169] SAMANTA, S.; BISWAS, P.; BRAT, S. Scripta Materialia Analysis of the kinetics of bainite formation below the M_S temperature. v. 136, p. 132–135, 2017.

[170] JIMENEZ-MELERO, E. et al. High-energy X-ray diffraction study on the temperature-dependent mechanical stability of retained austenite in low-alloyed TRIP steels. v. 60, p. 565–577, 2012.

[171] RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, n. 2, p. 65–71, 1969.

[172] INTERNATIONAL, A. ASTM E92-17: Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic. p. 1–27, 2018.

[173] ASTM E18-18a, Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018. p. 2018, 2011.

[174] ASTM INT. ASTM E8 / E8M-13a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International. **Astm**, n. C, p. 1–27, 2013.

[175] ASTM E 23-12C. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. **ASTM Standards**, v. i, n. 1, p. 1–25, 2013.

[176] BHATTACHARYYA, T. et al. Development and characterisation of C-Mn-Al-Si-Nb TRIP aided steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 6, p. 2394–2400, 2011.

[177] JOSÉ ALBERTO DA CRUZ JUNIOR. DESENVOLVIMENTO do AÇO ALTO C-Si e Cr COM MATRIZ NANOESTRUTURADA de MARTENSITA e BAINITA. p. 98, 2011.

[178] LI, L. et al. Reversed austenite for enhancing ductility of martensitic stainless steel. 2017.

[179] LONG, X. Y. et al. Materials Science & Engineering A Low-temperature bainite in low-carbon steel. v. 594, p. 344–351, 2014.

[180] SOLIMAN, M.; PALKOWSKI, H. ScienceDirect Development of the low temperature bainite. v. 6, 2016.

[181] ZHAO, L. et al. Below-M_s austempering to obtain refined bainitic structure and enhanced mechanical properties in low-C high-Si/Al steels. **Scripta Materialia**, v. 112, n. September, p. 96–100, 2016.

[182] GOLCHIN, S.; AVISHAN, B.; YAZDANI, S. A Effect of 10 % ausforming on impact toughness of nano bainite austempered at 300 ° C. v. 656, p. 94–101, 2016.

[183] **2018 - Study of microstructure, mechanical properties and impact-abrasive wear.pdf**, [s.d.].

[184] YIMING HU, BY et al. Phase Transformations in Steels during Quenching and Partitioning Heat Treatment. 2016.

[185] GUO, H. et al. Materials Science & Engineering A Structure-property relation in a quenched-partitioned low alloy steel involving bainite transformation. **Materials Science & Engineering A**, v. 667, p. 224–231, 2016.

[186] TAN, Z. LI et al. Mechanical properties of steels treated by Q-P-T process incorporating carbide-free-bainite/martensite multiphase microstructure. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 21, n. 2, p. 191–196, 2014.

[187] JIANG, Z. et al. Influence of the decomposition behavior of retained austenite during tempering on the mechanical properties of 2.25Cr-1Mo-0.25V steel. **Materials Science & Engineering A**, p. 0–35, 2018.

[188] **2017 - Two-step austempering of high performance steel with nanoscale**

microstructure.pdf, [s.d.].

[189] WU, Y. X. et al. Acta Materialia Cementite coarsening during the tempering of Fe-C-Mn martensite. v. 159, p. 209–224, 2018.

[190] **2017 - The significance of multi-step partitioning Processing-structureproperty relationship in governing high strength-high ductility.pdf**, [s.d.].

[191] ZHANG, C. et al. Ultra-high cycle fatigue property of a multiphase steel microalloyed with niobium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 718, n. September 2017, p. 1–8, 2018.

[192] HUTCHINSON, B. et al. Plastic Yielding in lath martensites – an alternative viewpoint. **Acta Materialia**, 2018.

[193] BAKHTIARI, R.; EKRAMI, A. The effect of bainite morphology on the mechanical properties of a high bainite dual phase (HBDP) steel. v. 525, p. 159–165, 2009.

[194] ABBASZADEH, K.; SAGHAFIAN, H.; KHEIRANDISH, S. Effect of Bainite Morphology on Mechanical Properties of the Mixed Bainite-martensite Microstructure in D6AC Steel. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 28, n. 4, p. 336–342, 2012.

[195] MORSDORF, L. et al. Multiple mechanisms of lath martensite plasticity. v. 121, p. 202–214, 2016.

[196] SRIVATSA, K.; SRINIVAS, P.; BALACHANDRAN, G. Improvement of Impact toughness by modified hot working and heat treatment in 13%Cr Martensitic Stainless Steel. **Materials Science & Engineering A**, 2016.

[197] ZHAO, P. et al. Effect of Microstructure on the Very High Cycle Fatigue Behavior of a Bainite / Martensite Multiphase Steel. **Materials Science & Engineering A**, 2015.

[198] NAYAK, S. S. et al. Microstructure – hardness relationship in quenched and partitioned medium-carbon and high-carbon steels containing silicon. v. 498, p. 442–456, 2008.

[199] QIANG, S.; WEI, H. Effect of bainite microstructure during two - step quenching and partitioning process on strength and toughness properties of a 0 . 3 % C bainitic steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, n. 0123456789, 2018.

[200] REPUBLIC, C.; REPUBLIC, C. OPTIMIZATION OF LOW-TEMPERATURE THERMO-MECHANICAL TREATMENT ON 54SiCr STEEL FOR SPHEROIDIZATION OF CARBIDES Vit PILECEK , Ludmila KUCEROVA. p. 1–6, 2013.

[201] LI, J. et al. Coupling nano-carbide strengthening with transformation induced plasticity effect to achieve over 1.5 GPa strength with 30% ductility in cold-rolled medium-Mn steel. **Vacuum**, 2019.

[202] PRASAD, C. et al. Microstructure engineering by dispersing nano-spheroid cementite in ultrafine-grained ferrite and its implications on strength-ductility relationship in high carbon steel Microstructure engineering by dispersing nano-spheroid cementite in ultra fi ne-grai. **Materials & Design**, v. 139, n. November, p. 324–335, 2017.

[203] PENG, F. et al. The relationships of microstructure-mechanical properties in quenching and partitioning (Q & P) steel accompanied with microalloyed carbide precipitation. **Materials Science & Engineering A**, v. 723, n. November 2017, p. 247–258, 2018.

[204] SUN, J. et al. A lamellar structured ultrafine grain ferrite-martensite dual-phase steel and its resistance to hydrogen embrittlement. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 698, p. 390–399, 2017.

[205] BAINITE-MARTENSITE-, H. S. S. Detection and Estimation of Retained Austenite in a High Strength Si-Bearing Bainite-Martensite- Retained Austenite Micro-Composite Steel after Quenching and Bainitic Holding (Q&B). 2019.

[206] KIM, S. H. et al. Microstructure and Mechanical Properties of Austempered Medium-Carbon Spring Steel. **Metals and Materials International**, n. 0123456789, p. 1–9, 2018.

ANEXOS

ANEXO 1

GERDAU		CERTIFICADO DE QUALIDADE QUALITY CERTIFICATE MILL'S TEST CERTIFICATE CERTIFICADO DE CALIDAD		N° 50049

ISO 9001:2008 Certificate number: 30719		ISO 14001:2004 Certificate number: 7628		ISO 14001:2004 Certificate number: 7628	
OUR MANAGEMENT SYSTEM IS CERTIFIED TO ISO 9001 / TS16949 / ISO14001					
NOTA FISCAL/INVOICE 141879		PESO/WEIGHT (Kg) 3.335,00		PROD. CLIENTE/CUST. ORDER 40000441	
CLIENTE/CUSTOMER RASSINI NIK AUTOPECAS LTDA		ORD. FORNEC./ORD. SUPPLY 19496697 - 816903330		QUALIDADE/GRADE ABNT / SAE 9254	
MATERIAL/MATERIAL 973428		DIM. / SIZE (mm) 14,000 mm		PROD. TO PRODUCT BARRA LAMINADA REDONDA SEM TOTO TREFILADO	
ANALISE QUIMICA/CHEMICAL COMPOSITION		NORMA/SPECIFICATION K - EN - 039 (RASSINI-NHK SP)-Rev.11 de 01.08.2011		LOTE/BATCH 9591500	
C Si Mn P S Cr Ni Mo Al Cu Sn Ti V Nb B W Pb Co Ca Zn Sb As				CORRELAÇÃO 22.176/177	
0,53 1,31 0,69 0,014 0,006 0,15 0,04 0,019 0,12 0,009 0,0057 0,008 0,004 0,0002 0,004 0,001 0,010 0,0016 0,001 0,001 0,004 0,002				REC. CERTIFICATION	
ANALISE QUIMICA/CHEMICAL COMPOSITION					
C Tot N Al+Nb P+S C Eq					
0,00170 0,0074 0,023 0,020 0,80					
ENSAYOS METALOGRAFICOS/METALLOGRAPHIC TESTS					
T. GRÃO DESCARB. DESCARB.					
AUSTENÍTICO PARCIAL TIPO I					
mm					
7 0,13 0,0					
MÉTODOS/TESTES INCLUIDOS/RATING NUMBERS					
AF AG BF BG CF CG DG					
1,00 0,50 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,50 0,0					
ESTRUTURA : PERLITA + FERRITA (640)					
OBSERVAÇÕES/OBSERVATIONS					
Cor Pintura de Toco - Branco					
RECOMENDAÇÕES AMBIENTAIS RELACIONADAS AO PRODUTO:					
Para que possamos contribuir com o meio ambiente e o desenvolvimento sustentável de nossa cadeia produtiva, recomendamos a nossos clientes que destinem corretamente os resíduos de nossos produtos, inerentes ou agregados a ele, conforme a legislação ambiental vigente de sua região, estado ou país.					
DEPARTAMENTO DA QUALIDADE/QUALITY DEPARTMENT PINDAMONHANGABA, 11.02.2014

Andre L. Silva Fagundes CREA 065261/01					

ANEXO 2

ANEXO 3

Análise química (% em peso)

Amostra	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Ti	Nb	Al	Cu	Fe
9254	0,51	1,33	0,70	0,006	0,009	0,77	0,16	0,05	0,005	0,005	ND	0,02	0,14	Bal
Referência SAE 9254	0,51- 0,59	1,20- 1,60	0,60- 0,80	0,035 max	0,040 max	0,60- 0,80	NE	NE	NE	NE	NE	NE	NE	Bal

NE – Não especificado , ND – Não detectado, NA - Não analisado