

ÇOS POLIFÁSICOS: ATAQUES QUÍMICOS E INFLUÊNCIA DAS FASES

A. J. Abdalla¹; T. M. Hashimoto²; C. Moura Neto³; W. A. Monteiro⁴
Instituto de Estudos Avançados IEAv/CTA – Abdalla@ieav.cta.br

Rodovia dos Tamoios Km 5,5 - 12231-970 São José dos Campos – SP

¹Instituto de Estudos Avançados – CTA – IEAv ²Universidade Estadual Paulista – UNESP
³Instituto Tec. Aeronáutica - CTA – ITA ⁴Instituto Pesq. Energéticas e Nucleares - IPEN

RESUMO

O presente trabalho discute a formação de microestruturas com diferentes frações volumétricas das fases ferrita, martensita, bainita e austenita retida em aços multifásicos, a partir da aplicação de tratamentos térmicos específicos em aços de baixo carbono (0,11%). Para a caracterização microestrutural são desenvolvidos ataques químicos específicos que permitem distinguir as fases presentes através de observações por microscopia óptica. A avaliação das propriedades mecânicas é feita com base nos resultados dos ensaios de tração. Os resultados experimentais mostram que a realização de tratamentos térmicos apropriados pode contribuir significativamente para aumentar as propriedades mecânicas dos aços. Neste processo é essencial controlar a fração volumétrica, a morfologia e o tamanho de grão das fases.

Palavras-chaves: aços multifásicos, ataque químico, microestrutura.

INTRODUÇÃO

A utilização do processo de transformação de fases em aços para melhorar as propriedades mecânicas tornou-se mais conhecido, no meio científico, a partir dos trabalhos de Hayami e Furukawa⁽¹⁾ e Rashid⁽²⁾. A microestrutura bifásica propicia alta resistência mecânica com ductilidade superior aos aços de alta resistência e baixa liga⁽³⁾. Os aços bifásicos ou multifásicos podem apresentar, além das fases ferrítica e martensítica, frações volumétricas de bainita e austenita retida.

Na indústria automobilística são observadas vantagens na fabricação de pára-choques, discos e aros de rodas, colunas de direção, polias, suporte de molas, armações de assentos, motores, etc⁽⁴⁻⁷⁾. Devido à alta resistência e à boa absorção de impacto é considerado excepcional para a utilização em equipamentos de proteção na área esportiva⁽⁸⁾. São obtidos ainda bons resultados na produção de arames de alta resistência⁽⁹⁾ e reforços em estruturas de concreto⁽¹⁰⁾.

O aumento da fração volumétrica da fase dura aumenta a resistência em tração⁽¹¹⁾. Esta fase atua como barreira ao movimento de discordâncias, aumentando o encruamento da fase dúctil durante o processo de deformação. A fase bainítica, de forma semelhante à fase martensítica, tem efeito benéfico nas propriedades mecânicas dos aços multifásicos e pode ainda retardar ou impedir o crescimento de trincas⁽¹²⁾. A presença da fase bainítica possui também a vantagem, sobre a fase martensítica, de manter a ductilidade do aço em patamares elevados⁽¹³⁾.

Uma das principais dificuldades na caracterização dos aços multifásicos é a identificação da fase bainítica. Le Pera⁽¹⁴⁾ e Girault et alii⁽¹⁵⁾ realizaram experimentos utilizando dois reagentes químicos específicos, os resultados foram bastante interessantes, possibilitando a distinção da fase bainítica. Observa-se, no entanto, que a reprodutibilidade do experimento não é alcançada facilmente. O presente trabalho procura elucidar detalhes importantes no processo de preparação das

amostras e do ataque químico para se obter uma boa micrografia do aço multifásico, permitindo a distinção e a quantificação das fases presentes.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material utilizado neste trabalho é produzido pela Usina Siderúrgica de Minas Gerais S.A. - USIMINAS, sob a especificação US1-RW-450. O aço é recebido em chapas laminadas, e apresenta a composição química discriminada na Tab.I.

Tabela I - Composição química dos principais elementos do aço US1-RW-450

Elementos	C	Si	Mn	P	S	Al	Nb	N
% em peso	0,11	0,01	0,51	0,020	0,009	0,031	0,024	0,0039

Tratamentos Térmicos e Ensaio de Tração

Os corpos-de-prova são separados em quatro lotes, cada um deles contendo 5 CDP(s) para ensaios de tração e posteriormente recebem os seguintes tratamentos térmicos:

- Recozimento:- o primeiro lote recebe tratamento térmico de recozimento, aquecido a 950°C, mantido por 2 horas e resfriado ao forno até a temperatura ambiente;
- Tratamento térmico A:- o segundo lote é recozido e, posteriormente, submetido ao seguinte tratamento térmico intercrítico: aquecido até 810°C, por 15 minutos e resfriamento em água gelada;
- Tratamento térmico B:- o terceiro lote recebe tratamento térmico semelhante ao anterior, alterando-se apenas o meio de resfriamento que neste caso é em óleo (Petronasa 20 A);
- Tratamento térmico C:- o quarto lote é recozido e submetido ao seguinte tratamento térmico intercrítico: aquecido a té 760°C, mantido por 15 minutos e resfriado em óleo (Petronasa 20 A).

Os corpos-de-prova para ensaio de tração são confeccionados segundo a norma ASTM E 8M. Os ensaios são realizados numa máquina servohidráulica do tipo MTS, modelo 810.23M, à temperatura ambiente. São determinados os parâmetros de limite de escoamento, limite de tração e alongamento total.

Através de microscopia óptica, com auxílio de um banco metalográfico, Neophot 30, são realizadas análises quantitativas e qualitativas dos aspectos microestruturais, tais como: fases presentes, grãos e frações volumétricas das fases.

Ataques Químicos

As amostras recebem polimento metalográfico (até 0,25 µm em pasta de diamante) e, posteriormente, submetidas aos seguintes ataques químicos:

- Nital (solução de ácido nítrico diluído em etanol – 2 %):- este primeiro ataque é utilizado principalmente para revelar os contornos de grão. As amostras atacadas com este reagente (20 segundos) são empregadas para avaliar o tamanho de grão para cada condição estudada;
- Metabissulfito de sódio (solução de metabissulfito de sódio diluído em água – 10%):- este ataque tem por objetivo destacar a fração volumétrica de austenita retida no aço multifásico. Ao ser atacada (60 segundos), ocorre um escurecimento de toda a amostra (tons de cinza e marrom) com exceção da austenita retida que permanece branca. Este ataque permite avaliar a porcentagem de austenita presente na amostra.
- Le Pera modificado:- neste ataque químico são utilizados dois reagentes: I – solução de 1g de metabissulfito de sódio diluído em 100ml de água e II – 4 g ácido pícrico diluído em 100 ml de etanol. As proporções propostas por Le Pêra ⁽¹⁴⁾, que eram originalmente de 1:1, são alteradas para a obtenção de melhores resultados para as condições estudadas. Este reagente possibilita distinguir principalmente a fase bainita (marrom) da fase ferita (azul). A fase martensita e a austenita retida (denominadas neste trabalho por constituintes MA) aparecem com coloração clara.

O ataque químico com Le Pera modificado mostra-se extremamente sensível a diversos fatores tais como: ao tempo de ataque, à proporção dos reagentes I e II, ao tipo de microestrutura, ao

procedimento de preparação das amostras e do ataque e à temperatura na qual se realiza o ataque. Estes parâmetros são controlados para se obter micrografias ópticas adequadas. Os reagentes I e II devem ser misturados no momento da realização do ataque químico para evitar redução na reatividade química.

A temperatura de realização do ataque químico é mantida em 5°C, pois a variação na temperatura acarreta uma variação no tempo de permanência da amostra no reagente. Para que o ataque se torne eficaz, o polimento final é realizado próximo ao momento do ataque químico. Uma limpeza da superfície a ser atacada (com detergente ou sabão) também se mostra importante.

O tempo de permanência da amostra no ataque químico também varia de uma amostra para outra. Portanto, podem ser necessárias várias tentativas e erros até se conseguir um bom resultado. Uma última variável a ser controlada é a proporção entre os reagentes. Observando-se a amostra após o ataque químico com Le Pera é possível identificar qual dos reagentes está em excesso. Se o reagente I estiver em excesso a amostra atacada apresentará uma coloração generalizadamente azulada. Neste caso aumenta-se a quantidade do reagente II. Caso o reagente II esteja em excesso o tom da coloração passará para o marrom. Neste caso, a quantidade do reagente I deve ser aumentada. Estes ajustes são realizados até que as amostras revelem as colorações: azul, marrom e branca, características das fases ferrita, bainita e constituintes MA, respectivamente. Os tempos e proporções entre reagentes utilizados neste trabalho são:

- 1) Para os tratamentos térmicos A e B – tempo de 25 segundo e proporção de 15:6 dos reagentes I e II respectivamente.
- 2) Para o tratamento térmico C – tempo de 24 segundo e proporção de 11:5 dos reagentes I e II respectivamente.

As frações volumétricas de bainita, ferrita e constituintes MA são obtidas através da análise das imagens das amostras atacadas com o reagente Le Pera modificado. A avaliação da fração volumétrica de austenita é obtida através das imagens fornecidas pelas amostras atacadas com metabissulfito de sódio a 10%. Subtraindo-se da fração volumétrica de constituintes MA a porcentagem encontrada de austenita retida, é estimada a fração volumétrica de martensita.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A micrografia da Fig.1 mostra a microestrutura obtida na condição como fornecida. A microestrutura é tipicamente ferrítica-perlítica, com tamanho de grão relativamente pequeno (~8µm) e bastante deformados devido ao processo de laminação. O tratamento térmico de recozimento produz uma recristalização dos grãos inicialmente deformados, aliviando as tensões residuais presentes no aço laminado e provocando crescimento no tamanho de grão (~15µm). A micrografia da Fig.2 permite uma visualização do aspecto geral do aço recozido.

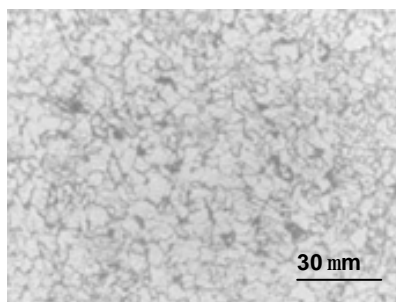


Figura 1 – Microscopia óptica (MO), mostrando a microestrutura do aço laminado (ferrita - região clara, perlita - região escura). Ataque: Nital-2%.

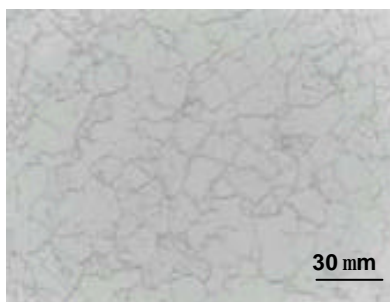


Figura 2 – Microscopia óptica (MO), mostrando a microestrutura do aço recozido. Ataque: Nital- 2%.

As micrografias das Fig.3, 4 e 5 mostram, respectivamente, os aços tratados nas condições A, B e C, atacadas com Nital. Observa-se que a morfologia básica produzida nos tratamentos térmicos é de uma matriz ferrítica (clara) com ilhas de segunda fase (escura), composta por bainita ou martensita. As micrografias das Fig. 6, 7 e 8 mostram, respectivamente, os aços nas condições A, B e C atacadas com metabissulfito de sódio visando ressaltar a austenita retida (clara).

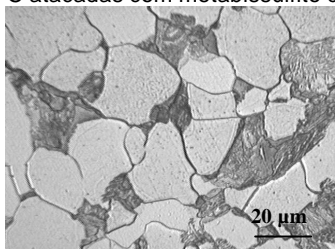


Figura 3 – Microscopia óptica (MO): aspecto geral da microestrutura do aço na condição A. Ataque – Nital - 3%.

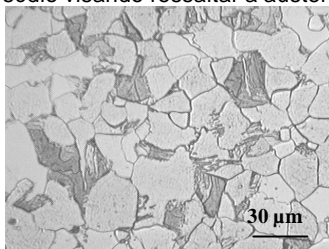


Figura 4 – Microscopia óptica (MO): aspecto geral da microestrutura do aço na condição B. Ataque – Nital - 3%.

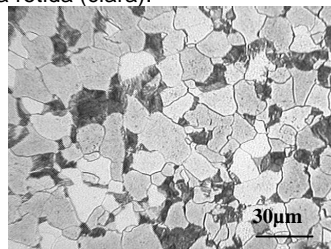


Figura 5 – Microscopia óptica (MO): aspecto geral da microestrutura do aço na condição C. Ataque – Nital - 3%.

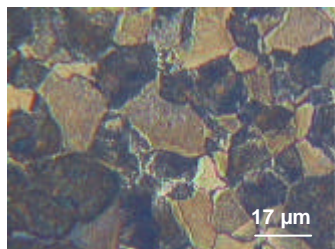


Figura 6 – Microscopia óptica (MO): destaca-se a austenita retida (clara). Aço na condição A. Ataque: metabissulfito de sódio - 10%.

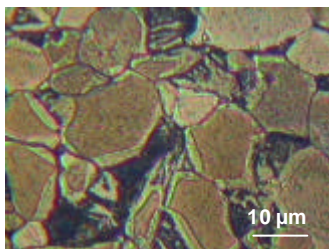


Figura 7 – Microscopia óptica (MO): destaca-se a austenita retida (clara). Aço na condição B. Ataque: metabissulfito de sódio - 10%.

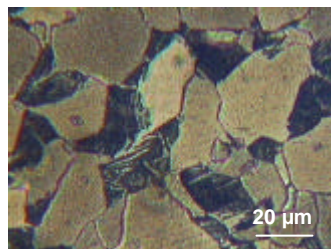


Figura 8 – Microscopia óptica (MO): destaca-se a austenita retida (clara). Aço na condição C. Ataque: metabissulfito de sódio - 10%.

As Fig. 9, 10 e 11 mostram as micrografias típicas das amostras A, B e C, atacadas com o reagente Le Pera modificado. A coloração azul corresponde à fase ferrítica, a coloração marrom à bainita e a branca ao constituinte MA (martensita + austenita retida).

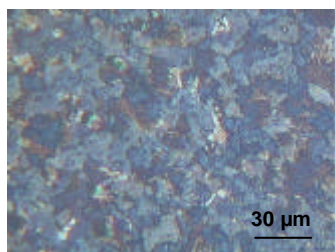


Figura 9 – Microscopia óptica (MO): mostrando as fases: ferrita (azul), bainita (marrom) e constituintes MA (branco). Aço na condição A. Ataque – Le Pera modificado.

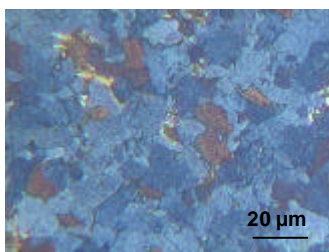


Figura 10 - Microscopia óptica (MO): mostrando as fases: ferrita (azul), bainita (marrom) e constituintes MA (branco). Aço na condição B. Ataque – Le Pera modificado.

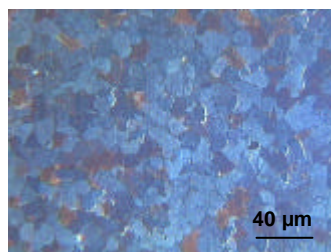


Figura 11 - Microscopia óptica (MO): mostrando as fases: ferrita (azul), bainita (marrom), constituintes MA (branco). Aço na condição C. Ataque – Le Pera modificado.

Através da análise por microscopia óptica das amostras atacadas é possível determinar as frações volumétricas das fases. A Tab.II mostra as frações volumétricas para cada um dos

tratamentos térmicos aplicados. A Tab.III apresenta as propriedades mecânicas em tração, observadas em cada uma das condições estudadas e o tamanho médio de grão para a fase ferrítica. Comparados com o aço na condição recozida, os tratamentos térmicos A, B e C aplicados melhoraram significativamente a resistência mecânica do aço. Apesar de ter ocorrido um aumento no tamanho de grão devido aos tratamentos térmicos intercríticos, a fração volumétrica da fase dura (martensita ou bainita) em torno de 25% e a morfologia, em forma de ilhas de bainita ou martensita distribuídas pela matriz ferrítica, mostraram-se adequadas para elevar os limites de escoamento e resistência do aço.

TABELA II – FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS FASES

Tratamento Térmico	Fração Volumétrica %								
	Bainita	$\bar{\sigma}$	Ferrita	$\bar{\sigma}$	Constituinte M.A.	$\bar{\sigma}$	Austenita Retida	$\bar{\sigma}$	Martensita (estimada)
A	16,8	2,3	69,5	3,6	13,7	2,1	6,0	1,6	7,7
B	24,6	2,6	68,4	3,0	7,0	1,7	5,2	1,1	1,8
C	27,2	3,1	65,9	1,9	6,9	2,2	4,7	1,2	2,2

O aço tratado na condição A, devido ao rápido resfriamento em água, apresenta maior fração volumétrica de martensita e, em consequência deste aumento, ocorre uma elevação nos limites de escoamento e resistência. Porém, este aumento vem acompanhado de uma redução na ductilidade. Resultados semelhantes são observados na tentativa de melhorar as propriedades mecânicas em aços, com mesmo teor de carbono, através da produção de granulação ultrafina⁽¹⁶⁾. A fração volumétrica de martensita na microestrutura dos aços nas condições B e C é pouco significativa. No entanto, há um aumento na fração volumétrica de bainita. Os aços nas condições B e C, apesar de não atingirem um limite de resistência tão elevado quanto o aço na condição A, apresentam uma ductilidade excelente, semelhante ao aço recozido, credenciando-os a uma série de aplicações industriais^(17,18).

TABELA III – PROPRIEDADES MECÂNICAS E TAMANHO DE GRÃO FERRÍTICO

Tratamento Térmico	(MPa)		(MPa)		(%)		S_e/S_t	Grão * Ferrítico (μm)
	Limite de Escoamento	$\bar{\sigma}$	Limite de Resistência	$\bar{\sigma}$	Alongamento	$\bar{\sigma}$		
Recozido	293	05	350	04	38	2	0,83	13,3
A	462	02	598	12	17	2	0,77	17,3
B	350	06	485	05	35	6	0,72	19,5
C	374	09	524	07	34	4	0,71	17,6

*Tamanho médio

CONCLUSÕES

1. A adaptação do reagente químico de Le Pera e os cuidados específicos no uso deste ataque químico permitiram quantificar as frações volumétricas de ferrita, bainita e constituintes MA (martensita + austenita retida).
2. As microestruturas com matriz ferrítica e ilhas de martensita ou bainita (aproximadamente 25%), formadas a partir dos tratamentos térmicos propostos, mostram-se eficazes para melhorar as propriedades mecânicas do aço estudado.
3. A presença de uma fração volumétrica (em torno de 8% de martensita e 17% de bainita) mostra-se adequada para melhorar a resistência em tração, porém acarreta uma redução na ductilidade.

4. A presença de uma fração volumétrica de bainita em torno de 26 % melhora as propriedades mecânicas em tração com a vantagem de manter uma excelente ductilidade.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP pelo apoio financeiro(proc. 00/01299-0), ao Departamento de Materiais da Faculdade de Engenharia Química de Lorena – FAENQUIL, ao Departamento de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – FEG – UNESP e ao Centro Tecnológico de Aeronáutica - CTA(Instituto Tecnológico de Aeronáutica e Instituto de Estudos Avançados).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Hayami, J., Furukawa, T., *Microalloying, Vanitech*, 1975, p.78-87.
2. Rashid, M.S., *Technical paper preprint 760206, Society of Automotive Engineers*, 1976.
3. Longo, W. P., Monteiro, S. N., *Metalurgia – ABM*, v.43, n.356, 1987, p.406-12.
4. Nolasco, C. A., *Metalurgia – ABM*, v.39, n.302, 1983, p.5-10.
5. Owen, W. S., *Metals Technology*, Jan. 1980, p.1-14.
6. Guimarães, J. R. C., Papaléo, R., *Metalurgia ABM*, v.37, n.288, 1981, p.617-622.
7. Takechi, H., *Int. J. of Vehicle Design*, v.11, n.1, 1990, p.3-17.
8. Baker T. J., *Metals and Materials*, dec., 1989, p.715-718.
9. Efimov, A. A., Fonshtein, N. M., Golovanenko, S. A., Kulesha, U. A., Zorina, O. Z., *Steel in the USSR*, v.18, 1988, p.514-515.
10. Trejo, D., Monteiro, P., Thomas, G., *Cement and Concrete Research*, v.24, n.7, 1994, p.1245-1254.
11. Gibb, W. R., Rigsbee, J. M., *Structure and properties of dual phase steel*, R. A., Kot, J. N. Morris, eds, TMS-AIME, Warrendale, 1979, p.91-114.
12. Zhonghua, L., Jiangbo, H., Yongan, W., Zhenbank, K., *Fatigue Fract. Engineering Materials Structure*, v.13, n.3, 1990, p.229-240.
13. Abdalla, A.J., Hashimoto, T.M., Moura Neto, C., Monteiro, W.A., *Proceedings of 8º Int.Fatigue Congress*, v.4, 2002, p.2263-2270.
14. Le Pera, F. S., *Journal of Metals*, 1980, p 38-39.
15. Girault, E., Jacques, P., Mols, K., Van Humb eeck, J., Aernoudt, E., DelannaY,F., *Materials Characterization*, v.40, 1998, p.111-118.
16. Viveiros, T.C., Santos, D.B., *Anais do 57º Congresso Internacional da ABM*, São Paulo, SP, 2002, p.1773-1783.
17. Cai, X. L. Feng, J., Owen, W. S., *Metallurgical Transactions A*, v.16 A, 1985, p.1405-1415.
18. Zhongguang, W., Guonan, W., Wei, K., Itaicaí, H., *Materials Science and Engineering*, 91, 1987, p.39-44.

MULTIPHASE STEELS: CHEMICAL ETCHINGS AND INFLUENCE OF THE PHASES

A. J. Abdalla¹; T. M. Hashimoto²; C. Moura Neto³; W. A. Monteiro⁴

Instituto de Estudos Avançados IEAv/CTA – Abdalla@ieav.cta.br
Rodovia dos Tamoios Km 5,5 - 12231-970 São José dos Campos – SP

¹*Instituto de Estudos Avançados - CTA / IEAv* ²*Universidade Estadual Paulista – UNESP*
³*Instituto Tec. Aeronáutica - CTA / ITA* ⁴*Instituto Pesq. Energéticas e Nucleares - IPEN*

ABSTRACT

This paper discusses the formation of microstructures with different volume fractions, as an outcome of a specific heat treatment, with the following phases: ferrite, martensite, bainite and retained austenite. For the microstructure characterization it is developed a chemical etching that allows distinguish the phases by optical microscopy. The evaluation of the mechanical properties is done based on results of the tensile tests. The experimental results show that appropriate heat treatments can contribute to a significant improvement of the mechanical properties of the steel. In this process it is essential to control fraction volume, morphology of the phases, and grain size.

Key-Words: multiphase steels, microstructure, chemical etching