

Efeitos de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica na microestrutura, partição de elementos e temperatura M_s em um aço TRIP780

Natália Aparecida Barbosa Pimenta ¹
Charles Henrique Xavier Morais Magalhães ¹
Pablo Henrique Kelly Campos ¹
Geraldo Lúcio de Faria ^{1*} 

Resumo

Neste trabalho, o efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre a microestrutura, partição de elementos e temperatura M_s foi estudado para um aço TRIP780. Por meio de dados dilatométricos e caracterização microestrutural, diferentes ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica foram avaliados. Os resultados obtidos experimentalmente foram comparados com aqueles obtidos por meio de simulações computacionais no equilíbrio. Concluiu-se que, quanto menor a temperatura de austenitização intercrítica, menor é a fração de austenita formada tanto no equilíbrio quanto fora dele. Verificou-se ainda que, quanto menor a fração de austenita formada, maior é a concentração de C e Mn na referida fase, assim como menor é a concentração de Si. Esse cenário favorece a formação de bainita durante a têmpera e diminui significativamente a temperatura M_s . Os resultados obtidos apontam que o conhecimento dos efeitos da austenitização intercrítica em um aço C-Mn-Si tem grande potencial para ser aplicado com o objetivo de se definir ciclos térmicos que favoreçam a estabilidade da austenita e permitam o ajuste fino da temperatura M_s , possibilitando que tratamentos térmicos atuais, como têmpera e partição, possam ser empregados com significativas chances de sucesso.

Palavras-chave: Austenitização intercrítica; Aço TRIP780; Partição; Temperatura M_s .

Effects of quenching heat treatments with intercritical austenitizing in the microstructure, elements partition and M_s temperature in a TRIP780 steel

Abstract

In this work, the effect of quenching heat treatments with intercritical austenitizing on the microstructure, element partition and M_s temperature was studied for a TRIP780 steel. Using dilatometric data and microstructural characterization, different quenching cycles with intercritical austenitizing were evaluated. The results experimentally obtained were compared with those obtained by in-equilibrium computational simulations. It was concluded that the lower the intercritical temperature, the lower the austenite fraction in both conditions: in- and non-equilibrium. It was also found that the lower the austenite fraction, the higher its C and Mn contents, as well as the lower its Si concentration. This scenario favors the formation of bainite during quenching and significantly decreases the M_s temperature. These results show that the knowledge about the effects of intercritical austenitizing on a C-Mn-Si steel has great potential to be applied in order to define thermal cycles that favor the austenite stability and allow the fine adjustment of the M_s temperature, making it possible that important and actual heat treatments, such as quenching and partitioning, can be used with great chance of success.

Keywords: Intercritical austenitizing; TRIP780 steel; Partitioning; M_s temperature.

1 Introdução

Nas últimas décadas, a indústria automotiva tem passado por muitas mudanças, no sentido de se atender à normas ambientais e de segurança cada vez mais rígidas.

Os requisitos exigidos podem ser satisfeitos, em parte, pela utilização de chapas de aços avançados de elevada resistência mecânica (AHSS) cada vez mais finas, reduzindo o peso

¹Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

*Autor correspondente: geraldofaria@yahoo.com.br; geraldofaria@demet.em.ufop.br



e elevando a segurança dos automóveis. Nesse contexto, percebe-se uma evolução contínua dos aços automotivos, como os aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) e os aços DP (*Dual Phase*), AHSS de primeira geração, e os aços TWIP (*Twinning-Induced Plasticity*), AHSS de segunda geração [1].

Assim, existe uma constante busca pelo desenvolvimento de aços que apresentem uma relação entre resistência mecânica e tenacidade melhorada, para aplicação automotiva. Muitos estudos [1-4] vêm sendo desenvolvidos a fim de se definir rotas de tratamentos térmicos que permitam obter uma terceira geração de AHSS. Uma dessas rotas que tem ganhado grande destaque é a de têmpera e partição (Q&P), a qual tem sido aplicada em escala experimental com resultados promissores para aços C-Mn-Si e C-Mn-Al [5-7]. Trabalhos recentes têm mostrado, para alguns tipos de aços, um grande potencial em se utilizar austenitização intercrítica como etapa que antecede os ciclos térmicos de têmpera e partição. Considerando que em linhas de produção de aços TRIP já se utiliza atualmente austenitização intercrítica, o *design* de tratamentos industriais de Q&P a partir de aços parcialmente austenitizados poderia ser favorecido [6,7]. Durante a austenitização intercrítica, a austenita formada será significativamente mais rica em C e Mn do que aquela formada em uma austenitização completa e, portanto, durante um resfriamento contínuo, ela terá sua cinética de decomposição em constituintes difusionais, como ferrita proeutóide e perlita, retardada [8]. Com o enriquecimento da austenita, principalmente em C e Mn, haverá uma tendência de diminuição da temperatura M_s e aumento da fração de austenita retida à temperatura ambiente, principalmente após um processo subsequente de Q&P [5,9,10].

Estudos apontam que, para um determinado tipo de aço, caso os efeitos da austenitização intercrítica sobre a evolução microestrutural, a partição de elementos e a temperatura M_s fossem adequadamente caracterizados, poder-se-ia definir condições ideais de austenitização intercrítica (temperatura e tempo) que conferissem ao aço um balanço adequado de frações ferrita/austenita, um enriquecimento satisfatório da austenita metaestável em C e Mn e um ajuste fino da temperatura M_s que favoreceriam a execução bem sucedida de ciclos térmicos posteriores de têmpera e partição [6,9,10].

O aço TRIP780 é um típico aço C-Mn-Si com composição química favorável [7] para que tratamentos térmicos de têmpera e partição possam ser executados a partir de ciclos térmicos prévios de austenitização intercrítica. Por se tratar de um aço atualmente fabricado no Brasil e de significativa importância para a indústria automotiva, um desenvolvimento desse porte seria de grande relevância. No entanto, como primeira etapa fundamental, é necessário que se caracterize os fenômenos termodinâmicos e cinéticos associados à austenitização intercrítica desse aço. Diante do exposto, este trabalho caracterizou o efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre a evolução microestrutural de um aço com a composição química típica de um TRIP780, avaliando o efeito da

temperatura de austenitização intercrítica sobre as frações de fases, a partição de elementos de liga e a temperatura M_s .

2 Materiais e métodos

2.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste estudo, foram utilizados corpos de prova (CPs) do aço TRIP780, fornecidos pela empresa brasileira Usiminas S.A., os quais possuem composição química e caracterização inicial já relatadas por Magalhães et al. [11]. A Tabela 1 apresenta a composição química do aço TRIP780 estudado. Pode-se notar que se trata de um aço C-Mn-Si que possui características químicas interessantes para tratamentos de Q&P, conforme já descrito na introdução.

Com o auxílio da técnica de dilatométrica, Magalhães et al. [11] obtiveram o diagrama transformação sob resfriamento contínuo (TRC) para o aço TRIP780 em estudo, aplicando um ciclo térmico de aquecimento com uma taxa constante de 3°C/s. De acordo com o diagrama TRC obtido, pôde-se determinar as temperaturas críticas de início (Ac_1) e final (Ac_3) de austenitização como sendo 749°C e 938°C, respectivamente.

A microestrutura do aço estudado no estado de entrega é constituída por ferrita primária e perlita, como apresentada na Figura 1. Vale ressaltar que as micrografias apresentadas não são típicas de um aço TRIP780 em seu estado acabado. Isso se deve ao fato de que, para que fosse possível usar CPs cilíndricos de dilatométrica (10mm de altura x 3mm de diâmetro), foi necessário utilizar uma chapa de aço amostrada em uma etapa intermediária do processo de laminação a quente, com espessura de 4mm e, em seguida, resfriada ao ar.

2.2 Procedimentos experimentais

2.2.1 Simulação computacional de transformação de fases no equilíbrio

Para se determinar o diagrama de fases do aço estudado, assim como avaliar o efeito da temperatura de austenitização intercrítica sobre a concentração de elementos de liga nas fases austenita e ferrita na condição de equilíbrio termodinâmico, simulações computacionais foram executadas utilizando-se o *software MatCalc*® versão 5.62. A base de dados utilizada para a realização dos cálculos foi a mc-fe-V2.060.

Tabela 1. Composição química do aço TRIP780 (%p.). Adaptado de Magalhães et al. [11]

AÇO TRIP780										
C	Mn	Si	Cr	P	Al	Mo	Cu	Ni	Ti	S
0,23	1,63	1,32	0,03	0,0257	0,02	0,02	0,02	0,01	0,0034	0,0014

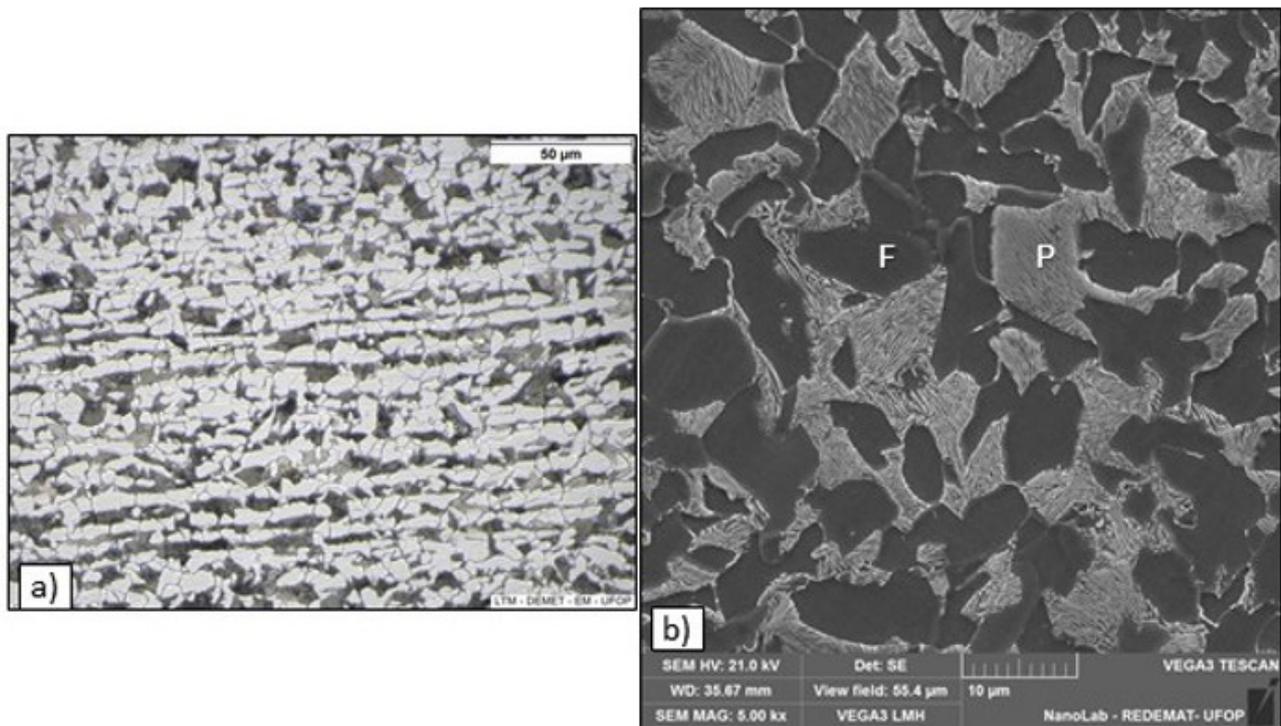


Figura 1. Micrografia das amostras do aço TRIP780 no estado de entrega obtida por: (a) microscopia óptica (MO) – 500x; (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV) – 5000x. F = Ferrita; P = Perlita.

A composição química do aço estudado, apresentada na Tabela 1, foi utilizada como dado de entrada para as simulações.

2.2.2 Simulação física de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercristica

Foram usinados 14 CPs do aço TRIP780 para ensaios de dilatometria. Estes CPs são maciços e possuem forma cilíndrica com dimensões de 10mm de altura e 3mm de diâmetro. Eles foram amostrados de forma que sua direção longitudinal coincidissem com a direção de laminação da chapa.

Os corpos de prova foram submetidos a diversos ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercristica executados em um dilatômetro de têmpera da marca LINSEIS modelo R.I.T.A. L78. Por meio dos dados de dilatometria, construiu-se curvas de variação do comprimento relativo dos corpos de prova em função da temperatura, para cada ciclo térmico executado. Essas curvas foram tratadas por meio do *software Origin Pro 9.0*. As temperaturas A_{c1} e A_{c3} foram determinadas por meio de aquecimento contínuo a 3°C/s , observando-se desvios na linearidade das curvas. Além disso, fazendo-se o uso da regra da alavanca nessas mesmas curvas, foi possível estimar as frações de ferrita e austenita em função da temperatura [12].

Baseado nos resultados obtidos por Magalhães et al. [11], ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercristica foram planejados de forma a avaliar os efeitos

da temperatura em duas diferentes situações: a) intervalo de tempo de isoterma de 1s (avaliar cenário imediatamente após o aquecimento contínuo); b) intervalo de isoterma de 600s (avaliar um cenário de quase-equilíbrio). Em cada um dos ciclos propostos, os dados dilatométricos foram avaliados e as temperaturas de início de transformação martensítica (M_s) foram medidas pelo método do desvio mínimo. A Tabela 2 apresenta as condições avaliadas.

As microestruturas resultantes de cada um dos tratamentos térmicos foram analisadas por meio de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para isso, as amostras foram submetidas a etapas de preparação metalográfica padrão recomendadas pela norma ASTM E3-01 [13] e atacadas com o reativo Nital 4%.

A região analisada foi a correspondente à seção transversal da amostra cilíndrica. As micrografias foram obtidas por meio do MO marca LEICA, modelo DM2700M. As imagens de MEV foram obtidas utilizando-se um MEV TESCAN modelo VEGA3.

Por meio das micrografias obtidas por MEV, com aumentos de 3000x, a fração volumétrica da fase ferrítica pôde ser determinada com o auxílio do *software ImageJ*. Os grãos de ferrita foram identificados e então a fração volumétrica foi determinada pelo método quantitativo das áreas. Para assegurar a acurácia dos resultados, foi realizada uma análise estatística dos dados, utilizando-se uma precisão relativa percentual (%RA) abaixo de 10%, de acordo com

Tabela 2. Ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica investigados

	Taxa de aquecimento (°C/s)	Temperatura de austenitização (°C)	Tempo de austenitização (s)	Taxa de resfriamento (°C/s)
Condição 1	3	780	1	200
Condição 2	3	780	600	200
Condição 3	3	800	1	200
Condição 4	3	800	600	200
Condição 5	3	820	1	200
Condição 6	3	820	600	200
Condição 7	3	850	1	200
Condição 8	3	850	600	200
Condição 9	3	860	1	200
Condição 10	3	860	600	200
Condição 11	3	880	1	200
Condição 12	3	880	600	200
Condição 13	3	900	1	200
Condição 14	3	900	600	200

um intervalo de 95% de confiança (95%CI), como orienta a norma ASTM E1245-03 [14].

3 Resultados e discussão

3.1 Diagrama de fases no equilíbrio

A Figura 2 apresenta o diagrama de fases do aço TRIP780 obtido por meio de simulação no *software MatCalc*[®]. Por meio desse diagrama, verifica-se que as temperaturas A_{e1} e A_{e3} são, respectivamente, 698°C e 834°C. Ao se comparar esses valores com A_{c1} (749°C) e A_{c3} (938°C) medidos por dilatométrica, verificou-se que, fora do equilíbrio, considerando a taxa de aquecimento de 3°C/s, houve um incremento de 6,8% na temperatura de início e de 11% na temperatura de final de austenitização, o que era esperado em função do efeito de superaquecimento. Kang et al. [2] obtiveram resultados semelhantes ao estudarem um aço com 0,24% de C, 1,53% de Si e 2,0% de Mn.

3.2 Efeitos da temperatura e do tempo de austenitização intercrítica sobre a microestrutura

A Figura 3 apresenta as microestruturas de todas as amostras submetidas aos tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica. De forma geral, pode-se observar que, com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, há uma contínua diminuição da fração de ferrita e aumento da fração de martensita.

Com esse aumento da temperatura, há um aumento da força motriz associada à formação de austenita e, considerando que há energia suficiente para a evolução dos processos difusionais, espera-se um aumento contínuo da fração de austenita que, quando temperada, daria origem a diferentes estruturas complexas constituídas por bainita, martensita e austenita retida, a depender da composição

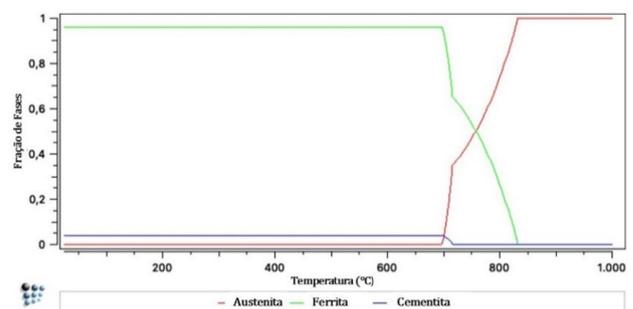


Figura 2. Diagrama de fases do aço TRIP780 obtido com o auxílio do *software MatCalc*[®] (frações volumétrica).

química da austenita, assim como da taxa de resfriamento empregada [5,15-17].

Ao se comparar, para todas as temperaturas avaliadas, a influência do tempo, percebe-se que, devido ao fato de que a formação de austenita é controlada por mecanismos difusionais (termicamente ativados e que evoluem no tempo), para as isotermas de 1s, as frações de ferrita não transformada são maiores do que aquelas verificadas com 10min. de isoterma, especialmente para as menores temperaturas, nas quais as taxas de difusão de carbono na estrutura são menores [15,18,19].

Alguns aspectos microestruturais relevantes devem ser destacados. A Figura 3a, por exemplo, apresenta a microestrutura da amostra submetida a 1s na temperatura intercrítica de 780°C. É possível observar que a microestrutura resultante é refinada, típica de uma austenitização incompleta. Nessa condição, a perlita inicial se transformou completamente em austenita, dando origem a pequenas frações de bainita e martensita após o resfriamento acelerado. Considerando o diagrama TRC determinado por Magalhães et al. [11] e a taxa de resfriamento de 200°C/s empregada nos experimentos, não seria esperada a formação de bainita. Entretanto, para uma

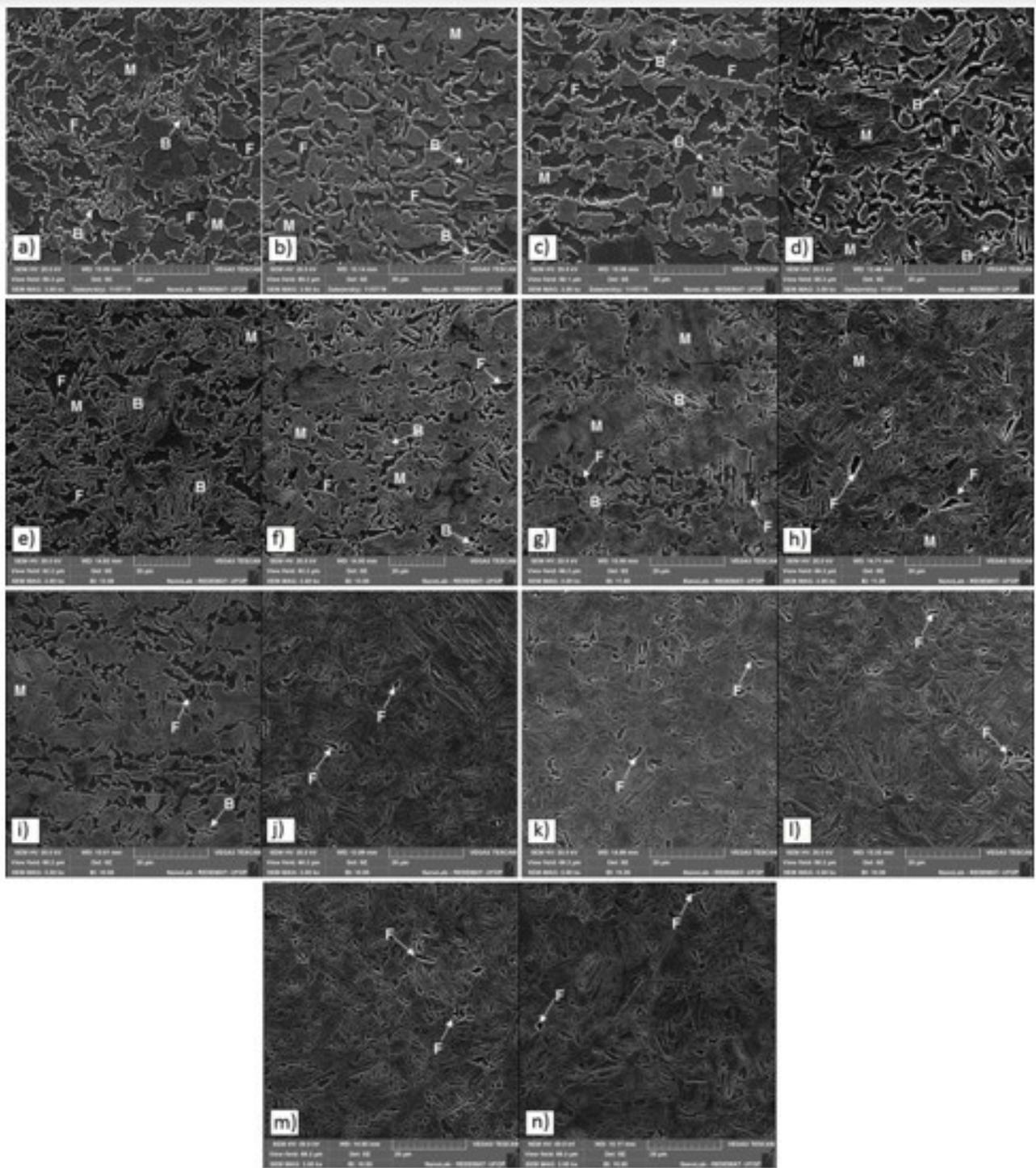


Figura 3. Micrografias obtidas por MEV para os ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercristica: (a) 780°C, 1s; (b) 780°C, 10 min; (c) 800°C, 1s; (d) 800°C, 10 min; (e) 820°C, 1s; (f) 820°C, 10 min; (g) 850°C, 1s; (h) 850°C, 10 min; (i) 860°C, 1s; (j) 860°C, 10 min; (k) 880°C, 1s; (l) 880°C, 10 min; (m) 900°C, 1s; (n) 900°C, 10 min. Aumento de 3000x. Ataque Nital 4%. F = Ferrita; B = Bainita; M = Martensita.

temperatura de austenitização baixa, os grãos austeníticos formados são relativamente pequenos, implicando em maior densidade de contornos de grão e, portanto, favorecendo a nucleação da bainita, mesmo para elevadas taxas de resfriamento [16].

Observa-se também que, com o aumento da temperatura de austenitização intercristica e aumento da fração de austenita, há uma diminuição da fração de bainita e a morfologia da martensita vai se definindo melhor como a clássica martensita em ripas. Outros autores observaram efeitos microestruturais

semelhantes, relatando que com o aumento da fração de austenita, esta possuiria menor concentração de C e maior tamanho de grão austenítico. A diminuição da concentração de C favoreceria a transformação bainítica enquanto que o aumento do tamanho de grão austenítico a desfavoreceria, gerando, portanto, efeitos contrários. Entretanto, ao se considerar a significativa concentração de Si no aço, muitas vezes segregado nas interfaces ferrita-austenita, ou austenita-austenita, alguns autores afirmam que a taxa de nucleação bainítica nessas interfaces seria drasticamente reduzida e isso atribuiria maior influência ao efeito do crescimento de grão austenítico. No entanto, ainda assim haveria certa fração de bainita/ferrita acicular nucleada intragranularmente a partir de inclusões [2,16].

3.3 Evolução das frações de fases durante austenitização intercrítica

A Figura 4 apresenta as frações de ferrita e austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica. Essas frações foram determinadas aplicando-se três diferentes métodos: (i) simulação computacional no equilíbrio; (ii) regra da alavanca aplicada aos dados dilatométricos; (iii) metalografia quantitativa aplicada às amostras de dilatometria submetidas às isoterma de 1s e 10min. A Figura 4 confirma a tendência de diminuição da fração de ferrita e crescimento da fração de austenita com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, conforme esperado [15].

Considerando as frações calculadas por meio de simulação computacional no equilíbrio como uma referência, pode-se afirmar que para toda a faixa de temperatura estudada, as frações de austenita calculadas por meio da aplicação da regra da alavanca foram significativamente menores. Isto se deve ao fato de que esse método considerou apenas a fração

de austenita formada na etapa de aquecimento contínuo até a temperatura desejada, sem considerar o tempo de isoterma ($t=0s$). Além disso, sabe-se que esse método consiste em um cálculo aproximado das frações de fases por meio da variação relativa de volume.

Em relação aos dados obtidos por metalografia quantitativa, nota-se que quanto maior o tempo de isoterma, mais os dados experimentais se aproximam da curva de equilíbrio. De acordo com a literatura técnica [19], o tempo para que a difusão de carbono em uma ferrita supersaturada ocorra é da ordem de milissegundos.

Como a cinética de nucleação e crescimento da austenita é fortemente dependente da mobilidade dos átomos de carbono, isso justifica que mesmo para um pequeno intervalo de tempo de isoterma, como o de 1s, a fração de austenita aumente significativamente em relação à fração formada apenas no aquecimento contínuo, calculada pela regra da alavanca. Os dados experimentalmente obtidos com 10 minutos de isoterma são os que mais se aproximam da condição de equilíbrio, chegando então a uma condição de quase-equilíbrio, na qual as frações das fases são muito próximas daquelas previstas no equilíbrio, mas não as suas composições químicas.

3.4 Efeito da temperatura de austenitização intercrítica sobre a partição de C, Mn e Si no equilíbrio

A Figura 5 apresenta as concentrações dos elementos carbono, manganês e silício na austenita, bem como a fração de austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica. Essas concentrações e frações foram calculadas por meio de simulações computacionais executadas no *Software MatCalc*[®] considerando condições de equilíbrio

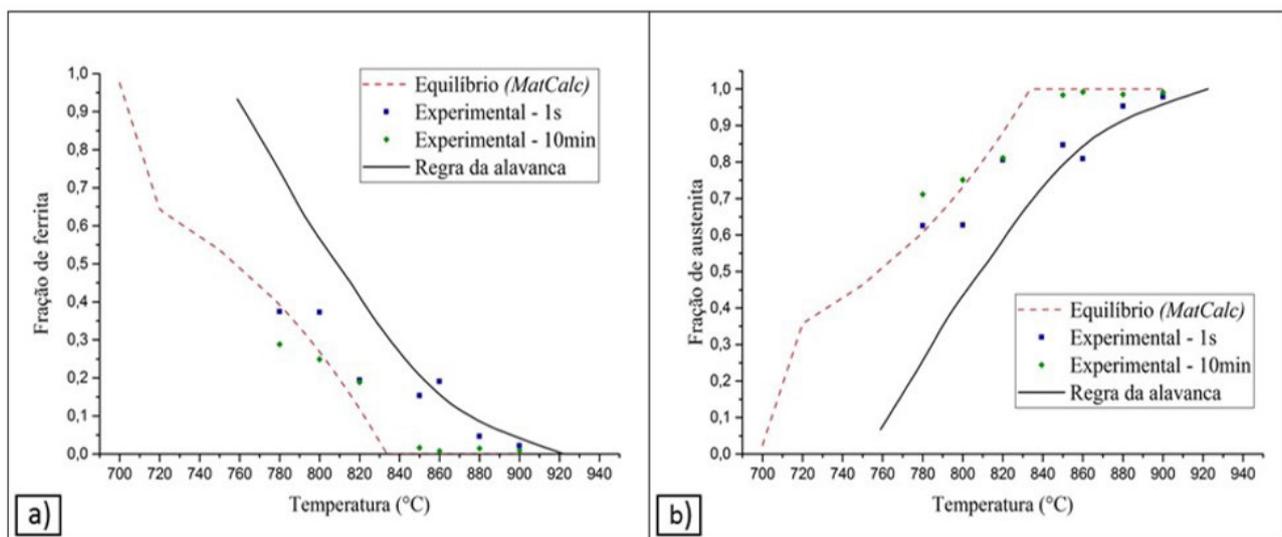


Figura 4. Gráficos das frações volumétricas de (a) ferrita e (b) austenita durante a austenitização intercrítica calculadas por simulação computacional no equilíbrio, por meio da utilização da regra da alavanca aplicada aos dados dilatométricos e experimentalmente determinadas por metalografia quantitativa.

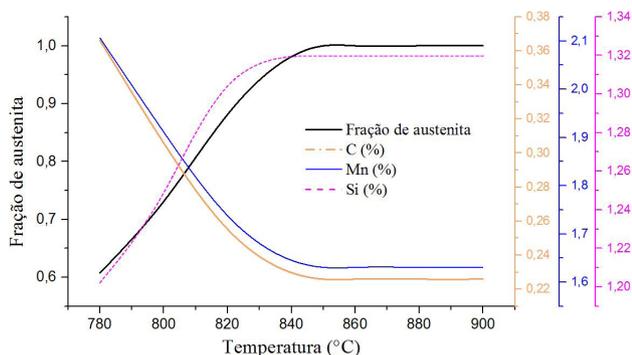


Figura 5. Fração volumétrica de austenita e concentrações de C, Mn e Si na austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica.

termodinâmico. Ao se analisar as curvas obtidas, pode-se observar que, à medida que a fração de austenita aumenta, a concentração dos elementos C e Mn nessa fase diminuem. Essa tendência está de acordo com os resultados obtidos por Behera e Olson [4]. A ocorrência desse fenômeno se deve ao fato de que as interfaces mais ricas em C e Mn serão aquelas em que a austenita se nucleará preferencialmente. Com isso, os primeiros grãos de austenita serão mais ricos nesses elementos e pobres em Si (visto que o Si é um elemento α -gêneo). À medida que a fração volumétrica de austenita aumenta, há uma contínua difusão de carbono catalisando seu crescimento, porém, justamente devido a esse aumento de fração volumétrica, a concentração de carbono tende a diminuir até atingir o teor de C do aço quando a estrutura for completamente austenítica [5,12].

Ao se pensar na austenitização intercrítica como um estágio prévio à têmpera e partição (Q&P), alguns aspectos relevantes devem ser discutidos. As concentrações de C e de Mn na austenita são parâmetros de grande importância, pois ambos elementos contribuem fortemente para a estabilidade da austenita e controle da temperatura M_s . Tendo em vista os resultados apresentados na Figura 5, poder-se-ia imaginar que, quanto menor a temperatura de austenitização intercrítica, mais rica seria a austenita nesses elementos e, portanto, maior seria sua estabilidade, o que retarda as transformações difusionais em temperaturas acima de M_s , e favorece o aumento da fração de austenita retida em uma dada temperatura de final de têmpera T_f entre M_s e M_f . Entretanto, ao se pensar na austenita retida ao final de um processo de Q&P, isso não é uma verdade absoluta, como concluem também outros autores [2,10,17]. Em temperaturas de austenitização intercrítica muito baixas, próximas de A_{c1} , a fração de ferrita será muito elevada e a fração de martensita formada em T_f será muito pequena, não possuindo carbono suficiente para enriquecer a austenita na etapa de partição e, portanto, não sendo suficiente para a estabilização da austenita à temperatura ambiente. Além disso, a elevada fração de ferrita, associada à baixa fração de martensita, implicaria em uma resistência mecânica relativamente baixa para o produto do tratamento [2,20].

Para uma dada temperatura de final de têmpera T_f , espera-se uma condição que possua uma quantidade significativa de martensita, com carbono suficiente para viabilizar a etapa de partição (diminuindo o M_s da austenita não transformada) e também para auxiliar na estabilização mecânica da austenita, retendo-a à temperatura ambiente [2]. Também pode não ser desejável uma temperatura de austenitização intercrítica muito elevada, pois nesse contexto, a temperatura M_s tenderá a subir e a fração de martensita em uma temperatura T_f será muito elevada. Segundo Kang et al. [2], a fração de austenita retida tenderá a diminuir significativamente, assim como a fração de martensita revenida durante uma etapa relativamente longa de partição será elevada, degradando a resistência mecânica do produto. No entanto, para tempos de partição relativamente curtos, essa condição favorecerá a estabilidade de filmes de austenita retida entre as ripas de martensita, porém em menor quantidade. Nesse cenário, poderá haver um ganho expressivo de resistência mecânica, mas se perderá em ductilidade.

Por outro lado, ao se observar na Figura 5 a variação da concentração do Si na austenita, percebe-se que ela aumenta com o aumento da fração de austenita. Isso pode ser explicado pelo fato de que esse elemento é α -gêneo e, portanto, na região em que está concentrado, ocorre um decréscimo na taxa de austenitização. Nesse cenário, os primeiros cristais de austenita serão relativamente pobres em Si, mas à medida em que a austenitização evolui, a fase será inevitavelmente enriquecida pelo elemento.

Nouri et al. [3], estudando aços DP com diferentes teores de Si, mostraram que o teor de silício aumenta o coeficiente de partição de Mn entre as fases ferrita e austenita durante o recozimento intercrítico. Como o Mn é um importante elemento estabilizador da austenita, o crescimento dessa fase também será controlado pela difusão de Mn, aumentando a estabilidade da austenita quanto maior for o teor de manganês. Então, um aumento no teor de silício será benéfico no que diz respeito à estabilidade da austenita [3].

Portanto, uma condição de austenitização intercrítica que favoreça tratamentos térmicos de Q&P posteriores será aquela que possibilite a obtenção de uma proporção ferrita-austenita adequada, de forma que a austenita formada seja a mais rica possível em C, Mn e Si e que, para uma dada temperatura de têmpera T_f , a fração de martensita formada seja suficiente para enriquecer a austenita retida em carbono, mantendo-a estável até a temperatura ambiente.

3.5 Efeito da temperatura de austenitização intercrítica e partição de elementos na temperatura de início de transformação martensítica (M_s)

Uma forma de se calcular a temperatura de início de transformação martensítica é fazendo-se uso de equações empíricas, provenientes de regressões lineares múltiplas aplicadas a uma dada família de aços, na qual o valor da temperatura M_s é baseado unicamente na composição química

da austenita na iminência da transformação. As Equações 1, 2 e 3 são algumas equações disponíveis na literatura técnica para o cálculo de M_s em aços AHSS, como o estudado neste trabalho [21].

$$M_s = 499 - 308\%C - 32,4\%Mn - 27\%Cr - 16,2\%Ni - 10,8\%Si - 10,8\%W \quad (1)$$

$$M_s = 499 - 324\%C - 32,4\%Mn - 27\%Cr - 16,2\%Ni - 10,8\%Si - 10,8\%Mo - 10,8\%W \quad (2)$$

$$M_s = 499 - 292\%C - 32,4\%Mn - 22\%Cr - 16,2\%Ni - 10,8\%Si - 10,8\%Mo \quad (3)$$

A Tabela 3 apresenta os valores unitários e a média de valores de M_s determinados por meio das Equações 1, 2 e 3 para cada temperatura de austenitização intercristica. Os cálculos de M_s foram realizados considerando-se as composições químicas de austenita obtidas por meio das simulações feitas por meio do software *MatCalc*[®] no equilíbrio. A Tabela 3 também compara os valores calculados com

aqueles experimentalmente determinados por dilatométrica para as isotermas de 10min. (condição de quase-equilíbrio). Destaca-se que as denominações M_s^1 , M_s^2 e M_s^3 correspondem, respectivamente, às temperaturas de início de transformação martensítica calculadas pelas Equações 1, 2 e 3.

Da mesma forma, a Figura 6a apresenta um comparativo entre os valores médios de M_s calculados por meio das equações empíricas com aqueles medidos experimentalmente. A mesma figura ainda apresenta, em paralelo, a fração de ferrita e a concentração de carbono na austenita formada. Todos esses dados são apresentados como uma função da temperatura de austenitização intercristica. Pode-se notar que a concentração de carbono na austenita e a fração de ferrita seguem a mesma tendência, diminuindo com o aumento da temperatura, como já explicado anteriormente. Já a curva das temperaturas M_s calculadas seguem uma tendência contrária. Quando a temperatura intercristica está mais próxima de A_{c1} , as concentrações de C e Mn na austenita são maiores e, conseqüentemente, a temperatura M_s diminui drasticamente [5,15].

A literatura técnica aponta que, uma vez estimadas as temperaturas M_s como uma função das temperaturas de

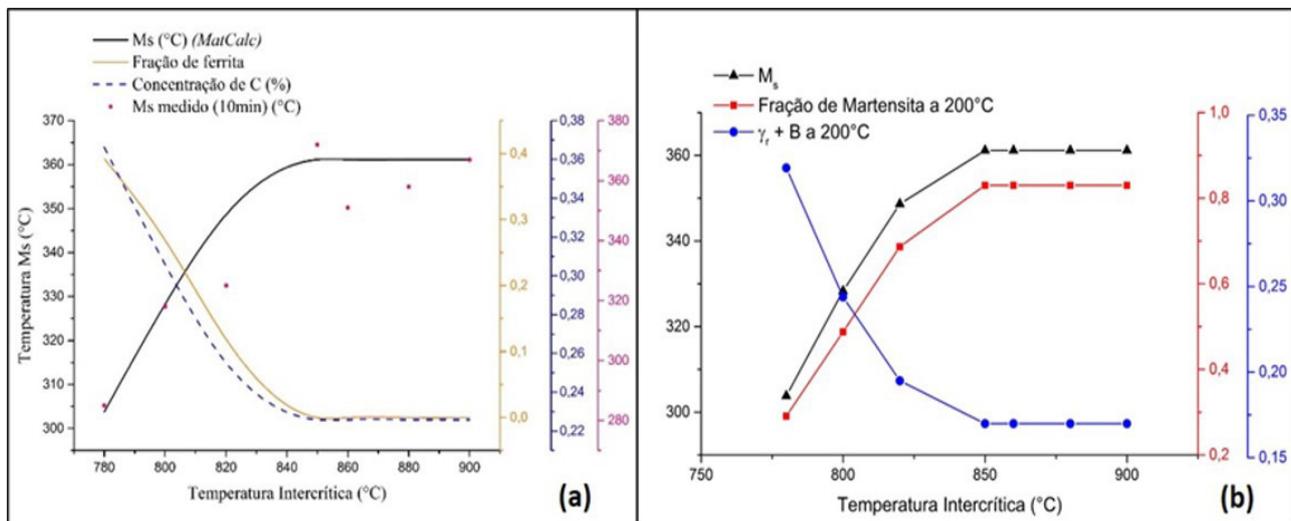


Figura 6. (a) Temperatura M_s no equilíbrio, M_s medido para isoterma de 10min, concentração de C e fração volumétrica de ferrita em função da temperatura de austenitização intercristica; (b) temperatura M_s no equilíbrio, fração volumétrica de martensita a 200°C e fração volumétrica de $\gamma_r + B$ a 200°C em função da temperatura de austenitização intercristica.

Tabela 3. Comparação entre os valores de M_s calculados por meio de equações empíricas e os determinados experimentalmente por dilatométrica na condição experimental de 10 minutos de isoterma

Temperatura de Austenitização (°C)	M_s^1 (°C)	M_s^2 (°C)	M_s^3 (°C)	M_s médio	M_s medido (10min) (°C)
780	304	298	310	304	285
800	328	323	333	328	318
820	349	344	353	349	325
850	361	357	365	361	372
860	361	357	365	361	351
880	361	357	365	361	358
900	361	357	365	361	367

austenitização intercrítica, a fração de austenita retida em uma temperatura de final de têmpera T_f qualquer, entre M_s e M_p , pode ser estimada por meio da equação de Koistinen-Marburger (Equação 4) [22]. Nessa equação, $f_M^{T_f}$ é a fração de martensita na temperatura de final de têmpera T_f , M_s é a temperatura de início de transformação martensítica e k é uma constante de ajuste que tem sido constantemente adotada como $1,1 \times 10^{-2}$ para aços AHSS C-Mn-Si [2].

$$f_M^{T_f} = 1 - e^{-k(M_s - T_f)} \quad (4)$$

Dessa forma, considerando uma temperatura $T_f = 200^\circ\text{C}$, por meio da Equação 4, a fração de martensita nessa temperatura foi calculada como uma função da temperatura de austenitização intercrítica. Considerando que em todas as temperaturas de austenitização as microestruturas sejam constituídas por ferrita, bainita, martensita e austenita retida, a fração de austenita retida a $200^\circ\text{C} + \text{bainita } (\gamma_r + \text{B})$ foi calculada pela subtração 1 menos as frações de ferrita e de martensita. Dessa forma, a Figura 6b apresenta $\gamma_r + \text{B}$ a 200°C , a fração de martensita formada até 200°C , assim como a temperatura M_s , todos em função da temperatura de austenitização intercrítica. Ao se comparar a Figura 5 com a Figura 6, pode-se afirmar que em condições de equilíbrio, ou quase-equilíbrio, a faixa de temperatura de austenitização intercrítica entre 800°C e 820°C seria favorável para um posterior tratamento de têmpera e partição (Q&P) no aço TRIP780 estudado. Considerando o balanço de características desejáveis e já discutido, pode-se afirmar que: i) essa é uma faixa de temperatura onde a fração volumétrica de ferrita não é muito elevada ($\approx 0,25$) para deteriorar a resistência mecânica do material; ii) a proporção de fração das fases martensita e austenita é interessante (1:0,5), uma vez que há martensita rica o suficiente em C e Si para propiciar uma etapa de partição eficaz sem a precipitação em massa de carbonetos; iii) considerando a temperatura de final de têmpera como 200°C , há uma fração significativa de austenita residual ainda rica em C e Mn ($\approx 0,20$).

Zarei-Hanzaki e Yue [20] concluíram em seu trabalho que existe uma quantidade de ferrita ideal que maximiza a fração de austenita retida. Eles verificaram ao estudarem um aço C-Mn-Si, que a maior fração de austenita retida à temperatura ambiente foi aquela originada de uma austenitização intercrítica que propiciasse uma fração de ferrita não transformada entre 22 e 25,2%, valor semelhante ao sugerido nesse trabalho para o aço TRIP780.

Referências

- 1 Keeler S, Kimchi M, Mooney PJ. Advanced high-strength steels application guidelines version 6.0. Middletown, OH: World Auto Steel; 2017.
- 2 Kang T, Zhao Z, Liang J, Guo J, Zhao Y. Effect of the austenitizing temperature on the microstructure evolution and mechanical properties of Q&P steel. *Materials Science and Engineering A*. 2020;771:138584.

4 Conclusões

Por meio do diagrama de fases obtido por simulação computacional para o aço TRIP780 estudado, foi possível determinar as temperaturas Ae_1 e Ae_3 como sendo 698°C e 834°C , respectivamente. As temperaturas Ac_1 e Ac_3 obtidas para uma taxa de aquecimento de 3°C/s são 749°C e 938°C respectivamente.

A temperatura de austenitização intercrítica possui grande influência sobre a microestrutura do aço TRIP780. À medida em que se aumenta a temperatura, a fração de ferrita não transformada diminui e, conseqüentemente, a fração de austenita aumenta. Ao se comparar as frações de ferrita e austenita obtidas experimentalmente com aquelas calculadas por simulação computacional, verificou-se que a condição de 10min. de isoterma é suficiente para levar o sistema a uma condição de quase-equilíbrio.

O aço TRIP780 quando parcialmente austenitizado nas diferentes temperaturas avaliadas e resfriado até 200°C , apresentou microestruturas complexas constituídas por diferentes frações de ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica menores as frações de ferrita e bainita e maior a fração de martensita com morfologia predominante de ripas.

Com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, as concentrações dos elementos C e Mn diminuem na austenita, enquanto a de Si aumenta. Conseqüentemente, durante a têmpera há uma tendência de aumento da temperatura M_s .

Pode-se afirmar que, em condições de quase-equilíbrio, a faixa de temperatura de austenitização intercrítica entre 800°C e 820°C seria a mais favorável para um posterior tratamento de têmpera e partição (Q&P) bem sucedido no aço TRIP780 estudado. Espera-se que, após uma têmpera a partir de 810°C , considerando-se uma temperatura final de têmpera de 200°C , as frações de ferrita, martensita e austenita retida/bainita se aproximem, respectivamente, de 0,25; 0,55 e 0,20.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro segundo o processo de número 133186/2019-9 e pela bolsa de Produtividade em Pesquisa.

- 3 Nouri A, Saghafian H, Kheirandish S. Effects of silicon content and intercritical annealing on manganese partitioning in dual phase steels. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2010;17(5):44-50.
- 4 Behera AK, Olson GB. Nonequilibrium thermodynamic modeling of carbon partitioning in quench and partition (Q&P) steel. *Scripta Materialia*. 2018;147:6-10.
- 5 Ding R, Tang D, Zhao A, Dong R, Cheng J, Meng X. Effect of intercritical temperature on quenching and partitioning steels originated from martensitic pre-microstructure. *Journal of Materials Research*. 2014;29(21):2525-2533.
- 6 Nyysönen T, Peura P, Moor ED, Williamson D, Kuokkala V-T. Crystallography and mechanical properties of intercritically annealed quench and partitioned high-aluminum steel. *Materials Characterization*. 2019;148:71-80.
- 7 Kong H, Chao Q, Cai MH, Pavlina EJ, Rolfe B, Hodgson PD, et al. Microstructure evolution and mechanical behavior of a CMnSiAl TRIP steel subjected to partial austenitization along with quenching and partitioning treatment. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 2018;49(5):1509-1519.
- 8 Lee SJ, Lee S, De Cooman BC. Mn partitioning during the intercritical annealing of ultrafine-grained 6% Mn transformation-induced plasticity steel. *Scripta Materialia*. 2011;64(7):649-652.
- 9 Han Q, Kang Y, Zhao X, Stanford N, Cai M. Suppression of Ms temperature by carbon partitioning from carbon-supersaturated ferrite to metastable austenite during intercritical annealing. *Materials & Design*. 2013;51:409-414.
- 10 Toji Y, Matsuda H, Herbig M, Choi PP, Raabe D. Atomic-scale analysis of carbon partitioning between martensite and austenite by atom probe tomography and correlative transmission electron microscopy. *Acta Materialia*. 2014;65:215-228.
- 11 Magalhães CHXM, Mourão GMM, Campos PHK, Faria GL. Caracterização das transformações de fases sob resfriamento contínuo de um aço do tipo TRIP780. In: *Anais do 74º Congresso Anual da ABM; 2019 Out 1-3; São Paulo*. São Paulo: Blucher; 2019. p. 203-214.
- 12 Cezário ALS. Caracterização e avaliação de modelos de previsibilidade da cinética de transformação de fases austenita/ferrita de três aços IF [dissertação]. Ouro Preto: Universidade Federal de Ouro Preto; 2018.
- 13 American Society for Testing and Materials. ASTM E3-01: standard practice for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken: ASTM Internacional; 2001.
- 14 American Society for Testing and Materials. ASTM E1245-03: standard practice for determining the inclusion or second-phase constituent content of metals by automatic image analysis. West Conshohocken: ASTM Internacional; 2016.
- 15 Lee S, De Cooman BC. On the selection of the optimal intercritical annealing temperature for medium Mn TRIP steel. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 2013;44(11):5018-5024.
- 16 Matsuzaki A, Bhadeshia HKDH. Effect of austenite grain size and bainite morphology on overall kinetics of bainite transformation in steels. *Materials Science and Technology*. 1999;15(5):518-522.
- 17 Ghaheri A, Shafyei A, Honarmand M. Effects of inter-critical temperatures on martensite morphology, volume fraction and mechanical properties of dual-phase steels obtained from direct and continuous annealing cycles. *Materials & Design*. 2014;62:305-319.
- 18 Zhu X, Zhang K, Li W, Jin X. Effect of retained austenite stability and morphology on the hydrogen embrittlement susceptibility in quenching and partitioning treated steels. *Materials Science and Engineering A*. 2016;658:400-408.
- 19 Mujahid SA, Bhadeshia HKDH. Partitioning of carbon from supersaturated ferrite plates. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1992;40(2):389-396.
- 20 Zarei-Hanzaki A, Yue S. Ferrite formation characteristics in Si-Mn TRIP steels. *ISIJ International*. 1997;37(6):583-589.
- 21 Liu C, Zhao Z, Northwood DO, Liu Y. A new empirical formula for the calculation of MS temperatures in pure iron and super-low carbon alloy steels. *Journal of Materials Processing Technology*. 2001;113(1-3):556-562.
- 22 Koistinen DP, Marburger RE. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica*. 1959;7(1):59-60.

Recebido: 1 Set. 2020

Aceito: 18 Jan. 2021