



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP – CETEC – UEMG



Dissertação de Mestrado



**"Efeito dos parâmetros de têmpera e partição na
microestrutura e propriedades mecânicas de aços
1540 microligados"**

Aluno: Lucas Ferrara Barbosa Aparecido

Orientador: Fernando Gabriel Silva Araújo, Dr.

Coorientador: Diana María Pérez Escobar, Dra.

Julho de 2018



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP – CETEC – UEMG

Lucas Ferrara Barbosa Aparecido

"Efeito dos parâmetros de têmpera e partição na microestrutura e propriedades mecânicas de aços 1540 microligados"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Análise e Seleção de Materiais

Orientador: Fernando Gabriel Silva Araújo, Dr.

Coorientador: Diana María Pérez Escobar, Dra.

Ouro Preto, Julho de 2018

A639e

Aparecido, Lucas Ferrara Barbosa.

Efeito dos parâmetros de têmpera e partição na microestrutura e propriedades mecânicas de aços 1540 microligados [manuscrito] / Lucas Ferrara Barbosa Aparecido. - 2018.

66f.:

Orientador: Prof. Dr. Fernando Gabriel Silva Araújo.

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Diana María Pérez Escobar.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação. REDEMAT. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Análise e Seleção de Materiais.

1. Têmpera e partição. 2. Austenita Retida. 3. Propriedades mecânicas. 4. Nióbio. I. Araújo, Fernando Gabriel Silva. II. Pérez Escobar, Diana María . III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Titulo.

CDU: 620

Catalogação: www.sisbin.ufop.br



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
UFOP - UEMG

Pós-Graduação em Engenharia de Materiais



**"Efeito dos Parâmetros de Têmpera e Partição na Microestrutura e
Propriedades Mecânicas de Aços 1540 Microligados"**

Autor: Lucas Ferrara Barbosa Aparecido

Dissertação defendida e aprovada, em 03 de agosto de 2018, pela banca examinadora
constituída pelos professores:

Prof. Fernando Gabriel da Silva Araújo (Doutor) – Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto

Psq. José Mário Carneiro Vilela (Doutor)
SENAI FIEMG (Inativo)

Consultor Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa (Doutor)
CBMM-Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração

Psq. Diana Maria Pérez Escobar (Doutora) - Coorientadora
Rede Temática em Engenharia de Materiais (SENAI FIEMG)

Agradecimentos

Agradeço à CBMM, em especial, ao Sr. José Bolota, pelo apoio financeiro, pelas discussões técnicas e por toda a paciência e compreensão diante das adversidades surgidas ao longo desse trabalho.

Agradeço à Gerdau Aços Especiais, representada por todos os seus engenheiros e engenheiras que participaram e contribuíram com esse trabalho.

Agradeço à Professora Margareth Spangler Andrade, por todas as oportunidades que me foram confiadas.

Agradeço à toda equipe do Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais pela amizade, pelo trabalho em equipe e por todos os momentos que passamos juntos. Sentirei muitas saudades.

Agradeço aos meus orientadores Fernando Gabriel e Diana pelas orientações, correções e pelos ensinamentos.

Agradeço à minha família, meus exemplos e incentivadores, em especial à minha esposa Juliana.

SUMÁRIO

1.	Introdução	15
2.	Objetivos	16
3.	Revisão Bibliográfica	17
3.1.	Aços avançados de alta resistência (<i>AHSS</i>)	17
3.2.	Aços TRIP	19
3.3.	Têmpera e Partição	21
3.4.	Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC)	23
3.5.	Efeito da Temperatura de Tâmpera e determinação da Temperatura de Tâmpera ótima	25
3.6.	Efeito da Temperatura e Tempo de Partição	28
3.7.	Efeito do Nióbio em aços TRIP	33
4.	Metodologia e Procedimentos Experimentais.....	36
4.1.	Especificação da Liga.....	37
4.2.	Determinação das temperaturas de transformação e tamanho de grão austenítico	37
4.3.	Determinação da Temperatura de Tâmpera ótima (T _{To})	38
4.4.	Determinação dos parâmetros de partição	39
4.5.	Determinação de propriedades mecânicas	40
5.	Resultados e Discussão.....	42
5.1.	Liga produzida.....	42
5.2.	Temperaturas de transformação e tamanho de grão austenítico	44
5.2.1.	Ac ₁ e Ac ₃	45
5.2.2.	M _s	47
5.3.	Temperatura de Tâmpera ótima	48
5.4.	Parâmetros de partição	53
5.5.	Propriedades mecânicas e fração de austenita retida.....	57
6.	Conclusões	60
7.	Sugestões para trabalhos futuros	61
8.	Referências Bibliográficas.....	62

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Potencial de propriedades mecânicas para aços martensíticos/austeníticos de terceira geração. (Matlock <i>et al.</i> , 2012).....	18
Figura 2 – Participação percentual de diferentes tipos de materiais no peso total de veículos produzidos em 1975 e 2007 (Adaptado de Tamarelli, 2011).....	18
Figura 3 – Participação percentual de diferentes tipos de metais no peso total de estrutura e chaparia de veículos produzidos em 2007 e 2015 (Keeler <i>et al.</i> , 2014).....	19
Figura 4 - Comparação entre: a) curvas tensão versus deformação e b) coeficientes diferenciais de encruamento n determinados por ensaios de tração de aços ARBL, bifásico e TRIP. (Gorni, 2008).	20
Figura 5 – Tratamento Térmico de Têmpera e Partição, onde C _γ é %C na Austenita, C _i é %C da liga e C _m é %C na Martensita. (Wang <i>et al.</i> , 2013).....	22
Figura 6 - Tratamento de têmpera e partição em 1 ou 2 etapas. (Speer <i>et al.</i> , 2011).....	23
Figura 7 – Gráfico esquemático da Energia livre molar de Gibbs vs composição para uma dada temperatura ilustrando o equilíbrio metaestável entre a ferrita e austenita, sendo a condição de ortoequilíbrio em (a) e de paraequilíbrio constrito em (b). (Speer <i>et al.</i> , 2003)...	24
Figura 8 - Estimativa para as frações de fase ao final da têmpera e ao final da partição em função TT. (Martins, 2007)	27
Figura 9 – Fração de austenita formada para um aço 9260 em função de TT (Speer <i>et al.</i> , 2005).....	27
Figura 10 – Fração de austenita formada para diferentes aços em função de TT observados em (a) por Koopmans (2015) e em (b) por Mola <i>et al.</i> (2013).	28
Figura 11 – Influência do tempo de partição nas propriedades mecânicas segundo (a) Hyughe <i>et al.</i> (2017) e (b) Zhang <i>et al.</i> (2015).....	29
Figura 12 – Curva tensão de engenharia deformação para diferentes condições de têmpera e partição (a) e respectivos valores de limites de escoamento (YS) e resistência (UTS), deformação uniforme (UE) e total (TE). (Kang <i>et al.</i> , 2016).....	30
Figura 13 - Efeito da quantidade e tamanho do precipitado no incremento do limite de escoamento. (Adaptado de Davis, 2001).....	33
Figura 14 – Efeito da adição e concentração de Nb em função do tempo de tratamento isotérmico nos limites de escoamento e resistência (a), na deformação total e uniforme (b) e na fração de austenita retida (c) (Hausmann <i>et al.</i> , 2013).....	34
Figura 15 – Fluxograma de atividades (caixas vermelhas) e entregas (losangos azuis).	36

Figura 16 – Ciclo térmico de aquecimento para as Ligas 1540 e 1540+Nb.	38
Figura 17 – Diagrama esquemático de ensaios dilatométricos para definição de TTo experimental.....	39
Figura 18 - Ensaios em dilatômetro com as condições de temperatura e tempo de partição... ..	40
Figura 19 - Croqui do corpo de prova de tração utilizado nos ensaios de tração.....	41
Figura 20 - Quantidade molar de Nb nas fases formadas em função da temperatura.....	43
Figura 21 - Curvas de dilatometria para as Ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b) submetidas à diferentes taxas de resfriamento.....	44
Figura 22 - Microestrutura revelando os contornos de grãos austeníticos para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b). ..	45
Figura 23 - Determinação de Ac1 (ponto vermelho) e Ac3 (ponto verde) para as 1540 (a) e 1540+Nb (b) pelo método da tangente (linhas pretas). Sendo Δl representado pela curva azul e sua derivada pela curva vermelha.	46
Figura 24 - Determinação da temperatura de Ms (ponto cinza) para as 1540 (a) e 1540+Nb (b) pelo método da tangente (linha preta). Sendo Δl representado pela curva azul e sua derivada pela curva vermelha.....	48
Figura 25 - Determinação da TTo e fração de austenita retida obtido por têmpera e partição, pelo modelo proposto por Speer <i>et al.</i> (2005).....	49
Figura 26 – Ciclos térmicos realizados para a determinação da temperatura de têmpera para as Ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b). ..	49
Figura 27 - Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1540 nas temperaturas de têmpera de 210°C (a), 225°C (b) e 240°C (c). ..	51
Figura 28 – Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1540+Nb nas temperaturas de têmpera de 210°C (a), 225°C (b), 240°C (c) e 255°C (d).....	52
Figura 29. Determinação da Temperatura de Têmpera ótima para as ligas 1540 (vermelho) e 1540+Nb (azul), comparada ao modelado (preto).....	53
Figura 30. Distribuição de fases obtida por EBSD evidenciando as fases Fe CFC (Austenia, em azul) e Fe CFC (martensita\ferrita, em vermelho) para as ligas 1540 à 225°C (a) e 1540+Nb à 240°C (b). ..	53
Figura 31 – Ciclos térmicos de têmpera e partição realizados para as ligas 1540(a) e 1540+Nb (b). ..	54
Figura 32 – Medidas de dureza para as ligas 1540 (L1) e 1540+Nb (L2) em função das condições de partição.	55

Figura 33 – Fração de austenita retida em função do tempo e temperatura de partição para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).	56
Figura 34 - Relação de dureza e fração de austenita retida para as ligas 1540 (azul) e 1540+Nb (vermelho) em função das condições de partição.	57
Figura 35 – Curva dos ensaios de tração para as ligas 1540 (a, c) e 1540+Nb (b, d) para as diferentes condições de partição.....	58
Figura 36 - Curvas de ensaios de tração referentes às condições de PSE mais elevadas para cada liga.....	59
Figura 37 - Distribuição de fases obtida por EBSD evidenciando as fases (Austenia, em azul) e (martensita\ferrita, em vermelho) para as ligas 1540 e 1540+Nb em diferentes condições de partição.	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Dados bibliográficos de ligas e parâmetros de têmpera e partição.....	32
Tabela 2 - Composição química especificada das ligas estudadas.....	37
Tabela 3 - Composição química das ligas produzidas.	42
Tabela 4 – Composição química dos precipitados formados.....	43
Tabela 5 – Tamanho do grão austenítico.....	45
Tabela 6 - Temperaturas de transformação Ac1 e Ac3.....	45
Tabela 7 - Temperatura Ms para as ligas estudadas.....	47
Tabela 8 – Fração de austenita retida para cada Temperatura de Têmpera	50
Tabela 9 – Propriedades mecânicas dos aços tratados por têmpera e partição	59
Tabela 10 - Fração de austenita retida em função da condição de partição.	59

LISTA DE NOTAÇÕES

α – ferro alfa, ferrita

γ – ferro gama, austenita

Ac1 – temperatura de início da austenitização

Ac3 – temperatura de final da austenitização

CCC – estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CFC – estrutura cristalina cúbica de face centrada

Ms – temperatura de início da transformação martensítica

Mf – temperatura de final da transformação martensítica

LR – Limite de resistência

LE – Limite elástico

$C\gamma$ – teor de carbono da austenita

Cm – teor de carbono na martensita

Ci – teor de carbono da liga

EBSD – Difração de elétrons retroespelhados

μ_c^α – potencial químico do carbono na ferrita

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

μ_c^γ – potencial químico do carbono na austenita

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

X_c^α – composição química do carbono na ferrita

X_{EQ}^α – composição química da ferrita na condição de equilíbrio

X_c^γ - composição química do carbono na austenita

X_{EQ}^γ – composição química da austenita na condição de equilíbrio

X_c^{liga} – composição química de carbono na liga

fm - fração de martensita

f_i^γ - fração molar inicial de austenita

f^α_{ECC} – fração molar de ferrita na condição de equilíbrio constrito de carbono

X^α_{ECC} – composição química de carbono na ferrita na condição de equilíbrio contrito de carbono

f^γ_{ECC} – fração molar de austenita na condição de equilíbrio constrito de carbono

X^γ_{ECC} – composição química de carbono na austenita na condição de equilíbrio contrito de carbono

RESUMO

A indústria automotiva vem demandando cada vez mais aços avançados de alta resistência (AHSS) no intuito aumentar a eficiência energética de seus automóveis. Muitos esforços vêm sendo feitos para a produção dos chamados aços avançados de terceira geração com resistência mecânica e ductilidade adequada.

O tratamento térmico de Têmpera e Partição é proposto visando atender essas demandas através da obtenção de microestrutura composta de martensita e de significativas frações de austenita retida, que conferindo resistência mecânica, ductilidade e o efeito *TRIP*.

Foram determinados para dois aços 1540, sendo um deles microligado ao Nb, os parâmetros de tratamento térmico tais como a Temperatura de Têmpera ótima (TTo) e as temperaturas e tempos de partição, que permitissem a obtenção de elevadas frações de austenita retida e propriedades mecânicas adequadas.

Determinou-se experimentalmente a TTo para cada liga através de ensaios por dilatometria. Foram observados via EBSD indícios de que a presença do Nb altera a distribuição de fases, favorecendo a formação de austenita retida.

Uma vez determinadas as respectivas TTos, foram realizados ensaios em dilatômetro com a finalidade de determinar as condições mais promissoras de partição. Dentre as várias condições de partição testadas as que apresentaram melhor relação entre dureza e fração de austenita retida, foram à 400°C com tempos de partição de 100s e 300s.

Ensaios nas condições escolhidas foram reproduzidos em fornos de laboratório e banhos de sais com o intuito de determinar as propriedades mecânicas para cada caso. As amostras tratadas em fornos de laboratório particionadas à 400°C pelo tempo de 100s apresentaram características muito semelhantes tanto do ponto de vista mecânico quanto em termos de fração de austenita retida. Já as amostras particionadas pelo tempo de 300s pôde-se observar que *PSE* (*Product of Strength and Elongation*) foi mais elevado para a liga 1540+Nb (19.784 MPa.%) do que para liga sem Nb (17.929 MPa.%), com frações de austenita retida, atingindo 22,1% e 24,0%, respectivamente.

Diante disso, pode-se concluir que as propriedades alcançadas tornam esses materiais e processamentos testados candidatos para a produção aços AHSS de terceira geração.

ABSTRAC

The automotive industry demand of Advanced High Strength Steels (AHSS) is increasing willing to improve the energetic efficiency of their cars. Many efforts are ongoing to produce the so called 3rd generation steel with adequate strength and ductility.

The Quench and Partition heat treatment is proposed to attend this demand producing a microstructure composed by martensite and significant fractions of retained austenite, providing the requested strength, ductility and the TRIP effect.

The heat treatment parameters such as the optimal quench temperature (T_{To}) and the partition time and temperature were determined for two 1540 steels, one of them with Nb addition, to obtain high fractions of retained austenite which improves mechanical properties.

The T_{To} were determined by dilatometry for both materials, and it was possible to observed that the Nb may alter the phase distribution in favor of the retained austenite formation.

Further dilatometry tests were performed to determine the most promising partition condition. The partition step performed at 400°C with holding times of 100s and 300s presented the best compromise between hardness and retained austenite fraction.

The heat treatment conditions previously determined were repeated at furnaces and salt baths in order to determine the mechanical properties. Samples from both materials partitioned at 400°C for 100s presented very similar mechanical properties and retained austenite fraction. By the other hand, samples treat for 300s showed different PSE (Product of Strength and Elongation) being higher for the 1540+Nb alloy (19.784MPa.%) than the sample without Nb (17.929MPa.%), with retained austenite fractions of 22,1% and 24,0, respectively.

It can be concluded that the achieved mechanical properties and the tested conditions make these materials suitable candidates for 3rd generation AHSS production.

1. Introdução

De forma geral, a indústria automotiva vem demandando aços cada vez mais avançados no intuito aumentar a eficiência energética de seus automóveis. Dessa forma, ao longo das últimas décadas muito se evoluiu na produção de aços avançados de alta resistência (AHSS) a fim de diminuir o peso total dos veículos, sem prejuízo à segurança dos passageiros. Entretanto, ao mesmo tempo em que se demanda alta resistência mecânica, demanda-se também ductilidade suficiente para permitindo a conformação do metal durante a produção de componentes. Dentre as diferentes alternativas desenvolvidas, foram concebidos os aços chamados de *TRIP*, que permitem alcançar elevados valores de resistência mecânica sem abrir mão da ductilidade.

Recentemente, o tratamento de Têmpera e Partição surgiu como alternativa para a produção de aços avançados de alta resistência de terceira geração, capazes de promover o aumento de resistência mecânica aliada a níveis de ductilidade superiores àqueles obtidos em aços com resistência mecânica similar.

O tratamento térmico de Têmpera e Partição visa à obtenção de microestrutura composta de martensita, que confere a resistência mecânica, e de significativas frações de austenita retida, que confere a ductilidade e o efeito *TRIP*.

Por se tratar de uma técnica relativamente nova, o tratamento de Têmpera e Partição ainda não possui utilização industrial muito difundida e, portanto, faz-se necessário estudá-lo de forma mais aprofundada para determinar quais os potenciais benefícios de sua utilização na produção de aços longos especiais para aplicações automotivas.

Assim sendo, este projeto visa avaliar a influência do tempo de partição para tratamento de Têmpera e Partição em aços com e sem Nb na microestrutura e propriedades mecânicas de dois aços especiais da série 1540.

2. Objetivos

Este projeto irá avaliar os efeitos das condições de tratamentos térmicos de têmpera e partição em etapa única em dois aços da classe 1540, com e sem Nióbio, com o intuito de:

- Determinar a temperatura de têmpera ótima (TTo) na qual se pode obter a maior fração de austenita retida ao final do tratamento.
- Determinar as condições de temperatura e tempo de partição que apresentem o melhor compromisso entre fração austenita retida e propriedades mecânicas.
- Avaliar a eventual influência da adição de Nb na microestrutura e propriedades mecânicas finais obtidas.

3. Revisão Bibliográfica

3.1. Aços avançados de alta resistência (AHSS)

O desenvolvimento de aços avançados de alta resistência (*Advanced High Strength Steel – AHSS*) representa um importante esforço tecnológico no intuito de possibilitar a produção de veículos com maior eficiência energética e segurança de seus ocupantes. Ao longo dos anos, esses aços evoluíram com novas ligas e rotas de processamento a fim de adequar as suas complexas microestruturas que podiam conter variadas frações de ferrita, martensita, bainita e austenita retida.

Segundo Speer *et al.* (2011), a primeira geração dos chamados aços *AHSS* deu origem aos aços *Dual-Phase (DP)*, *Martensíticos*, aços com plasticidade induzida por deformação (*Transformation Induced Plasticity - TRIP*) e *Complex Phase (CP)*.

A segunda geração de aços *AHSS* inclui aços com elevadas quantidades de elementos de liga tal como os aços *TWIP* (*twinning induced plasticity*) que demandam grandes adições de Mn. Muito embora os aços *AHSS* de segunda geração apresentem excelentes propriedades mecânicas e de ductilidade, sua aplicação ainda é bastante limitada devido ao seu elevado custo de produção, resultante da elevada quantidade de elementos de liga, e por necessitar de condições de processamento particulares (Speer *et al.*, 2011).

Dessa forma, novos conceitos de aços *AHSS* de terceira geração estão sendo investigados a fim de possibilitar a produção de aços mais econômicos e com menores teores de liga capazes de atender aos requisitos de alta resistência mecânica e ductilidade, propriedades exigidas para aplicações na indústria automotiva.

Muito embora os aços *AHSS* de terceira geração ainda estejam relativamente no início de seu desenvolvimento, entende-se que existe uma importante lacuna entre os aços de primeira e secunda geração, representando promissoras oportunidades de desenvolvimento.

A Figura 1 apresenta de forma esquemática as diversas famílias de aços distribuídas em função de seus valores de resistência mecânica e alongamento, evidenciando a lacuna de propriedades mecânicas que se busca atingir com o desenvolvimento de aços *AHSS* de terceira geração.

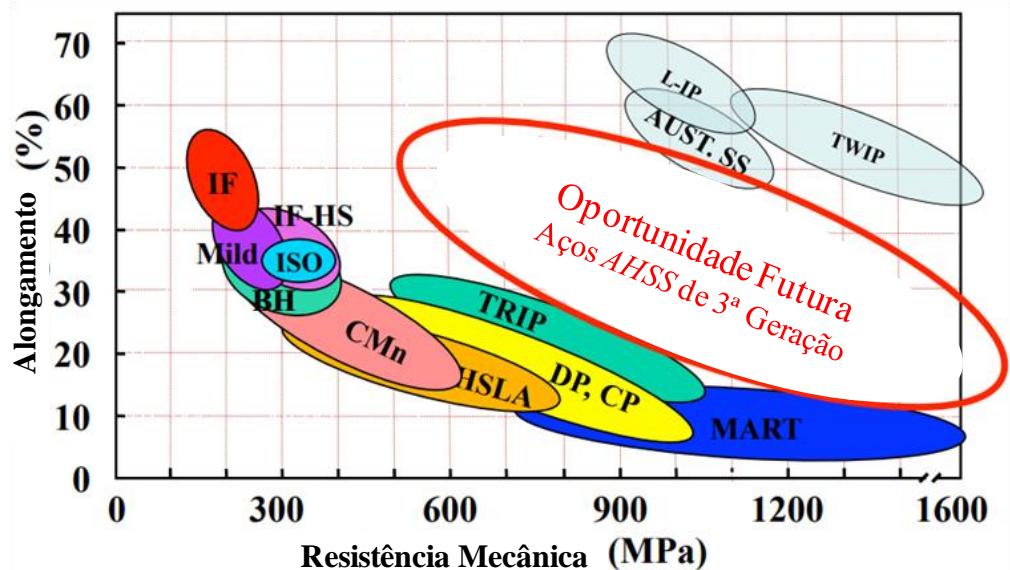


Figura 1 – Potencial de propriedades mecânicas para aços martensíticos/austeníticos de terceira geração.
(Matlock *et al.*, 2012)

Ao longo das últimas décadas, os aços AHSS veem sendo cada vez mais utilizados e demandados pela indústria automotiva. O *Steel Market Development Institute* (2011), dos Estados Unidos, evidenciou o aumento da participação de aços de média e alta resistência de 4% para 12%, em relação ao peso total de veículos produzidos nos anos de 1975 e 2007, respectivamente (Figura 2). Resultado semelhante é apresentado Coelho (2008), conforme dados da divisão italiana da montadora FIAT que utilizava na década de 1980, dentre os vários tipos de aços, cerca de 94% de aços carbono comuns de baixa resistência na fabricação de seus veículos, sendo que em 2005 a participação desses aços caiu para 33%, dando lugar aos aços de alta resistência e AHSS.

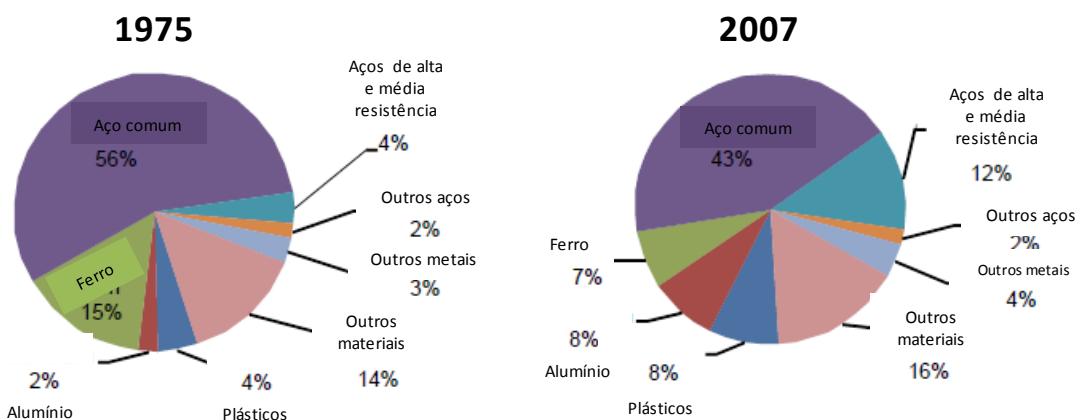


Figura 2 – Participação percentual de diferentes tipos de materiais no peso total de veículos produzidos em 1975 e 2007 (Adaptado de Tamarelli, 2011).

Em trabalho mais recente publicado pela *World Auto Steel* em 2014, é apresentada a evolução da distribuição percentual de diferentes materiais metálicos que compõem a estrutura e chaparia de automóveis, evidenciando o aumento ainda mais significativo na participação de aços AHSS em 2015 (estimado) em relação à 2007, além da diminuição do peso total desses componentes, conforme Figura 3.

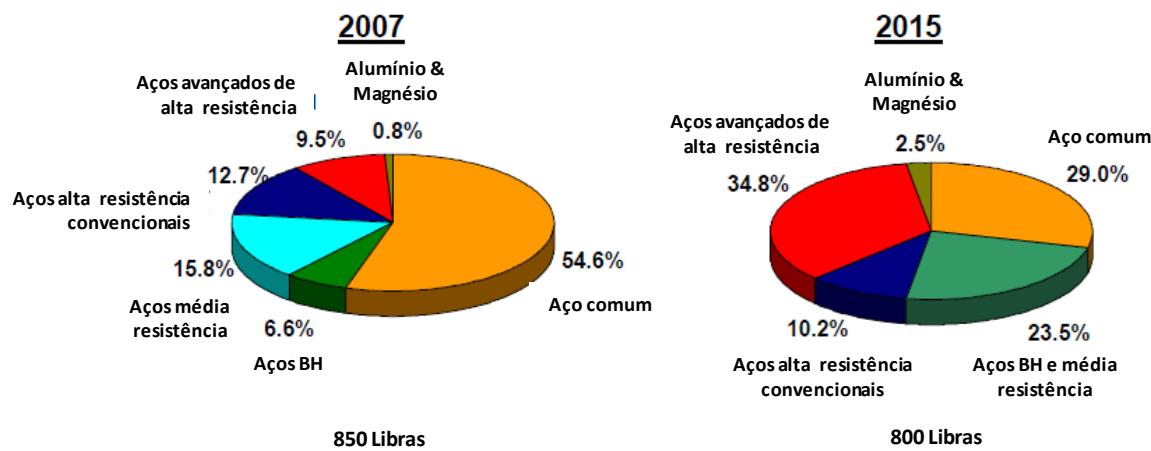


Figura 3 – Participação percentual de diferentes tipos de metais no peso total de estrutura e chaparia de veículos produzidos em 2007 e 2015 (Keeler *et al.*, 2014).

3.2. Aços TRIP

Visando o atendimento das exigências do mercado de aço fez-se necessário a concepção de novas ligas que fossem capazes de combinar, concomitantemente, alta resistência mecânica, tenacidade e ductilidade a fim de atender as especificações demandadas pela indústria.

Neste intuito, ao longo das décadas, foram desenvolvidos diversos aços multifásicos, dentre os quais, serão destacados os aços TRIP que, devido à sua microestrutura complexa, contendo significativas porções de austenita retida, oferece um bom compromisso entre ductilidade e resistência mecânica.

Os aços TRIP (TRansformation Induced Plasticity – Plasticidade Induzida por Transformação) levam esse nome pois, quando submetidos à deformação, induzem à transformação da austenita retida metaestável em martensita, agindo como mecanismo de endurecimento do material.

Este efeito permite ao material maior absorção de energia durante a aplicação de cargas dinâmicas como no impacto de uma colisão, por exemplo, motivo pelo qual tais aços são

muito estimados pela indústria automobilística que visa o aumento da segurança de seus veículos (Martins, 2008).

Segundo Gorni (2008), no final da década de 1980 foi possível aplicar pela primeira vez o conceito TRIP para aumentar a ductilidade em chapas de aço de baixo C ao Si e Mn, processadas por recozimento contínuo durante um período significativo de tempo, de forma a proporcionar suficiente enriquecimento de carbono à austenita remanescente e estabilizá-la em temperatura ambiente. Segundo o autor, ao final desse processo tem-se uma microestrutura multifásica, geralmente constituída de ferrita, bainita e austenita retida, que proporciona a esse material limites de resistência da ordem de 600 a 800 MPa. O trabalho apresenta a comparação de propriedades mecânicas e coeficiente de encruamento para aços Alta Resistência Baixa Liga (ARBL), bifásico e TRIP com níveis similares de limite de escoamento (Figura 4). Pode-se notar que, apesar dos três aços apresentarem limites de escoamento semelhantes, o TRIP foi aquele que apresentou maior limite de resistência, sem prejuízo à ductilidade (Figura 4a). Além disso, observa-se que para o aço TRIP, devido à transformação induzida da austenita em martensita ao longo da deformação, o coeficiente diferencial de encruamento é sempre crescente (Figura 4b).

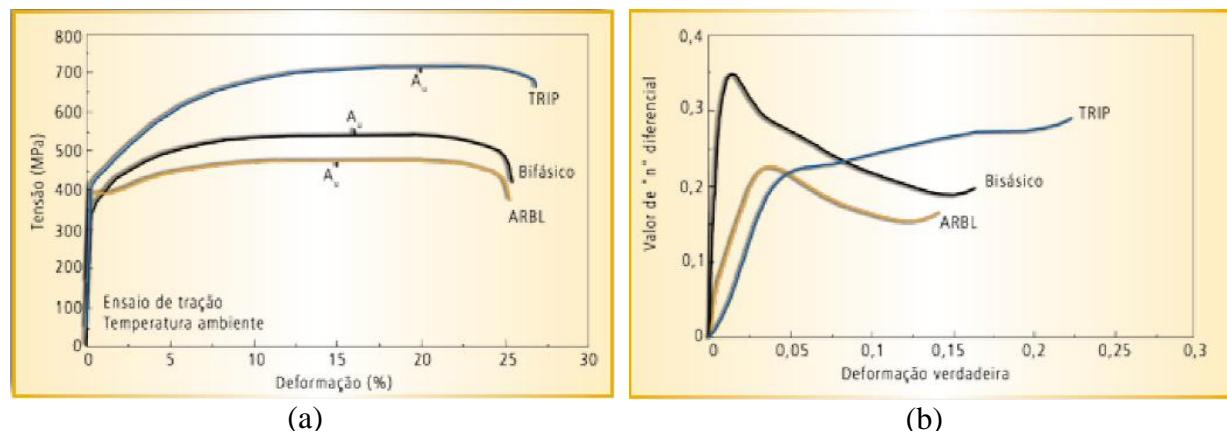


Figura 4 - Comparação entre: a) curvas tensão versus deformação e b) coeficientes diferenciais de encruamento n determinados por ensaios de tração de aços ARBL, bifásico e TRIP. (Gorni, 2008).

Segundo Kuziak *et al.* (2008) aços TRIP são caracterizados por apresentar adições de elementos de liga relativamente baixas, embora extremamente necessárias para que se possa obter o efeito desejado. Dessa forma a seleção e a quantidade de elementos de liga a serem adicionados (Alloy Design) é um tópico bastante relevante para o desenvolvimento desses aços. O trabalho destaca que o carbono tem papel fundamental na composição da liga, já que esse elemento é necessário para que se possa estabilizar a austenita retida em temperatura

ambiente. Já o Manganês diminui a temperatura de formação da cementita além de atuar na estabilização da austenita. O silício e o alumínio são adicionados a fim de evitam a formação da cementita durante o processo de austêmpera, contribuindo para que o carbono se difunda para enriquecer e estabilizar austenita.

3.3. Têmpera e Partição

Têmpera e Partição (T&P) é o termo utilizado para descrever o processo de tratamento térmico cujo objetivo é obter aços de resistência mecânica ultralevada e, ao mesmo tempo, com relativa boa ductilidade e tenacidade.

O ciclo de T&P mais comum é feito em duas etapas, apresentado esquematicamente pela Figura 5 (Wang *et al.*, 2013), que inicia-se pela austenitzação do material na qual o teor de carbono total da liga (C_i) seja homogeneamente distribuído na fase austenita, de forma que o austenita contenha todo o carbono disponível na liga ($C_\gamma = C_i$).

A partir da amostra austenitzada, dá-se início à primeira etapa do tratamento de T&P através de têmpera interrompida em temperatura intermediária (TT – Temperatura de Têmpera) entre M_s (início da transformação martensítica) e M_f (final da transformação martensítica), na qual ocorre a transformação parcial da austenita em martensita (representada por ripas azuis escuras na Figura 5).

Devido ao rápido resfriamento da têmpera, o carbono contido na martensita transformada fica aprisionado na estrutura cristalina da mesma, resultado em teores de carbono iguais nas fases austenita e martensita ($C_\gamma = C_m = C_i$).

Na segunda etapa o material é aquecido até a chamada temperatura de partição e é mantido nessa temperatura por determinado tempo (tempo de partição). O intuito dessa etapa é de permitir a difusão do carbono contido na martensita para austenita, resultando na diminuição do teor de carbono da martensita e no aumento do da austenita ($\downarrow C_m \rightarrow \uparrow C_\gamma; C_m < C_i < C_\gamma$).

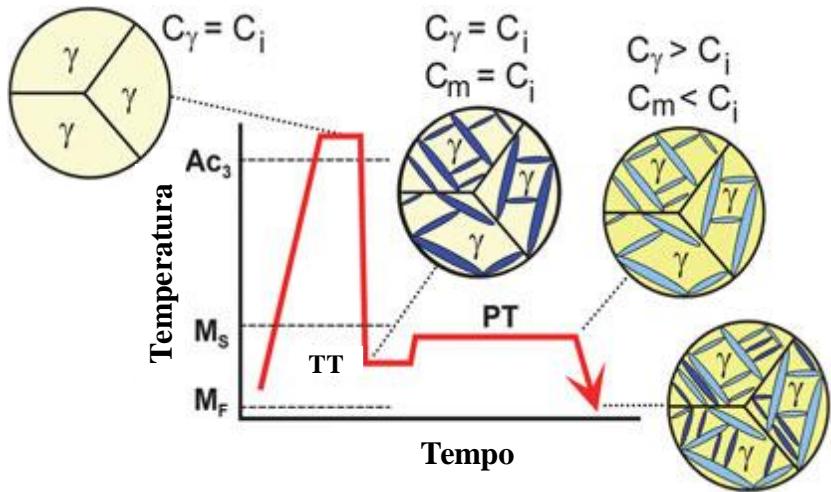


Figura 5 – Tratamento Térmico de Têmpera e Partição, onde C_γ é %C na Austenita, C_i é %C da liga e C_m é %C na Martensita. (Wang et al., 2013)

No esquema apresentado na Figura 5, pode-se notar que nessa etapa as ripas de martensita ficam mais claras, enquanto que os grãos de austenita escurecem, representando a alteração de teor de carbono das fases. A diminuição do teor de carbono da martensita e o aumento de teor na austenita favorecem a estabilização dessas duas fases em temperatura ambiente.

Ao término da etapa de partição o material é novamente resfriado rapidamente até a temperatura ambiente, quando parte da austenita remanescente é transformada em martensita, finalizando o ciclo térmico do tratamento e gerando uma microestrutura martensítica e austenítica.

Alternativamente é possível realizar o tratamento de T&P através de tratamento intercrítico (austenitização parcial) permitindo o enriquecimento prévio em carbono da austenita antes da têmpera e a formação de ferrita. Para esse caso obtém uma microestrutura final composta de ferrita, martensita e austenita retida.

Além disso, as etapas de têmpera e partição podem ocorrer em etapa única (*one step ou single step*), na qual a etapa de partição é realizada na mesma temperatura de têmpera (TT), conforme esquematizado na Figura 6 (Speer et al, 2011).

Aços usados para T&P comumente são hipoeutetóides e ligados ao manganês, alumínio e silício. A presença tanto do silício quanto do alumínio objetiva a inibição da precipitação de carbonetos de ferro (cementita) possibilitando que o carbono contido na martensita possa difundir e se concentrar na austenita. Já o manganês atua aumentando a estabilização e formação da austenita em temperatura ambiente (Moor et al., 2011 e Kang et al, 2015).

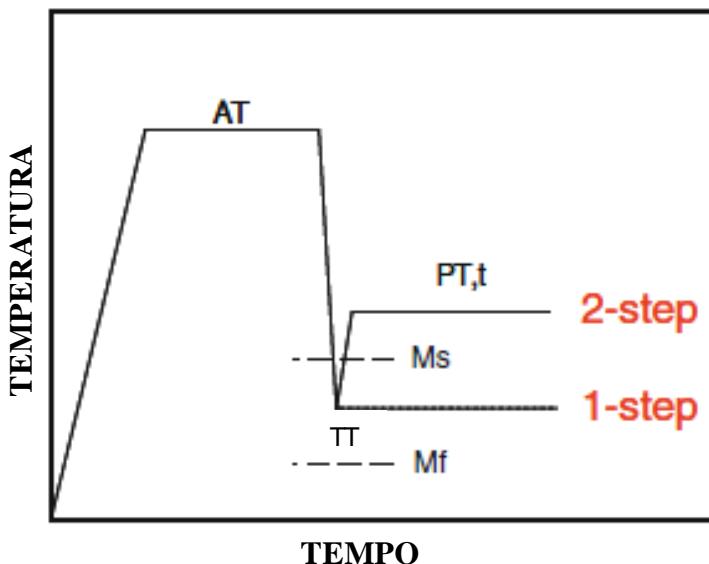


Figura 6 - Tratamento de têmpera e partição em 1 ou 2 etapas. (Speer *et al.*, 2011)

3.4. Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC)

Em condições de equilíbrio, para um sistema binário Fe-C, esperar-se-ia que a martensita e austenita retida formadas fossem decompostas em ferrita e cementita, podendo ser determinadas e quantificadas pelo diagrama de fase Fe-C.

Já na condição de paraequilíbrio, considera-se a presença de átomo substitucional “X” formando um sistema Fe-C-X, no qual, em baixas temperaturas, a mobilidade difusional de longo alcance só é possível para átomos intersticiais, tal como o C, enquanto a mobilidade do Fe e substitucionais seriam de curto alcance. Desta forma a relação Fe/X em cada uma das fases não se altera em relação à condição original, sendo o paraequilíbrio a condição de menor energia para essa condição.

No caso de uma liga binária Fe-C e considerando a constrição da interface entre as fases, o ortoequilíbrio pode ser alcançado quando os potenciais químicos (μ) dos elementos Fe e C são iguais nas duas fases α e γ , resultando em uma única composição química possível para as fases (X_{EQ}^α e X_{EQ}^γ , respectivamente), conforme esquematizado na Figura 7a.

Entretanto, ao se considerar que a interface das fases é imóvel, ou seja, quando não há difusão, mesmo que de curto alcance, para os átomos da matriz e substitucionais, tem-se então o paraequilíbrio constrito.

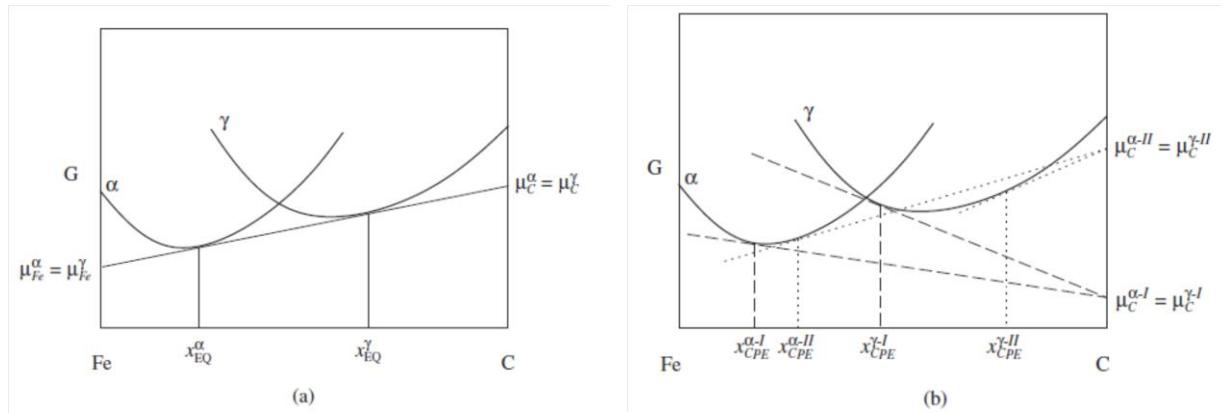


Figura 7 – Gráfico esquemático da Energia livre molar de Gibbs vs composição para uma dada temperatura ilustrando o equilíbrio metaestável entre a ferrita e austenita, sendo a condição de ortoequilíbrio em (a) e de paraequilíbrio constrito em (b). (Speer *et al*, 2003)

Neste caso, apenas o carbono teria mobilidade suficiente para equilibrar o seu potencial químico nas fases presentes (muito embora o potencial químico do Fe permaneça diferente), sendo possível determinar infinitas condições de paraequilíbrio do carbono em α e γ , como representado na Figura 4b pelos conjuntos I e II.

Embora existam infinitas condições teóricas de paraequilíbrio constrito do carbono, apenas uma delas atenderá o balanço de massa para o sistema em questão. Para que o sistema atinja a condição denominada de ECC todas as quatro equações a seguir devem ser satisfeitas - Equação 1 (Martins, 2007):

$$f_{ECC}^\gamma \left(1 - X_{\text{c}}^\gamma_{\text{ECC}} \right) = f_i^\gamma (1 - X_{\text{c}}^{\text{liga}}) \quad (1)$$

Onde $X_{\text{c}}^{\text{liga}}$, é o percentual atômico de carbono na liga, f_i^γ , é a fração molar inicial de austenita retida antes da etapa de partição e f_{ECC}^γ e $X_{\text{c}}^\gamma_{\text{ECC}}$ representam a fração de austenita e a sua respectiva concentração de carbono, respectivamente, na condição de ECC (fim da partição).

O balanço de massa, para o carbono, pode ser representado pela Equação 2 (Speer *et al.*, 2005):

$$f_{ECC}^\alpha X_{\text{c}/ECC}^\alpha + f_{ECC}^\gamma X_{\text{c}/ECC}^\gamma = X_{\text{c}}^{\text{liga}} \quad (2)$$

Considerando-se que se trata de um sistema bifásico, tem-se na Equação 3 (Speer *et al.*, 2005):

$$f_{ECC}^{\alpha} + f_{ECC}^{\gamma} = 1 \quad (3)$$

Tomando como base valores de atividade/potencial químico (Speer *et al.*, 2005) e ignorando a influência dos efeitos dos elementos de liga nos valores, tem-se na Equação 4:

$$X_C^{\gamma} = X_C^{\alpha} e^{\frac{76,789 - 43,8T - (169,105 - 120,4T)X_C^{\gamma}}{RT}} \quad (4)$$

Onde T é temperatura em K, R a constante Universal dos gases e X_c^{α} e X_c^{γ} representam as composições da ferrita e austenita, respectivamente.

Cálculos mostram que embora a aplicação das equações acima seja simples, é possível estimar a composição da austenita, no ECC, assumindo que todo o carbono da martensita se difunde para a austenita durante a partição e por fim aplicar um balanço de massa para o carbono baseado na quantidade de austenita retida após o tratamento de têmpera.

3.5. Efeito da Temperatura de Têmpera e determinação da Temperatura de Têmpera ótima

No tratamento de Têmpera e Partição a seleção da Temperatura de Têmpera (TT) é de suma importância já que ela define o super-resfriamento em relação à Ms ao qual o material é submetido e a fração de austenita retida (AR) formada ao final do tratamento.

A fim de determinar a Temperatura de Têmpera ótima, alguns modelos foram propostos com o intuito de se obter a maior fração volumétrica de austenita retida após o tratamento completo.

A metodologia proposta por Speer *et al.* (2005) permite determinar a temperatura de têmpera na qual se pode obter a maior fração de austenita retida após a etapa de partição em condições hipotéticas ideais. Este modelo considera que a partição ocorre completamente ao assumir que todo o carbono disponível na martensita difunde para a austenita e que não há precipitação de carbonetos.

Inicialmente o modelo estima as frações de austenita e martensita resultantes em determinada temperatura de têmpera (*QT – Quenching Temperature*) baseado no super-resfriamento em relação à *Ms* conforme descrito pela relação de Koistinen-Marburger (1959).

$$fm = 1 - e^{-1,1 \times 10^{-2} (Ms - Qt)} \quad (5)$$

Onde fm é a fração de martensita transformada até a temperatura de têmpera QT abaixo de Ms .

Os valores de Ms podem ser estimados utilizando relações conhecidas na literatura, que incorporam os efeitos da adição dos elementos de liga nos cálculos (Martins, 2007).

$$Ms\ (^{\circ}C) = 539 - 423\%C - 30,4\%Mn - 17,7\%Ni - 12,1\%Cr - 7,5\%Mo \quad (6)$$

A Figura 8 representa de forma esquemática a influência da temperatura de têmpera (TT) na fração de austenita retida obtida ao final da têmpera e partição. Variando a temperatura, podem-se determinar as frações de fase para a Martensita e Austenita formadas ao final da etapa de têmpera para cada TT (curvas azul e laranja). A seguir, recalcula-se Ms a partir da austenita restante (considerando que todo o carbono difunde para esta fase) a fim de se obter as frações de fase após resfriamento à temperatura ambiente (curvas verde e preta).

A influência de temperatura de TT para um aço 9260 foi apresentada por Speer *et al.* (2005) para tratamentos nos quais TT variavam de 150°C à 210°C e com tempo de 120s, fixadas as condições de partição ($TP=500^{\circ}C$, $t(P)= 10s$).

Observa-se na Figura 9 que à medida que TT aumenta, há um incremento na fração de austenita retida até uma determinada Temperatura de Têmpera ótima (TTo), a partir da qual o incremento de temperatura implica na diminuição da fração de austenita retida ao final do tratamento. Confrontado com o modelo matemático, observa-se que a temperatura correspondente ao pico de austenita retida é próximo do modelado, muito embora a quantidade de austenita retida observada experimentalmente seja menor.

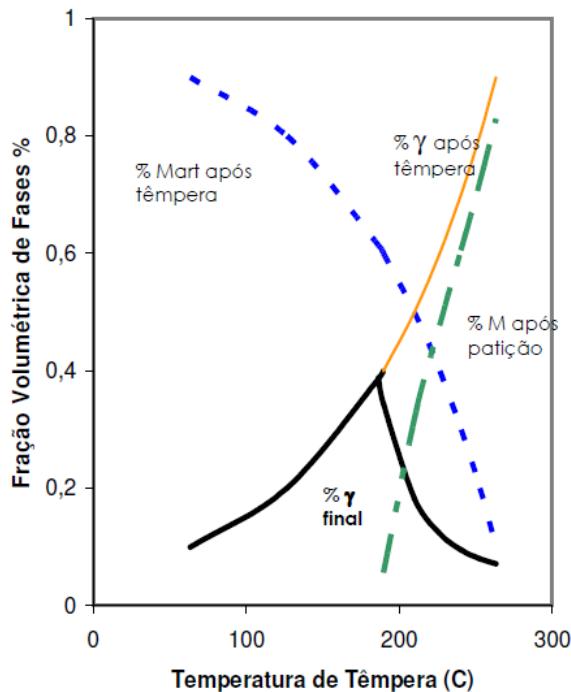


Figura 8 - Estimativa para as frações de fase ao final da têmpera e ao final da partição em função TT.
(Martins, 2007)

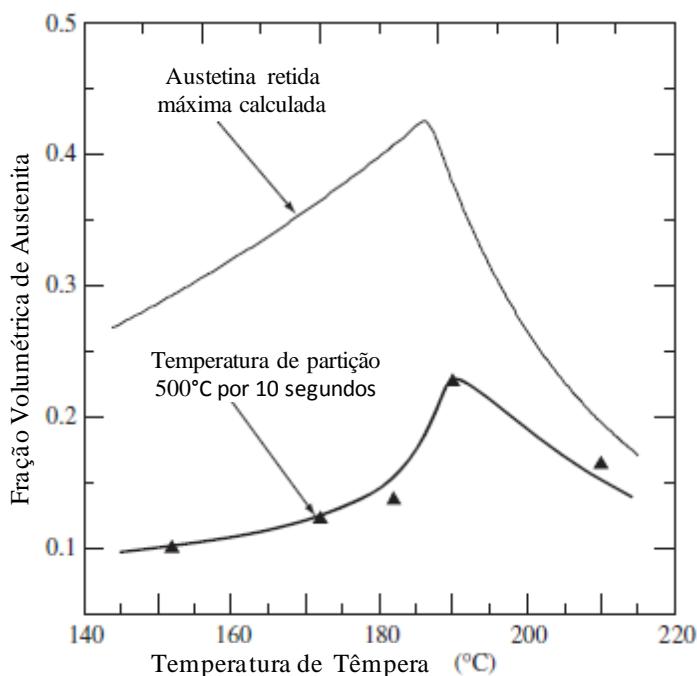


Figura 9 – Fração de austenita formada para um aço 9260 em função de TT (Speer *et al*, 2005).

O mesmo tipo de comportamento foi observado em diversos trabalhos de têmpera e partição tais como o de Koopmans (2015) para um aço 0,20C-3,5Mn-1,5Si e Mola *et al.* (2013) para um aço inoxidável 420 (Figura 10). Em ambos os casos foi possível determinar

experimentalmente a temperatura de têmpera que possibilitasse a maior formação de austenita retida.

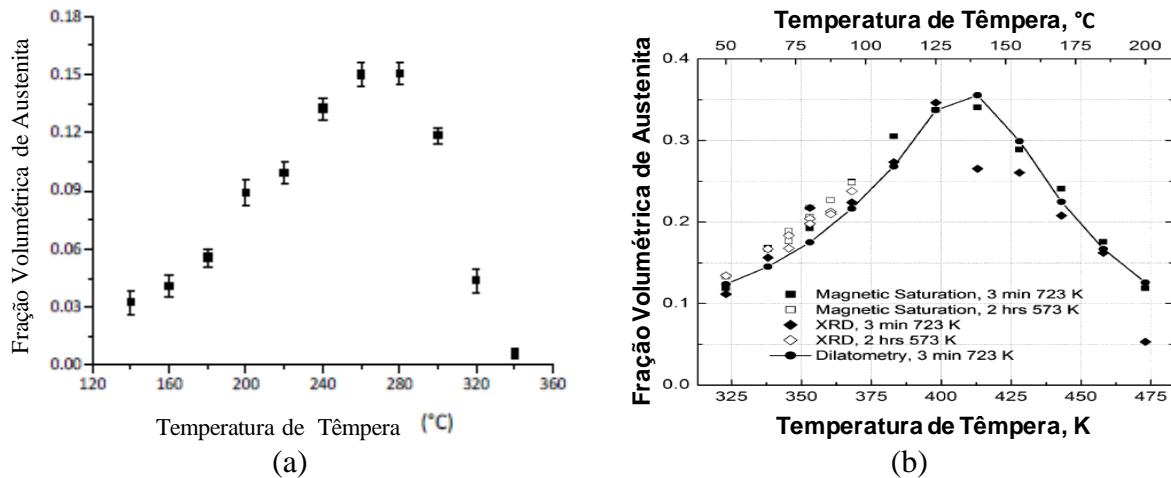


Figura 10 – Fração de austenita formada para diferentes aços em função de TT observados em (a) por Koopmans (2015) e em (b) por Mola *et al.* (2013).

Normalmente os tempos de residência na temperatura de têmpera são bastante curtos variando de 0 a 10 segundos, com a finalidade de homogeneizar a temperatura do material.

No entanto, quando os tempos de residência na temperatura de têmpera se tornam mais extensos, o fenômeno de partição já se dá início nessa etapa podendo dispensar, a depender das condições de tratamento, o aquecimento do material para a realização da partição. Quando isso ocorre, diz-se que o tratamento de têmpera e partição se deu em etapa única, conforme anteriormente ilustrado na Figura 6.

3.6. Efeito da Temperatura e Tempo de Partição

A etapa de Partição é aquela na qual ocorre a difusão do carbono contido na martensita para a estabilização da austenita e, portanto, trata-se de uma etapa fundamental para que se possam alcançar as propriedades desejadas.

Huyghe *et al.* (2017) compararam as propriedades de um aço 0,197C - 1,405Si - 2,308Mn - 0,205Cr, submetido aos tratamentos de Austêmpera e Têmpera e Partição. Foi avaliado o comportamento mecânico desse aço quando submetido a diferentes tempos de partição à temperatura fixa de 400°C. O estudo revela que, quando submetido ao tratamento de T&P, a resistência mecânica e deformação uniforme tendem a aumentar com o aumento do tempo de partição (Figura 11a) e que a quantidade de austenita retida obtida via T&P é sempre maior do

que a obtida via Austêmpera, quando submetidas às mesmas condições de tempo e temperatura.

Zhang *et al.* (2015) reportam em seu trabalho que, para um aço 0,18C - 1,48Si - 1,44Mn - 0,15Al - 0,025Nb, ao fixar as condições de têmpera e ao variar o tempo de partição em temperatura constante (400°C) não houve significativa mudança na quantidade formada de austenita retida ao final do processo. Apesar disso, foi observado que à medida que o tempo de partição aumenta ocorre uma diminuição da resistência mecânica e limite de escoamento seguido de aumento na deformação total (Figura 11b). Segundo os autores, esse fenômeno pode ser explicado pelo fato de que o aumento do tempo de partição permite maior recuperação da martensita, diminuindo seus defeitos, tendo como consequência a diminuição de sua resistência mecânica.

Kang *et al.* (2016) estudaram o efeito da temperatura de têmpera e partição para tratamento T&P em etapa única para um aço D6AC (0,425C – 0,787Mn – 1,03Mo – 0,549Ni – 1,024Cr – 0,274Si – 0,089V) e compararam esses resultados com a condição temperada (As-Q). Nesse estudo, o tempo de partição foi fixado em 300s enquanto que as temperaturas de partição foram distintas. Pode-se observar na Figura 12 a tendência de diminuição dos limites de escoamento e de resistência e aumento da deformação total e uniforme em função com o aumento da temperatura de partição.

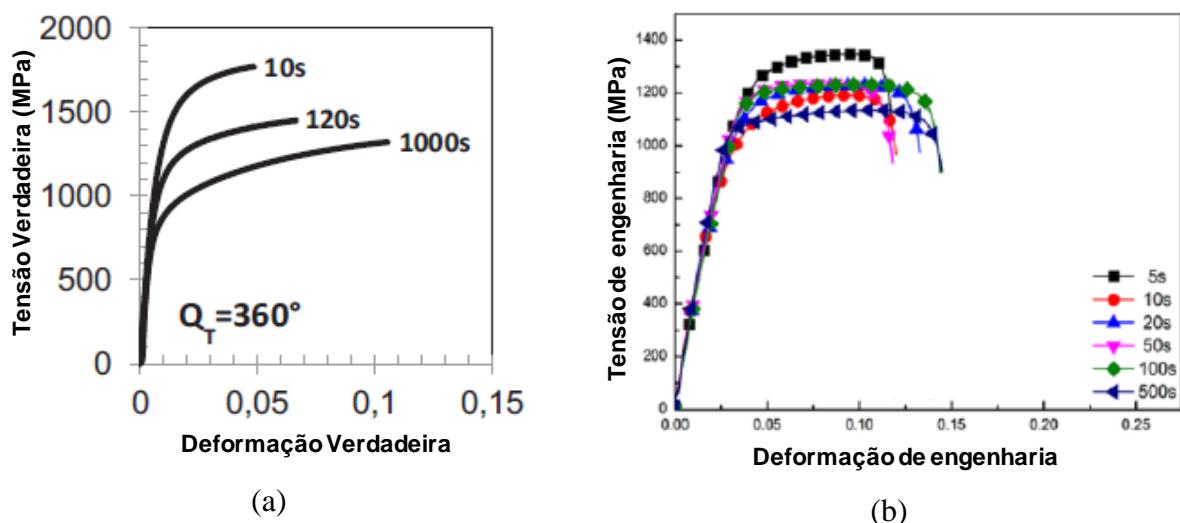


Figura 11 – Influência do tempo de partição nas propriedades mecânicas segundo (a) Hyughe *et al.* (2017) e (b) Zhang *et al.* (2015).

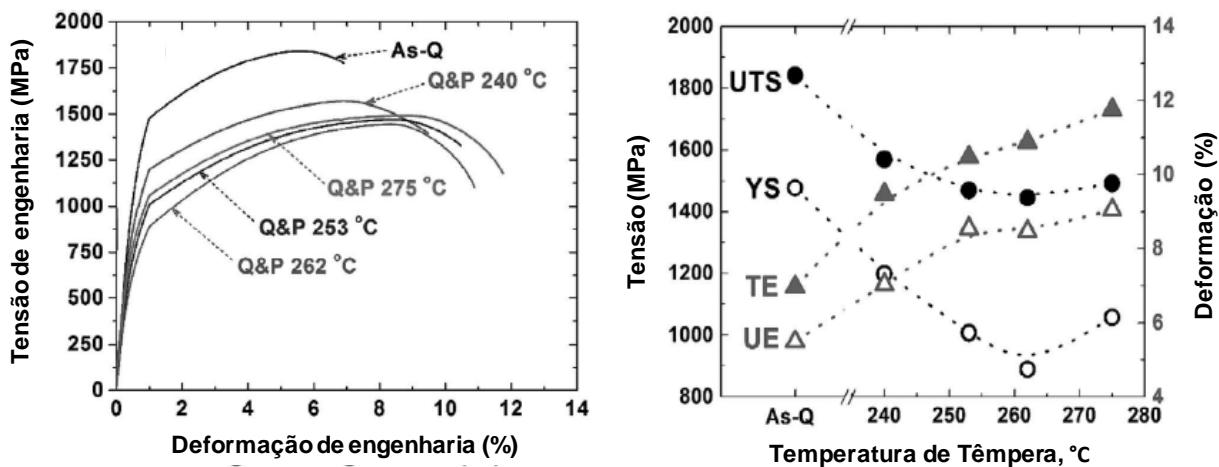


Figura 12 – Curva tensão de engenharia deformação para diferentes condições de tempera e partição (a) e respectivos valores de limites de escoamento (YS) e resistência (UTS), deformação uniforme (UE) e total (TE). (Kang *et al.*, 2016).

Em outro trabalho de Zhang *et al.* (2013) foi estudada a influência da temperatura de partição variando a de 350°C à 450°C para o tempo de 120s nas propriedades de um aço 0,19C - 1,53Mn - 1,52Si - 0,14Al - 0,048Nb tratado por T&P. De uma maneira geral, ele observa que o aumento da temperatura de partição implica na diminuição da fração de austenita retida, da resistência mecânica, limite de escoamento e do *PSE* (*Product Strength Elongation*) ao final do tratamento. Esse efeito é atribuído ao fato de que em elevadas temperaturas, parte da austenita metaestável é transformada em ferrita.

De uma forma geral pode-se considerar que tanto o aumento da temperatura quanto o tempo de partição tendem a atuar na diminuição da resistência mecânica e aumento da ductilidade dos materiais.

Por outro lado, o comportamento de austenita retida se mostra variável para cada liga e em função das condições particulares da etapa de partição. Isso se deve ao fato de que, a depender das condições de tempo e temperatura de partição, poderá haver surgimento de microconstituintes indesejáveis que promoverão a degradação das propriedades almejadas.

Um levantamento realizado a partir de diversas referências bibliográficas que trataram o tema de têmpera e partição (Tabela 1) revela um alto grau de empirismo e uma grande diversidade de ligas estudadas, com variados teores de C, Si, Mn, Al, Cr, havendo, inclusive, estudos realizados com aços inoxidáveis.

Quanto a definição das Temperaturas de Têmpera ótimas (TTo), observa-se que em alguns trabalhos adotou-se a TTo obtida através de modelo matemático enquanto que em outros adotou-se a TTo obtida experimentalmente.

É possível observar também uma grande diversidade de parâmetros de partição adotados cujas temperaturas variam desde 240°C até 460°C e os tempos tratamento desde 10 segundo até 2 horas.

Tabela 1- Dados bibliográficos de ligas e parâmetros de têmpera e partição.

Publicação				Têmpera				Partição		Material		Observações
Autor(a)	Instituição	País	Ano	Tx ref (°C/s)	TTo (°C)	t(TTo) (s)	Ms (°C)	TP (°C)	t(TP) (s)	Composição química		
Arlavarov et al.	ArcelorMittal Maizières Université de Lorraine	França	2014	30°C/s	200	2	310	400\460	10\30\50\100\300	0.29C, 3Mn, 1.4 Si	Ms calculado. TTo calculado pelo modelo de Speers.	
Huyghe et al.	Université Libre de Bruxelles CRM Group	Bélgica	2017	50 C/s	280\320\360	10	370	400	10\120\1000	0,197C 1,405Si 2,308Mn 0,205Cr 0,003P 0,002S 0,005N		
Kahkonen	Colorado School of Mines	EUA	2016	60°C/s	T0+25	10		350\400\450	10\30\60\300	Várias: 0.20-0.39C; 1.48-4.96Mn; 1.3-1.64Si; 1.5Ni*; 0.25Mo*; 0.8Al*; 1.5Cu*	Ac3 e Ms determinados por dilatometria. TTo determinado por Speer.	
Kang et al.	Colorado School of Mines Chonbuk National University	EUA Coréia	2016	100°C/s	275\262\253\240	-	317	275\262\253\240	300	0.425C-0.787Mn-1.03Mo-0.007P-0.006S-0.017Cu-0.549Ni-1.024Cr-0.274Si-0.089V.	Ms determinado por dilatometria. TTo calculado por Speer.	
Koopmans et al.	Delft University of Technology	Holanda	2015	50°C/s	140-340	3		400	50	0.20C-3.51Mn-1.525Si-0.509Mo-0.03Al-0.0079S-0.006P		
Martins	PUC RJ	Brasil	2007	-	T0+20	10		350\400\450	10\30\100\1000	Várias: 0.22-0.39C*; 2.27-2.42Mn; 2.45-3.0Si; 1.47-5.3Ni*; 0.49-0.6Mo	Ms calculado. TTo determinado por Speer. Ac1 e Ac3 Thermocalc.	
Misra et al.	University of Louisiana Wuhan University Science Technology University Oulu	EUA China Finlândia	2013	-	210	-	265	450	10\120\600\1800	0.55C-1.61Mn-0.75Si-0.022Nb	Ms calculado. CCT, TToT, TTo, e PT calculados por JMatPro.	
Mola et al.	TU Bergakademie Pohang University of Science and Technology	Alemanha Coréia	2013	10°C/s	50-200 (+15)	180	204	450	180	AISI 420 Martensitic Stainless Steel 13.18Cr-0.31C- 0.15Ni-0.29Mn-0.47Si-0.01N	Ac1, Ac3 e Ms determinados por dilatometria. TTo variável (varredura).	
Pastore et al.	Università di Genova Università di Pisa	Itália	2011	-	220\250	20\83		350\450\460	12\60	0.217C-1.647Mn-1.628Si-0.003Mo-0.005Al-0.015P-0.014S	Ac1, Ac3 e Ms não informados. TTo selecionado sem especificar critérios.	
Santofimia et al.	Delft University of Technology Ghent University	Holanda Bélgica	2011	50°C/s	275\130 - 316	5		350\400\450	10\100\500\1000	0.204C - 2.5Mn - 1.47Ni - 1.01Cr - 1.50Si	Bs e Ms determinados por Badeshia e dilatometria.	
Seo et al.	Pohang University of Science and Technology NUST MISIS Monash University	Coréia Russia Austrália	2016	-	70-270 (+20)	-	-	450	300	0.2-0.3C*-4.0Mn-1.6Si-1.0Cr	Ms calculado. TTo variável e comparado com o modelado por Speer.	
Somani et al.	University of Oulu University of Louisiana at Lafayette TToe	Finlandia EUA	2013	30°C/s	290\320\340	1		290 - 450	10 - 1000	0.2C-1.5Si-2.0Mn-0.6Cr	Ac1, Ac3, Ms e TTo determinados por dilatometria.	
Toji et al.	Steel Research Laboratory JFE Tohoku University, Max-Planck-Institut	Japão Alemanha	2014	-	30/-20/-63	-		400	300	0.59-1.07C; 2.0-2.2Si; 2.9Mn; 0.038-0.048Al		
Toshihiro et al.	Kyushu University	Japão	2012		240	60		300-450	300\600\7200	Martensitic Stainless Steel 0.122-0.29C; 0.10-0.27Si; 0.21-0.87Mn; 12.0-12.5Cr	Ms determinado por dilatometria. TTo calculado por Speer.	
Zhang et al.	University of Wollongong	Austrália	2013	60°C/s	260	-	380	250\390\420\450	120	0.19C-1.53Mn-1.52Si-0.14Al-0.048Nb-0.0071P-0.0083S	Dilatometria para determinação de Ac1, Ac3 e Ms. TTo selecionado sem especificar critérios.	
Zhang et al.	University of Wollongong	Austrália	2015	-	220	-	390	400	5-500	0.18C-1.48Si-1.44Mn-0.15Al-0.025Nb	Ac1, Ac3 e Ms determinados por dilatometria. TTo selecionada sem especificar critérios.	
Zhong et al.	University of Shanghai Baosteel R&D Technology Center	China	2008	-	220	-	375	400	10\20\40\180	0.2C-1.5Mn-1.5Si-0.05Nb-0.13Mo	Ms calculado. TTo selecionada sem especificar critérios.	

3.7. Efeito do Nióbio em aços TRIP

O nióbio é um elemento microligante de grande importância no desenvolvimento de aços, em especial aqueles de alta resistência e baixa liga (*HSLA – High Strength Low Alloy*) por proporcionar aumento da resistência, mesmo em baixas concentrações, sem a necessidade de adição de outros elementos de liga tais como carbono e manganês (Davis, 2001).

O nióbio contribui para o incremento da resistência mecânica pela formação de finos precipitados de carbonitretos de nióbio ($\text{Nb}(\text{CN})$) promovendo endurecimento por precipitação e por refinamento dos grãos.

O efeito da adição de nióbio depende da quantidade e tamanho dos precipitados formados, sendo mais efetivo quando há precipitados finos e em grandes quantidades. A Figura 13 representa o incremento no limite de resistência em função do teor de Nióbio e do tamanho médio dos precipitados.

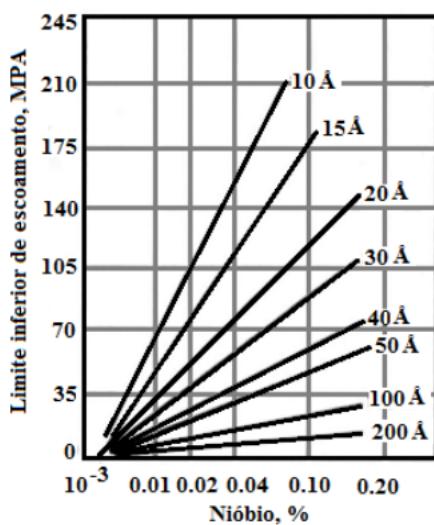


Figura 13 - Efeito da quantidade e tamanho do precipitado no incremento do limite de escoamento.
(Adaptado de Davis, 2001).

No caso de aços TRIP a adição de Nb atua fortemente no refinamento de grãos, diminuindo M_s e, consequentemente, favorecendo a preservação da austenita em temperatura ambiente. Além disso, tem-se como efeito indireto, o aumento do enriquecimento do carbono da austenita (Bleck *et al.*, 2005).

Hausmann *et al.* (2013) apresentam um estudo que investiga a influencia no Nb na microestrutura e nas propriedades mecânicas para quatro aços TBF (TRIP-aided Bainitic-

Ferritic) sendo um deles sem adição de Nb e os demais com teores de Nb de 0,025%, 0,045% e 0,090%, respectivamente. Tais materiais foram austemperados a 400°C com tempos de tratamento diversos.

Os autores observam que a adição de Nb implica na diminuição dos limites de resistência e escoamento e no aumento da fração de austenita retida e nas deformações total e uniforme das amostras (Figura 14a e 14b). Tais resultados são atribuídos ao aparecimento dos finos precipitados de Nb(C,N), que promovem o refinamento de grão que, por sua vez, privilegia a difusão do carbono para a austenita, tornando-a mais estável e em maior quantidade ao final do tratamento (Figura 14c).

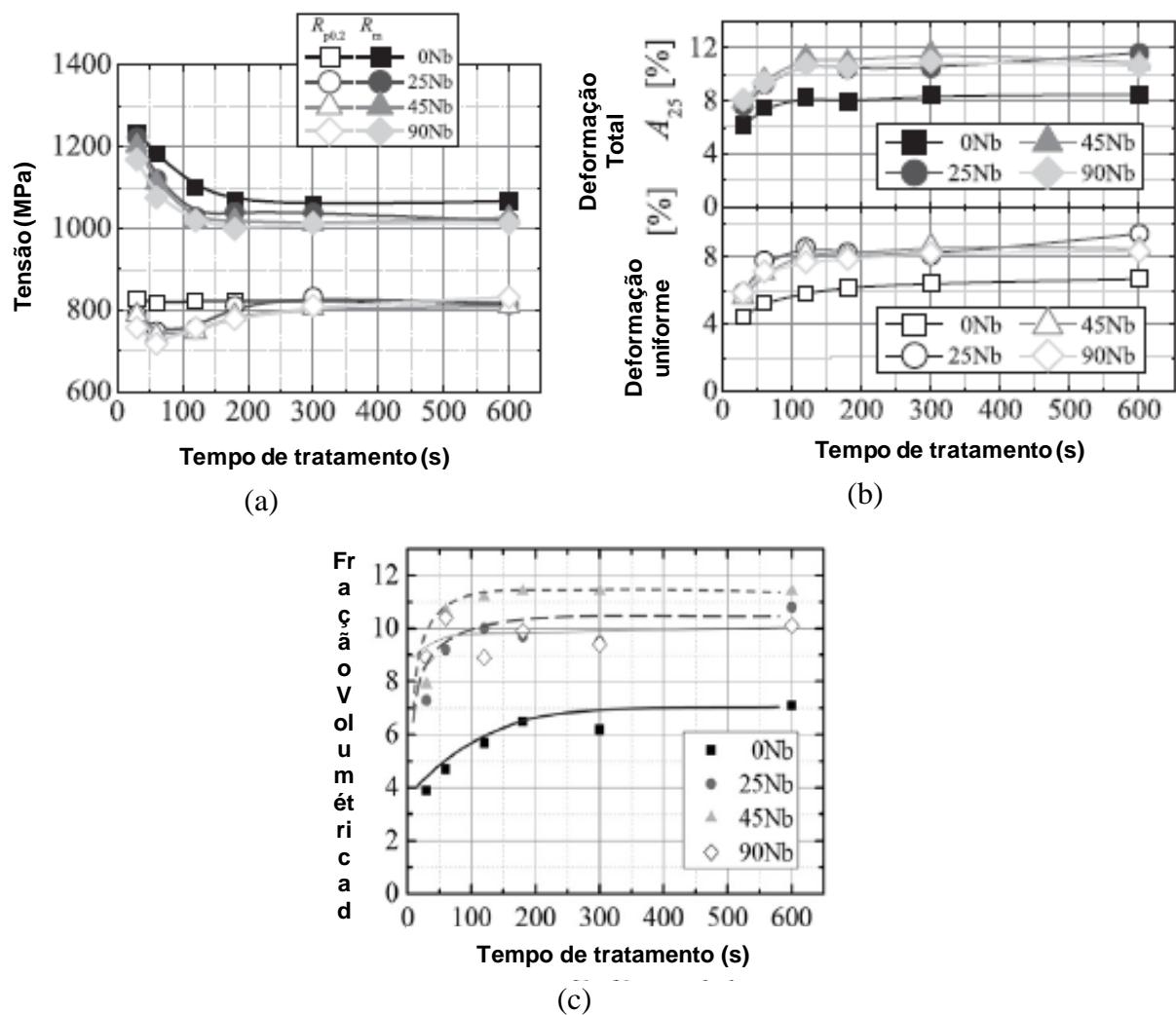


Figura 14 – Efeito da adição e concentração de Nb em função do tempo de tratamento isotérmico nos limites de escoamento e resistência (a), na deformação total e uniforme (b) e na fração de austenita retida (c) (Hausmann *et al.*, 2013).

O estudo conclui que o efeito benéfico do nióbio pode ser obtido desde concentrações de 0,025% e que o aumento do teor do microligante não incrementa de forma significativa os benefícios observados nas propriedades mecânicas e microestruturais. Isso se deve ao fato de que o aumento no %Nb implica no aumento da quantidade de precipitados mais grosseiros, que não contribuem para o refinamento de grãos.

Fu *et al.* (2012) compararam em seu estudo as propriedades de um aços TRIP ligados ao C-Mn-Al-Si submetidos à processo termomecânico sem e com adição de 0,038%Nb. O estudo conclui que a adição de Nb, apesar de não influir na fração de austenita retida formada, promoveu o refinamento da microestrutura, facilitando a formação de ferrita acicular e aumentando a estabilidade da austenita, resultando em aumento da resistência mecânica em relação ao outro aço, sem prejuízo à ductilidade.

4. Metodologia e Procedimentos Experimentais

As atividades e entregas esperadas deste projeto foram divididas em cinco etapas conforme esquematicamente apresentadas no fluxograma da Figura 15. Todos os experimentos serão realizados nos laboratórios do Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais (ISIMLE).

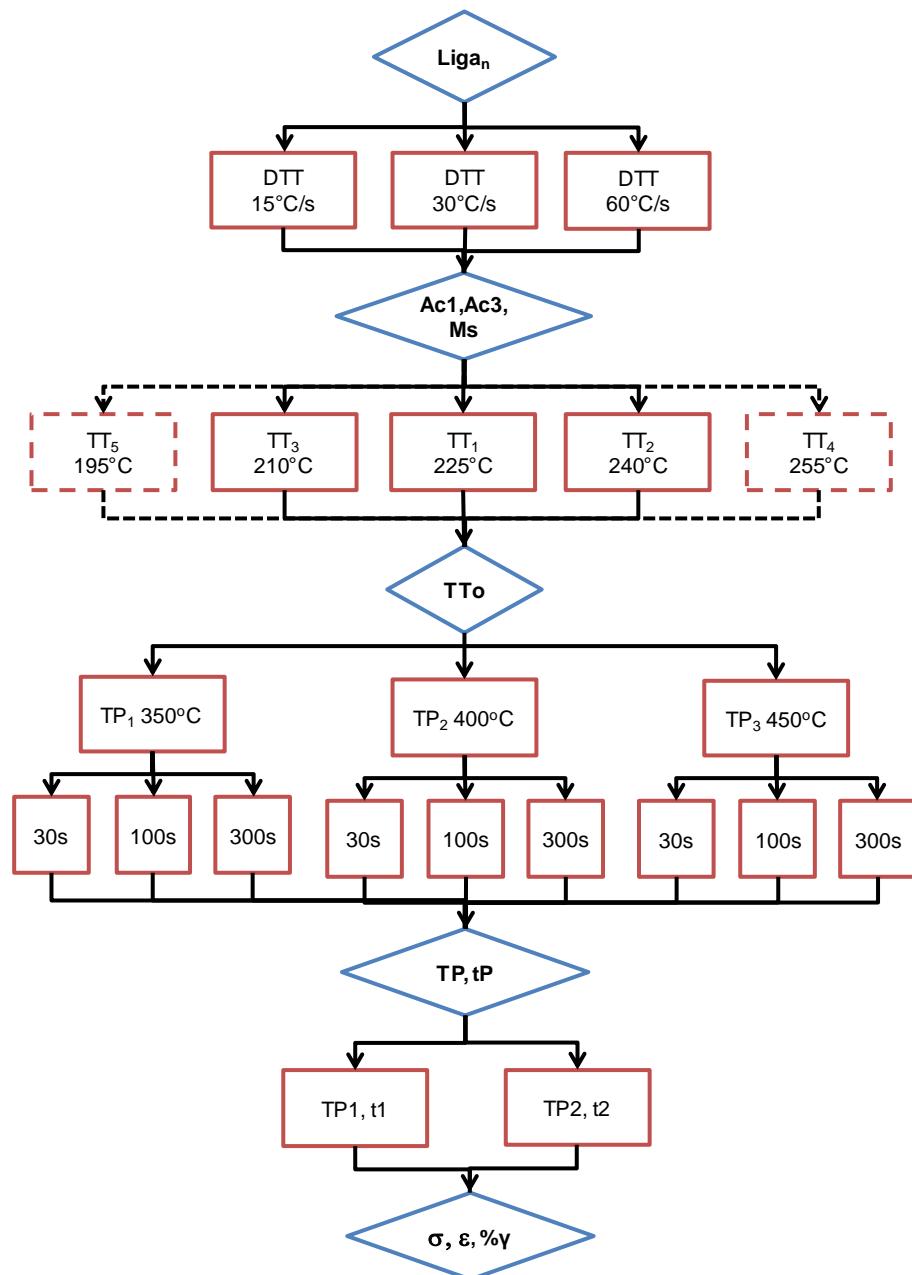


Figura 15 – Fluxograma de atividades (caixas vermelhas) e entregas (losangos azuis).

4.1. Especificação da Liga

Os materiais a serem estudados são dois aços fabricados em escala piloto da família 1540 modificados quanto aos teores de Mn e Si, sendo um deles microligado ao Nb. Os materiais foram fundidos na forma de lingotes em forno de laboratório de acordo com especificação descrita na Tabela 2 e foram posteriormente forjados para a forma de tarugos e normalizados.

Tabela 2 - Composição química especificada das ligas estudadas.

	C	Mn	Si	Al	S	P	Cr	Mo	Ti	Nb	N	O
1540	0,40 ± 0,02	1,45 ± 0,05	1,50 ± 0,05	<0,02	<0,016	<0,02	0,20 ± 0,02	0,06 ± 0,02	0,01- 0,015	≤ 0,01	0,06- 0,09	<0,02
1540+Nb	0,40 ± 0,02	1,45 ± 0,05	1,50 ± 0,05	<0,02	<0,016	<0,02	0,20 ± 0,02	0,06 ± 0,02	0,01- 0,015	0,025 ± 0,005	0,06- 0,09	<0,02

4.2. Determinação das temperaturas de transformação e tamanho de grão austenítico

Ensaios em dilatômetro (BAHR DIL805A) foram realizados a fim de determinar as temperaturas de transformação de início (Ac1) e final de austenitização (Ac3), assim como a temperatura de início da transformação martensítica (Ms). Foram usinados corpos de prova cilíndricos de 10mm de comprimento por 4mm de diâmetro.

Os ensaios consistiram no aquecimento indutivo dos corpos de prova até sua austenitização completa, seguida de um breve tempo de encharque antes de serem têmperados à três diferentes taxas de resfriamento, totalizando seis amostras ensaiadas. Os parâmetros para a rampa de aquecimento, encharque e taxas de resfriamento foram idênticos para ambas as ligas e são representados na Figura 16.

Com o intuito de determinar o tamanho de grão austenítico, foram utilizados corpos de prova preparados com uma superfície longitudinal polida até suspensão de 1 micron, submetidas ao mesmo ciclo térmico descrito anteriormente, porém seguido de resfriamento brusco da ordem de 200°C/s. Tais amostras foram analisadas sem ataque em pelo menos três regiões distintas por microscopia óptica (Olympus BX51M) com aumento de 1000 vezes. O tamanho de grão austenítico foi determinado pela medição de no mínimo 450 grãos, com a utilização do software de tratamento de imagens *Stream Basic*.

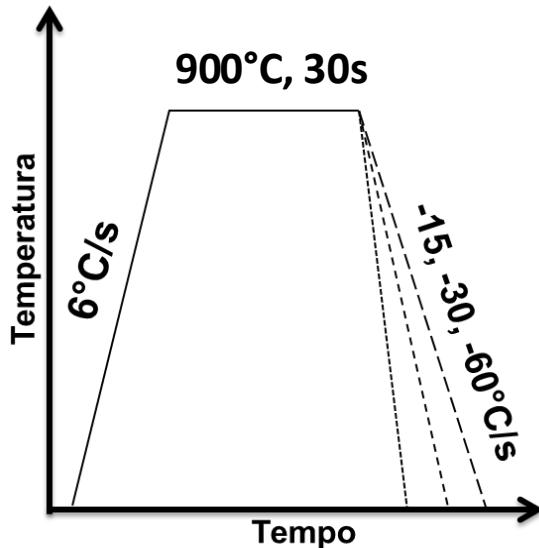


Figura 16 – Ciclo térmico de aquecimento para as Ligas 1540 e 1540+Nb.

4.3. Determinação da Temperatura de Têmpera ótima (TTo)

Inicialmente foram realizadas as simulações conforme o modelo comumente utilizado na literatura proposto por Speer *et al.* (2005) a fim de se determinar a Temperatura de Têmpera ótima teórica. Essa TTo teórica serviu como referência e primeira temperatura de têmpera experimental realizada em dilatômetro, a partir da qual foram realizados ensaios variando progressivamente em intervalos de $\pm 15^{\circ}\text{C}$, conforme a necessidade, até encontrar a condição resultante na maior fração de austenita retida. Abordagens semelhantes à realizada neste trabalho para determinação de TTo experimental foram utilizadas em algumas das literaturas listadas na Tabela 1. O tempo de residência na temperatura de têmpera foi de 3s, suficiente para garantir a estabilização da temperatura da amostra durante essa etapa do ensaio.

Nesta etapa, as condições de temperatura e tempo de partição tiveram de ser fixadas. Optou-se em trabalhar na temperatura de 400°C , mais comumente utilizada na literatura, e com um tempo de residência relativamente curto de 30s e também comum na literatura. Tais condições de partição objetivaram possibilitar a difusão do carbono e minimizar a eventual formação de microconstituintes indesejáveis. A Figura 17 apresenta de forma esquemática os ensaios a realizados. Foram realizados três ensaios para a liga 1540 e quatro para a 1540+Nb.

As amostras obtidas nesses ensaios foram analisadas por Difração de raios X (Rigaku Smartlab) realizadas com anodo de cobre com 30kV e 200 mA, com ângulo de varredura de 40° à 105° . A quantificação de fases foi determinada pelo modelo de Rietveld utilizando o

software PDXL2 considerando, pelo menos, os picos propostos por Ferreira *et al.* (2015) - Fe α : (1 1 0) e (2 0 0) Ferro γ : (1 1 1) e (2 0 0).

As amostras que apresentaram maior quantidade de austenita retida foram caracterizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol JSM-7100F) para determinação da distribuição das fases presentes via EBSD (Oxford HKL Nordlys-Max) com 20kV e *step* de 0,1 μ m.

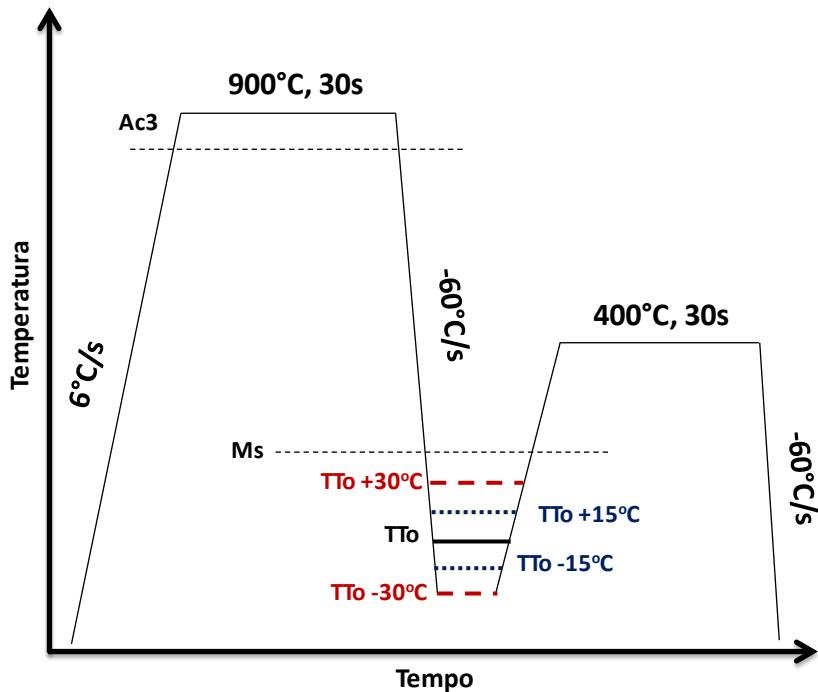


Figura 17 – Diagrama esquemático de ensaios dilatométricos para definição de TT0 experimental.

4.4. Determinação dos parâmetros de partição

Uma vez determinada TT0, foram realizados novos ensaios em dilatômetro simulando tratamento de T&P variando as condições de temperatura e tempo de partição, baseado nos parâmetros mais comuns utilizados nas literaturas listadas na Tabela 1. Adotou-se as temperaturas de partição de 350°C, 400°C e 450°C e, para cada uma destas, os tempos de residência foram de 30s, 100s e 300s (Figura 18), totalizando nove condições para cada aço e dezoito amostras ensaiadas.

Assim como anteriormente descrito, a caracterização dessas amostras foi realizada difração de raios X, por microscopia eletrônica de varredura, com a utilização de EBSD e por microdureza Vickers (Future-Tech FM-700), com carga de 1Kgf, para cada amostra testada. Para os ensaios de microdureza foram feitas 10 medições para determinar a média e o desvio padrão para cada caso.

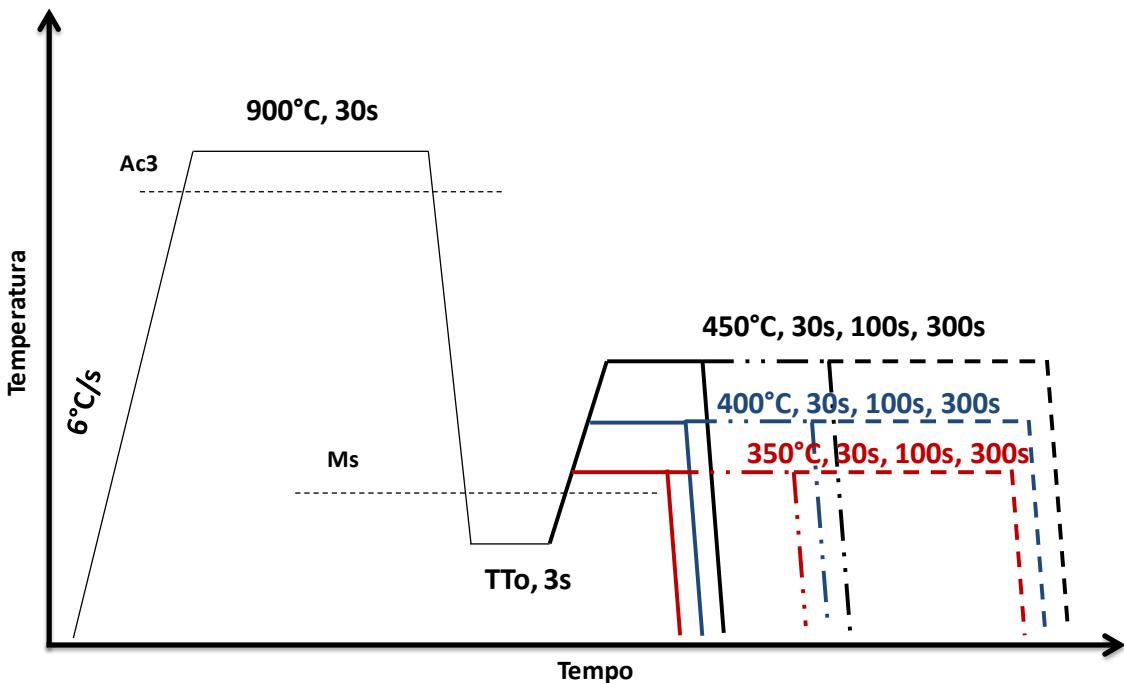


Figura 18 - Ensaios em dilatômetro com as condições de temperatura e tempo de partição.

Assumindo que a microdureza se relaciona com a resistência mecânica do material e que a fração de austenita retida se relaciona tanto com à ductilidade quanto ao efeito TRIP, serão selecionadas duas condições de tratamento térmico, para cada uma das ligas, que apresentem o melhor compromisso entre essas duas propriedades, para reprodução em fornos de tratamento térmico e posterior avaliação da resistência mecânica e ductilidade.

Mesmo sabendo que os ensaios em dilatômetro não possibilitariam a avaliação das propriedades mecânicas desejadas, optou-se por esse método para a realização de grande quantidade e variabilidade de ensaios, mesmo com pequenas quantidades de material.

4.5. Determinação de propriedades mecânicas

A partir dos ensaios realizados em dilatômetro, foram escolhidas, para cada aço, duas condições de partição com maiores potenciais de atingir o compromisso entre resistência mecânica e ductilidade. Amostras de tarugo foram cortadas longitudinalmente com seção quadrada de aproximadamente 20x20mm por 120mm de comprimento, para tratamento térmico em forno mufla Foretlab ML-1300/40. A austenitização das amostras foi realizada à 900°C por 35 minutos em atmosfera de controlada com injeção de argônio, seguidos de têmpera em banho de sais (Durferrit AS 140) na TTo determinada experimentalmente por 15 segundos. Em seguida, foram particionadas em um segundo banho de sais (Durferrit AS 140),

obedecendo às condições de temperaturas e tempos determinadas via ensaios de dilatometria. Finalmente, as amostras foram temperadas em óleo com agitação (TWS 68) até a temperatura ambiente.

As amostras tratadas em fornos de laboratório foram usinadas conforme norma ASTM E 8M (Figura 19) e submetidas aos ensaios de tração em máquina servo-hidráulica MTS 370.10, a fim de determinar a resistência mecânica e ductilidade, para cada caso. Os ensaios de tração foram realizados em triplicata e os valores de limite de escoamento, limite de resistência e alongamento foram determinados pela média das três medições. Foram realizados doze ensaios mecânicos no total, correspondentes às quatro condições de partição estabelecidas.

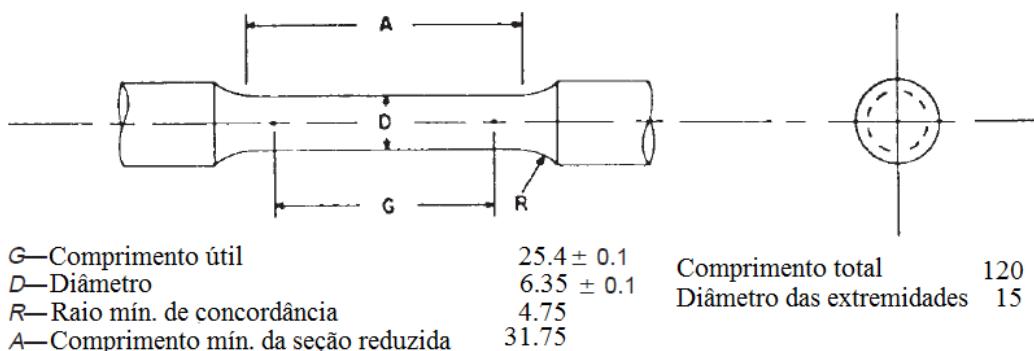


Figura 19 - Croqui do corpo de prova de tração utilizado nos ensaios de tração.

5. Resultados e Discussão

5.1. Liga produzida

Foram produzidos em escala piloto lingotes de aproximadamente 50 quilogramas cada com seção transversal de cerca de 140x140mm. Tais lingotes foram aquecidos à temperatura de 1220°C por cerca de 5 horas e forjados para a dimensão de 70x70 em forja industrial. Foram realizados aproximadamente 16 passes, sendo que a cada passe o material foi girado em 90°. A temperatura final de forjamento foi de 930°C e os tarugos forjados foram resfriados ao ar.

Ao final do forjamento foram recortadas as extremidades inferiores e superiores de cada lingote a fim de descartar as regiões com maiores defeitos. O peso final de cada tarugo após esse descarte foi de 39,1kg e 40,7kg para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente.

Posteriormente esses tarugos foram normalizados à 920°C por duas horas e, ao final, resfriados com ventiladores.

As composições químicas das ligas produzidas são apresentadas na Tabela 3, estando de acordo com o que havia sido especificado (Tabela 2).

Tabela 3 - Composição química das ligas produzidas.

	C	Mn	Si	Al	S	P	Cr	Mo	Ti	Nb	N	O
1540	0,41	1,40	1,55	0,02	0,002	0,005	0,21	0,07	0,011	<0,01	0,060	0,01
1540+Nb	0,41	1,39	1,51	0,02	0,003	0,005	0,21	0,07	0,013	0,030	0,058	0,01

Baseado na composição química obtida para a liga 1540+Nb foi realizado o estudo termodinâmico utilizando o software ThermoCalc® e o banco de dados MOBFE9 a fim de determinar a fração de Nb em solução sólida na austenita, para as temperaturas de início de forjamento e de normalização. Abordagens semelhantes para determinação de fases e solubilização de precipitados foram usadas por Borba *et al.* (2017), Schiavo (2010) e Brito *et al.* (2002).

A Figura 20 representa a distribuição molar do Nb nas diferentes fases de equilíbrio que se apresentam na simulação em função da temperatura. Observa-se que a maior quantidade de Nb em solução sólida ocorre próximo à temperatura de 1400°C, logo após o final do processo de solidificação. Até a temperatura de aproximadamente 1300°C a quantidade de Nb em

solução sólida decai devido a formação de $(\text{Ti}, \text{Nb})\text{N}$, quando surge um novo precipitado de $\text{Nb}(\text{C}, \text{N})$ que passa a demandar de forma mais intensiva o Nb presente na austenita.

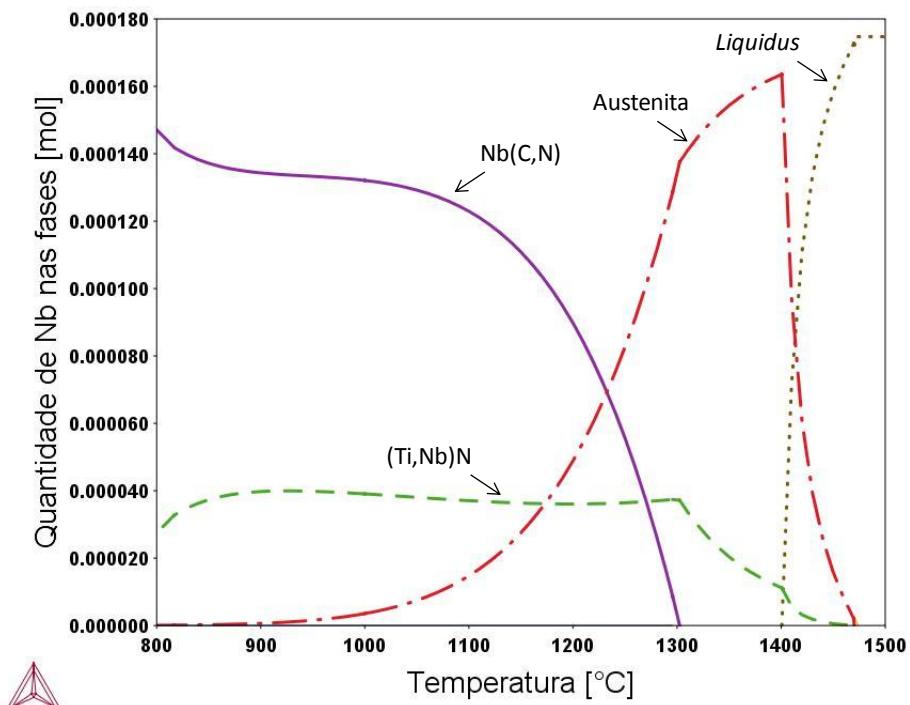


Figura 20 - Quantidade molar de Nb nas fases formadas em função da temperatura.

Nas temperaturas de início de forjamento (1220°C) e de normalização (920°C), a fração de Nb em solução sólida na austenita para cada uma delas foi de 34,7% e 0,5%, respectivamente. As composições químicas dos precipitados formados nas temperaturas de referência são apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 – Composição química dos precipitados formados, em percentagem (%).

	$(\text{Ti}, \text{Nb})\text{N}$		$\text{Nb}(\text{C}, \text{N})$	
	1220°C	920°C	1220°C	920°C
Ti	53,9	51,3	0,7	0,4
Nb	26,1	27,3	86,5	82,6
N	19,4	19,4	6,3	8,0
C	0,3	0,2	6,0	4,9
Cr	0,2	1,7	0,2	3,9
Fe	<0,1	<0,1	0,3	0,2

5.2. Temperaturas de transformação e tamanho de grão austenítico.

Ensaios de dilatometria foram realizados com o intuito de determinar as temperaturas de início (Ac₁) e término (Ac₃) da transformação $\alpha \rightarrow \gamma$, assim como a temperatura de início da transformação martensítica (Ms) para cada um dos aços estudados.

Os ensaios consistiram no aquecimento indutivo das amostras até sua austenitização completa, seguida de têmpera em diferentes taxas de resfriamento, conforme anteriormente descrito e esquematizado na Figura 16.

As curvas de dilatometria para as ligas 1540 e 1540+Nb são apresentadas na Figura 21. Pode-se observar que qualitativamente não há diferença aparente entre as curvas, mesmo ao variar a taxa de resfriamento. Dessa forma, as temperaturas de transformação foram determinadas pelo valor médio observado em cada taxa de resfriamento. Os resultados observados pelas mesmas serão discutidos em detalhes mais adiante.

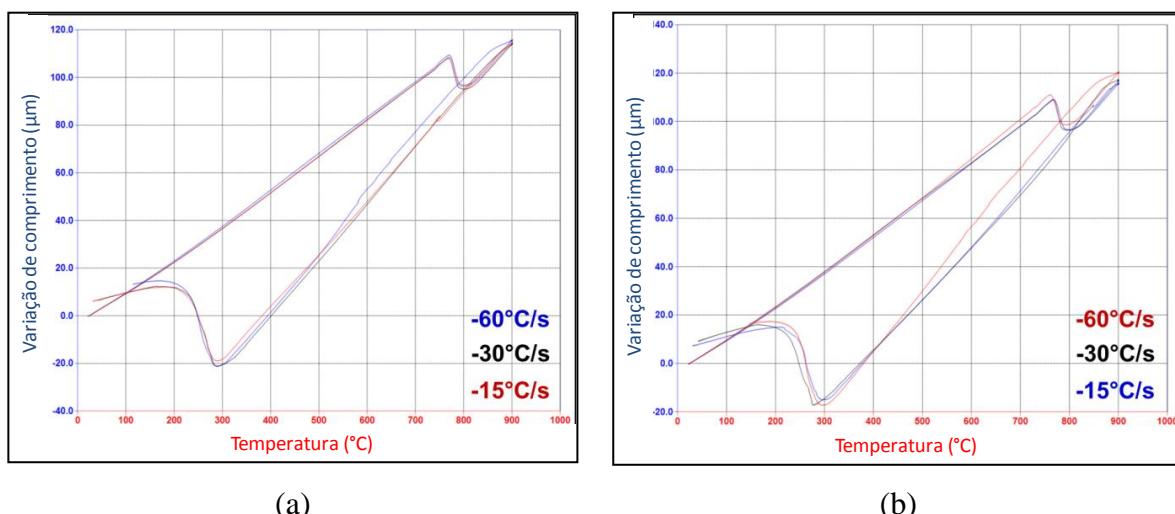


Figura 21 - Curvas de dilatometria para as Ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b) submetidas à diferentes taxas de resfriamento.

Adicionalmente, foi realizado ciclo térmico com taxa de resfriamento elevada, da ordem de 200°C/s, para determinação de tamanho de grão austenítico de cada liga. A análise via microscopia óptica (Figura 22) e software de tratamento de imagens não revelou significativa diferença entre as amostras, que apresentaram tamanho de grão ASTM de 11,6 e 11,5 e área média de 43,0 μm² e 45,1 μm² para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente (Tabela 5).

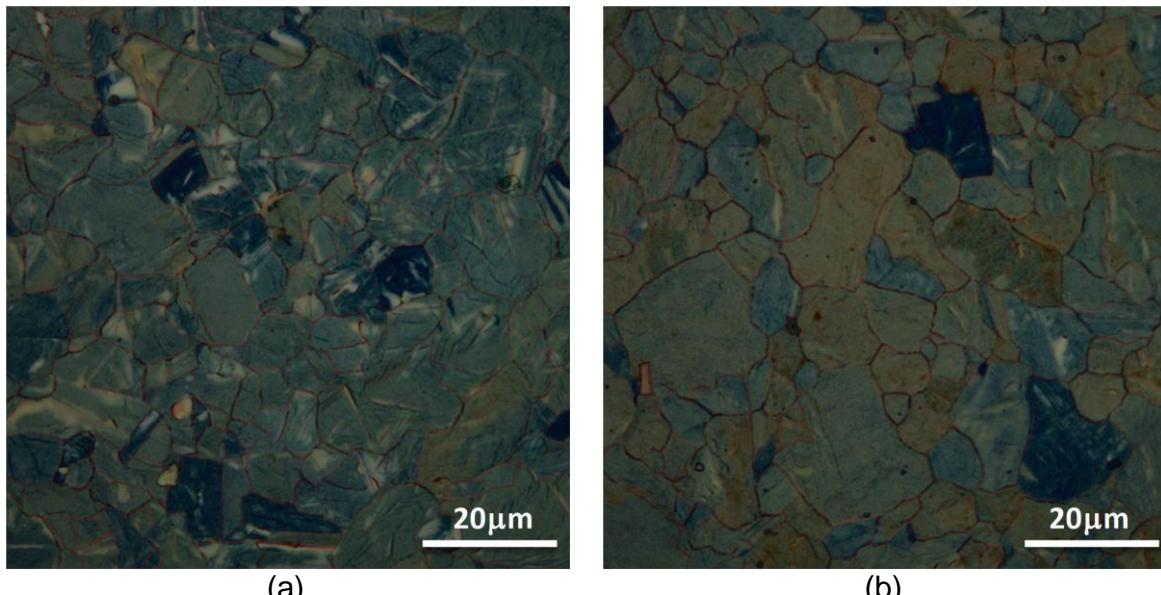


Figura 22 - Microestrutura revelando os contornos de grãos austeníticos para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).

Tabela 5 – Tamanho do grão austenítico

Grão ASTM (G) Área média (μm^2) Medições

Grão ASTM (G)	Área média (μm^2)	Medições
1540	11,6	43,0 491
1540+Nb	11,5	45,1 484

5.2.1. Ac1 e Ac3

A partir dos ensaios dilatométricos foi possível determinar pelo método da tangente as temperaturas de início e final da transformação austenítica (Ac1 e Ac3) para cada um dos aços estudados.

Conforme Tabela 6, tem-se o valor médio das temperaturas de transformação para Ac1 e Ac3 para as ligas 1540 e 1540+Nb. As temperaturas de transformação foram obtidas diretamente pelo método gráfico aplicando-se uma reta tangente nas regiões de inflexão da curva correspondentes ao início e final da transformação ferrita – austenita, conforme exemplificado na Figura 23.

Tabela 6 - Temperaturas de transformação Ac1 e Ac3.

Aço	Ac1 (°C)	Ac3 (°C)
1540	760	845
1540+Nb	760	840

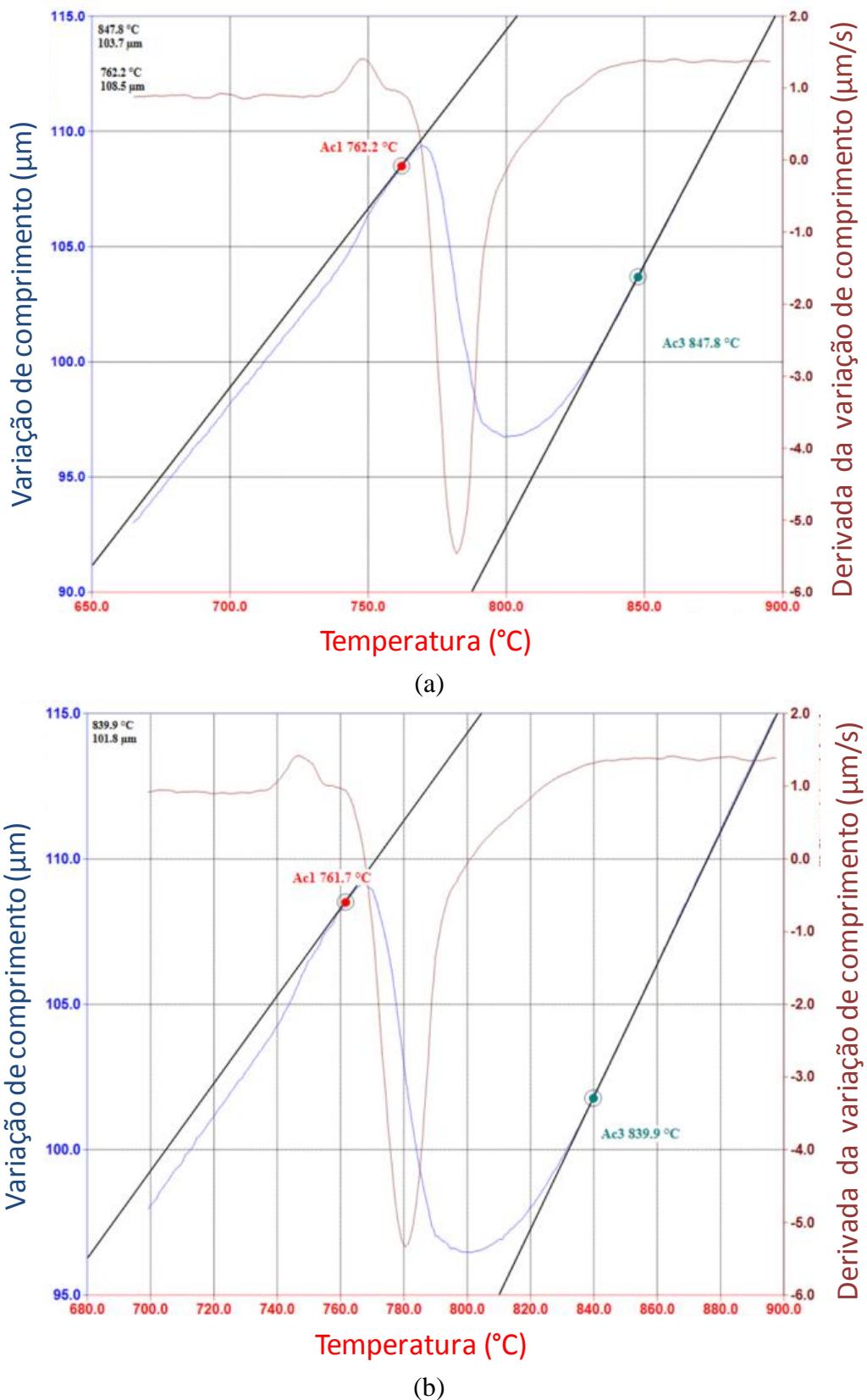


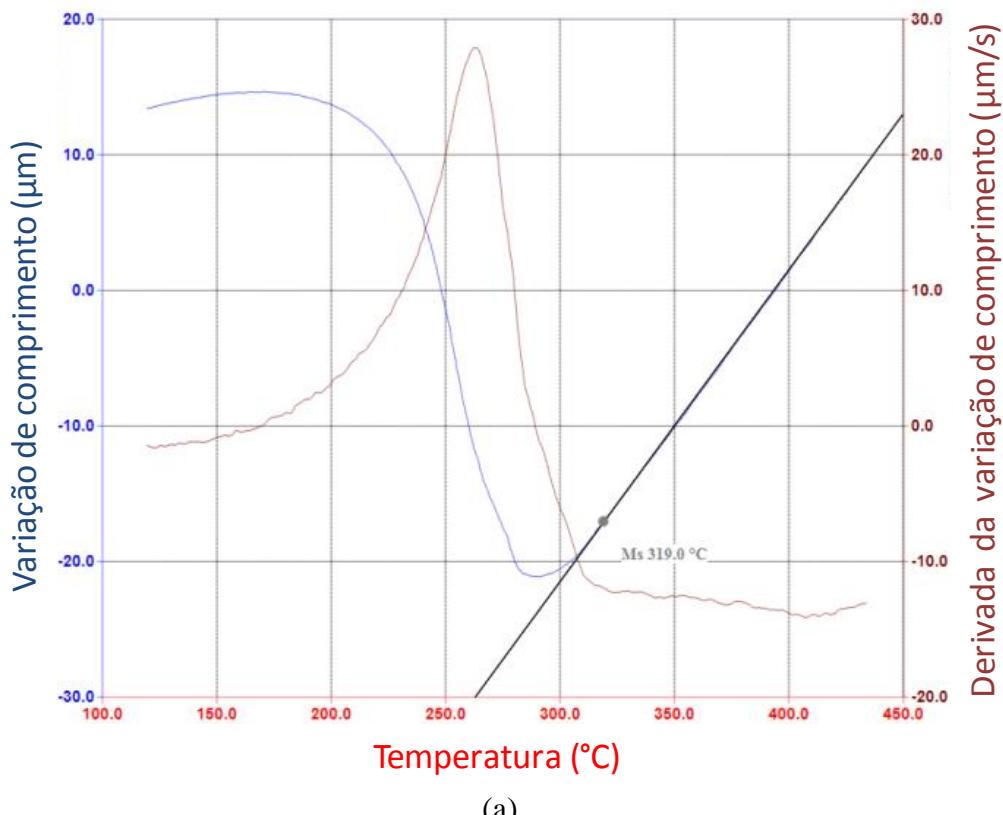
Figura 23 - Determinação de Ac1 (ponto vermelho) e Ac3 (ponto verde) para as 1540 (a) e 1540+Nb (b) pelo método da tangente (linhas pretas). Sendo Δl representado pela curva azul e sua derivada pela curva vermelha.

5.2.2. Ms

As temperaturas Ms observadas para os dois aços foram próximas, embora levemente mais elevada para a liga 1540+Nb. Os valores de Ms para cada uma das ligas é apresentado na Tabela 7. O detalhe das curvas dilatométricas de cada liga com a determinação de Ms são exemplificadas na Figura 24.

Tabela 7 - Temperatura Ms para as ligas estudadas.

Aço	Ms (°C)
1540	320
1540+Nb	330



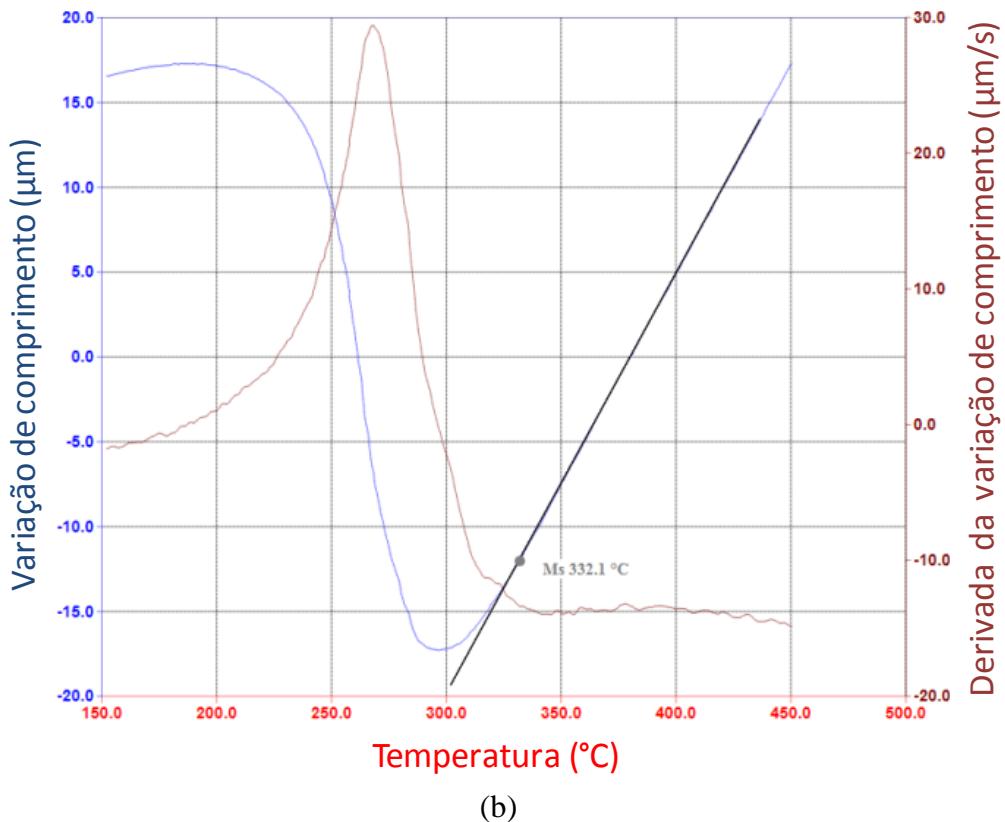


Figura 24 - Determinação da temperatura de Ms (ponto cinza) para as 1540 (a) e 1540+Nb (b) pelo método da tangente (linha preta). Sendo Δl representado pela curva azul e sua derivada pela curva vermelha.

5.3. Temperatura de Têmpera ótima

Uma vez com as composições das ligas produzidas foi possível determinar a Temperatura de Têmpera ótima (TT_O) e a fração de austenita retida ao final do processo de têmpera e partição, baseado no modelo proposto por Speer *et al.* (2005). Como as ligas 1540 e 1540+Nb apresentaram composições químicas muito semelhantes e o Nb não é considerado pelo referido modelo, os resultados calculados para ambas as ligas foram praticamente idênticos. Assim, a fim de facilitar as etapas subsequentes, optou-se por utilizar a composição da liga base 1540 como referência para cálculo do modelo.

O valor de Ms calculado para a liga base segundo a Equação 6 foi de 319,9°C, praticamente o mesmo observado experimentalmente para a liga base. Conforme pode ser observado pela Figura 25, obteve-se uma TT_O teórica de 225°C na qual ocorre a formação de cerca de 36% de austenita retida.

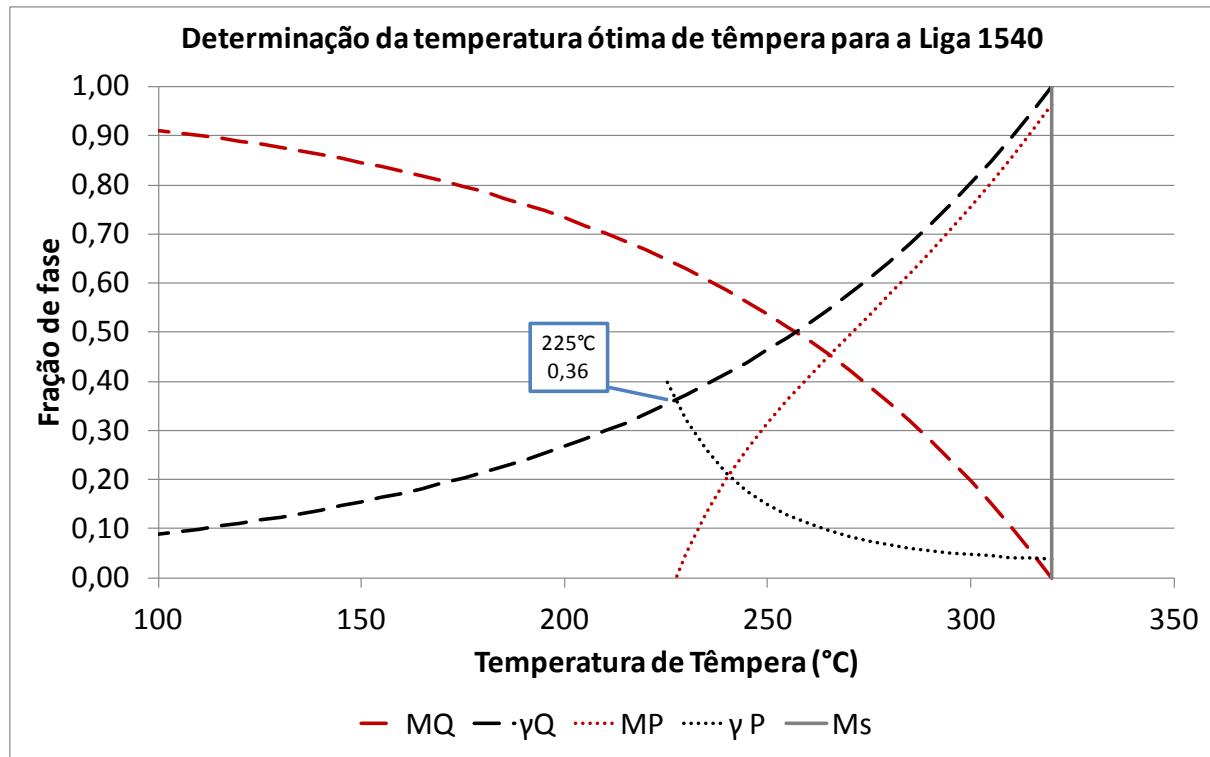


Figura 25 - Determinação da TTo e fração de austenita retida obtido por têmpera e partição, pelo modelo proposto por Speer *et al.* (2005).

A fim de determinar a TTo experimental, amostras foram realizados ensaios em dilatômetro conforme o ciclo térmico descrito pela Figura 17, tendo como temperatura de referência a TTo teórica à 225°C, determinada pelo modelo. Adicionalmente foram realizados ensaios em temperaturas de têmpera de 210°C e 240°C. No caso da liga 1540+Nb foi necessário realizar um ensaio adicional em temperatura de têmpera de 255°C. A Figura 26 apresenta os ciclos térmicos realizados para cada material.

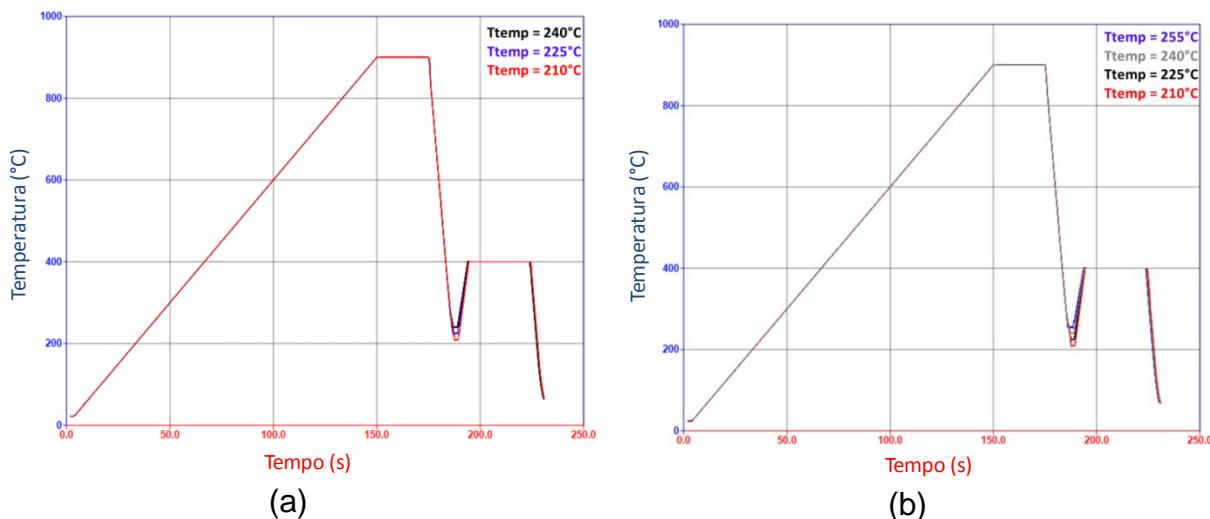


Figura 26 – Ciclos térmicos realizados para a determinação da temperatura de têmpera para as Ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).

A quantificação das frações de austenita obtidas em cada caso foi determinada por difração de raios X (Tabela 8). As Figuras 27 e 28 apresentam respectivamente para as ligas 1540 e 1540+Nb, os difratogramas medidos para cada temperatura de têmpera. Através deles foi possível distinguir as fases Fe CFC (Austenita) e Fe CCC (Martensita\ferrita) e determinar a fração relativa de cada uma delas utilizando Ritvield.

Tabela 8 – Fração de austenita retida para cada Temperatura de Têmpera

Temperatura de Têmpera				
	210°C	225°C	240°C	255°C
1540	13,5±0,9%	19,6±1,6%	16,3±1,6%	-
1540+Nb	17,0±0,5%	19,9±1,6%	21,0±1,1%	18,6±0,9%

Os resultados experimentais demonstram que a fração máxima de austenita retida foi de 19,6±1,6% e 21,0±1,1% obtidas para as temperaturas de 225°C e 240°C, para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente (Figura 29).

A diferença apresentada pela Figura 29 entre a fração de austenita retida calculada e obtida experimentalmente já era esperada, já que o modelo pressupõe condições ideais para o enriquecimento da austenita em carbono. Além disso, pode-se observar que a quantidade de austenita retida obtida para a liga com adição de Nb foi sistematicamente maior do que da liga sem o microligante, quando submetidas às mesmas temperaturas de têmpera. Nota-se, também, que a Temperatura de Têmpera ótima observada para a liga com adição de Nb difere daquela prevista pelo modelo teórico e da observada na liga base.

Adicionalmente foram realizadas análises via EBSD (Figura 30) para as amostras de cada aço que apresentaram as frações de austenita mais elevadas, a fim de identificar a distribuição de fases presentes. Pode-se notar que a distribuição das fases difere entre as amostras sendo mais finamente dispersas e homogeneamente distribuída para a liga 1540+Nb, condição que favorece a difusão do carbono da martensita para a austenita na etapa de partição.

A fração de austenita obtida via EBSD foi de 22,3% para ambos os casos, sendo bastante próximos daqueles valores determinados por difração de raios X para as mesmas amostras.

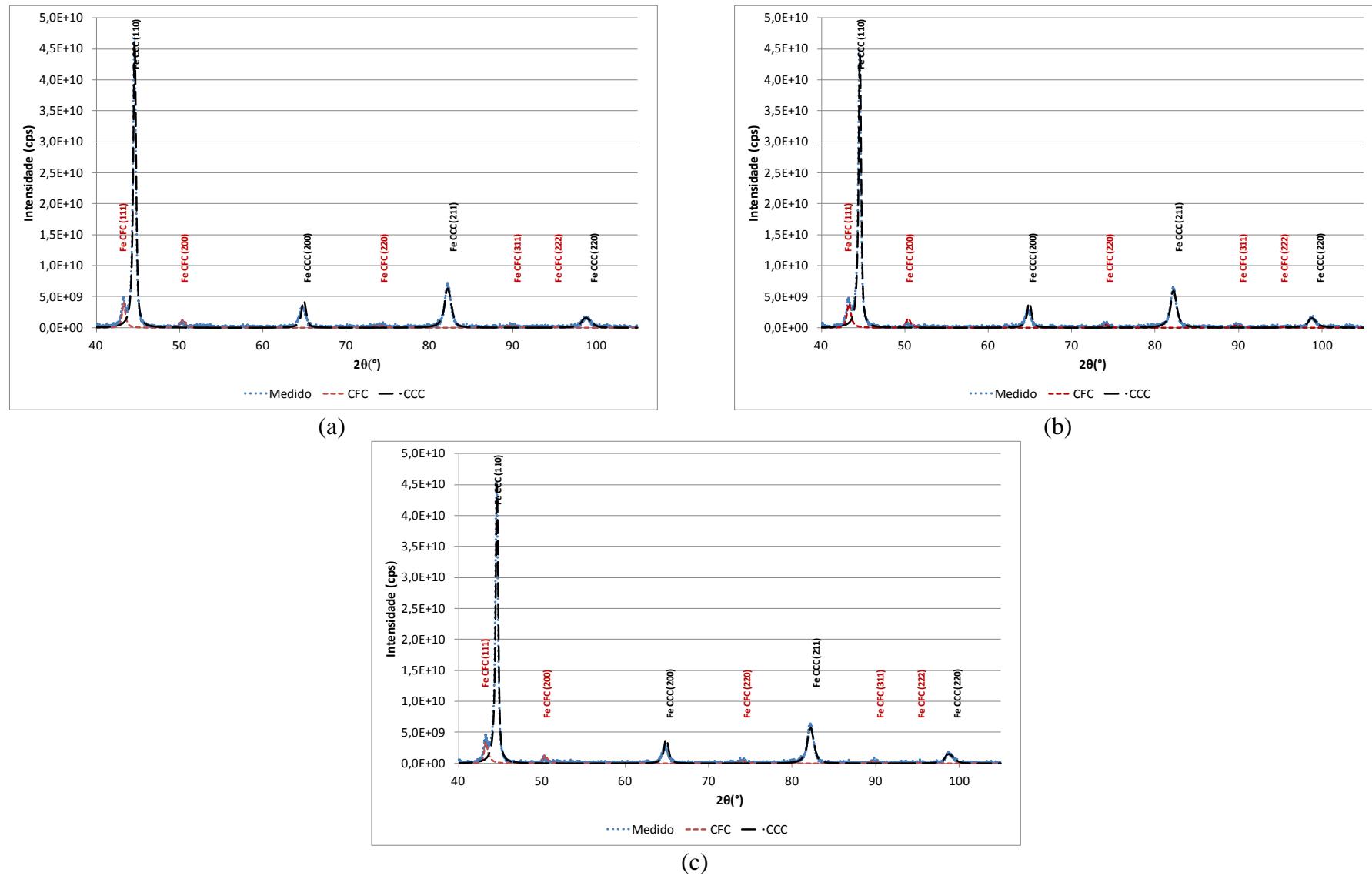


Figura 27 - Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1540 nas temperaturas de têmpera de 210°C (a), 225°C (b) e 240°C (c).

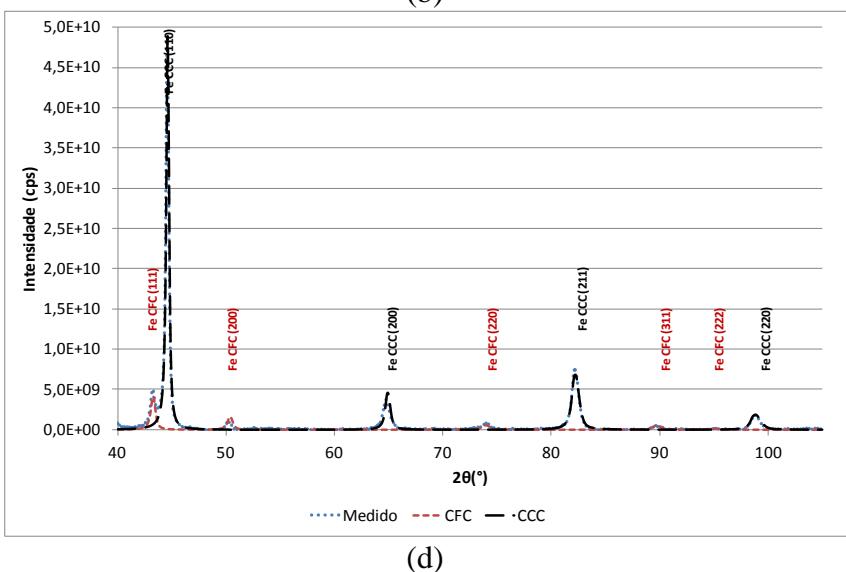
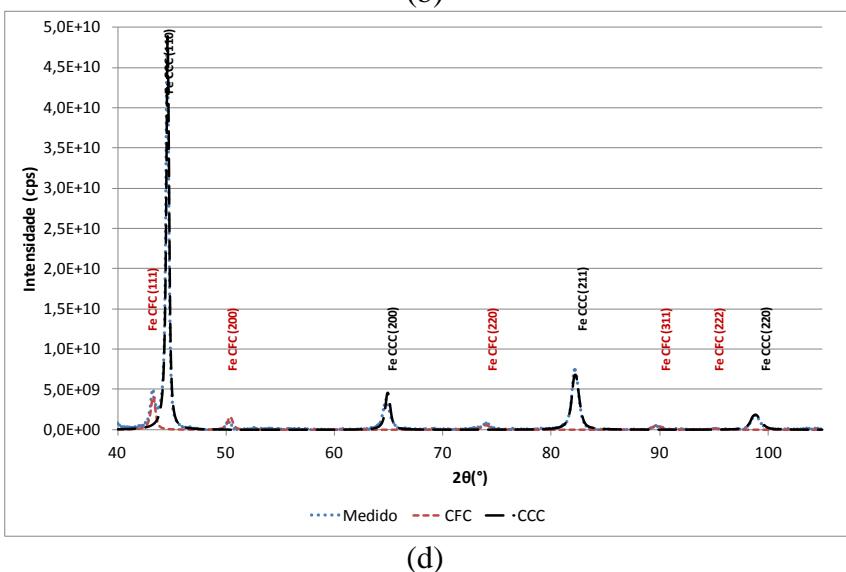
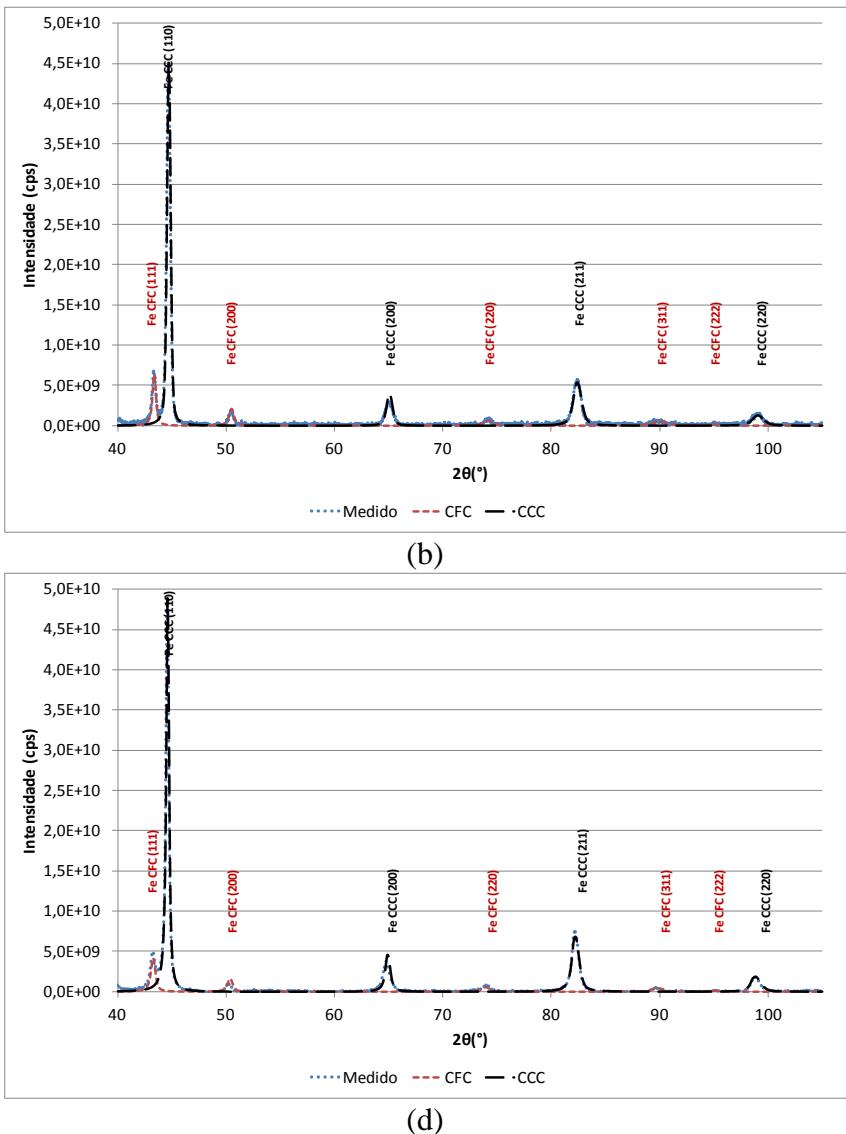
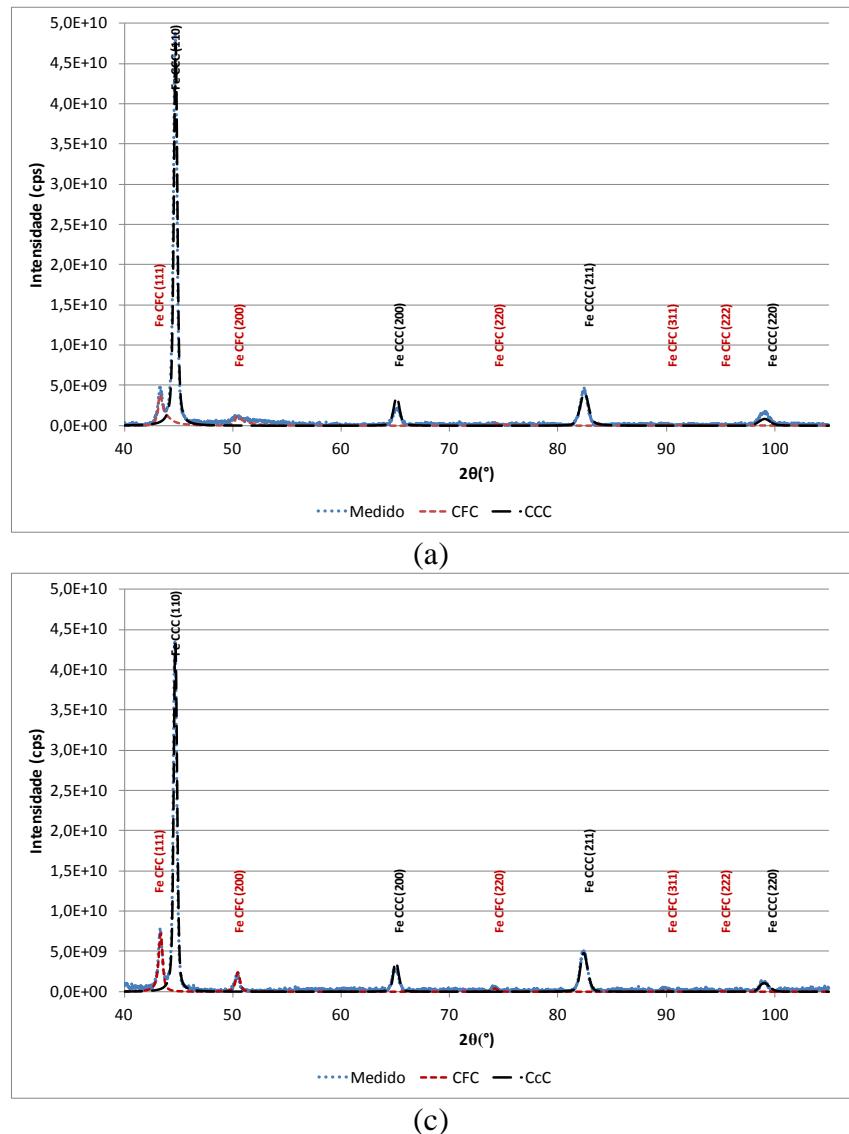


Figura 28 – Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1540+Nb nas temperaturas de têmpera de 210°C (a), 225°C (b), 240°C (c) e 255°C (d).

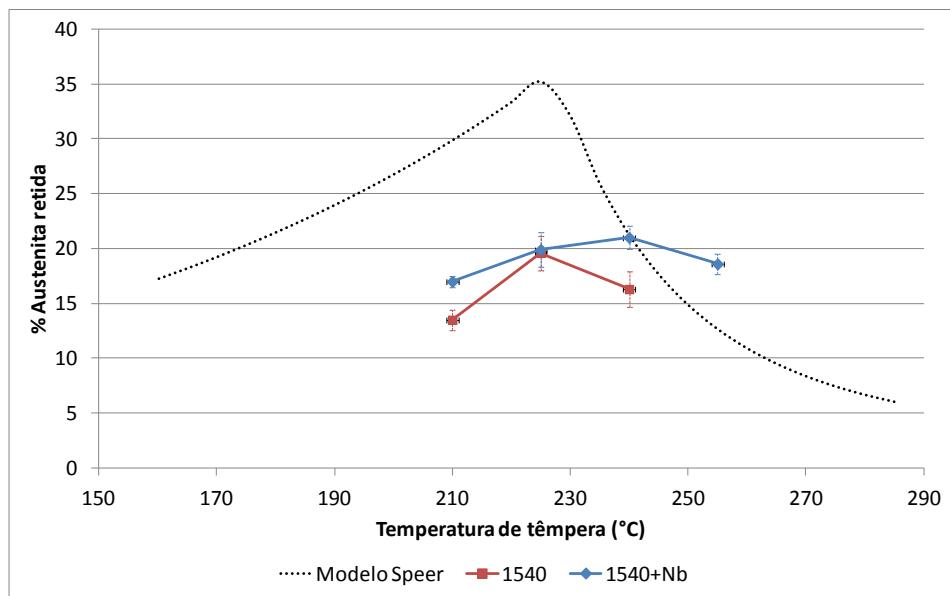


Figura 29. Determinação da Temperatura de Têmpera ótima para as ligas 1540 (vermelho) e 1540+Nb (azul), comparada ao modelado (preto).

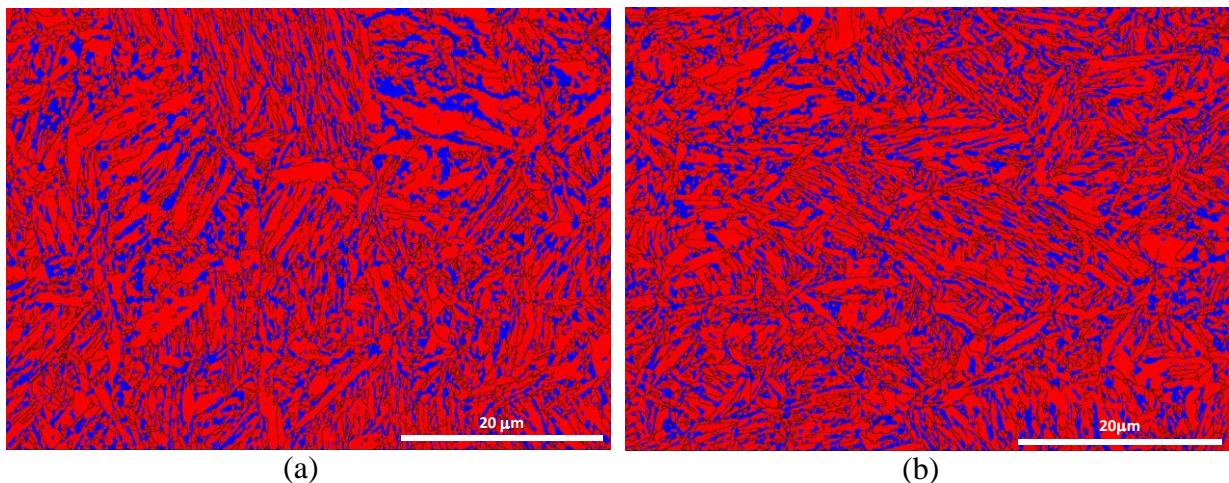
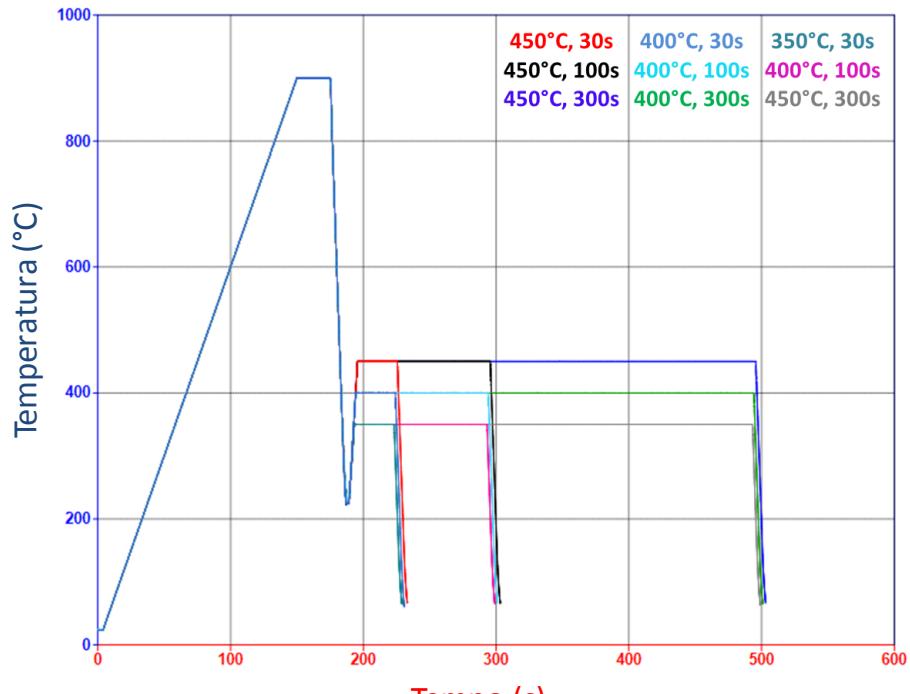


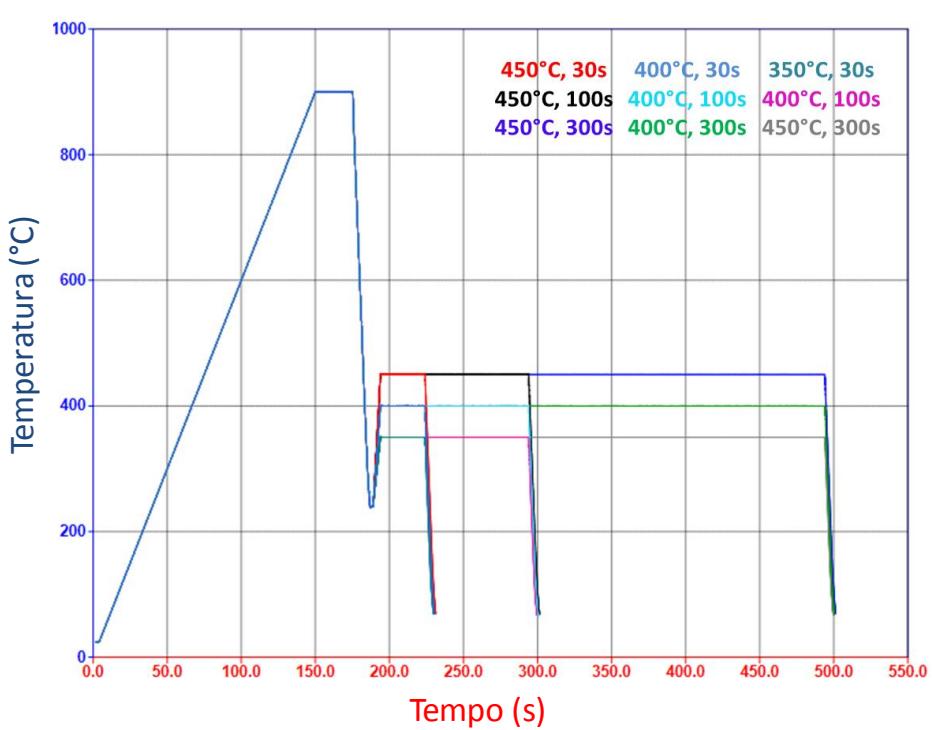
Figura 30. Mapa de distribuição de fases obtida por EBSD evidenciando as fases Fe CFC (Austenita, em azul) e Fe CFC (martensita)ferrita, em vermelho) para as ligas 1540 à 225°C (a) e 1540+Nb à 240°C (b).

5.4. Parâmetros de partição

Uma vez definidas as respectivas temperaturas de têmpera para as duas ligas, foram realizados ensaios em dilatômetro para avaliar a influência dos parâmetros de partição na dureza e na fração de austenita formada. Conforme já explicitado anteriormente, foram avaliadas nove condições de partição nas temperaturas de 350°C, 400°C e 450°C para os tempos de 30s, 100s e 300s. Os Ciclos térmicos realizados experimentalmente são apresentados na Figura 31.



(a)



(b)

Figura 31 – Ciclos térmicos de têmpera e partição realizados para as ligas 1540(a) e 1540+Nb (b).

Os resultados das medições de dureza (Figura 32) demonstram que a liga 1540 apresentou valores sistematicamente mais elevados do que os encontrados para a liga 1540+Nb, muito embora o comportamento da dureza em função da condição de partição tenha sido muito

similar entre as ligas. Essa diferença nos valores de dureza pode ser devida as diferentes condições de têmpera às quais as amostras foram submetidas.

De forma geral para ambas a ligas pode-se observar que para a temperatura de 350°C foram obtidos os maiores valores de dureza, que decaíram em função do aumento do tempo de partição. Já para a temperatura de 400°C, observaram-se valores intermediários de dureza que tendiam a aumentar em função do tempo. Enquanto que para a temperatura de 450°C foram observados os menores valores de dureza, que decaíram com o aumento do tempo de tratamento.

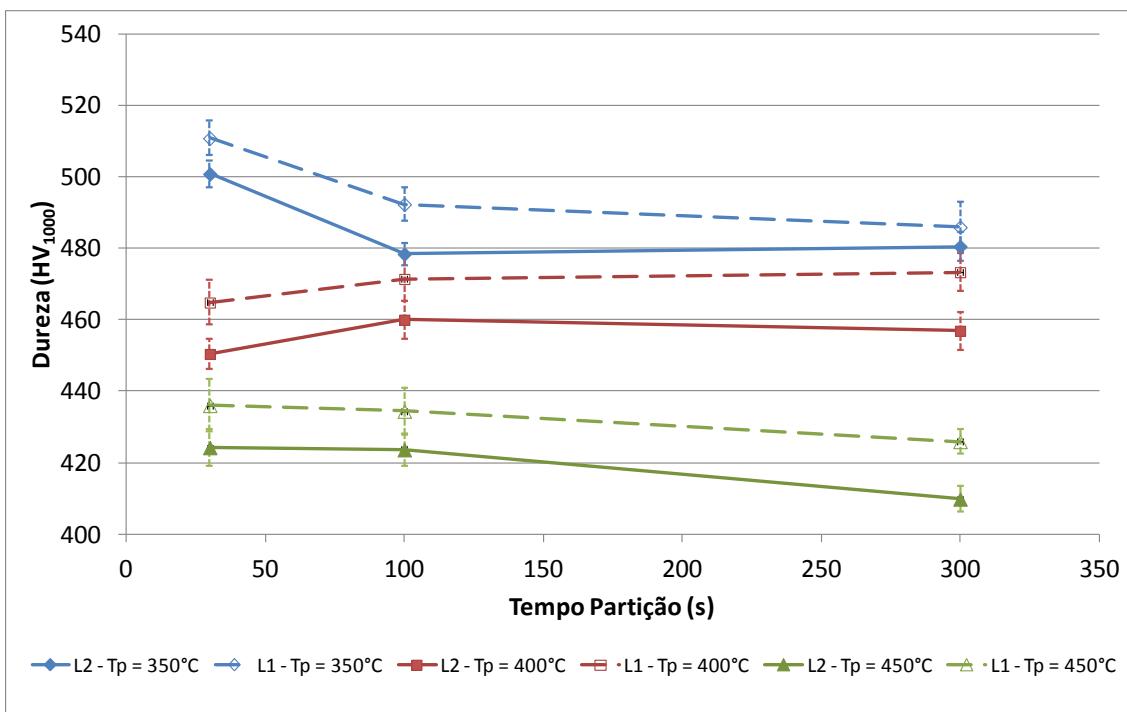


Figura 32 – Dureza para as ligas 1540 (L1) e 1540+Nb (L2) em função das condições de partição.

Quanto à formação de austenita retida (Figura 33) observou-se que para a temperatura de 350°C foram obtidos níveis relativamente mais baixos e menos sensíveis ao aumento do tempo de partição, em ambos os casos. Já para a temperatura de 400°C observou-se elevados níveis de austenita retida, sendo que no caso da liga 1540+Nb ocorreu o decaimento dessa fração em função do tempo de partição. Para a temperatura de 450°C inicia-se em elevados níveis de austenita retida, porém decaendo significativamente em função do aumento do tempo de partição, em ambos os casos.

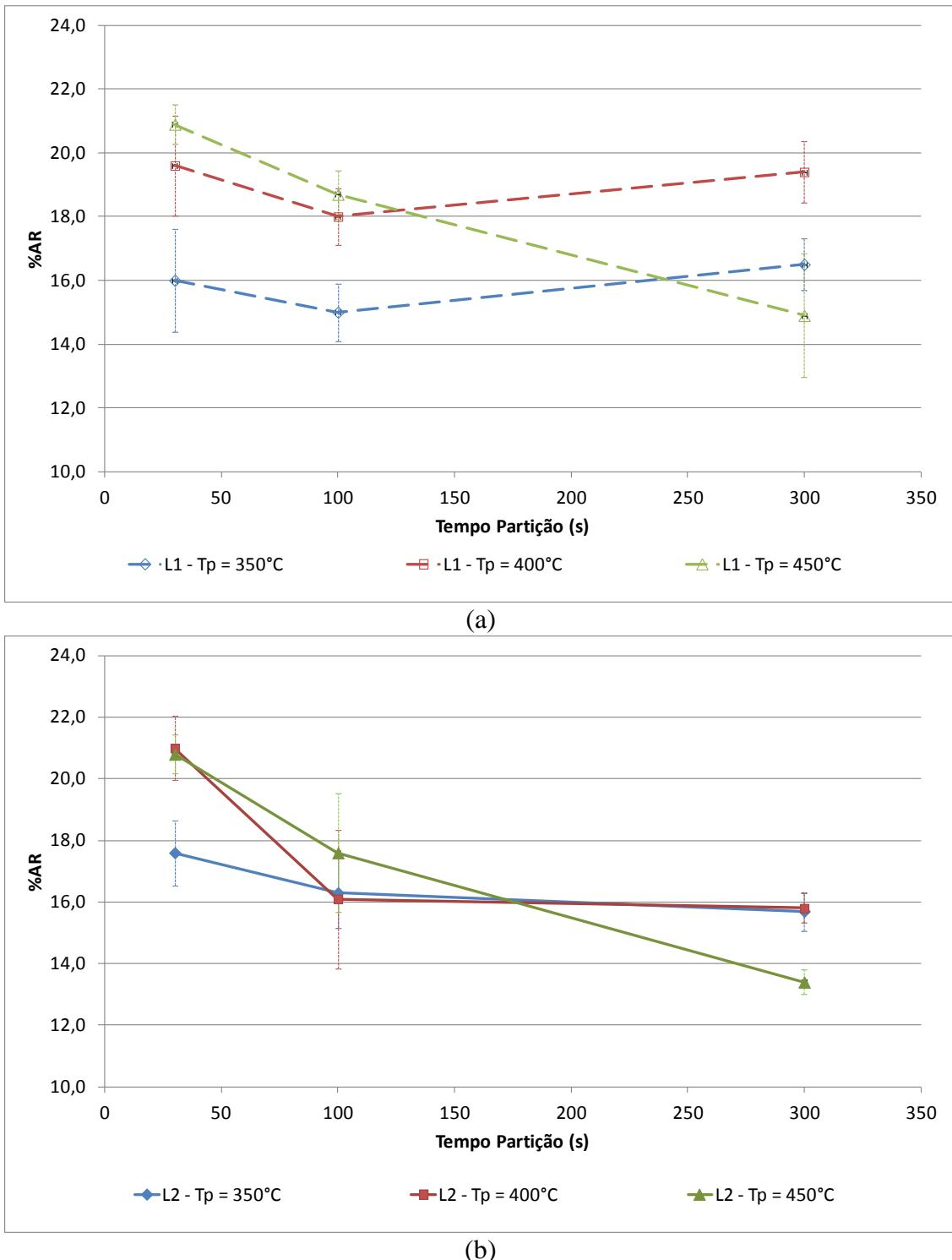


Figura 33 – Fração de austenita retida em função do tempo e temperatura de partição para as ligas 1540 (a) e 1540+Nb (b).

A Figura 34 compila e confrontam os resultados de dureza e fração de austenita retida observada para as duas ligas em função das condições de partição. Observa-se que na temperatura de 350°C há grande sensibilidade de dureza em função do tempo de partição, muito embora a fração de austenita retida seja relativamente estável, porém em níveis

intermediários. Já para a temperatura de 400°C encontram-se níveis intermediários de dureza e elevadas frações de austenita retida, em especial, para a liga 1540. Para a temperatura de 450°C observam-se os níveis mais baixos de dureza e grande sensibilidade de %AR em função do tempo de partição.

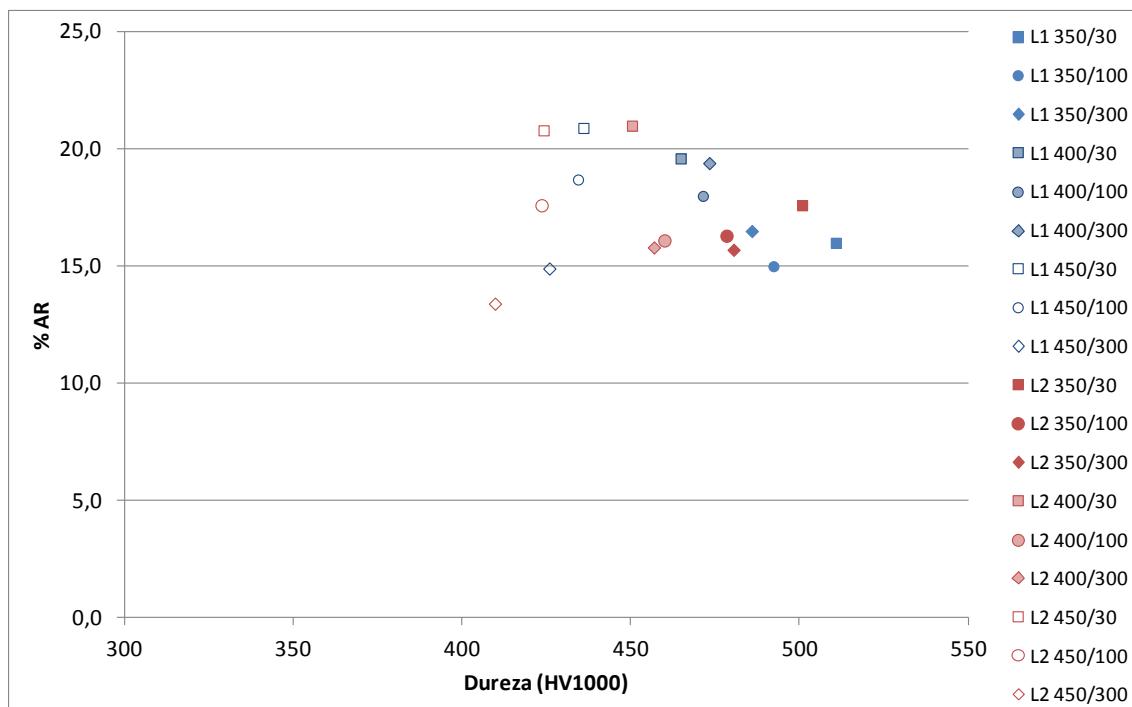


Figura 34 - Relação de dureza e fração de austenita retida para as ligas 1540 (azul) e 1540+Nb (vermelho) em função das condições de partição.

Diante do exposto, a fim de determinar as propriedades mecânicas dos materiais tratados em fornos de laboratório, decidiu-se por adotar a temperatura de partição de 400°C e os tempos de 100s e 300s para ambas as ligas.

5.5. Propriedades mecânicas e fração de austenita retida

Conforme descrito anteriormente, a austenitização das amostras foi realizada em forno mufla com atmosfera controlada com injeção de argônio, seguidos de têmpera em banho de sais na temperatura de 225°C para a liga 1540 e 240°C para a liga 1540+Nb. A seguir, as amostras foram imediatamente mergulhadas em outro banho de sais a 400°C e particionadas pelos tempos de 100s e 300s. Ao final do tempo estabelecido, as amostras foram mergulhadas em óleo de têmpera à temperatura ambiente agitado manualmente.

As curvas dos ensaios de tração correspondentes a cada liga e cada tratamento são apresentadas na Figura 35 e a média das propriedades medidas para cada caso é apresentada na Tabela 9.

Pode-se notar que as propriedades observadas em ambas as ligas particionadas pelo tempo de 100s foram praticamente iguais tanto em termos de limite de resistência quanto de alongamento. Já para o tempo de partição de 300s, observa-se que o limite de resistência para a liga 1540 foi um pouco mais elevado, enquanto que o alongamento observado para a liga 1540+Nb mostrou-se mais pronunciado, resultando num produto do limite de resistência e alongamento (*PSE – Product Strength Elongation*) mais elevado.

Comparando os resultados obtidos com o gráfico das famílias de aços apresentado por Tamarelli (2011), nota-se que em todos os casos testados têm-se materiais com propriedades que os enquadrariam como aços de terceira geração (Figura 37).

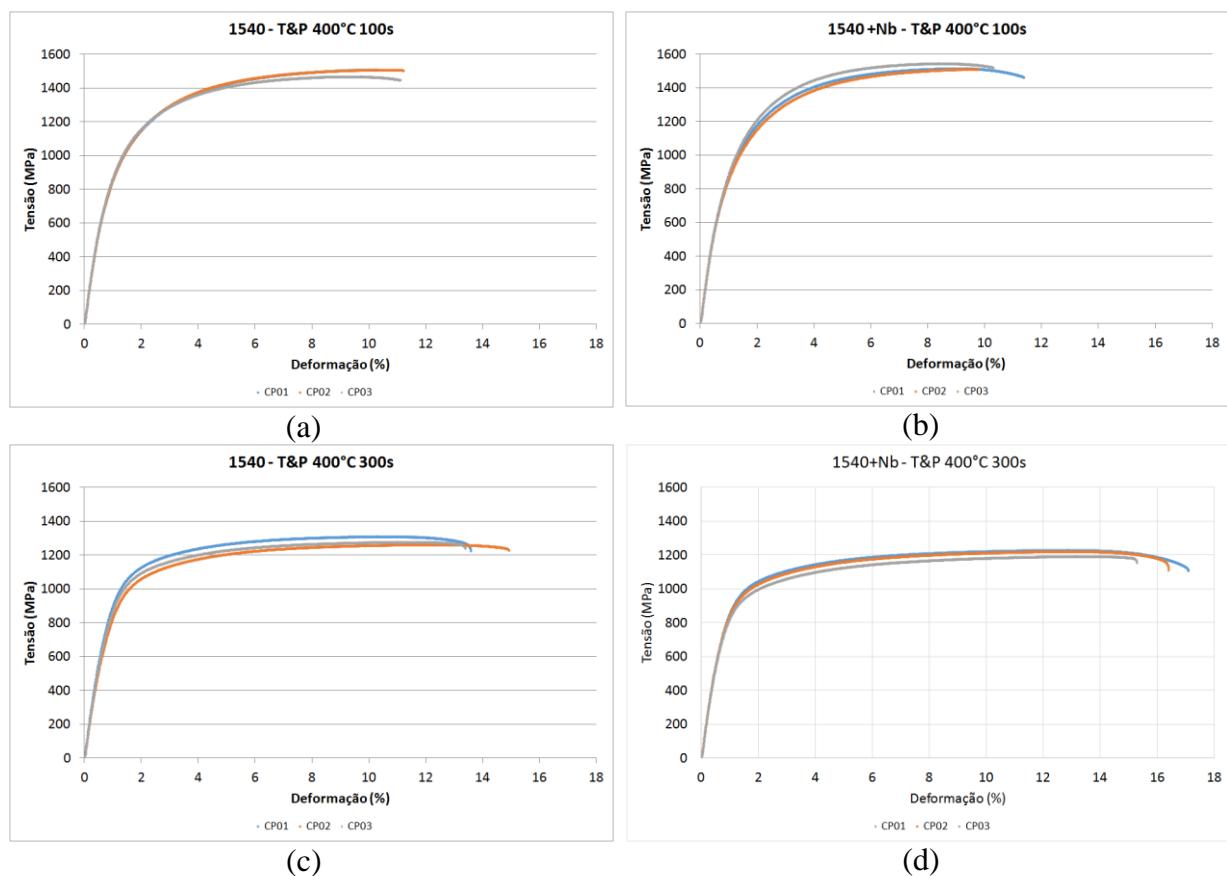


Figura 35 – Curva dos ensaios de tração para as ligas 1540 (a, c) e 1540+Nb (b, d) para as diferentes condições de partição.

Tabela 9 – Propriedades mecânicas dos aços tratados por têmpera e partição

	1540		1540+Nb	
	400°C/100s	400°C /300s	400°C /100s	400°C /300s
LE (MPa)	775	848	823	803
LR (MPa)	1496	1285	1532	1217
Deformação (%)	10,88	13,96	10,82	16,24
PSE (MPa.%)	16.269	17.929	16.572	19.784

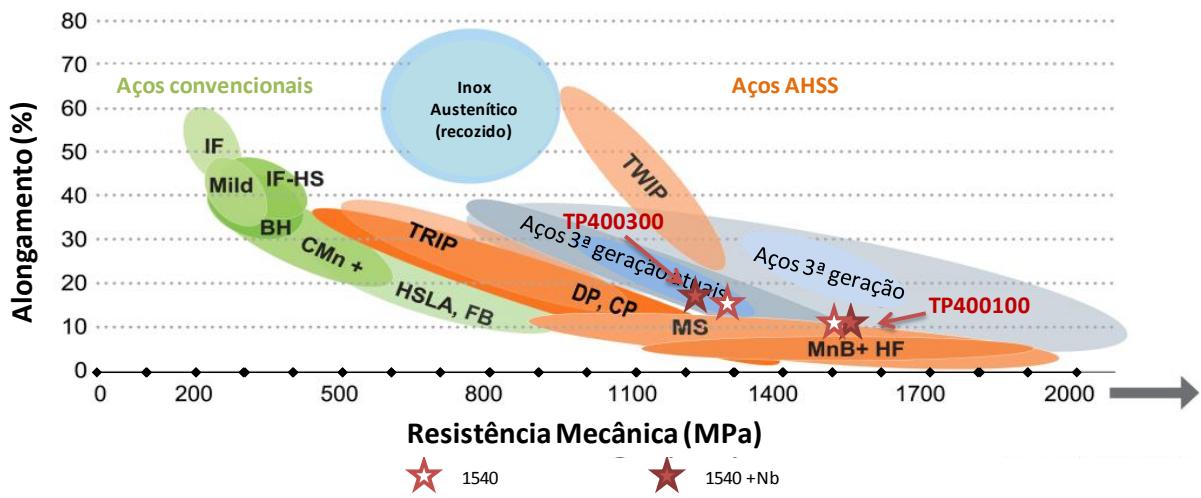


Figura 36 – Família de aços e resultados obtidos.

Analogamente ao que foi feito para as amostras de dilatometria, foram realizados analises de difração de raios X e EBSD (Figura 37). Os dados da Tabela 10 revelam que o tratamento foi eficaz na conservação de austenita retida para ambas as ligas nas condições testadas, alcançando frações de austenita retida mais elevadas do que as obtidas em dilatometria. Nota-se também que a fração de austenita retida é levemente mais elevada para os tratamentos realizados com o tempo de partição de 300s.

Tabela 10 - Fração de austenita retida em função da condição de partição.

	400°C/100s		400°C/300s	
	DRX	EBSD	DRX	EBSD
1540	$20,1 \pm 1,6$	19,2	$24,0 \pm 1,7$	22,0
1540+Nb	$19,6 \pm 1,6$	21,3	$22,1 \pm 1,1$	22,3

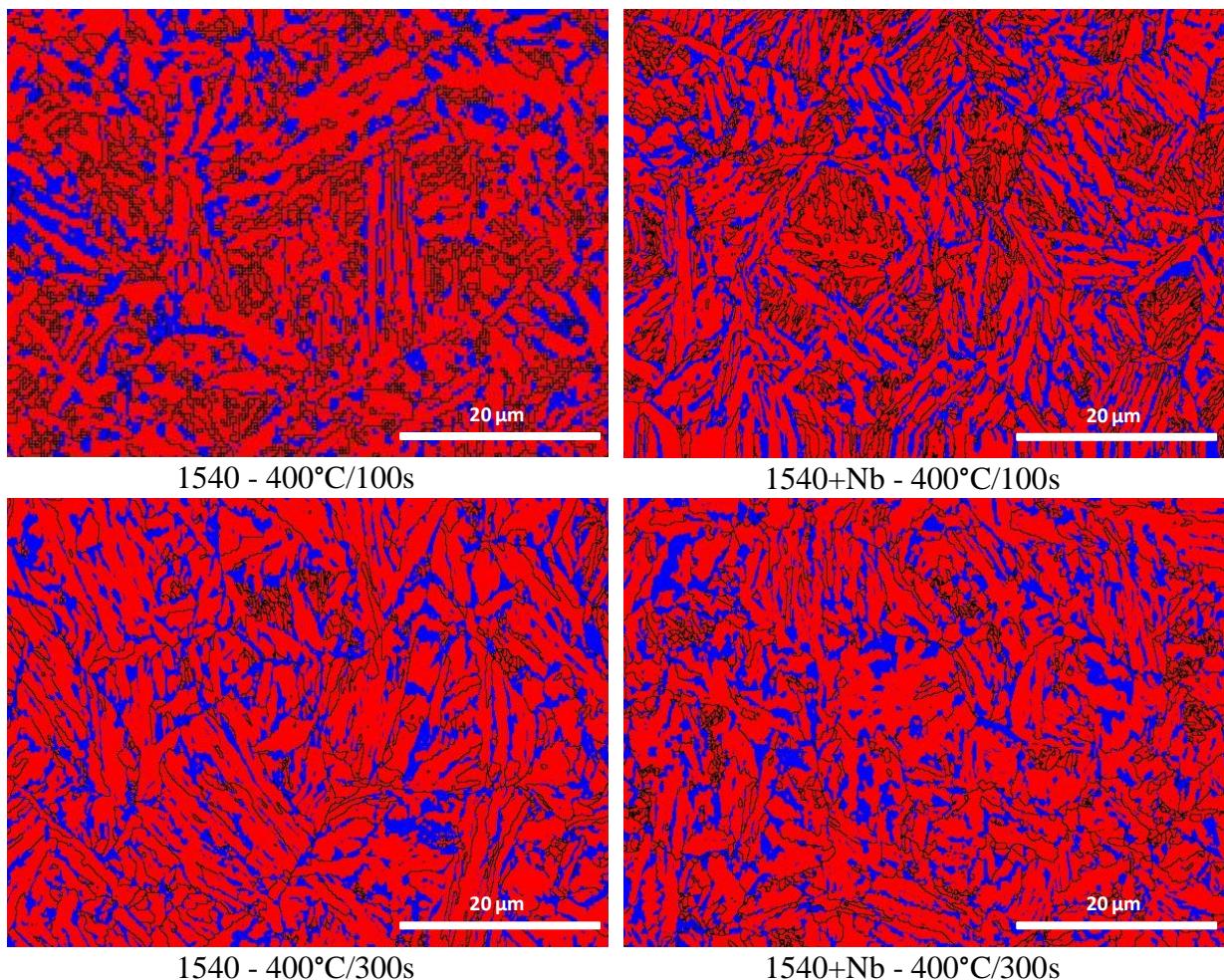


Figura 37 – Mapa de distribuição de fases obtida por EBSD evidenciando as fases (Austenia, em azul) e (martensita\ferrita, em vermelho) para as ligas 1540 e 1540+Nb em diferentes condições de partição.

6. Conclusões

A determinação da Temperatura de Têmpera ótima (TTo) foi realizada e confrontada com o modelo teórico com sucesso para ambas as ligas. Pôde-se notar a liga com adição de Nb alcançou frações de austenita retida maiores do que o observado para a liga sem Nb, quando submetidas às mesmas condições.

Apesar do tamanho de grão austenítico original de ambas as ligas serem muito semelhantes, observou-se nas imagens obtidas por EBSD que, para a liga 1540+Nb, a distribuição das fases CFC e CCC foi mais finamente dispersa e homogeneousmente distribuída, favorecendo a partição do carbono e, consequentemente, tornando a austenita retida mais estável em temperatura ambiente. Tal hipótese corrobora com as maiores frações de austenita retida observadas pela difração de raios X para essa liga.

Pôde-se determinar, dentre as condições testadas em ensaios de dilatometria, as duas mais promissoras para estabelecimento das condições de partição a serem adotadas em fornos de laboratório. Para ambas as ligas, as condições de partição escolhidas foram a temperatura de 400°C e tempos de 100s e 300s, por possibilitarem alcançar bom compromisso entre dureza (457HV à 473HV) e frações de austenita retida (15,8% à 19,4%).

As amostras tratadas em fornos de laboratório particionadas à 400°C pelo tempo de 100s apresentaram características muito semelhantes tanto do ponto de vista mecânico - *PSE* 16.269MPa.% (1540) e 16.572MPa.% (1540+Nb) - quanto em termos de fração de austenita retida - 20,1% (1540) e 19,6% (1540+Nb).

Já para as amostras tratadas em fornos de laboratório particionadas à 400°C pelo tempo de 300s pôde-se observar que *PSE* foi mais elevado para a liga 1540+Nb (19.784MPa.%) do que para liga sem Nb (17.929MPa.%). As frações de austenita retida foram semelhantes em ambos os casos, atingindo 24,0% e 22,1% para as ligas 1540 e 1540+Nb, respectivamente.

Apesar do Nb não ter sido plenamente solubilizado durante o processo de fabricação da liga, pôde-se notar que o Nb favoreceu a estabilização da austenita retida e promoveu a melhora do alongamento sem prejuízo à resistência mecânica.

Ainda sim, as propriedades observadas tornam esses materiais e processamentos testados candidatos para a produção aços AHSS como de terceira geração.

7. Sugestões para trabalhos futuros

A fim de esclarecer os efeitos diferenciadores observados entre as ligas, sugere-se que seja realizada a avaliação da distribuição, quantidade e características dos precipitados formados em ambas as ligas. Tal procedimento não foi realizado por não ter feito parte do escopo e orçamento originais do projeto.

Além disso, com o intuito de potencializar os efeitos da adição de Nb na liga, sugere-se a adoção de ciclos térmicos que permitam a maior dissolução do mesmo antes da execução dos tratamentos de têmpera e partição.

8. Referências Bibliográficas

- ARLAZAROV, A.; BOUAZIZ, O.; MASSE, J.P.; KEGEL F.; Characterization and modeling of mechanical behavior of quenching and partitioning steels, Materials Science & Engineering A, 620, pp. 293–300, 2015.
- ASTM E8 / E8M – 11, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials
ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011
- ASTM E112-13, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- BLECK, W.; PHIU-ON, K.; Microalloying of Cold-Formable Multi Phase Steel Grades, Materials Science Forum, Vols. 500-501, pp. 97-114, 2005
- BORBA, E. C.; CASTRO, C. S. B.; ESCOBAR, D. M. P.; MURARI, F. D.; MENDESTAIISS, E. J.; SILVA, A. L. V. C.; ANDRADE, M. S. Estudo da dissolução de precipitados no reaquecimento de placas de aços microligados através da simulação computacional, p. 2054-2063, 72º Congresso Anual Internacional da ABM, São Paulo, 2017.
- BRITO, V. L. O; COELHO, G. C.; NUNES, C. A; Avaliação de equilíbrio de fases, em aços microligados para tubos API, utilizando-se termodinâmica computacional, p. 309-318. 57º Congresso Anual Internacional da ABM, São Paulo, 2002.
- COELHO, D. M. de S.; Efeito da temperatura de Austenitização no Processo de Têmpera e Partição, 100 folhas, Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais e Metalurgia), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2008.
- DAVIS, J.R; Alloying: Understanding the Basics, ASM International, pp. 197-205, 2001.
- FERREIRA, H. C.; BORATTO, F. J. M BUONO, V. T. L.; Determination of low levels of retained austenite in low-carbon high-manganese steel using X-ray diffraction, Materials Science & Engineering A, 628, pp.110–115, 2015.

FU, B.; YANG, W. Y.; LU, M.Y.; Microstructure and mechanical properties of C–Mn–Al–Si hot-rolled TRIP steels with and without Nb based on dynamic transformation, Materials Science and Engineering A, 536, pp. 265– 268, 2012.

GORNI, A. A.; Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas, Corte e Conformação de Metais, 44, pp. 26-57, 2008.

HAUSMANN, K.; KRIZAN, D.; SPIRADEK-HAHN, K.; PICHLER, A.; WERNER, E.; The influence of Nb on transformation behavior and mechanical properties of TRIP-assisted bainitic–ferritic sheet steels, Materials Science & Engineering A, 588, pp. 142–150, 2013.

HUYGHE, P.; MALET, L.; CARUSO, M.; GEORGES, C.; GODET, S.; On the relationship between the multiphase microstructure and the mechanical properties of a 0.2C quenched and partitioned steel, Materials Science & Engineering A, 701, pp. 254-263, 2017.

KÄHKÖNEN, J.; Quenching and partitioning response of carbon-manganese-silicon sheet steels containing nickel, molybdenum, aluminum and copper additions, 194 folhas, Dissertação (Mestrado em Engenharia de Metalurgia e Materiais), Colorado School of Mines, 2016.

KANG, S., de MOOR, E., SPEER, J. G.; Retained Austenite Stabilization Through Solute Partitioning During Intercritical Annealing in C-, Mn-, Al-, Si-, and Cr- Alloyed Steels, Metallurgical and Materials Transactions, 46A, pp.1005-1011, 2015.

KANG, S.; KIM, K.; SON, Y.; LEE, S.; Application of the Quenching and Partitioning (Q&P) Process to D6AC Steel, ISIJ International, v. 56, n. 11, pp. 2057–2061, 2016.

KEELER, S.; KIMCHI, M.; Advanced High-Strength Steels – Applications Guidelines Version 5.0, World Auto Steel, pp. 276, 2014.

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, vol. 7, pp. 59–60, 1959.

KOOPMANS, T. T. W.; Thermal stability of retained austenite in Quenching & Partitioning steels, 77 folhas, Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica), Delft University of Technology, 2015.

KUZIAK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S.; Advanced high strength steels for automotive industry, Archives of Civil and Mechanical Engineering, vol. VII, n. 2, pp. 103-117, 2008.

MARTINS, A. R. F. A.; Têmpera e partição em aços de alta resistência contendo Ni: modelagem cinética, microestrutura e propriedades mecânicas, 194 folhas, Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais e Metalurgia) ,Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2007.

MATLOCK, D. K; SPEER, J. G.; DE MOOR, E.; GIBBS, P. J.; Recent developments in advanced high strength sheet steels for automotive applications: An overview, JESTECH, 15(1), 1-12, 2012.

MISRA, R.D.K.; ZHENG, H.; WU, K.M.; KARJALAINEN, L.P.; Niobium-containing quenching and partitioning processed ultrahigh strength martensite–austenite dual phase steels, Materials Science & Engineering A, 579, pp. 188–193, 2013.

MOLA, J.; de COOLMAN, B. C.; Quenching and Partitioning (T&P) Processing of Martensitic Stainless Steels, Metallurgical and Materials Transactions A, 44A, pp. 22, 2013

DE MOOR, E.; MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G.; MERWIN, M. J.; Austenite stabilization through Mn Enrichment, Script Materialia, 64, pp.185-188, 2011.

PASTORE, E.; DE NEGRI, S.; FABBRESCHI, M.; IENCO, M.G.; PINASCO, M.R.; SACCOME, A.; VALENTINI R.; Experimental investigation on low-carbon quenched and partitioned steel, La Metallurgia Italiana - n. 9, pp. 25-35, 2011

SANTOFIMIA M.J.; ZHAO, L.; PETROV, R.; KWAKERNAAK C.; SLOOF W.G.; SIETSMA J.; Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel, Acta Materialia 59, pp. 6059–6068, 2011.

SCHIAVO, C. P.; Estudo da solubilização do Nb em aços microligados durante o reaquecimento de placas, 147 folhas, Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica), Universidade Federal de Minas Gerais, 2010.

SEO, Eun J.; CHO, Lawrence; de COOMAN, BRUNO C.; Modified Methodology for the Quench Temperature Selection in Quenching and Partitioning (T&P) Processing of Steels, Metallurgical and Materials Transaction A, 2016.

SOMANI, M. C.; PORTER, D. A.; KARJALAINEN, L.P.; MISRA R.D.K.; On Various Aspects of Decomposition of Austenite in a High-Silicon Steel During Quenching and Partitioning, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 45A, pp. 1247 – 1257, 2014.

SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K.; De COOMAN, B.; SCHROTH, J.G.; Carbon Partitioning into Austenite after Martensite Transformation, Acta Materialia, 51, pp. 2611-2622, 2003.

SPEER, J. G.; ASSUNÇÃO, F. C. R.; MATLOCK, D. K.; EDMONDS, D. V., The “Quenching and Partitioning” Process: Background and Recent Progress, Materials Research, v. 8, N. 4, 417-423, 2005.

SPEER, J. G; De MOOR, E.; FINDLEY, K.O.; MATLOCK, D.K.; De COOMAN, B.C.; EDMONDS, D.V.; Analysis of Microstructure Evolution in Quenching and Partitioning Automotive Sheet Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 42A, pp. 3591 – 3601, 2011.

SUGIMOTO, K.; SRIVASTAVA, A. K.; Microstructure and Mechanical Properties of a TRIP-Aided Martensitic Steel, Metallography Microstructure Analysis, 4, pp. 344–354, 2015.

TAMARELLI, C.; AHSS 101 – The evolving use of Advanced High-Strength Steels for automotive applications, Steel Market Development Institute, pp. 45, 2011.

TOJI, T.; MIYAMOTO, G.; RAABE, D.; Carbon partitioning during quenching and partitioning heat treatment accompanied by carbide precipitation, Acta Materialia, 86, pp. 137–147, 2015.

TSUCHIYAMA, T.; TOBATA, J.; TAOB, T.; NAKADA, N.; TAKAKI, S.; Quenching and partitioning treatment of a low-carbon martensitic stainless steel, Materials Science and Engineering A, 532, pp. 585– 592, 2012.

WANG, L.; SPEER, J. G., Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment, Metallography Microstructure and Analysis, v.2, N.4, 268–281, 2013.

ZHANG, J.; DING, H.; WANG, C.; ZHAO, J.; DING, T.; Work hardening behaviors of a low carbon Nb-microalloyed Si-Mn quenching-partitioning steel with different cooling styles after partitioning, Materials Science and Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, 585, pp. 132-138, 2013.

ZHANG, J.; DING, H.; ZHAO, J.; Effect of pre-quenching process on microstructure and mechanical properties in a Nb microalloyed low carbon Q-P steel, Materials Science Forum, 816, pp. 729-735, 2015.

ZHONG, N.; WANG, X. D.; WANG, L.; RONG Y. H.; Enhancement of the mechanical properties of a Nb-microalloyed advanced high-strength steel treated by quenching–partitioning–tempering process, Materials Science and Engineering A, 506, pp. 111–116, 2009.