



Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais



Dissertação de Mestrado

Rafaela Nepomuceno e Vidigal Ferreira

**INFLUÊNCIA DO ESTADO INICIAL E DOS PARÂMETROS DE  
PROCESSAMENTO NA MICROESTRUTURA E NO COMPORTAMENTO  
MECÂNICO DE UM AÇO ASSISTIDO PELO EFEITO TRIP APÓS  
PROCESSAMENTOS TÉRMICOS DIVERSOS**

**Belo Horizonte  
Dezembro de 2018**

Rafaela Nepomuceno e Vidigal Ferreira

**Influência do estado inicial e dos parâmetros de processamento na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço assistido pelo efeito TRIP após processamentos térmicos diversos**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Carballo Siqueira Corrêa

Co-Orientador: Prof. Dr. Wellington Lopes

Belo Horizonte  
Dezembro de 2018

F383i Ferreira, Rafaela Nepomuceno e Vidigal.  
Influência do estado inicial e dos parâmetros de processamento na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço assistido pelo efeito TRIP após processamentos térmicos diversos / Rafaela Nepomuceno e Vidigal Ferreira. - 2018.  
183 f. : il., fotos, grafs.  
Orientadora: Elaine Carballo Siqueira Corrêa.  
Coorientador: Wellington Lopes.  
Dissertação (mestrado) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2018.  
Bibliografia.

1. Aço de alta resistência. 2. Tratamento térmico. 3. Morfologia. 4. Aço - Propriedades mecânicas. I. Corrêa, Elaine Carballo Siqueira. II. Lopes, Wellington. III. Título.

CDD: 620.11233



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

*DISSERTAÇÃO DE MESTRADO*  
*“INFLUÊNCIA DO ESTADO INICIAL E DOS*  
*PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO NA*  
*MICROESTRUTURA E NO COMPORTAMENTO*  
*MECÂNICO DE UM AÇO ASSITIDO PELO EFEITO TRIP*  
*APÓS PROCESSAMENTOS TÉRMICOS DIVERSOS”*

Autora: Rafaela Nepomuceno e Vidigal Ferreira

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Carballo Siqueira Corrêa

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Carballo Siqueira Corrêa (ORIENTADORA)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Wellington Lopes (COORIENTADOR)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Cláudio Turani Vaz  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Teresa Paulino Aguiar  
Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

Belo Horizonte, 06 de Dezembro de 2018.

Dedico este trabalho aos meus pais, em especial a minha mãe, exemplo de amor e persistência, por sempre acreditar nos meus sonhos.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus, pela dádiva da vida, por ter guiado meus caminhos e me dado forças para seguir com meus objetivos e enfrentar os obstáculos. Companhia de todos os momentos, suporte para minhas aflições, dificuldades e alegrias.

Aos meus pais, Eliane e Mauro, por terem me criado com tanto amor e dedicação, pelos abraços, sorrisos, pelas sábias palavras e conselhos que me incentivam a buscar o meu melhor e nunca desistir dos sonhos. Às minhas irmãs, Gabi e Bruninha, amigas confidentes pelos momentos de descontração, conforto e amor.

Agradeço ao Thales, meu marido e melhor amigo, pela amizade, força e companheirismo de todos os dias, tornando meus dias mais leves e preenchidos de amor. Agradeço também a Gilma, Horácio e Thaís por todo carinho e atenção.

Agradeço a minha querida orientadora, Professora Elaine Carballo, por todo ensinamento compartilhado, direcionamento, paciência, carinho e dedicação durante todo esse tempo.

Ao meu coorientador Professor Wellington Lopes pela disponibilidade em ajudar e palavras de conforto.

Agradeço a minha amiga, Cintia Briseno, pela alegria, incentivo e convívio diário, além de toda disponibilidade para me ajudar.

Às minhas amigas Maria Clara, Gabriela e Ana Letícia pela amizade de sempre e pelos momentos de descontração.

Agradeço aos colegas do Laboratório de Metalografia, em particular, Ana Clara Pereira, Eduardo Dias, Karolinne Sousa e Bárbara Andrade pelo auxílio na preparação das amostras e por serem tão atenciosos para comigo. Agradeço também aos colegas Nayara Neres, Daiane Resende, Marcelo Fonseca, Giovanna Costa, Bruna Santos, Isabela Alencar e Rafael Guimarães pelo convívio e companhia agradável.

À equipe do Departamento de Engenharia de Materiais, em especial a: Caroline Fernandes, Dayane Aparecida, Maria Helena e Karine Fontes pela disponibilidade e boa vontade de sempre em ajudar.

Agradeço aos técnicos Geraldo Oliveira e Carlos Alberto por toda presteza e auxílio no corte das chapas. Ao Engenheiro Valdecir Siqueira pela disponibilidade e suporte na execução dos tratamentos térmicos.

À equipe do laboratório de Caracterização e Microscopia pela delicadeza e paciência na realização dos ensaios de difração de raios X e ao Professor Paulo Paiva pela disponibilidade e ensinamentos acerca do software GSAS.

Ao Centro de Microscopia e ao técnico Marcelo Cruz pela realização dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura.

Agradeço ao Professor Dagoberto Brandão da UFMG por disponibilizar o uso do software *ThermoCalc*.

Agradeço ao Professor Ernane Rodrigues, Professor Carlos Santos, Professora Aline Magalhães e Professora Suzanny pelas conversas agradáveis e pela disponibilidade.

Aos meus colegas de mestrado, André Liboreiro, Engenheiro Conrado, Darlan Vale, Daniel Angelis e Bárbara Pena por compartilharem a caminhada do mestrado e pelos momentos de descontração.

Agradeço à CAPES pela concessão da bolsa de pesquisa.

E por fim, mas não menos importante, agradeço ao CEFET-MG por ter me recebido de braços abertos e por fazer parte da minha vida, atuando como um divisor de águas. Tenho muita gratidão e carinho pela instituição.

## RESUMO

A busca por avanços em termos de preservação ambiental e segurança tem levado as indústrias automobilísticas a pesquisarem soluções que associem maior eficiência de motores, melhor aerodinâmica e diminuição do peso do veículo. Nesse contexto, os aços TRIP destacam-se por oferecem elevada resistência mecânica e boa conformabilidade e assim proporcionarem a utilização de chapas de menor espessura com maior resistência mecânica. Os aços TRIP apresentam como característica principal o fenômeno de plasticidade induzida por transformação de fase, consequência da transformação de austenita retida em martensita durante a deformação. Porém, apenas os efeitos da transformação martensítica não garantem as propriedades mecânicas que os aços TRIP possuem. Trata-se de um conjunto de fatores, por exemplo a presença de várias fases influencia diretamente nas propriedades mecânicas devido aos processos de endurecimento. Por isso, torna-se complexo estabelecer relações diretas das fases com as propriedades mecânicas. O objetivo deste trabalho foi analisar os efeitos da microestrutura inicial e dos parâmetros do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço TRIP, por meio de caracterizações microestrutural e mecânica. As análises foram feitas em termos de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X, ensaios de dureza, ensaios de tração e análise do encruamento por diferentes métodos. Foi observado que a microestrutura e as propriedades mecânicas foram mais influenciadas pelos efeitos do tempo de austêmpera e da microestrutura inicial. Em adição, foi observado que as condições com estrutura inicial martensítica austemperadas a 400°C, de um modo geral, apresentaram melhor desempenho, uma vez que correspondem as condições com austenita retida mais estável e com maior ganho de propriedades mecânicas.

Palavras-chave: Aços TRIP; tratamento térmico; morfologia; propriedades mecânicas.

## ABSTRACT

The quest for advances in environmental preservation and safety has led the automotive industry to research solutions that combine higher engine efficiency, better aerodynamics and reduced vehicle weight. In this context, TRIP steels stand out because they offer high mechanical strength and good formability, thus providing the use of thinner sheets with higher mechanical strength. The main characteristic of TRIP steels is the phenomenon of plasticity induced by phase transformation, as a consequence of the transformation of austenite retained in martensite during deformation. However, only the effects of martensitic transformation do not guarantee the mechanical properties of TRIP steels. It is a set of factors, for example the presence of several phases influences directly on the mechanical properties due to the hardening processes. Therefore, it becomes complex to establish direct relations of the phases with the mechanical properties. The objective of this work was to analyze the effects of heat treatment parameters on the microstructure and mechanical properties of a TRIP steel, through a microstructural and mechanical characterization. Analysis were conducted in terms of optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, hardness tests, tensile tests and analyzes concerning the work hardening behavior of the material by different methods. In conclusion, it was observed that the microstructure and the mechanical properties were more influenced by the effects of austempering time and the initial microstructure. In addition, it was observed that the conditions with martensitic initial structure austempered at 400°C, in general, presented better performance, since they correspond to the conditions with retained austenite more stable and with greatest gain of mechanical properties.

Keywords: TRIP steels, heat treatment, morphology, mechanical properties.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Aplicação de aços avançados na estrutura do carro.....	21
Figura 3.1 - Relação entre ductilidade e resistência mecânica dos aços.....	25
Figura 3.2 - Curvas tensão-deformação para aços HSLA, DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 350 MPa.....	27
Figura 3.3 – Representação da microestrutura multiconstituída nos aços TRIP.....	29
Figura 3.4 – Exemplos de micrografias (MO) de aços TRIP obtidas por diferentes ataques químicos.....	29
Figura 3.5 – Tratamento térmico típico de duas etapas aplicado na produção de aços com efeito TRIP sobreposto em um diagrama de fases gerado no software ThermoCalc para um aço de composição C-1,5%Mn-1,5%Si.....	30
Figura 3.6 – Caminhos de processamento aplicados a aços TRIP.....	31
Figura 3.7 – Diagrama de fases metaestável e curva de fração dos elementos C, Mn e Si e fração volumétrica de austenita em função da temperatura para um aço 0,32%C-1,42%Mn-1,56%Si. ....	33
Figura 3.8 – Desenvolvimento da microestrutura ao longo do tratamento térmico.....	34
Figura 3.9 - Microestrutura (MO) do aço 0,27%C-2,00%Si-1,60%Mn antes e após processamento térmico.....	35
Figura 3.10 – Microestruturas de aços com efeito TRIP com diferentes matrizes.....	36
Figura 3.11 – Rotas térmicas utilizadas para produzir aços TRIP com diferentes matrizes.....	37
Figura 3.12 – Microestruturas (MO) de aços assistidos por efeito TRIP obtidas por diferentes processamentos térmicos.....	37
Figura 3.13 – Microestruturas (MO) obtidas para diferentes temperaturas de austêmpera.....	38
Figura 3.14 – Microestruturas (MEV) para diferentes temperaturas de austêmpera.....	38
Figura 3.15 – Teor de carbono e fração volumétrica da austenita retida em função da temperatura da etapa de austêmpera aplicada em um aço 0,2%C-2%Si-1,8%Mn.....	39
Figura 3.16 – Microestruturas (MEV) do aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamento considerando temperaturas de austenitização distintas para amostras TFP.....	40

Figura 3.17 – Microestruturas (MEV) do aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamento considerando temperaturas de austenitização distintas para amostras TMR.....	41
Figura 3.18 – Esquema do tratamento térmico e evolução da microestrutura em estágios de um aço 0,2%C-1,5%Si-1,5%Mn-0,05%Nb.....	43
Figura 3.19 – Microestruturas (MET) do aço 0,2%C-0,5%Si-1,5%Mn-1,3%Al com estrutura martensítica.....	44
Figura 3.20 – Mudança de estrutura cristalina relacionada a transformação martensítica.....	45
Figura 3.21 – Mudança de estrutura cristalina relacionada a transformação martensítica.....	45
Figura 3.22 – Mecanismo do efeito TRIP e morfologia da austenita retida.....	46
Figura 3.23 – Variação da energia livre associada a transformação martensítica.....	47
Figura 3.24 – Esquema da influência da tensão aplicada nos mecanismos de transformação martensítica em função da temperatura.....	49
Figura 3.25 – Construção da curva T0 no diagrama de fase Fe-C.....	51
Figura 3.26 – Crescimento e desenvolvimento da bainita superior e bainita inferior.....	52
Figura 3.27 – Fração volumétrica dos constituintes em função do tempo da transformação bainítica para os aços Si1 e Al1 com efeito TRIP.....	56
Figura 3.28 - Curvas tensão-deformação para aços DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 600 MPa.....	57
Figura 3.29 – Curvas expoente de encruamento instantâneo em função da deformação verdadeira para aços DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 780 MPa.....	58
Figura 3.30 – Dependência das propriedades mecânicas em relação a austenita retida, relação entre o alongamento uniforme e total e a fração volumétrica de austenita retida para um aço TRIP 0,2%C-5,0%Mn.....	60
Figura 3.31 – Curva tensão-deformação e variação no coeficiente instantâneo de encruamento em função da deformação verdadeira para microestrutura equiaxial e lamelar com transformação bainítica a 450°C por 100 segundos.....	61
Figura 3.32 – Propriedades mecânicas em função da temperatura para aços TMR e TFP.....	62
Figura 3.33 – Energia absorvida, em vários níveis de deformação de um aço 0,16C-1,5Mn-1,53Si.....	63
Figura 4.1 – Principais etapas do trabalho.....	64

Figura 4.2 – Principais etapas relacionadas a caracterização das amostras.....	65
Figura 4.3 – Corpo de prova empregado na realização dos tratamentos térmicos.....	66
Figura 4.4 – Representação esquemática do corpo de prova empregado na realização do ensaio de tração.....	67
Figura 4.5 – Amostra para caracterização microestrutural.....	67
Figura 4.6 – Análise termodinâmica do aço investigado 0,23%C-1,71%Mn-1,59%Si (% em peso com o auxílio do software <i>Thermo-Calc</i> .....	68
Figura 4.7 – Diagrama fração molar das fases constituintes no equilíbrio para um aço 0,23%C-1,71%Mn-1,59%Si.....	69
Figura 4.8 – Diagrama TTT para o aço investigado.....	70
Figura 4.9 – Esquema dos tratamentos térmicos aplicados no aço investigado.....	71
Figura 4.10 – Representação da rede sobre a micrografia para análise semiquantitativa de constituintes pelo método de contagem de pontos.....	75
Figura 4.11 – Representação de um difratograma após refinamento de Rietveld.....	77
Figura 4.12 – Indentação utilizados para análise de dureza Vickers.....	78
Figura 4.13 – Método de obtenção do expoente de encruamento a partir da curva tensão <i>versus</i> deformação real.....	80
Figura 4.14 – Método de obtenção do expoente de encruamento a partir da curva tensão <i>versus</i> deformação real com dois estágios.....	81
Figura 4.15 – Método de obtenção da taxa de encruamento a partir da curva tensão <i>versus</i> deformação real com aplicação do método de suavização.....	82
Figura 4.16 – Método de obtenção do expoente de encruamento instantâneo a partir da curva tensão <i>versus</i> deformação real.....	84
Figura 5.1 – Microestrutura das condições iniciais.....	87
Figura 5.2 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 45s e resfriamento brusco.....	88
Figura 5.3 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 90s e resfriamento brusco.....	89
Figura 5.4 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 360s e resfriamento brusco.....	90
Figura 5.5 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 1080s e resfriamento brusco.....	91
Figura 5.6 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 45s e resfriamento brusco.....	92

Figura 5.7 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 90s e resfriamento brusco.....	93
Figura 5.8 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 360s e resfriamento brusco.....	94
Figura 5.9 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 1080s e resfriamento brusco.....	95
Figura 5.10 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 45s e resfriamento brusco.....	96
Figura 5.11 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 90s e resfriamento brusco.....	97
Figura 5.12 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 360s e resfriamento brusco.....	98
Figura 5.13 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 1080s e resfriamento brusco.....	99
Figura 5.14 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 45s e resfriamento brusco.....	100
Figura 5.15 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 90s e resfriamento brusco.....	101
Figura 5.16 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 360s e resfriamento brusco.....	102
Figura 5.17 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 1080s e resfriamento brusco.....	103
Figura 5.18 – Microestrutura de um aço 0,2%C-3,51%Mn-1,52%Si-0,25%Mo-0,04%Al submetido ao tratamento de recozimento intercrítico seguido de austêmpera, sendo esta última por um tempo de encharque longo, 3600s.....	106
Figura 5.19 – Microestruturas das amostras submetidas a aquecimento intercrítico a 760°C e austêmpera a 400°C em função do tempo.....	109
Figura 5.20 – Microestruturas das amostras submetidas a aquecimento intercrítico a 760°C e austêmpera a 450°C em função do tempo.....	110
Figura 5.21 – Microestruturas das amostras submetidas a têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C em função do tempo.....	111
Figura 5.22 – Microestruturas das amostras submetidas a têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C em função do tempo.....	112

Figura 5.23 – Variação da fração dos constituintes em função do tempo de austêmpera para as amostras EIC submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.....	113
Figura 5.24 – Variação da fração dos constituintes em função do tempo de austêmpera para as amostras EIM submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.....	114
Figura 5.25 – Variação da fração volumétrica do constituinte bainita em função da temperatura e tempo de austêmpera obtida por meio do diagrama TTT simulado no software <i>Thermo-Calc</i> .....	115
Figura 5.26 – Difratogramas das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C.....	118
Figura 5.27 – Difratogramas das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C.....	119
Figura 5.28 – Difratogramas das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C.....	120
Figura 5.29 – Difratogramas das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C.....	121
Figura 5.30 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do tempo de austêmpera para as amostras com EIC submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.....	123
Figura 5.31 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do tempo de austêmpera para as amostras com EIM submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.....	123
Figura 5.32 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do teor de carbono para amostras TMR e TFP.....	125
Figura 5.33 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do teor de carbono para amostras com estado inicial equiaxial e lamelar..	126
Figura 5.34 – Dureza média e desvio padrão de amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e tempo de transformação bainítica.....	127
Figura 5.35 – Dureza média e desvio padrão de amostras austemperadas em função do estado inicial, temperado e convencional, e tempo de transformação bainítica.....	129

Figura 5.36 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera 400°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIC2,3,4,5).....	131
Figura 5.37 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera 450°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIC6,7,8,9).....	133
Figura 5.38 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera 400°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIM 2,3,4,5).....	135
Figura 5.39 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera 450°C e diferentes tempos de transformação bainítica(EIM 6,7,8, 9).....	137
Figura 5.40 – Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU%) das amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	139
Figura 5.41 – Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU%) das amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	141
Figura 5.42 – Picos de ferrita para aços C, F e H.....	143
Figura 5.43 – Expoente de encruamento versus tempo de austêmpera de amostras austemperadas a 400°C e 450°C com EIC e EIM.....	144
Figura 5.44 – Expoente de encruamento versus tempo de austêmpera de amostras austemperadas a 400°C e 450°C com EIC e EIM.....	145
Figura 5.45 – Curvas taxas de encruamento versus deformação real das amostras com EIC em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	147
Figura 5.46 – Curvas taxas de encruamento versus deformação real das amostras com EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	147
Figura 5.47 – Variações na taxa de encruamento e no percentual de austenita retida em função da deformação real.....	149
Figura 5.48 – Expoente de encruamento instantâneo versus deformação real das amostras com EIC em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	150

Figura 5.49 – Expoente de encruamento instantâneo versus deformação real das amostras com EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.....	150
Figura 5.50 – Variações na taxa de encruamento e no percentual de austenita retida em função da deformação real.....	153
Figura 5.51 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C por diferentes tempos.....	154
Figura 5.52 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C por diferentes tempos.....	155
Figura 5.53 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C por diferentes tempos.....	156
Figura 5.54 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C por diferentes tempos.....	157

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono da austenita retida de um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamentos térmicos característicos de estrutura PF produzidos com diferentes temperaturas de austenitização.....	42
Tabela 3.2 - Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono da austenita retida de um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamentos térmicos característicos de estrutura MR produzidos com diferentes temperaturas de austenitização.....	42
Tabela 4.1 – Composição química (%p) do aço no estado inicial.....	66
Tabela 4.2 – Valores das temperaturas Ac1, Ac3, Mi e Bi para o aço Fe- C-Mn-Si.....	70
Tabela 4.3 – Rota térmica aplicada na amostra AM1.....	71
Tabela 4.4 – Rota térmica aplicada na amostra AM18. ....	71
Tabela 4.5 – Rota térmica aplicada as amostras EIC-2 a EIC-8. ....	72
Tabela 4.6 – Rota térmica aplicada às amostras EIM-2 a EIM-9.....	72
Tabela 4.7 – Composição dos reagentes químicos empregados nos reagentes.....	73
Tabela 4.8 – Composição química (%p) do aço no estado inicial.....	86
Tabela 5.1 – Resumo dos valores médios amostrais das propriedades mecânicas do grupo com EIC submetido a austêmpera a 400°C.....	132
Tabela 5.2 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente, com EIC austemperadas a 450°C.....	134
Tabela 5.3 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente com EIM austemperadas a 400°C. ....	136
Tabela 5.4 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente com EIM austemperadas a 450°C. ....	138
Tabela 5.5 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIC submetido à austêmpera a 400°C. ....	155
Tabela 5.6 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIC submetido à austêmpera a 450°C. ....	156
Tabela 5.7 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIM submetido à austêmpera a 400°C. ....	157
Tabela 5.8 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIM submetido à austêmpera a 450°C.....	158

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- AHSS – Aços avançados de alta resistência (*Advanced High Strength Steel*)
- ASTM – *American Society for Testing and Materials*
- CCC – cúbico de corpo centrado
- CFC – cúbico de face centrada
- CP – Aços de fases complexas (*Complex Phase*)
- DP – Aços bifásicos (*Dual Phase*)
- DRX – Difração de raios X
- FB – Aços ferríticos-bainíticos (*Ferritic-Bainitic*)
- GOF – Parâmetro estatístico da qualidade de refinamento (*Goodness of Fitting - X<sup>2</sup>*)
- GSAS - *General Structure Analysis System*
- HSLA – Aços de alta resistência e baixa liga (*High-Strength Low-Alloy Steel*)
- HSS – Aços de alta resistência (*High Strength Steel*)
- IBT – Transformação bainítica isotérmica (*Isothermal bainitic transformation*)
- ICDD - *International Centre for Diffraction Data*
- JCPDS – *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*
- MART - Aços martensíticos (*Martensitic*)
- MEV – Microscopia eletrônica de varredura
- MO – Microscópio óptico
- Q & P - Têmpera e Partição (*Quenching and Partitioning*)
- QT – Temperatura de têmpera (*Quenching Temperature*)
- TRIP – Transformação induzida por deformação (*Transformation Induced Plasticity*)
- TTT – Tempo - temperatura – transformação (*Time - temperature - transformation*)
- TWIP – Transformação induzida por maclação (*Twinning Induced Plasticity*)
- UTS – Limite de resistência a tração (*Ultimate tensile strength*)
- UHSS - Aços ultra avançados de alta resistência (*ultra high strength steels*)
- Wt% - peso percentual (*weight percent*)

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$  - Ferrita

$\gamma$  - Austenita

$\varepsilon$  - Deformação verdadeira

$e$  - Deformação convencional

$\eta$  - Taxa de encruamento

$\sigma$  - Tensão verdadeira

$T$  - Tensão convencional

Ac1 - Temperatura de início de formação de austenita durante aquecimento

Ac3 - Temperatura de fim de formação de austenita durante aquecimento

$a_\gamma$  - Parâmetro de rede calculado

$B_i$  - Temperatura de início de formação de bainita durante resfriamento

$M_i$  - Temperatura de início de formação de martensita durante resfriamento

$T_A$  - Temperatura de austenitização

$T_0$  - Temperatura na qual a energia livre de Gibbs da austenita é igual a da martensita

$T_{IA}$  - Temperatura de recozimento intercrítico

$t_{IA}$  - Tempo de recozimento intercrítico

$T_{IB}$  - Temperatura de transformação bainítica

$t_{IB}$  - Tempo de transformação bainítica

$T_N$  - Temperatura de normalização

$t_N$  - Tempo de normalização

$Fe_3C$  - Cementita

$M_7C_3$  - Carboneto

MA – Constituinte martensita / austenita retida

P - Perlita

B - Bainita

LE - Limite de escoamento

LR - Limite de resistência à tração

$R_{wp}$  – Índice estatístico de perfil ponderado (*weight R value*)

$\Delta G$  - Termo genérico que representa força motriz

$\Delta G_{M_s}^{\gamma-\alpha'}$  - Força motriz necessária para que ocorra transformação martensítica

$U'$  - Força motriz mecânica

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	21
2. OBJETIVOS .....	23
2.1 Objetivo Geral .....	23
2.2 Objetivos Específicos.....	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	24
3.1 Aços avançados de alta resistência (AHSS).....	24
3.2 Microestrutura e processamento dos aços com efeito TRIP .....	28
3.3 Microestruturas alternativas .....	35
3.4 Mecanismos de transformação de fase .....	44
3.4.1 Transformação martensítica induzida por deformação e martensita.....	44
3.4.2 Transformação bainítica e austenita retida .....	50
3.5 Influência dos elementos de liga na obtenção de austenita retida.....	53
3.6 Propriedades mecânicas dos aços assistidos pelo efeito TRIP com diferentes microestruturas .....	57
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	64
4.1 Materiais .....	65
4.2 Preparação dos corpos de prova.....	66
4.3 Processamento térmico .....	68
4.4 Caracterização microestrutural .....	72
4.4.1 Análise semiquantitativa dos constituintes .....	74
4.4.2 Análise quantitativa da austenita retida.....	76
4.5 Caracterização mecânica .....	77
4.5.1 Ensaio de dureza Vickers.....	77
4.5.2 Ensaio de tração .....	78
4.5.3 Análise de encruamento.....	79
4.6 Tratamento estatístico dos dados.....	85

5. RESULTADOS .....	87
5.1 Caracterização microestrutural .....	87
5.1.1 Microscopia óptica.....	87
5.1.2 Análise semiquantitativa dos constituintes .....	113
5.1.3 Análises por difração de raios X.....	118
5.2 Análise das propriedades mecânicas .....	127
5.3.1 Ensaio de dureza .....	127
5.3.2 – Ensaio de tração .....	130
5.3.3 Análise de encruamento.....	144
6. CONCLUSÕES .....	159
REFERÊNCIAS .....	161
ANEXO 1 – Teste de equivalência dados de dureza – <i>t-Student</i> .....	166
ANEXO 2 – Análises estatísticas do ensaio de dureza .....	168
ANEXO 3 – Análises estatísticas das propriedades mecânicas, LE .....	172
ANEXO 4 – Análises estatísticas das propriedades mecânicas, LRT .....	176
ANEXO 5 – Valores médios de expoente de encruamento e fator de correlação para análise de encruamento para um e dois estágios de encruamento .....	180

## 1. INTRODUÇÃO

Ao longo dos anos, houve um aumento no nível de conforto, segurança e comodidade no automóvel, o que levou a um aumento no peso total do veículo. Resultando em um maior consumo de combustível e assim maior emissão de poluentes. A fim de reduzir o impacto ambiental devido ao crescente número de veículos, muitas diretrizes governamentais têm sido implantadas com o objetivo de reduzir o consumo de combustível (DABBOUSSI; NEMES, 2013; BHATTACHARYA, 2014; LIANG *et al.*, 2017). Uma das possíveis soluções consiste em reduzir o peso do veículo por meio da utilização de aços avançados de elevada resistência mecânica (AHSS). Esses aços apresentam propriedades superiores aos aços convencionais, permitindo assim a utilização de chapas de menor espessura, o que resulta em uma redução no peso das peças sem que ocorra perda de suas propriedades originais e, assim, menor consumo de combustível e danos ao meio ambiente (GRAJCAR *et al.*, 2014; GRONOJASTK; NIECHAJOWICZ; POLAR, 2010).

Neste contexto, para a produção de componentes estruturais internos de veículos, representados na figura 1.1, que estão associados a proteção do compartimento dos passageiros, são necessários materiais que associem elevada resistência mecânica e alto potencial de absorção de energia que em uma eventual colisão corresponde a deformação (ENNIS *et al.*, 2017 HUYGHE *et al.*, 2017).

**Figura 1.1 – Aplicação de aços avançados na estrutura do carro.**



Fonte: ASGHARI; ZAREI-HANZAKI; ESKANDARI, 2013. (Adaptado)

Os aços TRIP ou aços assistidos pelo efeito TRIP, que fazem parte da família AHSS, têm ganhado destaque em aplicações automotivas, devido à excelente combinação de resistência mecânica e conformabilidade. O efeito TRIP é caracterizado pela ocorrência de transformação de fase induzida pela plasticidade, ou

seja, é baseado na transformação da austenita retida, obtida por processamento térmico ou termomecânico anterior, em martensita durante a deformação plástica. Esse fenômeno tem por consequência a elevação da taxa de encruamento do material que, por sua vez, retarda o início da estricção, aumentando a capacidade de deformação uniforme, significando, portanto: resistência, ductilidade e tenacidade (FU *et al.*, 2014, SHEN *et al.*, 2015).

Em adição à transformação da austenita metaestável em martensita, as propriedades mecânicas dos aços TRIP são atribuídas à microestrutura multiconstituída e ao fenômeno de transformação bainítica. A microestrutura obtida pelo processamento convencional de duas etapas dessas ligas (aquecimento intercrítico seguido de austêmpera e resfriamento brusco) é composta de ferrita, austenita retida dispersa como ilhas na matriz ferrítica, bainita e/ou ferrita bainítica e, ocasionalmente, pequenas porções de martensita. A boa ductilidade é associada tanto à ferrita quanto ao efeito TRIP, enquanto a resistência mecânica é proveniente da bainita e da "recém" transformada martensita (LIANG *et al.*, 2017; CAI *et al.*, 2016).

Durante a produção da microestrutura multiconstituída, na etapa de austêmpera, o processo de transformação da austenita em bainita está intimamente associado à estabilização da austenita retida em termos de fração volumétrica, teor de carbono e tamanho. Essa estabilidade resulta em frações volumétricas mais significativas de austenita retida ao final do tratamento, à temperatura ambiente, essencial para que ocorra o efeito TRIP (Li *et al.*, 2012; TAKAHASHI, 2004).

Diversos tipos de processamento têm sido desenvolvidos para a obtenção de austenita retida mais estável associada a melhores respostas em termos de conformabilidade. Um desses métodos consiste em um processamento de três estágios no qual é incluída uma etapa de austenitização seguida de têmpera anterior ao tratamento térmico convencional de obtenção de aços TRIP. Esse processamento resulta em uma microestrutura de ripas de martensita como matriz e constituintes secundários: austenita retida na forma de filmes dispersos ou em bloco assim como bainita (SUGIMOTO, 2016; MUKHERJEE *et al.*, 2006; ZHAO *et al.*, 2014). Nesse contexto, a proposta do presente trabalho de pesquisa foi avaliar os efeitos da microestrutura inicial e dos parâmetros do processamento térmico na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço baixo teor de carbono com potencial para obtenção de estrutura multiconstituída e ocorrência de efeito TRIP para aplicação na indústria automobilística.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Analisar os efeitos da microestrutura inicial e dos parâmetros do processamento térmico na microestrutura e no comportamento mecânico de um aço baixo teor de carbono com potencial para obtenção de estrutura multiconstituída e ocorrência de efeito TRIP.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Avaliar os efeitos da temperatura e tempo de austêmpera na microestrutura desenvolvida de aços assistidos pelo efeito TRIP por meio da análise qualitativa e semiquantitativa dos constituintes presentes.
- Avaliar a influência dos parâmetros de tratamento térmico nas propriedades mecânicas do aço TRIP por meio dos ensaios de dureza e tração.
- Analisar os efeitos das condições de processamento no comportamento mecânico do material por meio da avaliação da capacidade de encruamento desse, conduzida por diferentes técnicas.
- Verificar os efeitos da microestrutura inicial, anterior ao ciclo térmico aquecimento intercrítico – austêmpera – resfriamento brusco nos resultados em geral.
- Determinar as condições do tratamento térmico que fornecem melhor combinação de propriedades para aplicação na indústria automobilística.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Aços avançados de alta resistência (AHSS)

Ao longo dos anos, as ligas ferrosas permanecem como principal matéria prima na indústria automotiva, devido a diversos fatores, como estabilidade, custo, durabilidade e versatilidade em torno da escolha da resistência mecânica e conformabilidade em função da aplicação necessária. Em relação à área automobilística, especificadamente, são observadas vantagens como boa ductilidade, meios de obtenção de matéria prima estáveis, boa resistência à corrosão por meio de revestimentos, fácil reutilização e boa absorção de energia em situações de impacto (SINGTH, 2016; DABBOUSSI; NEMES, 2013; GAN *et al.*, 2011; OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007).

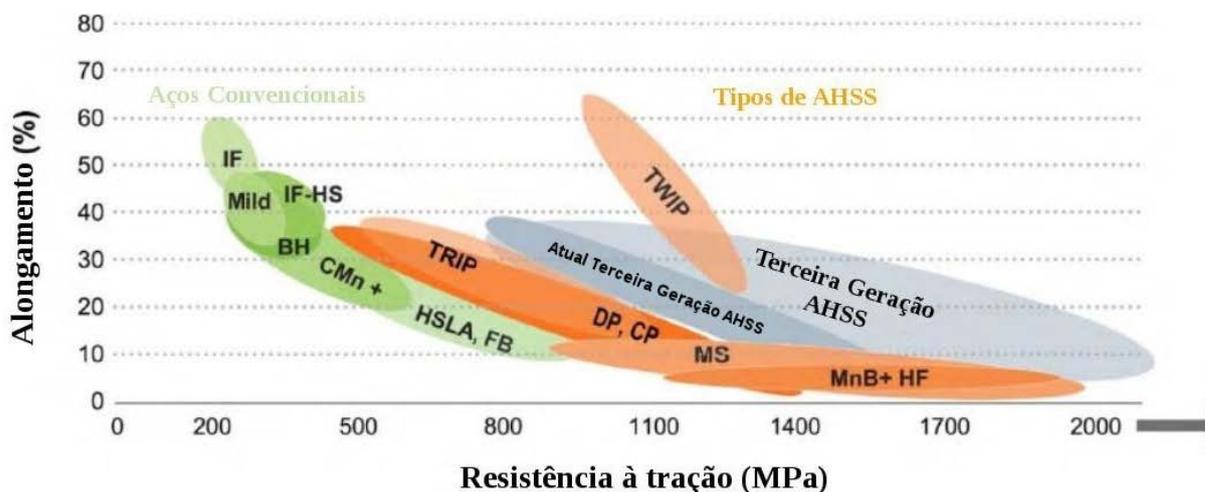
Por outro lado, tanto os aços como os ferros fundidos são materiais com elevada densidade, se comparados aos materiais emergentes, e de fácil corrosão, se não protegidos por algum tipo de revestimento. Em busca de economia de combustível e redução na emissão de poluentes, os fabricantes de automóveis e, conseqüentemente, a indústria siderúrgica, viram-se diante da necessidade de diminuir o peso dos componentes que, para o caso de peças produzidas a partir de chapas, significou reduzir a espessura dessas (BHATTACHARYA, 2014). Diante disso, houve um crescimento acentuado do uso de aços mais diversificados, implementando mais aditivos e intervenções tecnológicas no processo de produção com o objetivo de alcançar melhores propriedades mecânicas (ENNIS *et al.*, 2017; SINGTH, 2016).

Nesse contexto, foram desenvolvidas novas gerações de aços que podem ser classificadas de diferentes formas. Um dos métodos de classificação baseia-se na faixa de limite de escoamento, uma vez que os aços possuem mesma densidade e módulo de elasticidade, dos quais, aços com tensão inferior a 210 MPa são denominados aços convencionais, entre 210 MPa e 550 MPa são classificados como aços de alta resistência (*high strength steels* - HSS) e, acima desse valor, aços de ultra/alta resistência (*ultra/advanced high strength steels* - UHSS ou AHSS) (AUTOSTEEL, 2017; SINGTH, 2016).

Na figura 3.1, está representado um diagrama que ilustra a classificação dos aços baixo carbono quanto às suas propriedades mecânicas (ductilidade e

resistência) por meio da relação entre o alongamento percentual e o limite de resistência, exibindo dados observados em aços convencionais e em aços avançados de alta resistência (AUTOSTEEL, 2017).

Figura 3.1 - Relação entre ductilidade e resistência mecânica dos aços.



Aços: IF – livre de intersticiais, IF-HS – livre de intersticiais de alta resistência, BH – endurecíveis pela cura da pintura, CMn – ligado ao manganês, HSLA – alta resistência e baixa liga, FB - ferríticos-bainíticos, DP – bifásicos, CP - de fases complexas, TWIP - aços com plasticidade induzida por maclação, TRIP - com transformação induzida por deformação plástica.

Fonte: AUTOSTEEL, 2017. (Traduzido)

A classe de aços AHSS apresenta, a princípio, elevada resistência mecânica atrelada a uma boa conformabilidade sem afetar a ductilidade e a resistência ao impacto. Dessa forma, estes aços são materiais complexos, que possuem composição química selecionada criteriosamente e microestruturas multiconstituídas obtidas a partir de processos controlados de aquecimento e resfriamento. São aços bifásicos ou multifásicos, que podem conter em sua microestrutura: ferrita, martensita, bainita e austenita retida, em função dos elementos de liga e das características das operações de fabricação utilizadas em sua produção (GRONOJASTK; NIECHAJOWICZ; POLAR, 2010; SHEN *et al.*, 2015).

Fazem parte da família de aços avançados de alta resistência: os aços bifásicos (*dual phase* - DP), aços martensíticos (*martensitic* – MART), aços de fases complexas (*complex-phase* - CP), aços ferríticos-bainíticos (*ferritic-bainitic* - FB), aços moldados a quente (*hot-formed* - HP), aços com plasticidade induzida por maclação

(*Twinning Induced Plasticity* – TWIP) e aços com transformação induzida por deformação plástica (TRIP) (HUYGHE *et al.*, 2017; AUTOSTEEL, 2017).

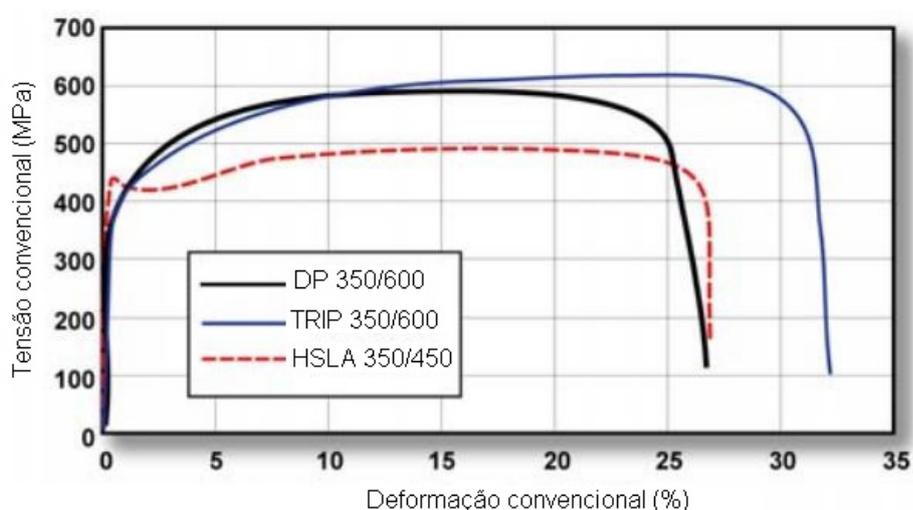
Os AHSS podem ser divididos em três gerações que estão intimamente relacionadas às aplicações dos aços AHSS em painéis externos ou componentes estruturais internos. Inicialmente, o foco foi redução do peso por meio do desenvolvimento de aços de maior resistência mecânica e boa ductilidade e, assim, utilização de chapas com menor espessura na produção dos painéis externos. Em seguida, foi dada ênfase na produção de aços com peso reduzido associados a uma maior capacidade de absorção de energia para componentes estruturais internos que remetem a peças críticas de segurança (BHATTACHARYA, 2014; GRONOJASTK; NIECHAJOWICZ; POLAR, 2010).

Neste contexto, considerando a produção de componentes estruturais, a primeira geração de ligas metálicas para esse tipo de aplicação inclui os aços de fases complexas CP, os aços bifásicos DP e os aços TRIP (BHATTACHARYA, 2014). Esses materiais apresentam alto potencial de absorção de energia, necessário para transferência dinâmica dos esforços durante situações como acidentes ou colisões de automóveis, com resistência à tração em geral inferior a 1000 MPa (COOMAN, 2004; DABBOUSSI; NEMES, 2013; GRAJCAR *et al.*, 2014). São aços baixa liga com microestrutura bifásica ou multifásica, que tem como base a ferrita e que apresentam combinações de elevada resistência mecânica e boa ductilidade (SRIVASTAVA *et al.*, 2007; DIEGO-CALDERÓN *et al.*, 2016). Além desses, também são utilizados os aços totalmente martensíticos, que possuem resistência à tração mais expressiva (>1200 MPa), fornecendo barreiras de alta rigidez, anti-intrusão e transferência de carga para proteção do compartimento de passageiros (COOMAN, 2004; GRAJCAR *et al.*, 2014).

Na figura 3.2 está ilustrado, como exemplo, o comportamento à tração dos aços DP e TRIP e ainda de um aço alta resistência e baixa liga (*high strength low alloy* HSLA), com limites de escoamento similares (AUTOSTEEL, 2017). Aços convencionais com baixo teor de elementos de liga com tensão de escoamento em torno de 800MPa usualmente são caracterizados com microestrutura bainítica ou martensítica com alta densidade de discordâncias, implicando em baixa taxa de encruamento e pequena ductilidade uniforme. De um modo geral, os aços da família AHSS são caracterizados por alto valor de encruamento em baixos níveis de deformação, o que retarda o início da instabilidade plástica e o desenvolvimento de

deformação localizada. Em especial, nos aços TRIP, a austenita retida se transforma em martensita à medida que a deformação avança, isso significa que a taxa inicial de encruamento é baixa, mas aumenta progressivamente com a deformação e por consequência permite maiores alongamentos. Essas características são indicativos de que os aços TRIP apresentam propriedades de destaque, em especial para operações de prensagem (DEMERI, 2011; GAN *et al.*, 2011).

**Figura 3.2 - Curvas tensão-deformação para aços HSLA, DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 350 MPa.**



Fonte: AUTOSTEEL, 2017. (Traduzido)

A próxima etapa na busca por redução de peso foi aumentar a complexidade das peças para reduzir o número de operações de soldagem. Essa exigência fez com que fossem necessários aços AHSS com ductilidade muito alta, o que levou ao desenvolvimento dos aços TWIP, aços de plasticidade induzida por luz (LIP) e aços inoxidáveis austeníticos, denominados aços AHSS da segunda geração (BHATTACHARYA, 2014). Esses materiais exibem propriedades mecânicas superiores aos da primeira geração, porém custo elevado e um processamento mais complexo, o que limita suas aplicações (DIEGO-CALDERÓN *et al.*, 2016; HUYGHE *et al.*, 2017).

Por último, os aços da terceira geração foram projetados para preencher a lacuna entre os aços DP/TRIP e TWIP. Dessa forma, esses materiais são produzidos a partir de um processamento termomecânico e elementos de liga diferenciados para alcançar combinações aprimoradas de resistência mecânica e

ductilidade se comparados aos tipos de aço já existentes. São aços com potencial para junções mais eficientes associados a um menor custo (AUTOSTEEL, 2017; (DIEGO-CALDERÓN *et al.*, 2016).

### 3.2 Microestrutura e processamento dos aços com efeito TRIP

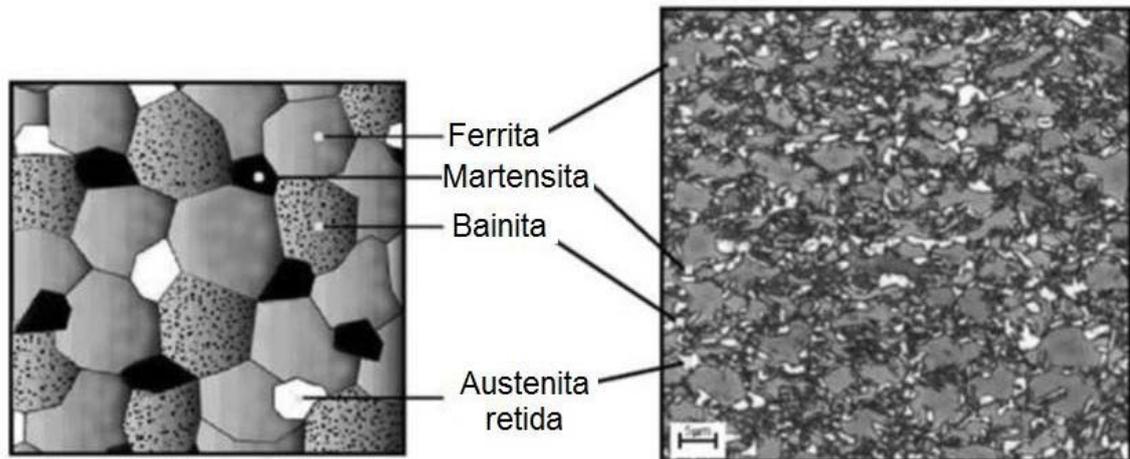
O estudo de aços TRIP está diretamente associado ao de aços DP e dos aços austeníticos, a partir dos quais foi observado o fenômeno de transformação martensítica que ocorre na estrutura e contribui para uma plasticidade mais eficaz. Nesse contexto, no final da década de 60, ZACKAY *et al.* (1967) descobriram que, devido à transformação contínua de austenita metaestável em martensita durante o processo de deformação à temperatura ambiente em um aço austenítico, era possível obter maiores valores de alongamento uniforme. Esse fenômeno foi definido como plasticidade induzida por transformação e assim surgiu a denominação “aços TRIP” e “aços assistidos por efeito TRIP”, sendo que os aços TRIP são aqueles que possuem microestrutura austenítica, já os assistidos por efeito TRIP são aços ferríticos que contêm apenas certo percentual de fase de austenita retida (ZAEFFERER; ROMANO; FRIEDEL, 2008; SUGIMOTO; MUKHERJEE, 2016).

Os aços assistidos pelo efeito TRIP (que ao longo do presente trabalho serão muitas vezes mencionados apenas como aços TRIP) são aços baixo carbono, que contêm em geral menos que 0,25% de carbono, e que, devido à presença de diferentes elementos de liga e por influência de tratamentos térmicos exibem microestrutura multiconstituída formada por ferrita (50 a 55%), bainita (30 a 35%), austenita retida (7 a 15%) e, em algumas situações, martensita (1 a 5%), sendo que esses dois últimos muitas vezes aparecem em conjunto, como constituinte MA (martensita + austenita retida) (ENNIS *et al.*, 2017; GRONOJASTK; NIECHAJOWICZ; POLAR, 2010). Na figura 3.3 é mostrada uma representação esquemática da microestrutura dos aços TRIP (BELCK *et al.*, 2002).

A presença da microestrutura multiconstituída afeta diretamente suas propriedades mecânicas, porém, a compreensão das correlações entre essas é relativamente complexa. Isso porque durante a deformação a frio ocorrem alterações dinâmicas relacionadas à transformação da austenita retida em martensita com, ainda, interação dos outros constituintes presentes. Estudos sugerem que a elevada ductilidade pode ser associada à ferrita dúctil e macia, além do efeito TRIP. Já a

elevada resistência mecânica está interligada às estruturas bainítica e martensítica e, ainda, à martensita formada a partir da austenita retida após o ciclo térmico, ou seja, durante a deformação plástica (WANG *et al.*, 2014; SHEN *et al.*, 2015).

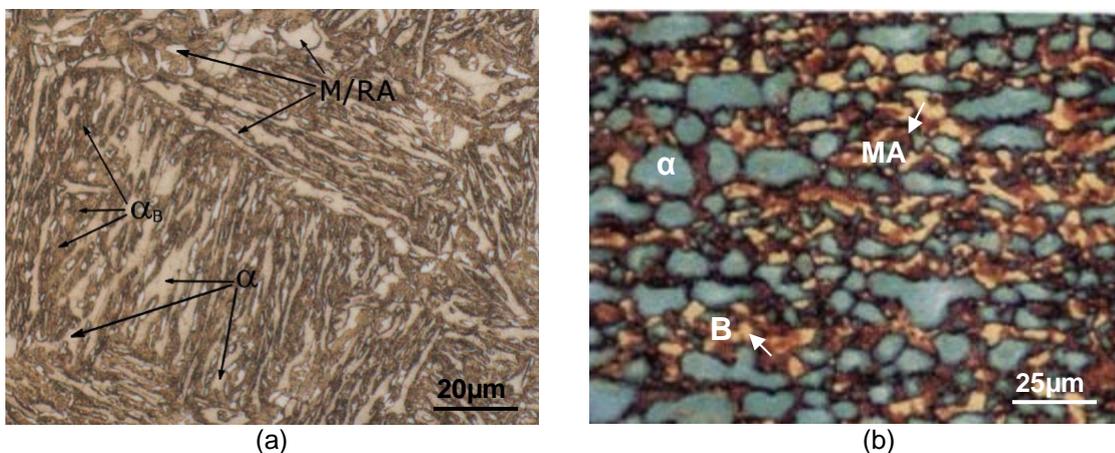
**Figura 3.3 – Representação da microestrutura multiconstituída nos aços TRIP.**



Fonte: BELCK *et al.*, 2002. (Traduzido)

A partir da técnica de microscopia óptica em amostras atacadas com diferentes reagentes químicos é possível distinguir melhor os constituintes. Na figura 3.4 são mostrados aços TRIP obtidos por diferentes processamentos (microscopia óptica MO) atacados com reagente químico Le Pera e reagente Bandoh (CHIANG, 2012; MATSUMURA, SAKUMA; TAKECHI, 1987).

**Figura 3.4 – Exemplos de micrografias (MO) de aços TRIP obtidas por diferentes ataques químicos.**

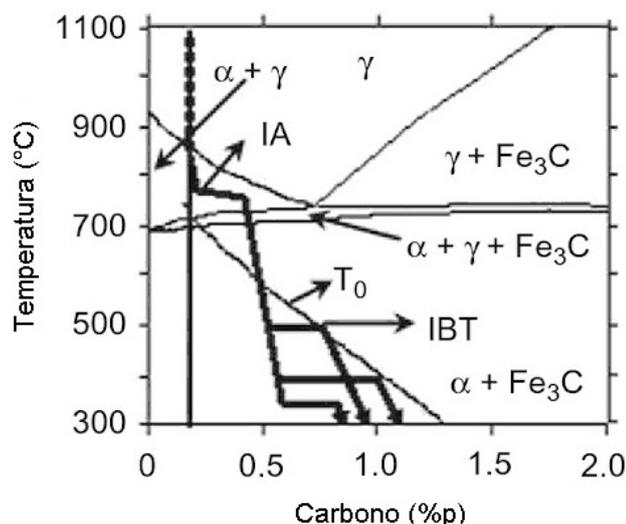


(a) ataque com reagente químico Le Pera e (b) ataque com reagente Bandoh  
 Fonte: CHIANG, 2012; MATSUMURA; SAKUMA; TAKECHI, 1987. (Adaptado)

Por meio do ataque químico com reagente Le Pera a ferrita é revelada em tons de amarelo, o constituinte MA na cor branca e a bainita em marrom (COLPAERT, 2008; VANDER VART, 1999). Por outro lado, o reagente químico Bandoh revela a ferrita em tons de azul, bainita como marrom e o constituinte MA em amarelo claro ou branco (MATSUMURA, SAKUMA & TAKECHI, 1987).

O processamento para obtenção da microestrutura multiconstituída típica dos aços TRIP se dá a partir da etapa de laminação, que pode ocorrer de duas formas: a quente ou a frio. A partir desse momento, o material é mantido a uma temperatura no campo bifásico (ferrita  $\alpha$  + austenita  $\gamma$ ) do diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C, ou seja, uma temperatura intercrítica, entre as linhas A<sub>1</sub> e A<sub>3</sub> (PARISH, 2003; CHATERJEE, 2006; SUGIMOTO, 2016). O estágio seguinte envolve a realização de austêmpera, que consiste no resfriamento brusco até uma temperatura característica de transformação bainítica, manutenção nessa por um dado tempo, cujo valor é determinado de acordo com a microestrutura desejada (e os demais parâmetros do processo) e, por fim, novamente resfriamento brusco. Dessa forma, esse ciclo térmico é considerado como composto por duas etapas: recozimento intercrítico (*intercritical annealing* IA) e austêmpera (*isothermal bainitic transformation* IBT), conforme a figura 3.5 (SUGIMOTO, 2016).

**Figura 3.5 – Tratamento térmico típico de duas etapas aplicado na produção de aços com efeito TRIP sobreposto em um diagrama de fases gerado no software *Thermo-Calc* para um aço de composição C-1,5%Mn-1,5%Si.**



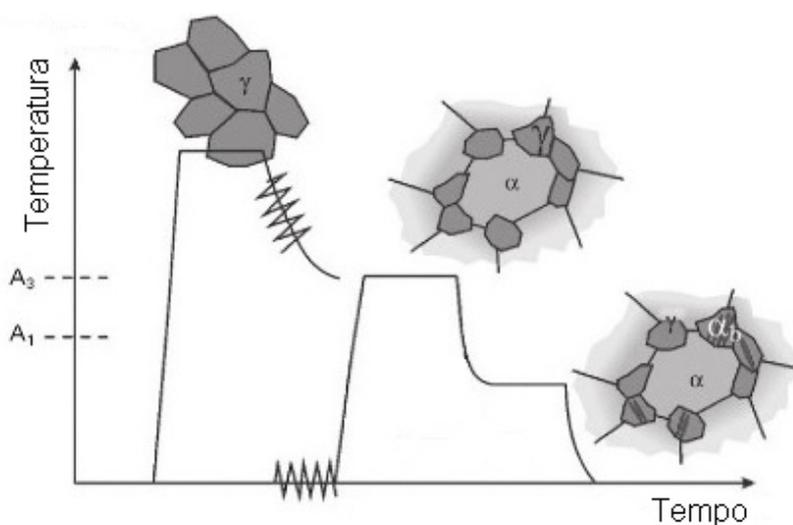
IA – recozimento intercrítico; IBT – transformação bainítica

Fonte: SUGIMOTO, 2016. (Traduzido)

A respeito da produção de aços TRIP por laminação a quente, tem-se que inicialmente o aço é aquecido até uma temperatura acima de  $A_3$ , por volta de  $1200^\circ\text{C}$ , e mantido por um dado tempo para que ocorra homogeneização da austenita e então submetido ao processo de laminação. Após o fim da laminação a quente, que ocorre por volta dos  $950^\circ\text{C}$ , as chapas são resfriadas até uma determinada temperatura intercrítica e então submetidas ao ciclo térmico descrito anteriormente (manutenção no campo intercrítico de fases – austêmpera – resfriamento brusco) (PARISH, 2003; CHATERJEE, 2006; SUGIMOTO, 2016).

Na operação envolvendo a laminação a frio, que ocorre após os passes de laminação a quente e resfriamento até a temperatura ambiente, após a deformação, o material é reaquecido, seguindo o mesmo ciclo térmico final do processamento por laminação a quente, ou seja, aquecimento intercrítico – austêmpera – resfriamento brusco (PARISH, 2003; KRAUSS, 2005; SUGIMOTO, 2016). Na figura 3.6 são ilustrados os dois caminhos descritos de processamento usualmente utilizados na produção de aços TRIP, seguidos do ciclo térmico que consiste em recozimento intercrítico e austêmpera (JACQUES, 2004).

**Figura 3.6 – Caminhos de processamento aplicados a aços TRIP.**



$\gamma$ : austenita,  $\alpha$ : ferrita,  $\alpha'$ : martensita e  $\alpha_b$ : bainita.

Fonte: JACQUES, 2004. (Adaptado)

O principal objetivo de qualquer rota de processamento é obter quantidades significativas de austenita retida na microestrutura final à temperatura ambiente. Para que isso ocorra é necessário que a temperatura de início de transformação

martensítica (Mi) no resfriamento seja reduzida a um valor abaixo da temperatura ambiente (JEONG, 2004; SUGIMOTO, 2016). Como o carbono tem forte influência sob Mi, as rotas são geralmente projetadas de modo a garantir o enriquecimento de carbono e a consequente retenção da austenita à temperatura ambiente (ZHAO *et al.*, 2014; JIANG, 2018).

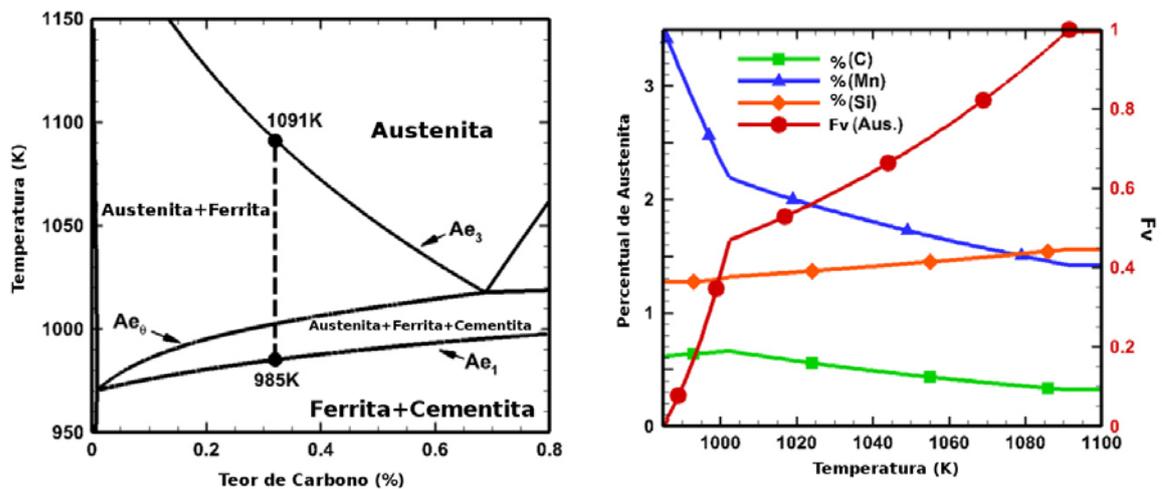
A microestrutura final é influenciada por diversos fatores, tais como a microestrutura inicial, a composição química do aço e os parâmetros de ciclo térmico empregados (PARISH, 2003; KRAUSS, 2005). Considerando o processo que envolve a laminação a frio, após a realização dessa deformação, a microestrutura inicial é composta por ferrita pró-eutetoíde e perlita. A formação da austenita com o aquecimento intercrítico é dada por meio de dois estágios, sendo o primeiro relativamente rápido, que envolve o surgimento de uma austenita rica em carbono proveniente da perlita. Por outro lado, o segundo estágio consiste no crescimento dessa austenita em detrimento da ferrita pró-eutetoíde oriunda da microestrutura original, que ocorre lentamente (KATSAMAS; HAIDEMENOPOULOS; ARAVAS, 2004).

A temperatura escolhida para aquecimento intercrítico é ajustada, em geral, de forma a corresponder a uma fração volumétrica de 50% de ferrita e 50% de austenita, podendo ser utilizadas outras configurações de frações (JEONG, 2004; SRIVASTAVA *et al.*, 2006; LI *et al.*, 2012). Dessa forma, o principal objetivo da etapa de recozimento intercrítico é a estabilização da microestrutura constituída de austenita e ferrita com volume suficiente de  $\alpha$  para resultar em ductilidade adequada ao aço TRIP. Em adição a esse fato, procura-se obter um volume significativo da fase  $\gamma$ , suficientemente enriquecida com carbono (LI *et al.*, 2012). Entretanto, o enriquecimento de carbono máximo obtido durante o recozimento intercrítico não é suficiente para prevenir a transformação martensítica no resfriamento até a temperatura ambiente e, por essa razão, é preciso um segundo tratamento, a austêmpera (JACQUES, 2004; PARISH, 2003; CHATERJEE, 2006; SUGIMOTO, 2016).

Li *et al.* (2012), investigando o comportamento de um aço 0,32%C-1,42%Mn-1,56%Si, obtiveram o diagrama metaestável de equilíbrio, a curva de composição química e a fração volumétrica de austenita retida em função da temperatura intercrítica com o uso do *software Thermo-Calc*, cujos resultados são apresentados na figura 3.7. Foi observado que, para esta composição, as fases ferrita e austenita coexistem entre 985 K e 1091 K, intervalo de temperatura este com potencial para

temperatura intercrítica do processamento térmico. Temperaturas intercríticas mais baixas resultam em um maior enriquecimento dos elementos carbono e manganês e, assim, em uma austenita mais estável, embora nesse caso o teor de austenita seja menor. Nesse contexto, Li *et al.* (2012) obtiveram as frações volumétricas de ferrita e austenita após recozimento por meio da análise de imagens metalográficas e pela técnica de difração de raios X, respectivamente. Após recozimento intercrítico a 1023K por 2 horas foram verificados 55,6% de austenita e 44,4% de ferrita, resultado condizente com o obtido a partir das curvas termodinâmicas.

**Figura 3.7 – Diagrama de fases metaestável e curva de fração dos elementos C, Mn e Si e fração volumétrica de austenita em função da temperatura para um aço 0,32%C-1,42%Mn-1,56%Si.**



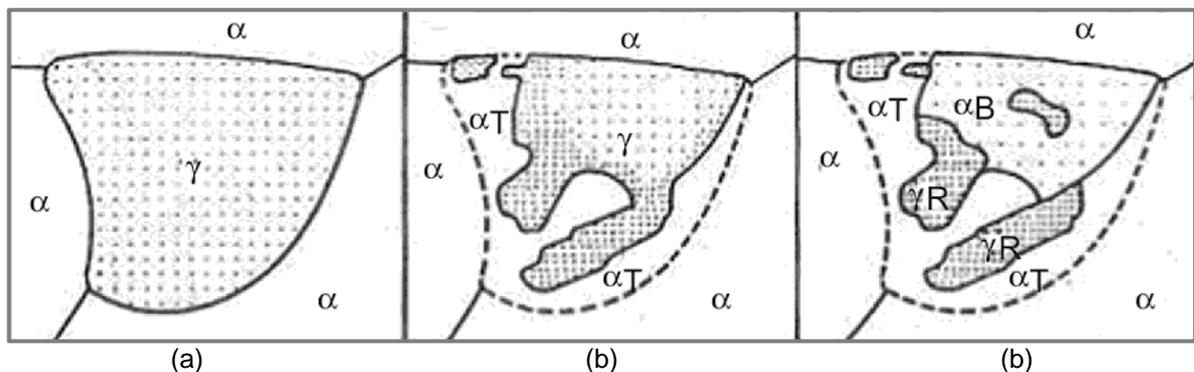
Fonte: Li *et al.*, 2012. (Traduzido)

Para a realização da austêmpera, a temperatura de recozimento intercrítico é então reduzida bruscamente até uma temperatura intermediária na qual a transformação da austenita acontece isotermicamente na região de formação de bainita e, por isso, é denominado transformação isotérmica bainítica (IBT), sendo este estágio de grande importância para a formação da austenita retida estável dispersa na microestrutura (ZHAO; JIANG, 2018; PARISH, 2003; KATSAMAS; HAIDEMENOPOULOS & ARAVAS, 2004). Durante esse estágio, parte da austenita intercrítica é transformada em bainita supersaturada e então essa supersaturação é atenuada por rejeição do carbono para austenita e/ou por formação de carbonetos. Porém, os aços TRIP possuem em sua composição elementos de liga que inibem a formação de carbonetos, tais como silício, alumínio e fósforo. Logo, a maior parte do

carbono liberado pela bainita é utilizado para maior enriquecimento da austenita, resultando em uma austenita ainda mais estável durante o resfriamento brusco subsequente à austêmpera, evitando assim que esta transforme-se em martensita com o decréscimo de temperatura até a temperatura ambiente (JACQUES *et al.*, 2001; JACQUES, 2004; PARISH, 2003; KATSAMAS; HAIDEMENOPOULOS & ARAVAS, 2004).

A austenita retida produzida na austêmpera é capaz de apresentar, à temperatura ambiente, transformação martensítica por deformação plástica, um mecanismo que amplia a capacidade de deformação do material, retardando a ocorrência de estrição quando submetido a esforços. Na figura 3.8 está representado o desenvolvimento da microestrutura ao longo do tratamento térmico convencional de duas etapas, com a formação da austenita no aquecimento intercrítico, o resfriamento até a temperatura de austêmpera escolhida, a transformação dessa austenita em bainita durante o tratamento isotérmico e a ocorrência da austenita retida. Além disso, durante o processo de resfriamento é possível que parte da austenita transforme-se em martensita (SUGIMOTO, 2016; KRAUSS, 2005).

**Figura 3.8 – Desenvolvimento da microestrutura ao longo do tratamento térmico.**



(a) Recozimento intercrítico; (b) resfriamento até temperatura de austêmpera e (c) durante etapa de austêmpera.

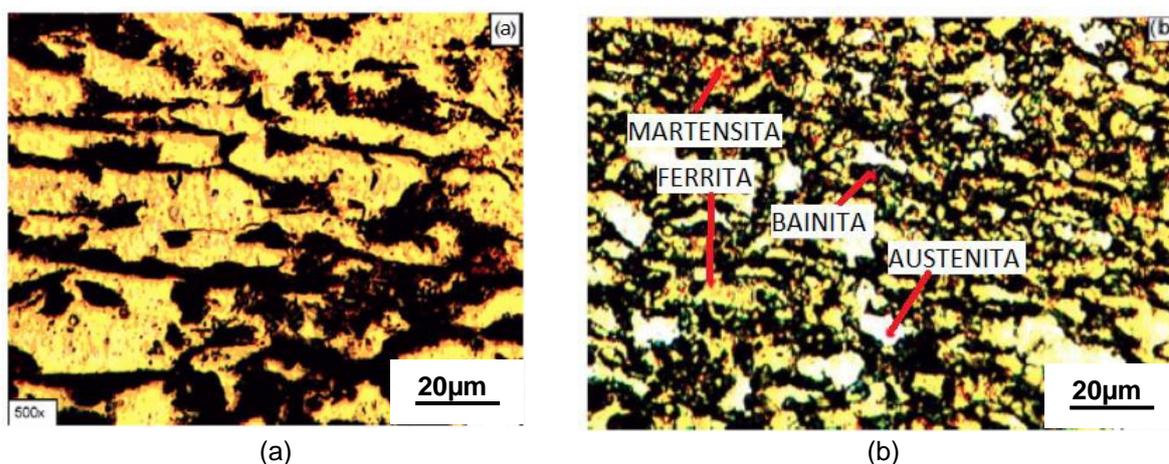
$\alpha$ : ferrita,  $\gamma$ : austenita,  $\alpha_T$ : ferrita formada durante o resfriamento até temperatura de austêmpera;  $\alpha_B$ : bainita;  $\gamma_R$ : austenita retida.

Fonte: SUGIMOTO, 2016.

Srivastava *et al.* (2007) avaliaram os efeitos do tempo de recozimento intercrítico na natureza da austenita retida e propriedades mecânicas de um aço 0,27%C-2,00%Si-1,60%Mn submetido ao tratamento térmico descrito anteriormente, com recozimento intercrítico a 800°C e austêmpera a 400°C com tempo de encharque de 3 minutos. Segundo os autores, com a elevação do tempo de recozimento de 5

minutos para 10 minutos o percentual de austenita retida ao final de todo o ciclo térmico passou de 9% para 12% e o percentual de carbono na austenita permaneceu constante e igual a 0,84%. Na figura 3.9 são apresentadas da microestrutura do material para as condições antes e após o tratamento térmico completo.

**Figura 3.9 - Microestrutura (MO) do aço 0,27%C-2,00%Si-1,60%Mn antes e após processamento térmico.**



(a) Microestrutura antes do processamento térmico e (b) após tratamento térmico Ataque químico: Le Pera).

Fonte: SRIVASTAVA *et al.*, 2007. (Adaptado)

### 3.3 Microestruturas alternativas

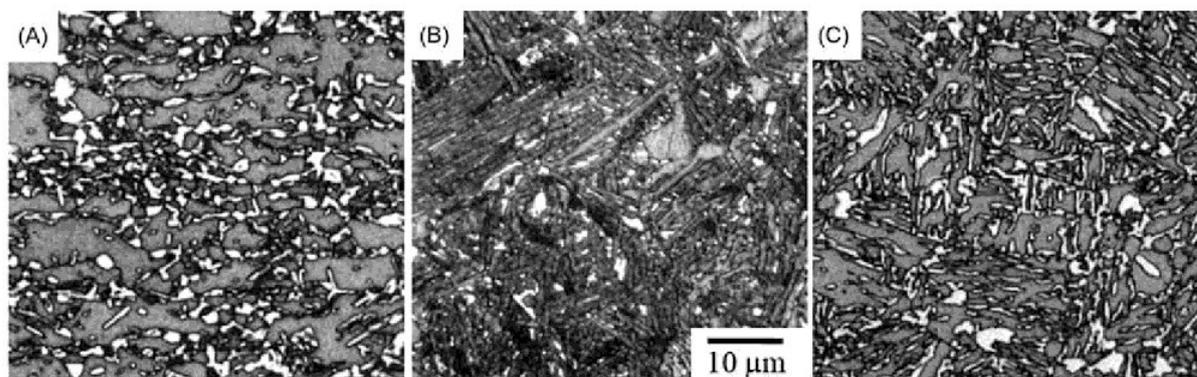
Como mencionado, os aços TRIP obtidos pelo processamento convencional de recozimento intercítico – austêmpera - resfriamento brusco possuem microestrutura constituída basicamente por uma matriz de ferrita poligonal, bainita e austenita retida e foram classificados como aços do tipo ferrita poligonal TFP. Entretanto, apesar dessa microestrutura levar a níveis de ductilidade considerados elevados, propriedade medida a partir do alongamento uniforme na tração, a capacidade de estiramento do material não foi melhorada de forma considerável, se comparados com os resultados obtidos para os aços bifásicos (SUGIMOTO, 2006).

Em busca de melhores respostas em termos de conformabilidade, microestruturas alternativas têm sido analisadas como possível solução. São destacadas duas microestruturas desenvolvidas a partir de dois processamentos térmicos. A primeira delas envolve uma matriz do tipo ferrita - bainítica (TFB), sendo obtida por meio de um ciclo térmico composto por austenitização completa,

austêmpera e resfriamento brusco (SUGIMOTO, 2002; SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006; ZHAO *et al.*, 2014). Nota-se que, nesse caso, ao invés da etapa intercrítica dos tratamentos mais usuais, com a presença de ferrita e austenita, o material é transformado inteiramente em austenita.

O segundo tipo de microestrutura, caracterizado pela presença de uma estrutura acicular, mencionada como com ripas de martensita “recozida” ou ainda microestrutura lamelar, é produzida por um processamento térmico com austenitização completa seguida de resfriamento brusco até a temperatura ambiente - recozimento intercrítico - austêmpera e resfriamento brusco (SUGIMOTO, 2002; SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006; CHIANG *et al.*, 2011). Nesse caso o aço seria classificado como do tipo martensita “recozida” TMR. Dessa forma, em comparação com os processamentos convencionais, esse ciclo térmico envolveria uma etapa anterior similar a um tratamento térmico de têmpera. Na figura 3.10 são mostradas, como exemplos, microestruturas de aços multiconstituídos com efeito TRIP obtidas a partir do processamento convencional e das demais operações descritas (SUGIMOTO, 2006)

**Figura 3.10 – Microestruturas de aços com efeito TRIP com diferentes matrizes.**



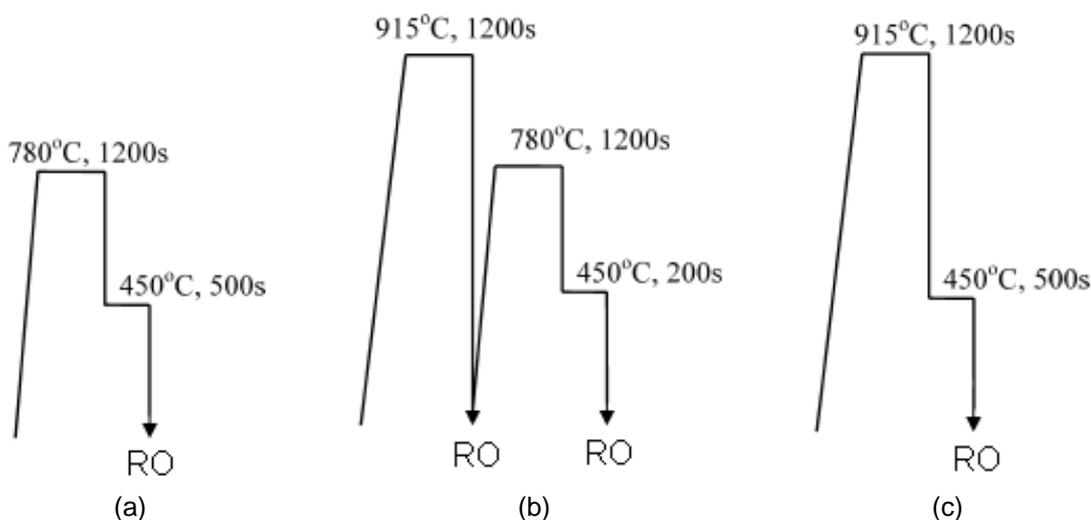
Matrizes: (a) ferrita poligonal; (b) ferrita bainita; (c) martensita “recozida” (Ataque químico: Le Pera).

Fonte: SUGIMOTO, 2006. (Adaptado)

Mukherjee *et al.* (2006), a partir de um aço de composição 0,40%C-0,49%Si-1,48%Mn e diferentes processamentos térmicos, indicados na figura 3.11, obtiveram microestruturas diversas. Nas imagens da figura 3.12, segundo os autores, pode ser observado que o aço apresentou: a) microestrutura como uma fina rede composta por uma matriz de ferrita poligonal (regiões em cinza), bainita (preto) e constituinte MA (branco), caracterizando um aço TFP; (b) microestrutura em ripas de martensita

“recozida” com austenita retida em forma de filmes entre essas e blocos, assim como bainita livre de carbonetos, caracterizando um aço TMR e (c) microestrutura composta por uma matriz com ripas de ferrita bainítica e austenita retida tanto em blocos como em filmes entre as regiões de ferrita bainítica, caracterizando um aço TFB. Nesse último caso, apesar da similaridade em relação à austenita retida, observa-se que a estrutura do aço TFB é mais coalescida ou grosseira que a do aço TMR.

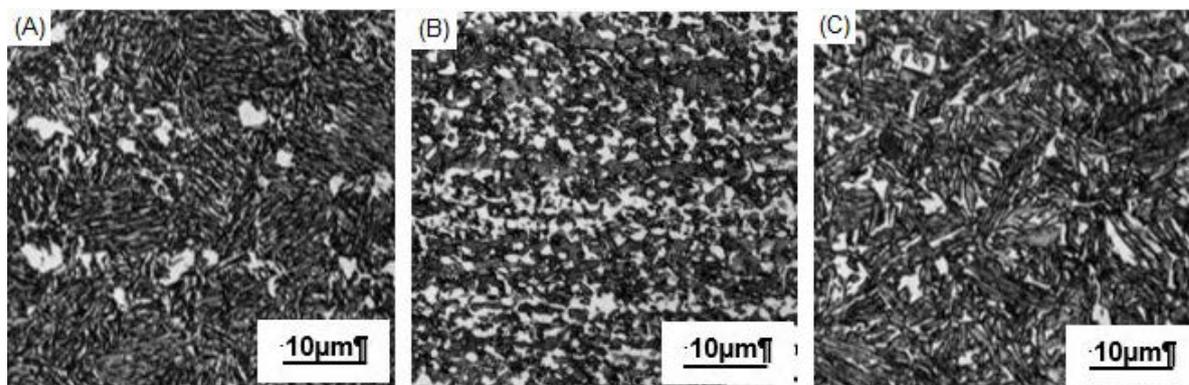
**Figura 3.11 – Rotas térmicas utilizadas para produzir aços TRIP com diferentes matrizes.**



Ciclos térmicos para obtenção de matriz formada por (a) ferrita poligonal (TPF), (b) martensita recozida (TMR) e (c) ferrita bainítica (TFB) e. RO = resfriamento em óleo.

Fonte: MUKHERJEE *et al.*, 2006. (Adaptado)

**Figura 3.12 – Microestruturas (MO) de aços assistidos por efeito TRIP obtidas por diferentes processamentos térmicos.**

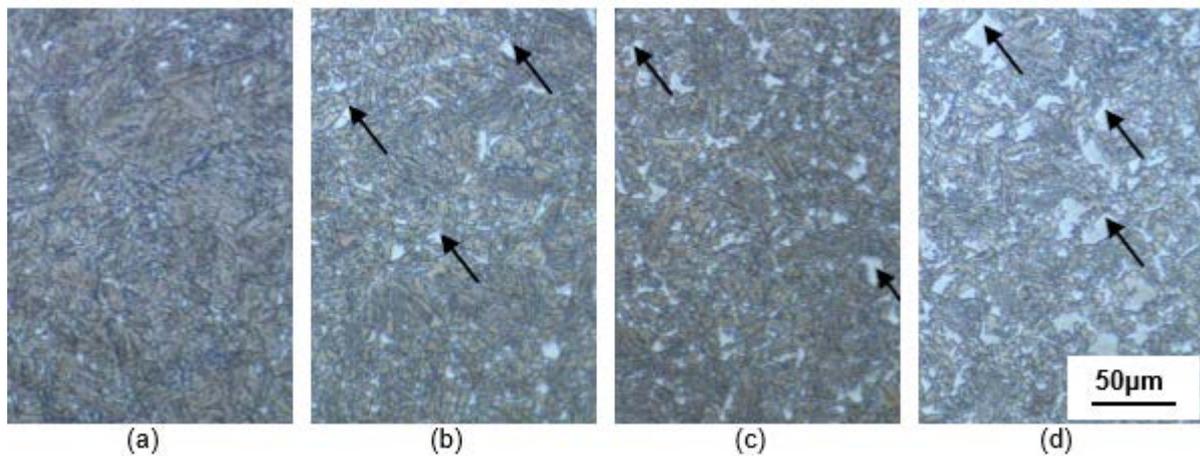


Matriz formada por (a) ferrita poligonal (TPF), (b) ferrita bainítica (TFB) e (c) martensita “recozida” (TMR).

Fonte: MUKHERJEE *et al.*, 2006. (Adaptado)

Zhao *et al.* (2014) avaliaram o comportamento de um aço 0,2%C-2%Si-1,8%Mn empregando o processamento térmico do tipo TFB, considerando diferentes temperaturas de austêmpera com um tempo de encharque de 368 segundos. Eles obtiveram microestruturas características do processo e observaram que com o aumento da temperatura houve formação de blocos de MA de maior dimensão (indicado nas setas) cujas imagens são mostradas nas figuras 3.13 e 3.14, obtidas por MO e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

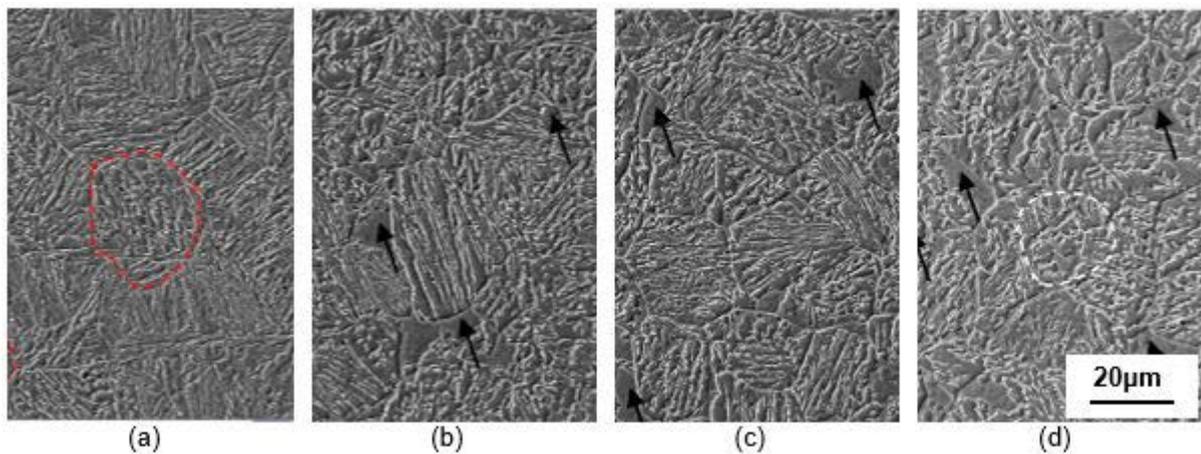
**Figura 3.13 – Microestruturas (MO) obtidas para diferentes temperaturas de austêmpera.**



(a) 370°C, (b) 410°C, (c) 430°C, (d) 450°C.

Fonte: ZHAO *et al.*, 2014. (Adaptado)

**Figura 3.14 – Microestruturas (MEV) obtidas para diferentes temperaturas de austêmpera.**



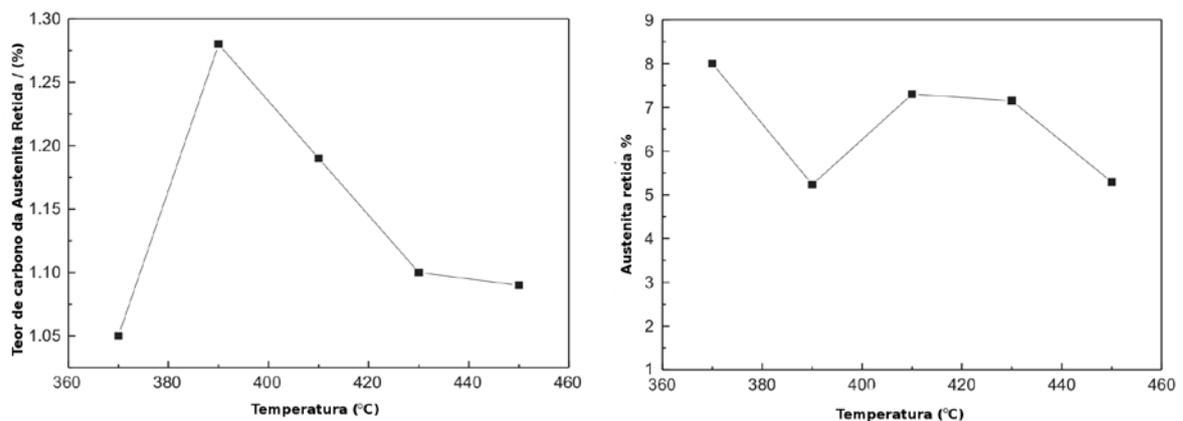
(a) 370°C, (b) 410°C, (c) 430°C, (d) 450°C.

Fonte: ZHAO *et al.*, 2014. (Adaptado)

Para a temperatura de 370°C, inferior à temperatura de início da transformação martensítica  $M_i$ , a austenita retida aparece como filmes entre as ripas de martensita. Nesse caso, a austenita retida em bloco (ou seja, em conjunto com a martensita caracterizando o constituinte MA) não foi observada. Por outro lado, com a elevação da temperatura de austêmpera para valores superiores a  $M_i$ , a microestrutura consistiu de matriz de ferrita bainítica com filmes de austenita retida entre essas ripas e austenita retida e martensita em bloco, como indicado com as setas nas imagens.

Com base ainda no trabalho de Zhao *et al.* (2014), na figura 3.15 são apresentados os resultados da fração volumétrica e percentual de carbono da austenita retida em função da temperatura de austêmpera.

**Figura 3.15 – Teor de carbono e fração volumétrica da austenita retida em função da temperatura da etapa de austêmpera aplicada em um aço 0,2%C-2%Si-1,8%Mn.**



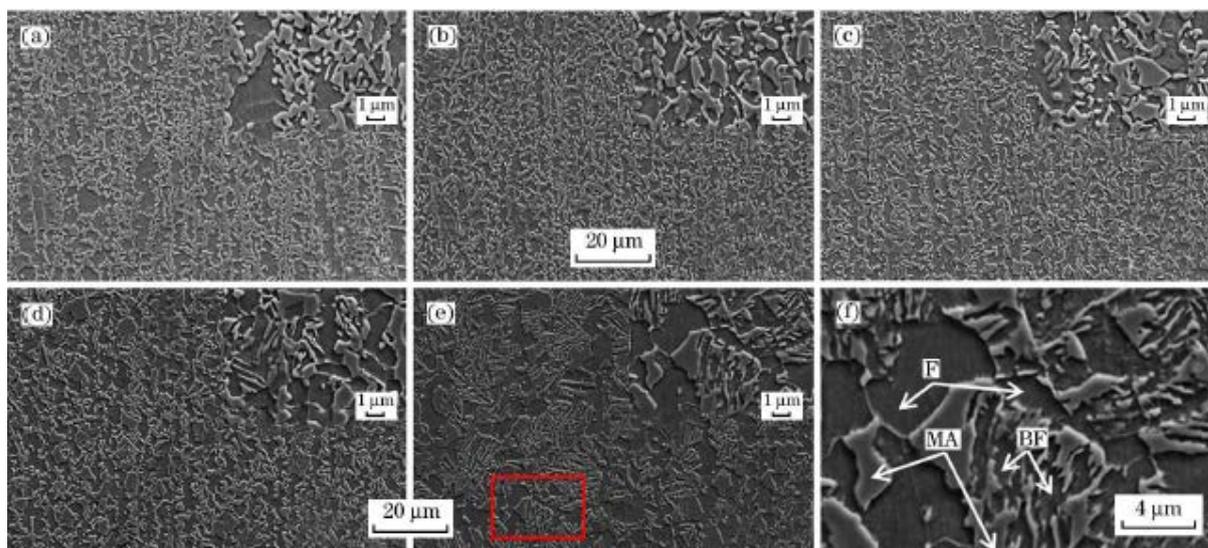
Fonte: ZHAO *et al.*, 2014. (Adaptado)

Os autores verificaram que com a elevação da temperatura, o teor de carbono da austenita aumenta e depois reduz, com valor máximo obtido a 390°C. Isso porque de 370°C a 390°C o coeficiente de difusão de carbono aumenta e, assim, mais carbono enriquece a austenita não transformada. Para temperaturas superiores a 390°C, parte do carbono é precipitado na forma de carbonetos, resultando em um menor enriquecimento da austenita para maiores temperaturas. Já em relação ao teor de austenita retida, quando o aço é austemperado a temperatura inferior a  $M_i$  a maior parte da austenita é transformada em martensita ao invés de bainita. A tensão compressiva gerada pela expansão volumétrica durante a transformação martensítica mantém a austenita estável na forma de filmes finos à temperatura ambiente. Com o aumento da temperatura de austêmpera, mais bainita é formada, o que resulta em um primeiro momento na redução da fração de austenita retida e, em seguida, em um

aumento. Esse fenômeno ocorre porque a elevação na temperatura significaria um nível de super-resfriamento menor, reduzindo a força motriz para a transformação bainítica. Portanto, um maior teor austenita ficaria retida à temperatura ambiente.

Liang *et al.* (2017) investigaram o efeito da temperatura de austenitização na microestrutura de um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al obtido por processamentos característicos de microestrutura TFP e TMR, descritos anteriormente. O processamento TFP utilizado teve como características: 1) austenitização a diferentes temperaturas por 5 minutos; 2) resfriamento até 400°C e manutenção nessa temperatura por 5 minutos e 3) resfriamento em água. No caso do ciclo térmico TMR foi feita uma etapa de austenitização adicional antes do processamento TFP a 1100°C por 5 minutos seguido de resfriamento em óleo. A microestrutura obtida para cada condição é apresentada nas figuras 3.16 e 3.17.

**Figura 3.16 – Microestruturas (MEV) do aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamento considerando temperaturas de austenitização distintas para amostras TFP.**



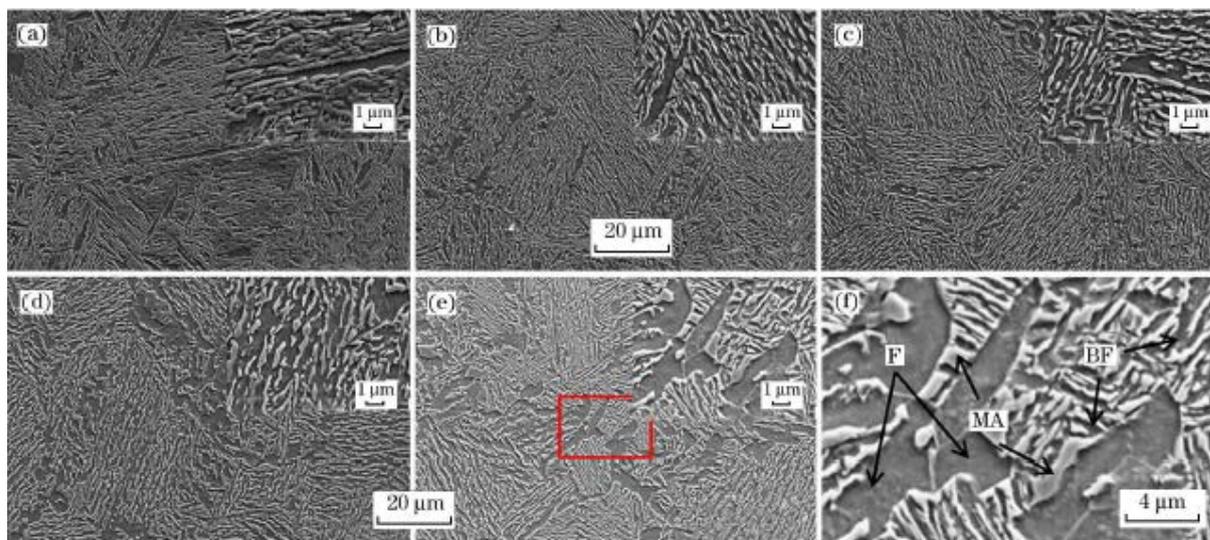
(a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 950°C e (f) maior ampliação 950°C.

Fonte: LIANG *et al.*, 2017. (Adaptado)

As imagens mostram que o aço TFP exibe uma microestrutura em bandas compostas por ferrita poligonal, ferrita bainítica e martensita/austenita retida. Com o aumento da temperatura de aquecimento foi observado que a proporção de ilhas de martensita ou austenita retida em bloco diminuiu. Por outro lado, o aço TMR exibe uma microestrutura em forma de ripas herdada da matriz de martensita anterior ao aquecimento intercrítico. Essa microestrutura é constituída por ferrita na forma de

ripas ou acicular e ferrita bainítica, com martensita/austenita retida entre essas. Além disso, são observadas ainda agulhas de martensita alongadas, fato justificado pela influência dos grãos de austenita de maiores dimensões formados devido à alta temperatura de austenitização empregada (1100°C).

**Figura 3.17 – Microestruturas (MEV) do aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamento considerando temperaturas de austenitização distintas para amostras TMR.**



(a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 950°C e (f) maior ampliação 950°C.

Fonte: LIANG *et al.*, 2017. (Adaptado)

Os resultados de fração volumétrica e teor de carbono da austenita retida para cada temperatura para as amostras do tipo TFP e TMR desenvolvidas no trabalho de Liang *et al.* (2017) são mostrados nas tabelas 3.1 e 3.2. Para as amostras TFP, com o aumento da temperatura foi observada uma elevação acentuada no teor de austenita retida, embora a 800°C foi verificada uma queda. De forma geral, esse aumento é acompanhado de um maior enriquecimento do carbono, sendo que a 750°C e 950°C foram observados percentuais de 0,98% e 1,14%. Em contrapartida, nas amostras TMR as frações de austenita retida e teores de carbono são mantidos elevados de 800°C a 950°C, exceto para a condição 750°C.

**Tabela 3.1 - Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono da austenita retida de um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamentos térmicos característicos de estrutura PF produzidos com diferentes temperaturas de austenitização.**

Temperatura de austenitização	750°C	800°C	850°C	900°C	950°C
Fração volumétrica de austenita retida	8,7	5,8	9,6	9,5	8,7
Teor de carbono	0,98	0,93	1,07	1,15	1,14

Fonte: LIANG *et al.*, 2017. (Adaptado)

**Tabela 3.2 - Fração volumétrica de austenita retida e teor de carbono da austenita retida de um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al após processamentos térmicos característicos de estrutura MR produzidos com diferentes temperaturas de austenitização.**

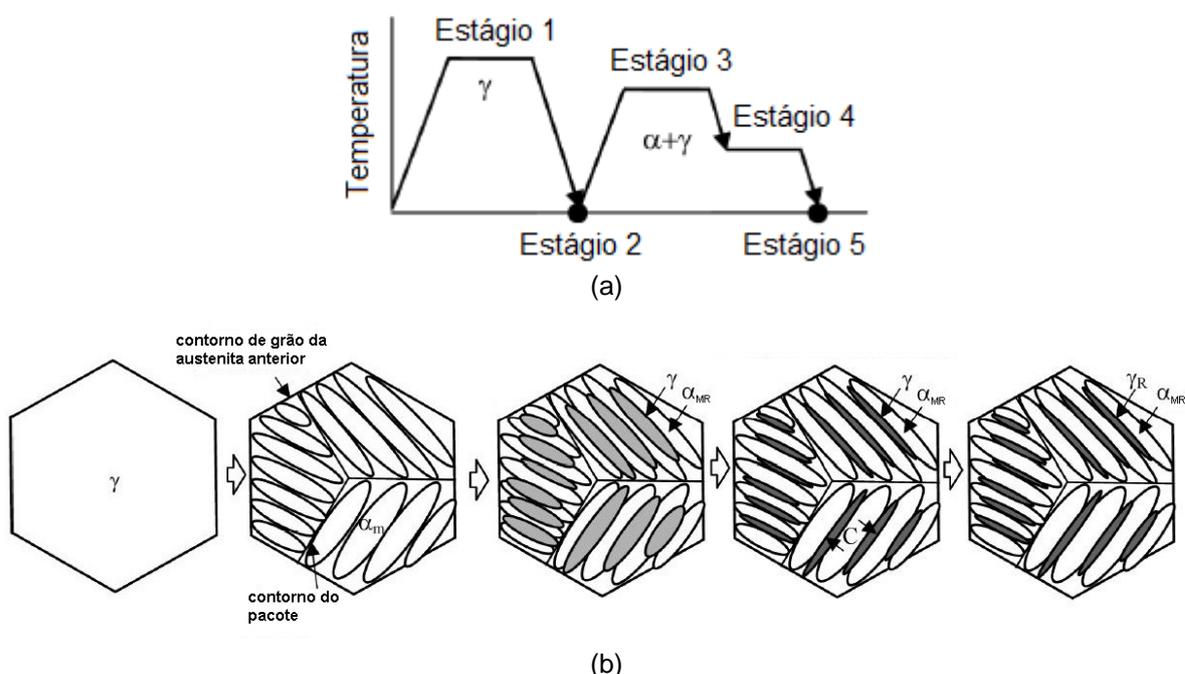
Temperatura de austenitização	750°C	800°C	850°C	900°C	950°C
Fração volumétrica de austenita retida	4,4	13,9	13,3	11,7	11,9
Teor de carbono	0,96	1,25	1,29	1,21	1,33

Fonte: LIANG *et al.*, 2017. (Adaptado)

KOBAYASHI *et al.* (2012), analisando os efeitos da adição de cromo e molibdênio nas características da austenita retida de um aço 0,2%C-1,5%Si-1,5%Mn-0,05%Nb TMR, descreveram a evolução da microestrutura ao longo do processamento térmico em cinco estágios, como ilustrado na figura 3.18. O estágio 1 corresponde à etapa de austenitização, na qual, devido à elevada temperatura empregada, é favorecida a formação da fase austenita e, assim, é feita a representação de um grão totalmente austenítico. O estágio 2 corresponde ao fim do resfriamento brusco após austenitização, momento em que ocorre transformação de austenita em martensita. Como observado na imagem, a plaqueta de martensita é formada com a extensão limitada a partir do contorno de grão austenítico anterior e, à medida que novos pacotes de martensita vão surgindo, novos limites para a extensão desse constituinte vão sendo observados. O estágio 3 remete ao recozimento intercrítico, no qual ocorre nucleação e crescimento de grãos de austenita, migração dos contornos entre as agulhas de martensita e recuperação e crescimento dessa martensita que permanece, sendo definida como martensita “recozida”. O estágio 4 representa a etapa de austêmpera, momento em que ocorre transformação bainítica da austenita formada no aquecimento intercrítico anterior e consequente enriquecimento do carbono da austenita remanescente. Além disso, é observado um

encolhimento dos grãos de austenita. E por último, o estágio 5 indica o fim do resfriamento brusco após processo de austêmpera, no qual ocorre a transformação parcial da austenita em martensita e é verificada a presença de austenita retida.

**Figura 3.18 – Esquema do tratamento térmico e evolução da microestrutura em estágios de um aço 0,2%C-1,5%Si-1,5%Mn-0,05%Nb.**

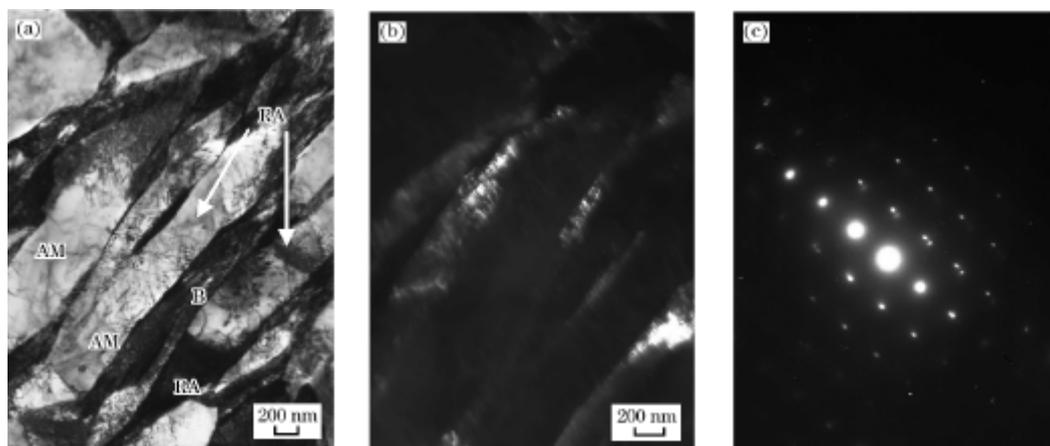


(a) rota térmica e (b) evolução da microestrutural.

Fonte: KOBAYASHI *et al.*, 2012. (Traduzido)

Ding *et al.* (2014) analisaram o efeito da microestrutura inicial martensítica (TMR) na microestrutura de um aço 0,2%C-0,5%Si-1,5%Mn-1,3%Al em comparação com a microestrutural convencional (TFP). Assim como para o trabalho de Liang *et al.* (2017), foram observados maiores valores de austenita retida e teor de carbono da austenita para a amostra com estrutura inicial martensítica. Para obter mais informações sobre a microestrutura relacionada à martensita “recozida”, amostras dessa condição foram analisadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), indicado na figura 3.19. Foi verificada uma estrutura de ripas de martensita “recozida” e fases secundárias intercaladas compostas de austenita retida e bainita.

**Figura 3.19 – Microestruturas (MET) do aço 0,2%C-0,5%Si-1,5%Mn-1,3%Al com estrutura martensítica.**



(a) Campo claro; (b) campo escuro e (difração de área selecionada de AR).

Fonte: DING *et al.*, 2014.

### 3.4 Mecanismos de transformação de fase

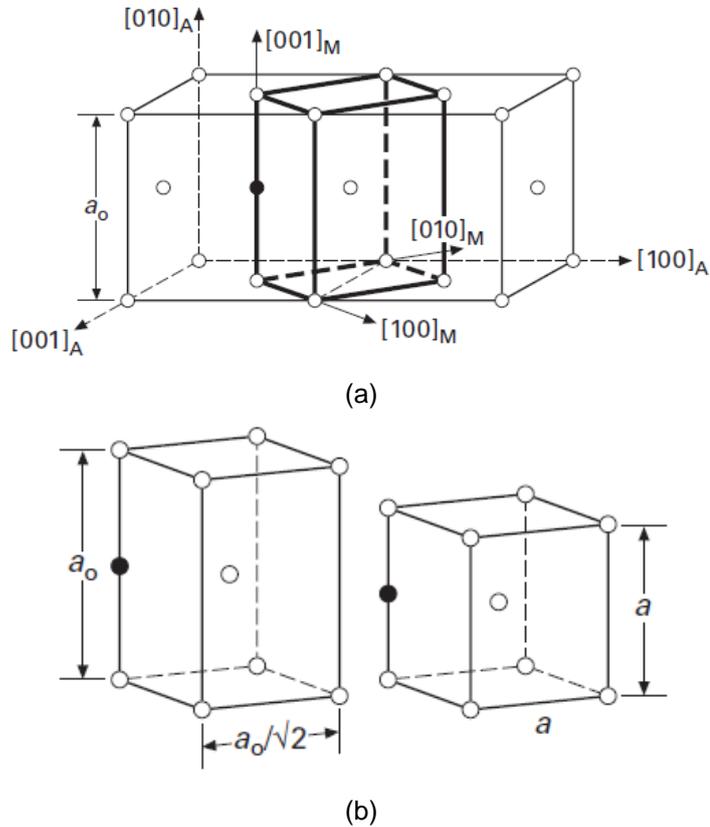
#### 3.4.1 Transformação martensítica induzida por deformação e martensita

Considerando o efeito TRIP, tema do presente trabalho, a plasticidade induzida por transformação de fase é consequência da transformação da fase austenita, que é metaestável, em martensita durante a deformação do material. A martensita é denominada como o produto de uma transformação de fase no estado sólido fora do equilíbrio obtido no resfriamento rápido, considerada transformação displaciva. É uma transformação que não envolve difusão de átomos, resultante de um movimento coordenado e/ou cooperativo entre átomos da fase matriz, consequentemente, não sendo influenciada pelo tempo. Além disso, devido à natureza displaciva a composição da fase martensita é similar a fase de origem, neste caso, a austenita, e a transformação ocorre por deformação homogênea da estrutura cristalina de origem, envolvendo por consequência mudança de estrutura cristalina (CFC-TCC) indicada na figura 3.20 (CHIANG, BOYD e PILKEY, 2015; CHIANG, 2012; YI, 2010; CHATERJEE, 2006).

A transformação pode ocorrer em temperaturas nas quais a difusão mesmo que de átomos intersticiais não é possível de ocorrer ao longo do tempo envolvido na transformação, indicado na figura 3.21, associado a uma força motriz de super-

resfriamento. Além disso, a transformação pode ocorrer a velocidades muito elevadas, inconsistente com o mecanismo difusional (YI, 2010; CHATERJEE, 2006).

**Figura 3.20- Mudança de estrutura cristalina relacionada a transformação martensítica.**

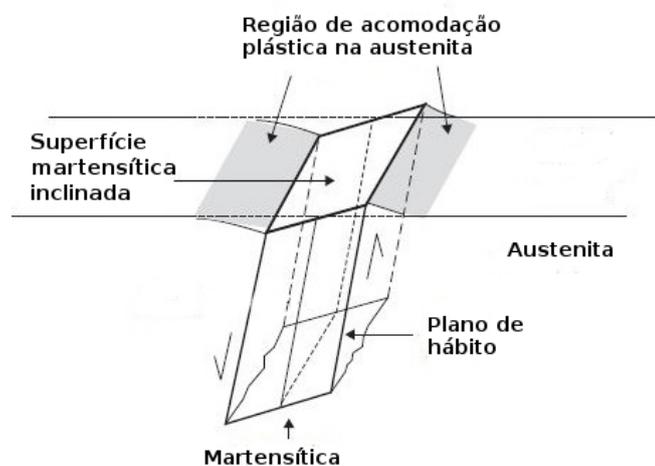


(a) Célula TCC na razão de 2:1 no eixo x, na estrutura da austenita com célula de tamanho  $a_0$ .

(b) Deformação transportando a estrutura para uma célula de parâmetro  $a$ .

FONTE: MEYERS; CHAWLA, 2008.

**Figura 3.21- Mudança de estrutura cristalina relacionada à transformação martensítica.**

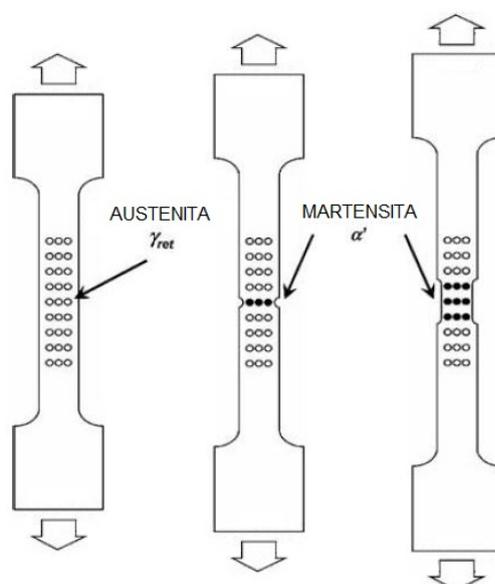


FONTE: KRAUSS, 2005. (Traduzido)

A martensita é caracterizada pela elevada dureza e resistência mecânica e pela fragilidade devido a estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC), na qual todo o carbono permanece em solução sólida. Dependendo do teor de carbono da austenita de origem, a martensita possui diferentes morfologias: ripas de martensita em aços baixo teor de carbono e na forma de placas em aços alto teor de carbono ou como uma mistura das duas morfologias. Em geral, a martensita na forma de ripas possui elevada dureza e ductilidade, porém menor resistência mecânica e a estrutura em forma de placas possui elevada resistência mecânica e são frágeis devido a possível presença de microtrincas decorrente do impacto entre placas (KRAUSS, 2005).

Esse fenômeno associado a transformação martensítica leva de maneira geral à elevação da capacidade de encruamento do material, devido tanto ao aumento na proporção de martensita, de elevada dureza, como à geração de discordâncias e tensões internas circundando essas fases (CHIANG, BOYD e PILKEY, 2015). Em adição à elevação na capacidade de encruamento, é verificado, em consequência desse aumento, um atraso no início do processo de estricção, o que significa maiores níveis de alongamento uniforme (quando a avaliação é realizada por meio de ensaios de tração), ou seja, elevação na ductilidade do material. Esse fenômeno de transformação de fase está associado a uma expansão volumétrica, que está indicada na figura 3.22 (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008; CHIANG, 2012).

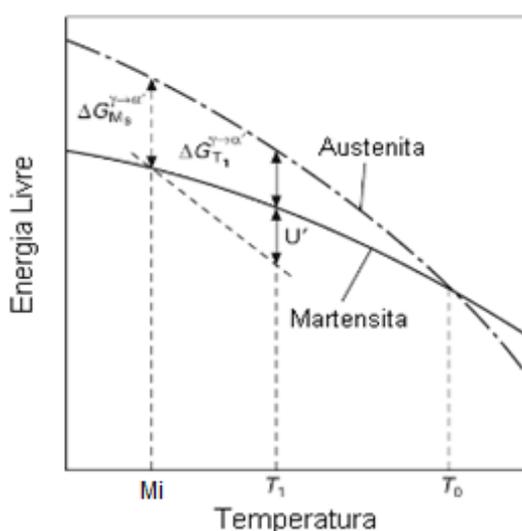
**Figura 3.22- Mecanismo do efeito TRIP e morfologia da austenita retida.**



FONTE: KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008. (Adaptado)

O fenômeno da transformação martensítica está associado a uma variação na energia livre de Gibbs das fases relacionadas ao evento. Na figura 3.23 é ilustrada a evolução da energia livre em função da temperatura para as fases austenita e martensita, sendo  $T_0$  a temperatura na qual a energia livre de Gibbs da austenita é igual à energia da martensita e ambas estão em equilíbrio termodinâmico. Para temperaturas abaixo de  $T_0$  a transformação martensítica ocorre por meio de uma queda na energia livre (JACQUES, 2012; SUGIMOTO, 2006).

**Figura 3.23 –Variação da energia livre associada a transformação martensítica.**



Fonte: JACQUES, 2012. (Traduzido)

Entretanto, é necessária uma determinada energia de ativação, correspondente à energia da barreira de ativação, para que a austenita seja transformada em martensita. Logo, desconsiderando possíveis transformações de fase que possam ocorrer de maneira concomitante, a martensita não pode ser formada espontaneamente em  $T_0$  e para que ocorra a transformação martensítica é preciso uma força motriz  $\Delta G_{M_i}^{\gamma-\alpha'}$  associada a um super-resfriamento até a temperatura de início formação de martensita ( $M_i$ ). Dessa forma, a austenita presente entre as temperaturas  $T_0$  e  $M_i$  permanece em um estado metaestável como, por exemplo, presente na temperatura  $T_1$  (JACQUES, 2012).

Ainda sobre a análise da figura 3.23, está ilustrada a situação em que uma determinada força motriz aplicada  $\Delta G_{T_1}^{\gamma-\alpha'}$  é inferior a força motriz necessária  $\Delta G_{M_i}^{\gamma-\alpha'}$ , não sendo, dessa forma, suficiente para desencadear a formação de martensita. Neste caso, essa força motriz pode ser complementada por meio de uma força motriz

mecânica, denominada na ilustração como  $U'$ , originada de uma tensão externa e assim alcançar a força motriz crítica necessária. Deste modo, a transformação de fase é induzida mecanicamente. Em outras palavras, a transformação martensítica induzida por deformação pode ser vista como dissipação da energia de deformação acumulada durante a deformação (JACQUES, 2012; SUGIMOTO, 2016).

Por consequência do exposto anteriormente, com o aumento da temperatura acima de  $M_i$ , a magnitude da força motriz ( $\Delta G_{T_1}^{\gamma-\alpha'}$ ) decresce linearmente. Em vista disso, uma força motriz mecânica proporcionalmente maior é necessária para desencadear a transformação martensítica com o acréscimo de temperatura acima de  $M_i$ . No entanto, isso só é possível até uma determinada temperatura  $M_d$  (indicada na figura 3.24), além da qual a força motriz ( $\Delta G_{T_1}^{\gamma-\alpha'}$ ) é tão pequena que  $U' < |\Delta G_{M_i}^{\gamma-\alpha'}| - |\Delta G_{T_1}^{\gamma-\alpha'}|$  e a deformação não é mais capaz de desencadear a transformação martensítica (SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006).

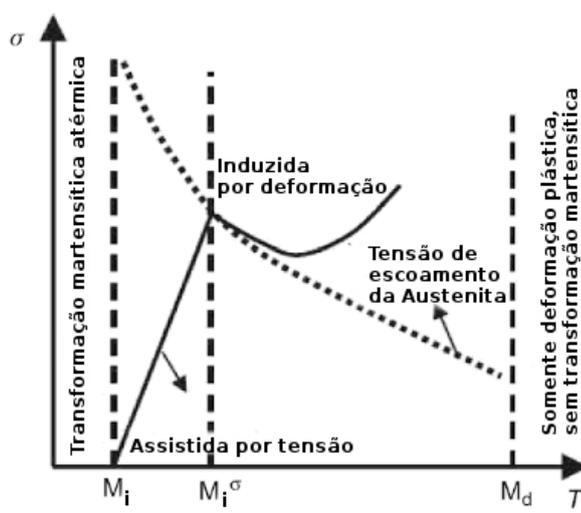
O comportamento da transformação martensítica pode ser explicado com base em  $M_i$ ,  $M_i^\alpha$  e  $M_d$ , relacionados as temperaturas de transformação, sendo  $M_i^\alpha$  a temperatura em que transformação induzida por tensão é convertida em transformação induzida por deformação e  $M_d$  a temperatura limite de ocorrência de formação de martensita, acima da qual não ocorre transformação martensítica. Esse fenômeno está ilustrado na figura 3.24 a seguir, que mostra a variação da tensão crítica necessária para iniciar a transformação martensítica em função da temperatura. A variação da tensão de escoamento da austenita estável com a temperatura está indicada na mesma imagem. É possível observar a partir do exposto na figura que a tensão crítica necessária para causar transformação de fase aumenta linearmente com a temperatura no intervalo entre  $M_i$  e  $M_i^\alpha$  (ENNIS *et al.*, 2017; KOBAYASHI, 2014; SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006).

Além disso, a tensão crítica neste intervalo de temperatura é menor que a tensão de escoamento da austenita estável e a transformação ocorre por nucleação heterogênea nos mesmos sítios de nucleação que são responsáveis pela transformação no resfriamento abaixo da temperatura  $M_i$ . Esse modo de transformação martensítica é denominado transformação assistida por tensão e a temperatura máxima até a qual pode ocorrer transformação por esse mecanismo é  $M_i^\sigma$  (KOBAYASHI, 2014; SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006). A essa temperatura, a tensão crítica aplicada atinge a tensão de escoamento da austenita

estável e acima desta temperatura, a tensão necessária para iniciar a transformação martensítica é grande o suficiente (tensão superior à tensão de escoamento) para provocar a deformação plástica na austenita (SUGIMOTO, 2016).

Em temperaturas acima de  $M_i^\alpha$ , a transformação martensítica ocorre em uma austenita plasticamente deformada em novos sítios de nucleação gerados por deformação plástica e em tensões consideravelmente menores do que o esperado de uma simples extrapolação da linha de tensão crítica-temperatura entre  $M_i$  e  $M_i^\sigma$ . Este modo de transformação é denominado transformação induzida por deformação (KOBAYASHI, 2014; SUGIMOTO, 2006; MUKHERJEE *et al.*, 2006).

**Figura 3.24 – Esquema da influência da tensão aplicada nos mecanismos de transformação martensítica em função da temperatura.**



A linha sólida indica a tensão crítica necessária para iniciar a transformação martensítica a temperaturas acima de  $M_i$ .

Fonte: MUKHERJEE *et al.*, 2006. (Adaptado)

Na figura 3.24 é exposta ainda a situação em que a temperatura é inferior a  $M_i$ . Neste caso, a transformação martensítica é induzida apenas pelo super-resfriamento sem a necessidade de aplicação de esforço mecânico externo ou deformação plástica.

As propriedades mecânicas consideradas favoráveis para diversas aplicações exibidas pelos aços assistidos por efeito TRIP decorrem principalmente devido à transformação por deformação induzida da austenita retida metaestável em martensita. Porém, os efeitos benéficos dessa transformação dependem em grande parte da resistência da austenita retida a essa ou à estabilidade da austenita que pode

ser entendida como a falta de energia de ativação necessária para a transformação (SUGIMOTO, 2016).

### 3.4.2 Transformação bainítica e austenita retida

A partir da observação original do mecanismo de plasticidade induzida por transformação (TRIP) em aços austeníticos metastáveis homogêneos de alta liga por Wassermann e Zackay, pesquisadores da Nippon Steel Corporation buscaram mostrar que a estabilização de austenita também ocorre durante a etapa de transformação isotérmica da bainita. Este processo é também conhecido como austêmpera e corresponde à segunda etapa do processo convencional de produção de aços TRIP, posterior ao recozimento intercrítico (COOMAN, 2004; ENNIS *et al.*, 2017).

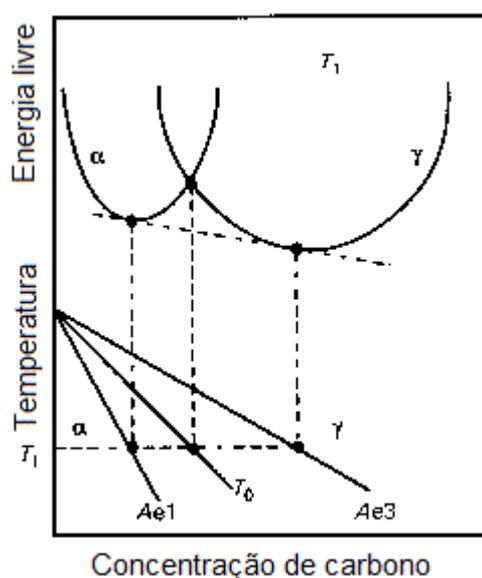
Este estágio é considerado, em muitos aspectos, o estágio mais crítico pois define três parâmetros cruciais: o teor de carbono, a fração volumétrica e o tamanho das regiões da austenita retida na microestrutura. Na temperatura de transformação bainítica, as partículas remanescentes de austenita diminuem de tamanho e seu teor de carbono torna-se ainda mais enriquecido (ENNIS *et al.*, 2017; COOMAN, 2004).

Para a definição dos mecanismos de transformação bainítica, o estudo do fenômeno da reação incompleta tem sido muito discutido na literatura (CABALLERO *et al.*, 2009). Bhadeshia, Edmonds (1980) e Cooman *et al.* (2004) explicam esse fenômeno como uma manifestação da formação de ferrita bainítica essencialmente supersaturada, de modo que a ferrita bainítica original retém muito do conteúdo do carbono da austenita intercrítica, ou seja, a energia livre da ferrita é menor que a energia livre da austenita no início da transformação e isso fornece a força motriz para que a transformação bainítica ocorra sem a necessidade de difusão do carbono para a austenita. Dessa forma, o teor de carbono nessa bainita formada será similar ao da austenita parente. A partição do carbono nas regiões transformadas isotermicamente para a austenita residual ocorre imediatamente após o início da formação de bainita. Nesse caso, espera-se que a reação de formação de bainita cesse assim que o teor de carbono da austenita atinja o valor no qual a transformação sem difusão se torne termodinamicamente impossível, uma vez que as energias livres da austenita residual se tornam menores do que a da ferrita bainítica de mesma composição (BHADESHIA, 1980; CABALLERO *et al.*, 2009). Devido à presença de elementos de liga como Si, Al

e P, o teor de carbono da austenita remanescente pode aumentar. Estudos mostram que para composições típicas de aços TRIP, o carbono da austenita retida é enriquecido em torno de 1,5-2,0% após a etapa de austêmpera em uma faixa de temperatura em torno de 400 a 450°C (COOMAN, 2004).

A transformação da austenita em bainita ocorre em temperaturas abaixo da temperatura  $T_0'$ , que corresponde à temperatura em que as energias livres das fases ferrita e austenita são iguais (SRIVASTAVA *et al.*, 2006; COOMAN, 2004). Quando esta condição é indicada em uma curva de temperatura em função do teor de carbono, é denominada linha  $T_0'$ , como representado na figura 3.25.

Figura 3.25 – Construção da curva  $T_0$  no diagrama de fase Fe-C.



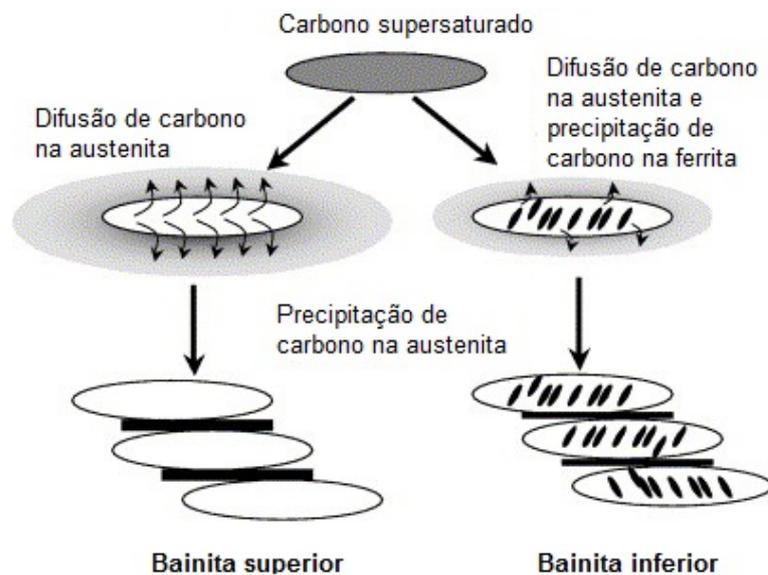
Fonte: PEET, 2010. (Adaptado)

As consequências da curva  $T_0'$  são que maiores frações volumétricas de bainita poderiam ser obtidas por transformação a temperaturas mais baixas, e que a concentração de carbono de equilíbrio da austenita dada pela curva  $Ae_3$  pode não ser alcançada. A austenita restante está disponível para outras transformações, ou pode ser retida após a amostra ser resfriada bruscamente à temperatura ambiente.

Quanto à morfologia da bainita, duas principais variações foram denominadas (figura 3.26): bainita superior e bainita inferior, sendo o segundo tipo formado a temperaturas mais baixas, descrito como sendo similar em aparência à martensita temperada de alto teor de carbono, enquanto a bainita superior seria parecida com martensita de baixo carbono (TAKAHASHI, 2004; PEET, 2010; BHADESHIA, 2015).

Posteriormente, foi demonstrado que os diferentes tipos de bainita decorrem da natureza da precipitação de carbonetos e podem ser influenciados por alteração no teor de carbono, na quantidade de elementos de liga e na temperatura. Na bainita superior, os carbonetos precipitam na austenita entre as placas de ferrita da bainita, permanecendo a ferrita bainítica superior livre de carbonetos. Na bainita inferior há uma dispersão mais fina de carbonetos tipo placa dentro das placas de ferrita.

**Figura 3.26 – Crescimento e desenvolvimento da bainita superior e bainita inferior.**



Fonte: TAKAHASHI, 2004. (Adaptado)

Considerando a austenita, sua morfologia também pode ser distinta, estando presente tanto na forma de grandes volumes, consistindo na “austenita em bloco”, ou aparecendo como filmes finos entre as placas de ferrita bainítica (HAJIANNIA *et al.*, 2018; PEET, 2010). A forma final da austenita retida é importante para as propriedades mecânicas do aço, tanto a morfologia quanto a composição, o que afeta a suscetibilidade e as consequências da transformação posterior em martensita durante a deformação plástica (ZHAO; JIANG, 2018; PEET, 2010).

Em geral, uma maior fração de austenita retida é responsável por maior ductilidade nos aços TRIP pois mais austenita estará disponível para transformação, implicando em uma melhor combinação de resistência e alongamento. Em especial, alguns autores relatam que não é possível afirmar que há uma correlação direta entre a fração de austenita e a ductilidade devido a outros fatores associados. Há discrepância de relatos sobre qual morfologia de austenita é mais eficiente no

aprimoramento da ductilidade, em ripas ou em filme, e além disso, há também a influência do teor de carbono da austenita retida (FONSTEIN, 2015).

O fator chave é a estabilidade da austenita retida que associa todos os fatores citados anteriormente. O principal parâmetro de avaliação da estabilidade é a sua composição química. Dos elementos usualmente presentes em aços TRIP, o carbono é o elemento que tem maior potencial de estabilizar a austenita, sendo que um teor de carbono em torno de 1,2% já é suficiente para obter um bom equilíbrio entre resistência mecânica e alongamento (HAJIANNIA *et al.*, 2018).

### **3.5 Influência dos elementos de liga na obtenção de austenita retida**

A seleção adequada dos elementos de liga e suas respectivas concentrações nos aços assistidos por efeito TRIP são de suma importância para alcançar a microestrutura e as propriedades mecânicas desejadas (SUGIMOTO, 2016; COOMAN, 2004). Essas ligas usualmente possuem baixas concentrações de elementos de liga em sua composição que inibem a formação de precipitados durante a transformação bainítica (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008). As composições convencionais de aços TRIP possuem de 1,5 a 2,5% em peso de silício, 0,12 a 0,55% em peso de carbono e entre 1,5 a 2,5% em peso de manganês, sendo estes três os principais elementos de liga utilizados (ENNIS, 2014; JACQUES, 2012). Todavia, muitos trabalhos têm abordado a substituição parcial ou completa do silício por alumínio ou fósforo, com o intuito de solucionar problemas de revestimento em aços TRIP-Si (SUGIMOTO, 2016; JACQUES, 2001).

O carbono desempenha um papel fundamental na composição, sendo que uma certa quantidade de carbono é necessária para garantir que os níveis de resistência desejados sejam alcançados (COOMAN, 2004). Segundo Sugimoto (2016), a cada aumento de 0,1% em peso de carbono na composição do aço, eleva-se o limite de resistência a tração em 80 a 100 MPa. Além disso, por tratar-se de aços com efeito TRIP, o teor de carbono é de suma importância, uma vez que o aumento do teor de carbono resulta em aumento na fração volumétrica e estabilidade da austenita retida, o que contribuiria para uma melhor relação resistência mecânica e ductilidade (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008; SUGIMOTO, 2016).

No trabalho de Sugimoto *et al.* (2002), foi avaliada a influência do teor de carbono do aço TRIP, com diferentes microestruturas iniciais, na proporção de austenita retida

obtida na estrutura final, no teor de carbono dessa austenita e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas. Nesse caso, foram empregados aços com carbono variando de 0,1 a 0,6% em peso, além de 1,5% de silício e 1,5% de manganês. Os autores observaram que tanto a fração de austenita retida como seu teor de carbono aumentaram com a elevação da quantidade de carbono na liga até 0,3%, a partir da qual há uma saturação.

A adição de manganês em aços AHSS usualmente varia entre 0,4 e 2,0% em peso. O manganês dissolve-se na matriz ferrítica resultando na deformação da rede cristalina e no surgimento de um campo de deformação plástica. Este campo de deformação dificulta o movimento das discordâncias e, portanto, resulta no mecanismo de endurecimento por solução sólida da ferrita (SUGIMOTO, 2016). O manganês também atua reduzindo a força motriz e aumentando a energia crítica de ativação para nucleação de ferrita. Isso leva à supressão da temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  e, assim, a um refinamento significativo do tamanho do grão ferrítico. Maiores adições, em torno de 1,5 a 2,0% em peso reduzem significativamente a reação da perlita e promovem a formação de ferrita acicular ou produtos de transformação bainítica, o que leva a uma melhoria na resistência desses aços.

O manganês desempenha um papel importante no aumento da estabilidade da austenita, reduzindo a temperatura de início de transformação martensítica, embora diminua a temperatura  $T_0$ , o que implica que durante a etapa de transformação bainítica pode obter-se uma maior quantidade de austenita, porém o teor de carbono da austenita é menor. O menor percentual de carbono aumenta a temperatura de  $M_i$  e a austenita retida fica menos estável. Por isso, esses dois efeitos devem ser analisados ao decidir sobre o percentual de manganês dos aços com efeito TRIP (SUGIMOTO, 2016).

O silício é um elemento estabilizador da ferrita, que confere fortalecimento/consolidação da solução sólida à ferrita. Em adição a esse fato, a principal característica do silício nos aços TRIP é sua capacidade de inibir a precipitação de carbonetos durante a transformação bainítica, contribuindo para enriquecimento de carbono da austenita nessa etapa. Esse fenômeno leva a uma redução da temperatura de transformação martensítica e assim uma quantidade considerável de austenita retida metaestável é mantida à temperatura ambiente (JACQUES, 2004; KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008). Entretanto, os elevados

níveis de silício que são necessários na estrutura de aços TRIP não são adequados para a prática do processo de galvanização aplicados em indústrias automobilísticas (GUO, 2007; JACQUES, 2004; JACQUES, 1999; JACQUES *et al.*, 2001).

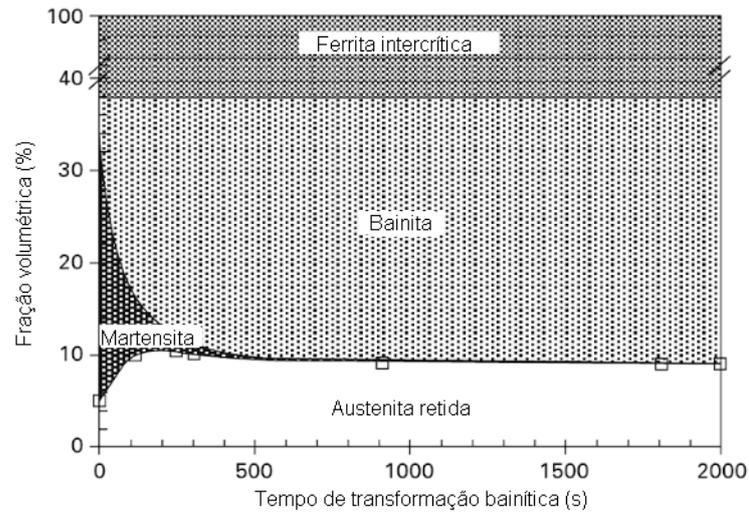
Neste contexto, considerando o efeito negativo do silício no processo de proteção à oxidação dos componentes, o alumínio é usualmente adicionado aos aços TRIP como um elemento alternativo para substituição parcial ou total do silício, uma vez que tem a vantagem de não dificultar o processo de revestimento dos aços em questão e possuir características similares como estabilizador da ferrita e ser insolúvel em cementita, retardando sua formação (KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008).

Além disso, o alumínio pode acelerar a transformação bainítica, elevando a taxa de nucleação da bainita e aumentando o percentual de carbono na austenita ao deslocar a linha de  $T_0'$  para a direita (JACQUES, 2004; JACQUES 2012).

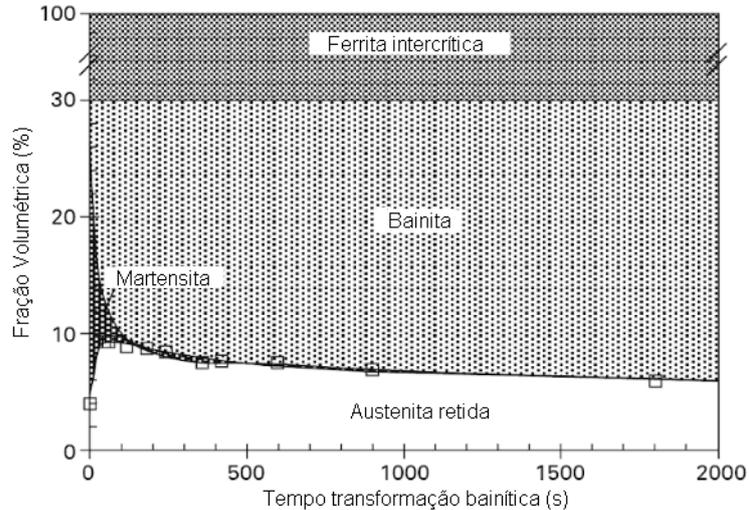
Jacques *et al.* (2001) estudaram a influência do tempo de austêmpera na quantidade de austenita retida obtida a temperatura ambiente em aços assistidos pelo efeito TRIP processados pelo método convencional. Os aços estudados possuíam composição similar e diferiam apenas no teor de silício e alumínio. Dessa forma, os aços denominados no trabalho como Si1 e Al1 apresentaram 1,5% Si e 0,43% Al e 1,5% Al e 0,59% Si, respectivamente. Na figura 3.27 estão ilustrados os diagramas de transformação de fases obtidos à temperatura ambiente em função do tempo de transformação bainítica para as ligas Si1 e Al1. Para ambos os casos foi aplicado recozimento intercrítico a 750°C por 4 minutos e transformação bainítica a 375°C. A partir do recozimento intercrítico, tem-se frações volumétricas de ferrita e austenita para Si1 e Al1 de 62/38% e 70/30%, respectivamente. Com a variação do tempo da etapa de austêmpera, diferentes proporções de fases são obtidas após o resfriamento. Além disso, tem-se que com o aumento do tempo, a austenita enriquecida durante o recozimento intercrítico transforma-se gradualmente em bainita e torna-se mais estável e menos martensita é formada, que desaparece completamente após certo tempo. Ao analisar os diagramas foi observado comportamento similar nos dois casos: a fração volumétrica de austenita retida aumenta nos primeiros momentos da transformação bainítica e então reduz até atingir um nível que é mantido por longos períodos. Adicionalmente, a transformação de austenita em bainita termina antes que a austenita seja consumida totalmente. Entretanto, para Al1 as transformações são mais rápidas e a quantidade de austenita retida a temperatura ambiente é ligeiramente menor que a liga Si1. Para-Si1 é possível obter níveis superiores a 10% enquanto que

para Al1 em torno de 8%. Somado à transformação bainítica muito rápida logo no início da etapa, observa-se que a quantidade de austenita na estrutura começa a diminuir com o tempo devido à precipitação de carbonetos.

**Figura 3.27 – Fração volumétrica dos constituintes em função do tempo da transformação bainítica para os aços Si1 e Al1 com efeito TRIP.**



(a)



(b)

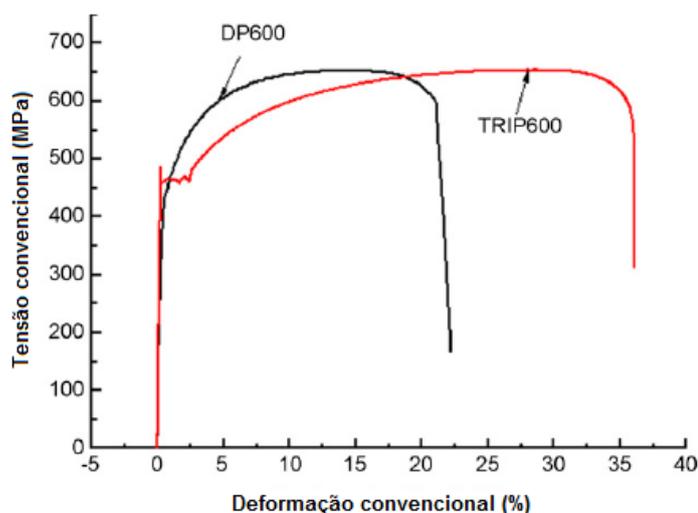
Aços (a) Si1 e (b) Al1.

Fonte: JACQUES *et al.*, 2001. (Adaptado)

### 3.6 Propriedades mecânicas dos aços assistidos pelo efeito TRIP com diferentes microestruturas

Os aços TRIP, a princípio, possuem elevada resistência mecânica e boa ductilidade e conformabilidade quando comparados a outros aços automobilísticos (SRIVASTAVA *et al.*, 2006; SUGIMOTO *et al.*, 2002; ZHAO *et al.*, 2014). Além disso, são conhecidos por apresentarem elevado alongamento uniforme se comparados com aços da mesma família, como os aços *dual phase* (YI, 2010). Na figura 3.28 está ilustrado o comportamento à tração dos aços DP e TRIP com limites de resistência mecânica similares, em torno de 600MPa (YAN, 2008).

Figura 3.28 - Curvas tensão-deformação para aços DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 600 MPa.



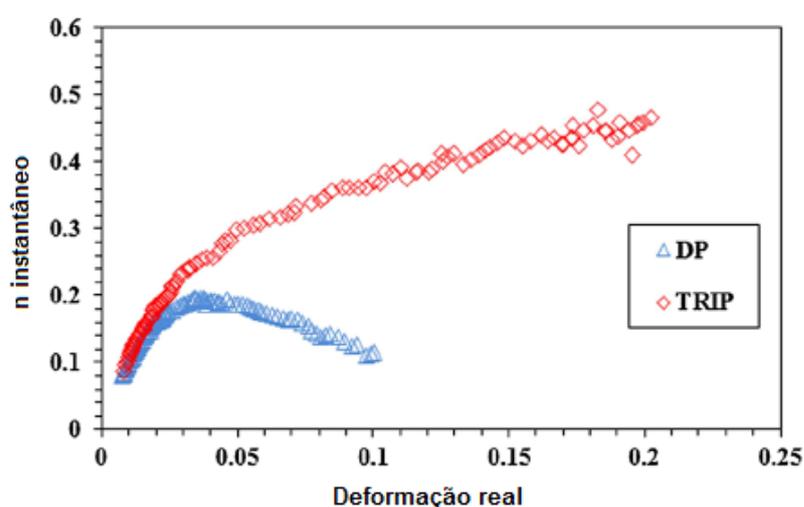
Fonte: HAJIANNIA *et al.*, 2018. (Traduzido)

O aço DP apresenta comportamento de escoamento contínuo, atribuído a elevada densidade de discordâncias presente nos grãos de ferrita, geradas pela formação de martensita circundante. Por outro lado, o aço TRIP apresenta comportamento de escoamento descontínuo devido à baixa densidade de discordâncias móveis em grãos de ferrita, uma vez que a formação de bainita ao invés de martensita não é tão efetiva para induzir as discordâncias na ferrita. Com relação as propriedades mecânicas obtidas a partir da curva tensão *versus* deformação, observa-se que o aço TRIP exibe um maior nível de alongamento uniforme embora ambos possuam mesmo limite de resistência mecânica 600Mpa. Dessa forma, é

evidenciado que o aço TRIP combina elevada resistência mecânica e boa plasticidade (HAJIANNIA *et al.*, 2018; YI, 2010; YAN, 2008).

Hajiannia *et al.* (2018), investigando o comportamento dos dois aços citados anteriormente observou que o aço TRIP tem maior expoente de encruamento que o aço DP, a partir da curva de expoente de encruamento instantâneo em função da deformação real durante ensaio de tração, indicado na figura 3.29. No caso do aço DP, o expoente de encruamento aumenta com a deformação até o início da deformação plástica e então diminui até o final da região plástica. Por outro lado, o aço TRIP exibe um expoente de encruamento que aumenta bruscamente em baixas deformações e em seguida continua aumentando, porém com menor intensidade até o início da estricção. Esse resultado vai de encontro ao observado na curva tensão *versus* deformação apresentada anteriormente uma vez que o aço TRIP possui maior alongamento total para um mesmo limite de resistência à tração, indicativo de um maior nível de encruamento.

**Figura 3.29 – Curvas expoente de encruamento instantâneo em função da deformação verdadeira para aços DP e TRIP com mesmo limite de escoamento de 780 MPa.**



Fonte: HAJIANNIA *et al.*, 2018. (Traduzido)

Considerando os aços DP, durante a deformação, a tensão é concentrada na fase ferrita, de baixa resistência, que envolve as fases secundárias duras, ilhas de martensita, o que gera uma elevada taxa de encruamento. Similarmente, os aços TRIP, ao serem deformados, a dispersão das fases duras na ferrita macia cria uma elevada taxa de encruamento a baixos níveis de deformação. Porém, nos aços TRIP,

com o aumento da tensão a austenita retida se transforma em martensita, o que leva a ainda maiores taxas de encruamento em níveis superiores de deformação (DIEGO-CALDERÓN *et al.*, 2016; AUTOSTEEL, 2017; HAJIANNIA *et al.*, 2018). A capacidade de encruamento, nesse caso, interfere de forma acentuada não somente na resistência do material, mas também em suas ductilidade e tenacidade, tal que, devido a presença de austenita não transformada é possível alcançar níveis maiores de alongamento (YI, 2010; OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007).

Em adição à transformação da austenita metaestável em martensita, as propriedades mecânicas dos aços TRIP são, de uma forma mais ampla, atribuídas ao desenvolvimento de estruturas multifásicas. A boa ductilidade é associada tanto à ferrita quanto ao efeito TRIP, enquanto a resistência mecânica é proveniente da bainita e da martensita "recém" transformada (BLONDE *et al.*, 2014).

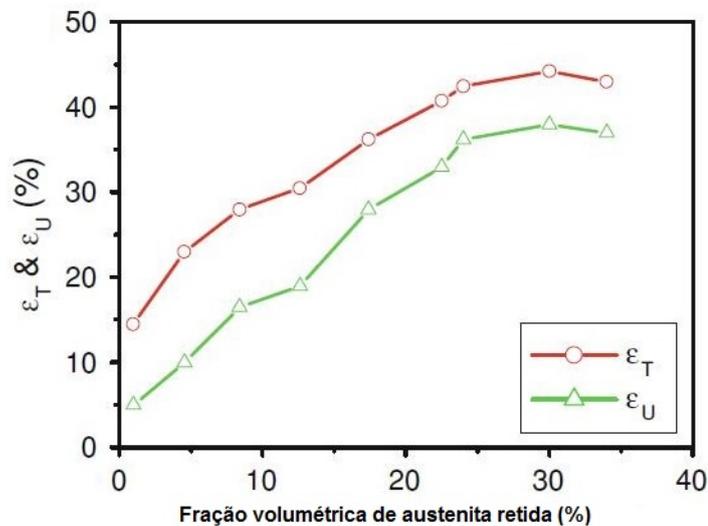
Segundo Ashby *et al.* a taxa de encruamento de metais depende da dispersão das fases secundárias e é proporcional ao parâmetro de dispersão  $(f/d)^{1/2}$ , no qual  $f$  é a fração volumétrica da fase secundária e  $d$  é o diâmetro médio das partículas. Fato este relevante para o desenvolvimento de aços com elevada resistência com ganho de ductilidade. Como os aços da família AHSS apresentam baixos teores de carbono, os precipitados de elementos microligados atuam elevando a taxa de encruamento. Estes apresentam diâmetro na casa dos nanômetros o que leva a uma fração volumétrica pequena e assim elevada relação  $f/d$  (GAN *et al.*, 2011).

A microestrutura da matriz deve ser refinada e ter uma densidade de discordâncias maior do que a da ferrita, mas inferior à da martensita, para garantir uma boa combinação de alta resistência e alta ductilidade. Além disso, a microestrutura da matriz deve ser reforçada pelos precipitados de microligados de tamanho nanométrico (GAN *et al.*, 2011).

As propriedades mecânicas da matriz afetam diretamente a tensão e deformação sofrida pela austenita em um determinado valor de deformação total. Dessa forma, o tamanho, forma e composição das fases que circundam a austenita retida influenciam no comportamento de formação. Se cercada por ferrita macia a austenita passará por uma maior tensão-deformação global do que se rodeada por uma ou mais fases duras como bainita e martensita. Diferentes morfologias da austenita também influenciam na estabilidade mecânica (BLONDE *et al.*, 2014; OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007).

A austenita retida presente no aço TRIP atua retardando o início da estricção por meio da transformação da austenita em martensita, e além disso, eleva a taxa de encruamento em níveis maiores de deformação e por consequência fornece alongamentos superiores. A fim de compreender o mecanismo das propriedades mecânicas melhoradas, o alongamento de tração uniforme e total foram plotados em função do volume de austenita, como indicado na figura 3.30. Tanto o alongamento uniforme quanto o alongamento total aumentam com a elevação da fração volumétrica de austenita. Contudo, para uma dada composição química, o aumento do volume de austenita retida é acompanhado da redução da estabilidade da mesma e essa redução pode ser interpretada como a razão da deterioração dessa habilidade de aprimorar as propriedades mecânicas (DABBOUSSI; NEMES, 2013; GAN *et al.*, 2011; CHATTERJEE, 2006).

**Figura 3.30 – Dependência das propriedades mecânicas em relação a austenita retida, relação entre o alongamento uniforme e total e a fração volumétrica de austenita retida para um aço TRIP 0,2%C-5,0%Mn.**



$\epsilon_T$ : Alongamento total

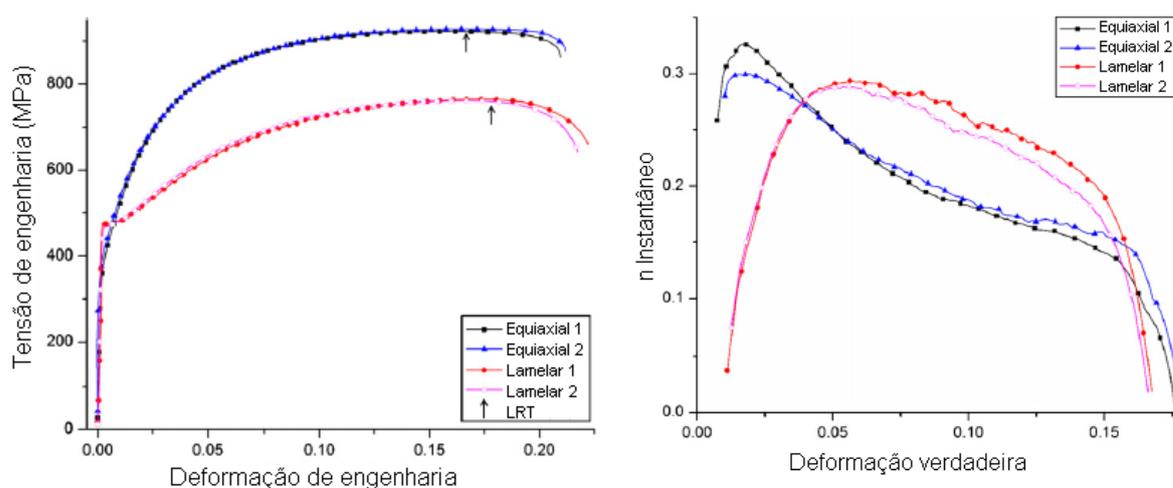
$\epsilon_U$ : Alongamento uniforme

Fonte: GAN *et al.*, 2011. (Traduzido)

Chiang *et al.* (2011) investigaram a transformação da austenita retida durante testes de tração para comparar a estabilidade da austenita retida a partir de aços TRIP com diferentes microestruturas, do tipo ferrita poligonal denominada pelo autor como estrutura equiaxial e do tipo martensítica denominada lamelar. Para tal, foi utilizado

um aço 0,17%C-1,53%Si-1,50%Mn com amostras austemperadas a 450°C por 100 segundos, por ser a combinação com maior fração volumétrica de austenita retida obtida no estudo, os resultados são mostrados na figura 3.31. A microestrutura equiaxial tem uma tensão de escoamento menor que a microestrutura lamelar, mas um limite de resistência à tração mais alto. Além disso, a microestrutura lamelar apresenta um patamar de escoamento definido, enquanto a microestrutura equiaxial apresenta escoamento contínuo. Por outro lado, a deformação na tensão limite de resistência a tração para ambas as microestruturas são similares embora possuam curvas tensão-deformação de engenharia com formatos diferentes. Em relação ao comportamento de encruamento, a microestrutura equiaxial foi caracterizada por maiores taxas de endurecimento em baixos níveis de deformação com subsequente queda brusca enquanto que as amostras de microestrutura lamelar apresentaram níveis de endurecimento por deformação altos, sustentados até elevados níveis de deformação. Segundo o autor, essas mudanças nas propriedades em relação a microestrutura podem ser explicadas pelo fato de que a austenita retida nas amostras do tipo lamelar apresentam maior estabilidade, o que impede a transformação em martensita em níveis precoces de deformação.

**Figura 3.31 – Curva tensão versus deformação de engenharia e variação no coeficiente instantâneo de encruamento em função da deformação verdadeira para microestrutura equiaxial e lamelar com transformação bainítica a 450°C por 100 segundos.**

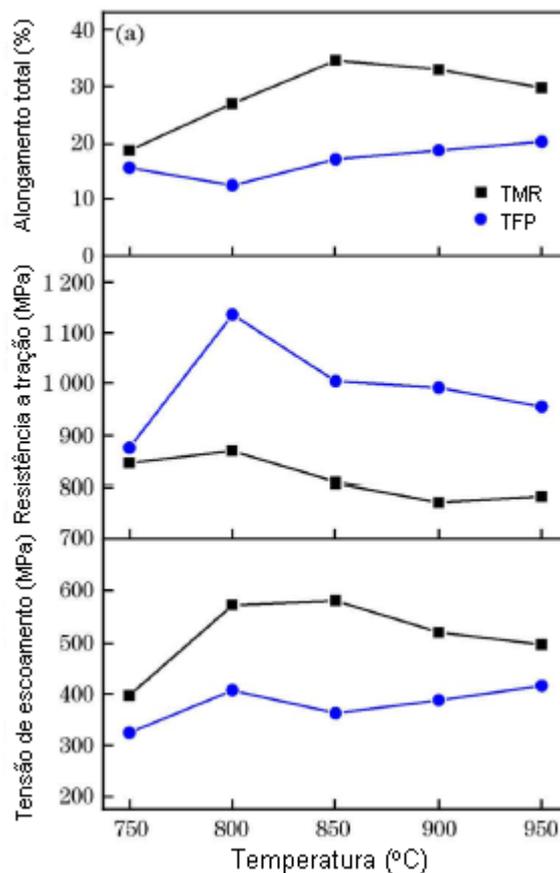


Fonte: CHIANG *et al.*, 2011

Liang *et al.* (2017), constataram que para um aço 0,21%C-2,2%Mn-0,49%Si-1,77%Al submetido a duas estruturas iniciais diferentes TMR e TFP, as amostras do

tipo MR possuem tensão de escoamento e alongamento total muito superior embora menor resistência mecânica do que as amostras TFP, como indicado na figura 3.32. Segundo o autor, esses resultados estão relacionados a microestrutura. A tensão de escoamento é geralmente influenciada pelas fases macias, tais como ferrita poligonal, ferrita bainítica enquanto que a resistência à tração é determinada principalmente por fases mais duras tanto a bainita quanto a martensita. Além disso, a morfologia, quantidade e homogeneidade da austenita retida também exercem influência.

**Figura 3.32 – Propriedades mecânicas em função da temperatura para aços TMR e TFP.**

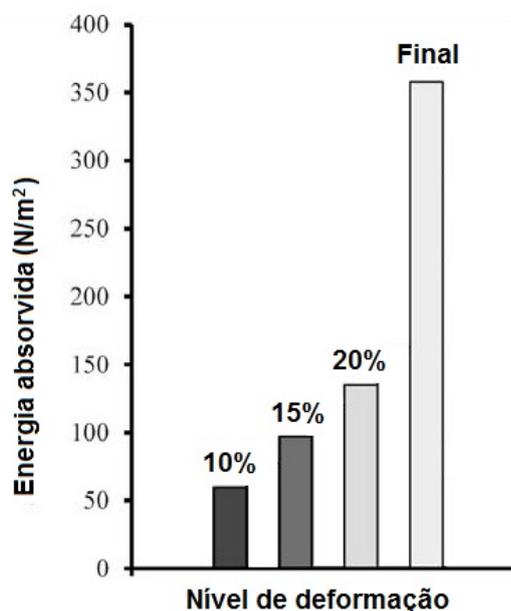


Fonte: LIANG *et al.*, 2017

Os aços TRIP oferecem boa combinação de resistência mecânica e alongamento uniforme que é uma medida de alto nível de absorção de energia, se comparado com outros aços da mesma geração, característica relevante para aplicações em regiões de proteção do compartimento de passageiros (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007; DABBOUSSI; NEMES, 2013).

Dabboussi e Nemes (2013) caracterizaram um aço baixa liga assistido por efeito TRIP 0,16C-1,5Mn-1,53Si obtido a partir de processamento térmico de recozimento intercrítico a 840°C por 20 minutos seguido de austêmpera a 400°C por 2 minutos com o intuito de avaliar a resistência ao choque. Para tal, foram feitos ensaios de tração e compressão e a partir dos resultados foram avaliadas características de absorção de energia. A análise da absorção de energia fornece uma melhor compreensão da variação de força e ductilidade e sua influência no desempenho de resistência ao choque. Foram obtidos valores de absorção de energia em níveis de deformação, 10, 15 e 20% e no alongamento final, indicados na figura 3.33. A medida mais importante corresponde a deformação de 10% que representa o nível de deformação mais encontrado em colisões. Foi observado que a energia absorvida aumenta com a elevação da deformação.

**Figura 3.33 – Energia absorvida, em vários níveis de deformação de um aço 0,16C-1,5Mn-1,53Si.**

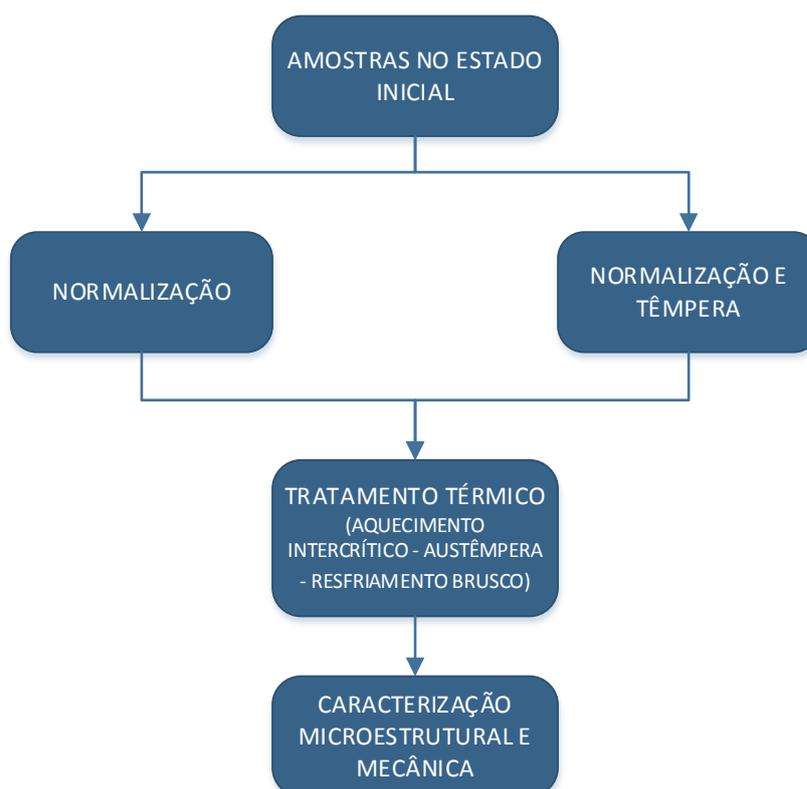


Fonte: DABBOUSSI e NEMES, 2013. (Adaptado e traduzido)

#### 4. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi baseado em uma análise experimental, no qual inicialmente foi realizado a avaliação do material no estado inicial de fornecimento em termos de sua composição química e análises termodinâmicas. Em seguida, um estudo da influência do processamento térmico na microestrutura e no comportamento mecânico foi conduzido. As rotas térmicas foram definidas de forma a produzir diferentes microestruturas, sendo que as rotas diferem na primeira etapa do processamento de forma que antes do recozimento intercrítico, tem-se parte das amostras com estrutura lamelar e parte com estrutura equiaxial. No fluxograma da figura 4.1 são descritas as principais etapas do trabalho.

Figura 4.1 – Principais etapas do trabalho.

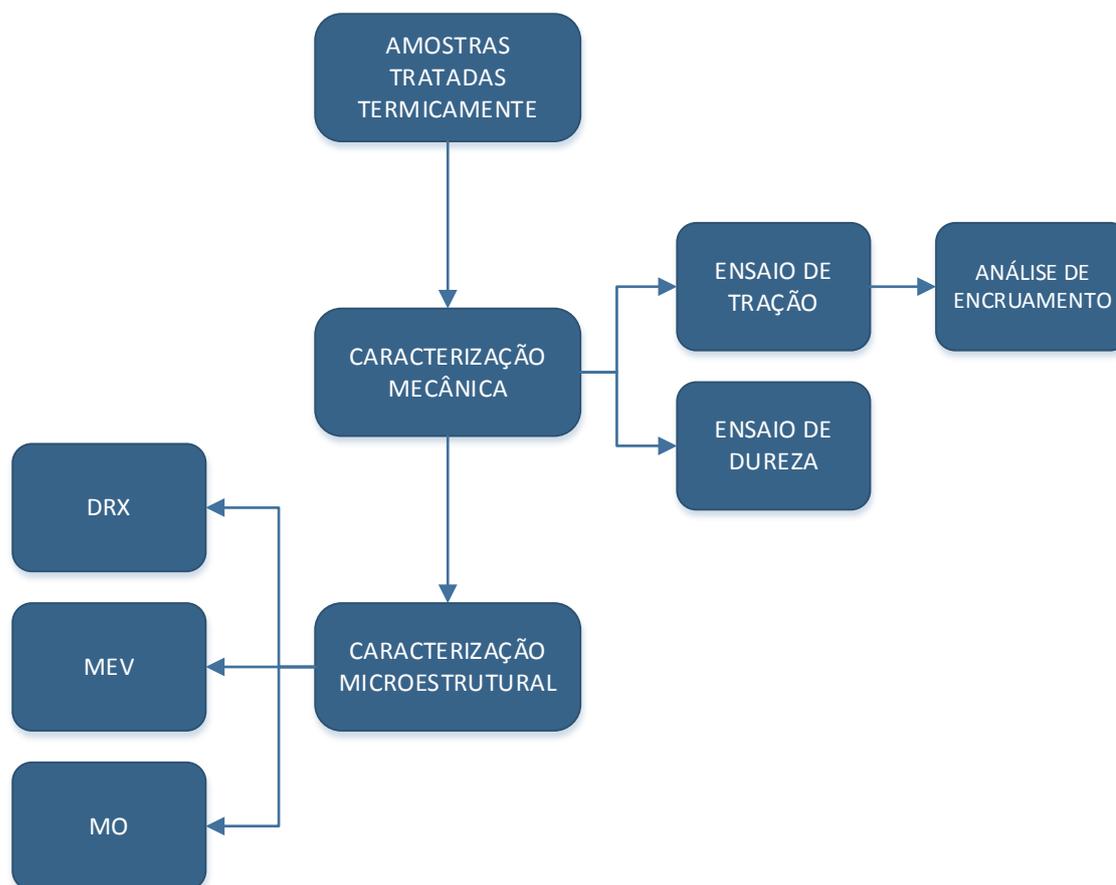


Fonte: Próprio autor

A respeito da etapa de caracterização, foi investigada a resposta do material frente às diferentes rotas térmicas em termos de propriedades mecânicas por meio de ensaios dureza Vickers, tração, além da análise do encruamento. Além disso, foi analisada a influência da estrutura inicial (convencional ou martensítica) na

microestrutura. Para tal, foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). Na figura 4.2 estão ilustradas as etapas relacionadas a caracterização das amostras.

**Figura 4.2 – Principais etapas relacionadas a caracterização das amostras.**



Fonte: Próprio autor

## 4.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizadas chapas de aço TRIP 800 obtidas por meio de doação. O material pode ser definido como um aço microligado com baixo teor de carbono, com composição química com potencial de apresentar efeito TRIP. As chapas fornecidas foram laminadas a frio e galvanizadas com revestimento de zinco, possuindo espessura de 1,5 mm. A composição química (%em peso) do aço investigado foi obtida por meio da técnica de espectrometria de emissão óptica e o resultado está indicado na tabela 4.1.

**Tabela 4.1 - Composição química (%p) do aço no estado inicial.**

Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
96.2	0.230	1.59	1.71	0.0199	0.0185	0.0252	0.0127
Ni	Al	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb
0.0181	0.0667	0.0217	0.0078	0.0073	0.0045	0.0095	0.0057

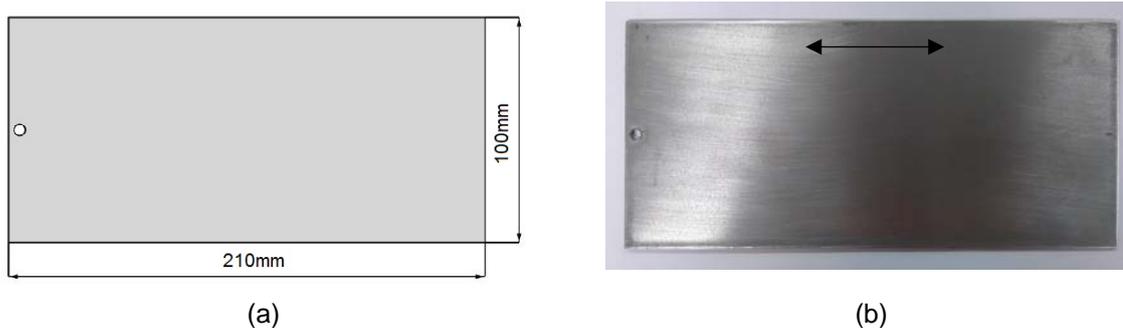
Fonte: Próprio autor

## 4.2 Preparação dos corpos de prova

Foram empregados três tipos de corpos de prova para realização do trabalho, cujas dimensões variaram de acordo com a finalidade empregada.

Inicialmente, para realização dos tratamentos térmicos foram preparados corpos de prova de dimensão 210 mm x 100 mm com um furo de diâmetro 5 mm na região superior central para facilitar manuseio das amostras durante o tratamento térmico, corpo de prova ilustrado na figura 4.3. As chapas foram cortadas no sentido de laminação (indicado pela seta preta), em uma guilhotina Newton modelo TM10, sendo que cada chapa corresponde a uma condição de processamento.

**Figura 4.3 – Corpo de prova empregado na realização dos tratamentos térmicos.**

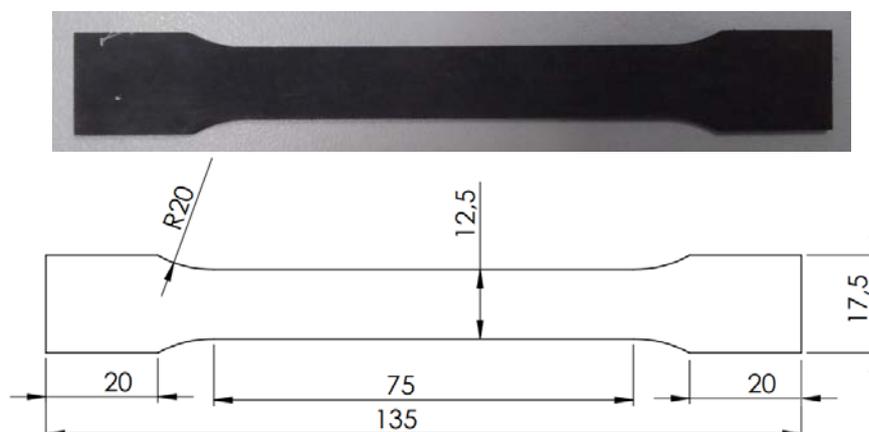


(a) Representação esquemática e (b) sua imagem.

Fonte: Próprio Autor

Foram confeccionados três corpos de prova para cada condição térmica, de acordo com a norma NBR 6152-1 (2002), para o ensaio de tração, como ilustrado na figura 4.4. As amostras foram cortadas em um equipamento de usinagem por eletroerosão a fio (fio de latão de 0,25 mm) Charmilles Modelo Robofil 240.

**Figura 4.4 – Representação esquemática do corpo de prova empregado na realização do ensaio de tração.**



Fonte: Próprio autor

Foram confeccionados cinco corpos de prova para cada condição de processamento, de dimensão 10 mm x 10 mm, ilustrado na figura 4.5. As amostras foram cortadas em uma cortadora metalográfica de marca AROTEC e modelo COR80 com disco de corte para materiais ferrosos de marca Fortel modelo FI para materiais com dureza entre 15 e 35 HRC. Das cinco amostras, duas amostras foram para análise metalográfica, duas para o ensaio de dureza e uma para difração de raios X.

**Figura 4.5 – Amostra para caracterização microestrutural.**



(a) Representação esquemática e (b) sua imagem.

Fonte: Próprio Autor

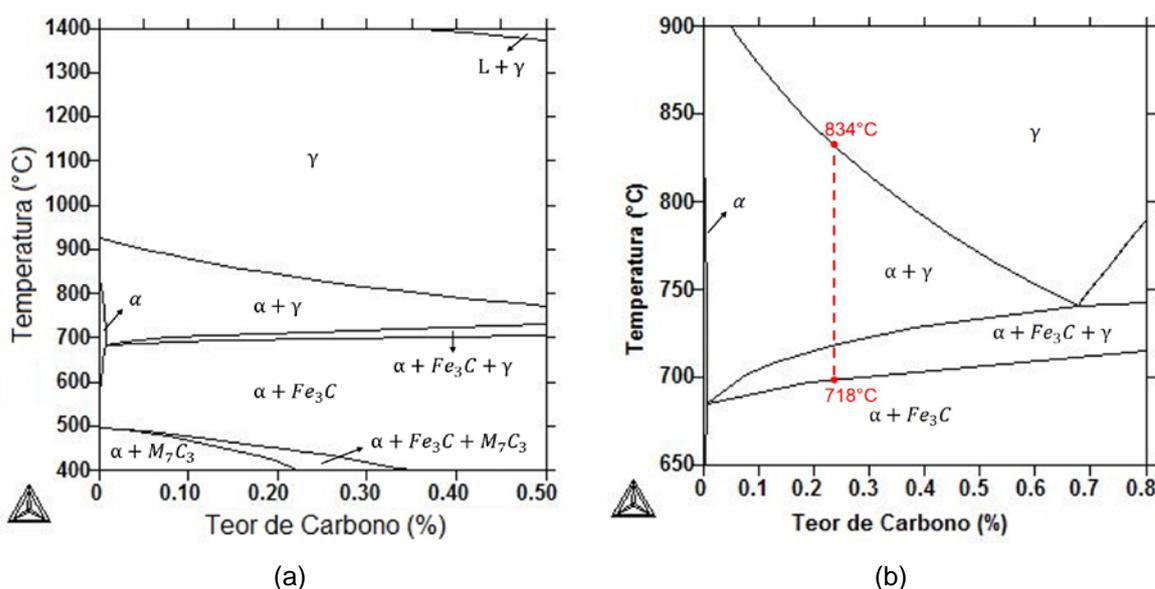
Após o seccionamento, as amostras foram decapadas em ácido clorídrico P.A. de marca Vetec por duas horas e então lavadas com água e sabão. Este processo foi empregado para retirar camada galvanizada ou óxidos presentes na superfície do material e substituir as etapas de lixamento com granulometria grosseira (abaixo de 600 *mesh*) para evitar deformação excessiva e, conseqüentemente, transformação de fase.

### 4.3 Processamento térmico

Na literatura são descritos diferentes tipos de processamentos térmicos para obtenção de uma microestrutura característica dos aços com efeito TRIP. No aço investigado foi adotado o processamento térmico convencional de duas etapas: recozimento intercrítico e austêmpera, seguido de resfriamento brusco. Contudo, para que as estruturas iniciais fossem diferentes, parte das amostras foram submetidas a uma etapa de austenitização seguida de resfriamento brusco em água antes do processamento térmico tradicional de modo a provocar uma morfologia mais lamelar (SUGIMOTO *et al.*, 2002; MUKHERJEE *et al.*, 2006).

Inicialmente, foi estimada a constituição das fases e temperaturas críticas de transformação de fases,  $A_1$  e  $A_3$ , do aço investigado por meio de uma análise termodinâmica com base no diagrama de fases metaestável obtido com o auxílio do software ThermoCalc (Li *et al.*, 2012). Na figura 4.6, tem-se o diagrama de fases em equilíbrio para o aço Fe-C-Mn-Si adotado.

**Figura 4.6 – Análise termodinâmica do aço investigado 0,23%C-1,71%Mn-1,59%Si (% em peso com o auxílio do software *Thermo-Calc*.**



Análise do equilíbrio termodinâmico para: (a) diagrama de fases metaestável obtido; (b) ampliação da região com temperaturas críticas indicadas.

Base de dados: TCFE4

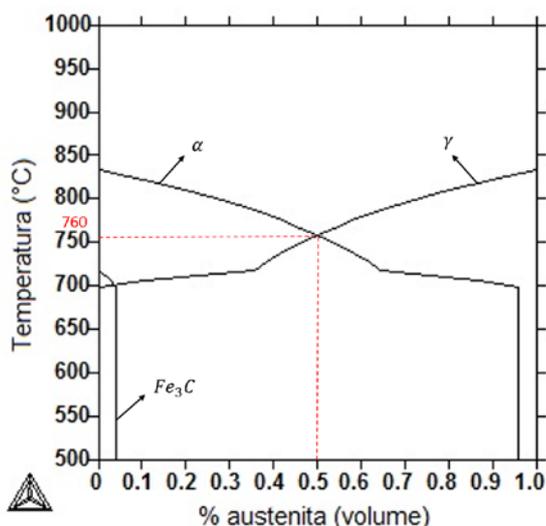
Fonte: Próprio autor

Como indicado na figura 4.6 as fases austenita e ferrita coexistem entre 718°C e 834°C. A partir dessa faixa de temperatura foi escolhida a temperatura intercrítica

( $T_{IA}$ ), adotada na primeira etapa do tratamento térmico. Além disso, para escolha da  $T_{IA}$  foi observada uma região suficientemente acima do limite em que há fase cementita estável para garantir que não houvesse formação de carbonetos, o que desestabiliza a austenita (Li *et al.*, 2012).

Em seguida, foi estimado o diagrama de fração de fases em equilíbrio em função da temperatura com auxílio do software *Thermo-Calc*, indicado na figura 4.7. A temperatura intercrítica, 760°C, foi escolhida em função do volume de austenita correspondente a cerca de 50%, associado as regiões do diagrama de fases metaestável da figura 4.6 (Li *et al.*, 2012).

**Figura 4.7 – Diagrama fração molar das fases constituintes no equilíbrio para um aço 0,23%C-1,71%Mn-1,59%Si.**



Base de dados: TCFE4

Fonte: Próprio autor

Após determinação da temperatura intercrítica, a próxima etapa foi definir a temperatura de austêmpera ( $T_{IBT}$ ). A  $T_{IBT}$  é escolhida de forma a favorecer o enriquecimento do carbono da austenita e a prevenção formação de carbonetos. Ao mesmo tempo, a  $T_{IBT}$  deve ser superior à temperatura de início da transformação martensítica ( $M_i$ ) e inferior a temperatura de início de transformação bainítica ( $B_i$ ) (BADHESHIA, 2002).

As temperaturas de início da transformação martensítica ( $M_i$ ) e início de transformação bainítica ( $B_i$ ), ou seja, temperaturas das transformações displacivas foram obtidas com o auxílio do programa MPA\_STEEL\_MUCG83, que corresponde

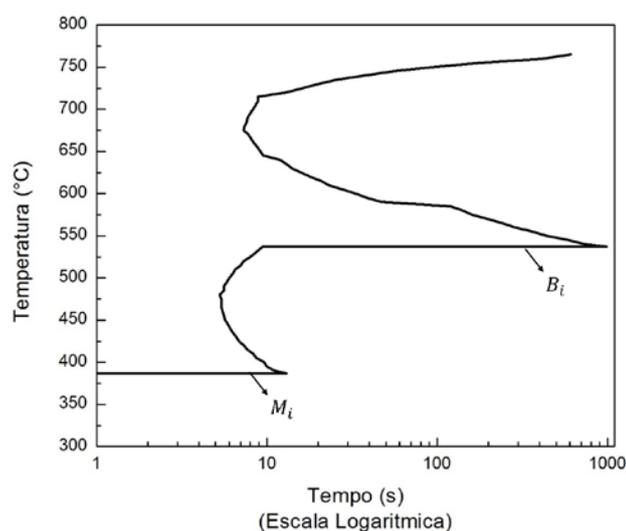
ao *Materials Algorithms Project* (MAP). Para os cálculos foi adotada a mesma composição utilizada no ThermoCalc®. As temperaturas críticas e displacivas obtidas estão resumidas na tabela 4.2. A partir dos dados de  $M_i$  e  $B_i$ , foi construído o diagrama tempo-temperatura-transformação (TTT), ilustrado na figura 4.8.

**Tabela 4.2 – Valores das temperaturas  $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ,  $M_i$  e  $B_i$  para o aço Fe- C-Mn-Si.**

Aço TRIP	$Ac_1$ (°C)	$Ac_3$ (°C)	$M_i$ (°C)	$B_i$ (°C)
Fe-0,23C-1,71Mn-1,59Si	718	834	387	537

Fonte: Próprio autor

**Figura 4.8 – Diagrama TTT para o aço investigado.**



Fonte: próprio autor

Com as temperaturas de recozimento intercrítico e de austêmpera determinadas, foram estabelecidas as rotas térmicas tendo como parâmetros de análise: temperatura e tempo de austêmpera. As amostras foram identificadas de acordo com o estado inicial que apresentam, sendo que as amostras com estrutura inicial formada por ferrita poligonal receberam como nomenclatura estado inicial convencional (EIC) e as amostras com estado inicial formado por martensita denominadas como estado inicial martensítico (EIM).

Antes da execução das rotas térmicas, as amostras foram normalizadas, com aquecimento até 860°C por 30 minutos e resfriamento ao ar, para remoção dos efeitos termomecânicos de tratamentos térmicos previamente aplicados nas chapas. A amostra EIC 1 foi adotada como referência, sendo aplicado apenas normalização como descrito na tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Rota térmica aplicada na amostra AM1.

Amostra	T (°C)	t <sub>A</sub> (s)	Resfriamento ao ar
EIC 1	860	1800	

Fonte: Próprio autor

Em seguida, foi determinada temperatura da etapa de austenitização e têmpera anterior ao recozimento intercrítico, também de acordo com o diagrama de fases, aplicada com o intuito de formar uma microestrutura inicial diferente da convencional (ferrita poligonal) (SUGIMOTO *et al.*, 2002; MUKHERJEE *et al.*, 2006). A amostra EIM 1 foi adotada como referência passando apenas pela etapa de austenitização seguida de têmpera, com temperatura e tempo descritas na tabela 4.4.

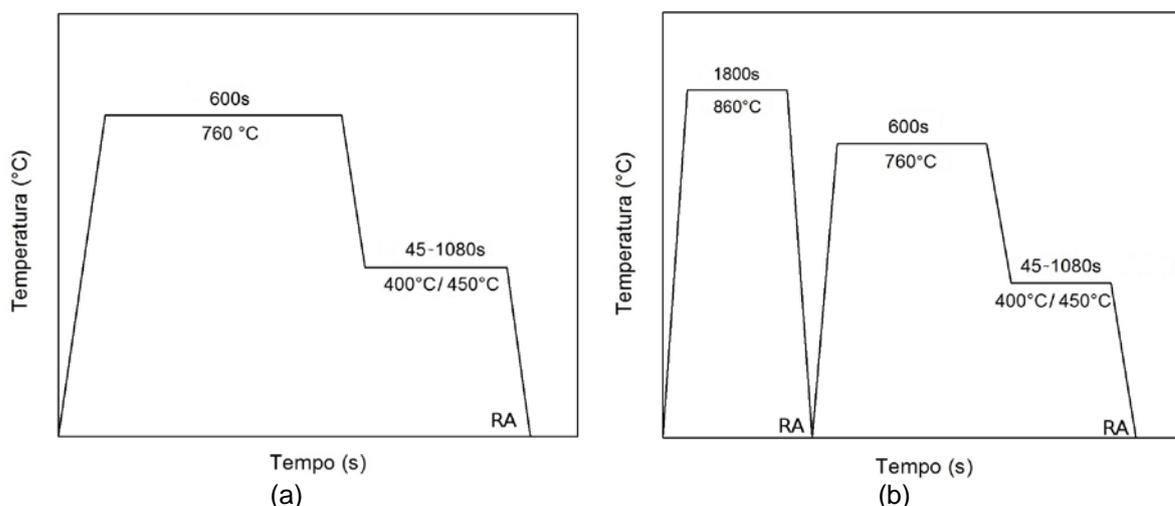
Tabela 4.4 – Rota térmica aplicada na amostra AM18.

Amostra	T <sub>N</sub> (°C)	T <sub>N</sub> (s)	Resfriamento brusco em água até temp. ambiente
EIM 1	860	1800	

Fonte: próprio autor

Para a etapa de transformação bainítica foram escolhidas duas temperaturas, 400°C e 450°C, intermediárias as temperaturas M<sub>i</sub> e B<sub>i</sub> e quatro tempos de permanência nesta etapa, 45s, 90s, 360s e 1080s. Por fim, foram determinadas as rotas térmicas dos dois grupos de amostra, indicadas na figura 4.9 e tabelas 4.5 e 4.6.

Figura 4.9 – Esquema dos tratamentos térmicos aplicados no aço investigado.



Rotas com (a) estrutura inicial convencional (EIC) e (b) estrutura inicial martensítica (EIM).

Fonte: Próprio autor

**Tabela 4.5 – Rota térmica aplicada as amostras EIC-2 a EIC-8.**

Amostra	T <sub>IA</sub> (°C)	t <sub>IA</sub> (s)	T <sub>IB</sub> (°C)	t <sub>IB</sub> (s)
EIC 2	760	600	400	45
EIC 3	760	600	400	90
EIC 4	760	600	400	360
EIC 5	760	600	400	1080
EIC 6	760	600	450	45
EIC 7	760	600	450	90
EIC 8	760	600	450	360
EIC 9	760	600	450	1080

Fonte: Próprio autor

**Tabela 4.6 – Rota térmica aplicada às amostras EIM-2 a EIM-9.**

Amostra	T <sub>A</sub> (°C)	t <sub>A</sub> (s)	T <sub>IA</sub> (°C)	t <sub>IA</sub> (s)	T <sub>IB</sub> (°C)	t <sub>IB</sub> (s)
EIM 2	860	1800	760	600	400	45
EIM 3	860	1800	760	600	400	90
EIM 4	860	1800	760	600	400	360
EIM 5	860	1800	760	600	400	1080
EIM 6	860	1800	760	600	450	45
EIM 7	860	1800	760	600	450	90
EIM 8	860	1800	760	600	450	360
EIM 9	860	1800	760	600	450	1080

Fonte: Próprio autor

Os tratamentos foram realizados em fornos tipo poço com banho de sais e controle de temperatura. Para cada etapa do ciclo térmico foi utilizada uma temperatura e por consequência um tipo de sal. Para a temperatura de 860 °C foi utilizado o sal neutro para aquecimento TEC 750. Já para a temperatura de 760°C foi adotado o sal TEC 540 e no caso das temperaturas 450 e 400 °C foi empregado o sal TEC 140. A taxa de resfriamento da temperatura intercrítica (760°C) até a temperatura de transformação bainítica (400°C/450°C) foi de aproximadamente 30°C/s.

#### 4.4 Caracterização microestrutural

Os materiais com microestruturas iniciais e após tratamentos térmicos foram caracterizados em termos de microestrutura por meio das técnicas de difração de raios X (DRX), microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Para o estudo da cristalinidade por meio da técnica de difração de raios X, foram utilizadas amostras decapadas em ácido clorídrico sem posterior lixamento para garantir uma superfície livre de deformação. Foi utilizado um difratômetro de raios X de marca Shimadzu modelo XRD-7000, com parâmetros de operação: radiação Cu  $K\alpha$  ( $\lambda=1,54056 \text{ \AA}$ ), tensão de 40kV, corrente de 30mA, ângulo de varredura  $2\theta$  variando de  $40^\circ$  a  $120^\circ$  com passo igual a  $0,02s^{-1}$ . A partir dos dados obtidos, os picos foram identificados por meio do software X Powder e banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

Para análise por MO e MEV, após a etapa de decapagem, as amostras foram embutidas a frio em resina de polimetilmetacrilato, para facilitar manuseio durante as etapas subsequentes. Posteriormente, as amostras foram submetidas a etapas de preparação da superfície que envolvem lixamento e polimento.

O lixamento foi feito em lixadeira semiautomática de marca AROTEC modelo AROPOL-VV com lixa de granulometria 600 *mesh* e para o polimento foi utilizada politriz semiautomática de marca Struers com abrasivo de pasta de diamante de marca AROTEC com granulometria  $9\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  e  $1\mu\text{m}$ . A cada mudança de abrasivo, as amostras foram lavadas com água e sabão com o auxílio de um chumaço de algodão, álcool e secadas com jato de ar quente (COLPAERT, 2008).

Posteriormente, as amostras para MO foram submetidas a ataque químico com reagentes Nital 3% e Bandoh, cujas composições são exibidas na tabela 4.7, sendo que para cada condição de processamento foram atacadas duas amostras, uma para cada reativo (COLPAERT, 2008, VANDER VOORT 1999; BANDO, S., MATSUMURA, O. SAKUMA, Y., 1988).

**Tabela 4.7 – Composição dos reagentes químicos empregados nos reagentes.**

Reagente	Composição
Nital 3%	ácido nítrico 3% em solução alcoólica
	ácido pícrico 5% <i>m/v</i> em solução aquosa
Bandoh	tiosulfato de sódio 7% <i>m/v</i> em solução alcoólica
	ácido nítrico 4% em solução alcoólica

Fonte: Próprio autor

Para preparação do Nital 3%, misturou-se 97 mL de álcool etílico absoluto 99,5% P.A./ACS de marca NEON e 3 mL de ácido nítrico P.A./ACS de marca Synth. As amostras foram mergulhadas no reagente em torno de 10 segundos, até obter uma superfície fosca, em seguida as amostras foram lavadas com álcool e secadas à frio. Já no caso do reagente Bandoh, foi feita uma mistura de 2 mL de tiosulfato de sódio 7% m/v, 2 mL de Picral 5% m/v e 0,5 mL de Nital 4% m/v, reagente este que só pode ser utilizado imediatamente após o preparo, sendo a amostra imersa na solução até obter uma superfície fosca e então lavadas com álcool e secadas a frio. A partir das imagens obtidas com este reagente é possível quantificar o percentual dos constituintes para cada condição térmica (BANDO, S., MATSUMURA, O. e SAKUMA, Y., 1988).

Em seguida, a microestrutura das amostras atacadas de cada condição de processamento e agente químico foram analisadas empregando um microscópio óptico de marca Fortel com sistema de digitação Kontrol e lentes com ampliação de 800 vezes. Além disso, as amostras utilizadas para MEV foram atacadas apenas com reagente Nital 3%, sendo uma amostra para cada condição de processamento. Na sequência, as amostras foram analisadas por um microscópio eletrônico de varredura FEG – Quanta 200 FEI, empregando elétrons secundários.

#### **4.4.1 Análise semiquantitativa dos constituintes**

As imagens obtidas por microscopia óptica das amostras atacadas com reagente químico Bandoh foram utilizadas para cálculo percentual dos constituintes ferrita, bainita e MA (martensita e austenita retida). Para tal, foram empregadas as imagens atacadas com este reagente químico por revelar em cores diferentes os constituintes presentes na estrutura, com exceção dos constituintes martensita e austenita retida que são revelados na mesma cor.

Para quantificação dos constituintes foi utilizado o método de contagem por pontos. Sobre cada imagem foi disposta uma rede de nós e analisadas as regiões. A técnica determina que se a intercessão da rede sobrepor uma região de uma única fase (uma cor) será contada como um ponto, se coincidir com uma região de interface será contado como meio ponto para cada constituinte (ASTM E 562, 2011).

Para análise do aço investigado foi estipulada uma rede com 140 nós, retirados os nós mais externos devido ao efeito de borda, sobreposta sobre dez micrografias

de cada condição, com ampliação de 800x, abordando diferentes regiões do material de forma a obter um resultado representativo de toda a estrutura.

Após a realização do procedimento de contagem de pontos, exemplo ilustrado na figura 4.10, foi calculada a fração dos constituintes, dividindo-se o número de pontos obtidos para cada constituinte pelo número total de nós da rede, indicado na equação 4.1. E por fim, foi feita a média das frações das dez micrografias de cada condição (ASTM E562, 2011).

$$F_v = \frac{n_c}{N} \cdot 100 \quad (4.1)$$

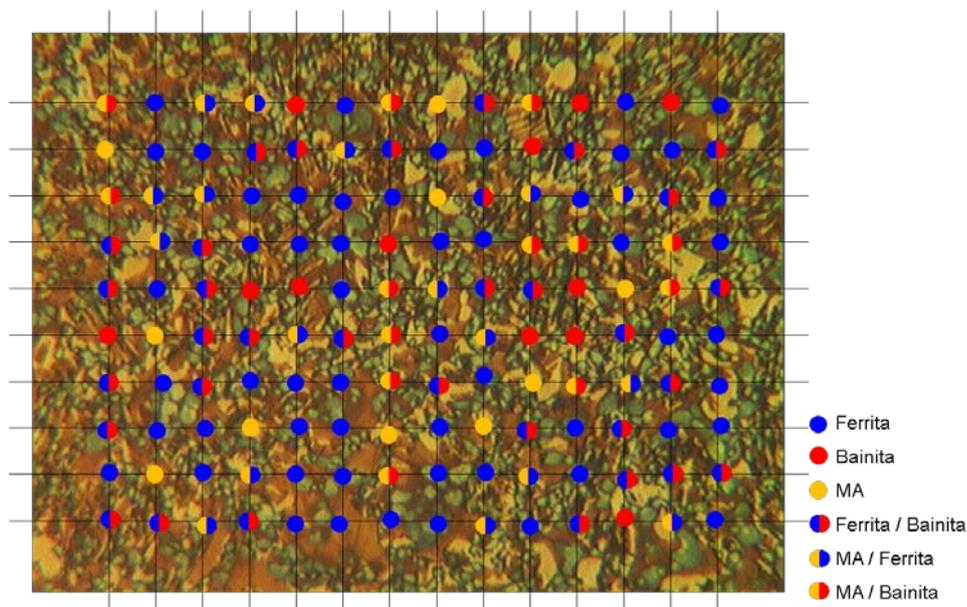
Na qual:

$F_v$  – Fração volumétrica do constituinte em análise

$n_c$  – Número de pontos incidentes do constituinte em análise

$N$  – Total de pontos da rede

**Figura 4.10 – Representação da rede sobre a micrografia para análise semiquantitativa de constituintes pelo método de contagem de pontos.**



Fonte: Próprio autor

Devido à limitação do reagente químico em distinguir os constituintes martensita e austenita retida, foi necessário utilizar um segundo método de análise.

#### 4.4.2 Análise quantitativa da austenita retida

Foram utilizados os resultados do ensaio de DRX, sem necessidade de qualquer tratamento, para o cálculo da fração volumétrica da fase austenita retida por processamento de dados por meio da técnica de refinamento de Rietveld com o auxílio do software GSAS II (TOBY; VON DREELE, 2013). Após o refinamento, o programa fornece o percentual das fases e o parâmetro de rede, com o qual é calculado o teor de carbono a partir das relações indicadas nas equações 4.2 (BASUKI; AERNOUDT, 1999):

$$\%C_{\gamma} = (a_{\gamma} - 0,35467)/0,00467 \quad (4.2)$$

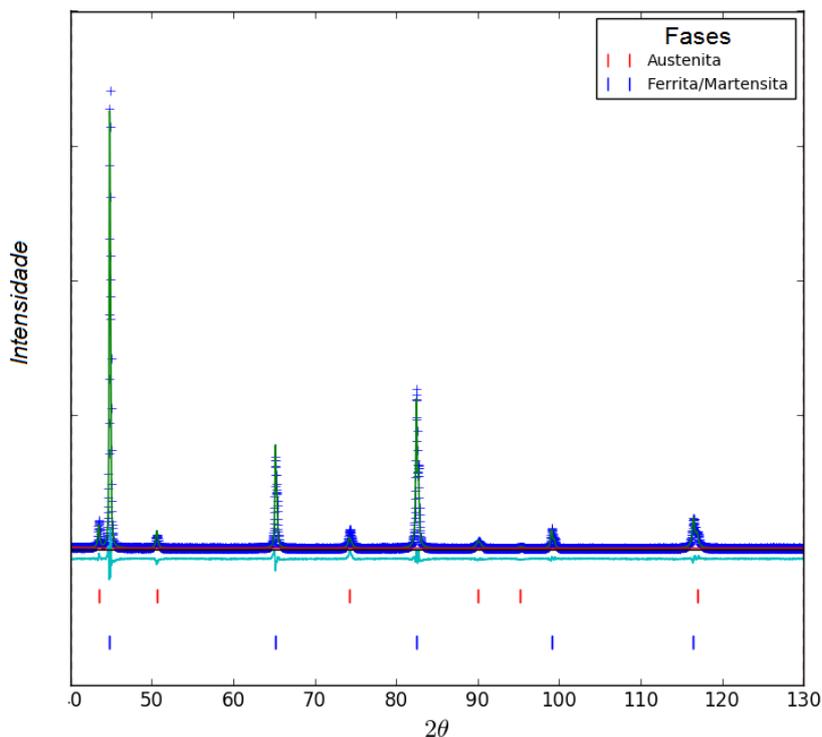
Na qual:

$a_{\gamma}$  – Parâmetro de rede

$C_{\gamma}$  – Percentual de carbono da austenita retida

Para a análise foram consideradas as fases austenita e ferrita/martensita. Na execução do método, o ruído de fundo (*background*) foi ajustado pelo polinômio de Chebyshev e dentro da sequência de refinamento adotada foram refinados parâmetros como fator de escala, célula unitária, background, assimetria de perfil, posição e intensidade atômica (MORAWIEC; GRAJCAR, 2017). Na figura 4.11 está representado um exemplo de difratograma obtido após refinamento. A eficiência do refinamento foi avaliada por meio dos índices estatísticos  $R_{wp}$  e GOF (*Goodness Of Fit*), que podem ser monitorados durante o refinamento e ao final do processo (MORAWIEC; GRAJCAR, 2017).

Figura 4.11 – Representação de um difratograma após refinamento de Rietveld.



Fonte: Próprio autor

## 4.5 Caracterização mecânica

### 4.5.1 Ensaio de dureza Vickers

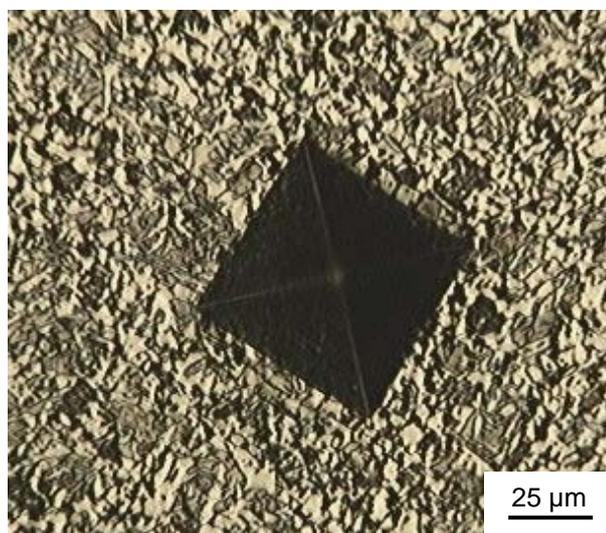
Para caracterização mecânica por meio da análise de dureza do material, foram utilizadas amostras com preparação similar às amostras empregadas para o MEV. Os ensaios foram conduzidos em um microdurômetro de marca Shimadzu e modelo HMV-2T, com penetrador do tipo Vickers. Os parâmetros de ensaio empregados foram carga de 1 kgf (9,807 N – HV1) e tempo de penetração 15 segundos.

As impressões foram feitas em regiões aleatórias e a carga foi escolhida de modo que a penetração abrangesse uma região multiconstituída como indicado na figura 4.12. Portanto, foi representada a estrutura como um todo, obtendo-se resultados de macrodureza.

Foram conduzidas vinte indentações em cada amostra, sendo duas amostras para cada condição de processamento térmico e, em seguida, foram realizadas análises estatísticas que incluem valor médio de dureza e desvio padrão.

Após obtenção dos dados iniciais, foram realizados testes estatísticos elucidados no tópico 4.5.3.

**Figura 4.12 – Indentação utilizados para análise de dureza Vickers.**



Fonte: Próprio autor

#### **4.5.2 Ensaio de tração**

A caracterização mecânica do material em termos do ensaio de tração foi feita de acordo com a norma NBR 6152 (2002). Para tal finalidade, foi utilizada uma máquina universal de ensaios de marca Instron modelo 5982, com sistema de controle e aquisição de dados *Blue Hill3*, empregando um extensômetro do tipo agulhas, de marca Instron modelo 2630-106 com base de medida 25 mm. Os parâmetros de ensaio adotados foram: velocidade de 4,5 mm/min e consequente taxa de deformação inicial de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Os corpos de prova utilizados no ensaio de tração foram confeccionados como descrito na seção 4.2, a partir das chapas tratadas termicamente sem etapas de preparação adicional, sendo três corpos de prova para cada condição térmica.

A partir dos dados obtidos, foram elaboradas curvas tensão *versus* deformação convencional até o início da estricção para posterior cálculo do limite de resistência à tração (LRT), limite de escoamento (LE) e alongamento uniforme percentual (AU%), de acordo com a norma NBR 6152.

Como a curva convencional é baseada nas dimensões originais do corpo de prova e essas dimensões mudam continuamente com o prosseguimento do ensaio

faz-se necessária a construção das curvas tensão *versus* deformação real por meio das equações 4.3 e 4.4 abaixo (DIETER, 1981; COURTNEY, 2005).

$$\varepsilon = \ln(e + 1) \quad (4.3)$$

$$\sigma = T(e + 1) \quad (4.4)$$

Nas quais:

$\varepsilon$  - Deformação real

$e$  - Deformação convencional

$\sigma$  - Tensão real

T - Tensão convencional

#### 4.5.3 Análise de encruamento

A partir das curvas tensão *versus* deformação real traçadas até o início da estricção, foi realizada a análise do encruamento por diferentes métodos. Em busca de encontrar uma relação entre a taxa de encruamento e os parâmetros da microestrutura, foram sugeridos mais de vinte modelos matemáticos para aproximar à curva tensão *versus* deformação, incluindo os propostos por Ludwig e Jaoul-Crussard. Entretanto, o parâmetro mais comum de encruamento é o expoente de encruamento  $n$  na aproximação parabólica proposta por Hollomon (FONSTEIN, 2015; LIANG; JIANG; LIU, 1991; COURTNEY, 2005)

##### a) Método de linearização da curva $\sigma \times \varepsilon$

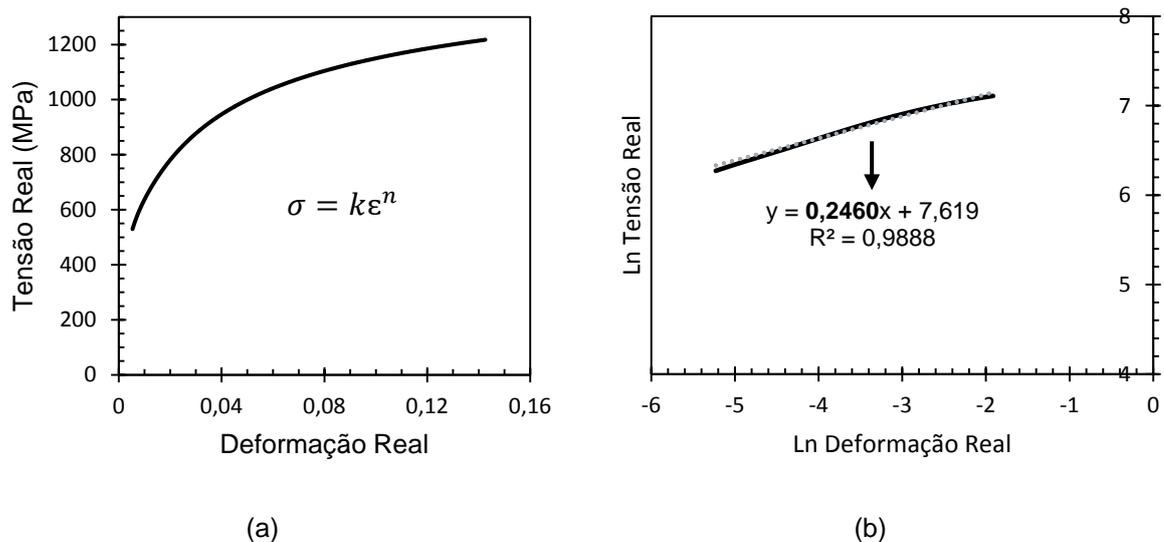
Para execução do primeiro método de determinação do encruamento, foi utilizada a região de deformação plástica da curva tensão *versus* deformação real em escala logarítmica. Dessa forma, após linearização da curva, o encruamento  $n$  corresponde à inclinação da reta obtida, como descrito pela equação de Hollomon, na qual,  $k$  é uma constante denominada coeficiente de resistência e  $n$  é o expoente de encruamento. As etapas de obtenção de  $n$  a partir da equação de Hollomon são mostradas nas equações 4.5 a 4.7 e ilustradas na figura 4.13 (DIETER, 1981; COLLA *et al.*, 2009).

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (4.5)$$

$$\ln \sigma = \ln k + n \ln \varepsilon \quad (4.6)$$

$$n = \frac{\Delta \ln \sigma}{\Delta \ln \varepsilon} \quad (4.7)$$

**Figura 4.13 – Método de obtenção do expoente de encruamento a partir da curva tensão *versus* deformação real.**



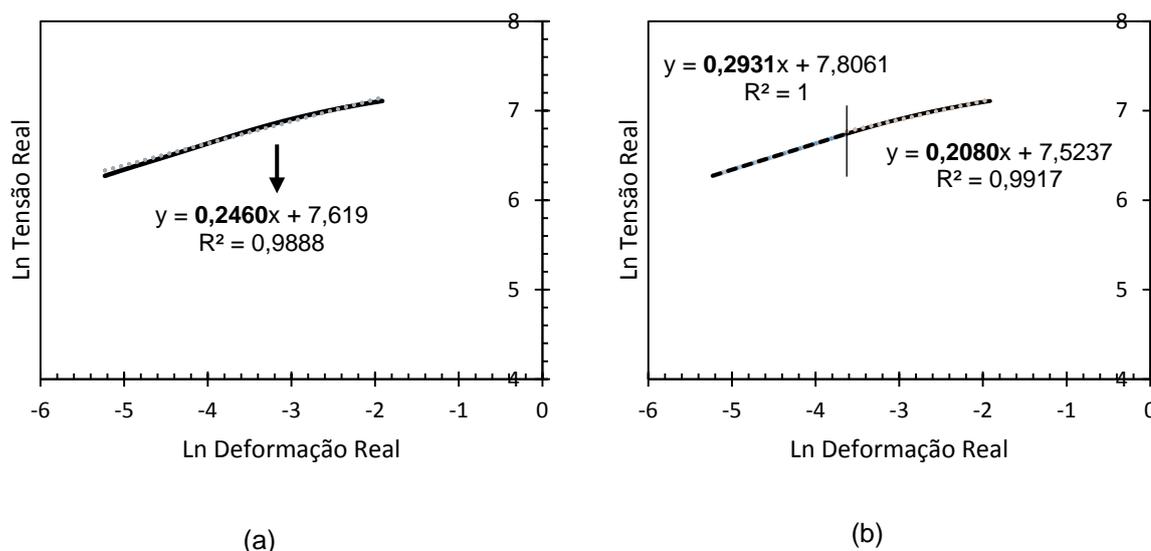
(a): Curva tensão *versus* deformação do limite de escoamento até o limite de resistência máximo. (b) Curva logarítmica da região mencionada anteriormente.

Fonte: Próprio autor

O expoente de encruamento  $n$  é um dos principais parâmetros de caracterização do comportamento de encruamento de metais e ligas metálicas, sendo que quanto maior o valor de  $n$ , maior o encruamento. O método de obtenção a partir da equação de Hollomon é uma técnica tradicional, muito utilizada na análise do encruamento de aços AHSS (DIETER, 1981; MIRZADEH, ALIBEYKI e NAJAFI; 2017;). Todavia, a partir da equação de Hollomon é extraído um único valor de expoente de encruamento  $n$ , considerado constante, sendo que para aços AHSS não seria o ideal, uma vez que o encruamento varia com a deformação e um único valor não consegue representar o comportamento ao longo de todo intervalo de deformação uniforme, considerando o fato de que a microestrutura é multiconstituída. Além disso, o valor de  $n$  é muito dependente da deformação, podendo levar a desvios significativos e interpretações errôneas. Dessa forma, é usual a aplicação de mais estágios para melhor descrever o comportamento mecânico em termos de encruamento, sendo que neste trabalho foi

abordado o coeficiente de encruamento por um e dois estágios de deformação, situação ilustrada na figura 4.14 (ZHANG *et al.*, 2010; CAI *et al.*, 2011; FONSTAIN, 2015)

**Figura 4.14 – Método de obtenção do expoente de encruamento a partir da curva tensão *versus* deformação real com dois estágios.**



(a): Obtenção de  $n$  considerando uma única linha de tendência (um estágio); (b) Obtenção de  $n_1$  e  $n_2$  considerando a curva como duas linhas de tendência (dois estágios).

Fonte: Próprio autor

Com o intuito de avaliar os valores de  $n$  obtidos, foi utilizado o índice de correlação linear  $R^2$ . Observa-se que, de modo geral, quando são utilizados dois estágios as linhas de tendência que representam o comportamento do material são mais representativas, obtendo-se valores de  $R^2$  mais próximos de 1, como ilustrado no exemplo anterior.

#### b) Determinação da taxa de encruamento

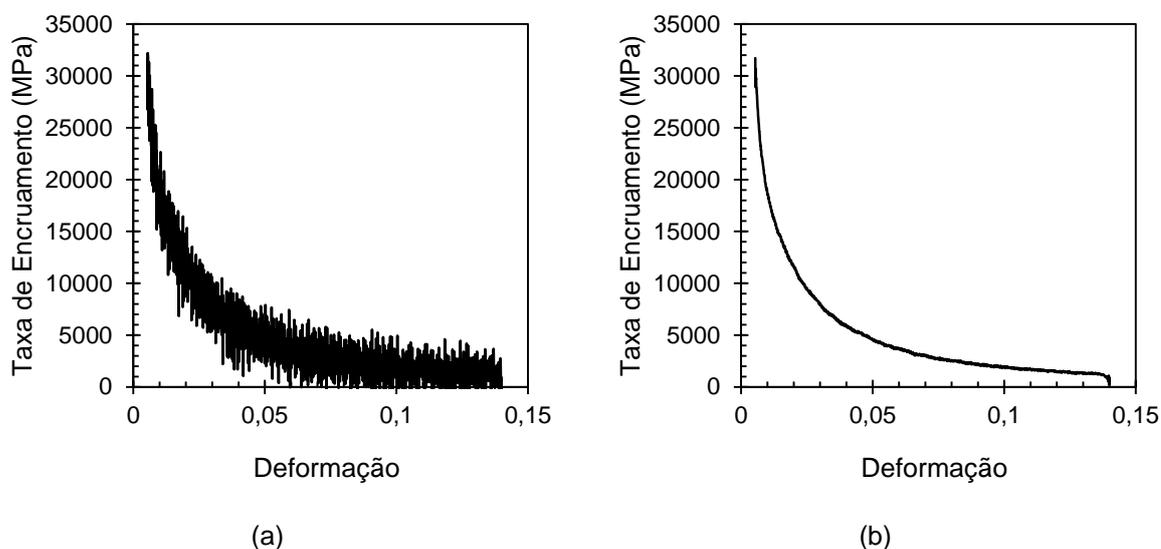
A segunda forma de análise do encruamento surge a partir do fenômeno de instabilidade plástica em tração que está associado ao início da estrição. Durante o ensaio, dois eventos ocorrem, são eles: redução da área da seção transversal (estrição) e elevação da capacidade de suportar esforços (encruamento) (DIETER, 1981). A estrição tem início na carga máxima, a partir da qual o aumento da tensão devido a redução da área da seção transversal se torna maior que o aumento da

capacidade do material de suportar carregamento devido ao encruamento. Logo, até a aplicação da carga máxima, o fenômeno de encruamento é predominante e após a carga máxima o encruamento é substituído pela estricção. Dessa forma, o ponto de inflexão ( $dF=0$ ) da curva tensão *versus* deformação corresponde ao ponto da carga máxima (COURTNEY, 2005; PERELOMA, 2012; FONSTEIN, 2015).

É importante ressaltar que a taxa de encruamento é diferente do expoente de encruamento, sendo a taxa de encruamento a inclinação instantânea da curva tensão *versus* deformação real, indicativo da capacidade de elevação da resistência mecânica com a deformação. O expoente de encruamento ( $n$ ) pode ser relacionado à deformação uniforme ( $\varepsilon_u$ ) no início da estricção, ponto em que a taxa de encruamento é igual a tensão real, expresso pela equação 4.14. (RANA e SINGH, 2016; FONSTEIN, 2015; COURTNEY, 2005)

Como explanado anteriormente, a taxa de encruamento é dada pela inclinação instantânea da curva tensão *versus* deformação real, sendo obtida a partir da derivação da curva em questão. Para tal procedimento, foi utilizado o software Origin Pro Trial 2019, tendo como resultado curvas com ruídos e por isso na sequência foi aplicado o recurso de suavização da curva *Adjacent Averaging*, com o intuito de evitar uma possível propagação de erros das medidas devido à aplicação de diferenciais durante a análise. O resultado obtido após a suavização é indicado na figura 4.15

**Figura 4.15 – Método de obtenção da taxa de encruamento a partir da curva tensão *versus* deformação real com aplicação do método de suavização.**



Curva : (a) antes e (b) após aplicação do método de suavização.

Fonte: Próprio autor.

c) Expoente de encruamento instantâneo ( $\eta_{inst}$ )

O expoente de encruamento instantâneo é um parâmetro que reflete a propriedade de endurecimento de um material e sua determinação é de grande importância (NARAYAN; RAJESHKANNAN, 2011; DING, 2014) O expoente de encruamento instantâneo ( $\eta_i$ ) é adquirido a partir da diferenciação da equação de Hollomon. Assumindo dados consecutivos de tensão real e deformação real durante a realização do ensaio como (m-1) e (m), a equação que relaciona tensão e deformação plástica pode ser escrita nas formas apresentadas nas equações 4.18 e 4.19.

$$\sigma_m = k \cdot \varepsilon_m^n \quad (4.18)$$

$$\sigma_{(m-1)} = k \cdot \varepsilon_{(m-1)}^n \quad (4.19)$$

Ao dividir a equação 4.18 pela equação 4.19, a expressão obtida é descrita pela equação 4.20 e na sequência a aplicação do logaritmo em ambos os lados resulta na equação 4.21.

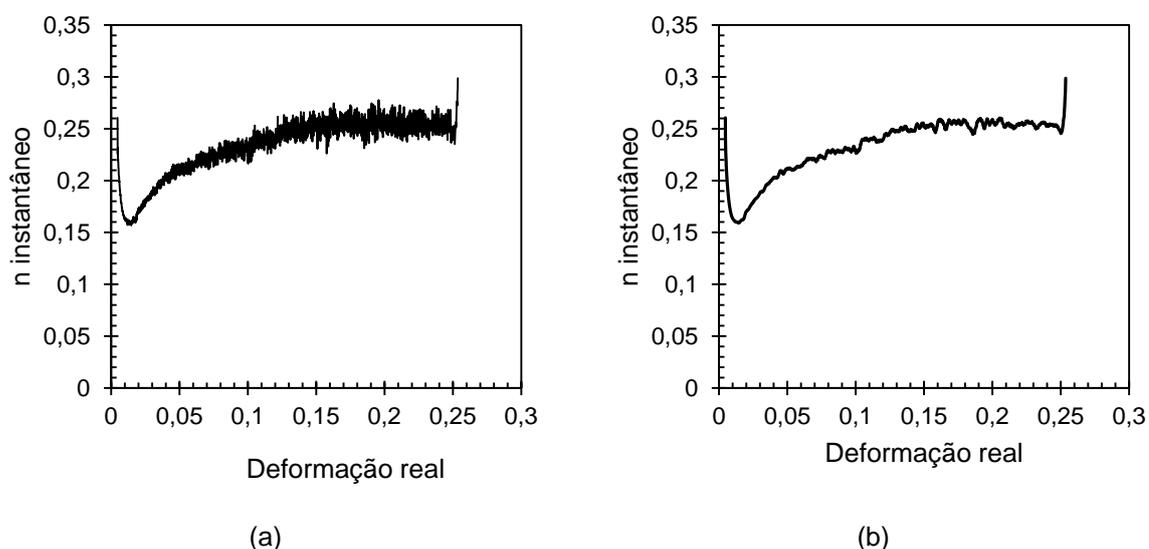
$$\frac{\sigma_m}{\sigma_{(m-1)}} = \frac{\varepsilon_m^n}{\varepsilon_{(m-1)}^n} = \left( \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_{(m-1)}} \right)^n$$

$$\ln \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{(m-1)}} \right) = n \cdot \ln \left( \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_{(m-1)}} \right) \quad (4.20)$$

$$n_i = \frac{\ln \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{(m-1)}} \right)}{\ln \left( \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_{(m-1)}} \right)} \quad (4.21)$$

Em seguida, foi realizado mesmo procedimento de suavização de curva descrito acima, indicado na figura 4.16. Um exemplo de aplicação da análise do encruamento instantâneo é apresentado na figura 3.28.

**Figura 4.16 – Método de obtenção do expoente de encruamento instantâneo a partir da curva tensão versus deformação real.**



Curva expoente de encruamento instantâneo em função da deformação: (a) antes e (b) após aplicação do método de suavização.

Fonte: Próprio autor

#### d) Método de Crussard-Jaoul

O quarto método remete ao modelo de Crussard-Jaoul, baseado na relação de Ludwik, apresentada na equação 4.22.

$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot \varepsilon^n \quad (4.22)$$

Sendo que:

$\sigma_0$ ,  $k$  são constantes do material

Após aplicação de derivada de primeira ordem em relação a deformação na equação 4.22, é aplicada função logarítmica em relação a deformação como apresentado na equação 4.23. Toda deformação plástica pode ser dividida em três estágios diferentes a partir da inclinação. A inclinação da curva em relação a equação 4.23 fornece  $(n - 1)$  enquanto que sua interseção com eixo x fornece  $\ln(kn)$ , permitindo que tanto  $n$  quanto  $k$  sejam determinados (CAI *et al.*, 2013). Neste trabalho será analisado apenas as inclinações determinadas pela análise da regressão linear para avaliação dos estágios de encruamento.

$$\ln\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right) = \ln(kn) + (n - 1) \cdot \ln\varepsilon \quad (4.23)$$

A utilização desse método permite a visualização de diferentes estágios de encruamento com diferentes inclinações a partir da curva experimental  $\ln(d\sigma/d\varepsilon)$  em função de  $\ln(\varepsilon)$  (ZHOU; ZHANG; LIU, 2014). É um método usado principalmente em situações em que é verificada diferentes mecanismos de encruamento associados a distribuição das fases constituintes ou mudanças na microestrutura em função da deformação aplicada. De acordo com a literatura, é um modelo que representa com eficiência o comportamento de encruamento de materiais na forma de chapas como aços DP e aços TRIP (COLLA *et al.*, 2009; LIANG; JIANG e LIU, 1991; TOMITA, OKABAYASHI, 1985; MAZAHERI; KERMANPUR; NAJAFIZADEH, 2015).

#### 4.6 Tratamento estatístico dos dados

Foi aplicado tratamento estatístico nos dados de dureza Vickers, propriedades mecânicas: limite de escoamento e limite de resistência a tração.

Dada a realização do ensaio de dureza, foram utilizadas duas amostras com vinte penetrações em cada, totalizando quarenta medições obtidas para cada condição de processamento, sendo que para cada amostra foram calculados média, variância e desvio padrão. Considerando que as medições de cada amostra seguem a distribuição normal, foi utilizada a técnica *t-Student* de inferência estatística para auxiliar na comparação dos dados entre as duas amostras de cada condição de processamento térmico.

Inicialmente, foram construídos os intervalos de confiança com um grau de confiança de 95% para as médias amostrais das amostras para verificar se as medições das amostras de uma mesma condição de processamento representam um mesmo evento. Para tal, as amostras foram analisadas duas a duas e o resultado foi avaliado com base nas hipóteses  $H_0$  e  $H_1$ , descritas nas equações 4.24 e 4.25.

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \quad (4.24)$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \quad (4.25)$$

Sendo sendo  $\mu_1$  e  $\mu_2$  as médias amostrais das amostras analisadas

Para um intervalo de confiança de 95%, se houver interseção a hipótese nula é aceita e não é possível afirmar que as medições são significativamente diferentes. Os resultados do teste de equivalência *t-Student* foram apresentados no Anexo 1. Assim, após análise dos resultados obtidos, foi verificado que em todas as condições de processamento, houve interseção de intervalos para ambas as amostras, sendo aceita a hipótese nula e, portanto, as medições foram agrupadas em um único conjunto de dados, cada um formado por quarenta medições.

Os resultados de cada condição de processamento foram apresentados em tabelas e gráficos e, para auxiliar na análise dos resultados, dois métodos estatísticos foram aplicados, o teste de análise de Variância (ANOVA) e o Teste de Tukey. O ANOVA é um procedimento estatístico realizado para verificar se há diferença entre a distribuição de uma variável entre três ou mais grupos, por meio da aceitação ou rejeição da hipótese nula (equação 4.24), a qual representa a situação em que não há diferença entre as médias do grupo em questão. Embora o ANOVA evidencie que a distribuição de pelo menos um elemento do grupo possua diferenças significativas, não é possível identificar por meio desse método qual elemento possui média diferente. Para sanar essa limitação, foi aplicado o Teste de Tukey que é um teste de comparações múltiplas capaz de identificar os elementos distintos.

Na execução das análises estatísticas citadas anteriormente, as amostras foram separadas em quatro grupos, sendo dois com EIC e dois com EIM com diferentes temperaturas de austêmpera, 400°C e 450°C, identificados na tabela 4.8. No anexo 2 foram apresentados os resultados das análises estatísticas ANOVA e Teste de Tukey. Para os demais dados analisados, foi considerado que os dados seguem a distribuição normal e foram aplicados apenas os procedimentos de ANOVA e Teste de Tukey e os resultados foram apresentados nos anexos 3 e 4.

**Tabela 4.8 – Composição química (%p) do aço no estado inicial.**

Grupo	Estado inicial	Temperatura de austêmpera	Tempo de austêmpera
Grupo 1	EIM	400°C	45s, 90s, 360s, 1080s
Grupo 2	EIM	450°C	45s, 90s, 360s, 1080s
Grupo 3	EIC	400°C	45s, 90s, 360s, 1080s
Grupo 4	EIC	450°C	45s, 90s, 360s, 1080s

Fonte: Próprio autor..

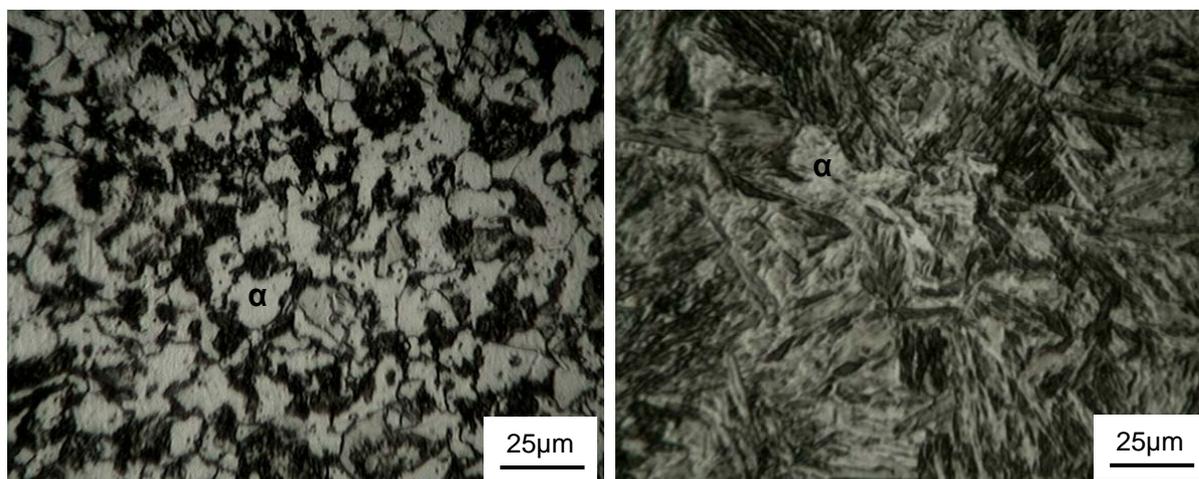
## 5. RESULTADOS

### 5.1 Caracterização microestrutural

#### 5.1.1 Microscopia óptica

As micrografias obtidas pela técnica de microscopia óptica (MO) das amostras nos estados iniciais com ataque químico reagente Nital 3% são apresentadas na figura 5.1. Verifica-se a ocorrência de uma estrutura composta de ferrita e, possivelmente, perlita para o material apenas normalizado e martensita e outros constituintes de morfologia acicular para o aço normalizado e temperado. A partir dessas microestruturas, as micrografias das amostras após ciclo térmico de recozimento intercrítico – austêmpera – resfriamento brusco com estado inicial convencional (EIC) e estado inicial martensítico (EIM) com ataque químico Nital 3% e Bandoh são mostradas nas figuras 5.2 a 5.17. Além disso, para as condições tratadas termicamente são apresentadas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com diferentes ampliações. Em todos os casos foram analisadas regiões aleatórias de forma a representar o comportamento geral do material.

Figura 5.1 – Microestrutura das condições iniciais.



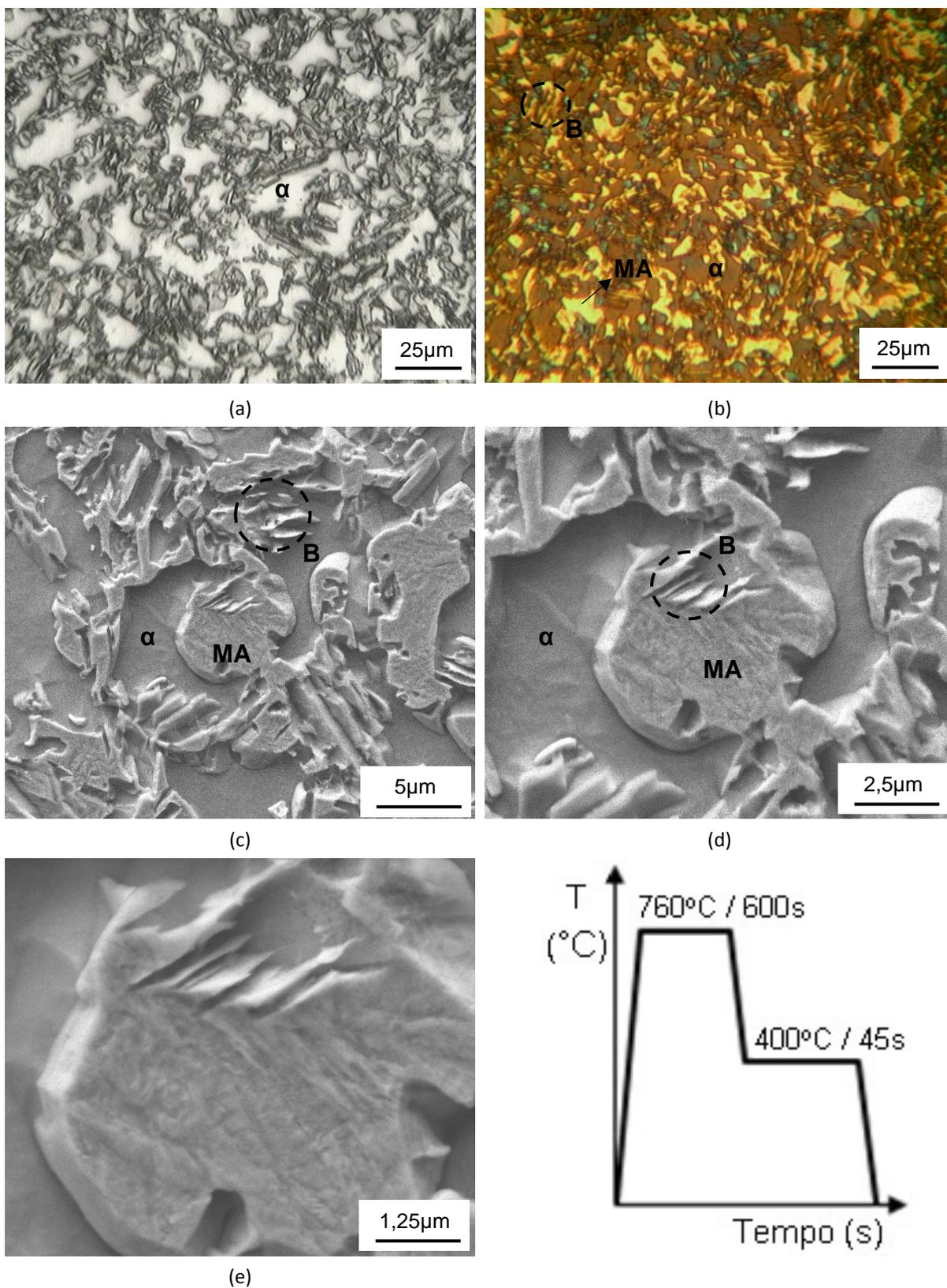
(a)

(b)

Estrutura inicial: (a) convencional, EIC e (b) martensítica, EIM.

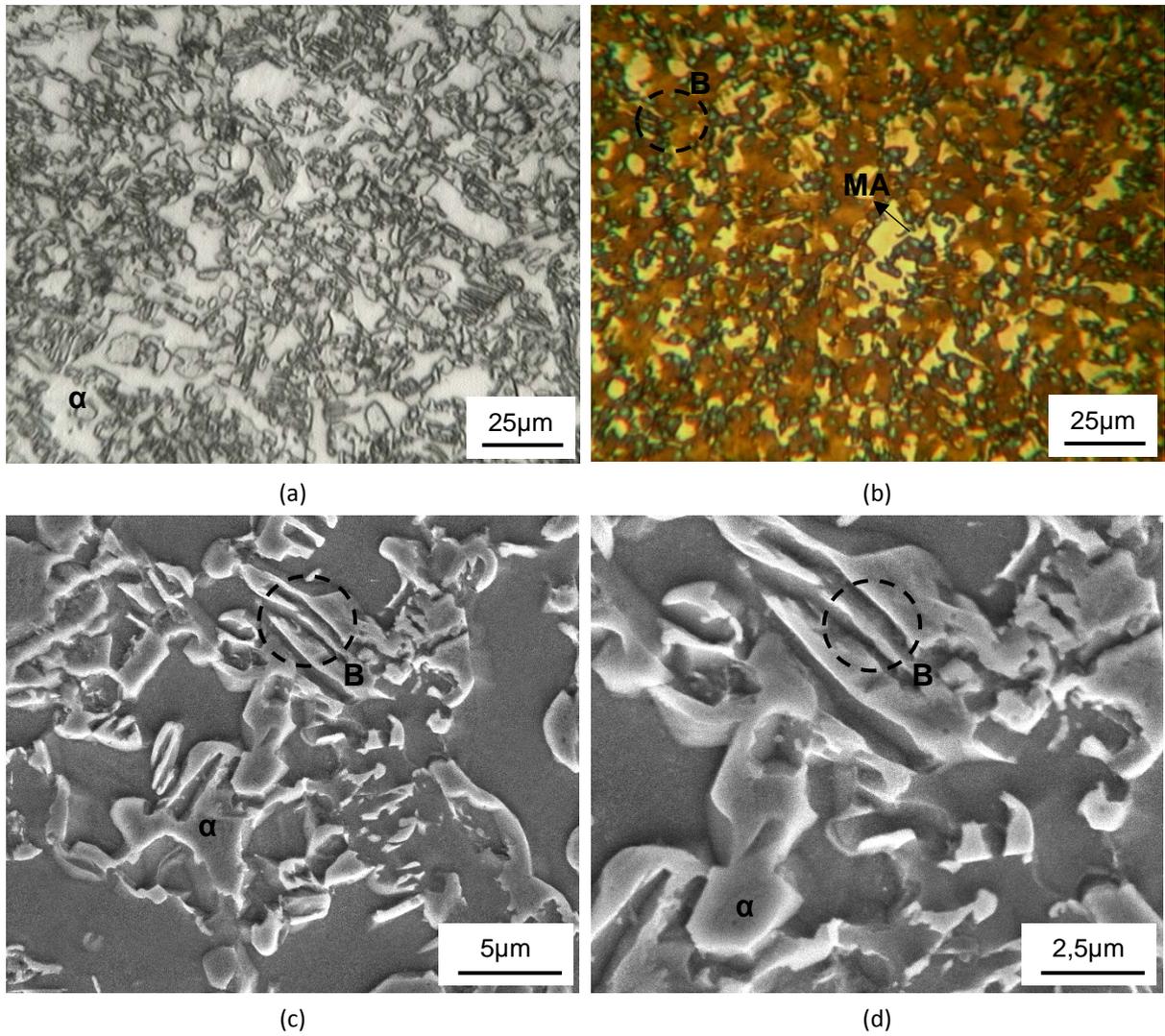
Fonte: Próprio autor

Figura 5.2 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 45s e resfriamento brusco.



Fonte: Próprio autor

Figura 5.3 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 90s e resfriamento brusco.



(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

**Figura 5.4 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 360s e resfriamento brusco.**

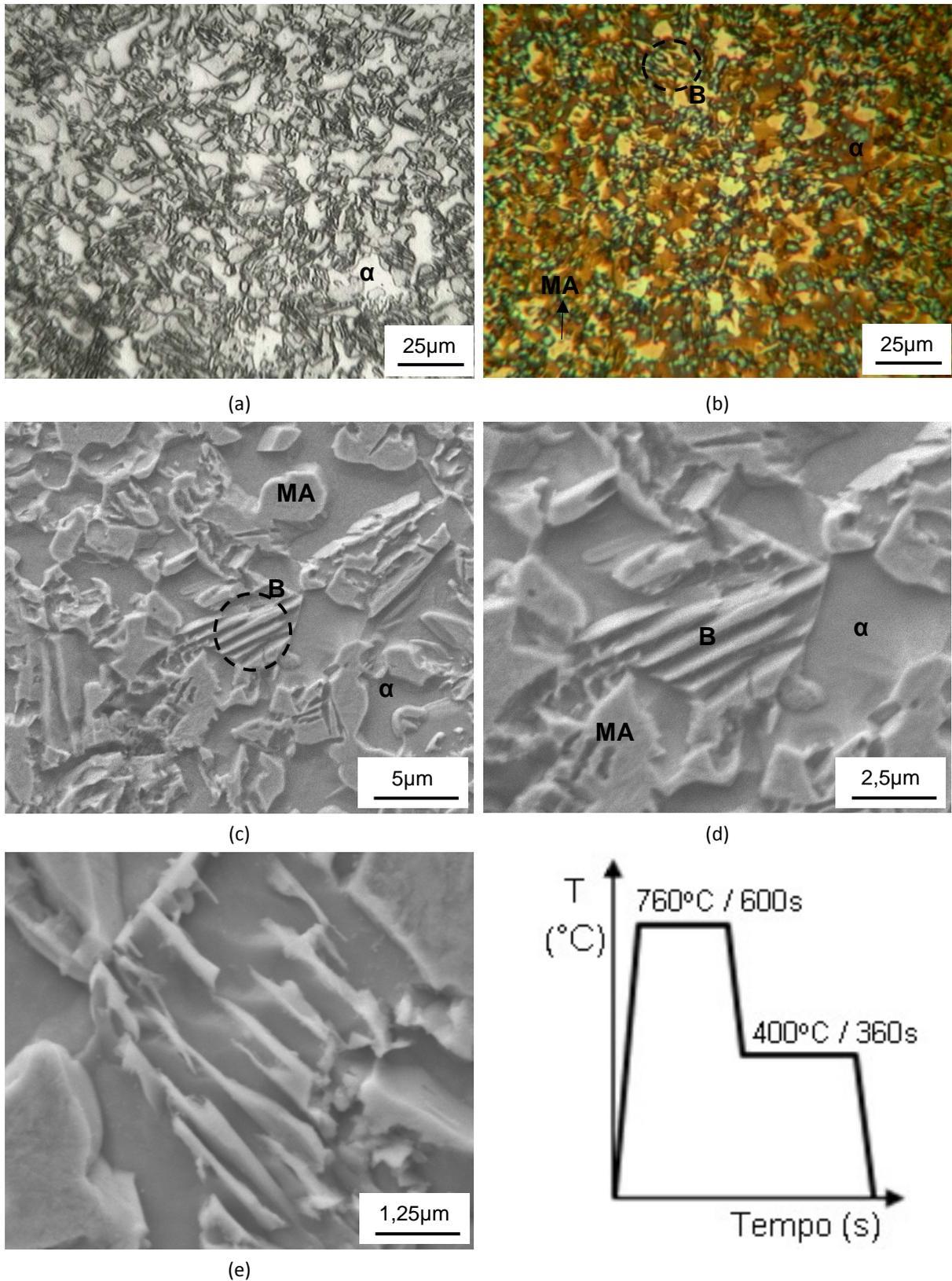
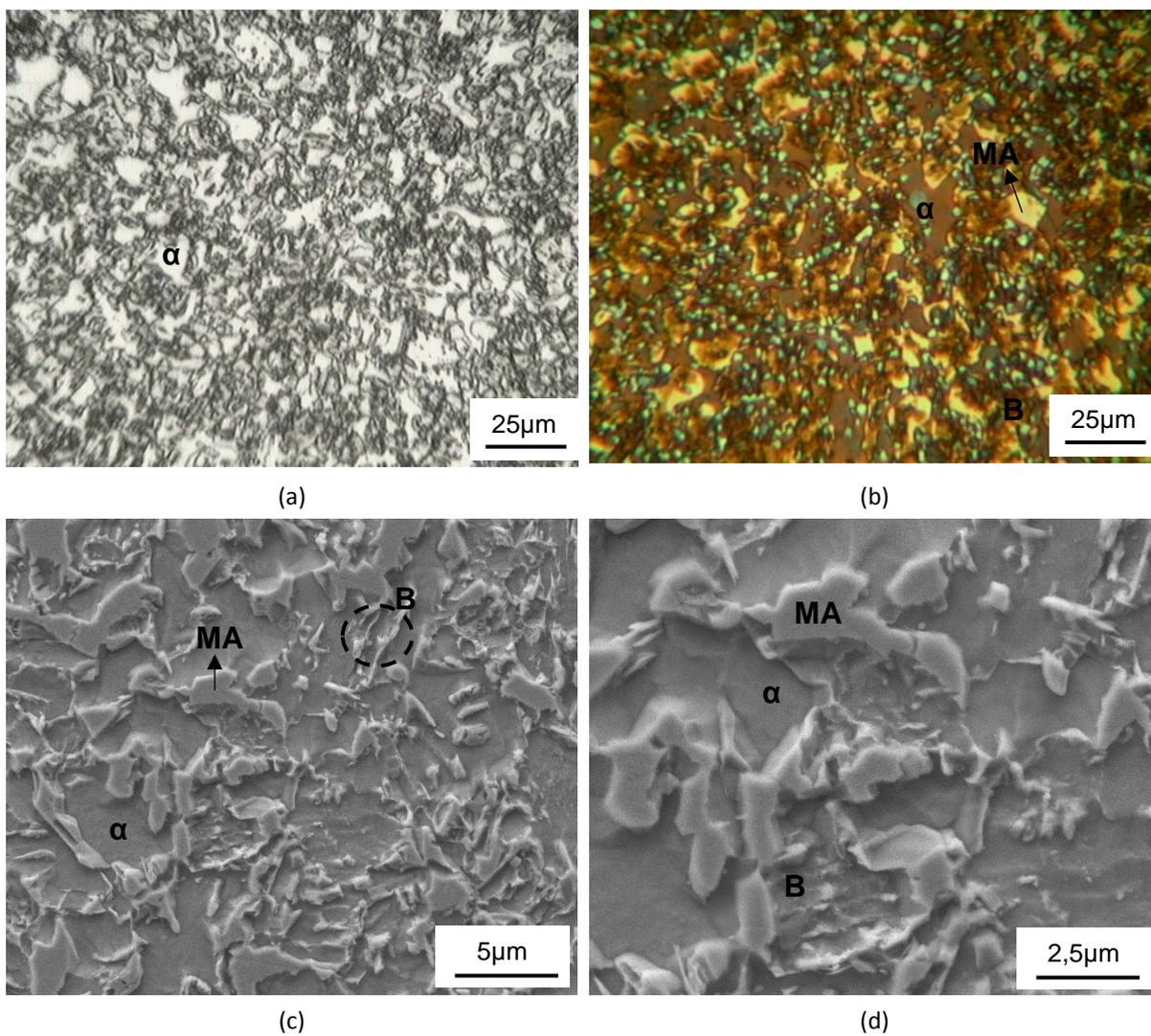
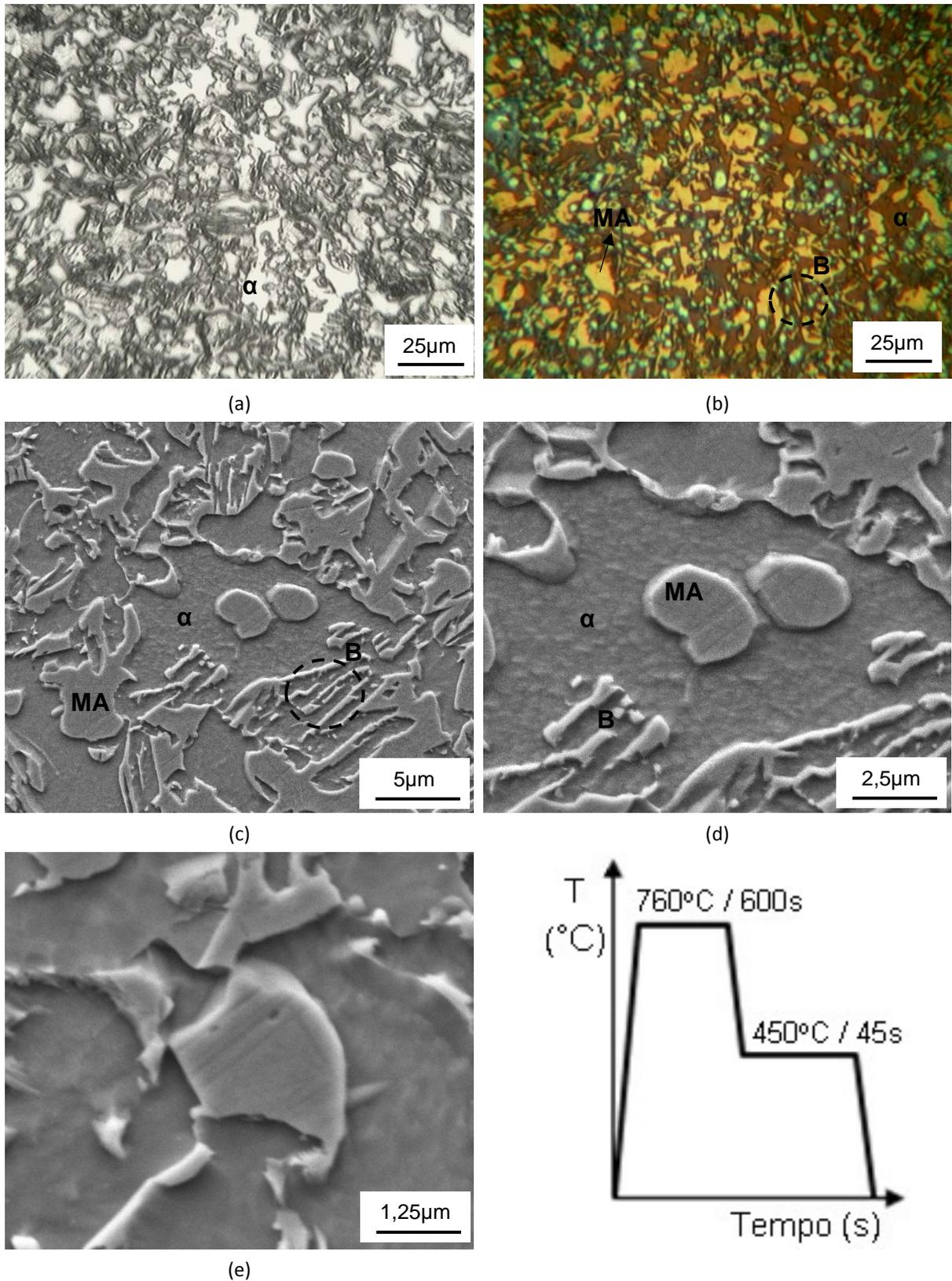


Figura 5.5 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 1080s e resfriamento brusco.



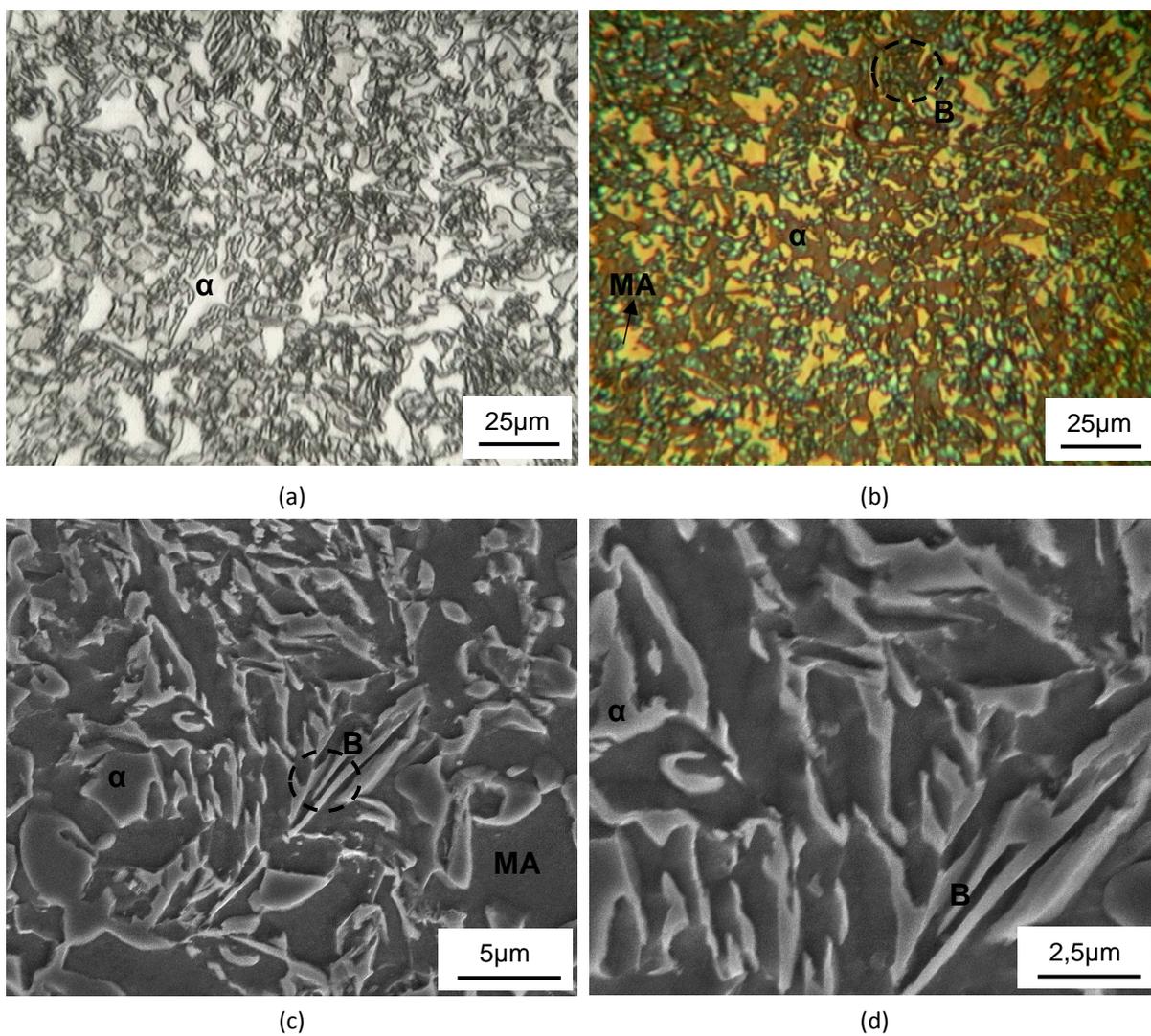
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

**Figura 5.6 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 45s e resfriamento brusco.**



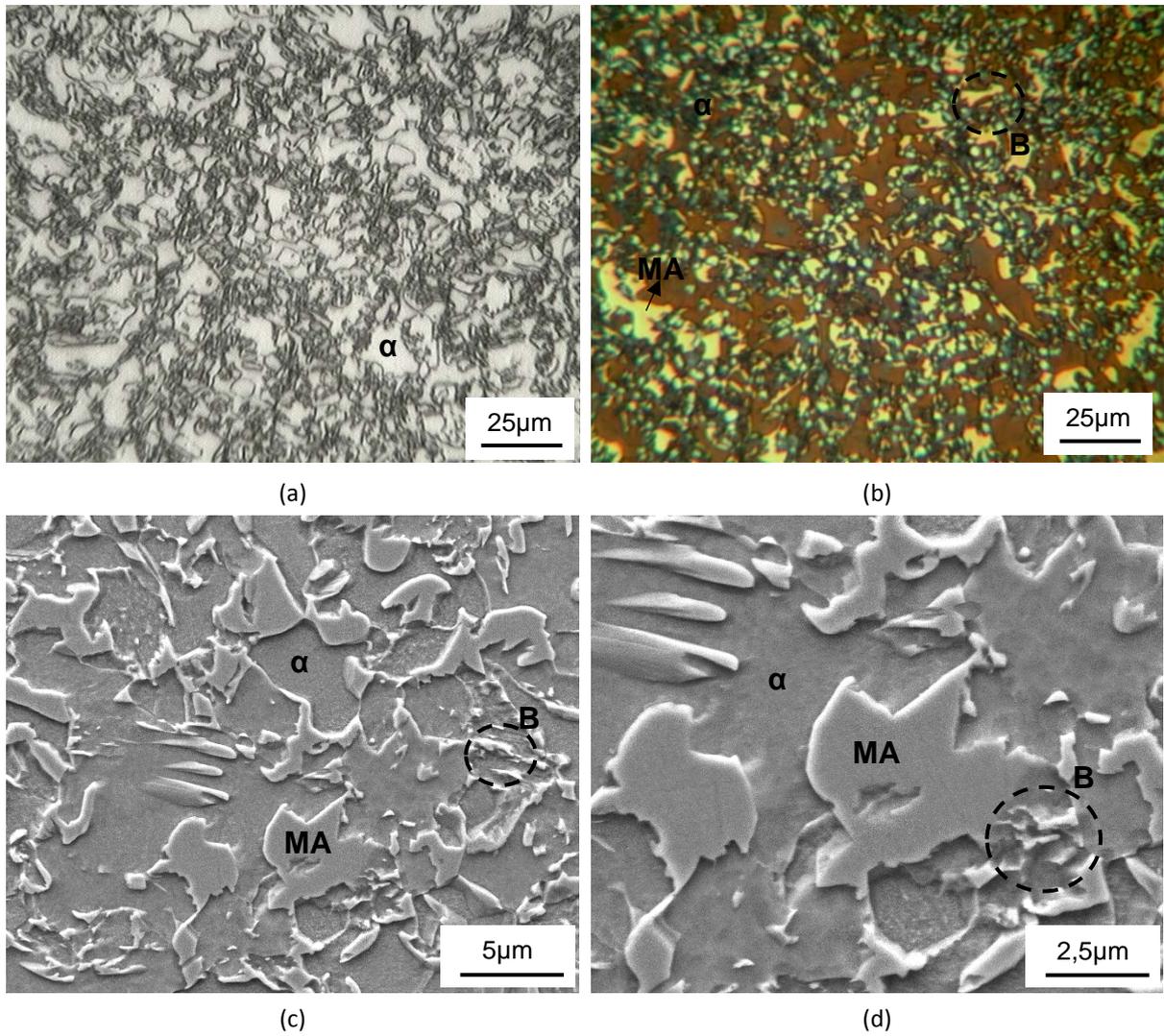
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c), (d) e (e) MEV – ampliações distintas.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.7 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 90s e resfriamento brusco.



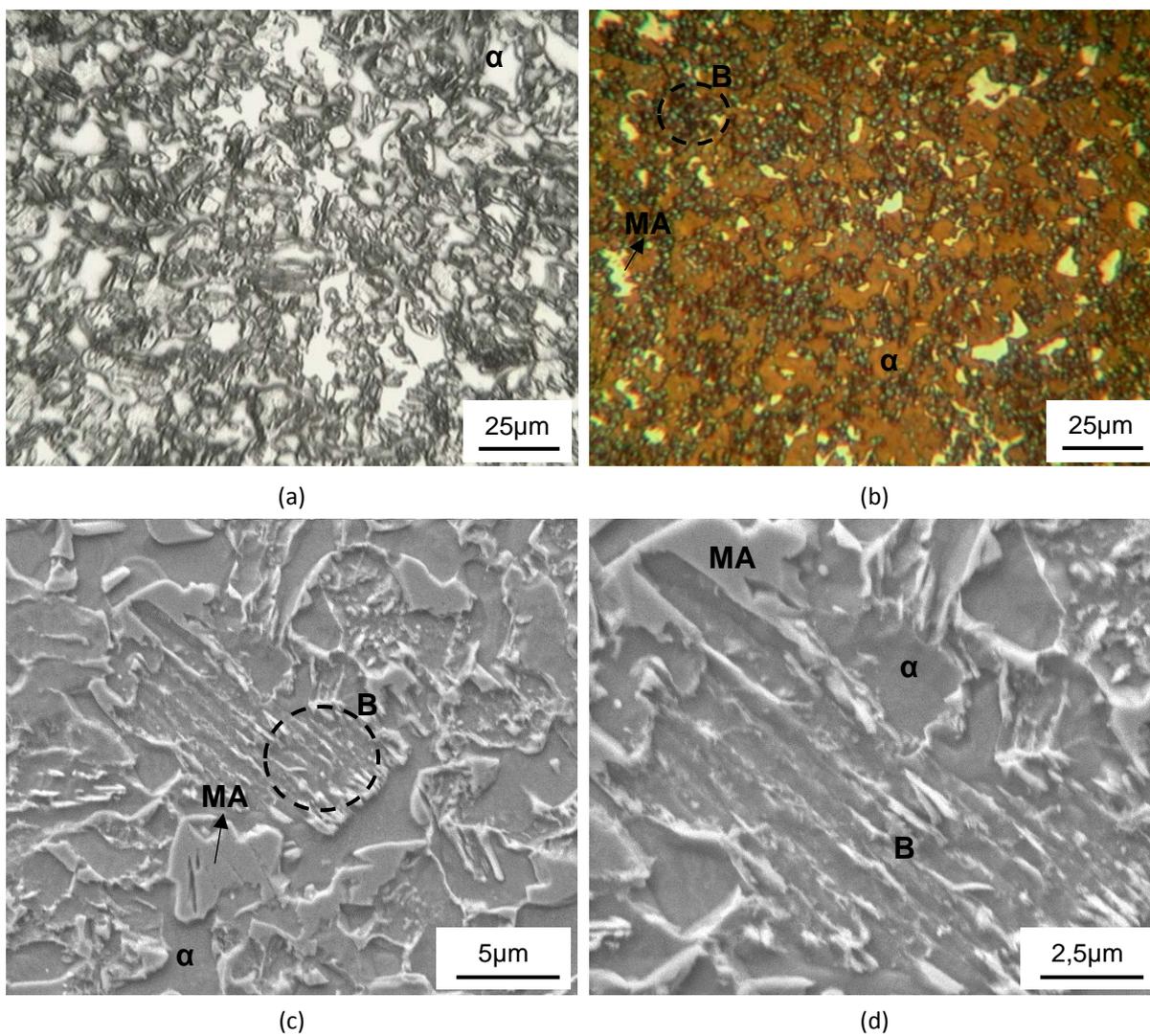
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

**Figura 5.8 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 360s e resfriamento brusco.**



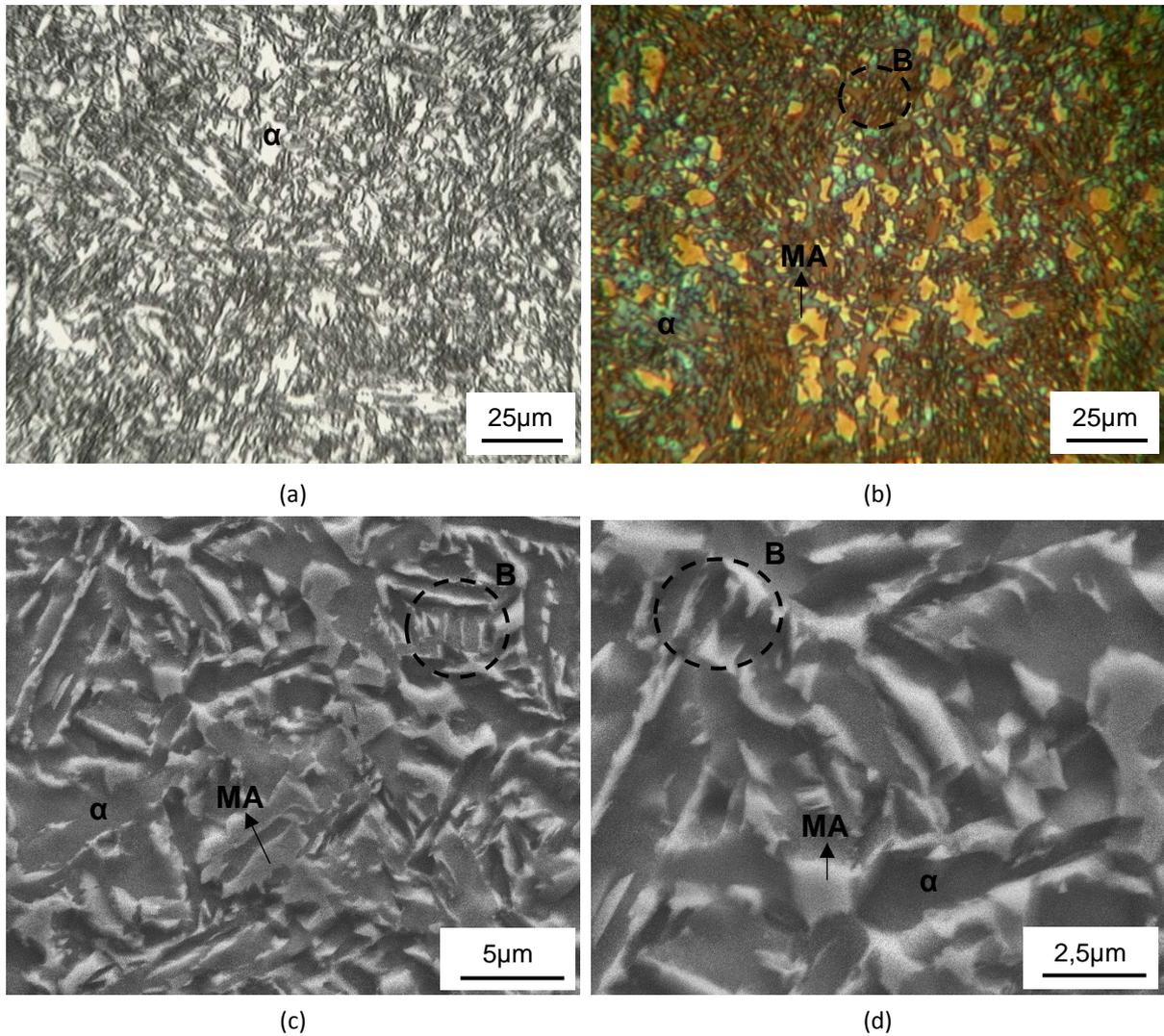
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

**Figura 5.9 – Microestrutura do material tratado – aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 1080s e resfriamento brusco.**



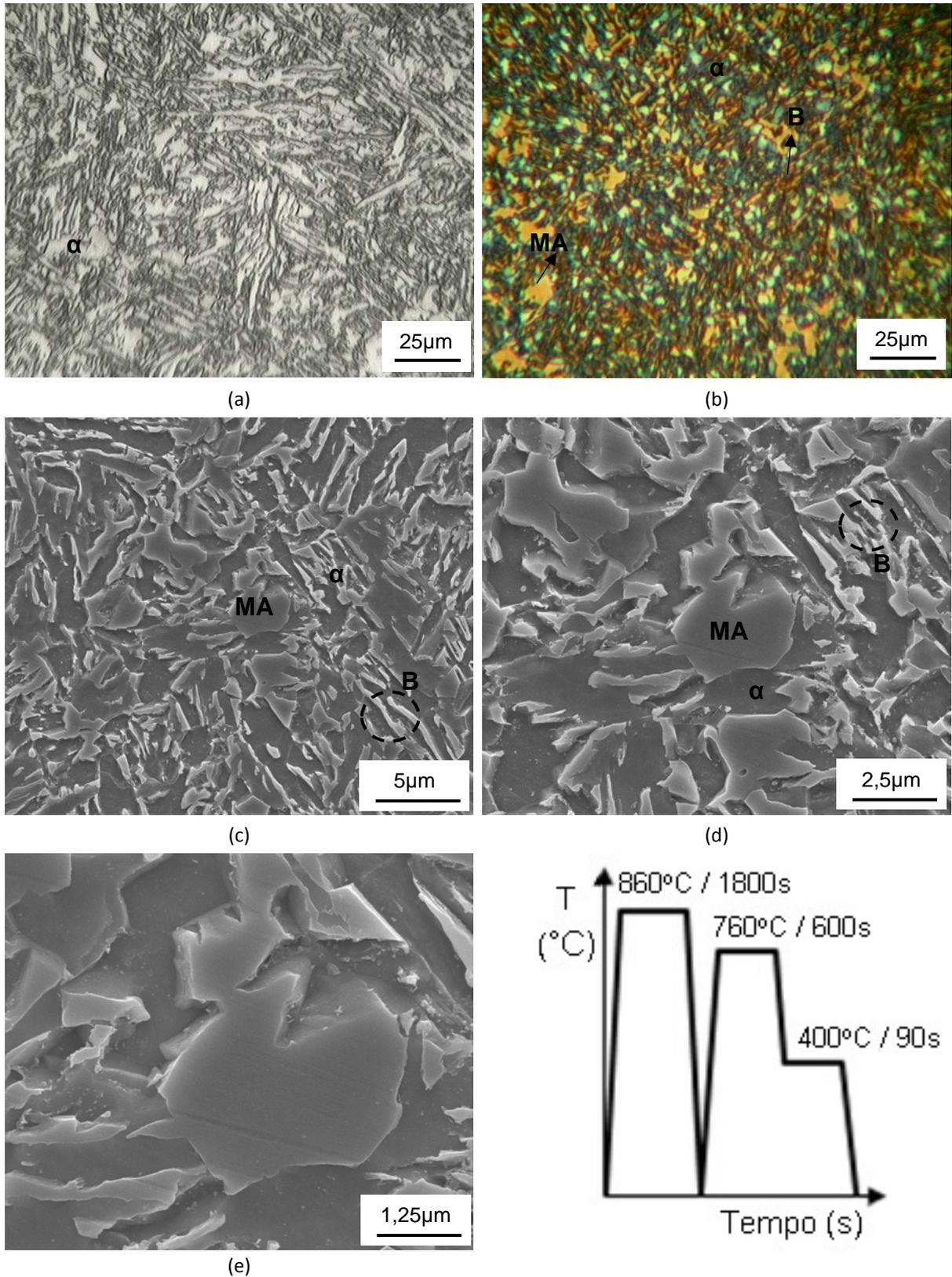
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.10 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 45s e resfriamento brusco.



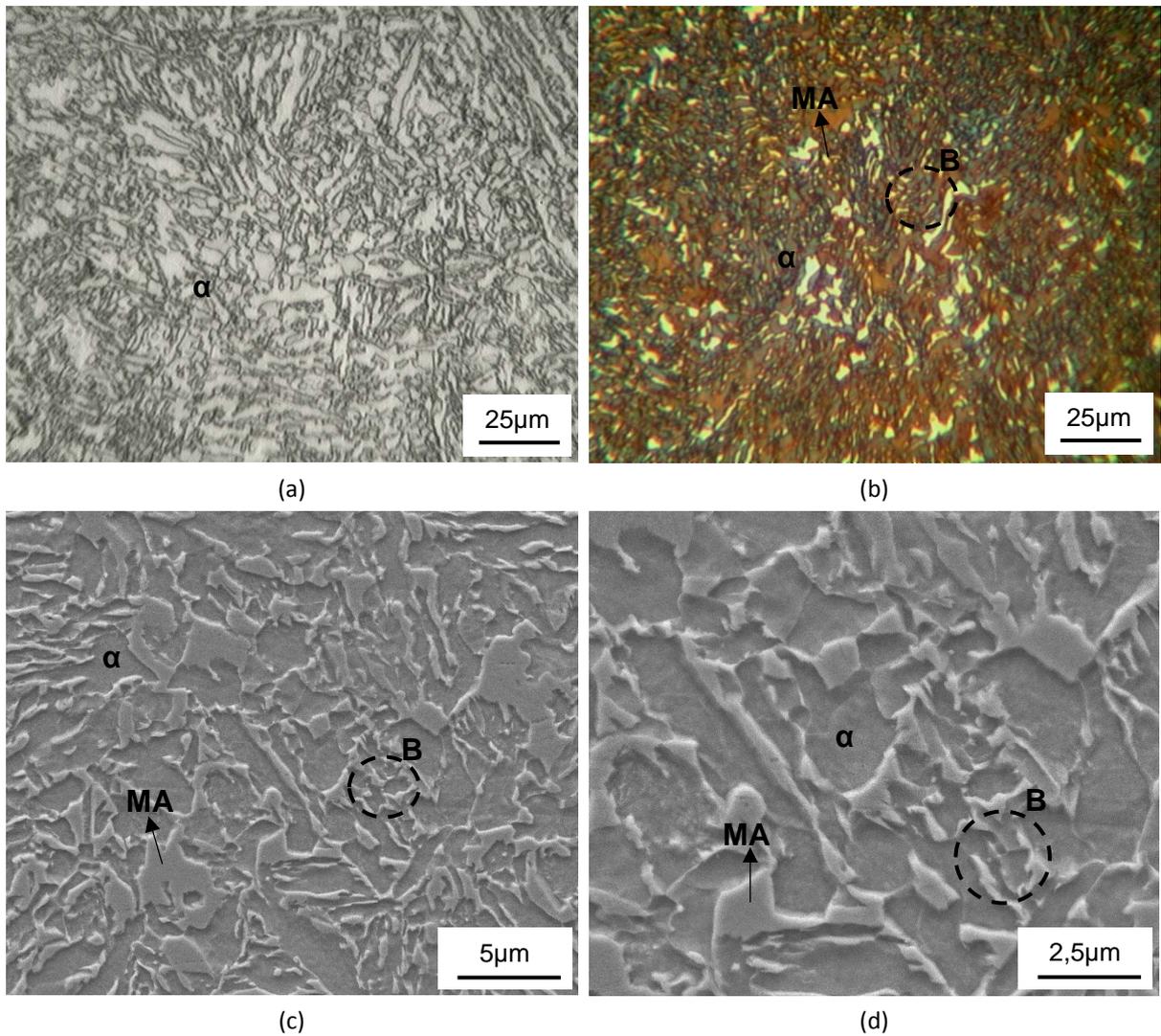
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.11 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 90s e resfriamento brusco.



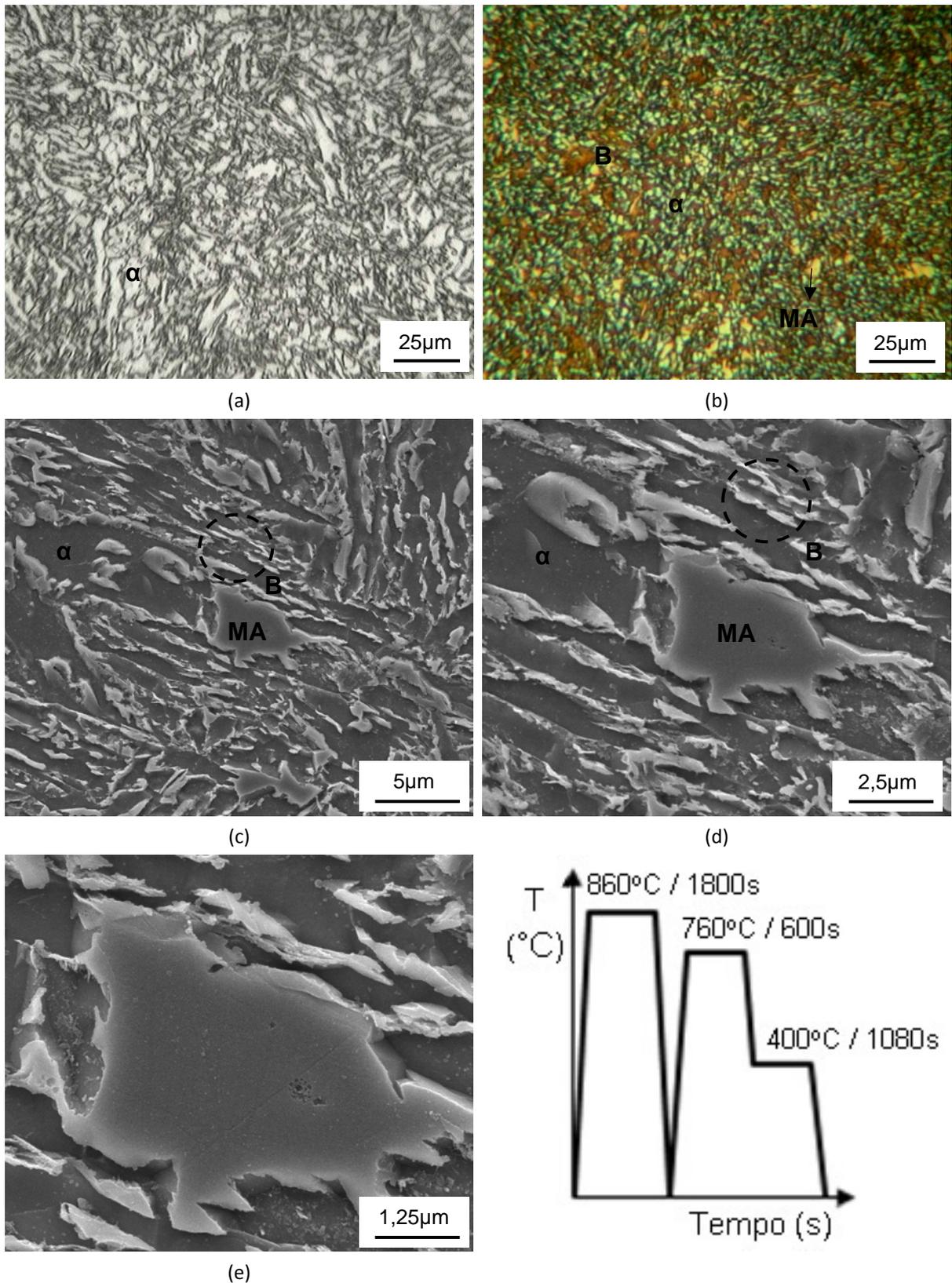
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c), (d) e (e) MEV – ampliações distintas.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.12 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 360s e resfriamento brusco.



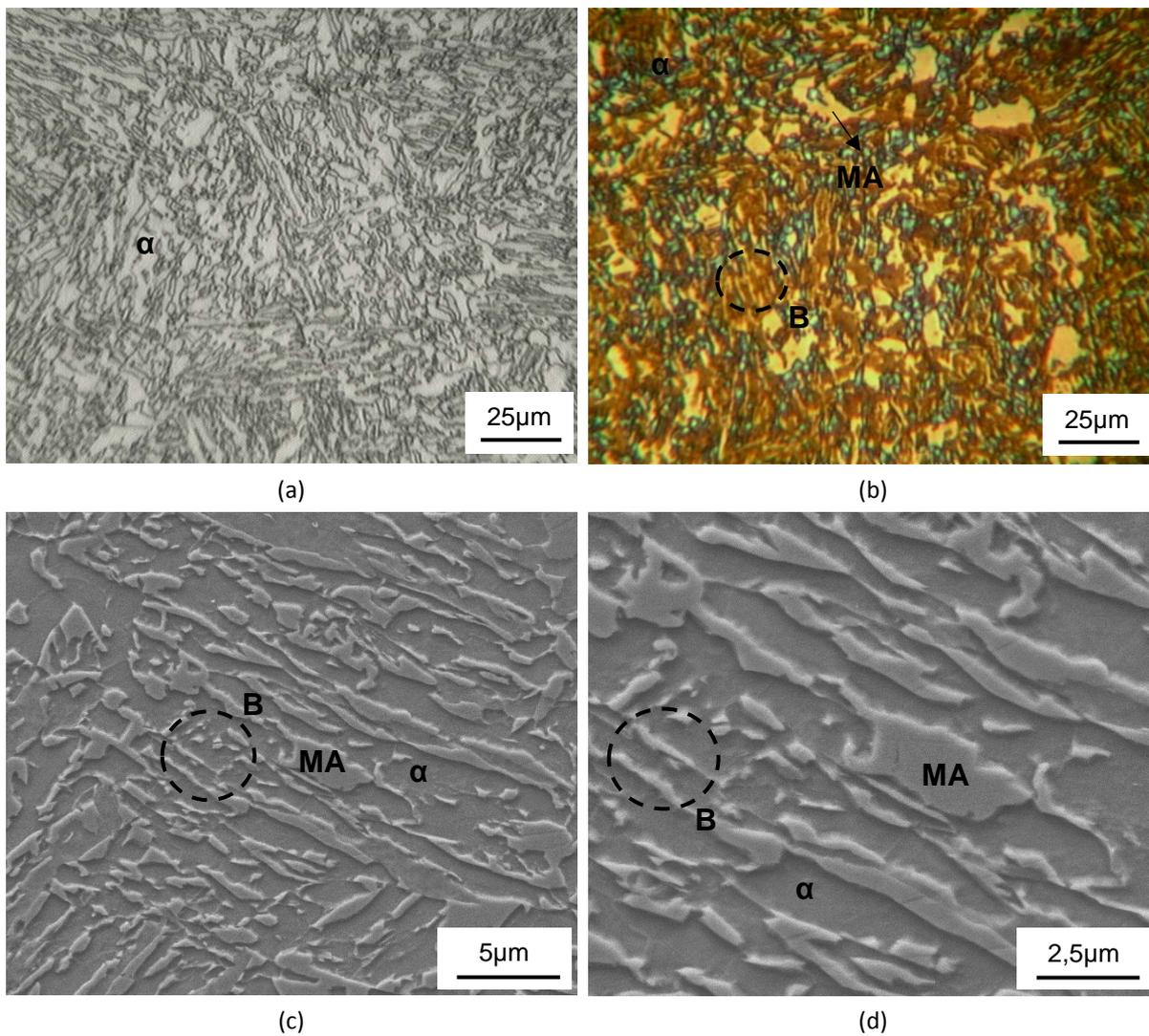
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.13 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 400°C por 1080s e resfriamento brusco.



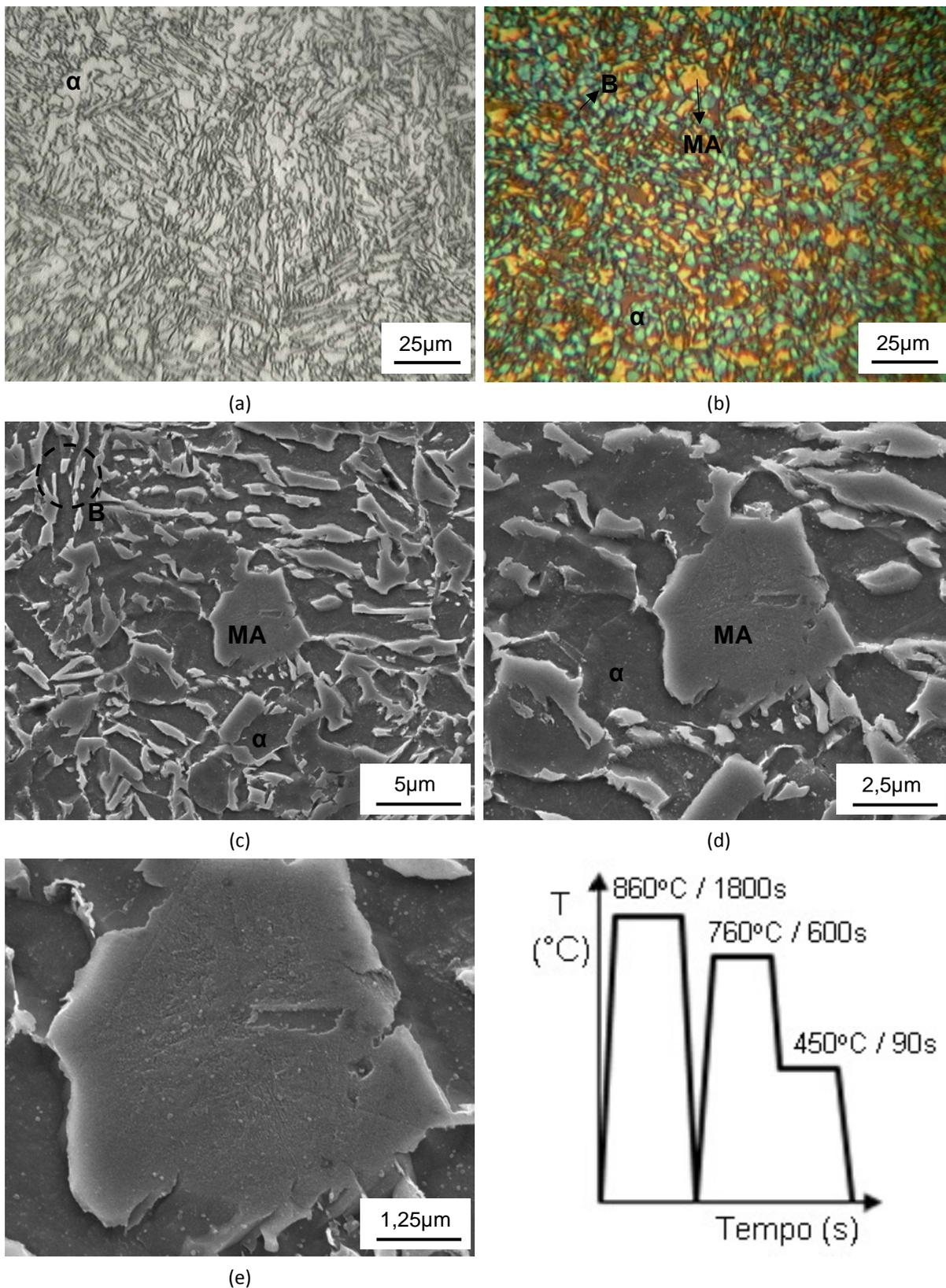
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bando, (c), (d) e (e) MEV – ampliações distintas.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.14 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 45s e resfriamento brusco.



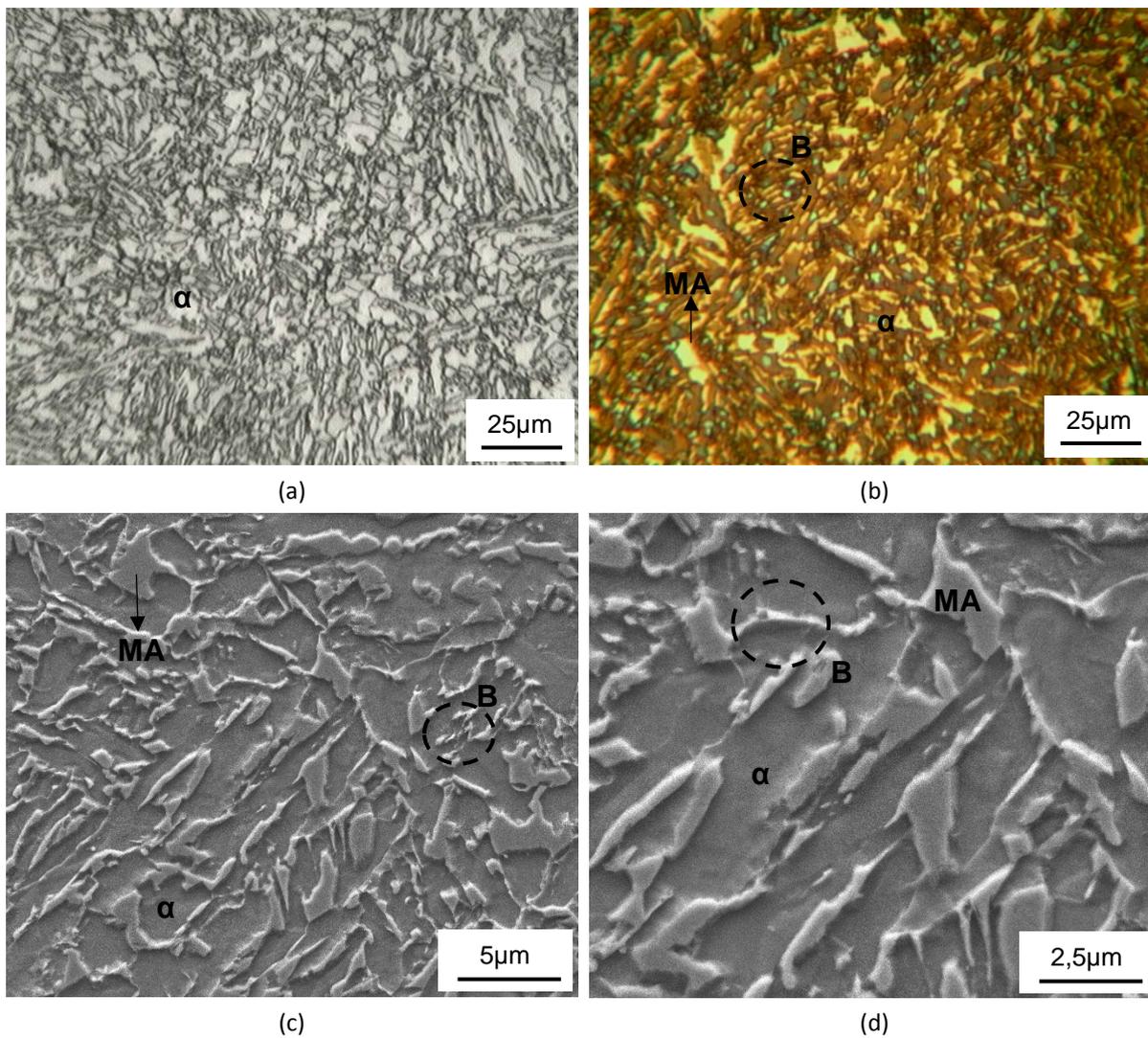
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.15 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 90s e resfriamento brusco.



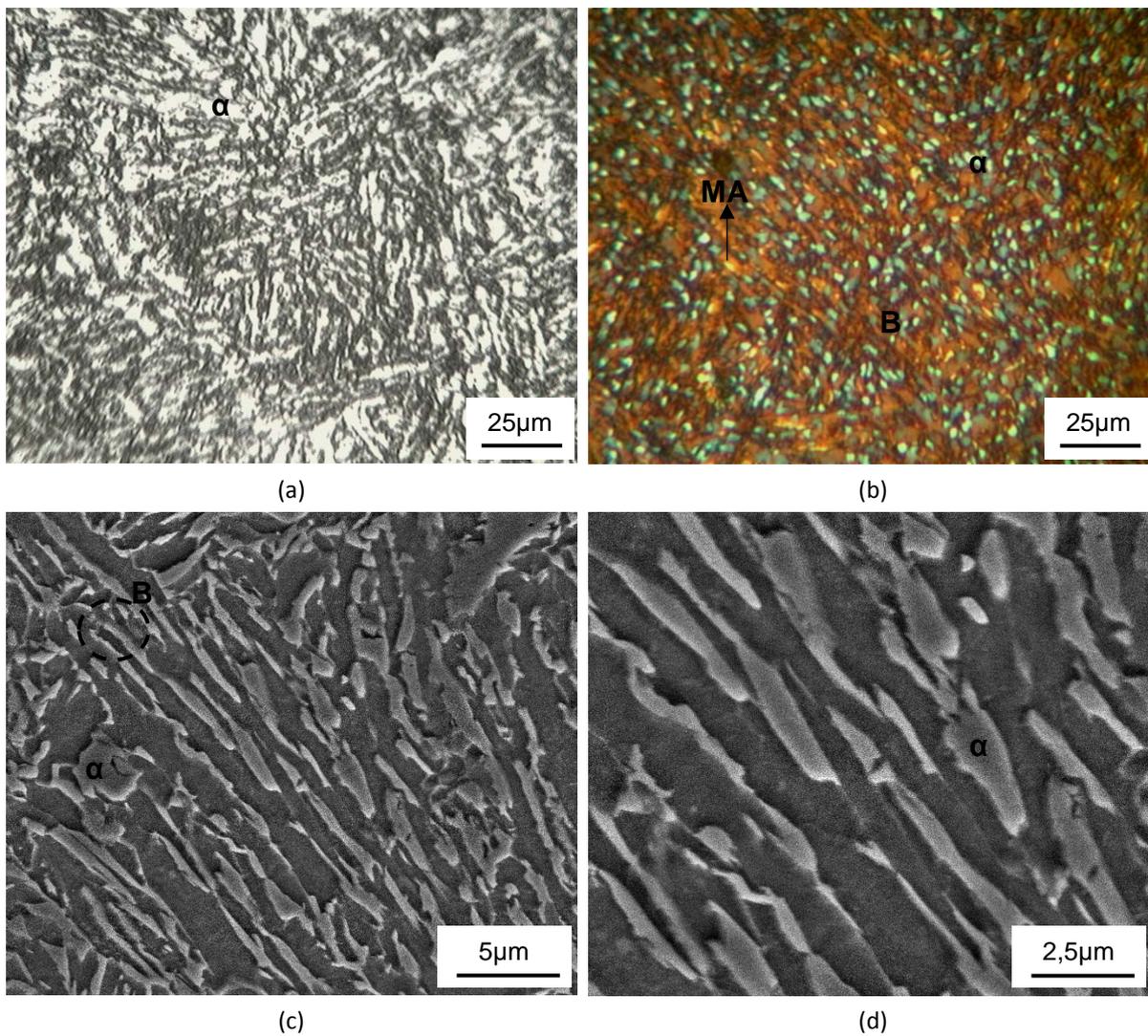
(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bando, (c), (d) e (e) MEV – ampliações distintas.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.16 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 360s e resfriamento brusco.



(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.17 – Microestrutura do material tratado – têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C por 1080s e resfriamento brusco.



(a) MO - ataque Nital 3% e (b) MO - ataque Bandoh, (c) e (d) MEV – ampliações distintas.  
Fonte: Próprio autor

No caso das amostras de MO atacadas com reagente químico Nital 3% a ferrita ( $\alpha$ ) é revelada nas regiões claras e os demais constituintes são representados pelas regiões escuras (ANAZAWA, 2007). Em contrapartida, nas micrografias obtidas por ataque químico com reagente Bandoh, a ferrita ( $\alpha$ ) é revelada em tons de azul, a bainita (B) em marrom e o constituinte MA (martensita e austenita retida) em tons de amarelo (MATSUMURA *et al.*, 1987). Ademais, nas imagens de MEV os constituintes são identificados de acordo com a morfologia, sendo a ferrita a matriz da estrutura, bainita em ripas e o constituinte MA na forma de bloco ou ripas e em alguns casos, maiores ampliações, é possível distinguir martensita e austenita retida.

Com base na análise das microestruturas, foi observada a presença de ferrita intercrítica, ferrita bainítica, bainita, austenita retida e constituinte MA nas condições tratadas termicamente, sendo que a presença e disposição dos constituintes variou em função do efeito da transformação bainítica, como evidenciado nas imagens de MO e MEV das figuras 5.2 a 5.17. De modo em geral, em relação as amostras de ambos estados iniciais (temperada e normalizada) nas condições correspondentes a menores tempos de austêmpera, 45 e 90s (figuras 5.2, 5.3, 5.6, 5.7, 5.10, 5.11, 5.14, 5.15) foi verificada a presença de constituinte MA com morfologia em bloco e de bainita com morfologia em ripas de menor comprimento e mais espessas. Por outro lado, nas amostras em que foram adotados tempos maiores de austêmpera (figuras 5.4, 5.5, 5.8, 5.9, 5.12, 5.13, 5.16, 5.17) foi identificada uma estrutura formada por ferrita bainítica, austenita predominantemente na forma de ripas ou unidades aciculares dispersas e pequenas porções de ilhas de constituinte MA.

Abbasi e Rainforth (2016), estudando o comportamento de um aço 0,2%C-1,52%Mn-0,38%Si assistido pelo efeito TRIP frente a variações no tempo de encharque da etapa de austêmpera, com tempos variando entre 5 e 180s, verificaram que foi recorrente a presença de austenita retida com morfologia do tipo bloco quando as amostras foram resfriadas após curtos tempos de austêmpera. Além disso, por análises de MET, eles obtiveram evidências de que a martensita era amplamente formada dentro dos blocos de austenita retida. Além disso, foram verificadas evidências que indicam o crescimento de ferrita bainítica nas condições com maiores tempos de encharque.

Os resultados obtidos por Abbasi e Rainforth (2016) vão de encontro com o observado neste trabalho para as condições com menores tempos de austêmpera e podem ser justificados pela teoria de Lawrynowicz, que aborda a relação entre o teor

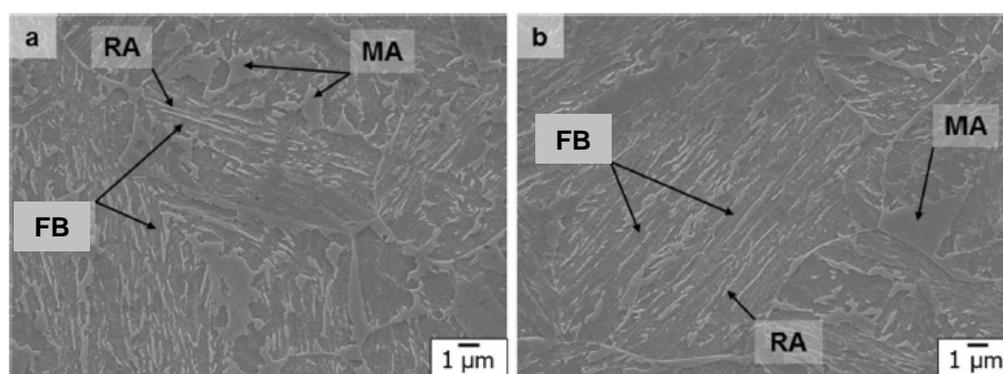
médio de carbono e a morfologia da austenita retida quando a austenita se decompõe em bainita. Nesta teoria é sugerido que a redução da distância de difusão da penetração de carbono devido à formação de austenita com morfologia de ripas facilita uma maior concentração de carbono nessas regiões. Essa maior concentração de carbono nos filmes de austenita inibe a transformação martensítica durante o resfriamento final e leva a uma maior retenção de austenita na microestrutura.

Ainda acerca das microestruturas desenvolvidas nas figuras 5.2 e 5.17, foi observado que a bainita em alguns casos exibiu microestrutura intergranular e/ou microestrutura vermicular, coexistindo principalmente com a austenita retida e homogeneamente distribuída em torno da ferrita (SHEN *et al.*, 2013). De acordo com a literatura, quando adotadas temperaturas de austêmpera logo acima da temperatura de início de transformação martensítica ( $M_i$ ), para aços hipoeutetóides, como é o caso deste trabalho em que  $M_i$  corresponde a  $387^\circ\text{C}$  e as temperaturas de austêmpera  $400^\circ\text{C}$  e  $450^\circ\text{C}$ , a microestrutura é formada por matriz de ferrita bainítica com ou sem carbeto, a depender dos elementos de liga e do tempo de austêmpera, austenita retida na forma de filmes finos e/ou ilhas de MA. O constituinte obtido como produto da etapa de austêmpera é normalmente denominado bainita, sendo a ferrita livre de carbonetos na bainita superior enquanto que ferrita pode conter carbeto finos dispersos, a depender do teor de silício na bainita inferior (TAKAHASHI; BHADESHIA, 1990, ZHAO *et al.*, 2014; NAVARRO-LOPEZ *et al.*, 2017).

Foi observado que quanto maior o tempo de austêmpera adotado, maior foi a dificuldade em identificar os constituintes presentes devido às similaridades na morfologia, principalmente para as amostras com EIM. Do mesmo modo, Navarro-Lopez *et al.* (2017), diante da dificuldade em identificar os constituintes apresentados pelas técnicas de MO e MEV, fizeram um estudo mais aprofundado das regiões com aspectos microestruturais distintos com o intuito de compreender a natureza dos constituintes obtidos após tratamento isotérmico. Para tal, utilizaram um aço  $0,2\%\text{C}-3,51\%\text{Mn}-1,52\%\text{Si}-0,25\%\text{Mo}-0,04\%\text{Al}$  submetido a um tratamento de recozimento intercrítico a  $900^\circ\text{C}$  por 240s seguido de austêmpera a diferentes temperaturas por 3600s. Concluíram que, para a situação em que a temperatura de austêmpera foi logo superior a  $M_i$ , a ferrita bainítica foi identificada principalmente na forma de unidades aciculares intercaladas por ripas de austenita retida e as ilhas de MA como estruturas de formato irregular de fácil distinção, correspondente à identificação de cada constituinte é apresentado na figura 5.18.

Uma das justificativas aborda a presença de manganês na estrutura, que atua retardando a formação de ferrita, perlita e bainita, resultante em um deslocamento da curva TTT dos constituintes para tempos longos, maior que 300 segundos. De forma análoga, o comportamento distinto observado por Navarro-Lopez (2017) foi verificado de forma clara nas condições com tempo de austêmpera 360s e 1080s deste trabalho.

**Figura 5.18 – Microestrutura de um aço 0,2%C-3,51%Mn-1,52%Si-0,25%Mo-0,04%Al submetido ao tratamento de recozimento intercrítico seguido de austêmpera, sendo esta última por um tempo de encharque longo, 3600s.**



FB: Ferrita bainítica; MA: martensita-austenita retida; RA: austenita retida.

Fonte: NAVARRO-LOPEZ *et al.*, 2017

Com relação ao aumento na temperatura de austêmpera, 400°C para 450°C, para uma mesma estrutura inicial foi observada evolução microestrutural similar com o tempo. Contudo, a transformação bainítica tem maior velocidade nas amostras em que foi aplicada temperatura de transformação bainítica inferior, ou seja, 400°C, devido ao maior grau de super-resfriamento (JACQUES *et al.*, 1998; ZHAO *et al.*, 2014). Logo, foi verificada maior formação de bainita em tempos menores de austêmpera se comparado ao grupo de 450°C. Esse comportamento pode ser analisado com mais nitidez nas figuras 5.19 a 5.22 em que são apresentadas imagens de MEV com menor ampliação e disposição mais adequada para comparação dos grupos com o aumento da temperatura e tempo.

O aumento na temperatura de austêmpera implica em um menor grau de super-resfriamento e reduz a força motriz de transformação bainítica. Portanto, para temperaturas superiores de transformação bainítica é esperado menor formação de bainita e maior presença de austenita retida a temperatura ambiente, ambos para um mesmo tempo. Em temperaturas de austêmpera menores, a transformação bainítica

se desenvolve com maior velocidade, alcançando limite máximo de formação de bainita para menores tempos e, assim, com tempos muito longos de austêmpera é observado que a taxa de transformação é reduzida. Em temperaturas maiores, devido ao menor super-resfriamento, a formação de ferrita na bainita é mais lenta, sendo que teores de bainita maiores são alcançados em tempos superiores. Logo, no caso de 400°C, a bainita aparece de forma mais expressiva em menores tempos (ZHAO *et al.*, 2014; JACQUES *et al.*, 1998).

De acordo com Bhadeshia e Edmonds (1980) e Cabballero *et al.* (2009), no caso de aços baixo teor de carbono com elevado teor de silício (~2%p), a precipitação de cementita é totalmente inibida durante a transformação de austenita em bainita. Dessa forma, a transformação bainítica não pode ser concluída, remetendo à teoria da reação incompleta. De fato, sem a remoção de carbono da austenita retida por meio da precipitação de cementita, o teor de carbono da austenita tende a aumentar com a extensão da transformação bainítica até que a concentração de carbono da austenita atinja o limite permitido para transformação sem difusão da austenita em ferrita, representado pela curva T0 (abordada no tópico 3.3.2 da revisão bibliográfica). Além disso, observa-se que o enriquecimento de carbono da austenita é menor quando a temperatura de transformação bainítica é maior, uma vez que maiores frações volumétricas de bainita poderiam ser obtidas.

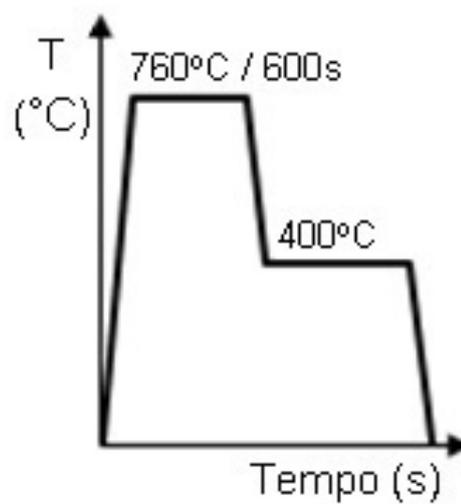
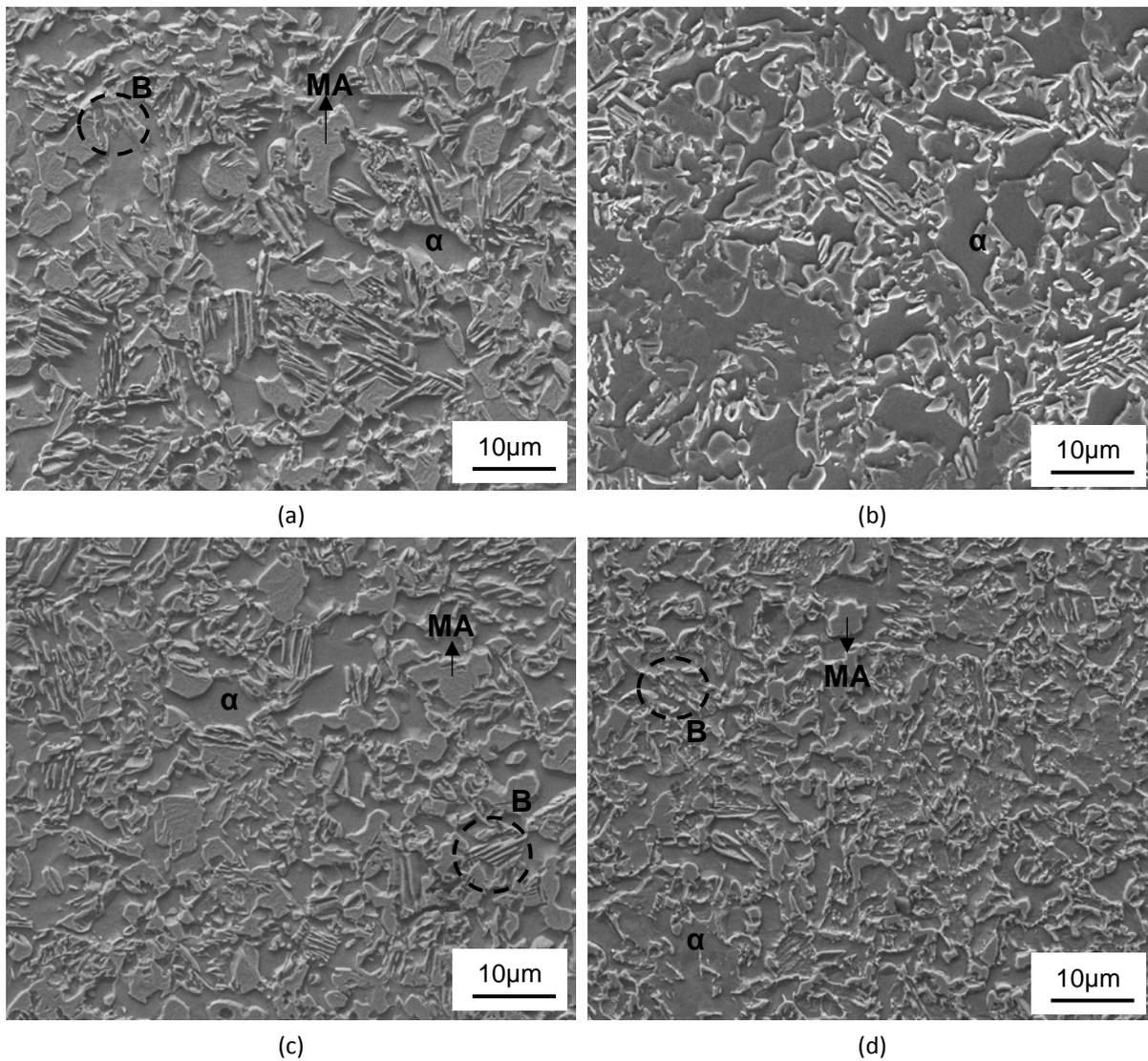
Ao comparar as microestruturas desenvolvidas a partir dos diferentes estados iniciais (EIC e EIM), foi verificado que as amostras com EIC exibem uma microestrutura formada por grãos equiaxiais de ferrita intercrítica circundada por partículas discretas de bainita e constituinte MA. Por outro lado, as amostras com EIM apresentam ripas de ferrita recuperada rodeada por bainita e grãos alongados de MA.

Segundo Chiang, Boyd e Piley (2015) a morfologia mais acicular das amostras com EIM é uma característica herdada da estrutura inicial anterior ao processamento de recozimento intercrítico seguido de austêmpera, denominada por eles como estrutura lamelar. Do mesmo modo ocorre com as amostras com EIC, que apresentam morfologia equiaxial, denominada por eles como estrutura equiaxial (CHIANG *et al.*, 2011).

Comportamento similar foi observado por Liang *et al.* (2017), já citado no tópico 3.2.1, que a partir de análises por MEV obteve para um aço TFP microestrutura composta por ferrita intercrítica poligonal, ferrita bainítica, austenita retida e/ou martensita recém-formada e para o aço TMR ferrita intercrítica na forma de ripas,

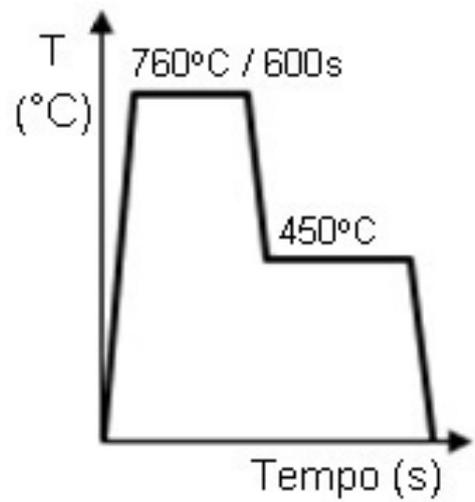
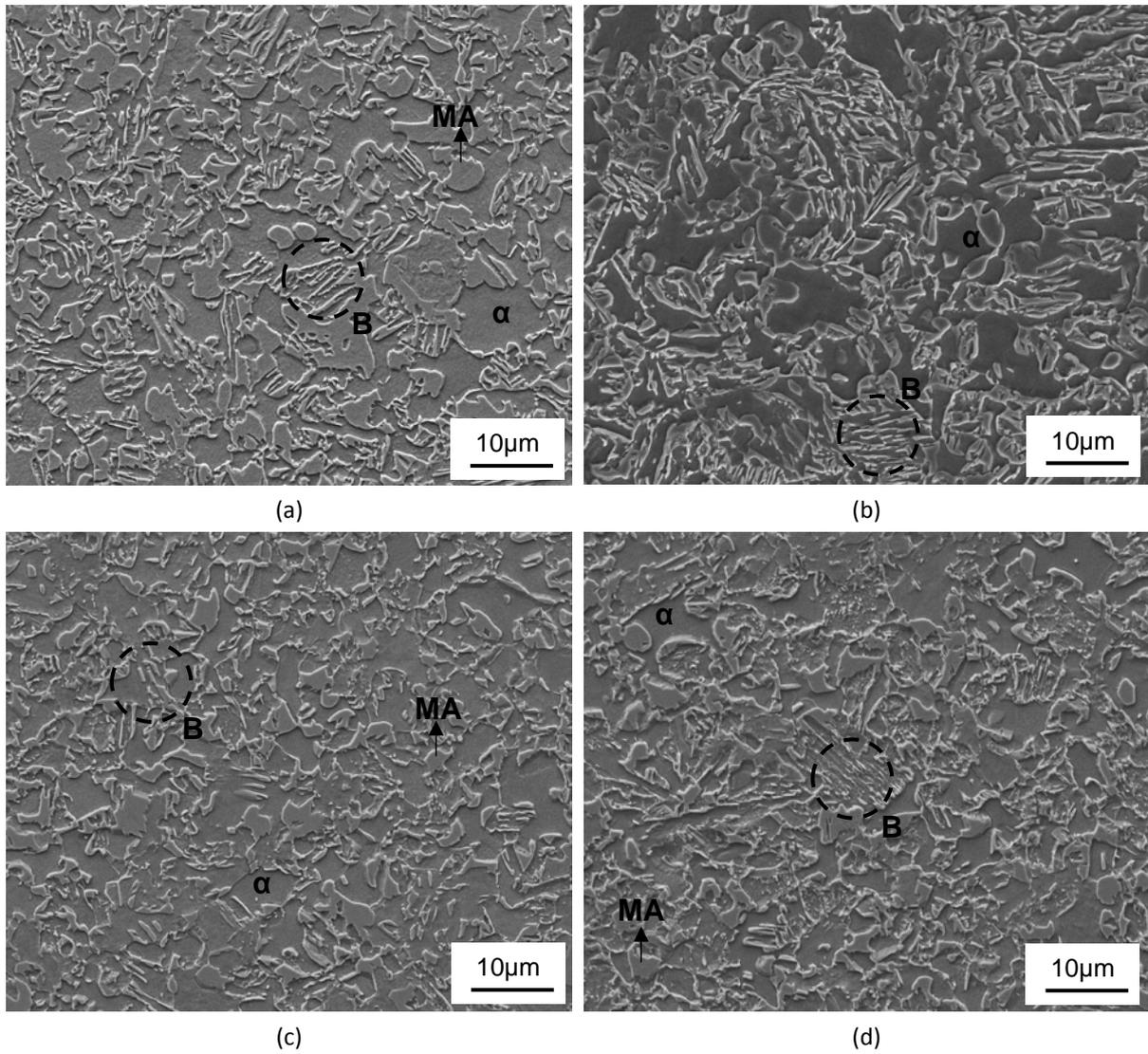
ferrita bainítica e martensita e/ou austenita retida entre as ripas. Ainda segundo Liang *et al.* (2017), por meio de análises de dilatométrica, nos casos em que a temperatura de recozimento foi inferior, 750°C, similar à adotada neste trabalho, foi observado que o comprimento das ripas de ferrita bainítica eram menores. A menor temperatura de aquecimento na região intercrítica faz com que os elementos carbono e manganês estejam mais concentrados na austenita, resultando na maior estabilidade da austenita no processo de resfriamento seguinte e na inibição de transformação em ferrita poligonal.

Figura 5.19 – Microestruturas das amostras submetidas a aquecimento intercrítico a 760°C e austêmpera a 400°C em função do tempo.



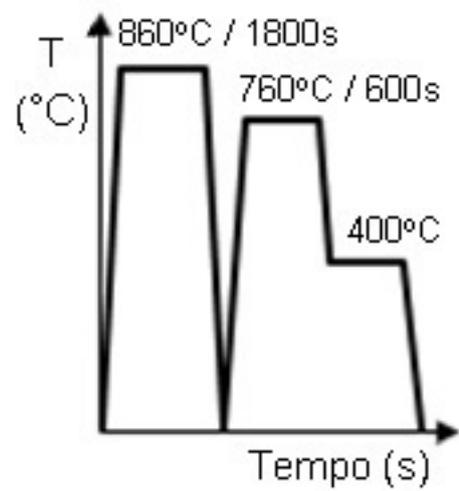
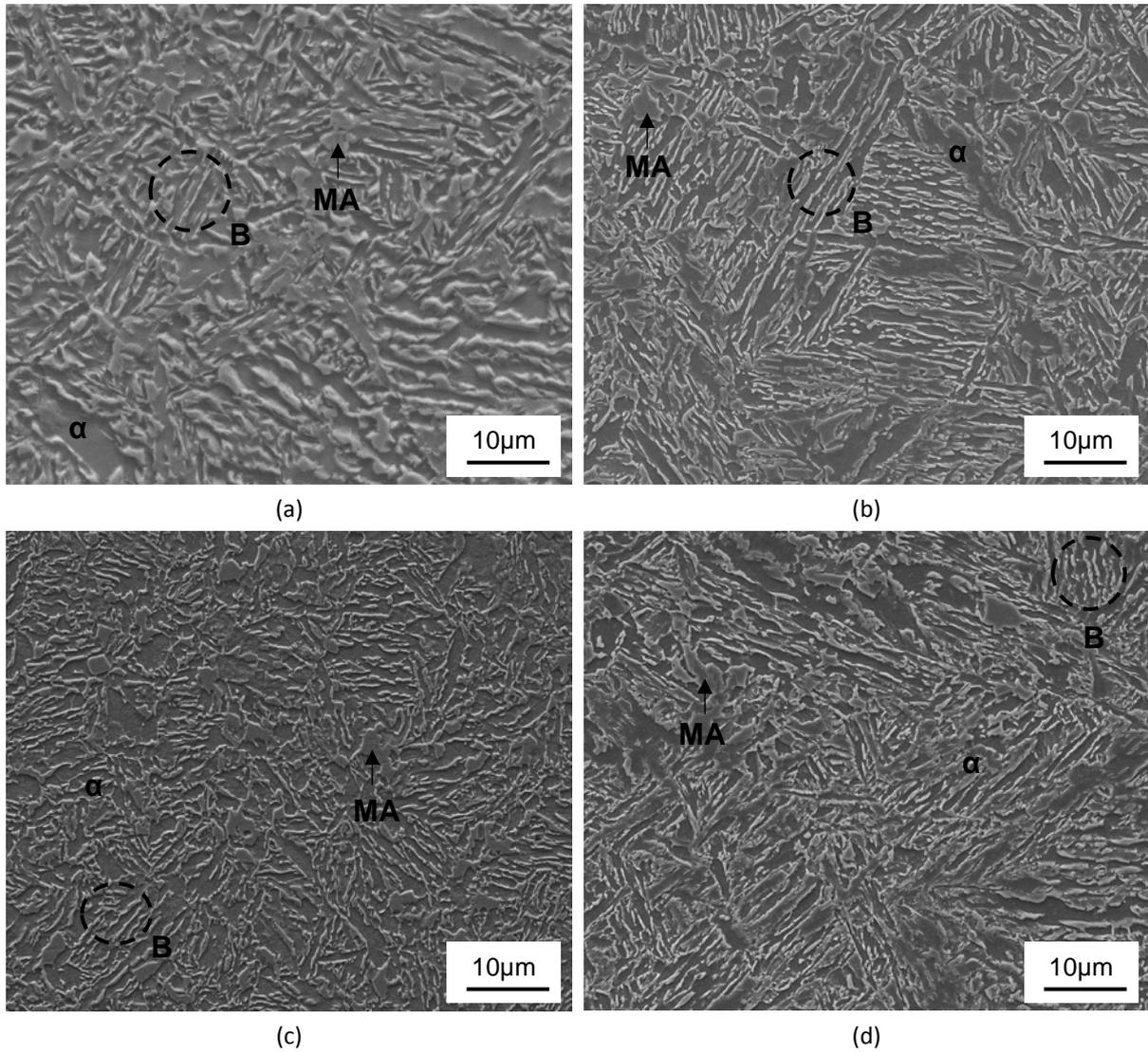
MEV de amostras austemperadas a 400°C por (a)– 45s; (b) 90s; (c) 360s e (d) 1080s.  
Fonte: Próprio autor

Figura 5.20 – Microestruturas das amostras submetidas a aquecimento intercrítico a 760°C e austêmpera a 450°C em função do tempo.



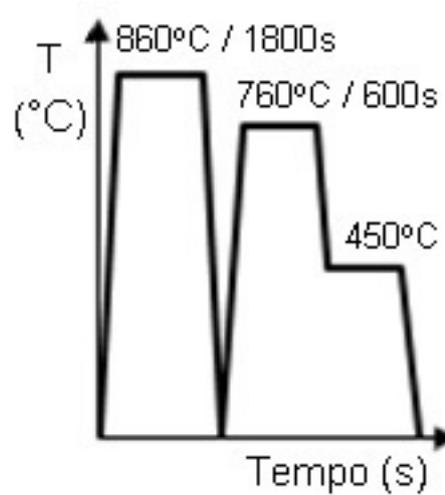
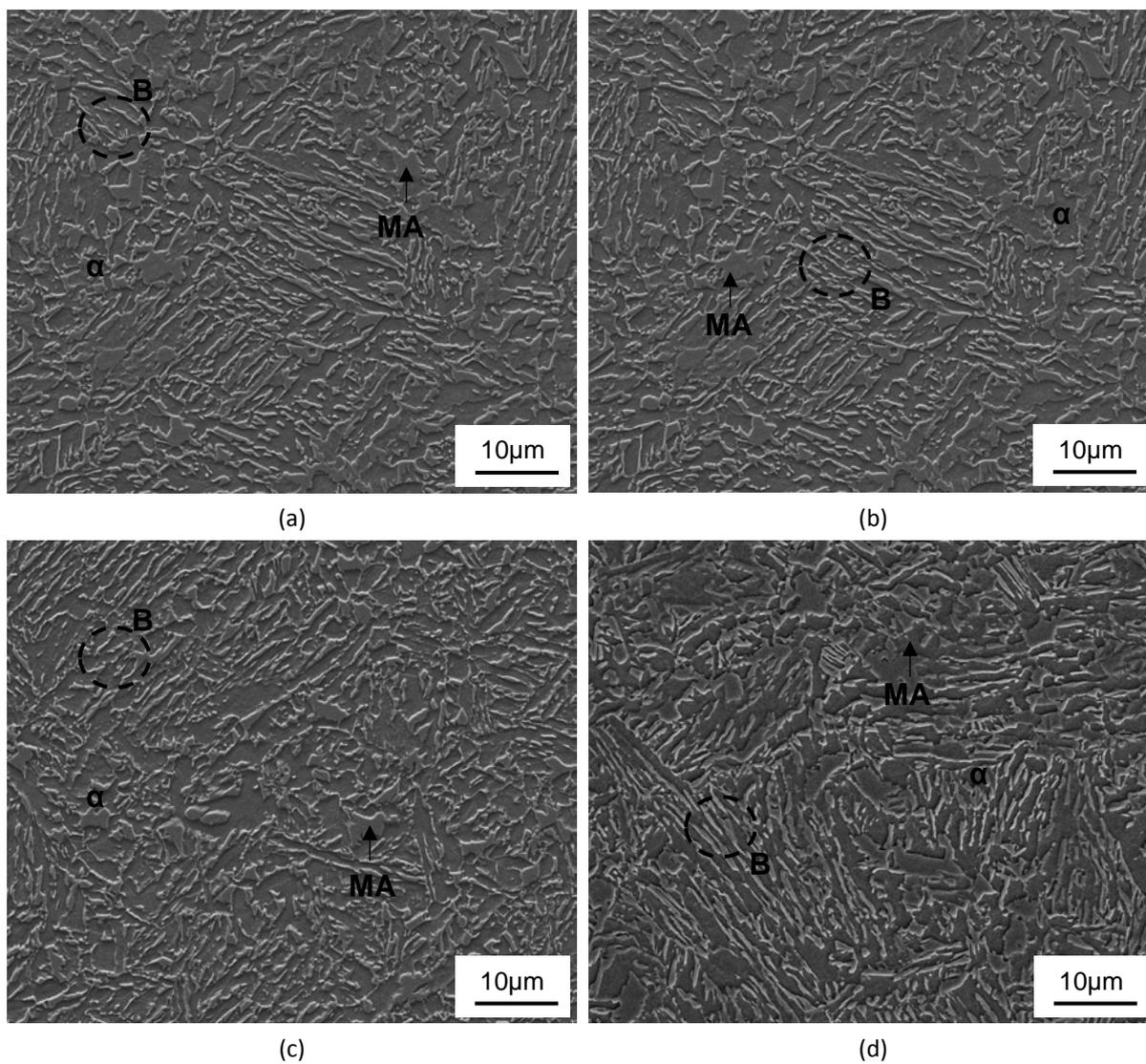
MEV de amostras austemperadas a 400°C por (a)– 45s; (b) 90s; (c) 360s e (d) 1080s.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.21 – Microestruturas das amostras submetidas a têmpera a 860°C, aquecimento intercítico a 760°C, austêmpera a 400°C em função do tempo.



MEV de amostras austemperadas a 400°C por (a)– 45s; (b) 90s; (c) 360s e (d) 1080s.  
 Fonte: Próprio autor

Figura 5.22 – Microestruturas das amostras submetidas a têmpera a 860°C, aquecimento intercrítico a 760°C, austêmpera a 450°C em função do tempo.

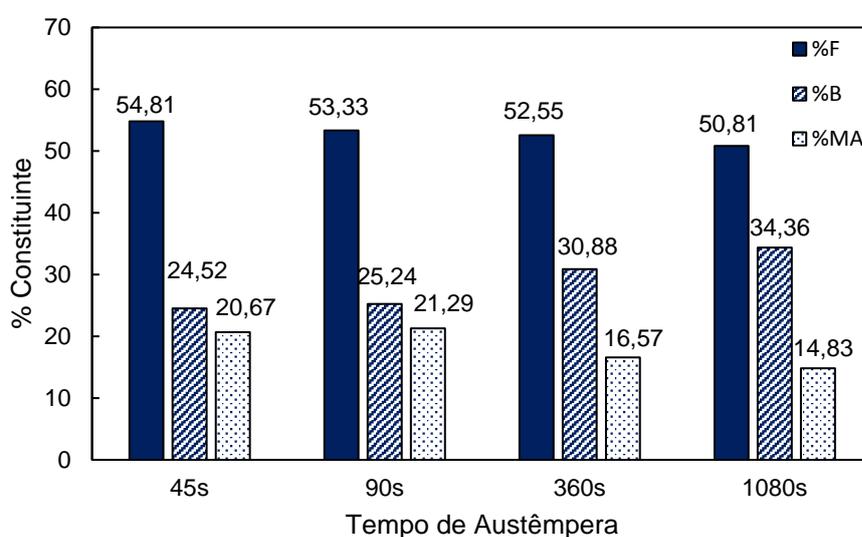


MEV de amostras austemperadas a 400°C por (a)– 45s; (b) 90s; (c) 360s e (d) 1080s.  
Fonte: Próprio autor

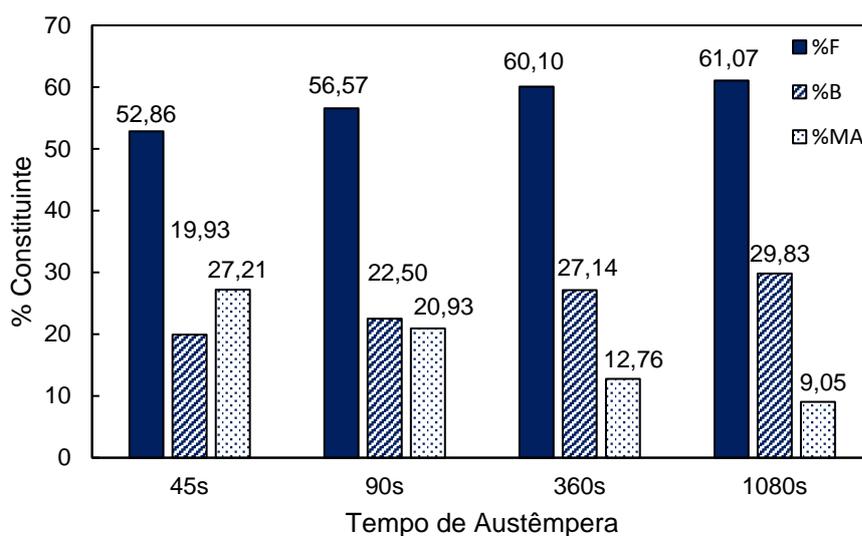
### 5.1.2 Análise semiquantitativa dos constituintes

Os resultados da análise semiquantitativa dos constituintes ferrita, bainita e MA (martensita/austenita retida) das amostras EIC e EIM por meio do método de contagem de pontos em função do tempo e temperatura da etapa de austêmpera são exibidos nas figuras 5.23 e 5.24.

**Figura 5.23 – Variação da fração dos constituintes em função do tempo de austêmpera para as amostras EIC submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.**



(a)

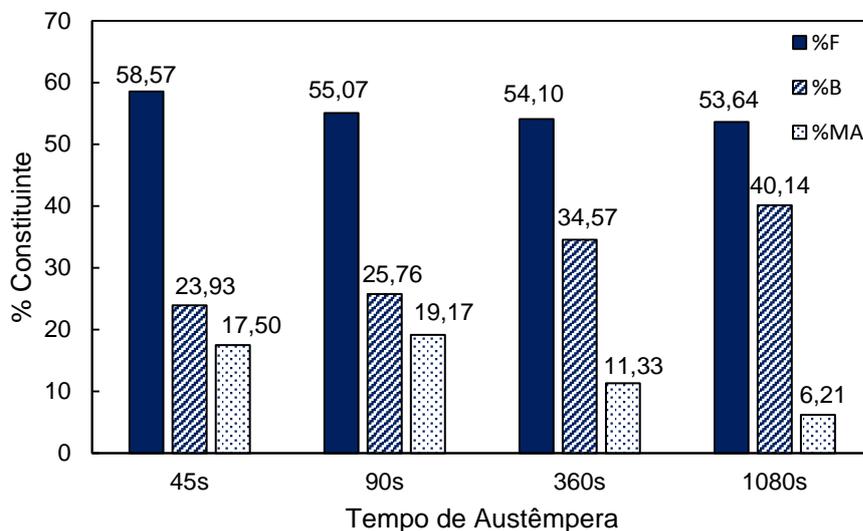


(b)

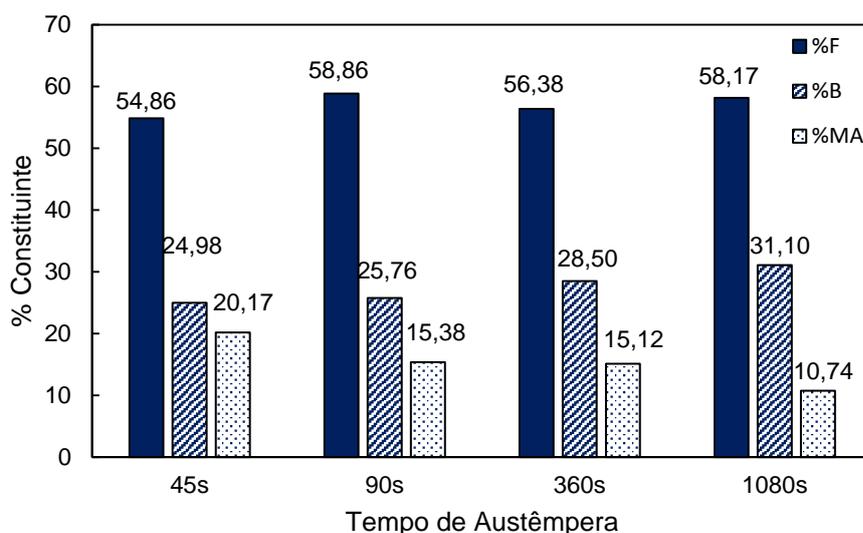
Temperatura de austêmpera: (a) 400°C e (b) 450°C. %F: percentual de ferrita; %B: percentual de bainita e %MA: percentual do constituinte MA.

Fonte: Próprio autor

**Figura 5.24 – Variação da fração dos constituintes em função do tempo de austêmpera para as amostras EIM submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.**



(a)



(b)

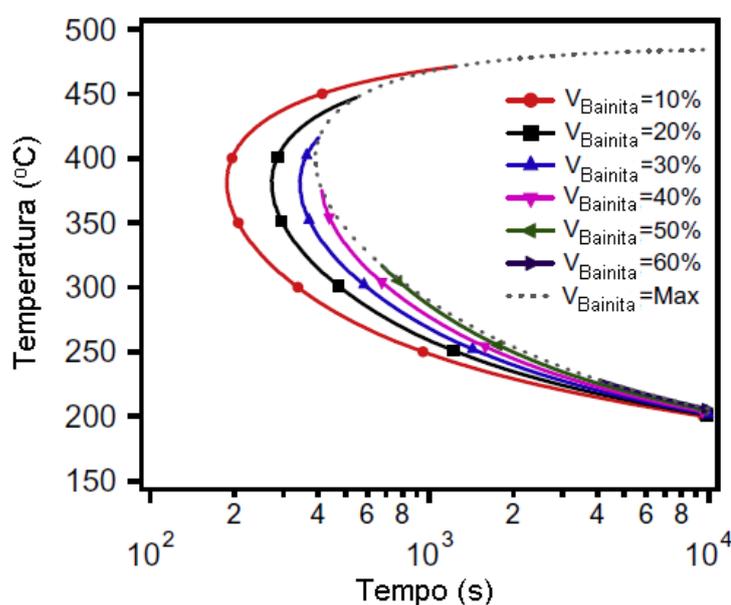
Temperatura de austêmpera: (a) 400°C e (b) 450°C. %F: percentual de ferrita; %B: percentual de bainita e %MA: percentual do constituinte MA.

Fonte: Próprio autor

De modo geral, foi observado um aumento na fração de bainita e redução na fração do constituinte MA em função do aumento no tempo de austêmpera nas amostras de ambos estados iniciais. Zhu *et al.* (2012), investigando o comportamento de um aço 0,3%C-1,5%Mn-1,5%Si submetido a um processamento convencional de obtenção

de aços TRIP com parâmetros de processamento similares a utilizado neste trabalho para as amostras EIC, obteve como resultado frações volumétricas 53%, 37% e 10% para os constituintes ferrita, bainita e MA, respectivamente, o que corrobora com os resultados obtidos. Ainda sobre o trabalho de Zhu *et al.* (2012), de acordo com estudo termodinâmico feito, com o aumento do tempo de austêmpera é esperado que um volume maior de bainita seja produzido até que um limite máximo seja atingido e, com o aumento da temperatura o volume de bainita diminui para um mesmo tempo, como indicado na figura 5.25.

**Figura 5.25 – Variação da fração volumétrica do constituinte bainita em função da temperatura e tempo de austêmpera obtida por meio do diagrama TTT simulado no software *Thermo-Calc*.**



Fonte: Zhu *et al.*, 2012. (Adaptado)

Essa tendência de redução da fração volumétrica de bainita com o aumento da temperatura de austêmpera para um mesmo tempo de encharque pode ser explicado pelo grau de super-resfriamento. Quanto maior a temperatura de transformação bainítica adotada, menor o grau de super-resfriamento e, portanto, menor será a força motriz de transformação bainítica. Dessa forma, nas condições de processamento térmico de menor temperatura de austêmpera, a transformação bainítica se desenvolve com maior velocidade, alcançando limite máximo de formação de bainita para menores tempos e, por consequência, é esperado que os maiores percentuais de bainita sejam alcançados mais rápido se comparados com o caso de maior temperatura de austêmpera (ZHAO *et al.*, 2014; JACQUES *et al.*, 1998; BHADESHIA,

EDMONDS; 1980; CABALLERO *et al.*, 2009). Acerca dos resultados obtidos, foi observado comportamento que vai de encontro ao exposto, uma vez que, de um modo geral, com o aumento do tempo de transformação bainítica para uma mesma temperatura foi verificada tendência de aumento do teor de bainita na estrutura em detrimento da martensita. Em adição, para um mesmo tempo de austêmpera, com a elevação da temperatura, de 400°C para 450°C, foram verificados menores percentuais de bainita, na maioria das condições.

Além disso, nas condições de processamento com menores tempos de encharque (45 e 90s) foram observados maiores percentuais de martensita, em conformidade com os resultados de MO e MEV, a partir dos quais foi verificada presença mais pronunciada de porções do constituinte MA. Por outro lado, era esperado que o volume de bainita alcançasse seu valor máximo no tempo 360s uma vez que nas imagens de MO e MEV foi observada mudança significativa na microestrutura entre as condições de tempo 360 e 1080s. Uma possível explicação para não ter sido observada essa variação nos gráficos é que, como a quantificação dos constituintes foi feita a partir de um sistema de cores nas imagens de micrografia, pode ser que o reagente químico não tenha distinguido bem as regiões de bainita.

Uma outra observação feita a partir das figuras 5.23 e 5.24 trata do percentual de ferrita, o qual era esperado que fosse mantido constante em torno de 50% devido a temperatura de recozimento intercrítico adotada, 760°C, escolhida em função do volume de austenita que corresponde respectivamente a um volume de 50%, associado as regiões do diagrama de fases metaestável da figura 4.6. Uma das possíveis justificativas para a variação no percentual desse constituinte inclui a forma como foram identificados os constituintes, baseado na coloração das micrografias obtidas com reagente químico Bandoh. Para análise quantitativa dos constituintes, foi observada juntamente com as cores, a morfologia. Nesse caso, as regiões marrons em forma de ripas foram consideradas bainita e regiões marrons de forma arredondada como ferrita. Logo, induzindo ao erro, principalmente nas amostras com EIM, nas quais a ferrita apresenta morfologia mais acicular.

Por outro lado, segundo Matsumura (1987), a formação da ferrita a partir da austenita dificilmente ocorre em aços com composição similar a utilizada neste trabalho se a taxa de resfriamento da faixa intercrítica exceder 100°C/s. Contudo, como a taxa de resfriamento adotada foi inferior a 50°C/s pode ser que um pouco mais de ferrita tenha sido formada, justificando a variação nos valores obtidos. Em

concordância, não foi observada uma tendência de variação em função da temperatura e do tempo de austêmpera uma vez que para as temperaturas de austêmpera adotadas, a transformação difusional em ferrita é dificultada e somente os átomos de soluto intersticial como os de carbono podem se mover (MATSUMURA *et al.*, 1987).

Considerando o presente trabalho, em relação à variação no estado inicial, EIC ou EIM, não foi observada uma tendência de comportamento, exceto teores relativamente superiores de ferrita, tópico este já abordado anteriormente.

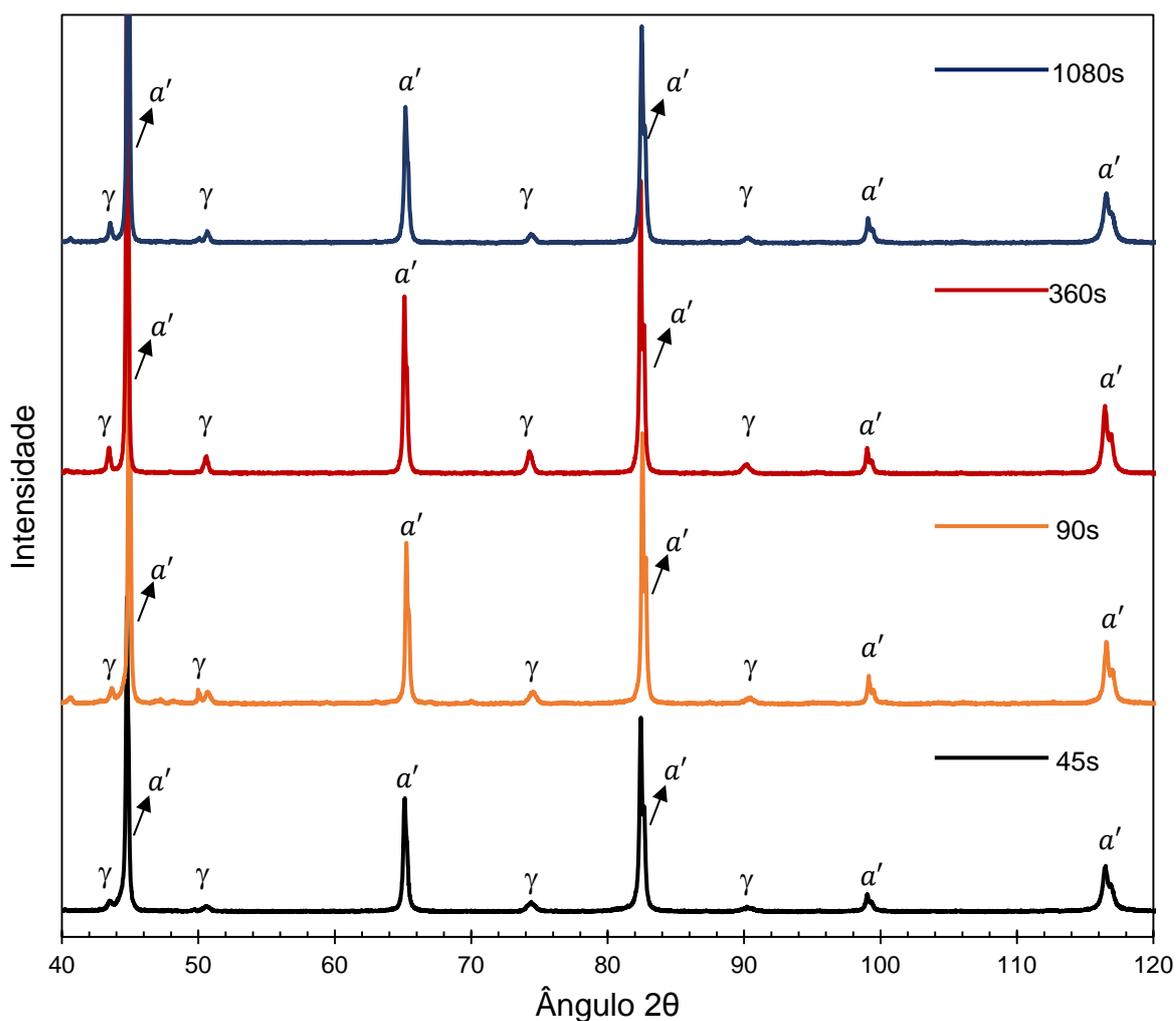
Chiang (2012) obteve as frações volumétricas de ferrita, bainita e constituinte MA a partir das imagens metalográficas com o auxílio de software de imagem para amostras processadas com EIC e EIM, denominadas pelo autor como estrutura equiaxial e lamelar, respectivamente. Para amostra com estrutura equiaxial: 61% ferrita, 27% de bainita e 12% de MA e para amostra com estrutura lamelar: 52% ferrita, 31% de bainita e 17% de MA. Logo, a amostra com EIM possuiu maior percentual de MA e de bainita.

Em relação ao aumento na temperatura de austêmpera foram verificados comportamentos antagônicos para as amostras com EIC e EIM. No caso das amostras com EIC, a elevação na temperatura de austêmpera de 400°C para 450°C foi acompanhada de uma elevação no teor de bainita e redução no teor de MA. Já nas amostras EIM foram obtidos menores valores de fração de bainita e maiores de MA, resultado este que vai de encontro com o exposto por Zhu *et al.* (2012), considerando o estado inicial convencional. Além disso, Zhao *et al.* (2014) observaram que com o aumento da temperatura de austêmpera houve uma elevação no número de porções de martensita e/ou austenita retida na forma de blocos o que sugere uma maior fração do constituinte MA com o aumento da temperatura.

### 5.1.3 Análises por difração de raios X

Os difratogramas das amostras submetidas as diferentes condições de processamento térmico com EIC e EIM estão apresentados na figura 5.26 a 5.29. Os aços multifásicos assistidos por efeito TRIP usualmente contém uma matriz ferrítica com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), austenita retida metaestável do tipo ilha com estrutura cristalina cúbica de face centrada (FCC) dispersa na matriz ferrítica e estrutura bainítica na qual austenita retida na forma de lamelas está incorporada na martensita. Esta última apresenta geralmente estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) ou estrutura hexagonal compacta (HC), de acordo com o percentual de carbono (SHEN *et al.*, 2013; THOMAS *et al.*, 2011).

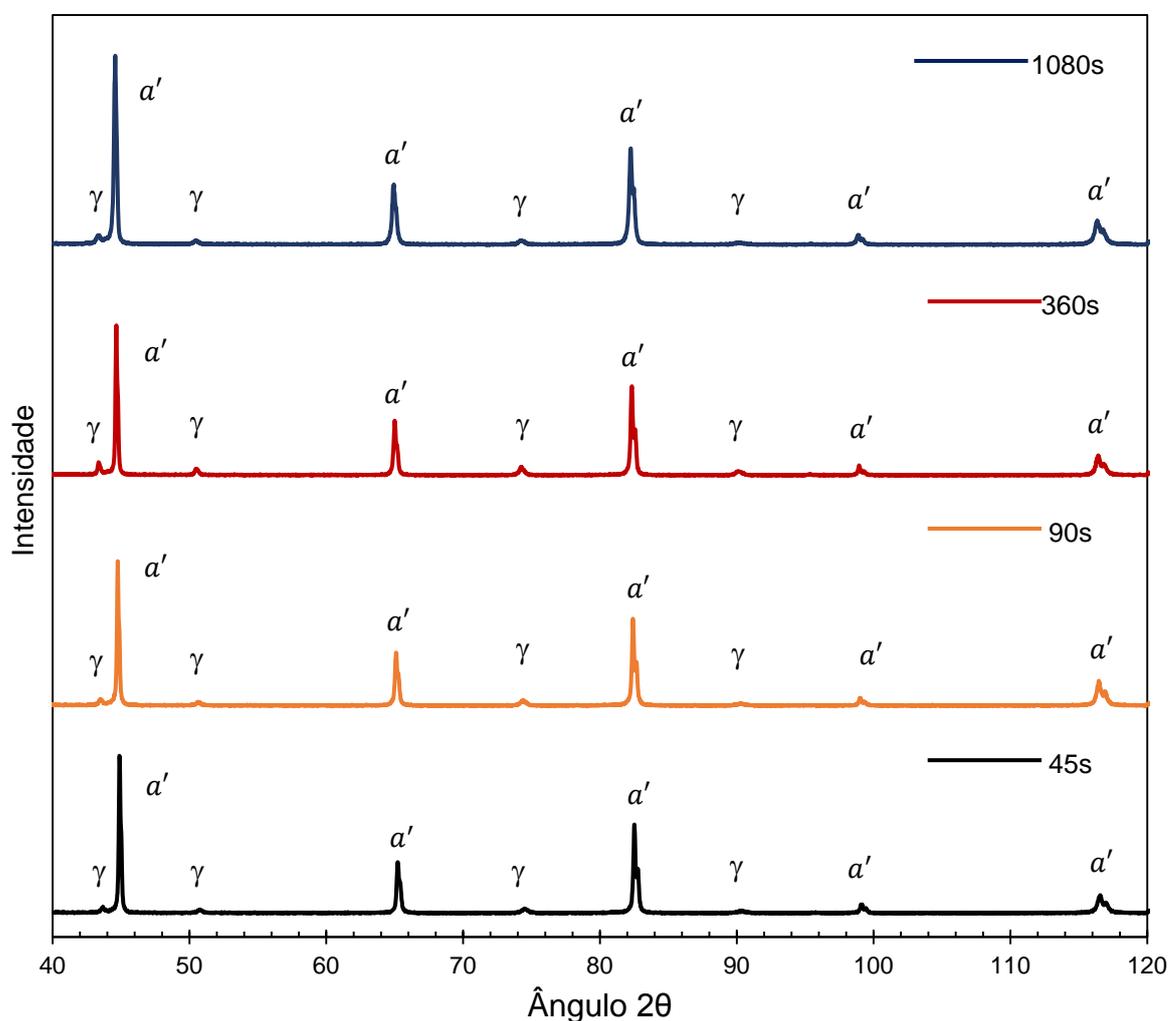
Figura 5.26 – Difratogramas das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera 400°C.



Fonte: Próprio autor.

Nos difratogramas foram identificados picos que correspondem à fase austenita ( $\gamma$ ) e picos que podem ser de ferrita ou martensita ( $\alpha'$ ). A partir da técnica de DRX não é possível distinguir os dois constituintes pois a estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) da martensita pode ser encarada como uma rede de ferrita CCC distorcida por átomos de carbono aprisionados devido a elevada velocidade de formação (SHEN *et al.*, 2013; THOMAS *et al.*, 2011).

**Figura 5.27 – Difratogramas das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C.**

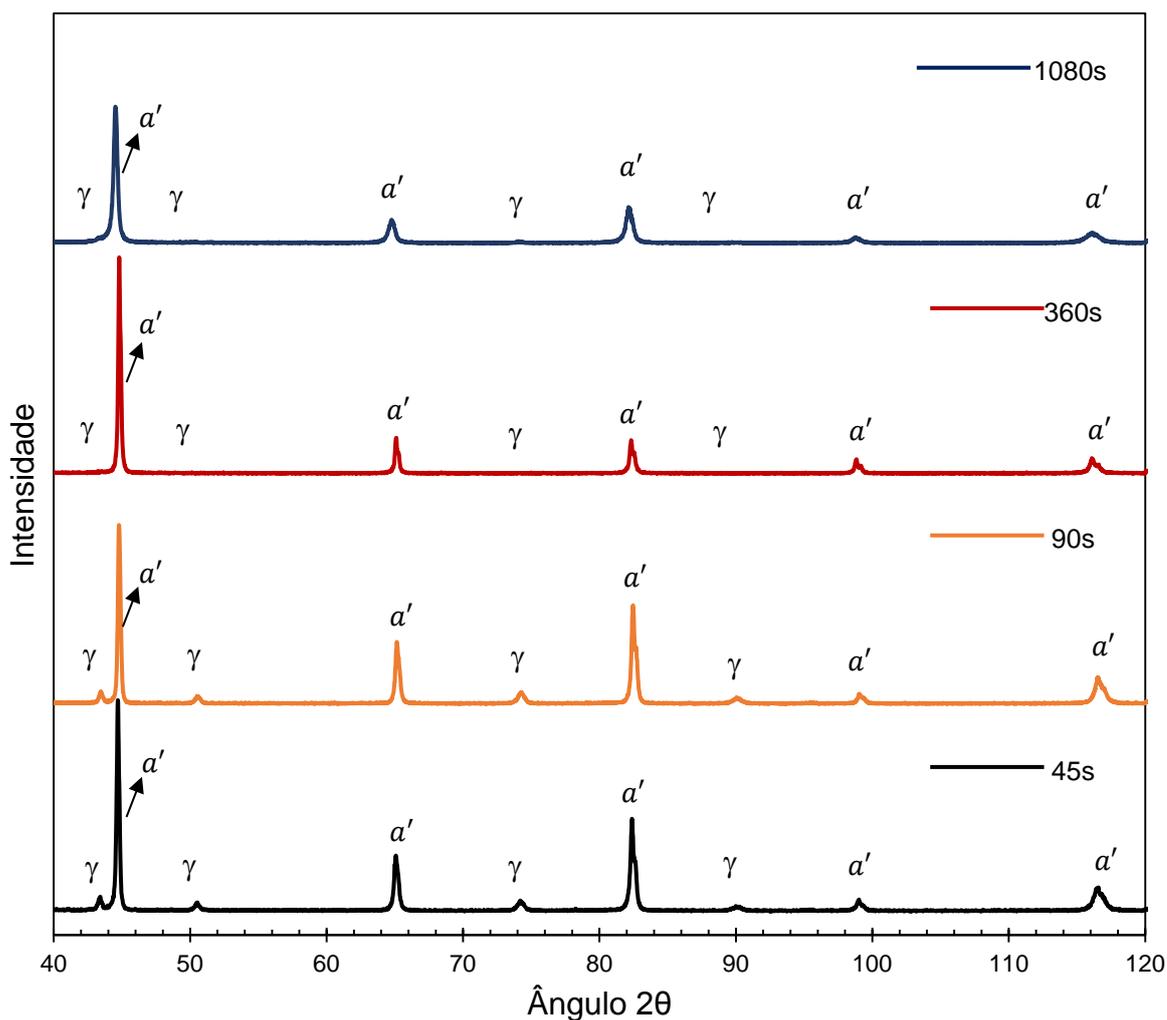


Fonte: Próprio autor.

Nas amostras com EIC austemperadas a 400°C e EIM austemperadas a 450°C foi observado efeito de plano preferencial (110) referente a fase ferrita, localizado no ângulo 44°. O efeito dessa distorção foi corrigido no software GSAS II com o uso do modelo harmônicos esféricos (SITEPU *et al.*, 2005; WANG *et al.*, 2014; MORAWIEC;

GRAJCAR, 2017; HAJIANNIA *et al.*, 2018). Na literatura são encontrados casos em que os autores retiram esse pico inicial a  $44^\circ$  e começam a análise a partir de  $50^\circ$ , provavelmente para desconsiderar o possível efeito de plano preferencial, recorrente nas análises de difração para o tipo de aço adotado (ZHAO *et al.*, 2014; SUN *et al.*, 2014; CAI *et al.*, 2016; LIANG *et al.*, 2017)

**Figura 5.28 – Difratoogramas das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera de  $400^\circ\text{C}$ .**

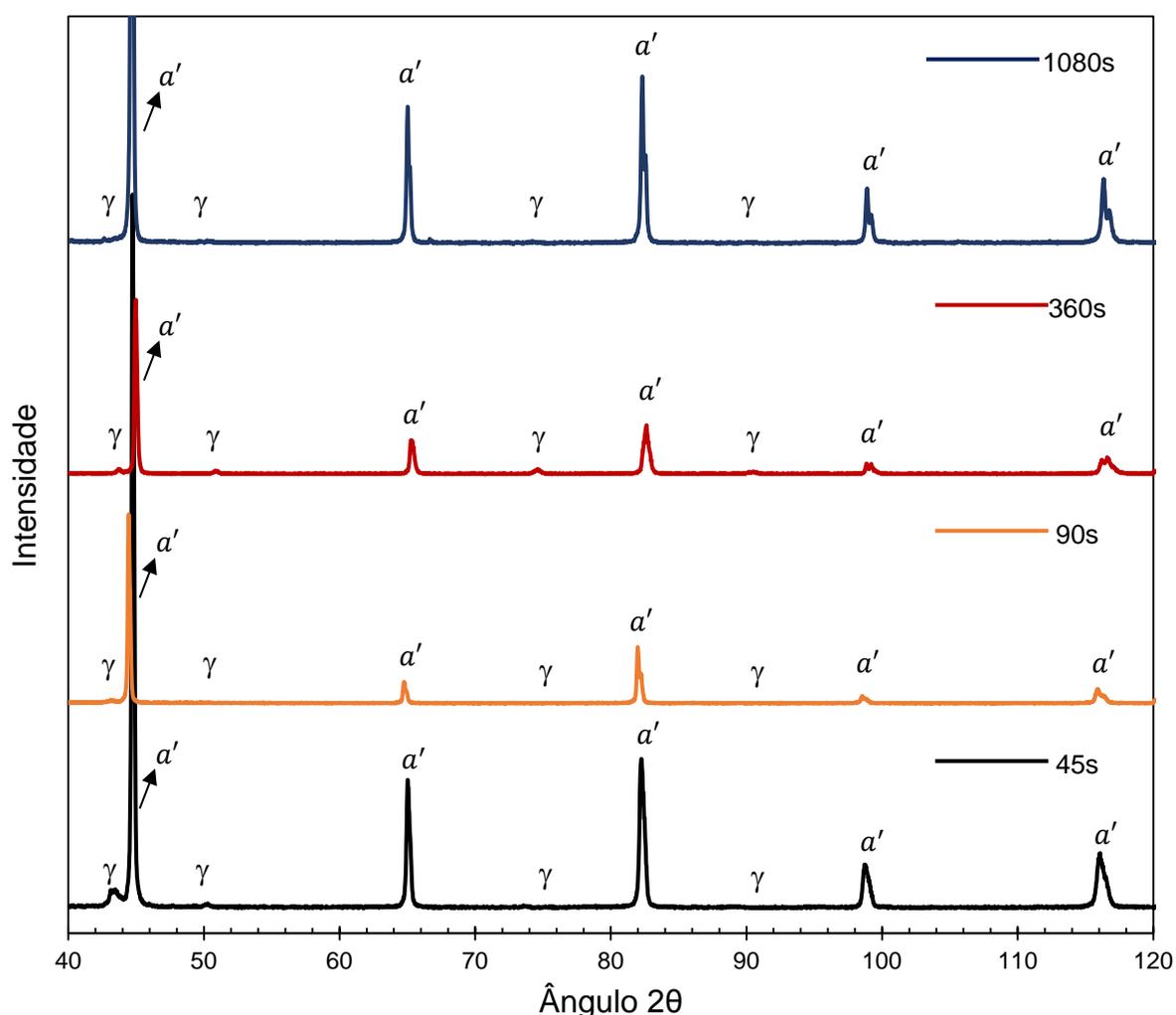


Fonte: Próprio autor.

Além disso, foi verificado comportamento atípico nas condições com EIM austemperadas a  $450^\circ\text{C}$  por curtos tempos (45s e 90s) uma vez que não foram observados todos os picos que correspondem a austenita e o pico referente ao plano (111) localizado em um ângulo  $43^\circ$  foi identificado com intensidade mais expressiva.

Em adição, para a condição de 1080s desse mesmo grupo não foram observados picos de austenita. Como trata-se de um grupo de amostras em que foi verificado efeito de plano preferencial, uma possível justificativa para o ocorrido é que o pico preferencial pode ter sido muito intenso e mascarado os picos de austenita que naturalmente são de intensidade expressivamente inferior, aparecendo no difratograma apenas o pico de maior intensidade (ângulo  $43^\circ$ ) da fase austenita.

**Figura 5.29 – Difratogramas das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera de  $450^\circ\text{C}$ .**



Fonte: Próprio autor.

De modo geral, observando amostras austemperadas a uma mesma temperatura foi verificada tendência de aumento dos picos de austenita com a

elevação do tempo de transformação bainítica até o limite de 360s a partir do qual houve redução dos picos.

Já em relação a variação da temperatura de austêmpera foi observada tendência de redução da intensidade dos picos com o aumento da temperatura de 400°C para 450°C. Comportamento similar foi observado por ZHAO *et al.* (2014), que analisaram o efeito da temperatura de austêmpera nas propriedades mecânicas, sendo que essa tendência de aumento foi observada no caso de temperaturas acima da temperatura de início de transformação martensítica, e analisando condições similares as adotadas neste trabalho, 410°C e 450°C. Já Kim e Lee (2011), que adotaram temperaturas mais baixas, foi observado um aumento da intensidade dos picos com a elevação da temperatura como descrito por Zhao.

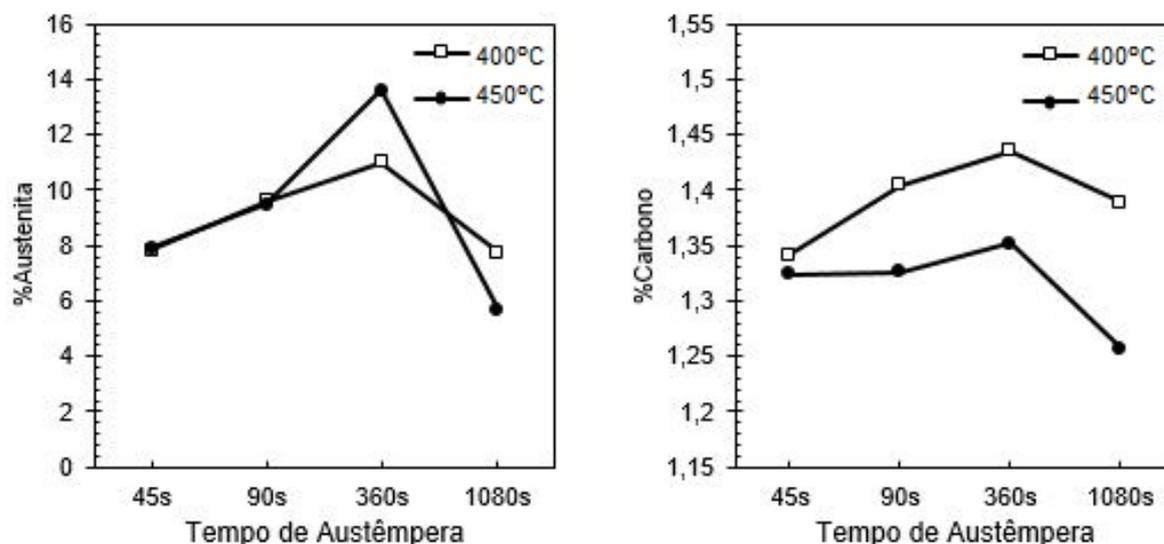
Ao comparar os difratogramas das amostras com diferentes estruturas iniciais, EIC e EIM, não foram observadas variações significativas. Comportamento similar foi verificado por Liang *et al.* (2017), o qual utilizou condições de estrutura inicial semelhante as adotadas neste trabalho.

Nos gráficos da figura 5.30 e 5.31 são exibidas curvas da fração volumétrica da austenita retida e do teor de carbono na austenita retida em função do tempo e temperatura de austêmpera para as amostras com EIC e EIM, dados estes obtidos a partir do método de refinamento de Rietveld aplicado aos dados de DRX expostos.

Foi verificado que a fração e o teor de carbono da austenita retida apresentam comportamento diferente em função do tempo de austêmpera para EIC e EIM. No caso das amostras com EIC foi verificado um aumento no teor de austenita retida com limite no tempo 360s, a partir do qual há uma queda brusca tanto no teor de austenita retida quanto em seu percentual de carbono. Já em relação as amostras com EIM, nos casos em que foi adotada temperatura 450°C foi verificada a mesma tendência das amostras EIC para o percentual de austenita retida, e no caso das amostras submetidas a 400°C foi observado que o volume máximo de austenita foi atingido em um tempo menor, de 90s.

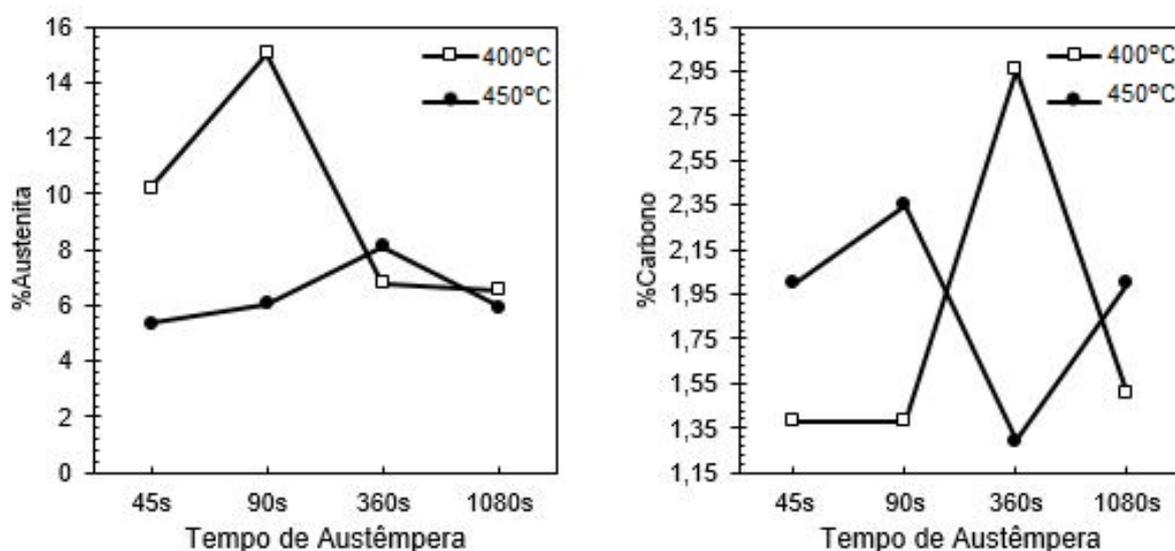
Em relação à variação na temperatura de austêmpera, para ambos os casos, 400°C e 450°C, o comportamento foi similar, porém o aumento no teor de austenita é mais evidente nas condições em que foi aplicada temperatura de 450°C. Além de maiores percentuais de austenita, essas condições apresentaram menores percentuais de carbono na austenita.

**Figura 5.30 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do tempo de austêmpera para as amostras com EIC submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.**



Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.31 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do tempo de austêmpera para as amostras com EIM submetidas a temperatura de transformação bainítica de 400°C e 450°C.**



Fonte: Próprio autor.

No caso das amostras com EIM, foi verificada tendência de crescimento similar do teor de austenita retida apenas para as condições com temperatura de austêmpera 450°C porém em relação a variação da temperatura foi observado comportamento antagônico uma vez que as amostras em questão apresentaram valores muito

inferiores. Além disso, para as amostras EIM austemperadas a 400°C foi verificado aumento apenas até a condição correspondente a 90s a partir da qual foi verificada queda brusca e respectivamente para estas condições foram verificados menores percentuais de carbono na austenita.

Ainda com relação as amostras com EIM, foram observados teores muito elevados de carbono, discrepantes com o indicado na literatura (ABBASI; RAINFORTH, 2016; LIANG *et al.*, 2017; ZHU *et al.*, 2017; DING *et al.*, 2014; SAKUMA; MATSUMURA; TAKESHI, 1991), na qual foram indicados valores até 2,0%, indicativo este de que o refinamento aplicado pode não ter sido o mais adequado ou os dados obtidos pela técnica de difração de raios X precisam ser repetidos devido aos elevados valores de parâmetro de rede identificados.

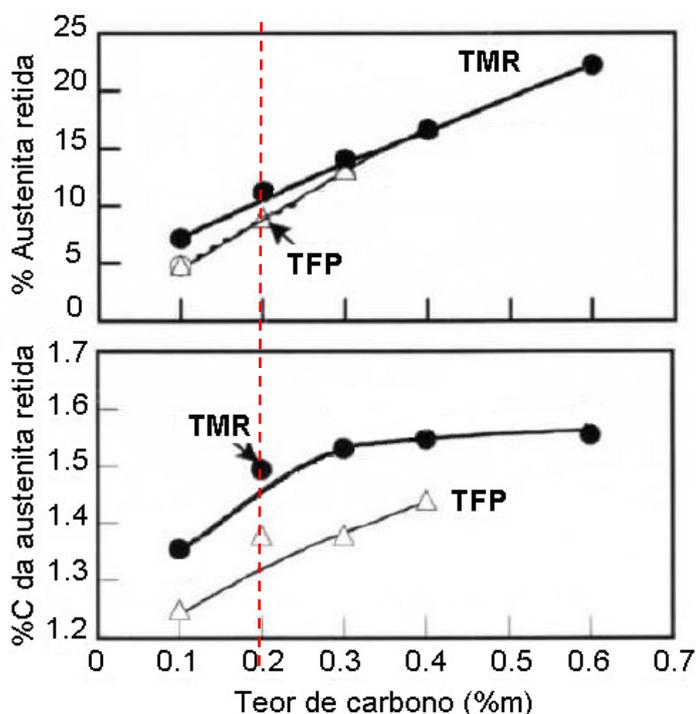
Wang *et al.* (2015), analisando a influência da temperatura de austêmpera (320°C / 360°C / 400°C / 440°C e 480°C), em um aço TPF, na fração de austenita retida à temperatura ambiente e o percentual de carbono da austenita retida, observaram que com o aumento da temperatura ocorreu uma elevação no percentual de austenita retida e no teor de carbono obtendo percentual máximo de 10,8% e 1,05%, respectivamente, para temperatura de 440°C a partir da qual a fração diminui significativamente. Segundo os autores, esse comportamento se deve ao fato de que com o aumento da temperatura até 440°C a taxa de difusão do carbono é alta o suficiente para enriquecer os grãos de austenita de forma mais uniforme. Em seguida, a fração de austenita reduz para a temperatura de 480°C devido à precipitação de carbonetos resultando em um decréscimo da estabilidade da austenita retida. Zhao *et al.* (2014) também analisaram a influência da temperatura de austêmpera no teor e enriquecimento de carbono da austenita retida e obtiveram resultado similar ao exposto por Wang *et al.* (2015), porém a temperatura de maior teor de austenita corresponde a 430°C.

Era esperado que as amostras com EIM apresentassem maiores frações volumétricas e concentração da austenita retida se comparado com as amostras EIC, considerando mesmos parâmetros de processamento. Em contrapartida, foram verificados valores próximos com relação ao teor de austenita, porém as amostras com EIM apresentaram maior enriquecimento de carbono.

Sugimoto *et al.* (2006), estudando o efeito do teor de carbono da composição química em amostras com estrutura inicial TFP e TMR observaram que para ambas as estruturas a elevação no teor de carbono é acompanhada de aumento no teor de

austenita retida e respectivo enriquecimento do carbono da austenita retida, apresentada na figura 5.32. Em especial, para as amostras com 0,2% de carbono na composição química do aço, similar à adotada neste trabalho, foi observado que a amostra TMR que corresponde a EIM deste trabalho apresentou discreto incremento no teor de austenita retida, porém elevado teor de carbono com relação as amostras TFP, EIC neste trabalho, em consonância com a tendência de comportamento apresentado nas figuras 5.30 e 5.31.

**Figura 5.32 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do teor de carbono para amostras TMR e TFP.**

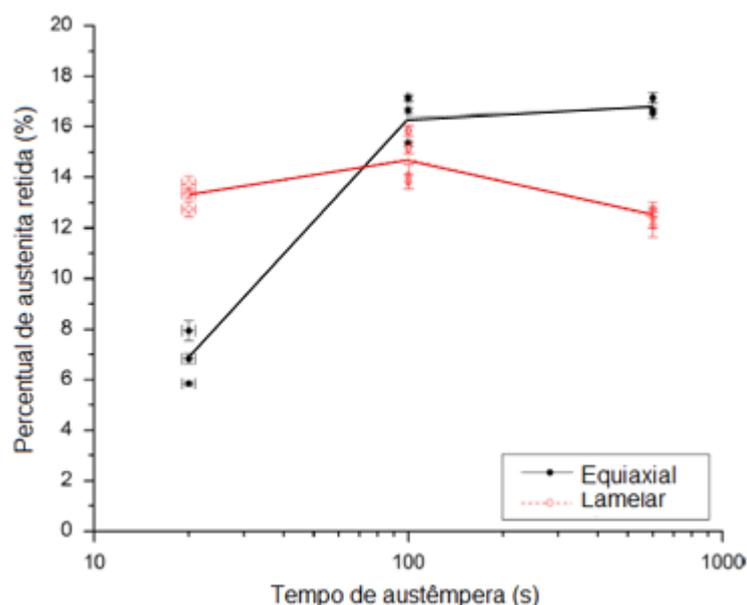


Fonte: SUGIMOTO (2006)

Chiang, Boyd e Pilkey (2015) ao compararem aços TRIP de mesma composição, porém com diferentes estruturas iniciais observaram que as condições com microestrutura lamelar, apresentam menor teor de austenita retida para condições com maiores tempos de austêmpera, comportamento indicado na figura 5.33. Contudo, a austenita retida das condições de estrutura lamelar apresentou maior estabilidade mecânica, ou seja, a austenita transforma mais lentamente com a deformação e, por consequência, o encruamento é sustentado até altos níveis de deformação uniforme. Esse fato é atribuído à combinação de proteção contra tensão da austenita retida pela bainita circundante e pelo maior teor de carbono na austenita

retida apresentado nas condições com EIM. A maior estabilidade descrita por Chiang, Boyd e Pilkey (2015) remete ao maior enriquecimento de carbono da austenita retida descrito por Sugimoto *et al.* (2006) e também observado neste trabalho.

**Figura 5.33 – Variação da fração volumétrica e do teor de carbono da austenita retida em função do teor de carbono para amostras com estado inicial equiaxial e lamelar.**



Fonte: CHIANG, BOYD, PILKEY, 2015.

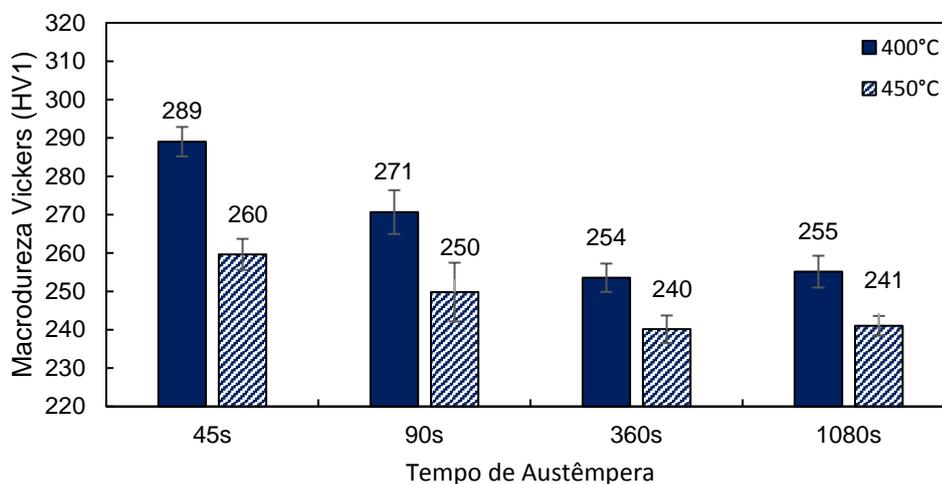
Zhao *et al.* (2014) estudando o comportamento de um aço 0,19%C-2,07%Si-1,79%Mn submetido a um processamento térmico similar ao de EIC adotado neste trabalho, variando temperatura de austêmpera, observou que com o aumento da temperatura de austêmpera, mais austenita intercrítica se transforma em bainita durante o processo isotérmico, o que leva à fração de volume da austenita retida a diminuir em um primeiro momento, comportamento ilustrado na figura 3.15. À medida que a temperatura de austêmpera aumenta, a austenita retida aumenta subsequentemente. O aumento da temperatura de austêmpera leva a um menor grau de super-resfriamento e reduz a força motriz química da transformação bainítica. Portanto, a transformação bainítica diminui e mais austenita pode ser retida à temperatura ambiente. Como mencionado anteriormente, o menor teor de carbono torna-se fator dominante em temperaturas mais altas. Como resultado, a austenita não pode ser estabilizada à temperatura ambiente e a austenita retida diminui novamente.

## 5.2 Análise das propriedades mecânicas

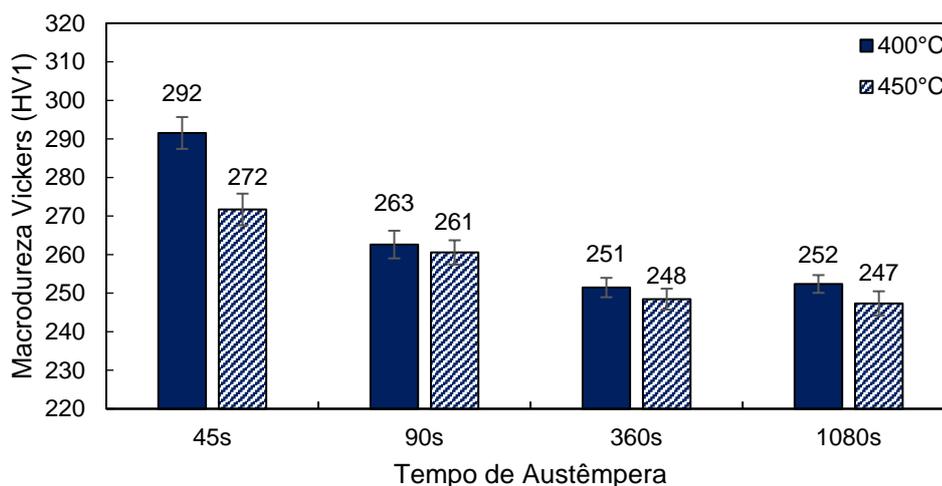
### 5.3.1 Ensaio de dureza

Nos gráficos da figura 5.34 são indicadas as variações da dureza Vickers média em função da temperatura e do tempo de austêmpera para os grupos de amostras com EIC e EIM.

**Figura 5.34 – Dureza média e desvio padrão de amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e tempo de transformação bainítica.**



(a)



(b)

Macrodureza Vickers média em função da temperatura e tempo de austêmpera para diferentes estruturas iniciais: (a) estrutura inicial convencional e (b) estrutura inicial martensítica.

Fonte: Próprio autor.

De um modo geral, para as amostras de ambas as condições iniciais (EIC / EIM) foi verificada uma redução na dureza média com a elevação do tempo de austêmpera considerando uma mesma temperatura, ressalvadas as condições de tempo 360s para 1080s, entre as quais não foi observado variação. O teste ANOVA indicou que houve diferença estatística entre as condições térmicas e o teste de Tukey não identificou o par de condições térmicas referente aos tempos 360s e 1080s como grupos significativamente diferentes, resultado indicado no anexo 2, corroborando para o resultado observado.

Uma possível justificativa para redução da dureza com a elevação do tempo de austêmpera está relacionada ao aumento da fração volumétrica de bainita e redução da fração do constituinte MA, indicado nas análises qualitativa e semiquantitativa de percentual de fases. Isso porque o constituinte martensita apresenta maior dureza, logo, a redução de sua fração é acompanhada de um decréscimo na dureza média. Em relação aos valores de dureza para os tempos 360s e 1080s, provavelmente, o volume máximo de fração de bainita deve ter sido atingido e por isso não houve variações significativas na dureza para esses tempos (CAI *et al.*, 2016; FURNEMONT *et al.*, 2002).

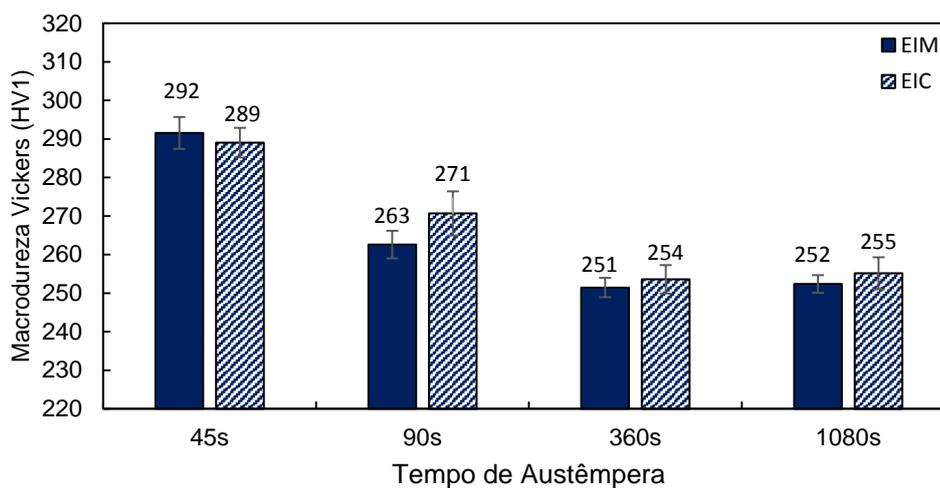
Além disso, Luo, Kitchen e Abubakri (2017) obtiveram resultado similar, no qual para pequenos tempos de austêmpera foi obtido valores maiores de dureza e com o aumento do tempo a dureza reduziu. E para tempos mais longos, foi observado que o valor de dureza manteve-se estável. Dessa forma, esse comportamento sugere que com o passar do tempo, o aço ficaria substancialmente menos duro.

Em relação à variação na temperatura, também houve um decréscimo na dureza média com o aumento da temperatura de transformação bainítica de 400°C para 450°C), embora para condição com EIM e tempo de encharque 90s não houve variação significativa se observado os desvios padrões. Ademais, não foi verificada variação significativa entre os tempos 360s e 1080s em todos os casos. Kim e Lee (2011) analisando um aço 0,2%C-2,0%Mn-1,0%Si-1,0%Al submetido a diferentes temperaturas de austêmpera observaram que com a elevação da temperatura (300°C, 350°C e 400°C) foram obtidos valores menores de dureza, 289HV, 261HV e 225HV.

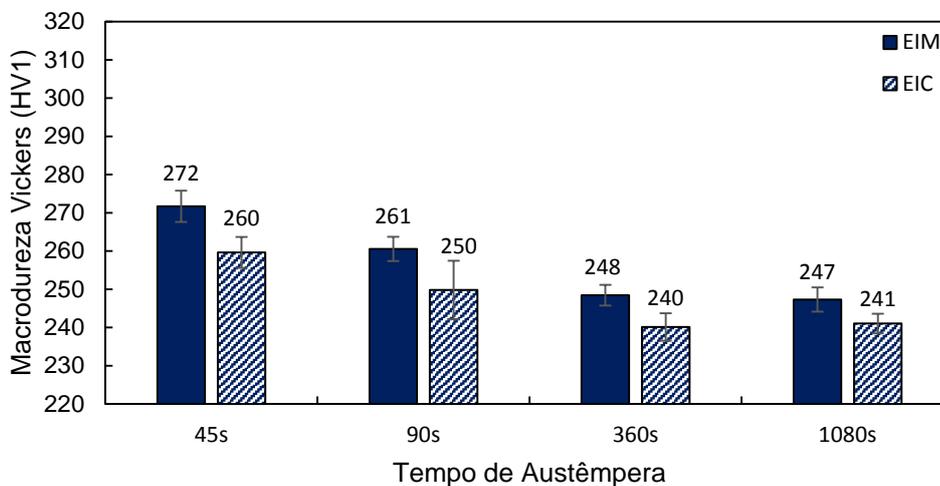
As variações nos valores de dureza em função do estado inicial são apresentadas na figura 5.35. Era esperado que as amostras com EIM apresentassem maior dureza se comparado com as amostras com EIC para uma mesma condição, uma vez que a estrutura inicial é formada por martensita, porém esse comportamento

foi observado apenas nas condições austemperadas a  $450^{\circ}\text{C}$ . Por outro lado, para o caso das amostras austemperadas a  $400^{\circ}\text{C}$  foi verificado que as condições com EIC apresentaram maiores valores de dureza.

**Figura 5.35 – Dureza média e desvio padrão de amostras austemperadas em função do estado inicial, temperado e convencional, e tempo de transformação bainítica.**



(a)



(b)

Macro dureza Vickers média em função do estado inicial e tempo de austêmpera para diferentes temperaturas de austêmpera: (a)  $400^{\circ}\text{C}$  e (b)  $450^{\circ}\text{C}$ .

Fonte: Próprio autor.

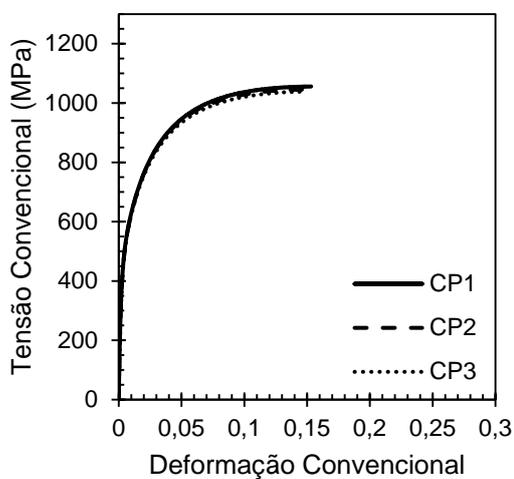
Sugimoto, Fiji e Yoshikawa (2010) ao analisarem comportamento mecânico de aço 0,4%C-1,49%Si-1,49%Mn com EIM obtido por austenitização a  $900^{\circ}\text{C}$  por 1200s – recozimento intercrítico a  $780^{\circ}\text{C}$  por 1200s – austêmpera a  $400^{\circ}\text{C}$  por 1000s – resfriamento brusco em óleo obtiveram dureza Vickers igual a 292HV, condição está

similar a amostra com EIM austemperada a 400°C por 1080s deste trabalho, a qual corresponde a uma dureza média igual a 252HV. Essa diferença na dureza pode ser justificada pelo elevado percentual de carbono do aço utilizado por Sugimoto, Fiji e Yoshikawa que corresponde a 0,4% em massa.

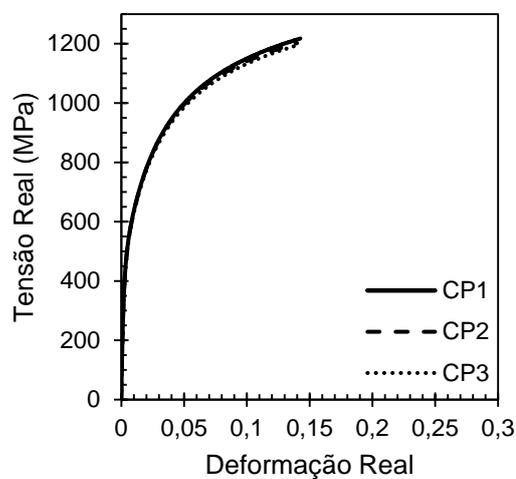
### **5.3.2 – Ensaio de tração**

Nas figuras 5.36 a 5.39 são apresentadas as curvas tensão convencional *versus* deformação convencional e curvas tensão real *versus* deformação real para todas as condições de processamento, sendo três corpos de prova para cada condição. As propriedades mecânicas extraídas do ensaio de tração, mais especificadamente, da curva tensão real *versus* deformação real: limite de escoamento (LE), limite de resistência a tração (LRT) e alongamento uniforme (AU%) têm seus valores resumidos nas tabelas 5.1 a 5.4 e ilustradas nos gráficos da figura 5.40.

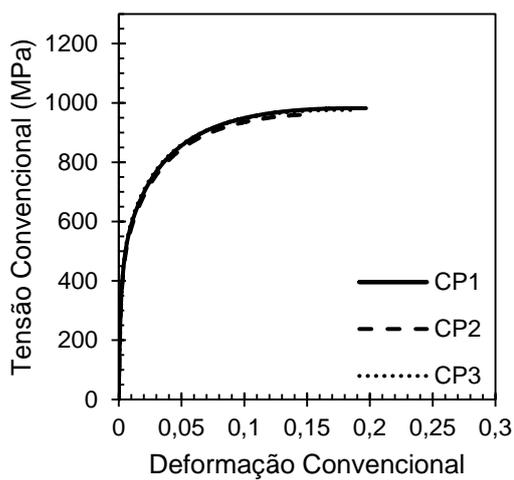
Figura 5.36 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera 400°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIC2,3,4,5).



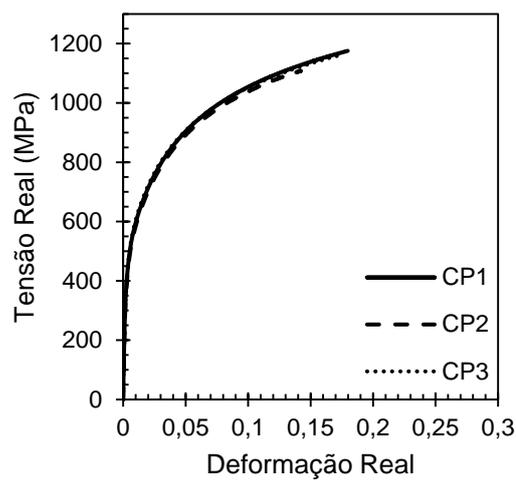
(a)



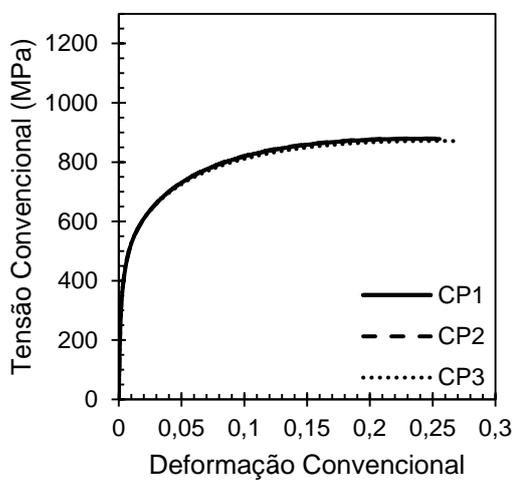
(b)



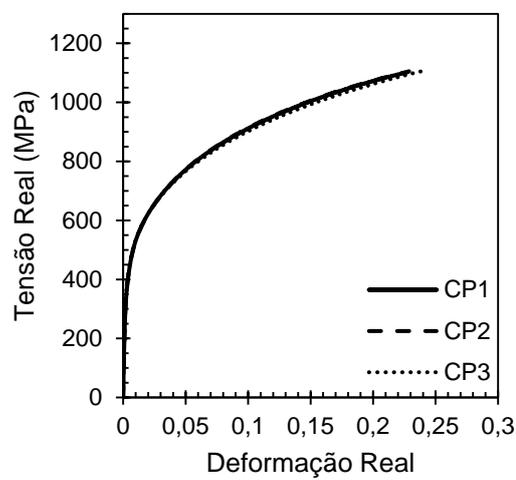
(c)



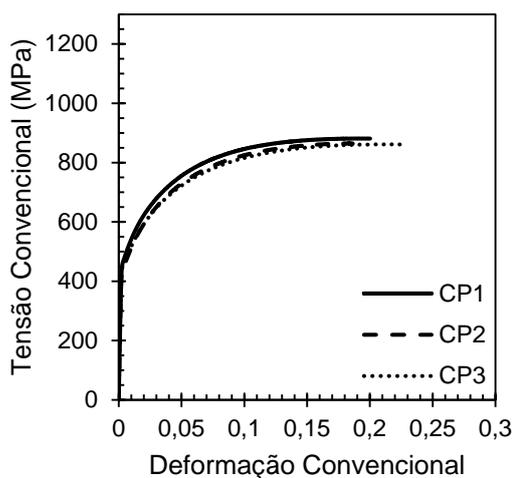
(d)



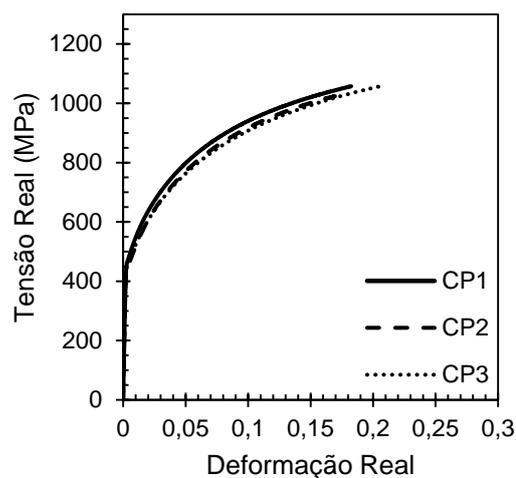
(e)



(f)



(g)



(h)

Curva tensão – deformação (a), (c), (e) e (g) convencional e real das amostras EIC austemperadas a 400°C por (a) 45s, (b) 90s, (c) 360s e (d) 1080s.

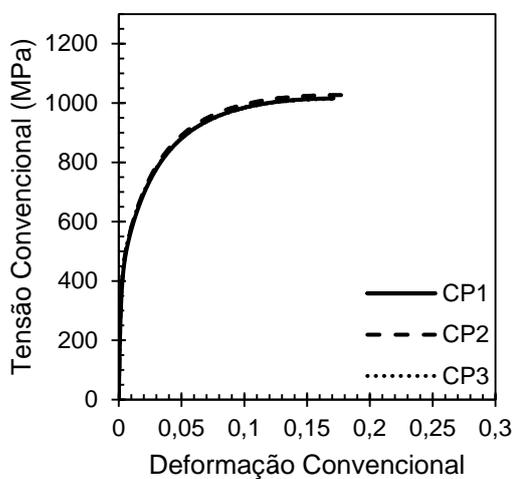
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.1 – Resumo dos valores médios amostrais das propriedades mecânicas do grupo com EIC submetido a austêmpera a 400°C.**

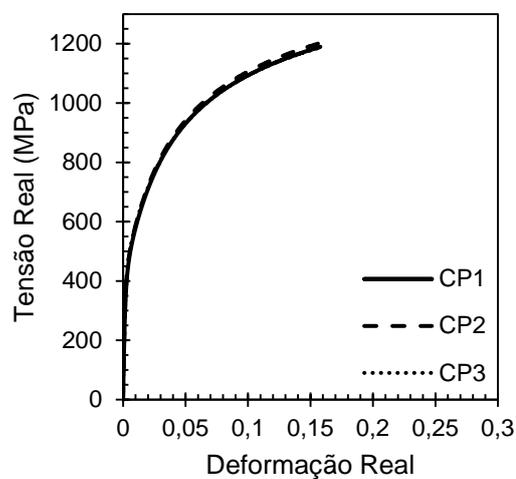
Condição	Tensão limite de escoamento, LE (MPa)	Tensão limite de resistência a tração, LRT (MPa)	Alongamento uniforme, AU (%)
EIC 2	526,10 ± 3,94	1046,80 ± 8,72	14,6 ± 0,29
EIC 3	493,60 ± 9,31	973,43 ± 11,05	17,5 ± 2,39
EIC 4	433,05 ± 2,50	876,75 ± 4,43	25,7 ± 0,72
EIC 5	463,47 ± 12,22	869,21 ± 10,70	20,2 ± 2,13

Fonte: Próprio autor.

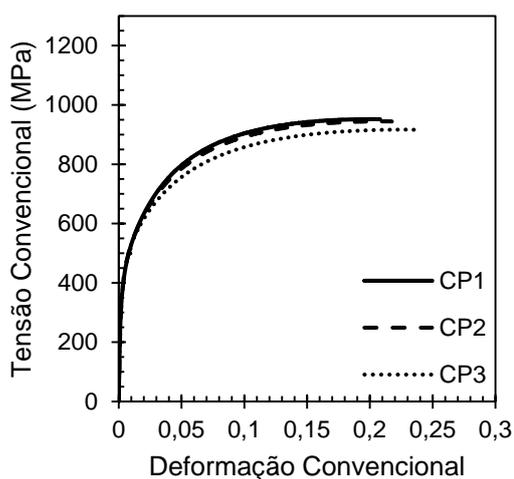
Figura 5.37 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIC submetidas a temperatura de austêmpera 450°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIC6,7,8,9).



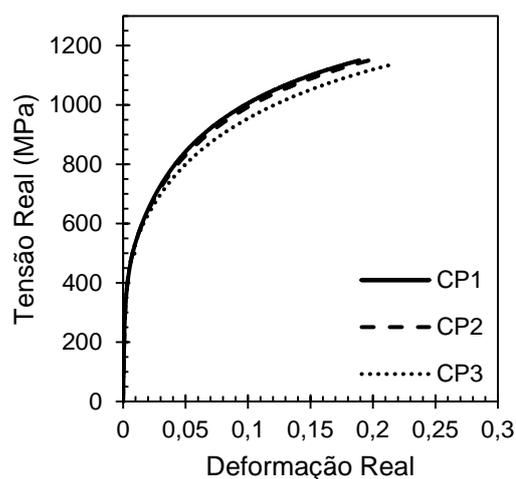
(a)



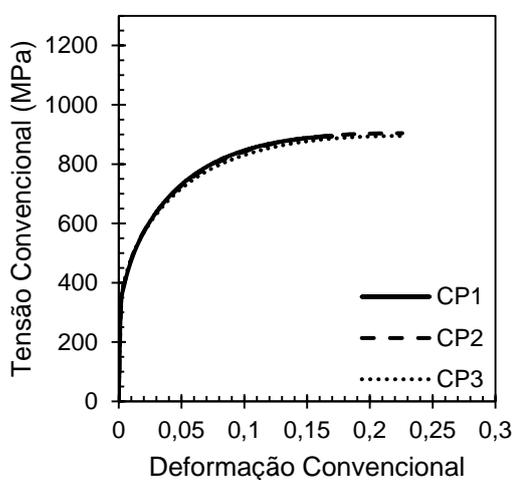
(b)



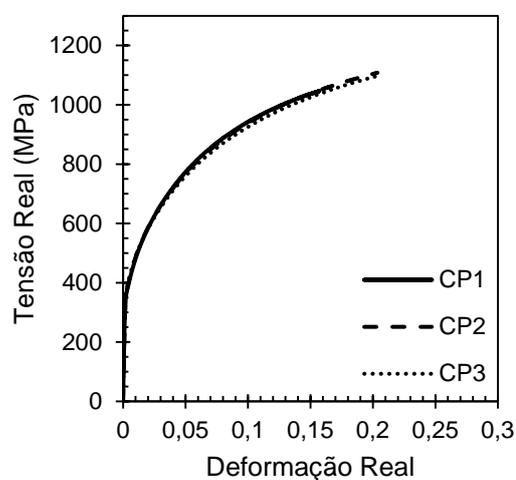
(c)



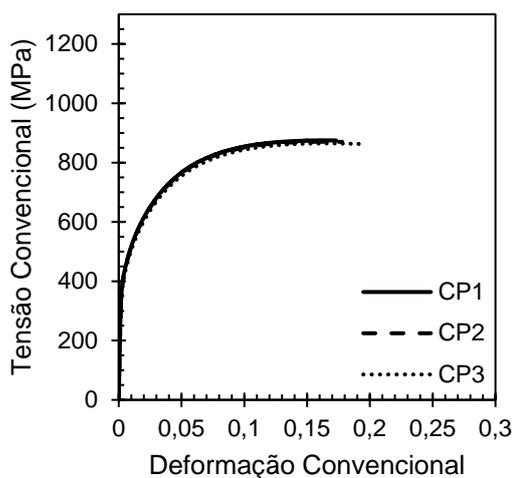
(d)



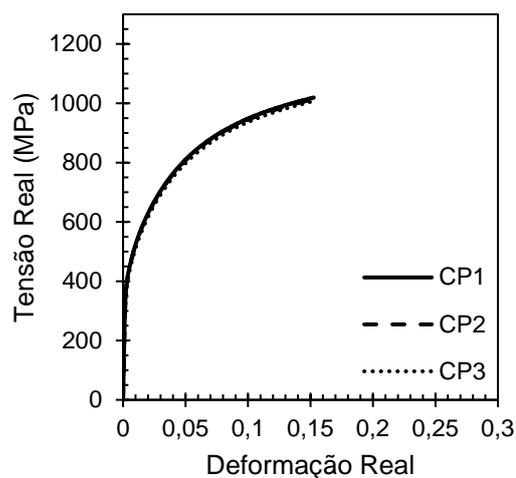
(e)



(f)



(g)



(h)

Amostras EIC austemperadas a 450°C por 45s: curva tensão-deformação (a) convencional e (b) real; 90s: curva tensão-deformação (c) convencional e (d) real; 360s: curva tensão-deformação (e) convencional e (f) real e 1080s: curva tensão-deformação (g) convencional e (h) real.

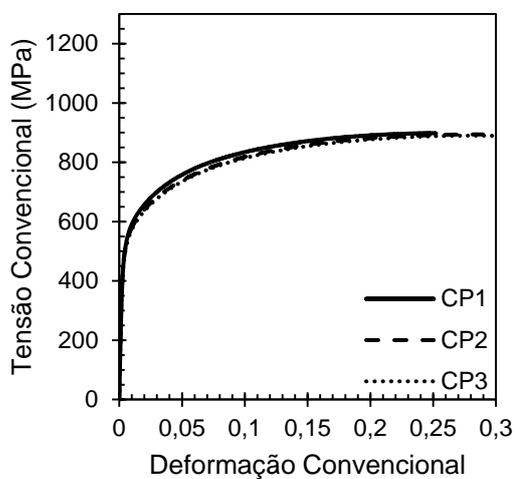
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.2 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente, com EIC austemperadas a 450°C.**

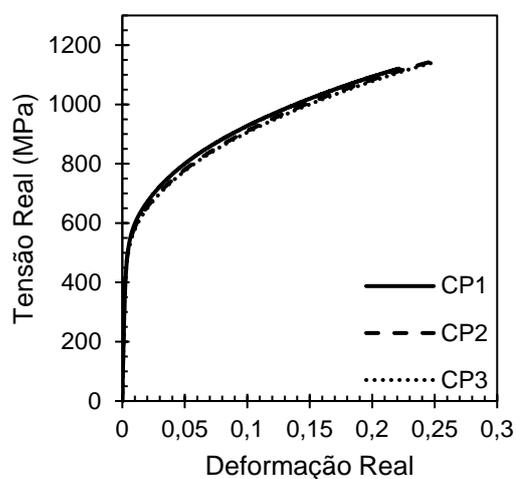
Condição	Tensão limite de escoamento, LE (MPa)	Tensão limite de resistência a tração, LRT (MPa)	Alongamento uniforme, AU (%)
EIC 6	482,90 ± 5,48	1019,09 ± 7,10	17,0 ± 0,6
EIC 7	435,05 ± 2,37	937,96 ± 18,64	21,9 ± 1,6
EIC 8	391,99 ± 4,85	897,78 ± 4,24	20,4 ± 2,6
EIC 9	424,68 ± 4,20	870,38 ± 3,52	17,7 ± 0,7

Fonte: Próprio autor.

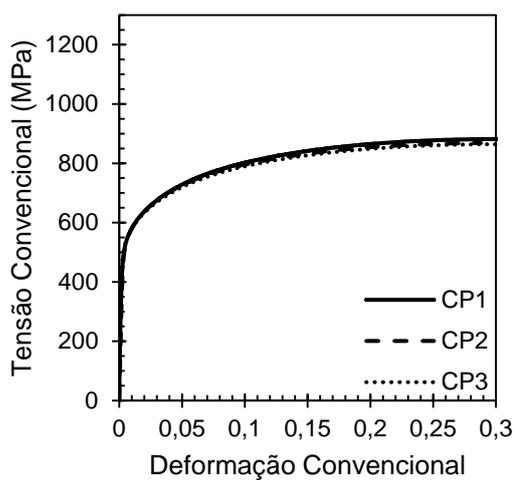
Figura 5.38 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera 400°C e diferentes tempos de transformação bainítica (EIM 2,3,4,5).



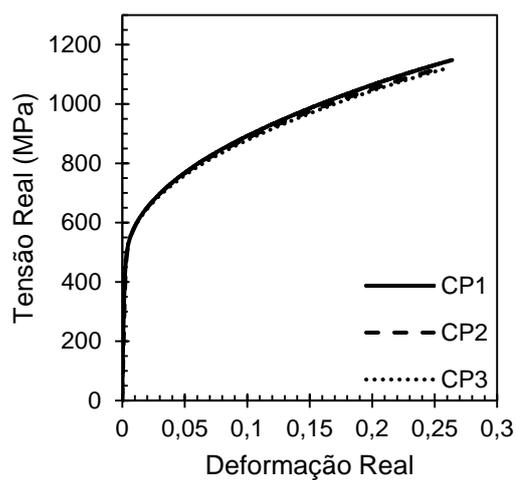
(a)



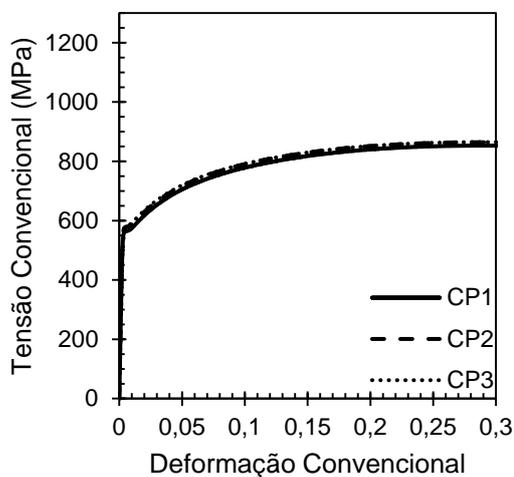
(b)



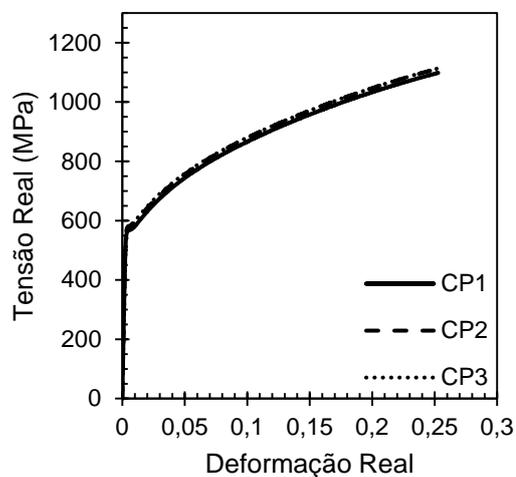
(c)



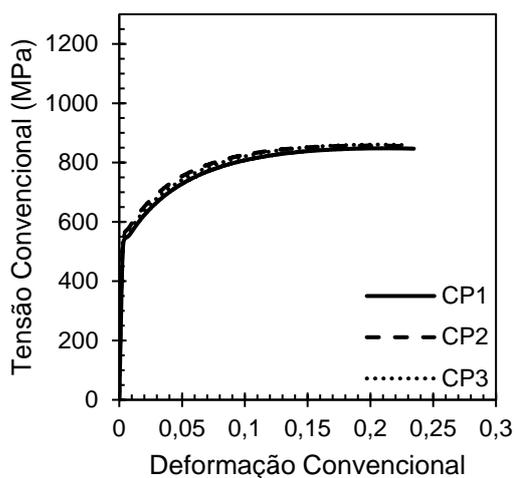
(d)



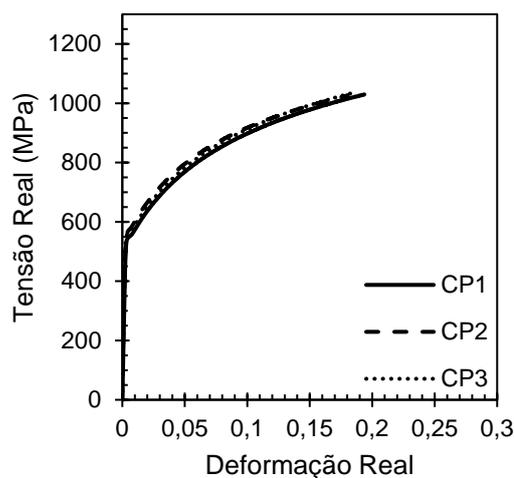
(e)



(f)



(g)



(h)

Amostras EIM austemperadas a 400°C por 45s: curva tensão-deformação (a) convencional e (b) real; 90s: curva tensão-deformação (c) convencional e (d) real; 360s: curva tensão-deformação (e) convencional e (f) real e 1080s: curva tensão-deformação (g) convencional e (h) real.

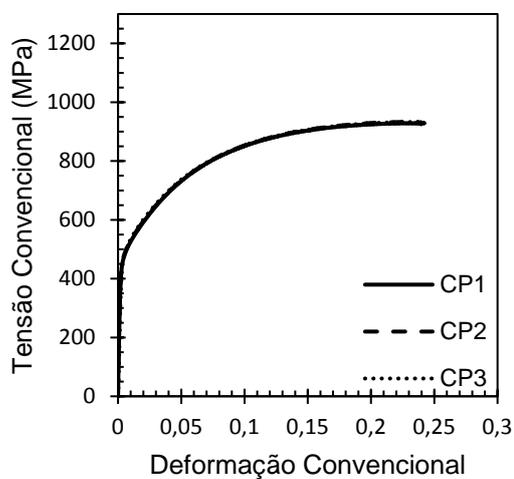
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.3 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente com EIM austemperadas a 400°C.**

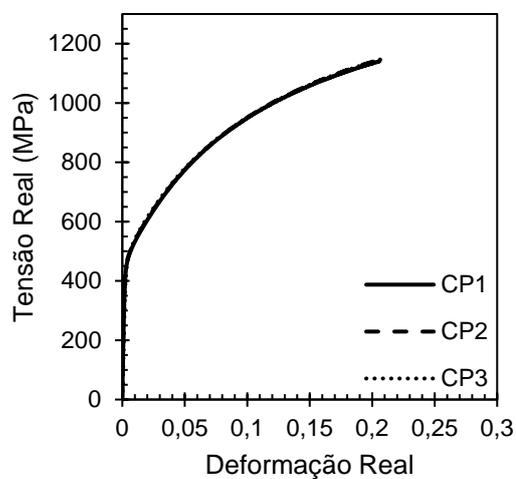
Condição	Tensão limite de escoamento, LE (MPa)	Tensão limite de resistência a tração, LRT (MPa)	Alongamento uniforme, AU (%)
EIM 2	508,85 ± 10,52	894,18 ± 3,95	27,8 ± 2,7
EIM 3	519,12 ± 2,63	881,94 ± 9,14	30,8 ± 2,0
EIM 4	524,13 ± 7,05	869,00 ± 6,74	31,0 ± 0,6
EIM 5	520,22 ± 10,69	864,29 ± 6,41	22,9 ± 0,2

Fonte: Próprio autor.

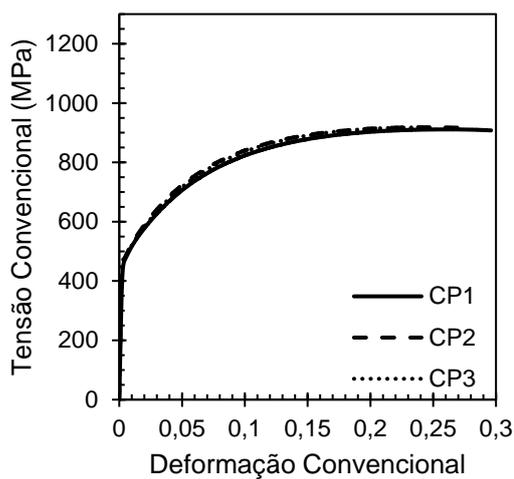
Figura 5.39 – Curvas tensão em função da deformação das amostras EIM submetidas a temperatura de austêmpera 450°C e diferentes tempos de transformação bainítica(EIM 6,7,8, 9).



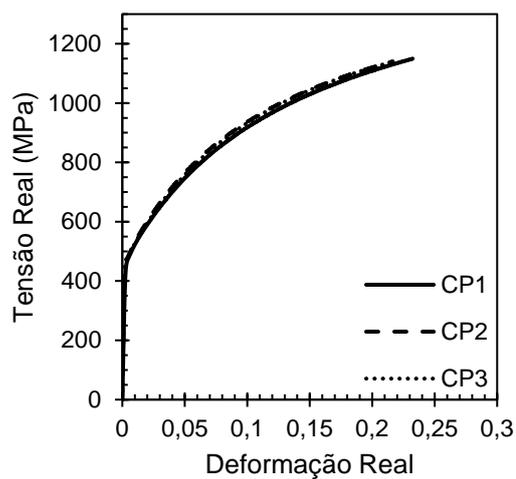
(a)



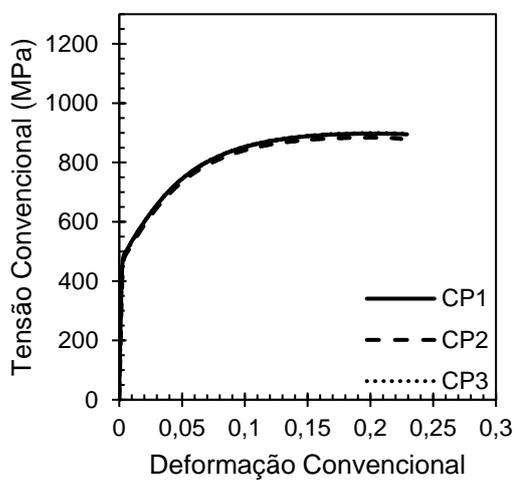
(b)



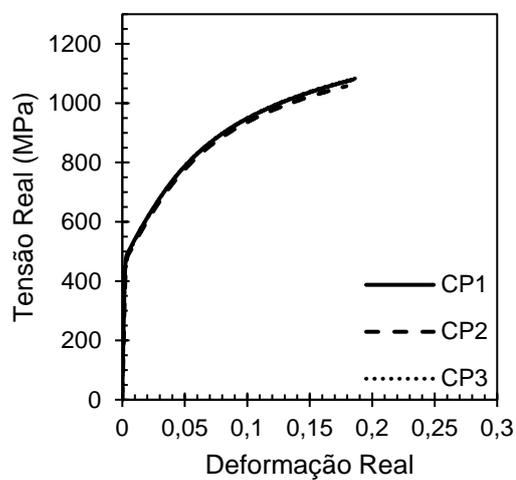
(c)



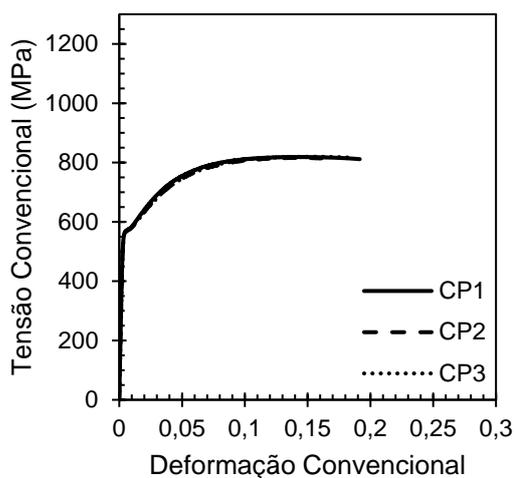
(d)



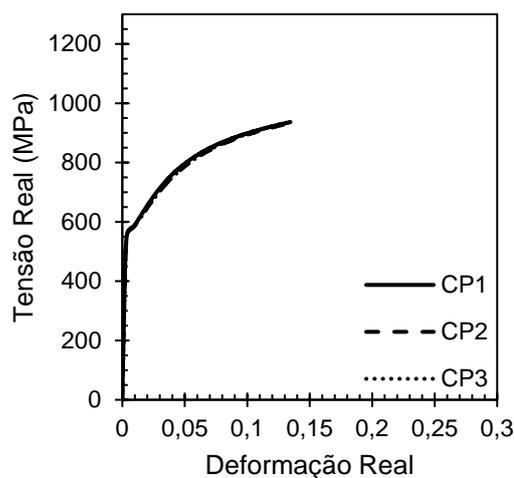
(e)



(f)



(g)



(h)

Amostras EIM austemperadas a 450°C por 45s: curva tensão-deformação (a) convencional e (b) real; 90s: curva tensão-deformação (c) convencional e (d) real; 360s: curva tensão-deformação (e) convencional e (f) real e 1080s: curva tensão-deformação (g) convencional e (h) real.

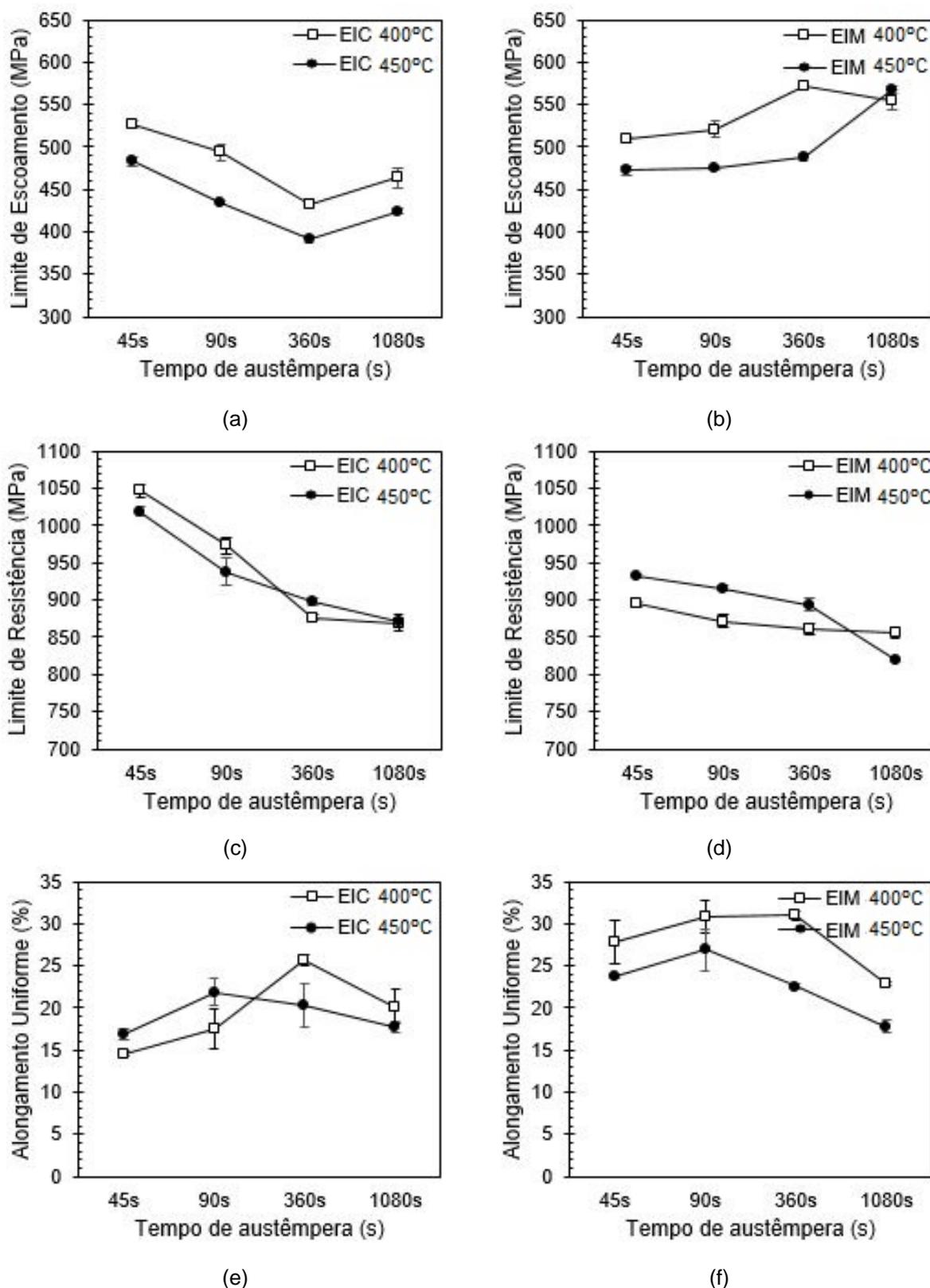
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.4 – Valores médios amostrais das propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente com EIM austemperadas a 450°C.**

Condição	Tensão limite de escoamento, LE (MPa)	Tensão limite de resistência a tração, LRT (MPa)	Alongamento uniforme, AU (%)
EIM 6	472,33 ± 3,95	931,37 ± 2,44	23,7 ± 0,2
EIM 7	476,03 ± 3,52	915,93 ± 3,91	26,9 ± 2,5
EIM 8	488,58 ± 3,96	893,78 ± 8,52	22,6 ± 0,4
EIM 9	567,41 ± 3,53	818,37 ± 2,04	17,8 ± 0,7

Fonte: Próprio autor.

Figura 5.40 – Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU%) das amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.



(a), (c) e (e): amostras com EIC. (b), (d) e (f): amostras com EIM.

Fonte: Próprio autor.

De acordo com o exposto nas curvas de tensão convencional *versus* deformação convencional e gráficos da figura 5.40, foi observado que as amostras com EIC e EIM apresentaram comportamentos adversos em relação ao tempo de austêmpera. No caso das amostras com EIC, para ambas as temperaturas de austêmpera foi observado decréscimo no LE com a elevação do tempo até 360s, a partir do qual houve um aumento. Por outro lado, na situação em que as amostras possuem EIM foi verificada tendência de aumento do LE com a elevação do tempo de austêmpera para ambas as temperaturas sendo que para as amostras com temperatura 400°C esse comportamento foi mais intenso e interrompido em 360s a partir do qual houve uma queda. Em adição, com relação a variação da temperatura foi observado que para ambos os estados iniciais, as condições austemperadas a 400°C apresentaram LE superior para um mesmo tempo de encharque.

Com a realização dos tratamentos estatísticos nos dados de limite de escoamento, descritos no anexo 4, todos os pares com EIC foram identificados como diferentes entre si e para o caso das amostras com EIM além do par recorrente em outras análises, tempos 360s e 1080s, o par de amostras com tempo 45 e 90s foram identificados como sem diferença significativa.

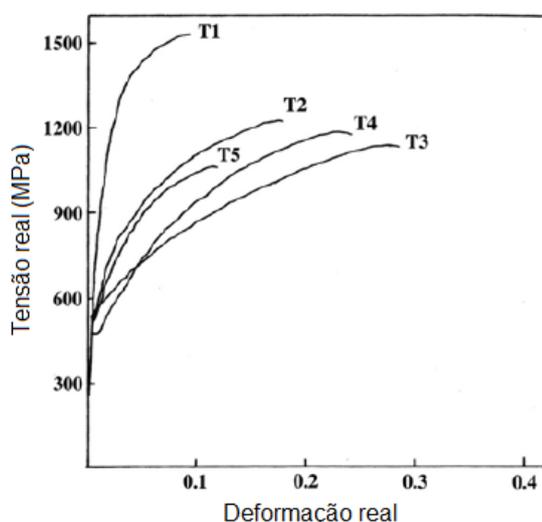
Com relação ao limite de resistência a tração (LRT), nas condições de ambos os estados iniciais, foi observada queda nos valores de LRT com a elevação do tempo de transformação bainítica, sendo que entre os tempos 360 e 1080s a redução da tensão foi mais expressiva para as amostras com EIM. Em adição, com a elevação da temperatura de austêmpera foi observado comportamento antagônico entre as amostras com diferentes estados iniciais. Para as amostras com EIC, amostras austemperadas a 400°C exibiram tensões maiores para tempos curtos e nos casos de tempo prolongado amostras tratadas a 450°C apresentaram valores superiores. Já para o caso das amostras com EIM, de um modo geral, as amostras austemperadas a 450°C apresentaram valores superiores de tensão exceto para o tempo de 1080s.

Acerca dos tratamentos estatísticos dos dados relativos ao limite de resistência à tração, o teste ANOVA indicou que houve diferença significativa entre as condições térmicas e de um modo geral, o teste de Tukey não identificou o par de condições térmicas referente aos tempos 360s e 1080s como grupos significativamente diferentes, resultado indicado no anexo 3, corroborando o comportamento observado. Embora alguns casos fora o citado acima tenham sido identificados como sem diferença significativa.

E por último, com relação ao alongamento uniforme percentual, para as amostras com EIC não foi observada uma relação que descreva o comportamento com a elevação do tempo. Para as amostras austemperadas a 400°C foi verificado uma elevação do alongamento uniforme até 360s a partir do qual houve uma queda. Por outro lado, com a elevação da temperatura de austêmpera foi observado um aumento do alongamento apenas até 90s a partir do qual foi detectada queda. Em relação as amostras com EIM, foi observado que com a elevação da temperatura houve uma redução no valor de alongamento em todas as condições de tempo de encharque. Com o aumento do tempo, para condições austemperadas a 400°C houve aumento no alongamento até 360s e as amostras tratadas com temperatura 450°C foi observado aumento apenas até 90s a partir do qual foi verificada queda.

Chung, Jeon e Chang (2010) avaliaram o comportamento da temperatura de austêmpera (350°C, 400°C, 450°C e 500°C) com um tempo de encharque de 5 minutos. Na figura 5.41 é indicado o resultado do ensaio de tração obtido. O comportamento de um aço DP é representado por T1 e de T2 a T5 aço TRIP com condições aumentando a temperatura de austêmpera (300°C, 350°C, 400°C, 450°C e 500°C). Com relação as condições similares a este trabalho adotadas por ele (T3=400°C e T4=450°C) foi verificada uma redução no LE e no AU% e respectivo aumento no LRT, em concordância com os resultados obtidos para as condições EIC austemperadas por um tempo de 360s.

**Figura 5.41 – Propriedades mecânicas (LE, LRT e AU%) das amostras com EIC e EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.**



Fonte: GHUNG, JEON e CHANG, 2010.

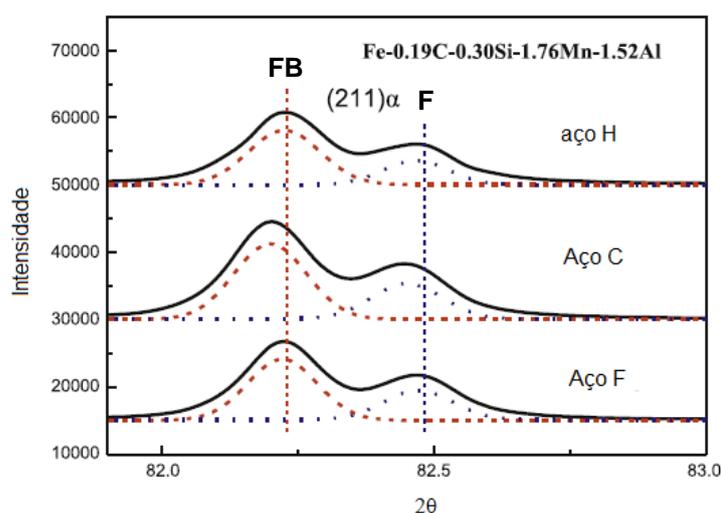
Segundo Liang *et al.* (2017) o limite de escoamento nos aços multifásicos é normalmente afetado pelas fases macias, como ferrita intercrítica e ferrita bainítica enquanto que o limite de resistência a tração é determinado pelas fases mais duras, bainita e martensita. Já o alongamento uniforme é influenciado tanto pelas fases duras quanto as macias e outros fatores relacionados a morfologia, homogeneidade, entre outros. Relacionando com os resultados da análise quantitativa dos constituintes, foi observado que com a elevação do tempo de austêmpera, o percentual de martensita diminui e o comportamento do limite de resistência à tração segue a mesma tendência, em consonância com o descrito por Liang *et al.* (2017). Além disso, foi verificado que com a elevação do tempo de austêmpera houve maior formação de bainita e no caso dos tempos longos houve maior formação de ferrita bainítica, comportamento este que vai de encontro com o observado sobre o limite de escoamento para amostras com EIC, uma vez que o LE começa reduzindo até 360s e em seguida aumenta devido a influência de maior presença de ferrita bainítica.

Ainda sobre o efeito da composição multiconstituída dos aços TRIP nas propriedades mecânicas, tem-se que a ferrita é menos dura que a bainita e tem ductilidade superior. Além disso, a ferrita aceita facilmente a expansão de volume associada à transformação da austenita retida em martensita durante a deformação. Contudo, não é fácil determinar qual exerce maior influência por causa da seguinte razão. Supõe-se que o teor de carbono é muito maior na bainita que na ferrita, incluindo a presença na forma intergranular e carbeto no interior dos grãos e em solução sólida. Consequentemente, quando a bainita é o constituinte dominante, a estabilidade da austenita retida é inevitavelmente mais pobre devido a seu baixo teor de carbono embora a quantidade seja suficiente (SHE *et al.*, 2013).

Associado a isso, tem-se que a contribuição da ferrita bainítica no ganho de resistência não pode ser ignorado, pois a ferrita bainítica tem maior resistência mecânica que a ferrita devido a sua maior concentração de carbono, como discutido anteriormente. Para provar esse maior percentual, SHEN *et al.* (2013) utilizou o método de ajuste de múltiplos picos para des-convoluir os picos (211) da ferrita em diferentes aços, indicado na figura 5.42. Os sub-picos obtidos são mostrados como curvas pontilhadas e correspondem à ferrita bainítica (FB) e a ferrita (F), respectivamente, como indicado na imagem, sendo que a ferrita bainítica apresenta um parâmetro de rede maior (alto teor de carbono) e a ferrita um menor parâmetro de rede (baixo teor de carbono). Observa-se ainda que, para o caso do aço C, que

segundo o autor foi o que apresentou melhor ganho de propriedades, foi a condição de maior fração volumétrica de ferrita bainítica. Relacionado ao descrito por Shen *et al.* (2013) como a temperatura de recozimento intercrítica foi a mesma em todos os tratamentos térmicos desenvolvidos, foi obtido um mesmo percentual de ferrita intercrítica em torno de 50%, porém para tempos maiores de austêmpera foi formada ferrita bainítica que é mais dúctil que a bainita, o que justifica a tendência de queda no limite de resistência a tração.

**Figura 5.42 – Picos da ferrita para os aços C, F e H.**



Linha sólida representa os dados originais. Linhas tracejadas são derivadas da curva original, revelando ferrita bainítica e ferrita. Aço C: 820°C/20s+400°C/300s; Aço F: 850°C/120s+420°C/300s e aço H: 850°C/120s.

Fonte: SHEN *et al.*, 2013.

Em relação ao percentual de austenita retida, com o aumento do tempo de austêmpera foi observada uma tendência de elevação da fração volumétrica deste constituinte e com isso era esperado que houvesse um aumento da ductilidade, expressa em termos do alongamento uniforme. Porém, não foi possível estabelecer uma relação satisfatória entre os dois. Essa relação inversa entre austenita retida e balanço resistência-ductilidade foi encontrado por Matsumura *et al.* (1987).

Contudo, alguns autores duvidam que as contribuições da austenita retida tenham sido completamente entendidas, porque é uestionável que um percentual relativamente pequeno de austenita retida e a completa transformação martensítica

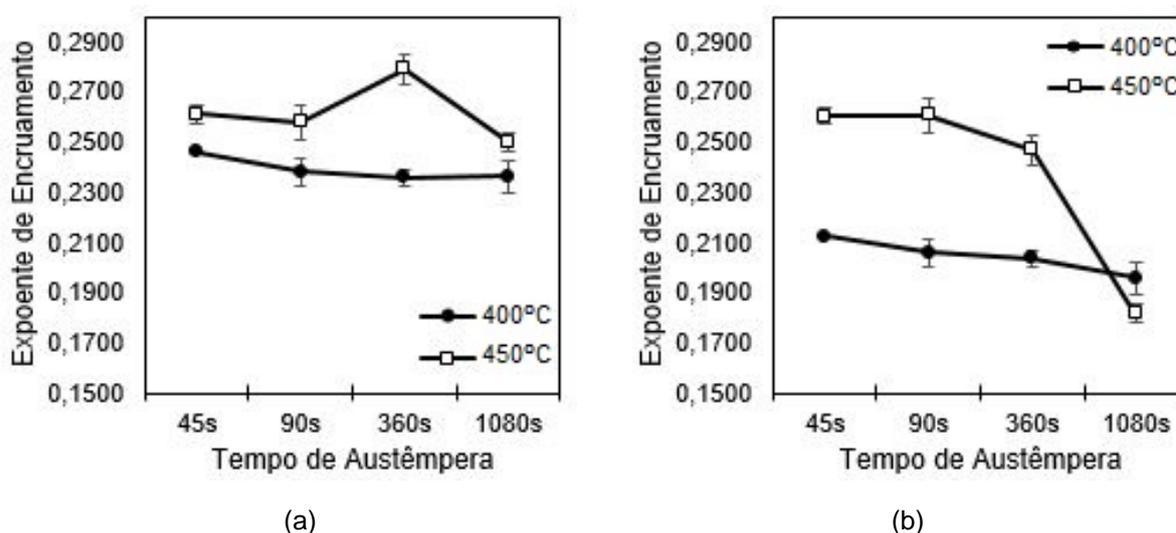
nos estágios iniciais de deformação possa contribuir para tal aumento na ductilidade (MATSUMURA *et al.*, 1987)

### 5.3.3 Análise de encruamento

#### 5.3.3.1 – Expoente de encruamento

Os valores de expoente de encruamento com um e dois estágios de encruamento, obtidos pelo método de linearização da curva tensão *versus* deformação da região plástica são apresentados no anexo 6 e seu comportamento com a variação do tempo e temperatura de austêmpera está indicado nos gráficos da figura 5.43 e 5.44. Como forma de avaliar os valores obtidos, foi adotado o coeficiente de correlação  $R^2$ , associado a linha de tendência que aproxima a curva para cada condição.

Figura 5.43 – Expoente de encruamento *versus* tempo de austêmpera de amostras austemperadas a 400°C e 450°C com EIC e EIM.



Expoente de encruamento médio em função da temperatura e tempo de austêmpera para amostras com: (a) estrutura inicial convencional (EIC) e (b) estrutura inicial martensítica (EIM).

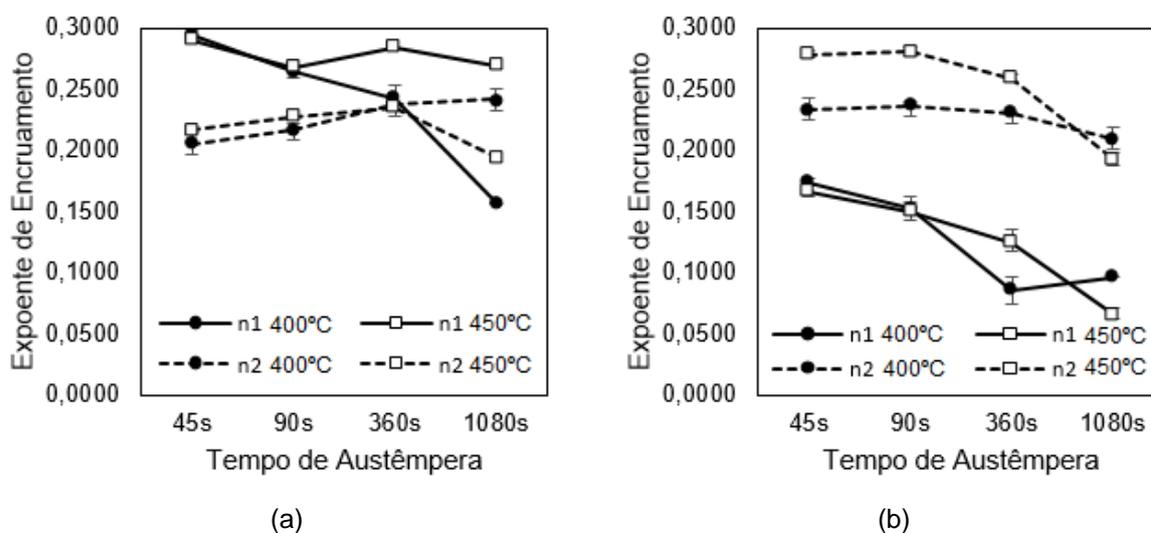
Fonte: Próprio autor.

Inicialmente, em geral, considerando os dados correspondentes a um estágio de encruamento, foi observada tendência de redução no valor do expoente de encruamento com o aumento do tempo de transformação bainítica, tanto para as

amostras EIC quanto para as amostras EIM. Em relação ao efeito da temperatura de austêmpera, de forma geral, as condições austemperadas a 450°C levaram a valores mais altos que a 400°C.

Esse aumento no valor do expoente de encruamento com o aumento da temperatura de austêmpera para um mesmo tempo de encharque pode ser entendido como uma redução da capacidade de suportar maiores alongamentos. Porém, não está de acordo com os gráficos de alongamento percentual apresentado na figura 5.43, uma vez que, de um modo geral, as condições austemperadas a 400°C apresentaram maior alongamento uniforme para um mesmo tempo. Dessa forma, o método de Hollomon com apenas um estágio de encruamento não parece representar de forma satisfatória o comportamento mecânico dos aços TRIP (CAI *et al.*, 2016).

**Figura 5.44 – Expoente de encruamento versus tempo de austêmpera de amostras austemperadas a 400°C e 450°C com EIC e EIM.**



Expoente de encruamento médio em função da temperatura e tempo de austêmpera para amostras com: (a) estrutura inicial convencional e (b) estrutura inicial martensítica.

Fonte: Próprio autor.

Considerando dois estágios de encruamento (figura 5.44), para todas as condições de processamento foram obtidos valores de coeficiente de correlação mais próximos de um em relação aos valores do método com um único expoente de encruamento, indicativo de que houve uma melhor aproximação dos resultados com a curva.

Com relação aos valores encontrados, foi possível estabelecer uma tendência de comportamento apenas para as amostras com EIM. Em ambas as temperaturas

de austêmpera adotadas, os expoentes do segundo estágio foram maiores que os valores do primeiro estágio. Além disso, com o aumento da temperatura de austêmpera, para um mesmo tempo de encharque foram observados valores maiores de expoente de encruamento.

Relacionando com os resultados de caracterização microestrutural foi verificado que com a elevação do tempo de austêmpera foi obtido um maior percentual de austenita retida. Logo, o estágio em que foi observado aumento do expoente pode estar relacionado a esse incremento no volume de austenita retida uma vez que a transformação martensítica está diretamente associada ao volume de austenita disponível para posterior transformação em martensita (MATSUMURA *et al.*, 1987).

Na literatura são encontrados diversos exemplos de aplicação desse método de obtenção do expoente a partir do método de Hollomon para aços dual phase, sendo em alguns casos utilizado até mesmo o método de obtenção de expoente apenas com um estágio de encruamento (ZHAO *et al.*, 2014; ANTUNES; OLIVEIRA, 2014). No caso de aços multiconstituídos como o aço TRIP, que sofrem influência de outras fases além da ferrita e martensita, o valor de  $n$  não segue comportamento linear e não é possível obter um único valor que descreva toda a curva. Logo, o método de linearização da curva tensão real *versus* deformação real, a partir da equação de Hollomon, não demonstrou ser um método adequado para descrever o comportamento do encruamento com a deformação para aços como o adotado neste trabalho (ANTUNES; OLIVEIRA, 2014; CAI *et al.*, 2013).

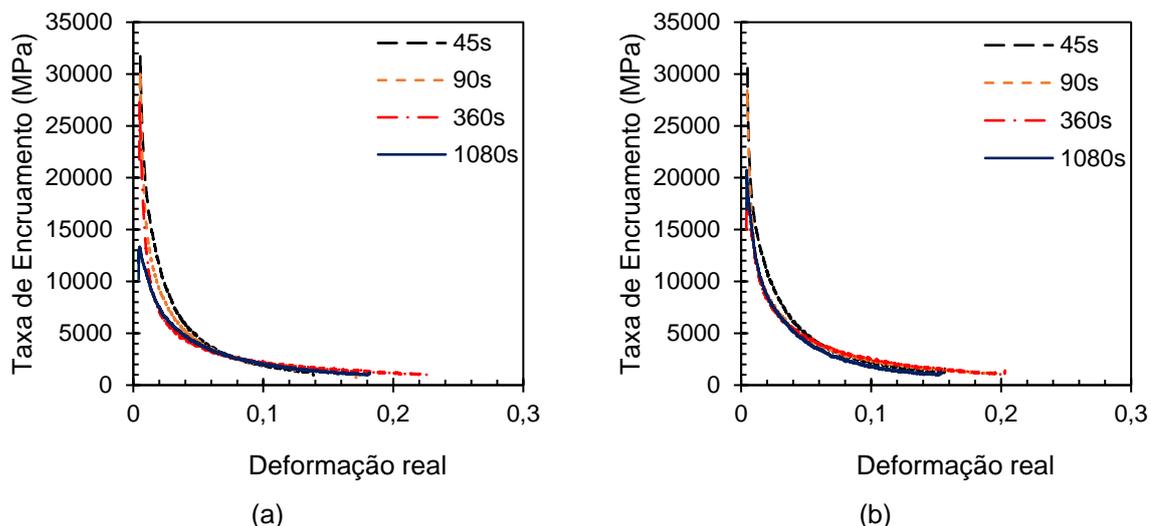
### 5.3.3.2 Taxa de Encruamento

As curvas de taxa de encruamento em função da deformação são apresentadas nos gráficos das figuras 5.45 e 5.46. A partir da análise das curvas foi possível observar o comportamento com a variação do tempo e temperatura de austêmpera.

De um modo geral, em todas as condições de processamento foi observada uma queda expressiva na taxa de encruamento com o aumento da deformação real. Além disso, as condições correspondentes ao menor tempo de transformação bainítica foram as que apresentaram maior taxa de encruamento em níveis mais baixos de deformação. Por outro lado, as condições austemperadas por 360s foram as que alcançaram maiores níveis de deformação, exceto para o grupo de amostras com EIM

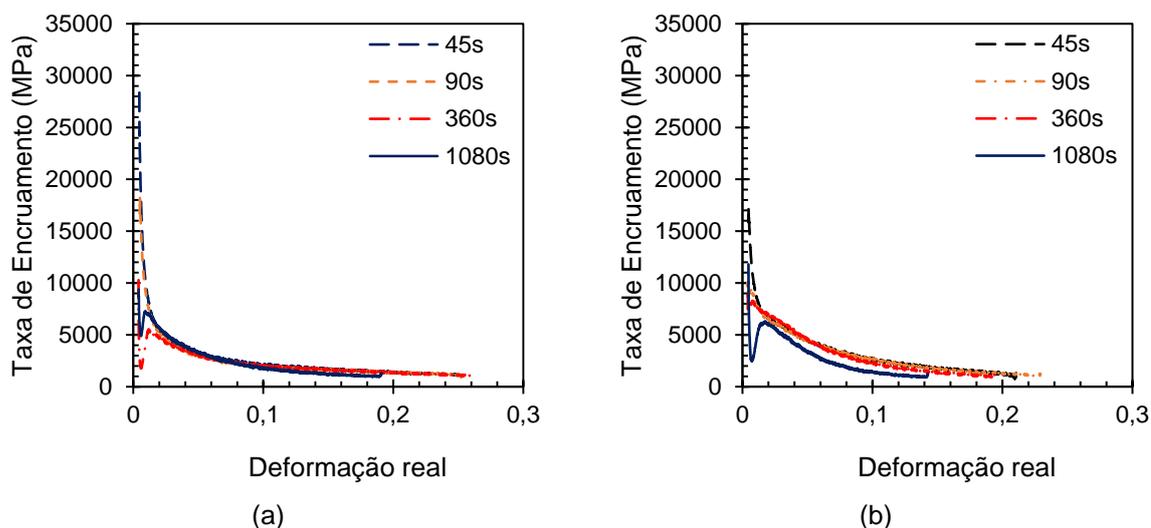
austemperadas a 450°C em que a condição correspondente a 90 apresentou maior nível de deformação.

**Figura 5.45 – Curvas taxas de encruamento versus deformação real das amostras com EIC em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.**



Amostras com EIC submetidas à austêmpera a (a): 400°C e (b): 450°C por diferentes tempos.  
Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.46 – Curvas taxas de encruamento versus deformação real das amostras com EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.**



Amostras com EIM submetidas à austêmpera a (a): 400°C e (b): 450°C por diferentes tempos.  
Fonte: Próprio autor.

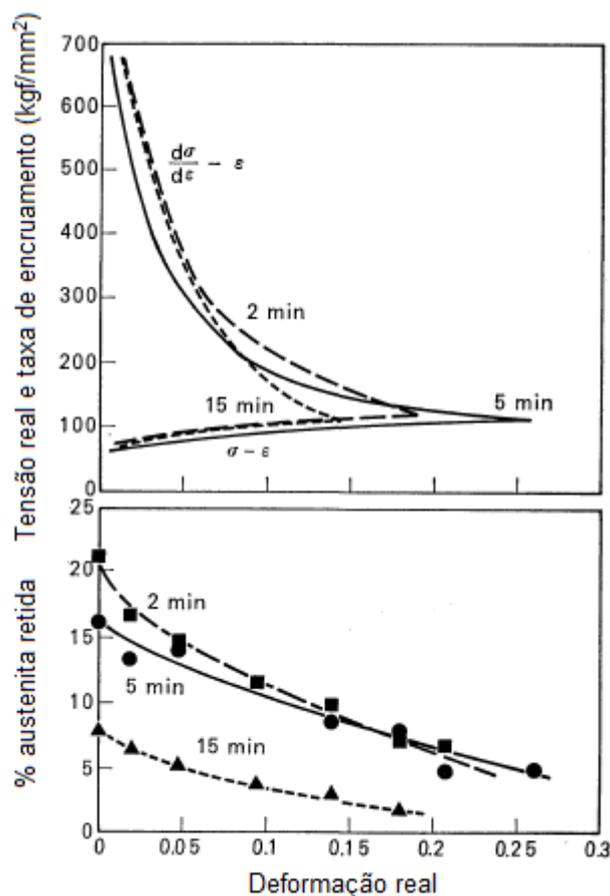
Com relação as amostras com EIC, foi verificado que para os casos de menor tempo de transformação bainítica (45 e 90s) a elevação na temperatura de

austêmpera não provocou variação significativa na taxa de encruamento, sendo observados valores semelhantes. Já em tempos prolongados (1080s) foi verificada um aumento de aproximadamente 50% na taxa de encruamento com a elevação da temperatura, acompanhado de uma redução de 10% do alcance máximo de deformação. Por outro lado, considerando as amostras com EIM, a elevação da temperatura provocou uma redução significativa nos valores de taxa de encruamento e nos níveis máximos de deformação alcançados.

Acerca da influência do estado inicial, de um modo geral, as amostras com EIC apresentaram valores superiores de taxa de encruamento para baixos níveis de deformação e as amostras EIM apresentaram taxas menores de encruamento ao longo de todo o processo, porém suportaram níveis maiores de deformação, principalmente as amostras austemperadas a 400°C em que foram observados níveis de 26%.

Matsumura *et al.* (1987) ao analisarem o efeito do tempo de austêmpera nas propriedades mecânicas observaram que a condição com maior tempo de encharque, 15 minutos, apresentou queda mais intensa na taxa de encruamento e alcançou menor nível de encruamento. Já amostra com menor tempo, 2 minutos, apresentou elevada taxa de encruamento em níveis menores de deformação, porém alcançou deformação máxima pouco maior que a amostra de 15 minutos. Por outro lado, a amostra correspondente a um tempo de encharque de 5 minutos forneceu uma elevada taxa de encruamento até em níveis maiores de deformação, em torno de 20% e alcançou deformação máxima de 27%. De acordo com os autores, essa variação de comportamento pode ser atribuída a diferença de deformação crítica na qual TRIP opera de forma mais eficiente. A transformação induzida por deformação acontece gradualmente com a deformação na espécie com tempo 5 minutos, enquanto que a maior parte da austenita retida na espécie de 2 minutos transformou em baixos níveis de deformação, menor que 10%, como indicado na figura 5.47. Essas diferenças aumentam a partir dos diferentes níveis de estabilidade de cada austenita retida em oposição a transformação induzida por deformação como resultado da diferença do teor de carbono da austenita retida para cada condição.

Figura 5.47 – Variações na taxa de encruamento e no percentual de austenita retida em função da deformação real.



Fonte: MATSUMURA *et al.*, 1987

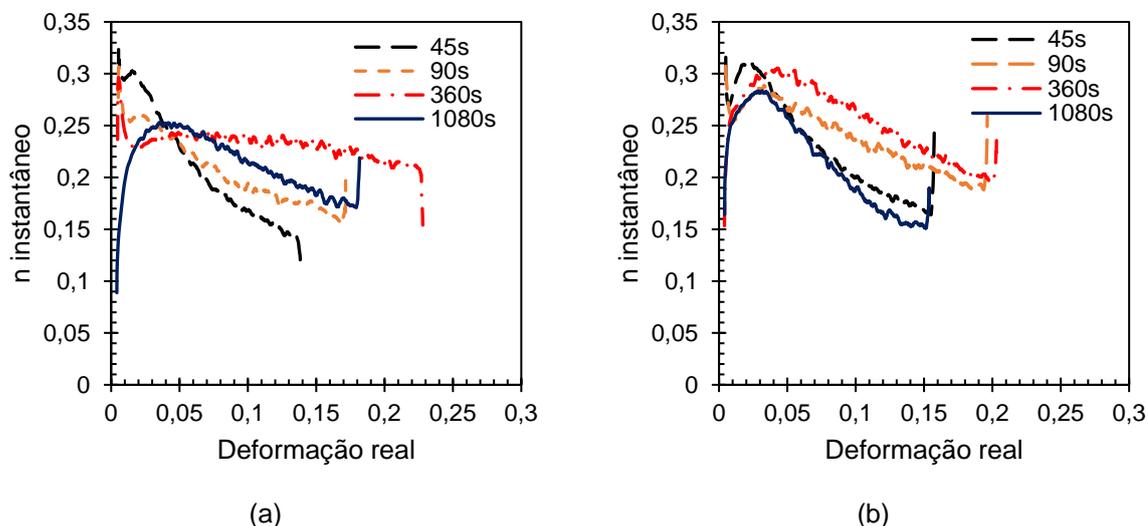
### 5.3.3.3 Expoente de encruamento instantâneo

As curvas do expoente de encruamento instantâneo em função da deformação verdadeira são apresentadas nas figuras 5.48 e 5.49.

A análise do expoente de encruamento instantâneo  $n$  é muito utilizada como um indicador da conformabilidade dos metais na forma de chapas. Além disso, materiais que exibem valores elevados de  $n$  são adequados para processos que envolvem deformação plástica, como é o caso dos aços TRIP (HAJIANNIA *et al.*, 2018).

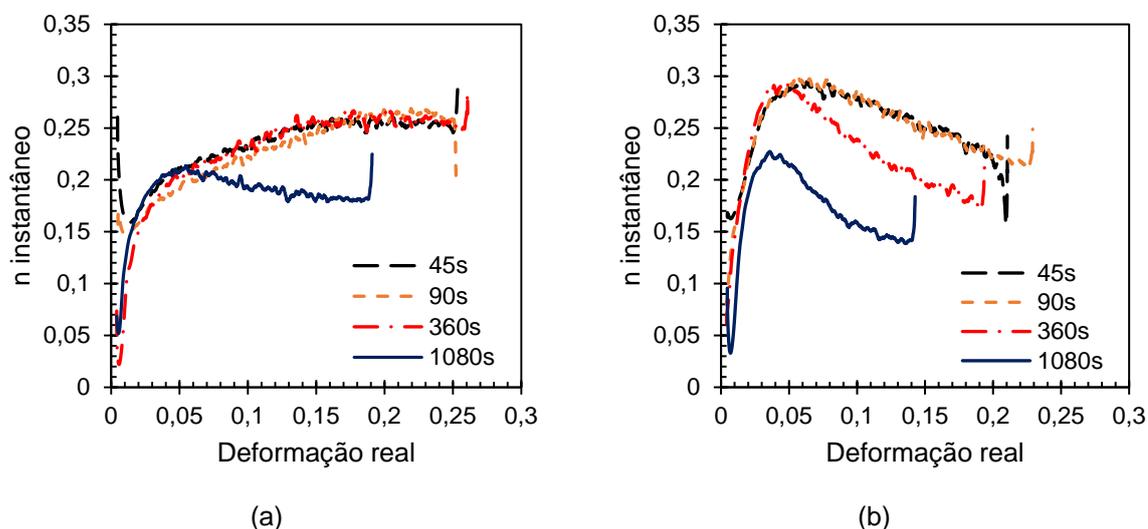
De forma semelhante ao encontrado nos resultados de taxa de encruamento, as condições de maior tempo, 1080s, para ambas as estruturas iniciais apresentaram pior desempenho uma vez que alcançaram níveis menores de deformação e apresentaram queda mais brusca no encruamento com a elevação do nível de deformação.

**Figura 5.48 – Expoente de encruamento instantâneo *versus* deformação real das amostras com EIC em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.**



Amostras com EIC submetidas à austêmpera a (a): 400°C e (b): 450°C por diferentes tempos.  
Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.49 – Expoente de encruamento instantâneo *versus* deformação real das amostras com EIM em função da temperatura de austêmpera, 400°C e 450°C, e do tempo de transformação bainítica.**



Amostras com EIM submetidas à austêmpera a (a): 400°C e (b): 450°C por diferentes tempos.  
Fonte: Próprio autor.

De um modo geral, nas amostras com EIC foi observada uma queda mais expressiva no encruamento instantâneo com o aumento da deformação real em todos os tempos. Além disso, as condições EIC apresentaram deformação máxima mais

baixa, em torno de 20% enquanto que as amostras com EIM apresentaram valores em torno de 25%.

As condições correspondentes ao menor tempo de transformação bainítica, 45s, foram as que apresentaram maior taxa de encruamento em níveis mais baixos de deformação, no caso das amostras com EIC. Ademais, foram as condições que apresentaram queda mais acentuada no valor de encruamento instantâneo com o aumento da deformação, indicativo de que a transformação martensítica ocorreu a baixos níveis de deformação. Por outro lado, as condições austemperadas por 360s foram as que alcançaram maiores níveis de deformação e que sustentaram valores mais altos de encruamento durante todo o processo.

Em relação as amostras com EIM, as condições austemperadas a 400°C apresentaram melhor desempenho uma vez o encruamento instantâneo seguiu uma tendência de aumento até a deformação máxima, mantendo valores mais constantes ao longo da deformação, exceto para a condição de maior tempo, 1080s. Resultado similar foi encontrado por Hajiannia *et al.* (2018) em que o expoente de encruamento instantâneo tende a aumentar até a deformação máxima. Em adição, as condições mencionadas forneceram valor de deformação máxima muito próximos, sugerindo que nesse caso a variação do tempo até 360s não influenciou significativamente o comportamento de encruamento. Além disso, as amostras com EIM austemperadas a 400°C apresentaram melhor relação limite de resistência à tração e alongamento uniforme percentual, com valores médios em torno de 880MPa e 30%.

Por outro lado, com a elevação da temperatura foi observada uma queda no valor do encruamento instantâneo com a elevação da deformação em todas as condições sendo que houve maior variação no comportamento da curva para a condição correspondente a 360s, em que foi observada maior redução nos valores de taxa de encruamento e no nível máximo de deformação.

Mertens, Bellhouse e Mcdermi (2014) analisando o comportamento de um aço 0,2%C-1,5%Mn-1,0%Si-0,5%Al submetido a um tratamento de recozimento intercrítico a 797°C e austêmperado a 465°C por tempos que variam de 30 a 120s, sendo que esta temperatura intercrítica fornece 50% de austenita. De acordo com os dados de encruamento instantâneo obtido, a condição que sustentou o maior expoente de encruamento durante toda a deformação foi a que corresponde a 60s de encharque. Além disso, foi a condição que suportou maior nível de deformação, equivalente a 18%. Segundo os autores, essa foi a condição que apresentou austenita

retida mais estável devido a morfologia lamelar associada ao crescimento mais estável de ferrita bainítica.

O comportamento descrito pelas amostras com EIM vai de encontro ao exposto por Mertens, Bellhouse e Mcdermi (2014) uma vez que a natureza mais lamelar contribui para uma austenita retida mais estável. Além disso, as condições com EIM sustentaram valores de encruamento mais altos durante todo processo até um tempo de 360s, uma vez que a condição correspondente a 1080s apresentou valores de encruamento instantâneo expressivamente mais baixos e menor deformação máxima.

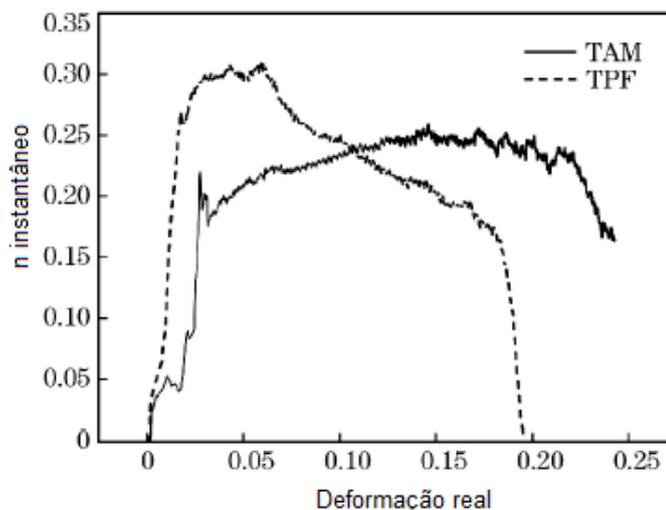
Chiang *et al.* (2011) analisando a influência da microestrutura inicial nas propriedades mecânicas verificou a partir do gráfico de encruamento instantâneo em função da deformação real que as amostras com microestrutura equiaxial apresentaram maiores valores de encruamento instantâneo  $n$  do que as amostras com estrutura lamelar para baixos níveis de deformação, considerando mesmas condições de temperatura e tempo de austêmpera. Além disso, as amostras equiaxiais apresentaram maiores valores máximos de encruamento. Contudo, as amostras com microestrutura lamelar apresentaram maiores valores de encruamento para deformações acima de 0,05 e esse comportamento é sustentado até a tensão correspondente ao limite de resistência a tração. O comportamento de encruamento obtido pelos autores em questão está ilustrado na figura 3.28.

A diferença observada no comportamento de encruamento pode ser explicada pela comparação da estabilidade da fase de austenita retida nas duas microestruturas. A menor taxa de transformação na estrutura lamelar permite que o valor instantâneo de  $n$  seja mantido em tensões mais altas quando comparado com a microestrutura equiaxial. Ou seja, em tensões mais altas, as amostras com estrutura inicial martensítica ainda possuem parte da fase de austenita disponível para transformação, enquanto a microestrutura equiaxial esgotou seu efeito TRIP (CHIANG *et al.*, 2011).

Ding *et al.* (2014) analisaram a influência da microestrutura inicial nas propriedades mecânicas, assim como Chiang *et al.* (2011), utilizando estruturas similares as adotadas neste trabalho. Eles observaram que a amostra com EIM apresentou valores de  $n$  mais baixos no início mas que foram aumentando com a elevação da deformação e permaneceram assim até a fratura. Por outro lado, as amostras com EIC mostraram elevados valores de  $n$  a baixos níveis de deformação e redução contínua nos valores de  $n$  para níveis maiores de deformação, comportamento indicado na figura 5.50. Segundo os autores, o encruamento ocorre quando a

austenita retida é transformada em martensita e como resultado, o valor de  $n$  aumenta. Quando a austenita retida metaestável se transforma em estágios iniciais de deformação, ela leva a um valor alto de  $n$  somente nessa etapa de deformação, como ocorreu na amostra com EIC.

**Figura 5.50 – Variações na taxa de encruamento e no percentual de austenita retida em função da deformação real.**



Fonte: DING *et al.*, 2014

#### 5.3.3.4 Análise de Crussard-Jaoul

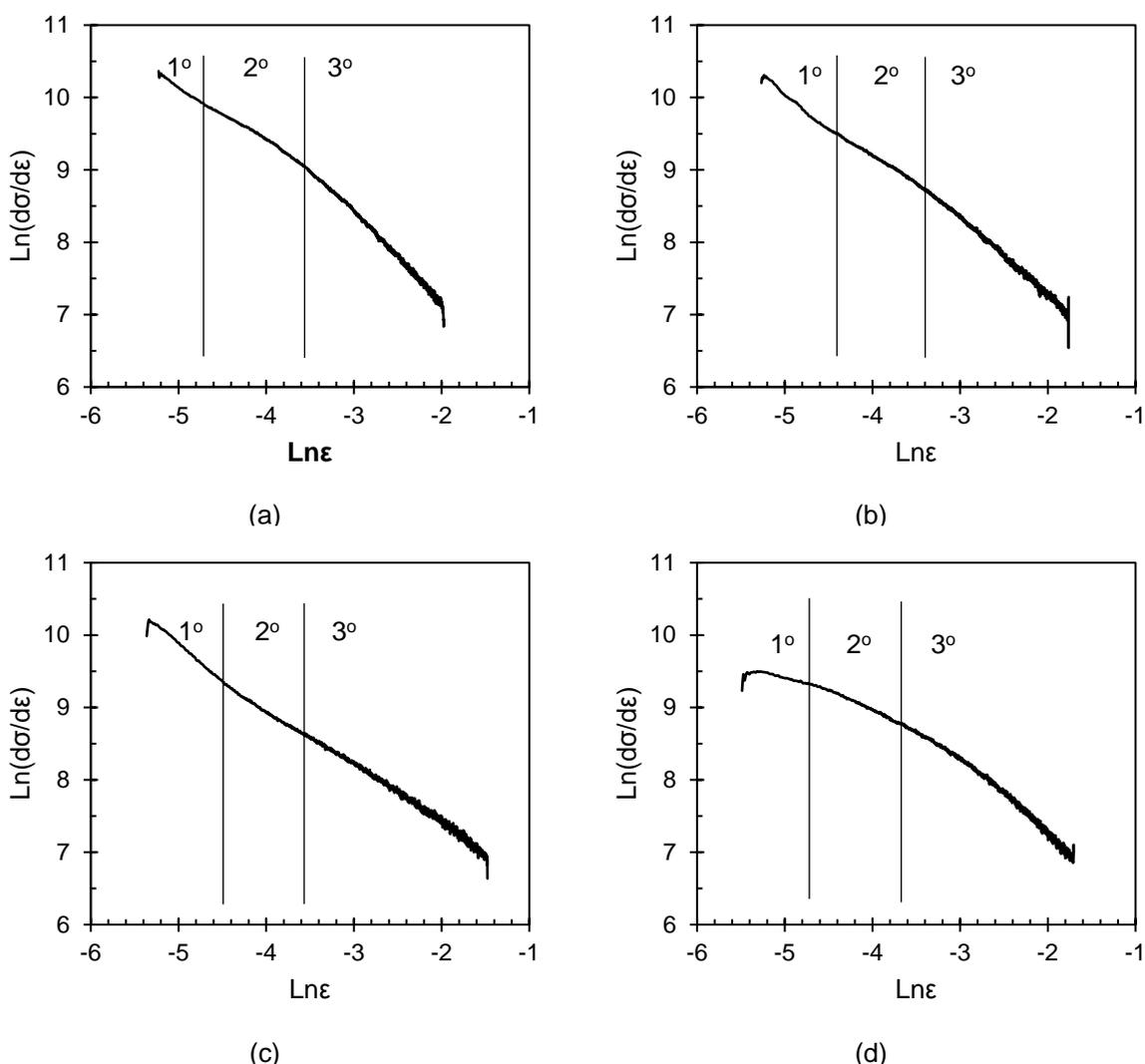
As curvas obtidas por meio da análise de Crussard-Jaoul são mostradas nas figuras 5.51 a 5.54 e os níveis de deformação identificados como correspondentes a uma mudança de estágio de encruamento são descritos nas tabelas 5.5 a 5.8.

Com base nas curvas obtidas, foram identificados três estágios de encruamento em todas as condições de processamento, observadas as variações de inclinação nas curvas. Essa variação na inclinação remete a uma queda brusca na taxa de encruamento com a elevação da deformação.

De acordo com Hajiannia *et al.* (2018), o primeiro estágio corresponde ao mecanismo de deformação plástica da ferrita, constituinte menos duro presente na estrutura. O segundo estágio corresponde ao efeito TRIP e o terceiro estágio corresponde a deformação da bainita e martensita. Ainda, segundo os autores o segundo estágio apresenta uma inclinação menor que o primeiro estágio por consequência da tensão induzida por transformação martensítica.

Segundo Cai *et al.* (2013), o primeiro estágio corresponde a uma inclinação negativa e nesta etapa ocorre uma pequena queda no volume de austenita e o efeito da transformação martensítica é insignificante. Associando o descrito pelos autores com o trabalho em questão, tem-se que a inclinação negativa descrita foi observada apenas nas amostras com EIM. Além disso, as curvas das demais condições apresentam inflexões muito discretas levando a curvas que segundo a literatura são similares as obtidas por aços dual phase, em que não é observado o efeito TRIP. (COLLA *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2014)

**Figura 5.51 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C por diferentes tempos.**



Amostras com EIC submetidas a etapa de austêmpera a 400°C por (a) 45s, (b) 90s, (c) 360s e (d) 1080s.

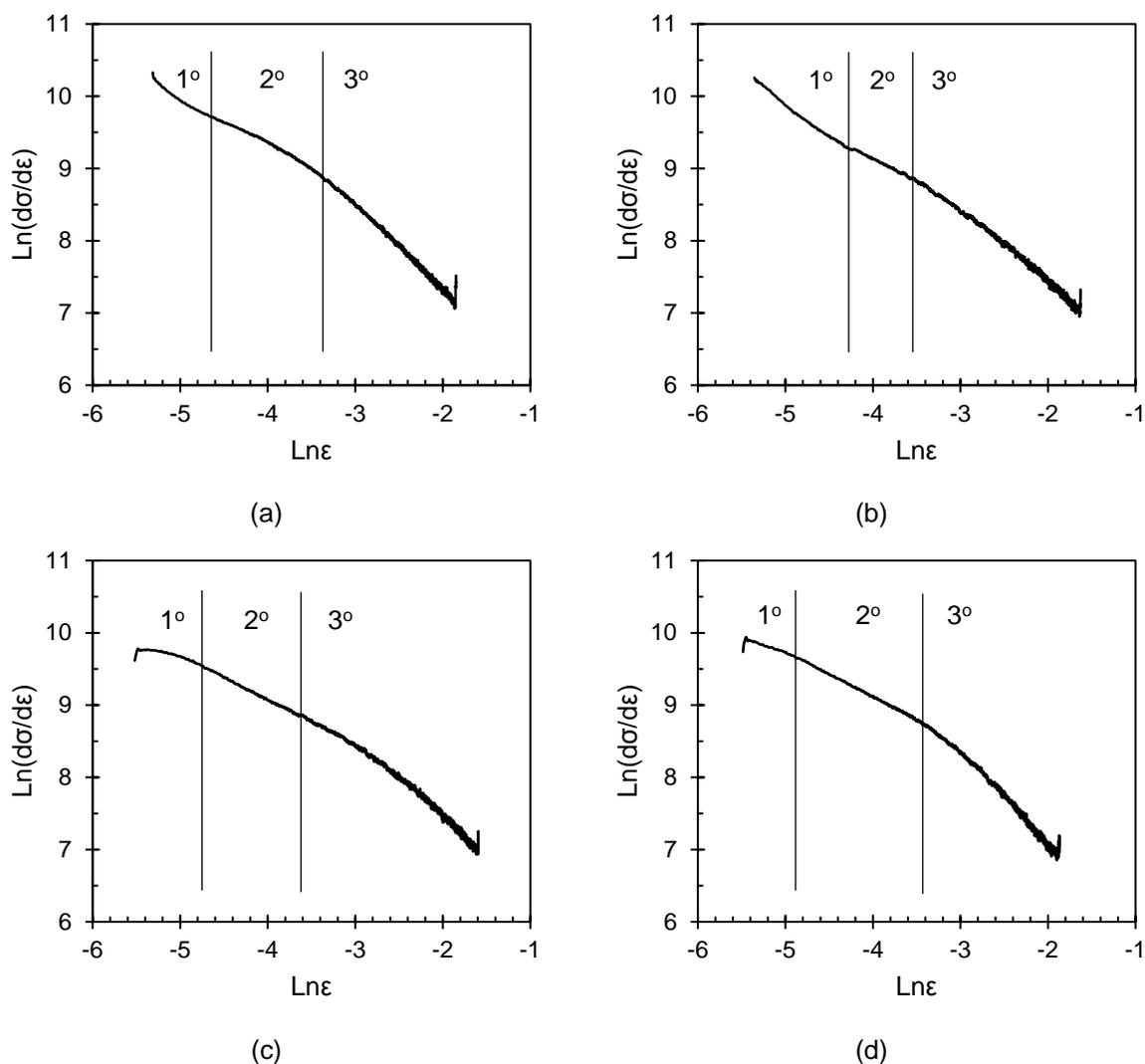
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.5 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIC submetido à austêmpera a 400°C.**

Condição	Magnitude de deformação (%)		
	1º estágio	2º estágio	3º estágio
EIC 2 (45s)	0,54 – 1,00	1,00 – 3,13	3,13 – 13,89
EIC 3 (90s)	0,52 – 1,29	1,29 – 3,49	3,49 – 17,15
EIC4 (360s)	0,47 – 1,17	1,17 – 2,79	2,79 – 22,83
EIC 5 (1080s)	0,41 – 0,89	0,89 – 2,55	2,55 – 18,20

Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.52 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIC submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C por diferentes tempos.**



Amostras com EIC submetidas a etapa de austêmpera a 450°C por (a) 45s, (b) 90s, (c) 360s e (d) 1080s.

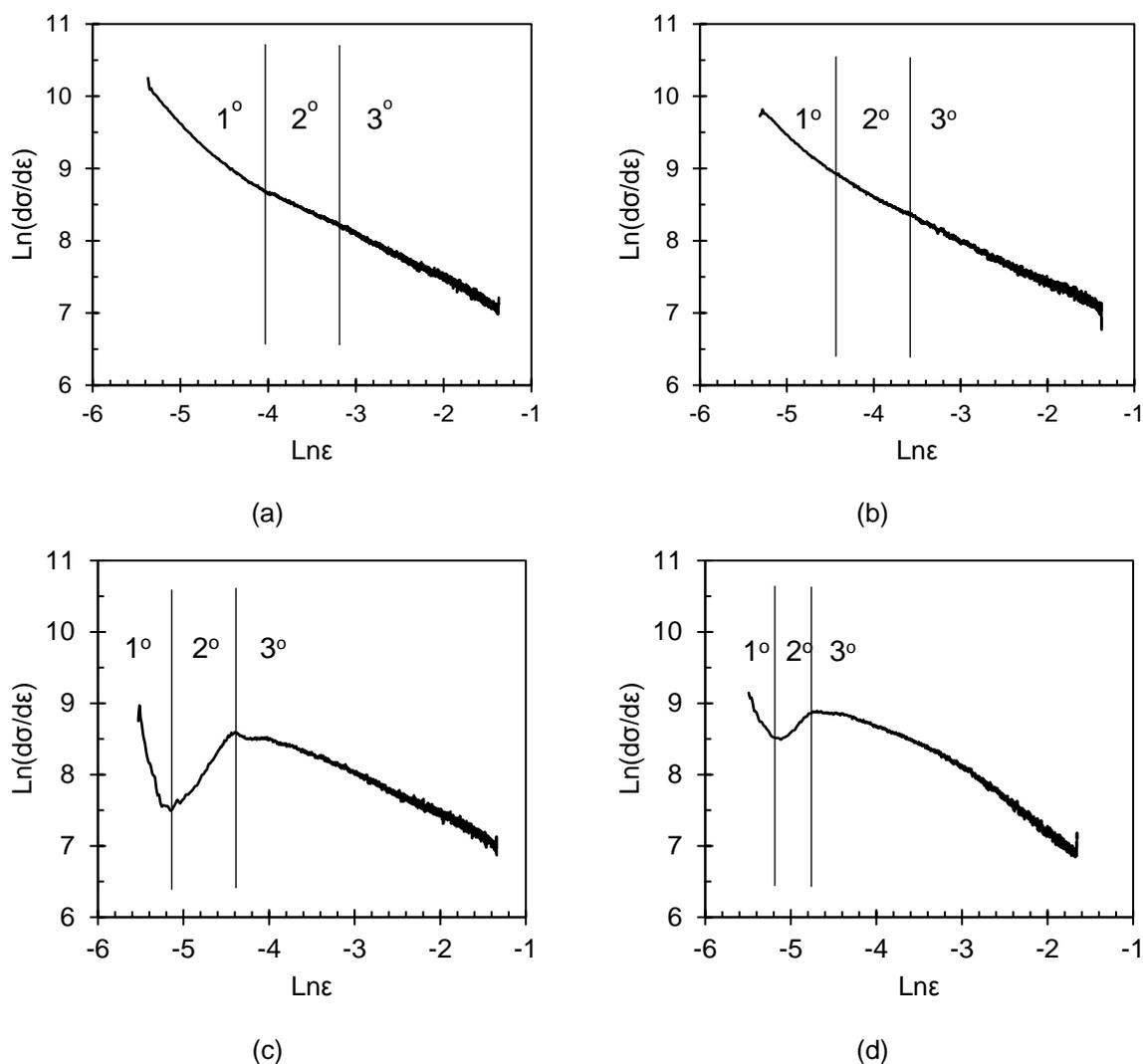
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.6 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIC submetido à austêmpera a 450°C.**

Condição	Magnitude de deformação (%)		
	1º estágio	2º estágio	3º estágio
EIC 6 (45s)	0,49 – 1,00	1,00 – 3,65	3,65 – 15,75
EIC 7 (90s)	0,47 – 1,58	1,58 – 3,11	3,11 – 19,63
EIC 8 (360s)	0,40 – 0,91	0,91 – 2,58	2,58 – 20,31
EIC 9 (1080s)	0,43 – 0,79	0,79 – 3,23	3,23 – 15,28

Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.53 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 400°C por diferentes tempos.**



Amostras com EIM submetidas a etapa de austêmpera a 400°C por (a) 45s, (b) 90s, (c) 360s e (d) 1080s.

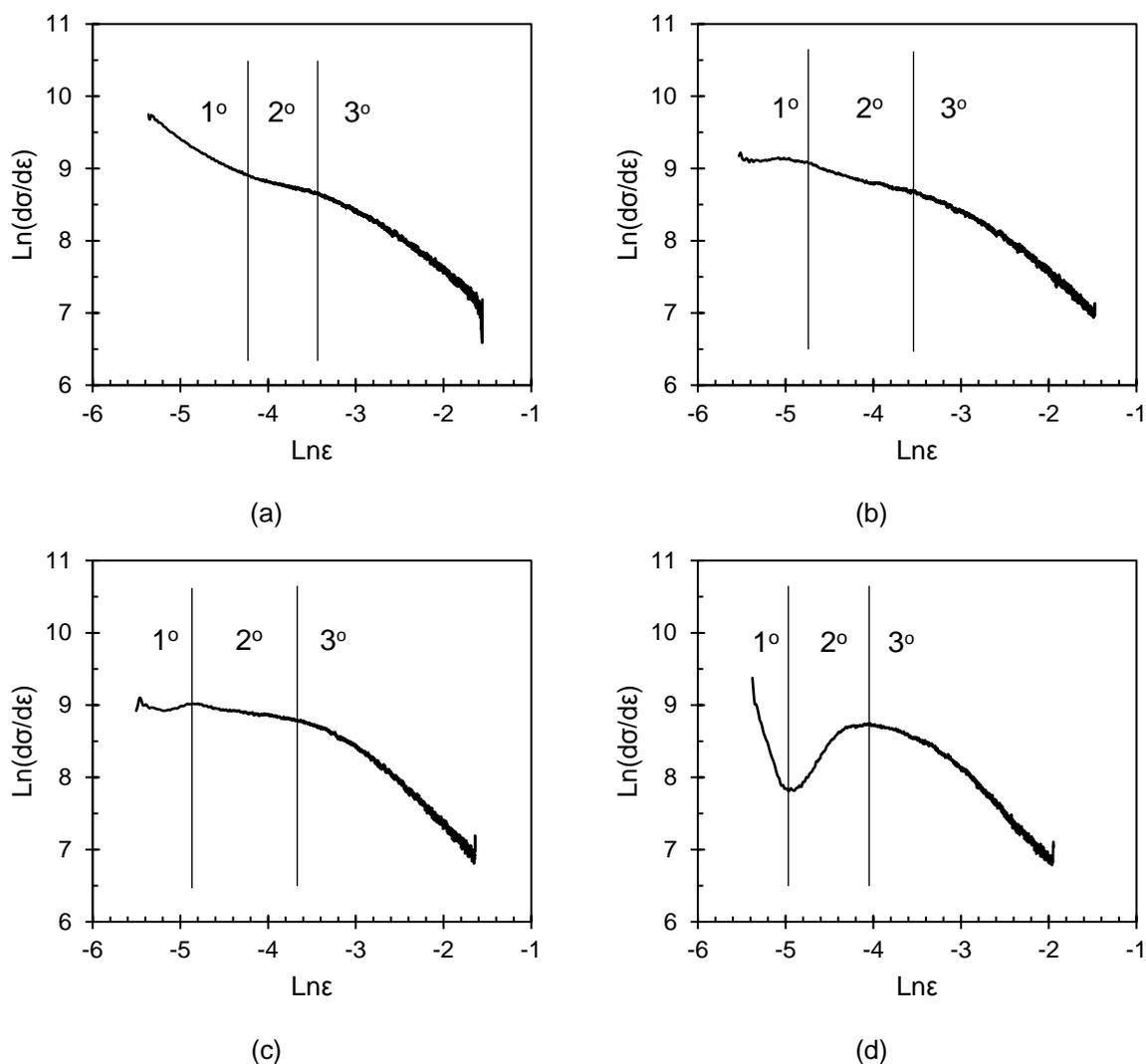
Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.7 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIM submetido à austêmpera a 400°C.**

Condição	Magnitude de deformação (%)		
	1º estágio	2º estágio	3º estágio
EIM 2 (45s)	0,47 – 2,05	2,05 – 4,56	4,56 – 25,36
EIM 3 (90s)	0,49 – 1,28	1,28 – 2,80	2,80 – 25,23
EIM 4 (360s)	0,40 – 0,60	0,60 – 1,40	1,40 – 26,15
EIM 5 (1080s)	0,41 – 0,62	0,62 – 1,10	1,10 – 19,10

Fonte: Próprio autor.

**Figura 5.54 – Análise de Crussard Jaoul das amostras com EIM submetidas a temperatura de austêmpera de 450°C por diferentes tempos.**



Amostras com EIM submetidas a etapa de austêmpera a 450°C por (a) 45s, (b) 90s, (c) 360s e (d) 1080s.

Fonte: Próprio autor.

**Tabela 5.8 – Resumo dos níveis de deformação em cada estágio de encruamento das amostras com EIM submetido à austêmpera a 450°C.**

Condição	Magnitude de deformação (%)		
	1º estágio	2º estágio	3º estágio
EIM 6 (45s)	0,47 – 1,05	1,05 – 3,43	3,43 – 21,05
EIM 7 (90s)	0,40 – 0,96	0,96 – 3,01	3,01 – 22,90
EIM 8 (360s)	0,41 – 0,88	0,88 – 2,88	2,88 – 19,39
EIM 9 (1080s)	0,47 – 0,75	0,75 – 1,88	1,88 – 14,27

Fonte: Próprio autor.

As diferentes técnicas de análise de encruamento forneceram distintas interpretações de comportamento do encruamento ao longo do aumento de deformação do aço submetido a diferentes processamentos térmicos. No entanto, a análise de Crussard-Jaoul demonstrou não ser a mais adequada para o estudo de aços TRIP uma vez que não foi possível distinguir com clareza os estágios e obter resultados representativos.

## 6. CONCLUSÕES

A etapa de austêmpera do processamento térmico exerce papel crucial na estabilização da austenita retida e por isso a influência dos parâmetros temperatura e tempo de austêmpera foram analisados. De modo geral, em tempos menores (45s e 90s) foram observadas microestruturas formadas por bainita com morfologia em ripas espessas e constituinte MA do tipo bloco. Com o aumento do tempo houve formação de austenita retida em ripas dispersas em uma matriz ferrítica bainítica e presença de pequenas ilhas de MA. Além disso, maiores tempos favorecem a formação de bainita e de austenita retida, limitado até 360s, a partir do qual foi observado comportamento contrário. Em adição, a elevação destes constituintes foi acompanhada de uma redução nos valores de dureza Vickers. Além disso, foi verificada tendência de redução dos valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração e aumento do alongamento uniforme com a elevação do tempo de transformação bainítica.

A variação do estado inicial (EIC/EIM) devido a adição de uma etapa de austenitização anterior ao processamento convencional de aços TRIP favoreceu a formação de uma microestrutura com morfologia mais acicular com grãos alongados por herança da martensita anterior enquanto que as amostras com EIC apresentaram uma microestrutura característica mais equiaxial. A mudança na estrutura inicial não promoveu mudanças significativas nos percentuais dos constituintes, sendo que foram observadas tendências semelhantes de comportamento com a variação dos parâmetros de processamento. No entanto, foi verificado que as amostras com EIM apresentaram maior enriquecimento de carbono da austenita retida, indicativo de formação de uma austenita retida mais estável. Em adição, foi observado aumento no limite de escoamento e redução do limite de resistência à tração. As amostras com EIM apresentarem níveis superiores de alongamento uniforme máximo sendo que a amostra austemperada a 450°C por 360s apresentou um alongamento de 31%.

Com relação as análises de encruamento, foram utilizados quatro métodos distintos em buscar de compreender o comportamento do aço mediante a aplicação de esforços. O método de linearização da curva tensão real versus deformação real com um e dois estágios mostrou não ser adequado na análise de aços TRIP uma vez que esses aços apresentam microestrutura multiconstituída e efeito TRIP, o que torna complexo a aproximação do encruamento em apenas um ou dois valores para

representar todo o comportamento. Além disso, o método de Crussard-Jaoul também não demonstrou ser eficiente na análise do comportamento do encruamento pois apesar de terem sido identificados três estágios de encruamento para cada condição térmica, parte das curvas apresentaram comportamento similar ao de aços que não apresentam efeito TRIP, contradizendo os resultados obtidos a partir das demais técnicas de caracterização. Por outro lado, os métodos de taxa de encruamento e expoente de encruamento instantâneo apresentaram tendências que vão de encontro aos resultados obtidos e com a literatura. Em relação a análise do expoente de encruamento instantâneo das amostras com EIM, foi observado que as condições austemperadas a 400°C apresentaram melhor desempenho uma vez o encruamento instantâneo seguiu uma tendência de aumento até a deformação máxima, mantendo valores mais constantes ao longo da deformação, exceto para a condição de maior tempo, 1080s.

Portanto, de acordo com os resultados obtidos foi observado que as condições com EIM austemperadas a 400°C, de um modo geral, apresentaram melhor desempenho uma vez que correspondem as condições de austenita retida mais estável e com maior ganho de propriedades mecânicas.

## REFERÊNCIAS

ABBASI, E.; RAINFORTH, W. M. Microstructural evolution during bainite transformation in a vanadium microalloyed TRIP-assisted steel. **Materials Science & Engineering A**, Sheffield, v. 651, 2016. p. 822-830.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E562**: Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count. West Conshohocken: 2011.

ASHRAFI, H. *et al.* Correlation of tensile properties and strain hardening behavior with martensite volume fraction in dual-phase steels. *Trans Indian Inst Met.* 2017. V. 70. P.1575-1584.

AUTOSTEEL. **Advanced high-strength steels application guidelines version 6.0. 2017.** Disponível em: <http://www.autosteel.org>, acesso em 05 de junho de 2017.

BANDOH, S., MATSUMURA, O. e SAKUMA, Y. An improved tint etching method for high strength steel sheets with mixed microstructures. **Transactions ISIJ**, v. 28, 1988. p. 569-574.

BASUKI, A., AERNOUDT, E. Influence of rolling of TRIP steel in the intercritical region on the stability of retained austenite. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 89-90, 1999. p. 37-43.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in steels: transformations, microstructure and properties.** 2.ed. London: IOM Communications Ltd, 2001, 454p.

BHATTACHARYA, D. Microalloyed steels for the automotive industry. **Tecnol. Metal. Mater. Miner**, São Paulo, v.11, n.4, 2014. p.371-383.

BHATTACHARYA, D. Metallurgical perspectives on advanced sheet steels for automotive applications. In: WENG, Y.; DONG, H. & GAN, Y. **Advanced Steels: the recent scenario in steel science and technology.** Springer science & business media, 2011. pp.163-176.

BLECK, W. Using the TRIP effect - the dawn of a promising new group of cold formable sheets. **Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys.** Editora BC de Cooman, Ghent, 2002. p. 13-23.

CABALLERO, F. G. *et al.* New experimental evidence on the incomplete transformation phenomenon in steel. **Acta Materialia**, v.57, 2009. p.8-17.

CHATTERJEE, S. **Transformations in TRIP-assisted steels: microstructure and properties.** 2006. 182p. Tese (Doutorado) – Darwin College, University of Cambridge, Cambridge, 2006.

CHIANG, J. S. **Effect of microstructure on retained austenite stability and tensile behavior in an aluminum-alloyed TRIP steel**. 2012. 153p. Dissertação (Mestrado) – Queen's university, Ontario, 2012.

CHIANG, J.; LAWRENCE, B.; BOYD, J. D.; PILKEY, A. K. Effect of microstructure on retained austenite stability and work hardening of TRIP steels. **Materials Science & Engineering A**. v.528, p.4516-2521, 2011.

CHIANG, J.; BOYD, J. D.; PILKEY, A. K. Effect of microstructure on retained austenite stability and tensile behaviour in an aluminum-alloyed TRIP steel. **Materials Science & Engineering A**, Ontario, v. 638, 2015. p. 132-142.

COLLA *et al.* Strain hardening behavior of dual-phase steels. **Metallurgical and materials transactions A**. 2009. 11p.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed., rev. e atual. São Paulo: Edgard Blucher, 2008. xx, 652 p., il. ISBN 978-85-212-0449-7 (enc.)

CRUZ JUNIOR, J. A. **Desenvolvimento do aço alto C Si e Cr com matriz nanoestruturada de martensita e bainita**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 99. 2011.

DABBOUSSI, W., NEMES, J. A. Systematic characterization of the crashworthiness properties of low alloys silicon bearing TRIP steels. **ISIJ International**, 2013.v.53. n. 8. pp. 1462-1470.

DEMERI, M. Y. **Advanced high-strength steels: Science, technology, and application**. ASM International: 2013. 312p.

DIEGO-CALDERÓN, I. E. A. Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steel to improve their fracture properties. **Materials Science & Engineering A**, v. 657, 2016. p. 136-146.

DING, W., HEDSTROM, P., LI, Y. Heat treatment, microstructure and mechanical properties of a C-Mn-Al-P hot dip galvanizing TRIP steel. **Materials Science & Engineering A**, 2016. v.674. pp. 151-157.

DING *et al.* Microstructure and mechanical properties of TRIP steel with annealed martensite. **Journal of iron and steel research**, 2014. v.21. pp.527-531.

ELISEI, C. C. A. **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço de baixo carbono**. 2008. 188 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá. 2008. Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, p. 188. 2008.

ENNIS, B. L. *et al.* Metastable austenite driven work-hardening behaviour in a TRIP-assisted dual phase steel. **International Journal of plasticity**, v.88, 2017. p.126-139.

FONSTEIN, N. **Advanced high strength sheet steels: physical metallurgy, design, processing and properties**. Springer. 2015. 396p.

GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. **Corte & Conformação de Materiais**, São Paulo, v. 44, n. 4, 26-57. 2008.

GRAJCAR, A. *et al.* Phase equilibrium and austenite decomposition in advanced high-strength medium-Mn bainitic steels. **Metals**, 2016.v.6. 14 p.

GRONOSTAJSKI, Z., NIECHAJOWICZ, A., POLAK, S. Prospects for the use of new generation steels of the AHSS type for collision energy absorbing components. **Archives of Metallurgy and Materials**. n.55, 2010. pp.221-230.

HUYGHE, P. E. A. On the relationship between the multiphase microstructure and the mechanical properties of a 0.2C quenched and partitioned steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 701, 2017. p. 254-263.

JACQUES, P. J. Phase transformations in transformation induced plasticity (TRIP) – assisted multiphase steels. In: PERELOMA, E.; EDMONDS, D. V. **Phase transformations in steels: diffusionless transformations, high strength steels, modelling and advanced analytical techniques**. Woodhead Publishing (Elsevier), 2012, v. 2, cap.7, pp. 213-246.

JACQUES, P. J. *et al.* The Developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Al-alloyed TRIP-assisted multiphase steels. **ISIJ International**, 2001.v.41. n. 9. pp. 1068-1074.

JEONG, T. K. **Subcritical heat treatment of cold rolled multi-phase TRIP steel**. 2004. 98p. Dissertação (Mestrado). McGill University, Montreal, 2004.

KOBAYASHI, J. **A basic study on the microstructure and mechanical properties of ultrahigh-strength TRIP-aided martensitic steel**. 2014. 156p. Tese (Doutorado) – Shinshu University, Nagano Prefecture, 2014.

KRAUSS, G. **Steels: processing, structure, and performance**. Ohio: ASM International, 2005. 602 p.

KUZIAK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S. Advanced high strength steels for automotive industry. **Arch Civ Mech Eng.**, 2008. v.8. n.2. pp.103-117.

Li, S. *et al.* Thermodynamic analysis of two-stage heat treatment in TRIP steels. **Acta Materialia**, v. 60, 2012. p. 6120-6130.

LAWRYNOWICZ, Z. Carbon partitioning during bainite transformation in low alloy steels, **Materials Science and Technology**, 2002. V.18. i.11. pp. 1322-1324, DOI: 10.1179/026708302225007259

LUO, Q. KITCHEN, M. ABUBAKRI, S. Effect of austempering time on the microstructure and carbon partitioning of ultrahigh strength steel 56NiCrMoV7. **Metals**, 2017. v.7, p.258

MATSUMURA, O., SAKUMA, Y. e TAKECHI, H. Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0.4C-1.5Si-0.8Mn steel. **Transactions ISIJ**. v.27. 1987. Pp. 570-579.

MERTENS, A., BELLHOUSE, E. M., MCDERMID, J.R. Microstructure and mechanical properties of a mixed Si-Al TRIP-assisted steel subjected to continuous galvanizing heat treatments. **Materials Science and Engineering A**, 2014. v.608. pp.249-257.

MEYERS, M. CHAWLA, K. **Mechanical behavior of materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 2008. 880 p.

MUKHERJEE, M. *et al.* Strain-induced transformation behavior of retained austenite and tensile properties of TRIP-aided steels with different matrix microstructure. **ISIJ International**, 2006. v.46. n. 2. pp. 316-324.

NARAYAN, S. RAJESHKANNAN, A. Strain hardening behaviour in forming of sintered iron-0,35% carbono poder metallurgy preform during cold upsetting. **Materials Research**, 2011. V.14. pp449-455.

PEET, M. J. **Transformation and tempering of low-temperature bainite**. Tese (Doutorado) – Wolfson College, University of Cambridge, Cambridge, 2010.

SHEN, Y. F. *et al.* Effects of retained austenite volume fraction, morphology, and carbon content on strength and ductility of nanostructured TRIP-assisted steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 636, 2015. p. 551-564.

SINGH, M. K. Application of steel in automotive industry. **International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering**. v.6, i.7, 2016. pp.246-253. ISSN: 2250-2459.

SRIVASTAVA, A. K. E. A. Microstructural and mechanical characterization of C-Mn-Al-Si cold-rolled TRIP-aided steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 445-446, 2007. p. 549-557.

SUGIMOTO, K; MUKHERJEE, M. TRIP aided and complex phase steels. In: RANA, R.; SINGH, S. B. **Automotive Steels: design, metallurgy, processing and applications**. 1.ed. Woodhead Publishing (Elsevier). 2017. cap.8, p.217-257. ISBN 9780081006382, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100638-2.00008-0>.

SUGIMOTO, K. Advanced high- and ultra high-strength TRIP-aided steels. **Trans. Indian Inst. Met.** v.59. n.5. 2006. pp. 725-738.

SUGIMOTO, K. *et al.* Ductility and formability of newly developed high strength low alloy TRIP-aided sheet steels with annealed martensite matrix. **ISIJ International**. v.42. 2002. pp. 910-915.

TAKAHASHI, M. Recent progress: kinetics of the bainite transformation in steels. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**. v.8. 2004. pp. 213-217.

TOBY, B. H.; VON DREELE, R. B. GSAS II: the genesis of a modern open-source all-purpose crystallography software package. **Journal of Applied Crystallography**, v.46, n.2, p.544-549, 2013.

G. F. Vander Voort: **Metallography: Principles and Practice**. McGraw-Hill, New York, pp. 166–172 (1984).

WANG, C. E. A. Characterization of microstructures and tensile properties of TRIP-aided steels with different matrix microstructure. **Materials Science & Engineering A**, v. 610, 2014. p. 65-75.

WENG, Y. *et al.* (eds). **Advanced steels: the recent scenario in steel science and technology**. Springer Science & Business Media, 2011. 511 p. DOI: 10.1007/978-3-642-17665-4\_18

XIE, Z. J. *et al.* Study of retained austenite and nano-scale precipitation and their effects on properties of a low alloyed multi-phase steel by the two-step intercritical treatment. **Materials Characterization**, v. 113, 2016. p. 60-66.

ZAEFFERER, S.; ROMANO, P.; FRIEDEL, F. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels. **Journal of Microscopy**, v. 230, 2008. p. 499-508.

ZHANG *et al.* Characterization of different work hardening behavior in AISI 321 stainless steel and Hadfield steel. **J Mater Sci** (2010) v.45 p.3433-3437.

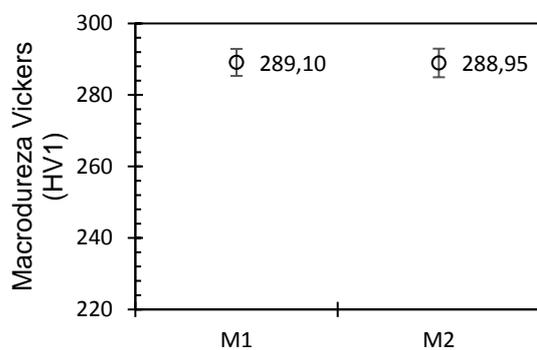
ZHOU, L. ZHANG, D. LIU, Y. Influence of silicon on the microstructures, mechanical properties and stretch-flangeability of dual phase steels. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**. 2014. V. 21. P.755-764

ZHAO, Z. Z. *et al.* The influence of the austempering temperature on the transformation behavior and properties of ultra-high-strength TRIP-aided bainitic-ferritic sheet steel. **Materials Science & Engineering A**, v.613, p.8-16, 2014.

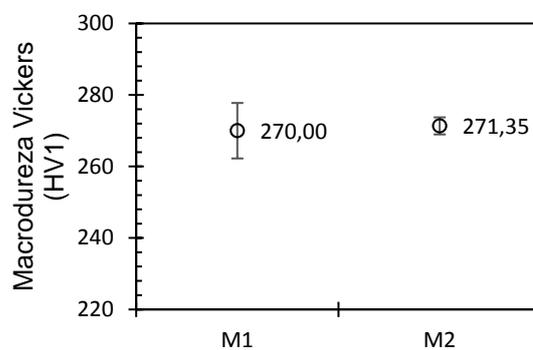
ZHAO, J. ZHENGYI, J. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. **Progress in Materials Science**, v.94, p.174-242, 2018.

ZHAO, J. JIANG, Z. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. **Progress in Materials Science**, 2018. V.94. p.174-242.

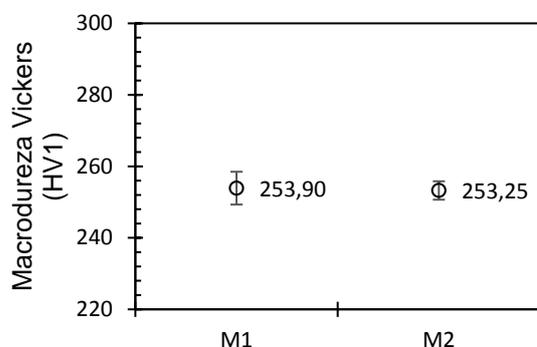
### ANEXO 1 – Teste de equivalência dados de dureza – *t-Student*



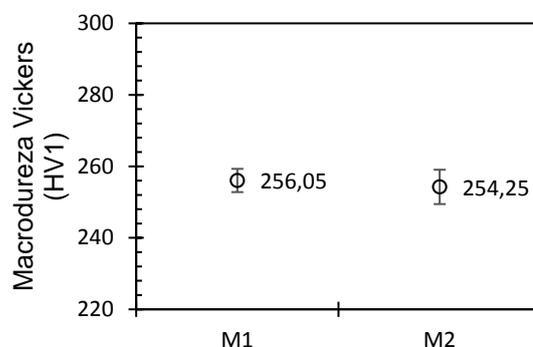
(a)



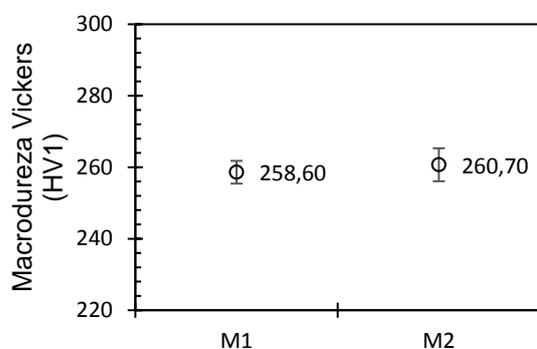
(b)



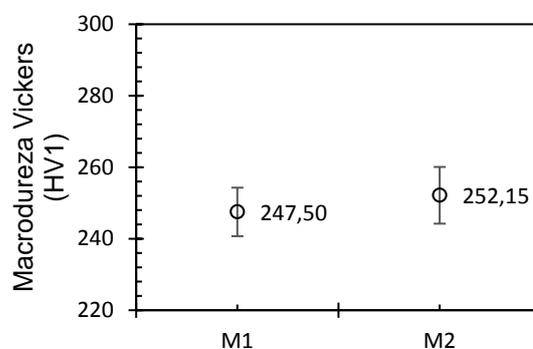
(c)



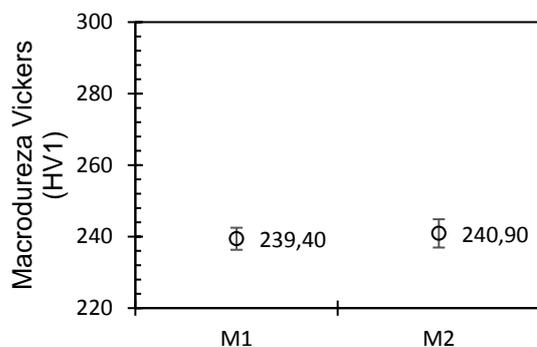
(d)



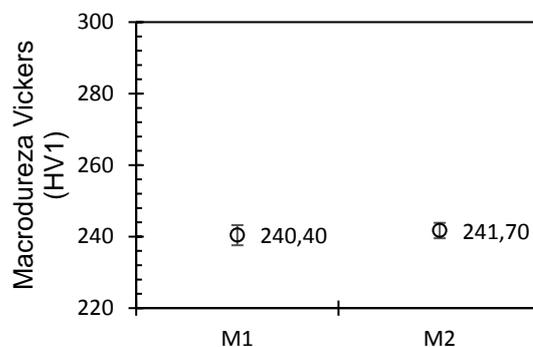
(e)



(f)

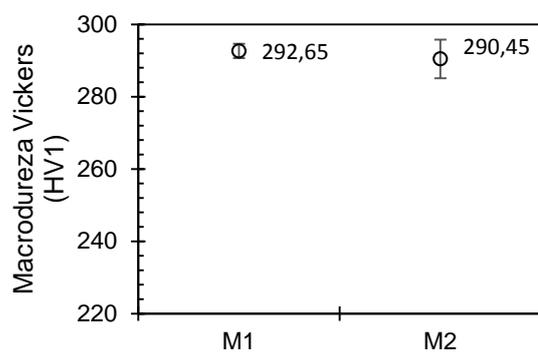


(g)

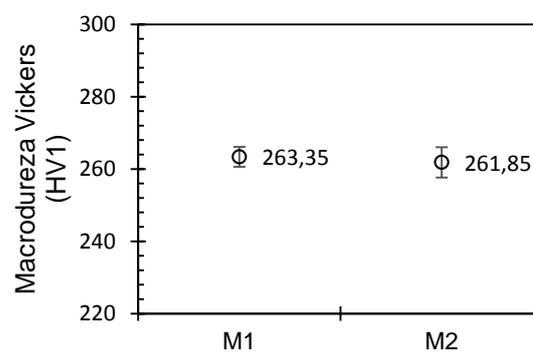


(h)

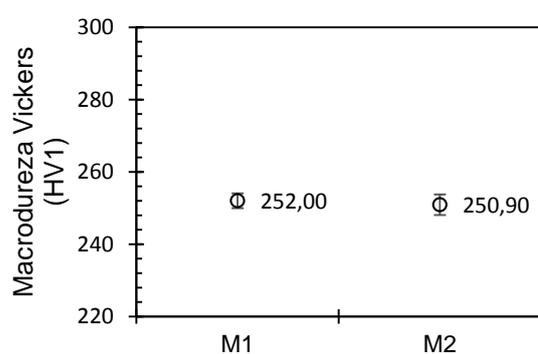
Amostras com EIC austemperadas a: (a) 400°C por 45s; (b) 400°C por 90s; (c) 400°C por 360s; (d) 400°C por 1080s; (e) 450°C por 45s; (f) 450°C por 90s; (g) 450°C por 360s; (h) 450°C por 1080s.



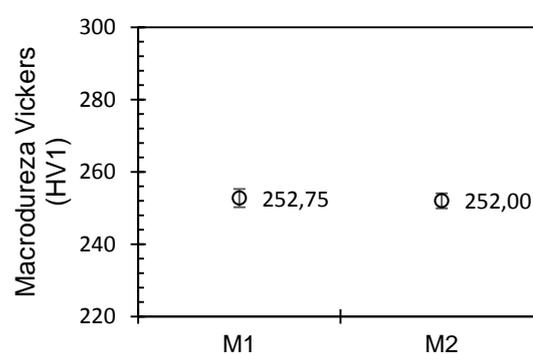
(a)



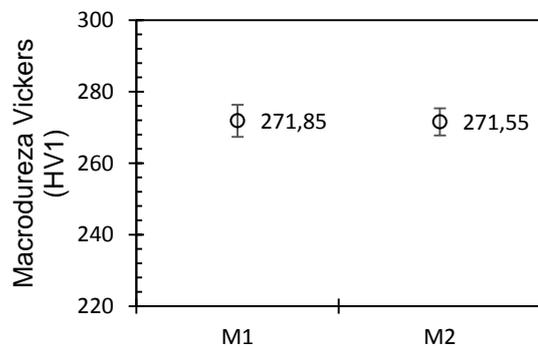
(b)



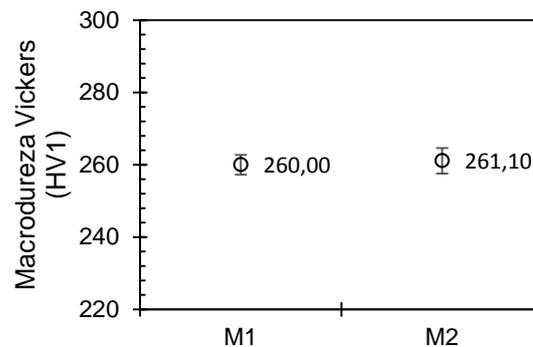
(c)



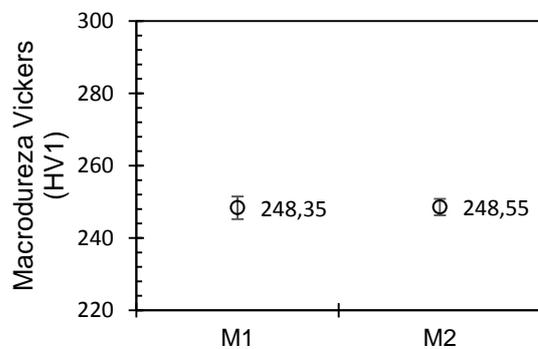
(d)



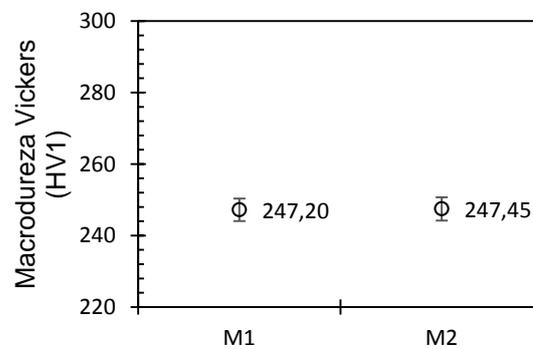
(e)



(f)



(g)



(h)

Amostras com EIM austemperadas a: (a) 400°C por 45s; (b) 400°C por 90s; (c) 400°C por 360s; (d) 400°C por 1080s; (e) 450°C por 45s; (f) 450°C por 90s; (g) 450°C por 360s; (h) 450°C por 1080s.

## ANEXO 2 – Análises estatísticas do ensaio de dureza

Na sequência, uma vez que as amostras possuem distribuição normal, foram realizados os testes ANOVA e de Turkey em um nível de significância de 95%, levando em conta que as amostras são independentes. As análises foram feitas com auxílio do software OriginPro Trial 2019.

### GRUPO 1 – EIC – austêmpera a 400°C

ANOVA Grupo 1 (17/12/2018 18:34:18)

#### Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 2	40	0	289,025	3,83965	0,6071
EIC 3	40	0	270,675	5,70824	0,90255
EIC 4	40	0	253,575	3,68564	0,58275
EIC 5	40	0	255,15	4,14822	0,65589

#### One Way ANOVA

##### Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	32768,56875	10922,85625	559,29613	3,17808E-83
Error	156	3046,625	19,52965		
Total	159	35815,19375			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

#### Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,91493	0,01654	4,41924	267,10625

#### Means Comparisons

##### Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 3 EIC 2	-18,35	0,98817	26,26146	0	0,05	1	-20,91622	-15,78378
EIC 4 EIC 2	-35,45	0,98817	50,73399	0	0,05	1	-38,01622	-32,88378
EIC 4 EIC 3	-17,1	0,98817	24,47253	0	0,05	1	-19,66622	-14,53378
EIC 5 EIC 2	-33,875	0,98817	48,47994	0	0,05	1	-36,44122	-31,30878
EIC 5 EIC 3	-15,525	0,98817	22,21848	0	0,05	1	-18,09122	-12,95878
EIC 5 EIC 4	1,575	0,98817	2,25405	0,38511	0,05	0	-0,99122	4,14122

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 2 – EIC – austêmpera a 450°C

## ANOVA Grupo 2 (17/12/2018 18:37:49)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 6	40	0	259,65	4,05444	0,64106
EIC 7	40	0	249,825	7,65569	1,21047
EIC 8	40	0	240,15	3,58451	0,56676
EIC 9	40	0	241,05	2,56155	0,40502

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	9941,56875	3313,85625	140,33092	4,22259E-44
Error	156	3683,875	23,61458		
Total	159	13625,44375			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,72963	0,01962	4,85948	247,66875

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 7 EIC 6	-9,825	1,08661	12,78711	0	0,05	1	-12,64687	-7,00313
EIC 8 EIC 6	-19,5	1,08661	25,379	0	0,05	1	-22,32187	-16,67813
EIC 8 EIC 7	-9,675	1,08661	12,59189	0	0,05	1	-12,49687	-6,85313
EIC 9 EIC 6	-18,6	1,08661	24,20766	0	0,05	1	-21,42187	-15,77813
EIC 9 EIC 7	-8,775	1,08661	11,42055	0	0,05	1	-11,59687	-5,95313
EIC 9 EIC 8	0,9	1,08661	1,17134	0,84099	0,05	0	-1,92187	3,72187

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 3 – EIM – austêmpera a 400°C

ANOVA Grupo 3 (17/12/2018 18:24:39)

*Descriptive Statistics*

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 2	40	0	291,55	4,13211	0,65334
EIM 3	40	0	262,6	3,5863	0,56704
EIM 4	40	0	251,45	2,511	0,39702
EIM 5	40	0	252,375	2,30593	0,3646

*One Way ANOVA**Overall ANOVA*

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	42105,21875	14035,07292	1350,87929	2,36136E-111
Error	156	1620,775	10,38958		
Total	159	43725,99375			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

*Fit Statistics*

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,96293	0,01219	3,22329	264,49375

*Means Comparisons**Tukey Test*

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 3 EIM 2	-28,95	0,72075	56,80408	0	0,05	1	-30,82174	-27,07826
EIM 4 EIM 2	-40,1	0,72075	78,68198	0	0,05	1	-41,97174	-38,22826
EIM 4 EIM 3	-11,15	0,72075	21,87791	0	0,05	1	-13,02174	-9,27826
EIM 5 EIM 2	-39,175	0,72075	76,867	0	0,05	1	-41,04674	-37,30326
EIM 5 EIM 3	-10,225	0,72075	20,06292	0	0,05	1	-12,09674	-8,35326
EIM 5 EIM 4	0,925	0,72075	1,81498	0,57487	0,05	0	-0,94674	2,79674

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 4 – EIM – austêmpera a 450°C

## ANOVA Grupo 4 (17/12/2018 18:29:59)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 6	40	0	271,7	4,10253	0,64867
EIM 7	40	0	260,55	3,16187	0,49994
EIM 8	40	0	248,45	2,70754	0,4281
EIM 9	40	0	247,325	3,15731	0,49921

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	15816,01875	5272,00625	477,88781	2,1896E-78
Error	156	1720,975	11,03189		
Total	159	17536,99375			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,90187	0,01292	3,32143	257,00625

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 7 EIM 6	-11,15	0,74269	21,23146	0	0,05	1	-13,07873	-9,22127
EIM 8 EIM 6	-23,25	0,74269	44,27188	0	0,05	1	-25,17873	-21,32127
EIM 8 EIM 7	-12,1	0,74269	23,04042	0	0,05	1	-14,02873	-10,17127
EIM 9 EIM 6	-24,375	0,74269	46,41407	0	0,05	1	-26,30373	-22,44627
EIM 9 EIM 7	-13,225	0,74269	25,18261	0	0,05	1	-15,15373	-11,29627
EIM 9 EIM 8	-1,125	0,74269	2,14219	0,43114	0,05	0	-3,05373	0,80373

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## ANEXO 3 – Análises estatísticas das propriedades mecânicas, LE

### GRUPO 1 – EIC – austêmpera a 400°C

ANOVA Grupo 1 (17/12/2018 19:14:10)

#### Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 2	3	0	1046,80333	8,72285	5,03614
EIC 3	3	0	973,43	11,04604	6,37744
EIC 4	3	0	876,75	4,42887	2,55701
EIC 5	3	0	869,21333	10,69668	6,17573

#### One Way ANOVA

##### Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	64578,69576	21526,23192	259,24508	2,63378E-8
Error	8	664,27433	83,03429		
Total	11	65242,97009			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

#### Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,98982	0,00968	9,11232	941,54917

#### Means Comparisons

##### Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 3 EIC 2	-73,37333	7,44017	13,94666	4,3707E-5	0,05	1	-97,19939	-49,54728
EIC 4 EIC 2	-170,05333	7,44017	32,3234	0	0,05	1	-193,87939	-146,22728
EIC 4 EIC 3	-96,68	7,44017	18,37674	5,34675E-6	0,05	1	-120,50605	-72,85395
EIC 5 EIC 2	-177,59	7,44017	33,75595	0	0,05	1	-201,41605	-153,76395
EIC 5 EIC 3	-104,21667	7,44017	19,8093	2,9449E-6	0,05	1	-128,04272	-80,39061
EIC 5 EIC 4	-7,53667	7,44017	1,43255	0,74692	0,05	0	-31,36272	16,28939

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 2 – EIC – austêmpera a 450°C

ANOVA Grupo 2 (17/12/2018 19:18:31)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 6	3	0	1019,08667	7,09716	4,09755
EIC 7	3	0	937,96333	18,63633	10,75969
EIC 8	3	0	897,78333	5,5371	3,19684
EIC 9	3	0	870,37667	5,02048	2,89858

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	37757,75496	12585,91832	110,99992	7,38464E-7
Error	8	907,09387	113,38673		
Total	11	38664,84883			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,97654	0,01143	10,64832	931,3025

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 7 EIC 6	-81,12333	8,69432	13,19548	6,58829E-5	0,05	1	-108,96559	-53,28107
EIC 8 EIC 6	-121,30333	8,69432	19,73114	3,04016E-6	0,05	1	-149,14559	-93,46107
EIC 8 EIC 7	-40,18	8,69432	6,53566	0,0074	0,05	1	-68,02226	-12,33774
EIC 9 EIC 6	-148,71	8,69432	24,1891	5,13867E-7	0,05	1	-176,55226	-120,86774
EIC 9 EIC 7	-67,58667	8,69432	10,99362	2,47479E-4	0,05	1	-95,42893	-39,74441
EIC 9 EIC 8	-27,40667	8,69432	4,45796	0,05365	0,05	0	-55,24893	0,43559

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 3 – EIM – austêmpera a 400°C

## ANOVA Grupo 3 (17/12/2018 19:10:16)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 2	3	0	894,18	3,95004	2,28056
EIM 3	3	0	871,74333	9,1392	5,27652
EIM 4	3	0	861,02667	6,74312	3,89314
EIM 5	3	0	855,4	6,41236	3,70218

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	2640,03509	880,0117	18,95394	5,40654E-4
Error	8	371,43173	46,42897		
Total	11	3011,46683			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,87666	0,00783	6,81388	870,5875

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 3 EIM 2	-22,43667	5,56351	5,70328	0,01594	0,05	1	-40,25298	-4,62035
EIM 4 EIM 2	-33,15333	5,56351	8,42739	0,00152	0,05	1	-50,96965	-15,33702
EIM 4 EIM 3	-10,71667	5,56351	2,72412	0,29023	0,05	0	-28,53298	7,09965
EIM 5 EIM 2	-38,78	5,56351	9,85766	5,29253E-4	0,05	1	-56,59632	-20,96368
EIM 5 EIM 3	-16,34333	5,56351	4,15439	0,07265	0,05	0	-34,15965	1,47298
EIM 5 EIM 4	-5,62667	5,56351	1,43027	0,74778	0,05	0	-23,44298	12,18965

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 4 – EIM – austêmpera a 450°C

ANOVA Grupo 4 (17/12/2018 19:11:10)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 6	3	0	931,37	2,43912	1,40823
EIM 7	3	0	915,92667	3,90714	2,25579
EIM 8	3	0	893,77667	8,52067	4,91941
EIM 9	3	0	818,36667	2,03535	1,17511

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	22587,5646	7529,1882	307,44117	1,34099E-8
Error	8	195,9188	24,48985		
Total	11	22783,4834			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,9914	0,00556	4,94872	889,86

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 7 EIM 6	-15,44333	4,04061	5,40516	0,02118	0,05	1	-28,3828	-2,50386
EIM 8 EIM 6	-37,59333	4,04061	13,15765	6,729E-5	0,05	1	-50,5328	-24,65386
EIM 8 EIM 7	-22,15	4,04061	7,75249	0,00261	0,05	1	-35,08947	-9,21053
EIM 9 EIM 6	-113,00333	4,04061	39,55112	0	0,05	1	-125,9428	-100,06386
EIM 9 EIM 7	-97,56	4,04061	34,14596	0	0,05	1	-110,49947	-84,62053
EIM 9 EIM 8	-75,41	4,04061	26,39347	1,96935E-7	0,05	1	-88,34947	-62,47053

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## ANEXO 4 – Análises estatísticas das propriedades mecânicas, LRT

### GRUPO 1 – EIC – austêmpera a 400°C

ANOVA Grupo 1 (17/12/2018 19:36:14)

#### Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 2	3	0	526,10333	3,93896	2,27416
EIC 3	3	0	493,59667	9,30701	5,3734
EIC 4	3	0	433,05	2,50034	1,44357
EIC 5	3	0	463,46667	12,22394	7,05749

#### One Way ANOVA

##### Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	14353,38569	4784,4619	74,23174	3,50909E-6
Error	8	515,6244	64,45305		
Total	11	14869,01009			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

#### Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,96532	0,01676	8,02827	479,05417

#### Means Comparisons

##### Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 2 EIC 1	-32,50667	6,55505	7,01312	0,00486	0,05	1	-53,49825	-11,51509
EIC 3 EIC 1	-93,05333	6,55505	20,07571	2,6434E-6	0,05	1	-114,04491	-72,06175
EIC 3 EIC 2	-60,54667	6,55505	13,06258	7,09754E-5	0,05	1	-81,53825	-39,55509
EIC 4 EIC 1	-62,63667	6,55505	13,51349	5,52669E-5	0,05	1	-83,62825	-41,64509
EIC 4 EIC 2	-30,13	6,55505	6,50037	0,00764	0,05	1	-51,12158	-9,13842
EIC 4 EIC 3	30,41667	6,55505	6,56222	0,00723	0,05	1	9,42509	51,40825

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 2 – EIC – austêmpera a 450°C

ANOVA Grupo 2 (17/12/2018 19:38:04)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIC 6	3	0	482,9	5,48141	3,1647
EIC 7	3	0	435,05	2,37462	1,37099
EIC 8	3	0	391,98667	6,67311	3,85272
EIC 9	3	0	424,67667	5,46232	3,15367

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	12731,62953	4243,87651	154,24977	2,03859E-7
Error	8	220,10413	27,51302		
Total	11	12951,73367			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,98301	0,0121	5,24529	433,65333

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIC 7 EIC 6	-47,85	4,28276	15,8006	1,71247E-5	0,05	1	-61,56489	-34,13511
EIC 8 EIC 6	-90,91333	4,28276	30,02058	5,52515E-9	0,05	1	-104,62823	-77,19844
EIC 8 EIC 7	-43,06333	4,28276	14,21999	3,79129E-5	0,05	1	-56,77823	-29,34844
EIC 9 EIC 6	-58,22333	4,28276	19,22598	3,74149E-6	0,05	1	-71,93823	-44,50844
EIC 9 EIC 7	-10,37333	4,28276	3,42539	0,14975	0,05	0	-24,08823	3,34156
EIC 9 EIC 8	32,69	4,28276	10,7946	2,81512E-4	0,05	1	18,97511	46,40489

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 3 – EIM – austêmpera a 400°C

ANOVA Grupo 3 (17/12/2018 19:39:11)

*Descriptive Statistics*

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 2	3	0	508,85	10,52317	6,07556
EIM 3	3	0	521,15667	2,63307	1,5202
EIM 4	3	0	570,91	7,04764	4,06896
EIM 5	3	0	555,71333	10,69017	6,17197

*One Way ANOVA**Overall ANOVA*

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	7574,67429	2524,89143	35,86251	5,48833E-5
Error	8	563,23813	70,40477		
Total	11	8137,91243			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

*Fit Statistics*

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,93079	0,01556	8,39075	539,1575

*Means Comparisons**Tukey Test*

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 3 EIM 2	12,30667	6,85102	2,54039	0,34122	0,05	0	-9,63272	34,24605
EIM 4 EIM 2	62,06	6,85102	12,81066	8,1874E-5	0,05	1	40,12062	83,99938
EIM 4 EIM 3	49,75333	6,85102	10,27027	3,98452E-4	0,05	1	27,81395	71,69272
EIM 5 EIM 2	46,86333	6,85102	9,6737	6,02473E-4	0,05	1	24,92395	68,80272
EIM 5 EIM 3	34,55667	6,85102	7,13332	0,00438	0,05	1	12,61728	56,49605
EIM 5 EIM 4	-15,19667	6,85102	3,13695	0,19788	0,05	0	-37,13605	6,74272

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

## GRUPO 4 – EIM – austêmpera a 450°C

## ANOVA Grupo 4 (17/12/2018 19:40:24)

## Descriptive Statistics

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
EIM 6	3	0	472,33333	3,95132	2,2813
EIM 7	3	0	476,03	3,51714	2,03062
EIM 8	3	0	488,58	3,96367	2,28843
EIM 9	3	0	567,41	3,52651	2,03603

## One Way ANOVA

## Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	18029,3759	6009,79197	428,27486	3,59935E-9
Error	8	112,26047	14,03256		
Total	11	18141,63637			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

## Fit Statistics

	R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
	0,99381	0,00748	3,74601	501,08833

## Means Comparisons

## Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EIM 7 EIM 6	3,69667	3,0586	1,70924	0,63881	0,05	0	-6,09805	13,49138
EIM 8 EIM 6	16,24667	3,0586	7,51202	0,00318	0,05	1	6,45195	26,04138
EIM 8 EIM 7	12,55	3,0586	5,80278	0,01451	0,05	1	2,75528	22,34472
EIM 9 EIM 6	95,07667	3,0586	43,96086	0	0,05	1	85,28195	104,87138
EIM 9 EIM 7	91,38	3,0586	42,25162	0	0,05	1	81,58528	101,17472
EIM 9 EIM 8	78,83	3,0586	36,44884	0	0,05	1	69,03528	88,62472

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

**ANEXO 5 – Valores médios de expoente de encruamento e fator de correlação para análise de encruamento para um e dois estágios de encruamento**

		1 Estágio		2 Estágios			
		$\eta$	$R^2$	$\eta_1$	$R^2$	$\eta_2$	$R^2$
EIC2 (45s)	CP1	0,2460	0,9888	0,2929	1,0000	0,2053	0,9922
	CP2	0,2458	0,9882	0,2958	1,0000	0,2046	0,9920
	CP3	0,2461	0,9891	0,2936	0,9999	0,2044	0,9929
	Média	<b>0,2460</b>		<b>0,2941</b>		<b>0,2048</b>	
EIC3 (90s)	CP1	0,2379	0,9956	0,2629	0,9998	0,2173	0,9962
	CP2	0,2441	0,9960	0,2683	0,9999	0,2205	0,9961
	CP3	0,2327	0,9956	0,2601	0,9996	0,2132	0,9962
	Média	<b>0,2382</b>		<b>0,2638</b>		<b>0,2170</b>	
EIC4 (360s)	CP1	0,2370	0,9999	0,2403	0,9980	0,2376	0,9999
	CP2	0,2382	0,9999	0,2559	0,9980	0,2380	0,9999
	CP3	0,2322	0,9998	0,2315	0,9981	0,2352	1,0000
	Média	<b>0,2358</b>		<b>0,2426</b>		<b>0,2369</b>	
EIC5 (1080s)	CP1	0,2295	0,9980	0,1602	0,9959	0,2333	0,9983
	CP2	0,2430	0,9984	0,1502	0,9863	0,2485	0,9985
	CP3	0,2360	0,9974	0,1582	0,9905	0,2421	0,9987
	Média	<b>0,2362</b>		<b>0,1562</b>		<b>0,2413</b>	

		1 Estágio		2 Estágios			
		$\eta$	$R^2$	$\eta_1$	$R^2$	$\eta_2$	$R^2$
	CP1	0,2648	0,9932	0,2954	0,9950	0,2165	0,9955
EIC6	CP2	0,2606	0,9929	0,2901	0,9990	0,2203	0,9940
(45s)	CP3	0,2580	0,9943	0,2834	0,9995	0,2120	0,9958
	Média	<b>0,2611</b>		<b>0,2896</b>		<b>0,2163</b>	
	CP1	0,2638	0,9974	0,2790	0,9997	0,2303	0,9977
EIC7	CP2	0,2602	0,9983	0,2716	0,9997	0,2280	0,9984
(90s)	CP3	0,2501	0,9995	0,2532	0,9996	0,2250	0,9995
	Média	<b>0,2580</b>		<b>0,2679</b>		<b>0,2278</b>	
	CP1	0,2855	0,9986	0,2916	0,9987	0,2348	0,9987
EIC8	CP2	0,2786	0,9985	0,2854	0,9989	0,2306	0,9986
(360s)	CP3	0,2732	0,9986	0,2762	0,9980	0,2377	0,9987
	Média	<b>0,2791</b>		<b>0,2844</b>		<b>0,2344</b>	
	CP1	0,2492	0,9954	0,2668	0,9992	0,1956	0,9955
EIC9	CP2	0,2469	0,9941	0,2676	0,9993	0,1890	0,9946
(1080s)	CP3	0,2539	0,9950	0,2732	0,9920	0,1989	0,9952
	Média	<b>0,2500</b>		<b>0,2692</b>		<b>0,1945</b>	

		1 Estágio		2 Estágios			
		$\eta$	$R^2$	$\eta_1$	$R^2$	$\eta_2$	$R^2$
	CP1	0,2066	0,9956	0,1757	0,9987	0,2222	0,9985
EIC6	CP2	0,2140	0,9922	0,1699	0,9993	0,2379	0,9983
(45s)	CP3	0,2167	0,9932	0,1765	0,9993	0,2404	0,9984
	Média	<b>0,2124</b>		<b>0,1740</b>		<b>0,2335</b>	
	CP1	0,2107	0,9866	0,1531	0,9986	0,2404	0,9965
EIC7	CP2	0,2041	0,9893	0,1573	0,9991	0,2315	0,9967
(90s)	CP3	0,2031	0,9849	0,1468	0,9968	0,2361	0,9965
	Média	<b>0,2060</b>		<b>0,1524</b>		<b>0,2360</b>	
	CP1	0,2065	0,9771	0,0752	0,9005	0,2298	0,9953
EIC8	CP2	0,2023	0,9738	0,0846	0,9069	0,2313	0,9963
(360s)	CP3	0,2027	0,9775	0,0970	0,9590	0,2300	0,9958
	Média	<b>0,2038</b>		<b>0,0856</b>		<b>0,2304</b>	
	CP1	0,2014	0,9904	0,0960	0,9364	0,2160	0,9996
EIC9	CP2	0,1877	0,9924	0,0965	0,9592	0,1996	0,9996
(1080s)	CP3	0,1982	0,9892	0,0966	0,9356	0,2138	0,9996
	Média	<b>0,1958</b>		<b>0,0964</b>		<b>0,2098</b>	

		1 Estágio		2 Estágios			
		$\eta$	$R^2$	$\eta_1$	$R^2$	$\eta_2$	$R^2$
	CP1	0,2616	0,9927	0,1624	0,9956	0,2798	0,9989
EIC6	CP2	0,2604	0,9920	0,1627	0,9936	0,2803	0,9991
(45s)	CP3	0,2593	0,9942	0,1725	0,9987	0,2758	0,9993
	Média	<b>0,2604</b>		<b>0,1659</b>		<b>0,2786</b>	
	CP1	0,2625	0,9910	0,1592	0,9894	0,2841	0,9992
EIC7	CP2	0,2579	0,9915	0,1540	0,9868	0,2773	0,9990
(90s)	CP3	0,2618	0,9894	0,1350	0,9702	0,2827	0,9990
	Média	<b>0,2607</b>		<b>0,1494</b>		<b>0,2814</b>	
	CP1	0,2450	0,9923	0,1115	0,9836	0,2561	0,9968
EIC8	CP2	0,2488	0,9922	0,1347	0,9819	0,2616	0,9963
(360s)	CP3	0,2469	0,9924	0,1244	0,9840	0,2589	0,9964
	Média	<b>0,2469</b>		<b>0,1235</b>		<b>0,2589</b>	
	CP1	0,1796	0,9890	0,0723	0,9109	0,1874	0,9933
EIC9	CP2	0,1825	0,9868	0,0644	0,9385	0,1947	0,9957
(1080s)	CP3	0,1834	0,9856	0,0613	0,9184	0,1965	0,9957
	Média	<b>0,1818</b>		<b>0,0660</b>		<b>0,1929</b>	