

DETERMINAÇÃO DA AUSTENITA RETIDA EM UM AÇO MULTIFÁSICO POR MICROSCOPIA ÓPTICA E DIFRAÇÃO DE RAIOS X

R.M. Anazawa^{1,2*}; A.J. Abdalla¹; T.M. Hashimoto²; M.S. Pereira²; P.A. Suzuki³

¹ IEAv, Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial, Caixa Postal 6044, 12.231-970, São José dos Campos, SP

²UNESP, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 12.516-410, Guaratinguetá, SP

³USP, Escola de Engenharia de Lorena, 12.602-810, Lorena, SP

Palavras-chave: aço 300M, aço multifásico, austenita retida.

RESUMO

A determinação quantitativa da fração volumétrica da austenita retida é fundamental para a avaliação das propriedades dos aços multifásicos, devido ao fato de ser responsável pela melhoria de algumas propriedades nestes, estando em quantidade superiores a 5%. A principal contribuição deste trabalho foi a quantificação da austenita retida de um aço 300M após ser submetido a tratamentos térmicos intercristais e isotérmicos por meio de medidas obtidas por microscopia óptica e raios X.

ABSTRACT

The accurate determination of the volume fraction of retained austenite is essential to the evaluation of the properties of multiphase steels. The retained austenite is a phase of great importance for the multiphase steels because it is responsible for improve the some properties in steels in amount greater than 5%. The main contribution of this study is the quantitative determination of retained austenite on 300M steel with multiphase microstructure after intercritical and isothermal heat treatments by means X-ray diffraction an light optical microscopy measurements.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de aços durante a última década mostra que os aços multifásicos TRIP constituem uma nova categoria de aços em chapas ou lâminas, em função de sua alta resistência e elevada conformabilidade. Estas excelentes propriedades mecânicas aparecem principalmente, devido à plasticidade induzida por deformação na transformação martensítica da austenita retida metaestável. Este processo é denominado plasticidade induzida por transformação (TRansformation Induced Plasticity) [1-4], ou efeito TRIP. Este efeito é responsável pelo acréscimo significativo do alongamento total e conseqüentemente da ductilidade destes aços. O aumento da ductilidade uniforme é atribuído ao processo de acomodação plástica das vizinhanças das placas de martensita, ou seja, durante o processo de um aço multifásico, que contém austenita retida à temperatura ambiente, a transformação da austenita em martensita ocorre progressivamente, resultando em um aumento nos valores de alongamento. É precisamente esta transformação

martensítica por deformação induzida que é responsável pelo excelente equilíbrio de resistência-ductilidade apresentada pelos aços TRIP [5]. Os aços TRIP possuem uma estrutura multifásica complicada, obtida por meio de tratamentos térmicos bem planejados e consistindo de fases diferentes, principalmente de ferrita, bainita, austenita retida e martensita. Outrora, devido a fração da austenita ser sempre muito menor, na maioria dos casos era negligenciada. Então, para a avaliação das propriedades dos aços multifásicos, é essencial e fundamental uma determinação qualitativa e quantitativa da fração de volume das fases existentes, especialmente a austenita retida que antes era negligenciada e atualmente alguns trabalhos [6, 7] mostraram os efeitos benéficos da austenita retida em termos de alta taxa de encruamento em altas deformações uniforme e total.

Nos aços multifásicos 300M a presença de uma fração volumétrica de austenita retida acima de 5% influencia nas propriedades mecânicas do aço e contribui para o aumento da ductilidade e da tenacidade. Tratamentos isotérmicos na faixa entre 320 e 400°C mostraram-se eficientes para a formação de uma fração de austenita acima de 10% [8].

Neste trabalho foram utilizados a difratometria de raios-X e microscopia óptica para quantificar a austenita retida em amostras de um aço comercial de qualidade aeronáutica 300M após ser submetido a tratamentos térmicos isotérmicos e intercristais para a obtenção de uma microestrutura multifásica (ferrita, bainita, martensita e austenita retida).

2. PARTE EXPERIMENTAL

Estudou-se um aço de ultra-alta resistência, o 300M, utilizado na confecção de envelopes motores (propulsores) do Veículo Lançador de Satélites (VLS) e alguns veículos de sondagem, os quais fazem parte do Programa Espacial Brasileiro. A sua composição química é apresentada na Tabela 1.

Para o estudo da determinação de austenita retida utilizou-se um roteiro de tratamentos térmicos [9] baseado no estudo feito por Tomita e Okawa [8], que estudando o mesmo tipo de aço, obtiveram quantidade de austenita retida na faixa de 2 a 22%. Os corpos-de-prova receberam um tratamento inicial de recozimento pleno para eliminar os efeitos de laminação. Foram aquecidos a 900°C, mantido por 2 horas e resfriados ao forno até a temperatura ambiente. O primeiro lote foi mantido na condição de recozido. Os outros lotes

* anazawa@ieav.cta.br

foram submetidos ao seguinte roteiro de tratamentos térmicos:

- **Condição A:** aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 320°C, mantido por 20 minutos e resfriado em óleo (IT320°C);
- **Condição B:** aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um forno a 350°C, mantido por 17 minutos e resfriado em óleo (IT350°C);
- **Condição C:** aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um outro forno a 370°C, mantido por 23 minutos e resfriado em óleo (IT370°C);
- **Condição D:** aquecimento a 900°C, mantido por 1 hora, transferido para um outro forno a 400°C, mantido por 30 minutos e resfriado em óleo (IT400°C);
- **Condição E:** aquecimento a 760°C, mantido por 15 minutos e resfriado em óleo (IC760°C) e
- **Condição F:** aquecimento na temperatura de 900°C por 1 hora, resfriado em óleo e aquecimento na temperatura de 300°C por 2 horas, ou seja, tratamento de têmpera e revenimento convencional (TRC).

O esquema da Figura 1 representa os ciclos de tratamentos térmicos que foram aplicados nos corpos-de-prova.

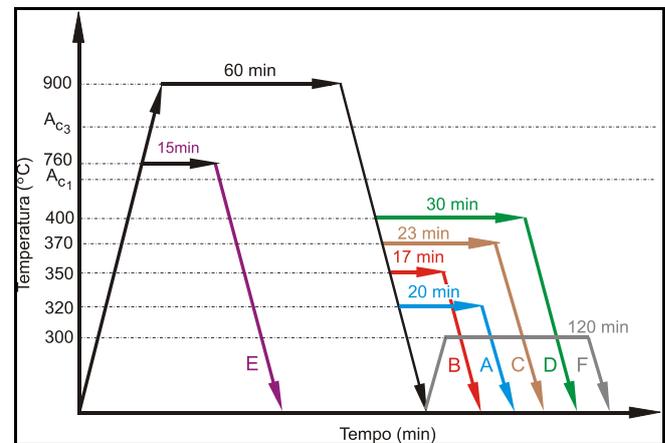


Figura 1 – Gráfico esquemático dos tratamentos térmicos aplicados

Tabela 1 – Composição química do aço 300M (% em massa)

C	S	P	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	V	Cu
0,39	0,0005	0,009	1,78	0,76	0,76	1,69	0,40	0,003	0,08	0,14

As amostras foram seccionadas e embutidas em baquelite. Após o embutimento fez-se uma seqüência de lixamento em lixadeira rotativa nas granulometrias: #320, #400, #600, #1000, #1200 e #1500, utilizando a técnica das perpendicularizações e sempre observando ao microscópio a ausência de riscos da lixa anterior. Em seguida, as amostras foram colocadas em becker contendo álcool etílico e transferido para o equipamento de ultra-som Arotec T7 com água, durante 5 minutos, a fim de remover pequenos resíduos de lixas e material, evitando riscos na amostra durante o polimento. O polimento foi feito na rotação de 500 rpm por aproximadamente 20 minutos para cada amostra a fim de remover os riscos inerentes do lixamento.

Os resultados por microscopia óptica da fração da austenita retida foram obtidos após o ataque químico com solução aquosa metabissulfato de sódio (10 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 100 ml de água destilada). Neste ataque foi usado um ataque de 5 segundos em média de Nital 2% para melhor revelação de contorno de grão, em seguida usou-se o ataque químico de metabissulfato de sódio por 10 segundos, lavando-o com álcool etílico e secando com algodão. Após o ataque químico, as amostras foram imediatamente observadas ao microscópio óptico de marca Nikon, modelo Epiphot 200, onde é acoplada uma câmara para aquisição de imagens. Foram capturadas no mínimo 20 imagens de cada amostra a um aumento de 1000X (objetiva de 100X e adaptador de 10X) com o auxílio do programa Spot Insight. O processamento (captura e armazenamento) e a quantificação da austenita retida foram utilizados o programa Image J (Image Processing and Analysis in Java). O Image J

consiste em um programa que possui ferramentas pré-programadas para as principais formas de manipulação de imagens e filtragens e manipulação de níveis de cinza, cálculos com imagens. Este programa é de acesso livre e gratuito, podendo ser obtido pela Internet (<http://rsb.info.nih.gov/ij>).

As análises por difratometria de raios X foram feitas no equipamento XRDD6000 da Shimadzu. O equipamento possui tubo de cobre com monocromador de grafite para filtrar ruídos provenientes de outros comprimentos de onda. Foi utilizada uma voltagem de 40 kV e corrente de 30 mA. As medidas foram feitas varrendo as amostras de $2\theta = 20^\circ$ até 95° , com passo angular de $0,05^\circ$ e tempo de contagem de 1 s por passo. A superfície das amostras foi lixada até a lixa de granulometria 1000 e acomodada em porta-amostra para medida de amostra sólida.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram realizadas medidas por difratometria de raios X. Nesta análise buscou-se encontrar e quantificar a austenita retida (ferro gama) presente nas amostras submetidas a tratamentos isotérmicos e intercríticos. O ferro gama cristaliza numa estrutura cúbica de faces centradas e possui parâmetro de rede de valor $a = 3,659 \text{ \AA}$. O seu pico mais intenso aparece em $2\theta = 43^\circ$. Em todas as amostras nota-se o pico bem definido da ferrita (ferro alfa) em torno de $2\theta = 44,8^\circ$. O ferro alfa cristaliza numa estrutura cúbica de corpo centrado e possui parâmetro de rede $a = 2,866 \text{ \AA}$. O refinamento da estrutura cristalina de ferrita e austenita

retida foi feito pelo método de Rietveld usando o programa FullProf (versão 2.80 – Jul 2004). Por este refinamento foi possível obter a fração de ferrita e austenita retida de

algumas amostras. A Figura 2 apresenta os difratogramas de raios X obtidas referentes aos tratamentos térmicos realizados.

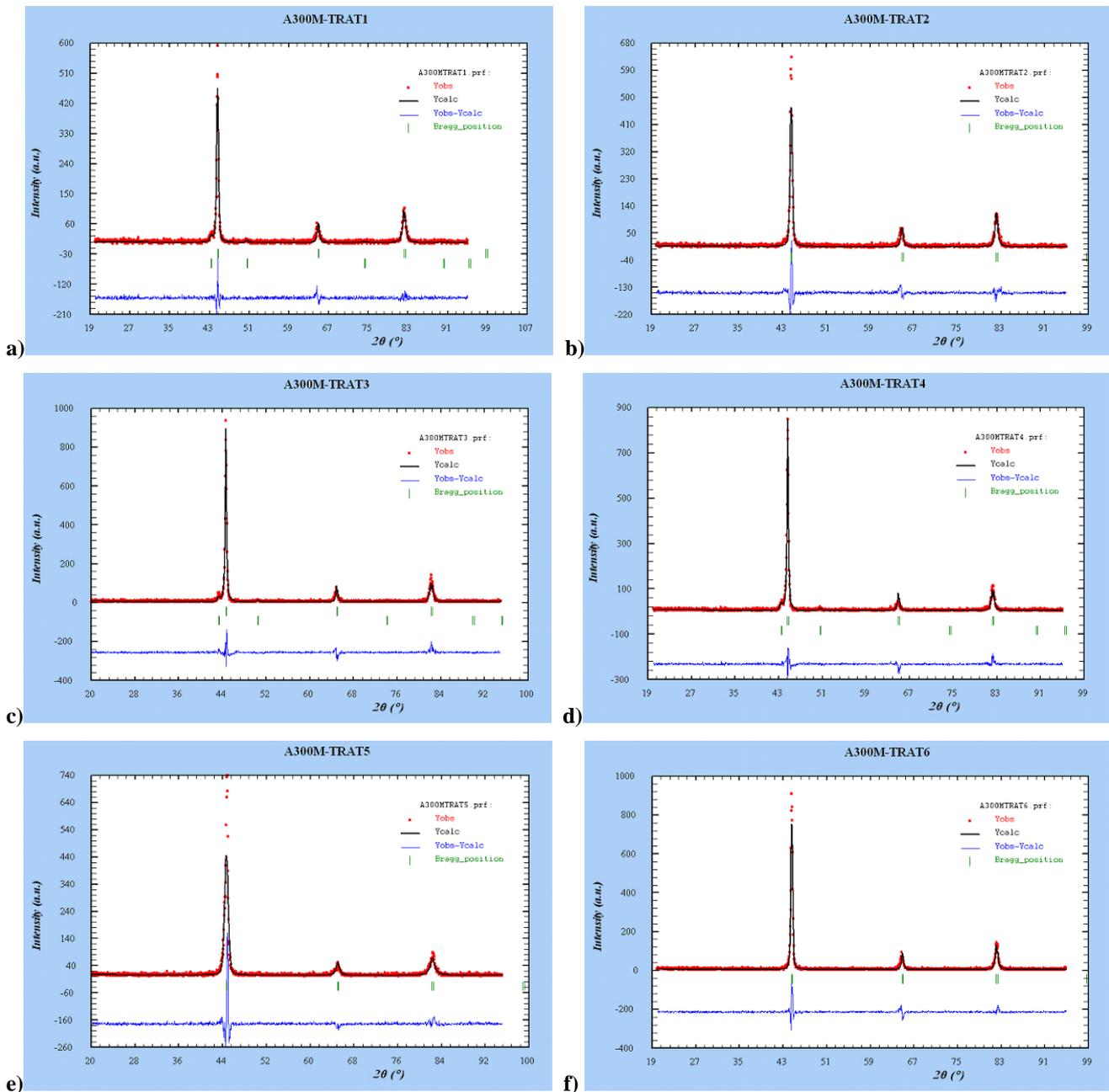


Figura 2 – Difratogramas de raios-X do aço 300M submetido aos tratamentos térmicos: a)IT320°C; b)IT350°C; c)IT370°C; d)IT400°C; e)IC760°C e f) TRC

Também são apresentados os resultados de microscopia óptica. A Figura 3 representa uma micrografia do aço 300M submetido ao tratamento térmico intercrítico a 760°C, quando atacado com solução aquosa de 10% de metabisulfito de sódio. Este reagente ataca todas as fases presentes, exceto a austenita retida que permanece clara. Esta figura apresenta a aplicação do *threshold*, pelo software *Image J*, identificando em preto as áreas ocupadas pela austenita.

A Tabela II apresenta os valores obtidos por todas as técnicas utilizadas neste trabalho e valores de austenita retida de alguns tratamentos térmicos obtidos por Tomita e Okawa [8]. Dos resultados de difratometria de raios X, a amostra de aço recozido é o que apresenta valor de austenita retida mais próximo dos outros métodos enquanto os tratamentos térmicos isotérmicos a 320, 370 e 400°C apresentam resultados bem abaixo em relação às outras técnicas e por Tomita e Okawa [8]. As amostras dos seguintes tratamentos isotérmicos: isotérmico a 350°C, intercrítico a 760°C e têmpera e revenimento convencional não apresentaram pico evidente de austenita retida. Nesses casos, não foi possível

determinar com precisão a quantidade de austenita retida devido ao fato de não ser observado no difratograma de raios X o pico do

ferro gama. Percentual muito baixo de austenita retida (abaixo de 5%) não é detectado.

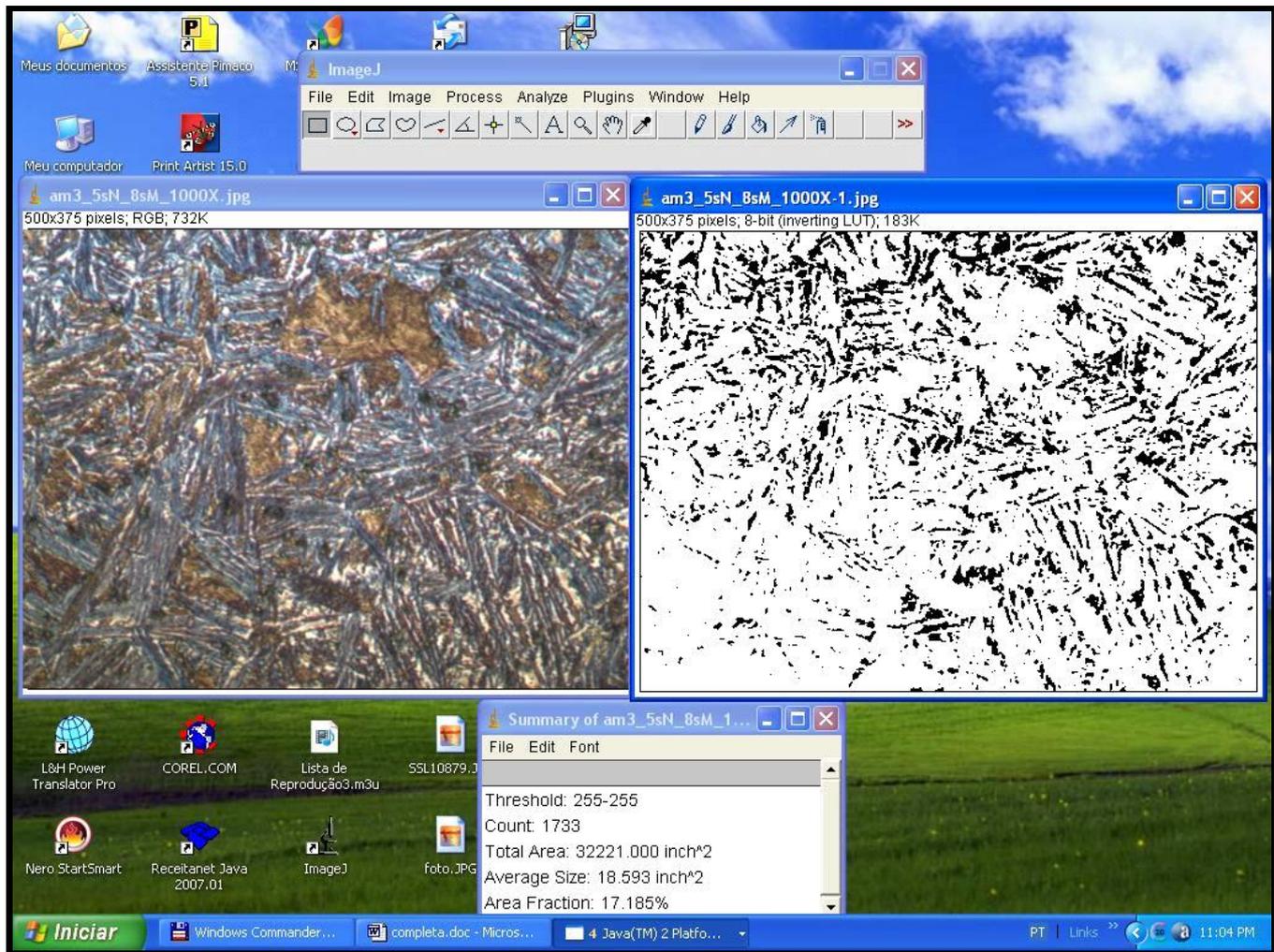


Figura 3 – Fotomicrografia do aço 300M, submetido ao tratamento térmico IC760°C, atacada com solução aquosa a 10% de metabissulfato de sódio após a análise do *threshold* do software Image J

Tabela 2 – Fração volumétrica de austenita retida

Tratamento Térmico	Trabalho de Tomita e Okawa [5] (%)	Difratometria de raios X (%)	Microscopia óptica (%)
Recozido	-	8,3	7,3
IT320°C (A)	12	7,7	9,0
IT350°C (B)	18	*	18,4
IT370°C (C)	22	5,8	21,8
IT400°C (D)	25	14,3	21,2
IC760°C (E)	-	**	4,1
TRC	2	**	3,1

*não apresentaram picos de austenita retida.

** percentual abaixo de 5%.

IT: isotérmico; IC: intercrítico; TRC: têmpera e revenimento convencional.

4. CONCLUSÃO

A determinação da fração de volume de austenita retida no aço 300M foi realizada por difratometria de raios-X e microscopia óptica. Observou-se que os resultados obtidos por este trabalho por microscopia óptica são bem próximos dos resultados obtidos por Tomita e Okawa [8]. Não foi possível determinar com precisão a quantidade de austenita retida por difratometria de raios X, mas foi possível obter resultados com microscopia óptica, após ataque químico com o metabissulfato de sódio. No caso de aços multifásicos, a utilização de difração de raios X pode trazer alguns problemas: como as medidas são realizadas bem próximas da superfície, e a distribuição da austenita retida normalmente não é homogênea na superfície do metal, as medidas devem ser repetidas várias vezes a fim de se obter boa estatística. A pequena dimensão dos grãos de austenita retida pode aumentar a incerteza dos resultados. Uma das precauções necessárias na hora da preparação das amostras é o lixamento. No processo de lixamento e polimento tradicional há criação de martensita artificialmente. Como esses métodos têm suas próprias limitações com respeito à determinação da fração de volume da austenita retida nos aços multifásicos, portanto, em reforço às observações feitas, é sugerido utilizar uma outra técnica para determinar

a fração da austenita retida. A técnica a ser utilizada será por medidas de magnetização. Elas são mais confiáveis e apresentam vantagens intrínsecas porque são exatas e sondam o volume dos materiais.

REFERÊNCIAS

1. ZACKAY, V.F., *Transactions ASM* 60 (1967) 252.
2. BLECK, W., *Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys*, ed. B.C. Cooman, GRIPS, Ghent, 2002, p.3.
3. JACQUES, P. J.; GIRAULT, E.; HARLET, P.; DELANNAY, F., *ISIJ International* 41 (2001) 1061.
4. HULKA, K., *Materials Science Forum* 414-415 (2003) 101.
5. FURNÉMONT, Q.; KEMPF, M.; JACQUES, P. J.; GÖKEN, M.; DELANNAY, F., *Materials Science and Engineering A* 328 (2002) 26.
6. VERLINDEN, B.; BOCHER, P.; GIRAULT, E.; AERNOUDT, E., *Scripta Materialia* 45 (2001) 909.
7. IUNG, T.; DRILLET, J.; COUTURIER, A.; OLIER, C., *Steel Research* 73 (2002) 218.
8. TOMITA, Y.; OKAWA, T., *Materials Science and Engineering A* 172 (1993) 145.
9. ANAZAWA, R. M.; ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M.S., *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo* 25 (2006) 93.