UNESP
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

Guaratinguetá
2010

CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI

METODOLOGIA PARA CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA
DE UM AÇO TRIP POR MICROSCOPIA ÓPTICA

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Guaratinguetá
2010

F961m	<p>Fukugauchi, Cristina Sayuri</p> <p>Metodologia para caracterização metalográfica de um aço TRIP por microscopia óptica / Cristina Sayuri Fukugauchi . – Guaratinguetá : [s.n.], 2010</p> <p>122 f. : il.</p> <p>Bibliografia: f. 109-122</p> <p>Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2010</p> <p>Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira</p> <p>1. Metalografia I. Título</p> <p>CDU 620.18</p>
-------	---

CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA
Orientador / Unesp-Feg

Prof. Dr. TOMIAZ MANABU HASHIMOTO
Unesp-Feg

Prof. Dr. ROSINEI BATISTA RIBEIRO
EEL/USP

Agosto de 2010

DADOS CURRICULARES

CRISTINA SAYURI FUKUGAUCHI

NASCIMENTO	07.02.1979 – OSASCO / SP
FILIAÇÃO	Jorge Fukugauchi Helena Saito Hirayama Fukugauchi
1994/1998	Curso Técnico em Metalurgia Escola SENAI “Nadir Dias de Figueiredo”
1999/2007	Curso de Graduação Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá - Universidade Estadual Paulista

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Jorge e Helena pelo constante apoio, motivação, incentivo e, principalmente, por nunca deixarem de acreditar em mim, mesmo quando nem eu acreditei...

AGRADECIMENTOS

Houve diversos obstáculos a serem superados durante a realização deste trabalho, profissional e, sobretudo pessoais. Mas, a conclusão desta Dissertação é a prova de que as decisões certas foram tomadas e os melhores caminhos foram escolhidos. A todas as pessoas que contribuíram para essa conquista, agradeço.

A meus pais que se sacrificaram e tornaram esse sonho possível.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira, pela extrema paciência, constante apoio, incentivo, dedicação e orientação, sem a qual, a elaboração deste trabalho teria sido mais longa e muito mais árdua.

Aos professores membros da banca examinadora, Dr. Tomaz Manabu Hashimoto e Dr. Rosinei Batista Ribeiro, pela imensa colaboração para a melhoria deste trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Materiais e Tecnologia, Humberto Lopes Rodrigues, Célio José de Souza, Wilson Roberto Monteiro, José Manuel Bernardes, Manuel Francisco dos Santos Filho e Domingos Hasmann Neto, pelo apoio, paciência e colaboração.

Ao Departamento de Química – FEG/UNESP pelo auxílio e fornecimento dos reagentes para ensaios metalográficos, em especial à Conceição Aparecida Matsumoto Dutra.

Aos alunos da graduação Diego Lopes Rodrigues e Antonio dos Reis de Faria Neto pela amizade e colaboração na Metalografia.

Às funcionárias da biblioteca, Ana Maria Ramos Antunes e Rosana Maria Pereira Maciel pelo fornecimento dos artigos técnicos solicitados.

E, por fim, mas não menos importante: agradeço aos meus amigos Luiz Pinheiro (pelos conselhos, incentivo e confiança), Marcelo Sampaio Martins, Rafaella dos Santos Baptista Gonçalves, Raysom Jerônimo Ribeiro Pereira (pela colaboração em traduções, busca de textos e, principalmente, por me ouvir reclamar em todos os momentos difíceis) e Sandro Lombardo (pelo apoio, confiança e paciência).

Este trabalho contou com apoio da CAPES.

“Grandes realizações não são feitas por impulso,
mas por uma soma de pequenas realizações”

Vincent Van Gogh

FUKUGAUCHI, C. S. **Metodologia para caracterização metalográfica de aço TRIP por microscopia óptica**. 2010. 122 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

RESUMO

Dentre os materiais desenvolvidos para atender às diversas exigências do setor produtivo industrial, especialmente a indústria automobilística, destaca-se o aço multifásico, com uma gama de aplicações que são exploradas pela utilização desses aços com efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação). Quanto ao aspecto microestrutural, estes aços consistem de uma matriz ferrítica contínua com dispersão de segunda fase de outros constituintes, como a bainita, a martensita e a austenita retida. Os significativos efeitos da microestrutura, nas propriedades dos materiais, fazem da investigação microestrutural uma importante ferramenta para entendimento e aperfeiçoamento de suas propriedades. Neste contexto, a proposta deste trabalho foi desenvolver um procedimento metalográfico adequado para caracterização microestrutural de um aço TRIP, via microscopia óptica. Para tanto, foram avaliados os principais parâmetros utilizados na preparação metalográfica (modo de ataque, modo de secagem, tempo de exposição, pré-ataque, concentração dos reagentes). Foi utilizado o reagente de LePera, com variações de concentração e proporção de seus componentes. Através dos diferentes procedimentos metalográficos concluiu-se que dentre os métodos de ataque analisados (esfregamento e imersão), o ataque por imersão apresentou melhor nitidez e contraste quando comparada às amostras atacadas por esfregamento. Quanto ao modo de secagem, o processo que se mostrou mais eficiente foi o modo de secagem natural. As amostras atacadas com o reagente de LePera sem prévio pré-ataque apresentaram bons resultados.

PALAVRAS-CHAVE: Caracterização microestrutural. Metalografia colorida. Aço TRIP.

FUKUGAUCHI, C. S. Methodology for metallographic characterization of multiphase steel by optical microscopy. 2010. 122 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

ABSTRACT

Amongst the materials developed to attend the diverse requirements of the industrial sector, especially the automobile industry, the multiphase steel is distinguished, with a variety of applications that are explored by the use of these steel with TRIP (Transformation Induced Plasticity) effect. Regarding the microstructural aspect, these steel consist of a continuous ferritic matrix with a second phase dispersion of others constituents, such as the bainite, the martensite and the retained austenite. The significant effects of the microstructure, in the properties of the materials, make the microstructural inquiry a necessity for the understanding and the improving of its properties. In this context, the proposal of this study was to develop an adequate metallographic procedure for microstructural characterization of TRIP steel, using the optical microscopy. The main parameters used in the metallographic preparation had been evaluated (etching and drying mode, time of exposition, pre etching, and concentration of the reagents). It was used the reagent of LePera, with variations of concentration and proportion of its components. Through different metallographic procedures one concluded that among the methods of attack were examined, the etching for immersion had got the best results. As for dry mode, the process more efficient was the method of natural drying. Samples etched with LePera's reagent without pre etching presented good results.

KEYWORDS: Microstructural characterization. Color tint etching. TRIP steel.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1 -	Relação entre limite de resistência e alongamento total dos vários tipos de aços avançados de alta resistência (GORNI, 2008)	25
FIGURA 2.1 -	Relação entre o consumo de combustível e o peso do automóvel (SENUMA, 2001)	27
FIGURA 2.2 -	Evolução dos diversos tipos de aços com características adequadas a aplicações específicas (MARRA, 2008)	29
FIGURA 2.3 -	Aspectos metalúrgicos e mecânicos dos aços indicados pelos Projetos ULSAB e ULSAB-AVC (Worldsteel, 2009)	29
FIGURA 2.4 -	Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura mostrando uma típica microestrutura de um aço multifásico assistido pelo efeito TRIP, onde A: austenita retida, B: bainita e F: ferrita (FURNÉMONT et al, 2002)	30
FIGURA 2.5 -	Esquema representando o processamento termomecânico dos aços TRIP (ANNIBAL, 2005)	32
FIGURA 2.6 -	Esquema de recozimento intercrítico aplicável a aços TRIP laminados a frio proposto por Bleck, 2002 (KANTOVISCKI, 2005)	33
FIGURA 2.7 -	Efeitos dos principais elementos de liga no processamento de aços TRIP (BLECK, 2002)	37
FIGURA 2.8 -	Modelo de ataque de fases seletivo para aços multifásicos (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006)	45
FIGURA 2.9 -	Primeiro esquema de laminação. Recozimento em dois estágios. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)	47
FIGURA 2.10 -	Segundo esquema de laminação. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)	47
FIGURA 2.11 -	Micrografias ópticas das amostras (a) recozida em dois estágios (b) laminada. Ataque: Nital 3%. Aumento de 500x. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)	47
FIGURA 2.12 -	Representação esquemática das condições de laminação a quente	

realizadas (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)	48
FIGURA 2.13 - Refino dos grãos da estrutura do aço 1 como resultado da aplicação de diferentes etapas de laminação: (a) condição R; (b) condição RP e (c) condição P (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)	48
FIGURA 2.14 - Refino dos grãos da estrutura do aço 2 como resultado da aplicação de diferentes etapas de laminação: (a) condição R; (b) condição RP e (c) condição P (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)	49
FIGURA 2.15 - Microscopia óptica da microestrutura de um aço TRIP800 laminado a quente, onde: F-ferrita, B-bainita, M-martensita e Ar-austenita retida (ADEN-ALI et al, 2009)	49
FIGURA 2.16 - Microscopia óptica da microestrutura de um aço TRIP600 atacado com (a) Nital 2% e (b) reagente Marshall (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007)	51
FIGURA 2.17 - Microscopia óptica de um aço TRIP 800. Ataque: reagente Marshall (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007)	51
FIGURA 2.18 - Modelo de ataque catódico e anódico em um aço multifásico envolvendo depósitos de reagente (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006)	52
FIGURA 2.19 - Representação esquemática do sistema de interferência formado entre ar-filme-metal (BEHARA; SPHIGLER, 1977)	53
FIGURA 2.20 - Microscopia óptica de aços (a) e (b) após ataque colorido, onde F - ferrita (azul esverdeado); B - bainita (marrom) e MA - martensita/austenita retida (branco) (GIRAULT et al, 1998)	56
FIGURA 2.21 - Microscopia óptica dos aços (c) e (d) onde a matriz ferrítica apresenta tonalidade marrom clara (GIRAULT et al, 1998)	56
FIGURA 2.22 - Esquema do tratamento de “quenching e partitioning” aplicado no material (SANTOFIMIA et al, 2008)	57
FIGURA 2.23 - Microscopia óptica de uma amostra “direct quench” atacada com o reagente LePera (SANTOFIMIA et al, 2008)	58

FIGURA 2.24 - Microscopia óptica de uma amostra “particionada” a 175°C durante 100s. Ataque: reagente LePera (SANTOFIMIA et al, 2008)	58
FIGURA 3.1 - Serra de fita vertical – ROMARFRA	61
FIGURA 3.2 - Nomenclatura das localizações de áreas mostradas em fotomicrografias (ASTM E3-01, 2007)	61
FIGURA 3.3 - Embutidora PANPRESS 30 – PANAMBRA	62
FIGURA 3.4 - Marcação de amostra utilizando gravador vibrador	63
FIGURA 3.5 - Lixadeira manual com área de lixamento em forma de 4 pistas	64
FIGURA 3.6 - Estereomicroscópio STEMI 2000 – ZEISS	64
FIGURA 3.7 - Politriz AP10 – PANAMBRA	65
FIGURA 3.8 - Modos de secagem das amostras: (a) secador próximo à superfície da amostra; (b) secador a uma distância de 40 cm da amostra e (c) secagem natural	68
FIGURA 4.1 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador próximo à amostra): a) região na qual houve incidência de ar forçado, b) região circunvizinha à (a). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=25s)	75
FIGURA 4.2 - Fotomicrografia de uma amostra seca com ar frio forçado (secador próximo à amostra). Aumento 1000x. (Condições: amostra pré-atacada com Nital 2% por t=2s e atacada por imersão, reagente LePera, t=25s)	76
FIGURA 4.3 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=25s)	77
FIGURA 4.4 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: pré-ataque com Nital 2%, por t=2s. ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)	78
FIGURA 4.5 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)	79

FIGURA 4.6 - Amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 50x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)	80
FIGURA 4.7 - Amostra seca ao ar. Aumento 50x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)	80
FIGURA 4.8 - Regiões distintas de uma amostra seca ao ar. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)	81
FIGURA 4.9 - Regiões distintas de uma amostra atacada por esfregamento: a) região próxima à extremidade b) região central c) região junto à baquelite. Aumento 1000x. (Condições: reagente LePera _{modificado III} , t=15s, secagem natural)	84
FIGURA 4.10 - Regiões distintas de uma amostra atacada por esfregamento. Aumento 1000x. (Condições: LePera, t=25s, secagem natural)	85
FIGURA 4.11 - Regiões distintas de uma amostra atacada por imersão. Aumento 1000x. (Condições: LePera, t=25s, secagem natural)	87
FIGURA 4.12 - Regiões distintas de uma amostra sem pré-ataque. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera _{modificadoIII} , t=25s, secagem natural)	89
FIGURA 4.13 - Amostras com pré-ataque de Nital 2%: a) t=2s b) t=5s. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera _{modificadoIII} , t=25s, secagem natural)	90
FIGURA 4.14 - Amostra com pré-ataque de Nital 2% por t=2s. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera _{modificadoIII} , t=15s, secagem natural)	91
FIGURA 4.15 - Regiões distintas de uma amostra sem pré-ataque. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=15s, secagem natural)	92
FIGURA 4.16 - Regiões distintas de uma amostra com pré-ataque de Nital 2%, t=2s. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera, t=15s, secagem natural)	93

FIGURA 4.17 - Regiões distintas de uma amostra com pré-ataque de Nital 2%, t=5s. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera, t=15s, secagem natural)	94
FIGURA 4.18 - Amostra atacada por imersão com LePera por t=10s e seca naturalmente. Aumento 1000x	95
FIGURA 4.19- Amostra atacada por imersão com LePera por t=15s e seca naturalmente. Aumento 1000x	96
FIGURA 4.20 - Amostra atacada por imersão com LePera por t=25 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	96
FIGURA 4.21 - Amostra atacada por imersão com LePera por t=30 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	97
FIGURA 4.22 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado I} por t=3 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	98
FIGURA 4.23 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado I} por t=5 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	98
FIGURA 4.24 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado I} por t=7 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	99
FIGURA 4.25- atacada por imersão com LePera _{modificado I} por t=10 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	99
FIGURA 4.26 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado II} por t=5 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	100
FIGURA 4.27 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado II} por t=10 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	100
FIGURA 4.28 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado II} por t=15 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	101
FIGURA 4.29- Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado II} por t=25 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	101
FIGURA 4.30 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado III} por t=10 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	102
FIGURA 4.31 - Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado III} por t=15 s e	

	seca naturalmente. Aumento 1000x	102
FIGURA 4.32 -	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado III} por t=25 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	103
FIGURA 4.33 -	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado III} por t=30 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	103
FIGURA 4.34 -	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado IV} por t=5 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	104
FIGURA 4.35 -	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado IV} por t=7 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	104
FIGURA 4.36-	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado IV} por t=10 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	105
FIGURA 4.37 -	Amostra atacada por imersão com LePera _{modificado IV} por t=15 s e seca naturalmente. Aumento 1000x	105

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1 - Composições químicas de aços de baixa liga assistidos pelo efeito TRIP, % em peso (BLECK , 2002)	32
TABELA 2.2 - Composições químicas (% em peso) do material estudado (SANTOFIMIA et al, 2008)	57
TABELA 3-1 - Composição Química do Aço TRIP 800 (Renault do Brasil, 2009)	59
TABELA 3.2 - Propriedades Mecânicas do Aço TRIP 800 (Renault do Brasil, 2009)	60
TABELA 3.3 - Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do método de ataque	67
TABELA 3.4 - Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do modo de secagem	68
TABELA 3.5 - Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do emprego ou não do pré-ataque	69
TABELA 3.6 - Reagentes utilizados	70
TABELA 3.7 - Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do modo de secagem	72

LISTA DE QUADROS

QUADRO 1.1 - Designação e classificação dos aços convencionais e avançados de alta resistência (Worldsteel, 2010)	24
QUADRO 2.1 - Diferenças de potencial calculadas para componentes microestruturais (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006)	44
QUADRO 2.2 - Composição química do aço estudado (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)	46
QUADRO 2.3 - Composição química dos aços analisados (% em peso) (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)	48
QUADRO 2.4 - Composição química dos aços analisados (% em peso) (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2006)	50
QUADRO 2.5 - Composições químicas (% em peso) dos aços estudados (GIRAULT et al, 1998)	55

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AHSS	- Aços Avançados de Alta Resistência (Advanced High Strength Steel)
AR/Ar	- Austenita Retida
ASM	- American Society for Metals
ASTM	- American Society for Testing and Materials
B	- Bainita
BH	- Aços Endurecíveis após pintura (Bake-Hardenable)
CMn	- Aços Carbono- Manganês (Carbon-Manganese)
CP	- Aços de Fase Complexa (Complex Phase)
DIC	- Contraste de Interferência Diferencial
DP	- Aços Bifásicos (Dual-Phase)
F	- Ferrita
HSLA	- Alta resistência e baixa liga (High Strength Low Alloy)
HSS	- Aços Convencionais de Alta Resistência (High Strength Steels)
IF	- Aços com Interstícios livres (Interstitial-free)
IS	- Aços Isotrópicos (Isotropic)
M	- Martensita
MA	- Martensita/Austenita Retida
Mart	- Aços Martensíticos (Martensite)
Mild	- Aços Doces (Mild)
MnB	- Aços Endurecíveis por Manganês e Boro (Hardenable Manganese Boro)
SF	- Aços Bainíticos (Stretch Flangeable)
TRIP	- Transformation Induced Plasticity
ULSAB	- Ultra Light Steel Auto Body
ULSAB-AVC	- Ultralight Steel Auto Body - Advanced Vehicle Concepts
ULSAC	- Ultra Light Steel Auto Closures
ULSAS	- Ultra Light Steel Auto Suspension
Worldsteel	- World Steel Association

LISTA DE SÍMBOLOS

A_{C1}	- Temperatura de início da transformação de fase durante o aquecimento.	$^{\circ}\text{C}$
A_{C3}	- Temperatura final da transformação de fase durante o aquecimento.	$^{\circ}\text{C}$
M_s	- Temperatura de início da transformação martensítica.	$^{\circ}\text{C}$
T	- Temperatura da deformação	$^{\circ}\text{C}$
ε	- Grau de deformação	%
$\dot{\varepsilon}$	- Taxa de deformação	s^{-1}
α_b	- Ferrita bainítica	
γ_r	- Austenita Retida	
α	- Ferrita.	
γ	- Austenita.	

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE QUADROS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LISTA DE SÍMBOLOS

1	INTRODUÇÃO.....	23
1.1	Motivação.....	26
1.2	Objetivo	26
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1	Aços destinados à indústria automobilística	27
2.1.1	Histórico	27
2.1.2	Aços TRIP	30
2.1.2.1	Processamento	32
2.1.2.2	Aspectos microestruturais	35
2.1.2.3	Aspectos mecânicos	35
2.1.2.3	Influência dos elementos de liga	37
2.2	Caracterização microestrutural	39
2.2.1	Ataques químicos	41
2.2.1.1	Ataques químicos corrosivos	42
2.2.1.2	Ataques químicos tint etching	52
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA	59
3.1	Material	59
3.2	Preparação das amostras metalográficas	60
3.2.1	Seccionamento	61
3.2.2	Embutimento	62
3.2.3	Identificação das amostras	63
3.2.4	Lixamento	63

3.2.5	Polimento	65
3.3	Ataques químicos	66
3.3.1	Modo de ataque	67
3.3.2	Modo de secagem	67
3.3.3	Pré-ataque	68
3.3.3.1	Reagente	69
3.3.4	Reagentes – Ataque químico	69
3.3.4.1	Concentração dos reagentes	69
3.3.4.2	Proporção dos reagentes	70
3.3.4.3	Tempo de ataque	71
3.3.5	Temperatura e umidade relativa	72
3.4	Obtenção das imagens metalográficas	73
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	74
4.1	Modo de secagem	74
4.2	Modo de ataque químico.....	82
4.3	Pré-ataque	88
4.4	Reagentes / Tempo de ataque	95
4.4.1	LePera (Metabissulfito de sódio 1%+Picral 4% - Proporção 1:1)	95
4.4.2	LePera _{modificadoI} (Metabissulfito de sódio 1% +Picral 4% - Proporção 1:2)	97
4.4.3	LePera _{modificadoII} (Metabissulfito de sódio 1% +Picral 4% -Proporção 2:1).....	100
4.4.4	LePera _{modificadoIII} (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 2% - Proporção 1:1)	101
4.4.5	LePera _{modificadoIV} (Metabissulfito de sódio 2% + Picral 4% - Proporção 1:1).....	104
4.5	Temperatura e umidade relativa	106
5	CONCLUSÕES.....	107
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	108
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	109

1 INTRODUÇÃO

O aço é um dos principais materiais com fins estruturais utilizados na indústria automobilística, devido à sua boa conformabilidade, versatilidade de propriedades mecânicas e relativo baixo custo. No entanto, o volume de aço empregado nos automóveis tem diminuído ao longo das últimas décadas, em parte devido à concorrência de materiais como alumínio e magnésio, e em parte devido a melhorias na resistência e na conformabilidade dos aços destinados à indústria automobilística, com conseqüente redução de peso (YUE et al, 2005; CAZES; RONIN, 2002; BABBIT, 2006; RODRÍGUEZ-MARTÍNEZ et al, 2010).

O principal objetivo do setor automobilístico, nos últimos anos, tem sido a redução do peso dos veículos de modo a diminuir o consumo de combustível e a emissão de gases que contribuem para o efeito estufa. A segurança e a resistência ao impacto também são requisitos que fazem parte do novo conceito de veículo a ser desenvolvido nos próximos anos (LIU et al, 2009; ANDRADE et al, 2002; WANG; CHEN; LU, 2005; CABALLERO et al, 2009; DINI et al, 2009; HU; ZHU; MENG, 2010).

De acordo como o World Steel Association – Worldsteel (2010) e Zuidema et al (2001), estes objetivos estão sendo atingidos com uma combinação de uma filosofia inovadora e processamento de materiais avançados, em grande parte, resultados dos projetos **Ultra Light Steel Auto Body (ULSAB)**, **Ultra Light Steel Auto Closures (ULSAC)**, **Ultra Light Steel Auto Suspension (ULSAS)** e o **Ultralight Steel Auto Body - Advanced Vehicle Concepts (ULSAB-AVC)**.

Dentre esses materiais, os aços convencionais de alta resistência (**High Strength Steels - HSS**) têm apresentado características para atender a essas demandas do setor, e conseqüentemente, foram os materiais que apresentaram o maior crescimento na fabricação de estruturas de veículos na década de 90. Além disso, a evolução tecnológica na indústria siderúrgica tem produzido novos tipos de materiais que proporcionam uma notável combinação de conformabilidade, resistência, ductilidade, durabilidade, taxa de deformação e encruamento. Esses materiais fazem parte de uma nova série de aços avançados de alta resistência (**Advanced High Strength Steel -**

AHSS) que continuarão a atender a essas demandas da indústria automotiva (SHAW; ZUIDEMA, 2001; FLAXA; SHAW, 2002; NASSER et al, 2010; UTHAISANGSUK; PRAHL; BLECK, 2009).

Quadro 1.1- Designação e classificação dos aços convencionais e avançados de alta resistência (Worldsteel, 2010)

Designação – Aços convencionais de alta resistência (HSS)	Classificação	Designação – Aços avançados de alta resistência (AHSS):	Classificação
Mild	Doces (Mild)	DP	Bifásicos (Dual-Phase)
IF	Interstícios livres (Interstitial-free)	SF	Bainíticos (Stretch Flangeable)
BH	Endurecíveis após pintura (Bake-Hardenable)	TRIP	Plasticidade Induzida por Transformação (TRIP)
CMn	Carbono- Manganês (Carbon-Manganese)	CP	Fase Complexa (Complex Phase)
HSLA	Alta resistência e baixa liga (High Strength Low Alloy)	Mart	Martensíticos (Martensite)
IS	Isotrópicos (Isotropic)	MnB	Endurecíveis por Manganês e Boro (Hardenable Manganese Boro)

A principal diferença entre os aços convencionais de alta resistência e os aços avançados de alta resistência, citados no Quadro 1.1, encontram-se em suas microestruturas. Os aços da série AHSS possuem microestruturas multifásicas, contendo ferrita e diferentes porções de martensita, bainita e/ou austenita retida em quantidades suficientes para produzir propriedades mecânicas únicas. Os aços da série HSS, como os aços IF, têm resistência e alongamento mais baixos, como pode ser observado na Figura 1.1, devido principalmente às suas microestruturas ferríticas (GAJDA; LIS, 2008; Worldsteel, 2010; KUZIAK; KAWALLA; WAENGLER, 2008; ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; NASSER et al, 2010).

Figura 1.1 - Relação entre limite de resistência e alongamento total dos vários tipos de aços avançados de alta resistência (GORNÍ, 2008)

Dentre esses novos materiais destaca-se o aço multifásico, com uma atraente gama de aplicações que são exploradas pela utilização desses aços com efeito TRIP (**Transformation Induced Plasticity**) (ZHANG et al 2006; HUO et al, 2006; WANG et al, 2006). A microestrutura destes aços consiste de ferrita, bainita e austenita retida. Quando a energia de ativação necessária é induzida durante a deformação do material, a austenita retida, que é metaestável a temperatura ambiente, se transforma em martensita, aumentando significativamente sua resistência mecânica (SPEER, 2005; PEREIRA, 2004; OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007; SRIVASTAVA et al, 2007; PERRARD; SCOTT, 2007; HILDITCH et al, 2009)

Como o comportamento macroscópico dos materiais é fortemente dependente da microestrutura (tamanho de grão, frações volumétricas das diferentes fases, distribuição geométrica das fases, etc) torna-se importante a caracterização do material (SOULAMI; CHOI; LIU; SUN; KHALEEL, 2009). Entretanto, o desenvolvimento das correlações entre as propriedades mecânicas e microestrutura nos aços TRIP é uma tarefa complicada, já que a complexidade das interações microestruturais dos aços TRIP impediram, até o momento, o desenvolvimento de correlações quantitativas consagradas entre propriedades mecânicas e microestruturas (GORNÍ, 2008).

1.1 Motivação

Uma das principais dificuldades na caracterização dos aços multifásicos é a identificação das fases presentes. A metalografia convencional dos aços realizada com reagentes de ataque comuns, tais como: Nital, Picral e o reagente de Vilella, geralmente revelam a microestrutura com um contraste em branco e preto, e às vezes a distinção entre alguns microconstituintes pode-se tornar difícil e confusa (RAY; DHUA, 1996). A conclusão consensual dos profissionais que utilizam a técnica de ataque químico, é que não é possível caracterizar os constituintes de microestruturas complexas somente com um reagente, por não existir um tempo comum de ataque que revele todas as fases (HASHIMOTO et al, 2006). A fim de melhor revelar as fases e conseguir maior precisão na identificação destas, os metalógrafos utilizam métodos para obtenção de metalografias coloridas, que proporcionam maiores informações sobre a microestrutura das amostras (BEHARA; SPHIGLER, 1977; BANDO; MATSUMARA; SAKUMA, 1988).

Entretanto, alguns parâmetros (como o modo de ataque, modo de secagem, tempo de exposição da amostra ao reagente, pré-ataque e concentração dos reagentes) afetam significativamente os resultados destes ataques, o que torna necessária a análise dos efeitos dos mesmos na caracterização metalográfica do material em estudo.

1.2 Objetivo

Neste contexto, a proposta deste trabalho foi desenvolver um procedimento metalográfico adequado para caracterização microestrutural de um aço multifásico (TRIP), utilizando microscopia óptica. Para tanto, foram realizadas as verificações das normas ASTM E 3-10 (2007) – **Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens** - e ASTM E 407-07 (2007) – **Standard Practice for Microetching Metals and Alloys** - e seus efeitos, através da avaliação dos principais parâmetros utilizados na preparação metalográfica tais como: modo de ataque, modo de secagem, tempo de exposição, pré-ataque e concentração dos reagentes. Foi utilizado o reagente de LePera, com variações de concentração e proporção dos componentes.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços destinados à indústria automobilística

De acordo com Bleck (1996), para a indústria automobilística, cinco fatores são relevantes para a busca de novos materiais: produção (plasticidade, características relacionadas à pintura e união de partes), características físicas e qualidade (resistência, durabilidade, precisão dimensional, segurança), estilo e otimização de espaço, custos (produção, operacional, manutenção) e impacto ambiental (consumo de energia, reciclagem).

A necessidade da indústria automobilística pela constante melhoria nessas áreas forçou as usinas siderúrgicas a evoluir tecnologicamente para produzir materiais baratos e com alta estampabilidade.

2.1.1 Histórico

Segundo Marra (2008), com a ocorrência das duas grandes crises do petróleo, em 1973 e 1979, a ordem geral, na década seguinte, foi a redução do peso dos veículos através da diminuição do seu tamanho e do uso de materiais mais leves, como plásticos e alumínio. De acordo com Xiaodong (2010), a cada 10% de redução de peso de um automóvel, o consumo de combustível é de 3% a 7% menor, como pode ser observado na Figura 2.1.

Figura 2.1 – Relação entre o consumo de combustível e o peso do automóvel (SENUMA, 2001)

Desse modo, as usinas siderúrgicas tiveram de reagir, buscando novos meios para produzir aços mais resistentes que permitissem a fabricação de componentes com os mesmos níveis de resistência mecânica, mas com menor quantidade de material. Nesta época iniciou-se também uma maior aplicação de plásticos e fibras na carroceria e estrutura dos carros.

Ao final da década de 70, um grande marco foi o surgimento da tecnologia de recozimento contínuo, tipo CAL (**Continuous annealing line** - CAL), na NKK (atual JFE), que possibilitou o desenvolvimento de aços laminados a frio de alta resistência mecânica, para substituir os tradicionais aços carbono-manganês, visando a economia de combustível, através de redução de peso. Outro fato relevante, a partir da década de 80, foi a expansão e migração dos grandes fabricantes de carros pelo mundo e o aumento da importância da questão ambiental (MARRA, 2008; JITSUKAWA; HOSOYA, 2003).

Ao longo dos anos 80, a indústria automobilística focou sua atenção na melhoria do nível de segurança dos automóveis enquanto prosseguia na busca da redução de peso dos mesmos. Surgiram vários novos tipos de aços, como os aços refosforados, tanto laminados a quente (aplicados em chassis e rodas) quanto laminados a frio (para carroceria e peças de reforço/segurança) e os aços de alta resistência e microligados (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2003).

A crise do petróleo foi minimizada em meados de 1985, mas a indústria automobilística continuou demandando avanços nos materiais. A resposta da siderurgia mundial a essa situação foi o desenvolvimento contínuo de novos tipos de aços com características cada vez mais adequadas a aplicações específicas (GORNI, 2008).

De acordo com a Wordsteel (2009), no início da década de 90, o grande marco foi a formação de um consórcio de 35 grandes siderúrgicas mundiais, visando o estabelecimento do projeto ULSAB, sob a liderança da Porsche Engineering, conforme ilustrado na Figura 2.2.

Figura 2.2- Evolução dos diversos tipos de aços com características adequadas a aplicações específicas (MARRA, 2008)

Nas suas várias fases, de 1994 a 2004, os projetos indicaram a aplicação de novos aços de média à alta resistência em painéis dos carros, como os aços com interstícios livres (**Interstitial-Free – IF**) e aços isotrópicos (**Isotropic – IS**), além dos aços avançados de alta resistência: aços bifásicos (**Dual Phase – DP**), aços de fase complexa (**Complex Phase – CP**), aços multifásicos assistidos pelo efeito TRIP, aços martensíticos (**Martensitic – MART**) ou ao boro, Figura 2.3.

Figura 2.3 - Aspectos metalúrgicos e mecânicos dos aços indicados pelos Projetos ULSAB e ULSAB-AVC (Worldsteel, 2009)

2.1.2 Aços TRIP

O princípio do efeito TRIP (**TR**ansformation **I**nduced **P**lasticity) foi estudado primeiramente para aços ligados ao Ni e Cr por Zackay et al¹ (1967 apud NIGRI, 2008, p.23). Para esses autores, o aumento de resistência e ductilidade de um aço inoxidável austenítico poderia ser obtido a partir de uma deformação plástica, na qual a austenita retida se transformaria em martensita.

De acordo com Bleck (2002), nos últimos anos, o termo “aços assistidos pelo efeito TRIP” está sendo utilizado para designar os aços multifásicos que consistem em uma matriz de ferrita poligonal, bainita, martensita e uma significativa quantidade de austenita retida, Figura 2.4. A fração volumétrica, a distribuição e as propriedades de cada fase são controladas pela composição química e histórico do processamento termomecânico da liga, e determina as propriedades finais do aço.

Figura 2.4: Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura mostrando uma típica microestrutura de um aço multifásico assistido pelo efeito TRIP, onde A: austenita retida, B: bainita e F: ferrita (FURNÉMONT et al, 2002)

¹ ZACKAY, V. F.; PARKER, E. R.; FAHR, D.; BUSCH, R. The Enhancement of Ductility in High-Strength Steel," **Transactions of the ASM**, v.60, p. 252-259, 1967, apud NIGRI, E. **Estudo exploratório da soldagem por fricção e mistura mecânica de um aço TRIP 800**. cap. 2, f.20-41. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais e Metalurgia) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

Portanto, atualmente, é necessário distinguir entre dois diferentes tipos de aços TRIP: os aços TRIP de alta liga, conhecidos como TRIP-H ou aços TRIP (como o AISI 304, AISI 301 e os aços com altos teores de manganês) e os aços TRIP de baixa liga, conhecidos como TRIP-L ou aços assistidos pelo efeito TRIP (como o TRIP 600, TRIP 800 e TRIP 1000).

Os aços TRIP-H contém grande quantidade de elementos de liga como Cr, Ni e/ou Mn que estabilizam a austenita, o que os torna caros, não sendo assim, amplamente empregados na indústria automobilística. Por outro lado, os aços TRIP-L contém pequenas quantidades de elementos estabilizadores de austenita, que promovem a transformação de fase. O menor custo dos aços TRIP-L tem tornado esses materiais de grande interesse para a indústria automotiva (RODRÍGUEZ-MARTÍNEZ et al, 2010; CREUZIGER; FOECKE, 2010).

O efeito TRIP, como um mecanismo particular de deformação, constitui um dos aspectos chave do processamento destes materiais. Esta transformação constitui um mecanismo de endurecimento por deformação que evita a ocorrência de deformações localizadas, aumentando o alongamento uniforme e a taxa de encruamento (MAŠEK et al, 2009; FERRER, 2003; JHA; MISHRA, 1999; ROS-YÁÑEZ; HOUBAERT; MERTENS, 2001; TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004).

Os aços multifásicos assistidos pelo efeito TRIP constituem uma nova série de aços que apresentam excelentes propriedades mecânicas. Estes materiais foram desenvolvidos com o objetivo de melhorar a combinação resistência e ductilidade, a fim de responder às novas exigências impostas por aplicações, especialmente na indústria automobilística, ou seja, a melhoria da resistência ao choque e redução de peso (CREUZIGER; FOECKE, 2010; WANG et al, 2010; DOBRZANSKI; GRAJCAR; BOREK, 2009; JIANG et al, 2008; MUKHERJEE; SINGH; MOHANTY, 2008; WANG et al, 2004; FURNÉMONT et al, 2002; CORNETTE et al, 2001).

Diversas composições químicas desses aços multifásicos foram desenvolvidas nos últimos anos, com a finalidade de ajustar sua microestrutura e obter as propriedades mecânicas desejadas, conforme mostra a Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Composições químicas de aços de baixa liga assistidos pelo efeito TRIP, % em peso (BLECK , 2002)

Grau	C	Mn	Si	Al	P	Nb	V
Mn-Si	0,20	1,50	1,50	-	-	-	-
Mn-Al	0,20	1,50	0,10	1,80	-	-	-
Mn-P	0,15	2,00	-	-	0,03	-	-
Mn-Si-Al	0,30	1,50	0,30	1,20	-	-	-
Mn-Si-P	0,15	1,50	0,60	-	0,01	-	-
Mn-Si-Nb	0,20	1,50	1,50	-	-	0,04	-
Mn-Si-V	0,15	1,50	0,60	-	-	-	0,06

2.1.2.1 Processamento

Os aços assistidos pelo efeito TRIP são produzidos industrialmente por duas rotas principais: laminados a quente e/ou laminados a frio e recozidos (KANTOVISCKI, 2005; SPEER; MATLOCK, 2002).

De acordo com Bleck (2002), no desenvolvimento de aços TRIP multifásicos laminados a quente, a microestrutura e as propriedades mecânicas destes materiais podem ser adequadas durante a laminação, em que os parâmetros, como o grau de deformação (ϵ), a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) e a temperatura da deformação (T) são controladas, como pode ser observado na Figura 2.5.

Figura 2.5- Esquema representando o processamento termomecânico dos aços TRIP (ANNIBAL, 2005)

Nesta rota de processamento, uma tira laminada a quente é totalmente austenitizada e forma tanto bainita quanto ferrita enquanto sofre um resfriamento controlado (COELHO, 2008).

Uma baixa taxa de resfriamento é aplicada, uma vez que a formação da ferrita é atrasada devido ao efeito dos elementos de liga e das concentrações mais altas de carbono. Nestes materiais é necessário um controle na velocidade de resfriamento na mesa de acabamento do laminador de modo a se obter entre 50 e 60% de ferrita pró-eutetóide. Por outro lado, é necessário que o bobinamento seja realizado na faixa de temperaturas da formação de bainita (ao redor de 400 a 500°C), para se obter entre 25 e 40% de bainita, entremeada de 5 a 15% de austenita retida (BLECK, 2002).

De acordo com Kantovicki (2005), quando se trata de laminação a frio é necessário que o estado de partida do aço TRIP apresente alta ductilidade, em virtude da presença de uma microestrutura constituída por ferrita e perlita. Essa microestrutura origina-se da aplicação de uma temperatura de bobinamento muito alta, ao redor de 700°C. Após a laminação a frio, o material é então submetido a um tratamento térmico (reaquecido no forno de recozimento/linha de zincagem contínua) até uma temperatura intercrítica. De acordo com Srivastava et al (2007) e De Cooman (2004), este tratamento intercrítico é composto por duas etapas, sendo a primeira um recozimento intercrítico na faixa de temperaturas entre 780 e 880 °C, seguido de um resfriamento rápido até atingir a faixa de temperatura entre 350 e 500 °C, onde a maior parte da austenita é transformada em bainita, seguido de um resfriamento ao ar. A Figura 2.6 apresenta um esquema do recozimento intercrítico aplicável a aços TRIP laminados a frio.

Figura 2.6 - Esquema de recozimento intercrítico aplicável a aços TRIP laminados a frio proposto por Bleck, 2002 (KANTOVICKI, 2005)

O objetivo desses processamentos é estabilizar a austenita, aumentando a sua concentração de carbono. O enriquecimento de carbono ocorre devido à separação de fases durante o recozimento intercrítico e à supressão da formação de carboneto durante a transformação bainítica (GORNI, 2008). A estabilidade da austenita retida depende do conteúdo de carbono na estrutura austenítica (estabilidade química), do tamanho e distribuição de austenita residual bem como a morfologia da fase circunvizinha (estabilidade mecânica). A distribuição de carbono na austenita residual não é homogênea, o que leva à transformação da austenita retida de baixo teor de carbono em martensita na fase inicial da deformação (DIMATTEO et al, 2006).

De acordo com Jacques (2004) e Dimatteo et al (2006), a austenita retida presente entre os grãos de ferrita poligonal tem um menor teor de carbono do que entre os grãos de ferrita bainítica ou ripas, devido à ausência de enriquecimento de carbono durante a reação bainítica. Estas ilhas de austenita retida tendem a se transformar em martensita sob uma pequena tensão. A austenita retida localizada em uma interface ferrita poligonal / bainita pode ter uma distribuição de carbono variando dentro do cristal, devido à sua localização entre ferrita poligonal de um lado e bainita do outro. Como consequência, uma parte do cristal de austenita retida, em estreita proximidade com a ferrita poligonal, com um menor teor de carbono, é transformada em martensita em tensões menores do que as áreas nas proximidades de bainita, com elevado teor de carbono. Também foi observado que o comportamento superior no alongamento é obtido quando a austenita retida está presente na microestrutura na forma de filmes finos entre as ripas de ferrita bainítica, ao invés de forma de blocos entre os grãos de ferrita bainítica.

De acordo com recentes estudos, grãos de austenita retida maiores do que 1 μm são instáveis, e não contribuem significativamente com a ductilidade do material. Por outro lado, as ilhas de austenita retida, que são menores do que submicron tem uma baixa tendência para transformar em martensita, e, portanto, também não contribuem para a ductilidade (TIMOKHINA; HODGSON; PERELOMA, 2004; DIMATTEO et al, 2006).

Ainda de acordo com Timokhina, Hodgson e Pereloma (2004), a austenita retida apenas com teor de carbono ideal ($> 0,5-0,6\%$ e $<1,8\%$) pode proporcionar o efeito

TRIP e aumentar o alongamento. A presença de outras fases nos arredores de austenita retida também pode afetar a transformação induzida por deformação. Martensita, por exemplo, pode propagar-se diretamente a tensão para a austenita retida durante a deformação, que pode então facilmente se transformar em martensita em uma fase inicial de deformação que diminui o efeito TRIP.

2.1.2.2 Aspectos Microestruturais

A microestrutura após o recozimento intercrítico apresenta uma porcentagem aproximadamente igual de ferrita e austenita, mas ao contrário da microestrutura dos aços TRIP laminados a quente, parte da ferrita já estava na microestrutura antes do recozimento sendo que, outra parte se formou durante o resfriamento a partir da temperatura intercrítica (KANTOVISCKI, 2005).

De um modo geral, as frações volumétricas dos diferentes produtos de transformação, obtidas por meio do recozimento intercrítico (após a laminação a frio) são análogas às obtidas nos aços multifásicos laminados a quente (FERRER, 2003).

De acordo com Gorni (2008) e Jacques et al (1997), ao final destas duas rotas tem-se uma microestrutura multifásica, geralmente constituída de 50 a 60% de ferrita poligonal, 25 a 40% de bainita e 5 a 15% de austenita retida.

2.1.2.3 Aspectos Mecânicos

O controle da transformação de austenita retida metaestável em martensita durante a deformação plástica é um dos aspectos mais importantes para definir o comportamento mecânico dos aços multifásicos de baixa liga assistidos pelo efeito TRIP. Em geral isso requer que a deformação seja realizada acima da temperatura de início da transformação martensítica, mas abaixo de uma temperatura que caracteriza a instabilidade mecânica da fase austenítica (FERRER, 2003).

Os estudos desenvolvidos atualmente concluem que o aumento da fração volumétrica de uma segunda ou terceira fase (austenita e/ou martensita) resulta em um aumento de resistência mecânica e também em um aumento do endurecimento por

deformação (MAZZONI-LEDUC; PARDOEN; MASSART, 2010; KANTOVISCKI, 2005).

Para os aços TRIP com potencial de aplicabilidade automotiva, a fração volumétrica de austenita retida está na faixa de 5% a 20% (KONIECZNY, 2003). É interessante notar que frações de austenita retida superiores a 20% degradam a conformabilidade a frio dos aços TRIP (GORNI, 2008).

Os aços TRIP também apresentam uma notável taxa de encruamento permitindo que estes materiais absorvam mais energia em testes de Impacto (Crash Test) quando comparados com aços de Alta Resistência e Baixa Liga convencionais.

Porém, a deformação provocada pela transformação da austenita retida em martensita não explica totalmente os altos valores de alongamento uniforme obtidos nos aços TRIP, os quais oscilam entre 15 e 30%. Nos aços de baixo carbono com efeito TRIP essa transformação promove deformação por tração de apenas 2%, devido às frações muito baixas de austenita retida presentes na microestrutura. A maior contribuição para a ductilidade desse material é o maior coeficiente de encruamento, devido à formação progressiva de martensita dura ao longo de toda a deformação (GORNI, 2008).

As discordâncias criadas pela transformação martensítica na ferrita também possuem papel importante na definição da ductilidade dos aços TRIP, pois também contribuem para o encruamento. Se, por acaso, a transformação ocorrer inteiramente logo no início da deformação a frio, o material não apresentará alta ductilidade. É necessário que a austenita se mantenha estável até serem atingidos altos graus de deformação a frio, já que essa fase retarda o processo de estricção que ocorre sob solicitações de tração por meio de sua transformação em martensita nos pontos do material onde ocorrem concentrações de tensão. Ou seja, é importante retardar a transformação da austenita retida até os estágios finais da deformação, quando ocorre acúmulo significativo de danos no aço (GORNI, 2008).

A adição de Si e o enriquecimento adequado de C da austenita retida são vitais para assegurar um nível adequado de estabilidade na austenita retida e garantir a alta ductilidade desse material. A presença de martensita de alto C não-revenida (e, portanto, frágil) num material com alta ductilidade, como é o caso dos aços TRIP,

parece ser uma contradição. Isso pode ser explicado pelo pequeno tamanho de grão da austenita retida, o qual torna difícil a transferência de carga desde a matriz da microestrutura multifásica até a martensita frágil que se forma durante a deformação a frio. Portanto, o refino da microestrutura dos aços TRIP é duplamente importante, garantindo simultaneamente a estabilidade da austenita retida e a imunidade à fragilidade que poderia ser induzida pela presença de martensita não-revenida (GORNI, 2008).

2.1.2.4A Influência dos Elementos de Liga

A larga adição de caros elementos de liga, acompanhado por um processo produtivo complexo, tornavam economicamente difícil o emprego destes processos na linha de produção de chapas automotivas (CREUZIGER; FOECKE, 2010; ZHUANG; DI, 2008). Entretanto, o desenvolvimento de aços TRIP, durante a última década, levou a uma redução significativa de elementos de liga, além de tornar esses aços economicamente mais acessíveis (DIMATTEO et al, 2006).

Os elementos de liga desempenham um importante papel na estabilidade termodinâmica e na cinética das transformações de fase. Eles promovem ou retardam estas transformações, como mostra a Figura 2.7, atuando sobre seus pontos críticos de início e fim (JIMENEZ-MELERO et al, 2009; FERRER, 2003).

Figura 2.7 - Efeitos dos principais elementos de liga no processamento de aços TRIP (BLECK, 2002)

De acordo com Dimatteo et al (2006) e Ferrer (2003), o principal elemento de liga destes materiais é o carbono, que determina a quantidade de austenita intercrítica e acarreta a retenção de austenita nos aços TRIP. Entretanto, outras exigências tais como a soldabilidade limitam o teor de carbono a valores em torno de 0,25 %.

Segundo Sherif et al (2004) e Jang; Kim; Bhadeshia (2010), o silício desempenha um papel importante na estabilização da austenita retida, pois previne e retarda a precipitação de carbonetos durante a formação da bainita. Além de promover a formação de ferrita pró-eutetóide durante o resfriamento. Por outro lado, teores de até 1,5% de Si retardam ligeiramente a reação perlítica. Entretanto, de acordo com Bleck (2002); Speer; Matlock (2002) e Bhadeshia; Edmont (1979), o Si é também um elemento que pode ser oxidado durante o recozimento, comprometendo a qualidade superficial de produtos planos laminados a quente e a qualidade do revestimento do aço laminado a frio.

Devido a este fato, o alumínio tem sido utilizado para substituir o silício em aços TRIP (DIMATTEO et al, 2006). O alumínio é, também, formador de ferrita e, apesar de não ser solúvel na cementita, apresenta um efeito mais fraco na supressão da formação de carbonetos, quando comparado com o Si. Devido ao baixo potencial de endurecimento por solução sólida, o alumínio sempre é usado em combinação com conteúdos mais altos de carbono ou em combinação com fósforo. Como desvantagem do uso do alumínio, pode-se mencionar o aumento acentuado da temperatura M_s (GIRAULT et al., 2001).

O fósforo é usado quando a adição de alumínio e silício tem que ser limitada. Baixas concentrações de fósforo (menores que 0,1%) são suficientes para retardar a cinética de precipitação de carbonetos de ferro e conferir um aumento na resistência do material. Os efeitos benéficos do fósforo podem somente ser consumados junto ao silício ou ao alumínio. Entretanto, se a adição deste elemento exceder certa quantidade, pode ocorrer sua segregação para os contornos de grão e deteriorar a ductilidade do material (BLECK, 2002).

Segundo Dimatteo et al (2006), as propriedades do material podem ser melhoradas pela adição de nióbio ou titânio como elementos de liga. O efeito de redução de tamanho de grãos, a supressão da formação indesejada de perlita e atraso

da produção isotérmica da bainita na região da temperatura real são os principais efeitos, através dos quais maiores quantidade de austenita residual pode ser formada.

O manganês é usado para aumentar a temperabilidade e resistência desses aços, pois retarda a formação da perlita e aumenta a resistência do material por endurecimento de solução sólida (FERRER, 2003). Também, deve ser levado em consideração o efeito inibidor do Mn na formação da ferrita durante o resfriamento, uma vez que este minimiza um possível enriquecimento de carbono desta fase (BLECK, 2002).

2.2 Caracterização Microestrutural

De acordo com Azevedo e Campos (2007), a metalografia, como o uso de aspectos visuais do metal para o controle de suas propriedades, surgiu no Oriente por volta de 800 d.C.

A partir do século XVI, surgiram na Europa os primeiros livros que abordam os aspectos práticos da metalurgia extrativa, fato importante para o rápido desenvolvimento da metalografia no início do século XX (PADILHA, 2000).

Outro grande marco para o desenvolvimento da metalografia foi a descoberta da microscopia óptica. Em 1665, Hook publicou a primeira imagem fractográfica obtida por microscopia de uma rocha sedimentar e estratificada (AZEVEDO; CAMPOS, 2007).

De acordo com a **American Society for Metals** - ASM (2004) e Robinson (2006), até o século XIX, a microestrutura das ligas era praticamente desconhecida. Em 1863/64, Henry Clifton Sorby adaptou o microscópio óptico para trabalhar com a luz refletida na pesquisa da microestrutura de um meteorito de ferro, usando o ataque com ácido nítrico na superfície polida. Em 1895, eram descobertos os raios X. Entretanto, a difração de raios X, que possibilitou a determinação da estrutura cristalina dos materiais, somente foi descoberta em 1911/12.

A tecnologia moderna depende fortemente do uso de materiais de engenharia. Sua estrutura e propriedades são determinadas por muitos recursos, que se estende desde as distâncias atômicas medidas em nanômetros, para os produtos finais,

medidos em centímetros ou até metros. Essa escala de tamanho, que abrange várias ordens de grandeza, começa com a estrutura cristalina e inclui as configurações nano, micro e macro escala de todos os que contribuem para o amplo espectro de propriedades (PETZOW, 2001).

Os efeitos da microestrutura sobre as propriedades físicas e mecânicas dos aços fazem do exame metalográfico uma necessidade para compreender e evidenciar as propriedades do material analisado (GIRAULT et al, 1998; ROS-YÁÑEZ; HOUBAERT; MERTENS, 2001; SMALLMAN; BISHOP, 1999).

A maioria das investigações metalográficas em estudos de correlação estrutura-propriedade envolvem a determinação quantitativa de frações volumétricas das fases presentes no material, tamanho de grão, morfologia e distribuição de fases. A precisão de tais medidas é fortemente regulada pela nitidez e delimitação das fases da microestrutura (RAY; DHUA, 1996).

De posse da microscopia óptica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão, microsonda eletrônica e numerosas técnicas indiretas, como a dilatométrica e a análise térmica, os metalurgistas puderam caracterizar as transformações de fase e as microestruturas delas decorrentes. A correlação das microestruturas dos materiais com as suas propriedades foi uma consequência natural (PADILHA, 2000; KRAUSS, 2005; BRAMFITT; BENSCOTER, 2006).

A microscopia óptica é a ferramenta comumente utilizada na investigação metalográfica das estruturas em ampliações que variam de 50 a 2000 vezes. Para ampliações maiores, esta análise pode ser auxiliada pela microscopia eletrônica (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004).

Entretanto, microscopia óptica não substitui a microscopia eletrônica quando se deseja obter informações sobre detalhes microestruturais ou sobre a composição química dos constituintes. Porém, em muitos casos, ao se empregar a microscopia óptica com a utilização de iluminação em campo claro é possível a observação de certas características e detalhes microestruturais em amostra simplesmente polida, sem que sua superfície tenha sido submetida a tratamentos ou processos químicos, desde que as estruturas constituintes do material examinado apresentem diferenças de

reflexibilidade da luz após polimento (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004; ABDALLA et al, 2008).

A microscopia óptica geralmente envolve técnicas de ataques químicos para a identificação ou segregação dos constituintes dos materiais. Girault et al (1998); Pereira et al (2002); De, Speer e Matlock (2003); Timokhina, Hodgson e Pereloma (2004); Silva, Lopes e Santos (2006), Anazawa et al (2006); Oliveira, Andrade e Cota (2007), têm relatado métodos metalográficos, para revelar diferentes estruturas nos aços multiconstituídos.

2.2.1 Ataques químicos

Para revelar determinadas características microestruturais, numerosos métodos de ataque foram desenvolvidos, entre os quais, o ataque químico é certamente o mais fácil e mais amplamente utilizado. Esta técnica utiliza um processo de corrosão controlada conduzida pelas diferenças de potencial eletroquímico entre as áreas de superfícies com heterogeneidades químicas ou físicas. O ataque induz a dissolução seletiva ou a coloração preferencial das fases presentes (GIRAULT et al, 1998).

A quantificação das fases é feita por metalografia quantitativa por técnicas manuais como contagem de pontos e intercepto linear ou por técnicas de análise de imagens que operam com a classificação de diferenças entre vários tons de cinza. Neste caso, é fundamental a obtenção de imagens com contraste suficiente através de ataque químico apropriado (HASHIMOTO et al, 2006).

De acordo com Bramfitt e Lawrence (2004) os processos químicos para a identificação ou segregação dos constituintes dos aços podem ser divididos em dois grupos: os ataques químicos corrosivos e os ataques químicos denominados **tint etching**.

A metalografia convencional de aços envolvendo ataques químicos corrosivos com reagentes comuns como Nital, Picral e Vilella geralmente revela a microestrutura com um contraste em branco e preto. Apesar de muitos constituintes microestruturais normalmente serem revelados em imagens possuindo adequado contraste, a identificação de fases com tons de cinza pode ser difícil e enganoso. É neste aspecto

que a discriminação de cores na microestrutura apresenta possibilidades de revelar mais informações relevantes e confiáveis, pois o olho humano pode discriminar uma vasta gama de cores mais facilmente do que alguns tons de cinza. Além disso, a aplicação de ataques coloridos pode evitar ambigüidades de interpretação sobre as fases da matriz, constituintes de segunda fase, além da orientação e delimitação de grãos (RAY; DHUA, 1996).

O uso da metalografia tem uma longa história com micrografias coloridas publicados nos últimos oitenta anos. A cor pode ser produzida usando métodos ópticos, iluminação em campo escuro, iluminação em luz polarizada e contraste de interferência diferencial (DIC). As microestruturas de metais com estruturas cúbicas não-cristalinas podem ser examinadas sem ataque, utilizando luz polarizada, mas cores nem sempre são observadas. Há alguns ataques químicos padronizados que produzem imagens em escala de cinza no campo claro, mas quando visto com tonalidade de luz polarizada e sensível, produzem imagens coloridas. Mas, a principal forma de produção de micrografias colorida é o uso de ataques coloridos (VANDER VOORT, 2004; GIRAULT et al 1998).

2.2.1.1 Ataques químicos corrosivos

Ataque químico é basicamente um processo de corrosão controlada resultante da ação eletrolítica entre áreas superficiais de potenciais eletroquímicos diferentes (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; VANDER VOORT, 1999).

Quando uma superfície polida (sem revestimento) está em contato com uma solução eletrolítica (por exemplo, ácido nítrico ou pícrico) torna-se possível os íons metálicos passarem diretamente para a solução. Este processo é conhecido como dissolução ativa ou "ataque" do material. O grau de ataque é dependente da composição química das fases individuais da microestrutura e a taxa de dissolução, a qual esses metais são submetidos, e é regida pela estrutura cristalina da superfície. Este fenômeno pode ser explicado pela orientação cristalográfica dos cristalitos. A erosão em escala microscópica de metal também depende dos defeitos cristalinos como

contornos de grão, precipitados, discordâncias e similares (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006).

Sabe-se da eletroquímica que os elementos de liga de um aço baixa liga influenciam a erosão relativa à superfície do material e, portanto, à velocidade de erosão. Em termos de ataque microscópico, isto significa que existem diferenças na comportamento da dissolução e, conseqüentemente, as características de erosão irão depender da composição química dos componentes da microestrutura. A propensão de metais para entrar em solução depende da sua posição dentro da série eletroquímica e, portanto, de suas diferenças de potencial. Isso também é válido para as fases de diferentes composições químicas que também possuem essas diferenças (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006; VANDER VOORT, 1999).

Dessa forma, a microestrutura é revelada pela dissolução seletiva da estrutura, iniciada na superfície. Diferenças na taxa de ataque revelam a microestrutura. Além de dissolução seletiva, corrosão ou coloração preferencial de fases ou constituintes ocorre com determinados reagentes. Durante o ataque, a fase mais eletropositiva anódica é atacada enquanto a fase catódica eletronegativa não é consideravelmente atacada (BRAMFITT; BENSCOTER, 2006; VANDER VOORT, 1999).

Os aços multifásicos têm uma microestrutura complexa formada por ferrita, martensita, bainita e austenita retida. Todos esses constituintes são essenciais para desenvolver a formação das propriedades dos aços TRIP. Portanto, a identificação precisa das fases é necessária para caracterizar os efeitos importantes da composição química e do processamento destes materiais (DE; SPEER; MATLOCK, 2003).

De acordo com Angeli; Füreder e Kneissl (2006), para caracterizar esses materiais é necessário identificar as diferenças de potencial das fases presentes, ou seja, avaliar as diferenças de potencial entre ferrita, bainita e martensita / austenita residual em relação ao potencial padrão eletroquímico. Para tanto, foram calculados os potenciais de cada um dos componentes microestruturais, conforme relacionados no Quadro 2.1. Esta avaliação foi realizada linearmente, combinando o potencial padrão e composições químicas. As hipóteses adotadas (de 0,40% em massa de carbono e 1,00% em massa de carbono na martensita (M) / residual austenita (AR) e 0,20% em

- Austenita: baixa a nenhuma erosão, o que permite uma topografia bastante suave;
- Martensita: baixa erosão, muito semelhante ao da austenita; o ataque é também uma função do conteúdo de carbono na martensita;
- Martensita revenida: comportamento entre martensita e bainita
- Bainita: erosão como da ferrita, relativamente intensa
- Ferrita: erosão mais intensa, maior dependência da orientação de grãos, estrutura de contornos de grãos bem visíveis.

Figura 2.8 - Modelo de ataque de fases seletivo para aços multifásicos (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006)

De acordo com Vander Voort (1999) os ataques químicos usualmente possuem três componentes principais: um agente corrosivo (como ácido hidrocloreídrico, sulfúrico, fosfórico ou acético), um modificador (como álcool ou glicerina) e um oxidante (como peróxido de hidrogênio).

De acordo com Souza (2008) os ataques corrosivos tipicamente utilizados em aços carbono e aços liga são baseados em três famílias de reagentes químicos: soluções que usam como base o ácido nítrico (Nital), soluções à base de ácido pícrico (Picral) e soluções oxidantes (reagente Marshall).

O Nital é considerado um dos mais antigos reagentes aplicados em aços, sendo utilizado para revelar os contornos de grãos da ferrita e constituintes. Entretanto, conforme a composição do material ou constituição microestrutural, este reagente responde de maneira distinta em cada grão atacado, dependendo das diferentes orientações cristalográficas da estrutura. Isto implica que nem sempre todos os contornos de grãos de ferrita são delineados, podendo levar a erros em medições e contagens. Nestes casos, o reagente de Marshall substitui satisfatoriamente o Nital

para medição do tamanho de grãos de ferrita, especialmente para análise de imagens, atacando todos os contornos de grão da ferrita (VANDER VOORT, 1999; SAMUELS, 2003; BRAMFITT; LAWRENCE, 2004).

De acordo com Bramfitt e Lawrence (2004) a solução à base de ácido nítrico mais utilizada é o Nital 2% (2mL de ácido nítrico concentrado e 98mL de álcool etílico).

O Nital também pode ser usado para realçar características da bainita e martensita através de escurecimento dessas microestruturas. Porém, dependendo dos parâmetros de tratamentos térmicos ao qual o aço tenha sido submetido, a presença de microestruturas mais complexas, contendo outras fases além da ferrita e martensita, torna difícil a observação dessas estruturas em microscópio óptico, após ataque com Nital (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004).

De acordo com Girault et al (1998) para os aços multifásicos que são geralmente compostos por mais de duas fases (formando uma microestrutura refinada), a aplicação do reagente Nital não é adequada porque dificulta a diferenciação entre ferrita e austenita retida, assim como entre martensita e bainita. Neste tipo de ataque a tonalidade cinza clara identifica a presença de ferrita e da austenita retida, e quanto à cor cinza escura caracteriza a martensita e a bainita.

Santos; Vieira e Viana (2006) utilizaram um ataque de Nital 3% para delinear a estrutura obtida após diferentes tratamentos termomecânicos em um aço multifásico C-Mn, cuja composição química encontra-se no Quadro 2.2. O objetivo deste estudo foi investigar a variação da fração volumétrica e distribuição das fases presentes na microestrutura.

Quadro 2.2 – Composição química do aço estudado (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	Ni	Nb	N
(p/p)%	0,20	1,5	1,5	0,020	0,006	0,026	0,020	0,006	0,029	0,0039

Foram estudadas as influências de tratamentos de recozimento intercrítico e do tempo de transformação bainítica nas frações volumétricas dos microconstituintes, para isso, dois esquemas de laminação controlada foram simulados em um laminador

duo reversível: o primeiro consistia no recozimento de dois estágios e o segundo esquema teve por objetivo produzir aços multifásicos laminados a quente, conforme mostram as Figuras 2.9 e 2.10.

Figura 2.9 – Primeiro esquema de laminação. Recozimento em dois estágios. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)

Figura 2.10 – Segundo esquema de laminação. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)

Os resultados de microscopia óptica mostraram que as estruturas multiconstituídas obtidas correspondem às microestruturas típicas de aços multifásicos e podem ser observadas na Figura 2.11, em que se acredita que foram processadas microestruturas constituídas por ferrita, bainita e o microconstituente MA (martensita/austenita). Porém o ataque com Nital 3% e o aumento de 500x não permitiram distinguir os microconstituintes bainita e MA.

Figura 2.11: Micrografias ópticas das amostras (a) recozida em dois estágios (b) laminada. Ataque: Nital 3%. Aumento de 500x. (SANTOS; VIEIRA; VIANA, 2006)

Soliman e Palkowski (2008) submeteram dois aços TRIP ao Mo-Nb com teores de alumínio entre 0,23 e 0,65, cujas composições químicas estão descritas no Quadro

2.3, a diversas condições de laminação a quente, Figura 2.12, visando obter diferentes morfologias de ferrita.

Quadro 2.3 – Composição química dos aços analisados (% em peso) (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)

Liga	C	Si	Mn	Al	Mo	Nb	P	S	N
Aço 1	0,278	0,852	1,48	0,228	0,401	0,041	0,037	0,020	0,006
Aço 2	0,254	0,869	1,37	0,643	0,383	0,040	0,030	0,021	0,008

Figura 2.12 – Representação esquemática das condições de laminação a quente realizadas (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)

Nas Figuras 2.13 e 2.14 é possível observar a microestruturas obtidas após as etapas de laminação a quente. O reagente utilizado foi o Nital. A ferrita acicular é o constituinte predominante, enquanto a ferrita poligonal também está presente.

Figura 2.13: Refino dos grãos da estrutura do aço 1 como resultado da aplicação de diferentes etapas de laminação: (a) condição R; (b) condição RP e (c) condição P (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)

Figura 2.14: Refino dos grãos da estrutura do aço 2 como resultado da aplicação de diferentes etapas de laminação: (a) condição R; (b) condição RP e (c) condição P (SOLIMAN; PALKOWSKI, 2008)

Aden-Ali et al (2009) realizaram um estudo com o objetivo de verificar a degradação da resistência a fadiga de um aço TRIP800 ao silício após o processo de galvanização a quente. O material, laminado a quente, continha (% em peso) cerca de 2% de Si, 1,5% de Mn e 0,25% de C.

A fim de caracterizar o material, os pesquisadores utilizaram o reagente Nital 5%, antes de submeter o aço ao processo de galvanização. Na imagem obtida por microscopia óptica, Figura 2.14, a matriz ferrítica aparece em tom claro, as ilhas de bainita têm tonalidade cinza, a martensita possui tonalidade mais escura e a austenita retida aparecem como pequenas áreas claras nos contornos de grãos da ferrita.

Figura 2.15 – Microscopia óptica da microestrutura de um aço TRIP800 laminado a quente: F-ferrita, B-bainita, M-martensita e Ar-austenita retida (ADEN-ALI et al, 2009)

O Nital também pode desempenhar a função de pré-ataque, sendo utilizado antes da realização de ataques coloridos como o LePera e Beraha, a fim de revelar os contornos de grãos das fases presentes na microestrutura da amostra (BRAMFIT, LAWRENCE, 2004; VANDER VOORT, 1999).

O reagente Marshall consiste na mistura de duas soluções, na proporção de 1:1: a primeira, composta de 5mL de ácido sulfúrico e 8g de ácido oxálico, diluídos em 100 mL de água e, a segunda, uma solução de peróxido de hidrogênio (30%). Este reagente revela contornos de grão da ferrita, porém, com mais precisão e contraste que o Nital (ASTM E 407, 2007). Também pode revelar carbonetos como a cementita (BRAMFITT, LAWRENCE, 2004).

Oliver; Jones e Fourlaris (2007) examinaram as microestruturas de quatro aços comerciais, entre os quais, os aços TRIP 600 e TRIP 800, que foram submetidos a ensaios de tensão dinâmicos - a baixa taxa de tensão ($0,001s^{-1}$) e a elevadas taxas de deformação ($200s^{-1}$). O Quadro 2.4 lista as composições químicas dos materiais utilizados.

Quadro 2.4 – Composição química dos aços analisados (% em peso) (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007)

Aços	C	Si	Mn	Al	P	Nb	Ni	Cr	Ti
TRIP600	0,083	1,350	1,460	0,139	0,009	0,001	0,018	0,025	0,015
TRIP800	0,181	1,670	1,330	0,131	0,008	0,001	0,021	0,026	0,014

O estudo microestrutural dos aços TRIP 600 e TRIP 800 indicaram que o reagente Nital 2% não revelou de modo satisfatório os contornos de grãos de ferrita. Portanto, foi adotado o reagente Marshall. O tempo de exposição dos materiais ao reagente foi de 1s.

Na Figura 2.16 é possível observar que os contornos de grãos da ferrita são revelados parcialmente quando o material é atacado com o reagente Nital 2%.

Figura 2.16 – Microscopia óptica da microestrutura de um aço TRIP600 atacado com (a) Nital 2% e (b) reagente Marshall (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007)

Na Figura 2.17 observa-se a microestrutura do aço TRIP800 atacada com o reagente Marshall.

Figura 2.17: Microscopia óptica de um aço TRIP 800. Ataque: reagente Marshall (OLIVER; JONES; FOURLARIS, 2007)

As soluções a base de ácido pícrico são mais versáteis. A formulação mais comum é conhecida como Picral, numa mistura de 4g de ácido pícrico e 96mL de álcool etílico. O Picral é tipicamente usado em aços ao carbono e aços liga para atacar a perlita, mas também pode revelar a bainita, martensita temperada, cementita e outros carbonetos (BRAMFIT, LAWRENCE, 2004).

2.2.1.2 Ataques químicos **tint etching**

Os aços assistidos pelo efeito TRIP são geralmente compostos de quatro microconstituintes (ferrita, bainita, martensita e austenita retida) formando uma microestrutura muito fina, que torna a sua observação difícil. Em função da necessidade de isolarem-se as diferentes fases estão sendo pesquisados outros ataques químicos para revelação da estrutura multifásica, os chamados **tint etch** (GIRAULT et al, 1998).

De acordo com a ASTM E 407 (2007) **tint etch** é um ataque por imersão que produz um contraste colorido, freqüentemente, seletivo para um constituinte particular da microestrutura, devido a um filme ou película fina de óxido, sulfeto, molibdato, cromato ou selênio elementar em uma superfície polida que revela a estrutura devido a variações dos efeitos de interferência da luz como função da espessura do filme.

De acordo com Angeli; Füreder; Kneissl (2006) e Vander Voort (2004) as soluções reativas quimicamente, quando em contato com superfícies metálicas, causam uma erosão a qual é retardada pela polarização. Se a solução reativa é escolhida de forma que o produto da reação causada não seja da superfície metálica, torna-se possível formar depósito estável, Figura 2.18. Se este sistema químico é aplicado a dimensões microscópicas torna-se possível o contraste de diferentes componentes microestruturais por seus depósitos e a interferência de cores assim produzida, ou pelos reflexos diferentes.

Figura 2.18 - Modelo de ataque catódico e anódico em um aço multifásico envolvendo depósitos de reagente (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006)

De acordo com Vander Voort (2004), diferentes versões de **tint etch** são referenciadas na prática. Os ataques coloridos mais comuns são aqueles que depositam um filme de interferência de sulfeto na amostra, como ilustrado na Figura 2.19.

Figura 2.19 - Representação esquemática do sistema de interferência formado entre ar-filme-metal (BEHARA; SPHIGLER, 1977)

Dentre estes ataques químicos, a utilização do metabissulfito de sódio destaca a austenita retida em tonalidade branca e a ferrita numa tonalidade que varia do marrom ao azul esverdeado. Esta técnica é composta de um pré ataque, com Nital 5%, que tem como objetivo um início de revelação dos contornos de grão e, especialmente, escurecer levemente a bainita e a martensita; e um ataque químico com solução de 10% de metabissulfito de sódio.

Klemm e Beraha desenvolveram os mais utilizados ataques coloridos baseados em sulfeto utilizando tiosulfato de sódio, metabissulfito de sódio e metabissulfito de potássio para atacar uma variedade de ligas metálicas. Esses ataques podem ser usados para colorir ferrita e martensita em ferros fundidos, aço ao carbono e aços baixa liga (VANDER VOORT, 2004).

Beraha também desenvolveu ataques baseados: em ácido sulfâmico (aplicável ao ferro fundido, aços de baixo carbono, aços ligados, aços ferramenta e aços inoxidáveis martensíticos), sulfeto de cádmio ou sulfeto de chumbo (para aços e ligas à base de cobre), íons de molibdato com ácido nítrico (que colorem a cementita em aços), além de desenvolver ataques coloridos que depositam selênio elementar na superfície de aços, ligas de níquel e cobre (VANDER VOORT, 2004).

Klemm sugere que uma solução saturada de tiosulfato de sódio e metabissulfito de sódio deve ser usada. Soluções deste tipo irão colorir as regiões anódica da microestrutura, pois eles formam um depósito (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006).

Há uma série de outros ataques coloridos que foram desenvolvidos por uma variedade de metalógrafos. Lichtenegger e Bloch (1975), por exemplo, desenvolveram um reagente incomum que colore a austenita em aços inoxidáveis duplex, em vez de ferrita. Vários outros ataques foram desenvolvidos para caracterizar ligas de alumínio e titânio. Em todos os casos, é mais fácil desenvolver ataques coloridos que apresente bons resultados com as ligas fundidas do que com ligas forjadas (VANDER VOORT, 2004).

LePera (1980) relatou uma solução modificada contendo metabissulfito de sódio e ácido pícrico. A redução de uma solução de molibdato em áreas catódicas microscópicas produz um depósito de um filme complexo de molibdato na qual a cor depende do poder redutor da fração microestrutural catódica e da espessura do filme. No ataque com o reagente LePera verifica-se a presença de três diferentes colorações (que representam a matriz ferrítica, bainita e a martensita / austenita retida). Nesta técnica realiza-se um pré ataque com Nital 2% que tem a finalidade de delinear os contornos de grãos da estrutura multifásica e possibilitar que o ataque posterior, com o reagente LePera, realce os microconstituintes presentes com maior contraste.

De acordo com Girault et al (1998), essa técnica de ataque colorido tem a vantagem de ser fácil de usar. Variações no tempo de ataque permitir controle da reação e alta taxa de sucesso. O único inconveniente deste método é a impossibilidade de distinguir austenita retida da martensita, pois ambas aparecem brancas.

O efeito da coloração do ataque formando depósitos é essencialmente dependente da espessura do filme formado. Em conformidade com esta espessura, os seguintes espectros de cores são esperados: amarelo (cerca de 45 nm), vermelho (cerca de 55nm), violeta (cerca de 60 nm), azul (cerca de 70nm) até marrom (maior do que 70 nm) (ANGELI; FÜREDER; KNEISSL, 2006).

Ataques coloridos são altamente sensíveis a tensões residuais em amostras com alta heterogeneidade química. Além disso, a espessura do filme formado na superfície

da amostra é função da orientação cristalográfica de sua microestrutura. Portanto, pode-se detectar qualquer orientação cristalográfica preferencial pela quantidade atual de gama de cores. Se uma grande variedade de cores está presente em um padrão aleatório, a orientação cristalina é aleatória. Se uma pequena gama de cores está presente nos grãos, uma orientação preferencial está presente (VANDER VOORT, 2004).

Girault et al (1998) relataram um estudo em diferentes aços cujas composições são apresentadas no Quadro 2.5. O propósito do trabalho foi mostrar como a técnica de ataque colorido utilizando o reagente LePera pode ser aplicada e adaptada para revelar as diferentes composições de aços assistidos pelo efeito TRIP.

Quadro 2.5: Composições químicas (% em peso) dos aços estudados (GIRAULT et al, 1998)

Aço	C	Si	Mn	P	S	Sol. Al	N
a	0,11	1,50	1,53	0,008	0,006	0,043	0,0035
b	0,27	1,40	1,40	0,010	0,008	0,039	0,0080
c	0,12	0,78	1,51	0,010	0,006	0,039	0,0035
d	0,18	0,39	1,30	0,020	0,010	0,029	0,0070

Os materiais deste estudo foram laminados a quente e a frio em espessuras entre 0,8 e 1,0 milímetros de acordo com rotas de processamento clássicas para obter típicas microestruturas multifásicas.

Os ataques foram realizados com uma mistura de duas soluções pré-preparadas: $30 \pm 2\text{mL}$ de metabissulfito de sódio 1% e $30 \pm 2\text{mL}$ de ácido pícrico 4%. As amostras foram então imersas na mistura com o auxílio de pinça e mantidas ali entre 10 e 20 s, sendo permanentemente agitadas durante esse tempo. Após o ataque as amostras foram lavadas com álcool etílico e secas com ar frio forçado.

As duas micrografias ilustradas na Figura 2.20 ilustram as microestruturas dos aços (a) e (b) em que a ferrita aparece como azul esverdeada, a bainita possui tom marrom, austenita retida e martensita são brancas.

Figura 2-20 - Microscopia óptica de aços (a) e (b) após ataque colorido, onde F - ferrita (azul esverdeado); B - bainita (marrom) e MA - martensita/austenita retida (branco) (GIRAULT et al, 1998)

Em alguns casos, o aspecto das superfícies atacadas pode ser bastante sensível em relação à quantidade das duas soluções que foram misturadas. Se todas aparecem em tons de azul, isto significa que a mistura requer uma proporção ligeiramente maior de ácido pícrico (dentro dos intervalos especificados no procedimento). Se, pelo contrário, todos os grãos apresentam uma cor marrom, uma pequena adição de metabissulfito de sódio é necessária.

Figura 2.21 - Microscopia óptica dos aços (c) e (d) em que a matriz ferrítica apresenta tonalidade marrom clara (GIRAULT et al, 1998)

A comparação das micrografias das Figuras 2.20 e 2.21 ilustram como a composição química do aço afeta a intensidade das cores. Um aço de alta liga (b), Figura 2.20, exibe tonalidades mais contrastadas. A quantidade de carbono e silício

tem uma influência substancial sobre a cor da matriz ferrítica. Praticamente, a diferenciação de cor, entre ferrita e bainita é mais fácil quando o teor de silício é superior a 1% em peso. Esta condição é cumprida na maioria dos aços assistidos pelo efeito TRIP.

Santofimia et al (2008) submeteram um aço baixo carbono, Tabela 2.2, a um novo tratamento térmico, conhecido como “quenching e partitioning”, Figura 2.22, que visa a obtenção de uma microestrutura multifásica com melhores propriedades mecânicas quando comparadas às obtidas com os processos tradicionais.

Tabela 2.2: Composições químicas (% em peso) do material estudado (SANTOFIMIA et al, 2008)

C	Mn	Si	Al	P
0,19	1,61	0,35	1,10	0,09

Figura 2.22 – Esquema do tratamento de “quenching e partitioning” aplicado no material (SANTOFIMIA et al, 2008)

As microestruturas resultantes de duas das condições deste tratamento foram analisadas por microscopia óptica. O reagente LePera foi utilizado para a caracterização do material.

A análise das amostras mostrou que as microestruturas das mesmas são formadas por ferrita, martensita e austenita retida. Nas Figuras 2.23 e 2.24 é possível observar a ferrita em tom mais escuro, enquanto a martensita e a austenita retida aparecem em tom claro. A bainita não pode ser distinguida nestas imagens.

Figura 2.23 – Microscopia óptica de uma amostra “direct quench” atacada com o reagente LePera (SANTOFIMIA et al, 2008)

Figura 2.24 – Microscopia óptica de uma amostra “particionada” a 175°C durante 100s. Ataque: reagente LePera (SANTOFIMIA et al, 2008)

A técnica de caracterização microestrutural utilizando ataques químicos corrosivos, apesar de serem amplamente empregados e de fácil manuseio, permite apenas diferenciar a fase ferrítica (fase mais anódica do material) das demais fases, como relatado neste capítulo. Essa limitação torna necessário o emprego de outras técnicas, como o **tint etching**, para distinguir as demais fases presentes no material.

O **tint etching** é uma técnica mais eficiente para a caracterização de materiais multifásicos, apesar de também possuir algumas limitações, como é o caso do reagente de LePera, com o qual não é possível distinguir a fase martensítica da austenita retida, como descrito no trabalho de Santofimia et al (2008). A variação das colorações apresentadas pelos materiais submetidos a essa prática, também, não foi elucidada. Além disso, alguns parâmetros (tais como modo de ataque, modo de secagem, tempo de exposição, pré-ataque e concentração dos reagentes) afetam significativamente os resultados destes ataques, o que torna necessária a análise dos efeitos dos mesmos na caracterização metalográfica do material em estudo.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA

3.1 Material

O material utilizado neste trabalho foi fornecido ao Departamento de Materiais e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, sendo classificado como um aço de baixo carbono e baixa liga, com estrutura multiconstituída, classificada como TRIP 800. Suas principais aplicações estão destinadas à indústria automobilística. A composição química está representada pelas porcentagens dos elementos de liga (% em peso) na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição Química do Aço TRIP 800 (Renault do Brasil, 2009)

Elemento de Liga	% em Peso
Carbono (C)	0,205
Silício (Si)	0,87
Manganês (Mn)	0,28
Fósforo (P)	0,027
Enxofre (S)	0,003
Cromo (Cr)	0,015
Níquel (Ni)	<0,001
Molibdênio (Mo)	0
Alumínio (Al)	0,04
Cobre (Cu)	0
Titânio (Ti)	<0,001
Vanádio (V)	<0,001
Nióbio (Nb)	<0,001
Estanho (Sn)	0
Boro (B)	0

Na Tabela 3.2 encontram-se listadas as propriedades mecânicas deste material (valores obtidos na direção transversal, a 45° e no sentido de laminação).

Tabela 3.2 - Propriedades Mecânicas do Aço TRIP 800 (Renault do Brasil, 2009)

Bobina	Limite de Ruptura	Limite de Escoamento	Alongamento (%)	r	n
	LR (N/mm ²)	LE N/mm ²)	Lo=80 mm Espessura <3 mm		
TRIP 800 01 T	855,0	538,1	23,4	1,00	0,18
TRIP 800 02 T	850,1	539,0	23,5	1,08	0,19
TRIP 800 01 L	854,2	548,2	23,1	1,09	0,19
TRIP 800 02 L	851,0	544,3	24,5	1,08	0,19
TRIP 800 01 45°	849,4	539,0	19,1	1,01	0,19
TRIP 800 02 45°	850,4	543,3	19,9	1,04	0,19

3.2 Preparação das amostras metalográficas

A técnica de ensaio micrográfico pode ser dividida nas seguintes fases: escolha e localização da seção a ser analisada; obtenção de uma superfície plana e polida na seção selecionada; ataque da superfície por um reagente químico adequado; exame ao microscópio para a observação e obtenção de fotografias (COLPAERT, 2008). Cada uma dessas etapas pode ser realizada utilizando diferentes métodos e podem variar de acordo com as propriedades específicas do material. Deve-se realizar cada uma das fases de preparação com grande cuidado, pois cada etapa pode afetar os estágios posteriores (PETZOW, 2001).

A preparação de amostras metalográficas para a realização de ataques coloridos requer mais cuidados do que a preparação de amostras para ataques com reagentes convencionais, pois o filme depositado na superfície da amostra no ataque colorido é sensível aos danos que não foram removidos pela preparação metalográfica (VANDER VOORT, 2004), uma vez que a microestrutura real pode ser parcialmente ou totalmente obscurecida por técnicas ou procedimentos mal realizados (VANDER VOORT, 1999).

Neste trabalho, as técnicas utilizadas para a preparação metalográfica seguiram os processos normatizados pela ASTM E 3-10 (2007) de seccionamento, embutimento, lixamento, polimento e foram realizados no Laboratório de Metalografia do DMT/FEG/UNESP.

3.2.1 Seccionamento

As amostras para análise metalográfica foram extraídas de chapas de aço TRIP 800, laminadas a frio, com espessura de 1,4 mm.

As amostras foram cortadas com auxílio de uma máquina de corte por serra de fita vertical, modelo RMF 400-S, fabricada pela ROMARFRA, do Laboratório de Usinagem do DMT/FEG/UNESP, Figura 3.1.

Figura 3.1 - Serra de fita vertical - ROMARFRA (DMT/FEG/UNESP)

Foram extraídas amostras da seção longitudinal paralela à direção de laminação, item (D) da Figura 3.2.

Figura 3.2 - Nomenclatura das localizações de áreas mostradas em fotomicrografias (ASTM E3-01, 2007)

A operação de seccionamento por serramento com serra de fita não gera calor suficiente para alterar a microestrutura do material. Entretanto, durante a operação de

corte, houve o cuidado para que não ocorresse excessivo aquecimento do material, controlando a velocidade de corte e avanço durante o seccionamento.

3.2.2 Embutimento

Após o seccionamento, as amostras foram submetidas a embutimento a quente. Esta etapa foi realizada para facilitar o manuseio, evitar a danificação da lixa e/ou do pano de polimento e abaulamento da superfície, que acarretam dificuldades ao se observar às amostras (BRANDON; KAPLAN, 1999).

O embutimento foi realizado no equipamento PANPRESS 30 – PANAMBRA TÉCNICA IMP. EXP. LTDA, do Laboratório de Metalografia do DMT/FEG/UNESP, Figura 3.3. Foi utilizada resina fenólica (baquelite) para embutimento de amostras metalográficas, fornecida pela AROTEC Indústria e Comércio. O tempo médio do processo completo de embutimento por amostra foi de trinta minutos, desde o seu posicionamento no equipamento até a retirada da amostra já embutida.

O uso de vaselina sólida ou de grampos de fixação de aço inoxidável, da STRUERS, fez-se necessário para o correto posicionamento das amostras no equipamento.

Figura 3.3 - Embutidora PANPRESS 30 – PANAMBRA (DMT/FEG/UNESP)

3.2.3 Identificação das amostras

Devido ao número de amostras foi necessária a clara identificação das mesmas, utilizando um gravador vibrador com ponta de aço temperado, Figura 3.4. As amostras foram identificadas quanto à seção das quais foram obtidas, seguidas de uma numeração seqüencial.

Figura 3.4 - Marcação de amostra utilizando gravador vibrador (DMT/FEG/UNESP)

3.2.4 Lixamento

Esse processo tem como objetivo a remoção de riscos e deformações provenientes do seccionamento do material e a realização de uma superfície plana cuja profundidade de deformação seja suficientemente fina, de tal forma que permita seu desaparecimento após a posterior etapa de polimento.

A técnica consiste no lixamento da amostra, sucessivamente, com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção (90°) em cada lixa subsequente, até desaparecerem os traços da lixa anterior (PETZOW, 2001).

Neste estudo, para o processo de lixamento foram utilizadas lixas d'água com diferentes granulometrias: #100, 220, 320, 400, 600, 1000 e 1200 mesh, sucessivamente.

Esse procedimento foi realizado em uma lixadeira manual para metalografia STRUERS, no DMT/FEG/UNESP. A Figura 3.5 mostra uma foto do equipamento existente no laboratório.

Figura 3.5 - Lixadeira manual com área de lixamento em forma de 4 pistas (DMT/FEG/UNESP)

Nesta etapa, a cada interrupção do lixamento para análise da superfície, foi realizada a limpeza das amostras em água corrente e álcool etílico.

Finalmente, as amostras foram secas rapidamente através de ar frio forçado fornecido por um secador.

A avaliação qualitativa da superfície lixada foi controlada por meio de um estereomicroscópio STEMI 2000 – ZEISS, Figura 3.6, com ampliação de 50x.

Figura 3.6 - Estereomicroscópio STEMI 2000 – ZEISS (DMT/FEG/UNESP)

Para se obter um lixamento eficaz é necessário o uso adequado da técnica de lixamento (pressão de trabalho e velocidade de lixamento), pois caso contrário podem surgir deformações na superfície da amostra, que podem dar uma imagem falseada (sombras) e, conseqüentemente, não representativa da microestrutura da amostra.

3.2.5 Polimento

A finalidade desta etapa do processo mecânico é obter uma superfície plana, sem riscos e com alta refletividade. A existência de riscos atrapalha o exame da superfície da amostra.

Quando o polimento remove os riscos no material sem remover também a parte encruada subjacente, a superfície pode atingir um acabamento aparentemente satisfatório (com brilho especular e sem arranhões visíveis), com aparência bem polida. Porém, quando se ataca esta amostra, o resultado do ataque não é uniforme, pois o reagente corrói preferencialmente as regiões mais encruadas da superfície, resultando em micrografias que apresentam heterogeneidades artificiais (COLPAERT, 2008).

De acordo com a ASTM E 407 (2007) um polimento de extrema qualidade é requisito para a realização de ataque colorido, pois o mesmo poderá revelar defeitos decorrentes do processo de polimento, mesmo que esses não sejam visíveis com iluminação de campo claro.

Antes de se realizar o polimento, a superfície da amostra foi limpa, de modo a deixá-la isenta de traços abrasivos, solventes, poeiras e outros. A operação de limpeza foi realizada por lavagem com água e álcool etílico, este último foi utilizado para que a secagem fosse acelerada.

O polimento manual foi realizado na POLITRIZ AP10 PANAMBRA, Figura 3.7, em rotação de 150 rpm. Segundo Ray e Dhua (1996) pressão moderada e a baixa velocidade de polimento (120 – 150 rpm) são recomendadas para prevenir imagens falseadas (sombras) e abaulamento nas superfícies das amostras.

Figura 3.7 - Politriz AP10 – PANAMBRA (DMT/FEG/UNESP)

Foi utilizado pano para polimento OP-NAP, fabricação STRUERS, e a mistura de água destilada e suspensão de sílica coloidal para materiais ferrosos, OP-U Suspension ($0,25\mu\text{m}$), fabricação STRUERS. Para melhoria do processo e melhor deslizamento das amostras à superfície do pano de polimento, ou seja, para reduzir o atrito entre a superfície da amostra e o pano, utilizou-se água destilada, que foi borrifada, intercalando-se com as adições de OP-U. Procurou-se evitar polimentos demorados com fricção e pressão excessiva sobre a amostra, bem como, girar a amostra sobre o disco da politriz de modo que não haja direção preferencial nessa operação.

A avaliação qualitativa da superfície polida também foi controlada com auxílio do microscópio óptico de bancada STEMI 2000 - ZEISS, objetivando-se uma superfície plana e com ausência de riscos. Nesta etapa, a limpeza das amostras foi feita com água destilada e secagem com ar frio forçado.

3.3 Ataques químicos

De acordo com Vander Voort (1999) e Petzow (2001), a superfície do metal polido corretamente reflete a luz de forma homogênea e não permite distinguir os microconstituintes de sua estrutura. A microestrutura é revelada somente por meio da aplicação de um ataque apropriado. Para se obter uma condição de contraste bem delineada após o ataque químico, algumas medidas devem ser adotadas: o polimento da superfície deve ter sido eficaz, a amostra a ser atacada deve ter sido limpa, o reagente deve ter sido selecionado, preparado e as condições de ataque devem ser cuidadosamente controladas.

Para atingir os objetivos deste projeto foram realizadas variações dos parâmetros relacionados aos ataques químicos com a finalidade de se analisar o efeito dos mesmos na caracterização metalográfica do material em estudo.

Foram analisados os seguintes parâmetros: pré-ataque (realização ou não de pré-ataque com Nital 2%), modo de ataque (imersão ou esfregamento), proporções dos reagentes (variações nas proporções da solução aquosa de metabissulfito de sódio e picral), concentração dos reagentes (solução aquosa de metabissulfito de sódio 1% e

2% e picral 2% e 4%), tempo de ataque (10, 15, 25 e 30s) e modo de secagem (forçada ou natural).

3.3.1 Modo de ataque

Há diversos métodos para realização do ataque químico: imersão, gotejamento, lavagem, esfregamento e alternativo por imersão. Para este trabalho, foram selecionados dois modos de ataque, imersão e esfregamento, para comparação dos resultados obtidos, quando da utilização desses dois métodos.

No ataque por esfregamento, a solução de ataque, embebida em um chumaço de algodão, foi esfregada lentamente e de forma mais uniforme possível. No ataque por imersão, a amostra foi mergulhada na solução com a face voltada para baixo, tendo-se o cuidado de não encostar a superfície da amostra no recipiente.

Após os ataques, as amostras foram mergulhadas vagarosamente em um recipiente com água por aproximadamente 30s ao invés de serem lavadas em água corrente, devido à natureza frágil do filme depositado sobre a superfície da amostra (PARISH, 2003; BRAMFITT; BENSCOTER, 2006), sendo secas de modo forçado ou naturalmente.

Na Tabela 3.3 estão listados os ataques realizados e utilizados para a discussão sobre a influência do método de ataque neste estudo.

Tabela 3.3- Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do método de ataque

Material	Pré-ataque	Ataque - Reagente	Tempo de Ataque	Modo de Ataque	Secagem	Data do ataque
TRIP	Não	Le Pera _{modificadoIII}	15s.	Esfregamento	Natural	26/10/2009
TRIP	Não	Le Pera	25s.	Esfregamento	Natural	9/9/2009
TRIP	Não	Le Pera	25s.	Imersão	Natural	8/9/2009

3.3.2 Modo de secagem

Neste trabalho, as amostras foram secas de três formas distintas: por ar frio forçado utilizando-se um secador próximo à superfície da amostra (cerca de 10 cm),

por ar frio forçado, mantendo o secador a uma distância de 40 cm da mesma e naturalmente. Os modos de secagem utilizados neste trabalho estão ilustrados na Figura 3.8.

Figura 3.8 – Modos de secagem das amostras. (a) secador próximo a superfície da amostra, (b) secador a uma distância de 40 cm da amostra e (c) secagem natural

Quando adotada a secagem natural, a amostra retirada do recipiente com água, na qual foi mergulhada após o ataque químico, foi deixada ao ar na posição vertical até que secasse completamente.

Na Tabela 3.4 estão relacionados os ataques realizados e utilizados para a discussão sobre a influência do modo de secagem.

Tabela 3.4 -Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do modo de secagem.

Material	Reagente - Pré-ataque	Tempo - Pré-ataque	Ataque	Tempo de Ataque	Modo de Ataque	Secagem	Data do ataque
TRIP	Não	Não	Le Pera	25s.	Imersão	Forçada (secador a ~10cm)	11/9/2009
TRIP	Nital 2%	2s.	Le Pera	25s.	Imersão	Forçada (secador a ~10cm)	16/10/2009
TRIP	Não	Não	Le Pera	25s.	Imersão	Forçada (secador a ~40cm)	9/9/2009
TRIP	Nital 2%	2s.	Le Pera	30s.	Imersão	Forçada (secador a ~40cm)	16/10/2009
TRIP	Não	Não	Le Pera	30s.	Imersão	Forçada (secador a ~40cm)	20/10/2009
TRIP	Não	Não	Le Pera	30s.	Imersão	Natural	20/10/2009

3.3.3 Pré-ataque

Nesta etapa do processo foi analisada a influência da realização ou não do pré-ataque na identificação das fases presentes no material estudado.

Para a realização do pré-ataque foram pré-estabelecidos tempos de exposição do reagente na superfície da amostra de 2s e 5s. O modo de aplicação deste ataque foi a imersão. Para a interrupção do ataque químico utilizou-se água corrente e álcool etílico, seguidos com a secagem da amostra com ar frio forçado.

Na Tabela 3.5 estão relacionados os ataques realizados e utilizados para a discussão sobre a influência da realização ou não do pré-ataque com o reagente Nital 2%.

Tabela 3.5 -Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do emprego ou não do pré-ataque.

Material	Reagente - Pré-ataque	Tempo - Pré-ataque	Ataque	Tempo de Ataque	Modo de Ataque	Secagem	Data do ataque
TRIP	Não	Não	Le Pera <small>modificadoIII</small>	25s.	Imersão	Natural	3/9/2009
TRIP	Nital 2%	2s.	Le Pera <small>modificadoIII</small>	25s.	Imersão	Natural	30/10/2009
TRIP	Nital 2%	5s.	Le Pera <small>modificadoIII</small>	25s.	Imersão	Natural	3/11/2009
TRIP	Nital 2%	2s.	Le Pera <small>modificadoIII</small>	15s.	Imersão	Natural	27/10/2009
TRIP	Não	Não	Le Pera	15s.	Imersão	Natural	9/9/2009
TRIP	Nital 2%	2s.	Le Pera	15s.	Imersão	Natural	28/9/2009
TRIP	Nital 2%	5s.	Le Pera	15s.	Imersão	Natural	29/9/2009

3.3.3.1 Reagente

O reagente de Nital, quando empregado, desempenhou a função de um pré-ataque nas superfícies das amostras, para posterior ataque das mesmas com o reagente LePera. A concentração utilizada foi a de 2% (2 mL de ácido nítrico concentrado 65% e 98 mL de álcool etílico 95%).

3.3.4 Reagentes – ataque químico

LePera (1980) propôs o emprego de um reagente obtido pela mistura de duas soluções pré-preparadas (metabissulfito de sódio 1% e ácido pícrico 4%), na proporção de 1:1 (10ml de metabissulfito de sódio 1% e 10ml de picral 4%) para evidenciar a bainita e a martensita presentes na microestrutura de um aço com baixo teor de carbono. Entretanto, alguns pesquisadores como Dimatteo et al (2006) e Kubilay (2008) sugeriram variações deste reagente.

Portanto, o reagente químico utilizado neste trabalho foi o LePera, com variações em sua composição (tanto na proporção como na concentração de suas soluções pré-preparadas).

3.3.4.1 Concentração dos reagentes

Neste estudo, o reagente LePera foi utilizado conforme concentração proposto pelo próprio pesquisador (LePera, 1980). Entretanto, variações nas concentrações das soluções pré-preparadas de ácido pícrico e metabissulfito de sódio também foram estudadas. Foram realizados ataques químicos com um reagente composto por metabissulfito de sódio 2% e picral 4%, bem como, com outro reagente composto por metabissulfito de sódio 1% e picral 2%.

3.3.4.2 Proporção dos reagentes

Foram realizados estudos com reagentes contendo proporções diferentes das soluções pré-preparadas, 1:1 (10mL de metabissulfito de sódio 1% e 10mL de picral 4%); 1:2 (5mL de metabissulfito de sódio 1% e 10mL de picral 4%); 2:1 (10mL de metabissulfito de sódio 1% e 5mL de picral 4%); 1:1 (10mL de metabissulfito de sódio 2% e 10mL de picral 4%) e 1:1 (10mL de metabissulfito de sódio 1% e 10 mL de picral 2%).

Na Tabela 3.6 encontram-se relacionados os reagentes utilizados neste estudo.

Tabela 3.6- Reagentes utilizados

Reagente	Solução	
Le Pera e variações	Soluções pré-preparadas:	(a) 1mL de Metabissulfito de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) + 99mL de água Destilada (b) 2mL de Metabissulfito de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) + 98mL de água Destilada (c) 2mL de Ácido Pícrico ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)\text{OH}$) + 98mL de álcool etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$). (d) 4mL de Ácido Pícrico ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)\text{OH}$) + 96mL de álcool etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$).
	LePera	Solução 1 (a):1(d)
	LePera _{modificado I}	Solução 1(a):2 (d)
	LePera _{modificado II}	Solução 2 (a):1(d)
	LePera _{modificado III}	Solução 1 (a):1(c)
	LePera _{modificado IV}	Solução 1 (b):1(d)

Conforme Angeli, Füreder e Kneissl (2006), LePera (1980) e Bramfitt; Benschoter (2006) as soluções pré-preparadas do reagente LePera e suas variações devem ser misturadas apenas no momento em que se realizará o ataque. Além disso, as soluções pré-preparadas foram utilizadas, no máximo, em 4 dias após suas preparações.

De acordo com a ASTM E 407 (2007) precauções devem ser adotadas na manipulação de reagentes. Entre esses cuidados encontram-se: utilizar equipamentos de proteção adequados (óculos, luvas, avental, etc); realizar a manipulação dos reagentes e os ataques químicos em capela apropriada, com exaustor e evitar o contato direto com os reagentes.

3.3.4.3 Tempo de ataque

O tempo de ataque é, usualmente, determinado empiricamente. O controle do mesmo é importante na obtenção de uma imagem exata e nítida, que permita a visualização de detalhes da microestrutura do material (VANDER VOORT, 1999).

De acordo com Girault et al. (1998), o tempo de ataque varia entre 10 e 20s, dependendo da composição química dos aços TRIP analisados. Este intervalo de tempo está relacionado com a utilização do reagente, conforme proposto por LePera. Entretanto, como neste trabalho, parâmetros como proporção e concentração das soluções pré-preparadas foram variados, conforme descrito na seção 3.3.4.2, decidiu-se pela ampliação do intervalo de tempo de ataque a ser analisado. Foram preestabelecidos quatro tempos de ataque: 10s, 15s, 25s e 30s. No entanto, para três condições propostas - ataques com modificação na proporção das soluções pré-preparadas (LePera_{modificado I} e LePera_{modificado II}) e ataques com LePera com variação de concentração de uma de suas soluções pré-preparadas (LePera_{modificado IV}) - foram realizados também ataques com tempos de 3, 5 e 7s, pois os tempos preestabelecidos anteriormente não apresentaram resultados satisfatórios, super atacando as amostras.

Para o estudo das variações da concentração das soluções pré-preparadas que compõem o reagente LePera, bem como, das variações de proporções das mesmas, optou-se por analisar esses parâmetros conjuntamente com o tempo de ataque. Na

Tabela 3.7 encontram-se os ataques realizados e utilizados para a discussão destes parâmetros.

Tabela 3.7 -Experimentos realizados e utilizados para análise da influência do modo de secagem.

Material	Pré-ataque	Ataque	Tempo de Ataque	Modo de Ataque	Secagem	Data do ataque
TRIP	Não	Le Pera	10s.	Imersão	Natural	10/9/2009
TRIP	Não	Le Pera	15s.	Imersão	Natural	9/9/2009
TRIP	Não	Le Pera	25s.	Imersão	Natural	8/9/2009
TRIP	Não	Le Pera	30s.	Imersão	Natural	20/10/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoII	5s	Imersão	Natural	10/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoII	10s	Imersão	Natural	10/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoII	15s	Imersão	Natural	10/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoII	25s	Imersão	Natural	11/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoI	3s	Imersão	Natural	6/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoI	5s	Imersão	Natural	6/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoI	7s	Imersão	Natural	6/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoI	10s	Imersão	Natural	3/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIV	5s	Imersão	Natural	12/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIV	7s	Imersão	Natural	12/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIV	10s	Imersão	Natural	12/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIV	15s	Imersão	Natural	12/11/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIII	10s.	Imersão	Natural	21/10/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIII	15s.	Imersão	Natural	4/9/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIII	25s.	Imersão	Natural	3/9/2009
TRIP	Não	Le Pera modificadoIII	30s.	Imersão	Natural	21/9/2009

3.3.5 Temperatura e umidade relativa

O Laboratório de Metalografia do Departamento de Materiais e Tecnologia não possui equipamentos para controle de temperatura e umidade relativa do seu ambiente. Entretanto, a cada ataque, os dados relativos a essas variáveis foram registrados, a fim de verificar, a influência ou não dos mesmos no resultado final do ensaio metalográfico.

3.4 Obtenção das imagens metalográficas

Após cada ataque químico foram fotografados 10 campos da amostra atacada, utilizando-se uma ampliação de 1000x. Porém, em algumas situações, tornou-se conveniente a obtenção de imagens com utilização de ampliações menores, de 500x e 50x, para obter-se uma visão mais ampla da microestrutura do material e do filme de reagente que se formou na superfície da amostra atacada, a fim de se verificar suas características. As imagens foram capturadas de forma aleatória ao longo de toda a superfície da amostras e armazenadas em formato TIFF.

A obtenção das imagens metalográficas foi realizada no Laboratório de Análise de Imagens de Materiais (LAIMAT) do Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP. As imagens foram fotografadas em campo claro, utilizando um microscópio óptico NIKON MODELO EPIPHOT 200, acoplado a um PC e a uma câmera digital AXIO CAM 1CC3 ZEISS, usando-se o software AXIO VISIO – ZEISS.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As técnicas de preparação metalográfica, especialmente relacionadas ao lixamento e polimento das amostras, mostraram-se eficientes, visto que as fotomicrografias obtidas não apresentaram distorções provenientes desses processos.

Os resultados obtidos, quando variados os parâmetros preestabelecidos relativos aos ataques químicos (temperatura e umidade relativa do ar no momento de realização do ataque, pré-ataque, concentração e proporção dos reagentes químicos utilizados, tempo de ataque, modo como a amostra foi atacada e seca), serão discutidos sob um ponto de vista qualitativo neste capítulo.

4.1 Modo de secagem

Neste trabalho foi realizada a secagem das amostras atacadas de três maneiras distintas: com ar frio forçado próximo à superfície da amostra (cerca de 10 cm), com ar frio forçado a uma distância de cerca de 40 cm da amostra e naturalmente, ou seja, após a amostra ser atacada e lavada, a mesma permaneceu à temperatura ambiente, na posição vertical, sem que ar forçado tocasse a superfície da amostra.

Inicialmente, uma amostra atacada por imersão com o reagente LePera por 25s foi seca através de ar frio forçado com o secador próximo à amostra. Notou-se que o filme formado pelo reagente na superfície da mesma não apresentava aspecto uniforme após esse procedimento.

Na Figura 4.1a é possível notar que, há uma região na superfície da amostra, em que o reagente apenas delineou os contornos dos microconstituintes presentes no material, enquanto que em outra região, ocorreu o acúmulo do reagente de forma heterogênea. Isso aconteceu, possivelmente, devido à proximidade da superfície da amostra com o secador, onde o ar frio forçado, que incidiu diretamente sobre essa região da amostra, deslocou o filme de reagente formado para a região periférica. Na Figura 4.1b é possível observar nitidamente essa região. O ar forçado ocasionou uma má distribuição do reagente ao invés de formar um filme homogêneo.

Figura 4.1 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador próximo à amostra): a) região na qual houve incidência de ar forçado b) região circunvizinha à (a). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=25s$)

A fim de se comprovar os resultados obtidos com o emprego de ar frio forçado com o secador próximo à amostra, uma amostra pré-atacada com Nital 2% por 2 s, foi submetida a um ataque com o reagente LePera por 25 s e seca nas mesmas condições que a amostra anteriormente analisada. O resultado pode ser observado na Figura 4.2.

Figura 4.2 – Fotomicrografia de uma amostra seca com ar frio forçado (secador próximo à amostra). Aumento 1000x. (Condições: amostra pré-atacada com Nital 2% por $t=2s$ e atacada por imersão, reagente LePera, $t=25s$)

A amostra também apresentou áreas que não foram suficientemente atacadas, o que impossibilitou a identificação das fases constituintes do material, além de regiões com acúmulo de reagente.

Nas amostras secas com ar frio forçado a cerca de 10 cm de sua superfície, nota-se que o filme de reagente formado não foi suficiente para delinear as fases presentes no material, tão pouco, permitiu o surgimento de tons que caracterizam os microconstituintes existentes, como pode ser observado nas fotomicrografias 4.1 e 4.2, onde apenas tons de azul são vistos.

Como essa condição de secagem não apresentou resultados satisfatórios, resultando em fotomicrografias nas quais não foi possível distinguir nenhum microconstituente do material, optou-se por modificar esse procedimento.

Uma amostra sem pré-ataque foi, então, atacada por imersão com o reagente LePera por 25 s e submetida à secagem com ar frio forçado, sendo, o secador mantido a uma distância de aproximadamente 40 cm da amostra. Como pode ser observado na Figura 4.3, a amostra não apresentou regiões com visível acúmulo de reagente.

Figura 4.3 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=25s$)

Entretanto, nas fotomicrografias pode-se observar que há diferentes graus de contraste em uma mesma amostra, evidenciado pela diferença de coloração apresentada pelas Figuras 4.3a e 4.3b, resultado da não homogeneidade do filme de reagente formado na superfície do material atacado. Isso ocorreu devido ao uso de ar forçado que, mesmo distante da superfície da amostra, provocou o arraste do reagente para regiões adjacentes.

Na Figura 4.4 é ilustrada uma amostra pré-atacada com Nital 2% por 2 s, e posteriormente, atacada por imersão com o reagente LePera por trinta segundos. O modo de secagem empregado foi similar à da amostra anterior. Através da comparação das duas regiões apresentadas, também pode-se observar que há áreas em que a

superfície apresenta diferentes graus de intensidade do ataque químico, resultado da heterogeneidade do filme de reagente sobre o material causado pela secagem com ar frio forçado.

Figura 4.4 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: pré-ataque com Nital 2%, por t=2s. ataque por imersão, reagente LePera, t=30s)

Neste caso, também, a fotomicrografia não nos permite realizar a identificação dos microconstituintes presentes na amostra, o que a torna ineficaz na caracterização do material. É visualizado nas fotomicrografias o aparecimento de tonalidades claras e escuras, aparentemente com início de diferenciação das fases presentes, porém com elevada imprecisão.

Na Figura 4.5 é possível observar uma amostra atacada por imersão com o reagente LePera por trinta segundos e seca com ar frio forçado. Observa-se que, da mesma forma que a analisada anteriormente, essa amostra não apresenta homogeneidade em toda a superfície atacada.

Figura 4.5 - Regiões distintas de uma amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=30s$)

Comprova-se pela observação das Figuras 4.1 a 4.5 que na secagem por ar frio forçado, com o secador próximo ou a uma distância de 40 cm da amostra, não há a formação de um filme de reagente homogêneo em toda a superfície atacada. Essa constatação contraria Girault et al. (1998), que sugerem que a secagem da amostra após o ataque químico deva ser realizada com ar frio forçado, como descrito no Capítulo 2.

Uma fotomicrografia da mesma amostra, apresentada na Figura 4.5, com um aumento de 50x é observada na Figura 4.6. É possível notar a heterogeneidade do filme formado, comprovado pela diferença de coloração em toda sua superfície. Além disso, há evidências de diversos pontos de oxidação (pontos pretos) e manchas provenientes de secagem (pontos claros).

Figura 4.6 - Amostra seca com ar frio forçado (secador distante da amostra). Aumento 50x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=30s$)

O terceiro modo de secagem avaliado neste trabalho foi o modo natural. Uma amostra submetida a um ataque nas mesmas condições das amostras apresentadas anteriormente (ataque por imersão utilizando LePera por 30s) foi seca naturalmente. Na Figura 4.7 é possível verificar que a superfície da amostra possui um aspecto mais homogêneo, com coloração distinta apenas na região da amostra em que ocorreu acúmulo de água durante sua secagem, possivelmente pela posição em que foi mantido durante a secagem, o que permitiu a oxidação.

Figura 4.7: Amostra seca ao ar. Aumento 50x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=30s$)

Figura 4.8 - Regiões distintas de uma amostra seca ao ar. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, $t=30s$)

Neste trabalho, comprovou-se pela observação da Figura 4.8, que a maior homogeneidade do filme formado é obtida em amostras que foram secas naturalmente. Em regiões distintas de um mesmo corpo de prova, as colorações, bem como a nitidez e contraste das imagens são semelhantes, apresentando graus similares de ataque da amostra.

Finalmente, em concordância com LePera (1980), pode-se afirmar que com o modo de secagem natural é possível a visualização das fases presentes. Surgindo os grãos ferríticos em tonalidade azul claro, bainita em tons marrom escuro e constituinte MA (martensita/austenita retida) em coloração clara.

Esta constatação está em acordo com Bramfitt; Benschoter (2006) e Vander Voort (1999), que sugerem que a secagem das amostras atacadas com o reagente LePera deve ser realizada com ar parado aquecido, de forma que o mesmo nunca toque o filme do reagente formado na superfície da amostra.

4.2 Modo de ataque químico

De acordo com Vander Voort (2004), a coloração da microestrutura após o ataque químico colorido é uma consequência da interferência causada na luz refletida pela amostra e pelo filme do reagente na superfície da amostra, sendo que o filme formado sobre as fases pode variar sua espessura em função da orientação cristalográfica enquanto cresce, deixando os grãos com colorações variadas (BEHARA & SPHIGLER, 1977).

De acordo com LePera (1980), para a obtenção de melhores resultados, a amostra deve ser imediatamente imersa no reagente após a mistura das soluções pré-preparadas. Analogamente, a norma ASTM E 407 (2007) e Vander Voort (1999) afirmam que ataques coloridos são quase sempre realizados a temperatura ambiente com imersão da amostra, nunca por esfregamento, promovendo o ataque da superfície da amostra.

Com base nestes trabalhos, o ataque das amostras foi realizado de duas formas distintas: por esfregamento e por imersão, a fim de verificar a veracidade destas afirmações.

Inicialmente, realizaram-se ataques por esfregamento, em que, a solução de ataque, embebida em um chumaço de algodão, foi esfregada lentamente e de forma mais uniforme possível sobre as superfícies das amostras.

Dentre as amostras atacadas por esfregamento, foram selecionadas duas amostras para serem analisadas neste estudo, pois apresentam os principais problemas encontrados ao se realizar os ataques desse modo: a primeira amostra foi atacada por esfregamento por 15 s, com o reagente LePera_{modificado III}, a segunda foi atacada por esfregamento por 25 s com o reagente LePera, sendo que ambas foram secas naturalmente.

Na Figura 4.9a é possível observar a primeira amostra atacada por esfregamento, na qual sobre a superfície do material não houve a formação do filme de reagente de forma homogênea, indicado pela diferença de coloração. Na Figura 4.9b nota-se que a região central foi a mais atacada, apresentando evidências de super ataque e maior contraste na imagem. As bordas da amostra, região próxima à baquelite, representada na Figura 4.9c, foi a que apresentou resultados mais heterogêneos.

Essa heterogeneidade, possivelmente, foi causada pela não uniformidade do esfregamento do reagente na superfície atacada ou pela falta de reagente no algodão que foi utilizado para o ataque.

Na Figura 4.10 é possível observar a amostra atacada por esfregamento com o reagente LePera por 25 s. O filme formado neste caso, apesar de ter sido homogêneo em toda a superfície da amostra, só foi suficiente para delinear algumas fases presentes. O ataque, neste caso, não apresentou tonalidades contrastadas, o que dificulta a visualização das fases presentes em sua microestrutura.

Os resultados apresentados por esse modo de ataque não foram similares em todas as amostras atacadas. Em algumas amostras, o filme formado foi heterogêneo, não apresentando nitidez e contraste satisfatórios em todos os campos analisados.

Uma possível explicação para este fato é que a cada vez que o algodão embebido em reagente é passado sobre uma determinada região da amostra, a camada de filme formada anteriormente sobre a superfície é afetada ou forma-se outra. Dessa forma, a espessura do filme sobre a toda a superfície da amostra não será a mesma, ou seja, apresentará heterogeneidade.

Figura 4.9 - Regiões distintas de uma amostra atacada por esfregamento: a) região próxima à extremidade b) região central c) região junto à baquelite. Aumento 1000x. (Condições: reagente LePera_{modificado} III, $t=15s$, secagem natural)

Figura 4.10 - Regiões distintas de uma amostra atacada por esfregamento. Aumento 1000x. (Condições: LePera, $t=25s$, secagem natural)

No ataque por imersão, a amostra foi mergulhada no reagente LePera por 25 s com a face voltada para baixo, tendo-se o cuidado de não encostar a superfície da amostra no recipiente, e seca naturalmente.

A amostra atacada por esse método, Figura 4.11, apresentou melhor nitidez e tonalidades mais contrastadas quando comparada à amostra atacada por esfregamento. É possível visualizar a existência de coloração de diferentes tons nesta amostra (tons de azul, tons de marrom e tons claros), evidenciando as fases presentes. Observa-se, portanto, que a homogeneidade do filme formado foi satisfatória.

De acordo com Bramfitt; Benschoter (2006) e a obra *The Science Behind Materials Preparation* (2004) se o ataque químico realizado forma um filme, como em ataques coloridos, o modo de ataque por imersão é mais indicado ao invés do ataque por esfregamento, pois o ataque por esfregamento impedirá a formação do filme de maneira adequada sobre a superfície atacada. E, de fato, através dos casos analisados comprova-se essa afirmação.

Figura 4.11: Regiões distintas de uma amostra atacada por imersão. Aumento 1000x. (Condições: LePera, $t=25s$, secagem natural)

4.3 Pré-ataque

O ataque químico com LePera, em muitos casos, não delineia os contornos de grãos das fases presentes na microestrutura analisada, dificultando a medição da fração volumétrica das fases presentes. Este problema, em geral, é solucionado com um pré-ataque de Nital a 2%, que evidencia os contornos de grão de ferrita e produz maior contraste da bainita e martensita (LEPERA, 1980).

Neste trabalho foram realizados ataques com os reagentes LePera e LePera_{modificadoIII} em amostras com e sem pré-ataque a fim de verificar a influência do pré-ataque na caracterização do material estudado. O pré-ataque, quando adotado, foi realizado com o reagente Nital 2% com tempo de 2 s ou 5 s.

Ao se analisar uma amostra, sem pré-ataque, atacada por imersão com o reagente LePera_{modificadoIII} por 25 s e seca naturalmente, notou-se que os contornos das fases presentes se apresentam delineados, além das fotomicrografias terem nitidez e contraste satisfatórios, sendo possível distinguir as fases presentes da microestrutura analisada: tons de azul – ferrita, tons claros – austenita retida e martensita e tons de marrom – bainita, como pode ser observado na Figura 4.12.

Figura 4.12 - Regiões distintas de uma amostra sem pré-ataque. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente $\text{LePera}_{\text{modificadoIII}}$, $t=25\text{s}$, secagem natural)

Nas Figuras 4.13a e 4.13b, pode-se observar amostras pré-atacadas com Nital 2% por 2 s e por 5 s, respectivamente, sendo em seguida, atacadas com o reagente $\text{LePera}_{\text{modificadoIII}}$ por 25 s e secas naturalmente

Figura 4.13 - Amostras com pré-ataque de Nital 2%: a) $t=2s$ b) $t=5s$. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente $LePera_{modificadoIII}$, $t=25s$, secagem natural)

No primeiro caso, a amostra foi super atacada, o que impossibilitou a distinção das fases presentes na microestrutura do material, pois a coloração e contraste da fotomicrografia obtida não foram satisfatórios. Na amostra pré-atacada por 5 s com Nital 2% observou-se que a amostra também foi super atacada, não sendo possível nem distinguir contornos das fases presentes.

Figura 4.14 - Amostra com pré-ataque de Nital 2% por $t=2s$. Aumento 1000x. Condições: ataque por imersão com reagente $LePera_{modificadoIII}$, $t=15s$, secagem natural)

A fim de verificar se, com o emprego do pré-ataque, o tempo de ataque com o reagente $LePera_{modificadoIII}$ deveria ser inferior, realizou-se um ataque em uma amostra previamente pré-atacada com Nital 2% por 2 s e posterior ataque com o reagente $LePera_{modificadoIII}$ por 15 s. Através da análise da Figura 4.14 observam-se melhores resultados após submeter a amostra a um pré-ataque e diminuir o tempo de exposição da mesma ao reagente do ataque colorido. Os contornos de grãos foram delineados e a nitidez das fotomicrografias está adequada. Entretanto, o contraste apresentado não foi satisfatório, sendo necessário aumentar o tempo de ataque da amostra, de modo que seja superior a 15 s e inferior a 25 s.

Outra amostra, sem pré-ataque, atacada por imersão com o reagente $LePera$ por 15 s e seca naturalmente foi analisada. Através da Figura 4.15 é possível observar que os contornos de grãos foram delineados e as fases presentes são facilmente distinguidas devido ao contraste e à nitidez das fotomicrografias: tons de azul – ferrita, tons claros – austenita retida e martensita e tons de marrom – bainita.

Figura 4.15 - Regiões distintas de uma amostra sem pré-ataque. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão, reagente LePera, t=15s, secagem natural)

Em seguida, uma amostra foi pré-atacada com Nital 2% por 2 s, sendo em seguida, atacada por imersão com o reagente LePera por 15 s e seca naturalmente. Nota-se, ao se observar a Figura 4.16, que os grãos não foram delineados e o contraste das fases presentes não permitiram distingui-las, possivelmente, devido a não aderência do filme de reagente na superfície da amostra, devido a erosão gerada na superfície da amostra pelo reagente Nital.

Figura 4.16 - Regiões distintas de uma amostra com pré-ataque de Nital 2%, $t=2s$. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera, $t=15s$, secagem natural)

Realizou-se então, um pré-ataque por imersão por 5 s em outra amostra, sendo em seguida, atacada com o reagente LePera por 15 s e seca naturalmente. Na Figura 4.17 pode-se observar que os contornos de grãos foram delineados, além de a fotomicrografia apresentar boa nitidez e contraste.

Figura 4.17 - Regiões distintas de uma amostra com pré-ataque de Nital 2%, $t=5s$. Aumento 1000x. (Condições: ataque por imersão com reagente LePera, $t=15s$, secagem natural)

As amostras atacadas com o reagente LePera ou LePera_{modificado III} sem prévio pré-ataque apresentaram bons resultados, com os contornos de grãos bem delineados, além de contraste e nitidez nas imagens obtidas por microscopia óptica. Por outro lado, as amostras que foram pré-atacadas com Nital 2% mostraram melhores resultados com tempos de ataque com o reagente LePera ou LePera_{modificado III} inferiores às amostras que não foram pré-atacadas. O tempo de pré-ataque que apresentou melhor resultado nas amostras estudadas foi o de 5 s.

4.4 Reagentes/Tempos de ataque

Conforme foi descrito na Tabela 3.6 do Capítulo 3, neste trabalho foram realizados ataques com variações de proporção e concentração das soluções pré-preparadas do reagente LePera.

Além dessas modificações, o tempo de ataque empregado também foi variado, a fim de verificar qual seria o mais adequado tempo de exposição e a revelação total dos aspectos microestruturais (sem falhas/descontinuidades) do material à solução utilizada.

4.4.1 LePera (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 4% - Proporção 1:1)

Nesta etapa do estudo, o reagente utilizado para realizar os ataques foi preparado conforme sugerido por LePera (1980), ou seja, uma solução de Metabissulfito de sódio 1% e Picral 4%, na proporção de 1:1.

Nas Figuras 4.18 e 4.19, observa-se amostras atacadas por imersão com o reagente LePera por 10 s e 15 s, respectivamente.

Figura 4.18 - Amostra atacada por imersão com LePera por $t=10s$ e seca naturalmente. Aumento 1000x

Na amostra atacada por 10 s é possível visualizar apenas tons de azul, não apresentando contraste suficiente para a identificação de fases presentes no material, tão pouco, os contornos dos grãos podem ser identificados.

Por outro lado, pode-se constatar que o material exposto ao reagente por 15 s, Figura 4.19, apresenta coloração que permite obter contraste e nitidez suficientes para se realizar a identificação de seus microconstituintes.

Figura 4.19 - Amostra atacada por imersão com LePera por $t=15$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Ao se aumentar o tempo de exposição do material ao reagente, os resultados obtidos podem observado nas Figuras 4.20 e 4.21.

Figura 4.20 - Amostra atacada por imersão com LePera por $t=25$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Na amostra atacada por imersão com o reagente LePera por 25s, o filme de reagente formado na superfície da amostra permite a visualização de tons claros e

escuros. Entretanto, a amostra apresentou regiões com grande quantidade de manchas, como pode ser observado na Figura 4.20.

Na amostra atacada por 30 s, a identificação de contornos de grãos e/ou fases não foi possível.

Figura 4.21 - Amostra atacada por imersão com LePera por $t=30$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x

4.4.2 LePera_{modificado I} (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 4% - Proporção 1:2)

A fim de verificar os resultados de ataques realizados com variações do reagente LePera, a quantidade de Picral 4% presente na solução convencional foi dobrada. Entretanto, os resultados, em sua maioria, não foram satisfatórios, pois as amostras atacadas com o reagente LePera_{modificado I} apresentaram distorções da microestrutura, corrosão localizada, além de falta de contraste e nitidez das fotomicrografias obtidas, o que impossibilitou a distinção das fases presentes no material, como pode ser constatado nas Figuras 4.22 a 4.25.

Na Figura 4.22, onde se observa uma amostra atacada por imersão com o reagente LePera_{modificado I} por 3 s, nota-se que não há nitidez e contraste suficientes para caracterizar o material.

Figura 4.22 - Amostra atacada por imersão com $\text{LePera}_{\text{modificado I}}$ por $t=3$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Ao aumentarmos o tempo de ataque para 5 s, é possível distinguir os contornos das fases presentes no material. Tanto a nitidez quanto o contraste da imagem apresentaram melhora em relação à amostra analisada anteriormente. Entretanto, não é possível distinguir as frações de cada microconstituente, pois a fase bainítica (que tende a ser marrom), confunde-se com regiões onde houve um ataque excessivo do material, resultando em escurecimento dessas áreas.

Figura 4.23 - Amostra atacada por imersão com $\text{LePera}_{\text{modificado I}}$ por $t=5$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Nas Figuras 4.24 e 4.25 não é possível distinguir nenhuma fase presente no material com segurança. Nestes casos, ficou evidente, que o tempo de exposição da amostra ao reagente foi excessivo.

Na Figura 4.24 pode-se observar a presença de pites, causada por corrosão localizada.

Figura 4.24 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado I} por $t=7$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.25 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado I} por $t=10$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Não se pode afirmar com convicção, qual seria o tempo ideal de exposição da amostra ao reagente, nesta proporção, pois o tempo de ataque, provavelmente, seria inferior a 5 s, o que torna difícil o controle do mesmo.

4.4.3 LePera_{modificado II} (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 4% - Proporção 2:1)

A variação do volume da solução pré-preparada de Metabissulfito de sódio 1% no reagente LePera não apresentou bons resultados.

Como pode ser observado nas Figuras 4.26 a 4.29, não houve a formação de filme de reagente nas superfícies das amostras. Em nenhuma das amostras atacadas foi possível identificar contornos de grãos ou fases presentes no material.

Na Figura 4.27, a existência de uma avaria microestrutural é evidenciada. É possível observar “ghosts” na superfície da amostra atacada.

Figura 4.26 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado II} por t=5 s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.27 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado II} por t=10 s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.28 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado II} por $t=15$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.29 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado II} por $t=25$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

4.4.4 LePera_{modificado III} (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 2% - Proporção 1:1)

Para a realização de alguns ataques, variou-se a concentração da solução pré-preparada de Picral, de 4% para 2%.

Os resultados obtidos com ataques por imersão por 10s e 15 s não foram satisfatórios, pois as amostras apresentaram avarias de ataque, bem como impossibilidade de distinção das fases presentes no material, como pode ser evidenciado pelas Figuras 4.30 e 4.31, respectivamente.

Na Figura 4.30 é possível observar avarias de ataque, os chamados “artefatos” ou falsa microestrutura.

Figura 4.30 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado III} por $t=10$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.31 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado III} por $t=15$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Portanto, para estas condições de ataque, não foi possível a caracterização das amostras analisadas. Aparentemente, os tempos de ataques utilizados não implicaram na formação de um filme de reagente que resultasse em uma imagem com contraste e nitidez adequados.

Entretanto, ao atacar uma amostra com o reagente LePera_{modificado III} por 25 s, e secá-la naturalmente, obteve-se um ótimo resultado. Na Figura 4.32 é possível verificar o resultado deste ataque. Os contornos, bem como as fases presentes no

material são facilmente identificáveis. O filme de reagente formado na superfície da amostra foi homogêneo, o que possibilitou contraste e nitidez à fotomicrografia.

Figura 4.32 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado III} por $t=25$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

A fotomicrografia apresentada na Figura 4.33 é de uma amostra atacada por imersão por 30 s e seca naturalmente. Observa-se que o tempo de ataque, nesse caso, foi excessivo. Não é possível caracterizar o material pela imagem obtida.

Figura 4.33 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado III} por $t=30$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

4.4.5 LePera_{modificado IV} (Metabissulfito de sódio 2% + Picral 4% - Proporção 1:1)

Para a realização de alguns ataques, variou-se a concentração da solução pré-preparada de Metabissulfito de sódio, de 1% para 2%.

Os resultados obtidos com ataques por imersão por 5s, 7 s, 10 s, 15 s não foram satisfatórios, como pode ser evidenciado pelas Figuras 4.34 e 4.37, respectivamente.

Figura 4.34 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado IV} por $t=5$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x.

Figura 4.35 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado IV} por $t=7$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x

Os resultados obtidos com ataques por imersão não foram satisfatórios. As amostras atacadas por 5s e 7s não apresentaram os contornos de grão delineados, além de que, o contraste entre as tonalidades obtidas na superfície da amostra não permitiu a distinção das fases presentes.

Figura 4.36 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado} IV por $t=10$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x

Figura 4.37 - Amostra atacada por imersão com LePera_{modificado} IV por $t=15$ s e seca naturalmente. Aumento 1000x

As fotomicrografias das amostras atacadas por 10s e 15s, por outro lado, apresentaram coloração que sugere que foram super atacadas.

4.5 Temperatura e umidade relativa

A temperatura e a umidade relativa do ar foram dois fatores que influenciaram nos resultados dos ataques realizados, apesar de serem variáveis que não foram passíveis de serem controladas, apenas monitoradas.

No decorrer da realização da parte experimental deste trabalho, se observou que esses dois fatores eram importantes, principalmente, quando as amostras depois de atacadas eram secas naturalmente.

Nesses casos, notou-se que em dias nas quais a temperatura estava elevada (acima de 26°C) e a umidade relativa do ar baixa (abaixo de 40%), as amostras secas naturalmente apresentaram melhores resultados, não apresentando manchas e pontos de oxidação provenientes da secagem e/ou acúmulo de reagente em algumas áreas da amostra.

Ao contrário, nos dias em que a umidade relativa era elevada, a secagem natural da amostra era comprometida. Em geral, as amostras apresentaram muitos pontos de oxidação e manchas, além de o filme formado na superfície da amostra não apresentar aspecto uniforme.

5 CONCLUSÕES

Considerando desenvolver um procedimento metalográfico adequado para caracterização microestrutural de um aço multifásico (TRIP), utilizando microscopia óptica, através da avaliação dos principais parâmetros utilizados na preparação metalográfica, concluiu-se que:

a) Dentre os três modos de secagem analisados (secagem com ar frio forçado uma distância de 10 cm da amostra, secagem com ar frio forçado a 40 cm da amostra e secagem natural), o processo que se mostrou mais eficiente foi o modo de secagem natural, que apresentou maior homogeneidade do filme de reagente formado sobre a superfície das amostras atacadas.

b) O ataque por imersão apresentou melhor nitidez e contraste quando comparada às amostras atacadas por esfregamento. O filme de reagente formado sobre a superfície da amostra é homogêneo, o que possibilita a caracterização do material analisado.

c) As amostras atacadas com o reagente LePera ou LePera_{modificado III} sem prévio pré-ataque apresentaram bons resultados, com os contornos de grãos bem delineados, além de contraste e nitidez nas imagens obtidas por microscopia óptica. Por outro lado, as amostras que foram pré-atacadas com Nital 2% mostraram bons resultados com tempos de ataque inferiores quando comparados às amostras que não foram pré-atacadas.

d) Dentre os ataques realizados com variações de proporção e concentração das soluções pré-preparadas do reagente LePera, concluiu-se que os melhores resultados foram os obtidos com os ataques com os reagentes LePera (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 4% - Proporção 1:1) e LePera_{modificado III} (Metabissulfito de sódio 1% + Picral 2% - Proporção 1:1), por 15s e 25s, respectivamente. As amostras que foram atacadas com os reagentes LePera_{modificado II} e LePera_{modificado IV} não apresentaram contraste e tons que permitissem a identificação das fases presentes no material, além disso, problemas como distorções da microestrutura, presença de “ghosts” e corrosão localizada foram identificados quando realizados ataques utilizando esses reagentes.

Dentre as conclusões deste trabalho, provavelmente os itens (a) e (b) podem ser aplicados a todos os aços submetidos a **tint etching**.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Ampliar a gama de materiais estudados, tornando possível a elaboração de metodologias para caracterização microestrutural, por microscopia óptica, que possa ser aplicável a diversos aços avançados

Diversificar os ataques químicos realizados, por exemplo, Beraha, Klemm, solução aquosa de metabissulfito sódio, além de outras técnicas de caracterização, visando determinar as frações volumétricas das fases presentes por análise de imagens em microscópio óptico

Utilizar outros recursos para a caracterização microestrutural, como MEV, microscópio de força atômica,...

7 REFERÊNCIAS

ABDALLA, A. J.; ANAZAWA, R. M.; CARRER, G. R.; PEREIRA, M. S.; HASHIMOTO, T. M.; BRANDAO, S. **Desenvolvimento de Ataques Químicos para a Caracterização Microestrutural de Aços Aeronáuticos**. In: Workshop Anual de Pesquisa e Desenvolvimento do IEAV, 8, 2008, São José dos Campos-SP. ANAIS... São Paulo: 2008. v. 1. p. 59-59.

ADEN-ALI, S.; CHAMAT, A.; GILGERT, J.; PETIT, E. J.; DOMINIAK, S.; SCHMITT, L.; GILLES, M.; AZARI, Z. On the Degradation the Endurance of Silicon-Rich TRIP800 Steel After Hot-Dip Galvanization. **Engineering Failure Analysis**, n.16, p.2009–2019. 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 407**: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 3-10**: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metallography: An Introduction. In:____. **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v.9, p.3-20.

ANAZAWA, R. M.; ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M. S. Efeito dos Tratamentos Intercrítico e Isotérmico Sobre as Propriedades Mecânicas e a Estrutura no Aço 300M. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 25, n. 2, 93-97, jun. 2006.

ANDRADE, S.L.; BATISTA, J.F.; TAISS, J.M.; ROSA, L.K.; **ULSAB – AVC – O Aço no Automóvel do Futuro**. In: Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 57, São Paulo, 2002.

ANGELI, J.; FÜREDER, E; KNEISS, A. C. Etching Techniques for Characterizing the Phases of Low-Alloy Dual-Phase and TRIP Steels. **Prakt. Metallogr**, München, v.43, n.4, p.127-142, fev.2006.

ANNIBAL JR, E. G.; ROTELLI, R. M.; OLIVEIRA JR, J. E. G.; FERRER, M. H. **Desenvolvimentos Recentes em Aços TRIP Aplicáveis na Indústria Automotiva: Uma Revisão**. In: Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica 12, 2005, Ilha Solteira – SP. Disponível em <www.dem.feis.unesp.br/cdrom_creem2005/pdf/cm02.pdf>. Acesso 10 dez. 2009.

AZEVEDO, C. R. F.; CAMPOS, B. A. **Breve História da Metalografia**. Metalurgia e Materiais, v.573. ABM. nov. 2007. Disponível em: <<http://www.pmt.usp.br/LCMHC/textos/CENTENARIO%20NA%20METALOGRAFIA%20FINAL.pdf>> Acesso em: 10 dez. 2009.

BABBIT, M. Some Highlights on New Steel Products for Automotive Use. **Steel Research International**, v.77, n.9-10, p. 620-626. 2006.

BANDO, S.; MATSUMARA, O.; SAKUMA, Y. An Improved Tint Etching Method for High Strength Steel Sheets with Mixed Microstructures. **Transactions ISIJ**, v .28, p. 569 – 574. 1988.

BEHARA, E.; SHPIGLER, B.; **Color Metallography**. Metals Park, Ohio, American Society for Metals, 1977.

BHADESHIA, H.K.D.H.; EDMONT, D.V. **The Bainit Transformation in a Silicon Steel**. Metallurgical Transactions, v.1, 1979.

BLECK, W. Cold-Rolled, High-Strength Sheet Steels for Auto Applications (Overview). **Journal of Metals - JOM**, New York, p.26-30, jul. 1996.

BLECK, W. **Using the TRIP Effect - The Dawn of a Promising New Group of Cold Formable Sheets**. In: International Conference on TRIP-aided High Strength Ferrous Alloys, Ghent: GRIPS-Proceeding, 2002. p.13-23.

BRAMFITT, B. L.; BENSCOTER, A. O. **Metallographer`s Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International, 2006. 354p.

BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. In:____. **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. .Ohio: ASM International, 2004.v.9, p.608-627.

BRANDON, D.; KAPLAN, W. D. **Microstructural Characterization of Materials**. 3ed.Chichester: John Wiley & Sons.1999. 409p.

BUEHLER LTD. **The Science Behind Materials Preparation**. 1st. ed. Illinois: Buehler Ltd, 2004, 136p. Disponível em: <http://www.buehler-asia.com/brochure/download_Buehler-Sum-Met-English.pdf>. Acesso em 16 dez. 2009.

CABALLERO, F. G.; SANTOFIMIA, M. J.; GARCÍA-MATEO, C.; CHAO, J. GARCÍA DE ANDRÉS, C. Theoretical Design and Advanced Microstructure in Super High Strength Steels. **Materials and Design**, v.30, p. 2077-2083. 2009.

CAZES, C.; RONIN, F. Use of HSS, VHSS and UHSS Steels in the Body in White: A Panorama of the Latest European Vehicles, State of Art and Perspectives. In: SAE World Congress, 2002, Detroit. **SAE Paper 2002-01-2049**: SAE International, 2002.

COELHO, D. M. S. **Efeito da Temperatura de Austenitização no Processo de Têmpera e Partição**. 2008. 100f. Dissertação (Mestrado em Ciências dos Materiais e Metalurgia) – Pontífica Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4 ed. São Paulo: Ed. Edgard Blücher Ltda, 2008. 652p.

CORNETTE, D.; HOURMAN, T.; HUDIN, O.; LAURENT, J. P.; REYNAERT, A. High Strength Steels for Automotive Safety Parts. In: SAE World Congress, 2001, Detroit. **SAE Paper 2001-01-0078**: SAE International, 2001.

CREUZIGER, A.; FOECKE, T. Transformation Potential Predictions for the Stress-Induced Austenite to Martensite Transformation in Steel. **Acta Materialia**, v. 58, p.85–91. 2010.

DE, A. K.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Color Tint-Etching for Multiphase Steels. **Advanced Materials & Processes**. p. 27-30, feb. 2003.

DE COOMAN, B. C. Structure-Properties Relationship in TRIP Steels Containing Carbide-Free Bainite. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8. p.285–303. 2004.

DIMATTEO, A.; LOVICU, G.; DESANCTIS, M.; VALENTINI, R.; SOLINA, A. Microstructures and Properties of Transformation Induced Plasticity Steels. **la metallurgia italiana**. p. 37-41. 2006.

DINI, G.; NAJAFIZADEH, A.; MONIR-VAGHEFI, S. M.; EBNONNASIR, A. Predicting of Mechanical Properties of Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP Steels Using Neural Network Modeling. **Computational Materials Science**, v. 45, p. 959–965. 2009.

DOBRZANSKI, L. A.; GRAJCAR, A.; BOREK, W. Microstructure Evolution of High-Manganese Steel During the Thermomechanical Processing. **International Scientific Journal**, v. 37, p.69-76, jun.2009.

FERRER, M. H. **Estudo das Transformações de Fase de Aços TRIP ao Si-Mn Microligados com Nb**. 2003. 195f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

FLAXA, V.; SHAW, J. Material Applications in ULSAB-AVC (Advanced Vehicle Concepts). In: SAE World Congress, 2002, Detroit. **SAE Paper 2002-01-2074**: SAE International, 2002.

FURNÉMONT, Q.; KEMPF, M.; JACQUES, P.J.; GÖKEN, M.; DELANNAY, F. On the Measurement of the Nanohardness of the Constitutive Phases of TRIP-Assisted Multiphase Steels. **Materials Science and Engineering A**, v.328, p. 26–32. 2002.

GAJDA, B.; LIS, A.K. A Study of Microstructure and Phase Transformations of CMnAlSi TRIP Steel. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, n.2, v.31, 8p, dec.2008.

GIRAULT, E.; JACQUES, P.; HARLET, P.; MOLS, K.; VAN HUMBEECK, J.; AERNOUDT, E.; DELANNAY, F. Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructure of TRIP-Assisted Steels. **Materials Characterization**, v.40, p. 111-118. 1998.

GIRAULT, E.; MENTENS, A.; JACQUES, P.; HOUBAERT, Y.; VERLINDEN, B.; VAN HUMBEECK, J. Comparison of the Effects of Silicon and Aluminium on the Tensile Behavior of Multiphase TRIP-Assisted Steels. **Scripta Materialia**, v. 44, p.885 - 892, 2001.

GORNI, A. A. Aços Avançados de Alta Resistência: Microestrutura e Propriedades Mecânicas. **Corte & Conformação de Metais**, São Paulo, p.26-57, dez. 2008.

HASHIMOTO, T. M.; SILVA, A. P.; PEREIRA, M. S.; ABDALLA, A. J. **Caracterização Microestrutural de Aços Multifásicos por Técnica de Tríplex**

Ataque. In: CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 17, 2006, Foz do Iguaçu – PR. Disponível em <www.metallum.com.br/17cbecimat/.../17Cbecimat-302-135.pdf>. Acesso em 6 nov.2009.

HILDITCH, T. B.; TIMOKHINA, I. B.; ROBERTSON, L. T.; PERELOMA, E. V.; HODGSON, P. D. Cyclic Deformation of Advanced High-Strength Steels: Mechanical Behavior and Microstructural Analysis. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.40A, p. 342-353. feb.2009.

HU, Z.G.; ZHU, P.; MENG, J. Fatigue Properties of Transformation - Induced Plasticity and Dual-Phase Steels for Auto-Body Lightweight: Experiment, Modeling and Application. **Materials and Design**. In print.

HUO, Y. Q.; LONG, X. H.; ZHOU, Z. H.; LI, J. G. Bainite Transformation and TRIP Effect in 20Mn2SiVB Steel. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440, p.158-161. 2006.

JACQUES, P. J. Transformation-Induced Plasticity for High Strength Formable Steels. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, p.259–265. 2004.

JACQUES, P.; GIRAULT, E.; van HUMBEECK, J.; AERNOUDT, E.; DELANNAY, F. Experimental Characterisation of the Bainitic Transformation Kinetics of Residual Austenite in Mn-Si TRIP-Assisted Multiphase Steels. **Journal de Physique**, nov.1997. Colloque C5. Disponível em <<http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/25/56/73/PDF/ajp-jp4199707C573.pdf>>. Acesso em 9 nov.2009.

JANG, J. H.; KIM, I. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. ϵ -Carbide in Alloy Steels: First-Principles Assessment. **Scripta Materialia**, v. 6, p. 121–123. 2010.

JHA, B. K.; MISHRA, N. S. Microstructural Evolution During Tempering of a Multiphase Containing Retained Austenite. **Materials Science and Engineering A**, n.263, p.42–55. 1999.

JIANG, H.; WU, H.; TANG, D.; LIU, Q. Influence of Isothermal Bainitic Processing on the Mechanical Properties and Microstructure Characterization of TRIP Steel. **Journal of University of Science and Technology Beijing**, v.15, n.5, p.574-579. oct.2008.

JIMENEZ-MELERO, E.; van DIJK, N. H.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; OFFERMAN, S. E.; WRIGHT, J. P.; van der ZWAAG, S. The Effect of Aluminium and Phosphorus on the Stability of Individual Austenite Grains in TRIP Steels. **Acta Materialia**, n. 57. p. 533–543. 2009.

JITSUKAWA, M.; HOSOYA, Y. **NKK's State-of-the-Art Flat-Rolled Products Developed in the Last Decade**. NKK Technical Review, n.88. p. 46-57. 2003

KANTOVISCKI, A. R. **Caracterização Mecânica e Microestrutural de Aços de Alta Resistência e Baixa Liga TRIP 800**. cap.1, f.1-4. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2005.

KONIECZNY, A. A. On the Formability of Automotive TRIP Steels. In: SAE World Congress, 2003, Detroit. **SAE Paper 2003-01-0521**: SAE International, 2003.

KRAUSS, G. History and Primary Steel Processing. In:____. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. Ohio: ASM International, 2005. p.7-13.

KUBILAY, C.; ZEYTIN, H. K.; AYDIN, H. The Microstructural Characterization of Dual Phase Steel with the Method of Chemical Etching. **Prakt. Metallogr**, München, n.45, p.610-619. 2008.

KUZIĄK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S. Advanced High Strength Steels for Automotive Industry. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**. v. 8, n. 2, p.103-117. 2008.

LEPERA, F. S. Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel. **Journal of Metals**, p. 38-39, mar. 1980.

LICHTENEGGER, P.; BLÖCH, R. Colour Etching of High Alloy Steels. **Prakt. Metallogr**, München, n.12, p.567-573. 1975.

LIU, Q.; TANG, D.; JIANG, H.; KIU, R.; TANG, X. Research and Development of 780 MPa Cold Rolling TRIP-Aided Steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v.16, n. 4, p. 399-406. aug. 2009.

MARRA, K. M. **Aços Dual Phase da Usiminas: Características e Potencial de Aplicação em Veículos Automotores**. In: Congresso Anual da ABM, 63. Workshop sobre Inovações para o Desenvolvimento de Aços de Elevado Valor Agregado - Foco Indústria Automotiva, 2, 2008, Santos. Disponível em <www.abmbrasil.com.br/.../20080728_2valoragregado_kleinermarra.pps> Acesso em 10 jan. 2010.

MAŠEK, B.; STAŇKOVÁ, H.; NOVÝ, Z.; MEYER, L.W.; KRACÍK, W. The Influence of Thermomechanical Treatment of TRIP Steel on its Final Microstructure. **Journal of Materials Engineering and Performance**. v.18, n.4, p.385 – 389. jun.2009.

MAZZONI-LEDUC, L.; PARDOEN, T.; MASSART, T. J. Analysis of Size Effects Associated to the Transformation Strain in TRIP Steels with Strain Gradient Plasticity. **European Journal of Mechanics A/Solids**, n. 29, p.132–142. 2010.

MUKHERJEE, M.; SINGH, S. B.; MOHANTY, O. N. Microstructural Characterization of TRIP-Aided Steels. **Materials Science and Engineering A**, n.486, p.32–37. 2008.

NASSER, A.; YADAV, A.; PATHAK, P.; ALTAN, T. Determination of the Flow Stress of Five AHSS Sheet Materials (DP 600, DP 780, DP 780-CR, DP 780-HY and TRIP 780) Using the Uniaxial Tensile and the Biaxial Viscous Pressure Bulge (VPB) tests. **Journal of Materials Processing Technology**. v. 210, p. 429–436. 2010.

OLIVEIRA, F. L. G.; ANDRADE, M. S.; COTA, A. B. Kinetics of Austenite Formation During Continuous Heating in a Low Carbon Steel. **Materials Characterization**, n. 58, p. 256-261. 2007.

OLIVER, S.; JONES, T.B.; FOURLARIS, G. Dual Phase Versus TRIP Steels: Microstructural Changes as a Consequence of Quasi-Static and Dynamic Tensile Testing. **Materials Characterization**, n. 58, p.390–400. 2007.

PADILHA, A. F. Os Materiais de Engenharia. In:____. **Materiais de Engenharia – Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A, 2000, p.13-32.

PARISH, C. M. **Fundamental Study of Phase Transformations in Si-Al TRIP Steels**. 2003. 277 f. Thesis (Master of Science in Material Science and Engineering) – School of Engineering, University of Pittsburgh, 2003.

PEREIRA, M. S.; GARCIA, P. E. L.; HASHIMOTO, T. M. **Microscopy Society of América**, Metallographic Procedure to Microstructural Characterization of a Multiphase Steel Applied to Pipelines Industry by Optical Microscopy, v. 8, n. 2, 1328-1331. 2002.

PEREIRA, M. S. **Caracterização Microestrutural e Mecânica de um Aço Multifásico, em Consonância com o Projeto ULSAB - AVC**. 2004. 98f. Tese (Livre Docência em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

PERRARD, F.; SCOTT, C. Vanadium Precipitation During Intercritical Annealing in Cold Rolled TRIP Steels. **ISIJ International**, v.47, n.8, p. 1168–1177. 2007.

PETZOW, G. **Metallographic Etching: Techniques for Metallography, Ceramography, Plastography**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International, 2001. 240p.

RAY, A.; DHUA, S. K. Microstructural Manifestations in Color: Some Applications for Steels. **Materials Characterization**, v. 37, p. 1-8, 1996.

ROBINSON, J. J. Introducing the Nominees for the Greatest Materials Moments in History. **Journal of Metals - JOM**, New York, p.51-55, nov. 2006.

RODRÍGUEZ-MARTÍNEZ, J. A.; PESCI, R.; RUSINEK, A.; ARIAS, A.; ZAERA, R.; PEDROCHE, D. A. Thermo-Mechanical Behaviour of TRIP 1000 Steel Sheets Subjected to Low Velocity Perforation by Conical Projectiles at Different Temperatures. **International Journal of Solids and Structures**, v. 4, p.1268–1284. 2010.

ROS-YÁÑEZ, T.; HOUBAERT, Y.; MERTENS, A. Characterization of TRIP-Assisted Multiphase Steel Surface Topography by Atomic Force Microscopy. **Materials Characterization**, n. 47, p. 93– 104. 2001.

SAMUELS, L. E. **Light Microscopy of Carbon Steels**. 2.ed. Ohio, American Society for Metals. ASM International. 2003, 502p.

SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; PETROV, R.; SIETSMA, J. Characterization of the Microstructure Obtained by the Quenching and Partitioning Process in a Low-Carbon Steel. **Materials Characterization**, n.59, p.1758-1764. 2008.

SANTOS, C. N.; VIEIRA, A. G.; VIANA, C. S. C. **Análise Microestrutural de um Aço 0,2% C Assistido pelo Efeito TRIP**. In: CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 17, 2006, Foz do Iguaçu – PR. Disponível em <www.metallum.com.br/17cbecimat/.../17Cbecimat-302-134.pdf>. Acesso em 6 nov.2009.

SENUMA, T. Physical Metallurgy of Modern High Strength Steel Sheets. **ISI International**, v. 4, n.6, p.520–532. 2001.

SHAW, J. R.; ZUIDEMA, B. K. New High Strength Steels Help Automakers Reach Future Goals for Safety, Affordability, Fuel Efficiency and Environmental Responsibility. In: SAE World Congress, 2001, Detroit. . **SAE Paper 2001-01-3041**: SAE International, 2001.

SHERIF, M. Y.; GARCIA MATEO, C.; SOURMAIL, T.; BHADESHIA, H. K. D. H. Stability of Retained Austenite in TRIP-Assisted Steels. **Materials Science and Technology**. v.20, p-319-322. mar. 2004.

SILVA, F.; LOPES, N. I. A.; SANTOS, D. B. Microstructural Characterization of the C-Mn Multiphase High Strengt Cold Rolled Steel. **Materials Characterization**, n. 56, p. 3-9. 2006.

SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. The Characterization of Materials. In:____. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering – Science, Process, Applications**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999. p.125-167.

SOLIMAN, M.; PALKOWSKI, H. On Factors Affecting the Phase Transformation and Mechanical Properties of Cold-Rolled Transformation-Induced- Plasticity– Aided Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.39A, p. 2513–2527. oct. 2008.

SOULAMI, A.; CHOI, K. S.; LIU, W. N.; SUN, X.; KHALEEL, M. A. Characterization of the Fracture Toughness of TRIP 800 Sheet Steels Using Microstructure-Based Finite Element Analysis. In SAE World Congress, 2009, Detroit. **SAE Paper 2009-01-0800**: SAE International, 2009.

SOUZA, G. A. **Caracterização Microestrutural de um Aço Médio Carbono e Baixa Liga (com Estrutura Bainítica / Martensítica) via Microscopia Óptica**. 2008.161f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

SPEER, G. J. Aços Avançados de Alta Resistência para Aplicações Automotivas – O Processo “Têmpera e Partição” Promete Alta Resistência para Aplicações Automotivas. **Metalurgia e Materiais**, p. 103-105, mar. 2005.

SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Recent Developments in Low-Carbon Sheet Steels. **Journal of Metals - JOM**, New York, p.19-24, jul. 2002.

SRIVASTAVA, A. K.; BHATTACHARJEE, D.; JHA, G.; GOPE, N.; SINGH, S. B. Microstructural and Mechanical Characterization of C-Mn-Al-Si Cold-Rolled TRIP-Aided Steel. **Materials Science and Engineering A**, v.445–446, p.549–557. 2007.

TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V. Effect of Microstructure on the Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced-Plasticity Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35A, p.2331-2341, aug. 2004.

TIMOKHINA, I. B.; HODGSON, P. D.; PERELOMA, E. V. Effect of Deformation Schedule on the Microstructure and Mechanical Properties of a Thermomechanically Processed C-Mn-Si Transformation-Induced-Plasticity Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34A, p.1609-2341, aug. 2003.

UTHAISANGSUK, V.; PRAHL, U.; BLECK, W. Stretch-Flangeability Characterization of Multiphase Steel Using a Microstructure Based Failure Modelling. **Computational Materials Science**, v. 45, p. 617–623. 2009.

VANDER VOORT, G. F. **Metallography, Principles and Practice**. New York: McGraw-Hill, 1999. 752p.

VANDER VOORT, G. F. Color Metallography, In:____. **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. Ohio: ASM International, 2004. v. 9, p. 332-354.

WANG, C. Y.; SHI, J.; CAO, W. Q.; DONG, H. Characterization of Microstructure Obtained by Quenching and Partitioning Process in Low Alloy Martensitic Steel. **Materials Science and Engineering A**, n.527, p. 3442–3449. 2010.

WANG, X. D.; HUANG, B. X.; RONG, Y. H.; WANG, L. Microstructures and Stability of Austenite in TRIP Steels. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440. p. 300-305. 2006.

WANG, L.; CHEN, G.; LU, J. Development and Application of High-Strength Steel for Auto Outer Panel in Baosteel. In: SAE World Congress, 2005, Detroit. **SAE Paper 2005-01-1331**: SAE International, 2005.

WANG, Z. C.; KIM, S. J.; LEE, C. G.; LEE, T. H. Bake-Hardening Behavior of Cold-Rolled CMnSi and CMnSiCu TRIP-Aided Steel Sheets. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 151, p.141–145. 2004.

WORLD Steel Association. **Steel Basics: TRIP**. Disponível em: <<http://www.worldautosteel.org/SteelBasics/Steel-Types/TRIP.aspx>>. Acesso em: 7 jan. 2010.

WORLD Steel Association. **Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines**. version 4.1. 338p. jun.2009. Disponível em: <[worldautosteel.org](http://www.worldautosteel.org)>. Acesso em 8 jan.2010.

XIAODONG, Z.; ZHAOHUI, M.; LI, W. **Current Status of Advanced High Strength Steel for Auto-Making and its Development in Baosteel**. Disponível em: <http://www.baosteel.com/group_e/07press/pdf/baosteeltech/021702.pdf>. Acesso em 05 fev. 2010.

YUE, S.; BOYD, J. D.; MALLORY, L.; MILITZER, M.; ESSADIQI, E. Microstructural Developments in Advanced High Strength Steels. In: SAE World Congress, 2005, Detroit. **SAE Paper 2005-01-1329**: SAE International, 2005.

ZHANG, M.; LI, L.; FU, R.Y.; KRIZAN, D.; DE COOMAN, B. C. Continuous Cooling Transformation Diagrams and Properties of Micro-Alloyed TRIP Steels. **Materials Science and Engineering A**, v.438-440, p.296-299. 2006.

ZHUANG, L.; DI, W. Influence of Hot Rolling Conditions on the Mechanical Properties of Hot Rolled TRIP Steel. **Journal of Wuhan University of Technology-Master**, Wuhan, v.23, n.1, p.74-79, feb.2008.

ZUIDEMA, B.K.; DENNER, S. G.; ENGL, B.; SPERLE, J. New High Strength Steels Applied to the Body Structure of ULSAB-AVC. In: SAE World Congress, 2001, Detroit. **SAE Paper 2001-01-3042**: SAE International, 2001.