

EFEITO DOS TRATAMENTOS INTERCRÍTICO E ISOTÉRMICO SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E A MICROESTRUTURA NO AÇO 300M

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

¹Instituto de Estudos Avançados - IEAv/CTA, 12231-970 São José dos Campos – SP, Brasil

²Faculdade de Engenharia -Universidade Estadual Paulista- FEG/UNESP, 12516-410 Guaratinguetá – SP, Brasil

Recebido: 01 de Julho, 2005; Revisado: 17 de Junho, 2006

Palavras-chave: aços 300M, propriedades mecânicas, caracterização microestrutural

RESUMO

Neste trabalho foram estudados os efeitos da microestrutura sobre as propriedades mecânicas do aço de qualidade aeronáutica. Este aço, o 300M, foi submetido à aplicação de diferentes tratamentos térmicos específicos, com o objetivo de formação de microestruturas com diferentes frações volumétricas das fases ferrita, bainita, martensita e austenita retida. Para a caracterização microestrutural foram desenvolvidos ataques químicos que permitiram distinguir as fases presentes através de observações por microscopia ótica. A avaliação das propriedades mecânicas foram feitas com base nos resultados de ensaios de tração.

ABSTRACT

The effects of the microstructure on the mechanical properties of aeronautical quality 300 steel were studied. Different volume fractions of ferrite, bainite, martensite and retained austenite were obtained after different heat treatments. For the microstructural characterization chemical etching techniques were developed to distinguish the phases by optical microscopy. The evaluation of the mechanical properties was done based on tensile tests results.

1. INTRODUÇÃO

O aço 300M estudado neste trabalho, é considerado um aço de alta resistência e é usado em uma série de aplicações industriais em componentes estruturais críticos para veículos espaciais e trens de pouso de aeronaves. Ele é utilizado no programa de foguetes (VLS, SONDA), em estruturas metálicas que têm como função alojar os blocos de propelentes sólidos no corpo do foguete. Essas estruturas receberam o nome técnico de envolopes motores. O aço 300M surgiu como uma evolução tecnológica do aço 4340 apresentando um teor de carbono semelhante, diferenciando-se principalmente por conter uma pequena porção de vanádio e um alto teor de silício. Estes elementos permitem que o aço 300M atinja níveis de resistência mecânica mais elevados [1].

Diversos autores [2-4] têm destacado a importância dos tratamentos térmicos e sua influência nas propriedades mecânicas finais do material. Os tratamentos térmicos possibilitam a formação de microestruturas conhecidas como ferrita/perlita, bainita, martensita e austenita retida ou, através de tratamentos isotérmicos e intercríticos, possibilitam a formação de aços com diferentes fases e morfologias onde a composição entre os diferentes microconstituintes torna-se fator decisivo para as propriedades mecânicas finais do material e pode ser programada em conformidade com as exigências de projeto [5,6].

O aumento da fração volumétrica dos microconstituintes duros (bainita + martensita) aumenta a resistência em tração [7]. Estes microconstituintes atuam como barreira ao movimento de discordâncias, aumentando o encruamento da fase dúctil durante o processo de deformação. A bainita, de forma semelhante à martensita, tem efeito benéfico nas propriedades mecânicas dos aços multifásicos e pode ainda retardar ou impedir o crescimento de trincas [8]. A presença da bainita possui também a vantagem, sobre a martensita, de manter a ductilidade do aço em patamares mais elevados [5]. A bainita tem recebido nos últimos anos um destaque especial, por um lado por apresentar uma complexidade em seu processo de formação e uma variedade de tipos de bainita possíveis de serem produzidas [9].

Tomita et alii [1], estudando aços 300M, mostram a importância da temperatura em tratamentos isotérmicos, enfatizando o papel da fase austenítica e da morfologia bainítica na resistência ao impacto, nos limites de resistência e de escoamento e na ductilidade. Observam, também, que a presença destes microconstituintes contribui para a melhoria da tenacidade, pois mantém o aço com alta resistência e boa ductilidade.

Uma das principais dificuldades na caracterização dos aços multifásicos é a identificação da bainita. Le Pera [10] e Girault et alii [11] realizaram experimentos utilizando dois reagentes químicos específicos, os resultados foram bastante interessantes, possibilitando a distinção da bainita, difícil de ser detectada por ataques convencionais.

Como alternativa aos roteiros de tratamentos térmicos utilizados tradicionalmente pela indústria aeronáutica (têmpera e

* anazawa@ieav.cta.br

revenimento), neste trabalho foram utilizadas diversas rotas de tratamentos térmicos no aço 300M visando obter microestruturas multifásicas, mostrando detalhes importantes no processo de preparação das amostras e do ataque químico para se obter uma boa micrografia em aços multifásicos, permitindo a distinção das fases presentes. Também, foram realizados ensaios de tração.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A composição química do aço estudado neste trabalho foi determinada pelo Laboratório de Análises Químicas da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Centro Técnico Aeroespacial, de acordo com as normas ASTM-E-39-84 e ASTM-E-350-87. Os resultados da análise estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química do aço 300M.

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

Os corpos-de-prova para ensaio de tração foram confeccionados segundo a norma ASTM E 8M. Os ensaios foram realizados no Departamento de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – FEG/UNESP em uma máquina servohidráulica do tipo EMIC, com capacidade para 10 toneladas, à temperatura ambiente. Nos ensaios de tração foram determinados os parâmetros de limite de escoamento, limite de tração, alongamento total e estrição.

Os corpos-de-prova foram separados em seis lotes, cada um contendo quatro CDP(s). Inicialmente todos os CDP(s) foram recozidos para eliminar os efeitos da laminação. No tratamento térmico de recozimento os aços foram aquecidos a 950°C, mantidos por 2 horas, e resfriados ao forno até a temperatura ambiente.

Foram separados quatro CDP(s), para estudar as propriedades mecânicas no estado recozido. Os demais CDP(s) foram submetidos aos tratamentos térmicos descritos a seguir. Para cada tratamento descrito foram utilizados quatro CDP(s).

2.1 - Tratamentos térmicos aplicados:

- **Condição A:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um forno mantido a 370°C, mantido por 1 minuto, e resfriado em água;

- **Condição B:** aquecimento a 900°C, por 20 minutos, transferido para um forno mantido a 370°C, mantido por 15 minutos, e resfriado em água;

- **Condição C:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um outro forno a 760°C, mantido por 10 minutos, e resfriado em óleo;

- **Condição D:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um outro forno a 320°C, mantido por 1 minuto, e resfriado em água;

- **Condição E:** aquecimento a 900°C, mantido por 20 minutos, transferido para um outro forno a 320°C, mantido por 15 minutos, e resfriado em água;

Nos fornos mantidos a 370°C e 320°C foram utilizados banhos de sal fundido.

Estes tratamentos térmicos aplicados podem ser visualizados no esquema da Figura 1

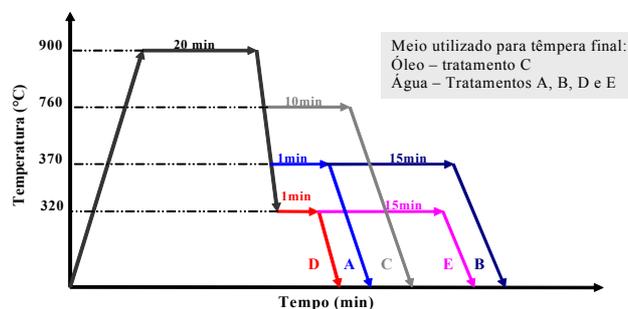


Figura 1 – Gráfico esquemático dos tratamentos isotérmicos e intercríticos aplicados.

Após os tratamentos térmicos, para cada condição, os corpos-de-prova foram preparados, seguindo uma seqüência de lixamento manual (lixas com granulações de 100 a 600) e ensaiados em tração.

2.2 – Ataques químicos:

Para cada um dos lotes, são seccionadas amostras dos corpos-de-prova e embutida a quente em baquelite. Essas amostras após receberem polimento metalográfico (até 0,25 µm em pasta de diamante) são submetidas aos seguintes ataques químicos:

- Nital (solução de ácido nítrico diluído em etanol – 2 %):- este primeiro ataque é utilizado principalmente para revelar os contornos de grão. As amostras atacadas com este reagente (20 segundos) são empregadas para destacar contornos de grãos e regiões claras (ferrita + austenita) e escuras (martensita + bainita);
- Metabissulfito de sódio (solução de metabissulfito de sódio diluído em água – 10%):- este ataque tem por objetivo destacar a fração volumétrica de austenita retida no aço multifásico. Ao ser atacada (60 segundos), ocorre um escurecimento de toda a amostra (tons de cinza e marrom) com exceção da austenita retida que permanece branca. Este ataque permite avaliar a porcentagem de austenita presente na amostra;

c) Le Pera modificado:- neste ataque químico são utilizados dois reagentes: I – solução de 1g de metabissulfito de sódio diluído em 100ml de água e II – 4 g ácido pícrico diluído em 100 ml de etanol. As proporções propostas por Le Pera, que eram originalmente de 1:1, são alteradas para a obtenção de melhores resultados para as condições estudadas. Este reagente possibilita distinguir principalmente a fase bainita (marrom) da fase ferrita (azul). A fase martensita e a austenita retida aparecem com coloração clara. O ataque químico com Le Pera modificado mostra-se extremamente sensível a diversos fatores tais como: ao tempo de ataque, à proporção dos reagentes I e II, ao tipo de microestrutura, ao procedimento de preparação das amostras e do ataque e à temperatura na qual se realiza o ataque. Estes parâmetros são controlados para se obter micrografias ópticas adequadas. Os reagentes I e II devem ser misturados no momento da realização do ataque químico para evitar redução na reatividade química. A temperatura de realização do ataque químico é mantida em 5°C, pois a variação na temperatura acarreta uma variação no tempo de permanência da amostra no reagente. Para que o ataque se torne eficaz, o polimento final é realizado próximo ao momento do ataque químico. Uma limpeza da superfície a ser atacada (com detergente ou sabão) também se mostra importante. O tempo de permanência da amostra no ataque químico também varia de uma amostra para outra. Portanto, podem ser necessárias várias tentativas e erros até se conseguir um bom resultado. Uma última variável a ser controlada é a proporção entre os reagentes. Observando-se a amostra após o ataque químico com Le Pera é possível identificar qual dos reagentes está em excesso. Se o reagente I estiver em excesso à amostra atacada apresentará uma coloração generalizadamente azulada. Neste caso aumenta-se a quantidade do reagente II. Caso o reagente II esteja em excesso o tom da coloração passará para o marrom. Neste caso, a quantidade do reagente I deve ser aumentada. Estes ajustes são realizados até que as amostras revelem as colorações: azul, marrom e branca, características das fases ferrita, bainita, martensita e austenita retida, respectivamente. O tempo de ataque foi em torno de 15 s e a proporção entre os reagentes I e II foi da ordem de 2:1.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Tabela 1 mostra os resultados obtidos nos ensaios de tração para o aço 300M. Observa-se que os tratamentos A, C e D aplicados para a formação de microestruturas multifásicas provocaram um aumento no limite de escoamento e de resistência. Ocorreu uma pequena redução no limite de resistência e de escoamento do aço estudado na condição E, mais acentuadamente na condição B, se comparado com o aço 300M com microestrutura recozida.

Nos tratamentos térmicos B e E, onde o tempo de permanência na temperatura na região de formação bainítica foi maior (15 minutos), ocorreu uma redução nos limites de escoamento e de resistência. No caso B, onde a temperatura é mais elevada (370°C) esta redução é mais acentuada devido à formação da bainita superior, de menor resistência. Na condição E, temperatura menor (320°C), ocorre simultaneamente pequeno ganho na resistência mecânica devido à formação da bainita inferior, de maior resistência e aparece também um aumento na ductilidade, favorecida pela formação de maior percentual de austenita retida devido à redução na temperatura de transformação isotérmica.

Tabela 2 – Resistência Mecânica do Aço 300M.

Tratamentos Térmicos Aplicados	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
Recozido	1531	1673	17,7	35,3
A	1982	2215	5,8	17,2
B	1372	1588	7,3	18,7
C	2035	2154	14,8	24,4
D	2180	2322	1,9	4,1
E	1387	1592	10,7	29,6

Os aços com microestruturas multifásicas, formados através dos tratamentos A e D, atingiram valores elevados de limite de escoamento e de resistência (principalmente a condição D que atingiu os maiores valores), porém, apresentaram uma redução drástica na ductilidade medida pelo alongamento e estricção. Este fato mostra que o tempo de permanência de apenas 1 minuto nas temperaturas isotérmicas de 370 e 320°C não foi suficiente para formar uma fração volumétrica significativa de bainita ou de estabilizar uma parcela de austenita suficiente para melhorar a ductilidade [1]. O tratamento C produziu na microestrutura do aço 300M alterações bastante interessantes, a formação da fase ferrítica através do tratamento intercrítico a 760°C contribuiu para melhorar a ductilidade do material. A martensita e a bainita foram formadas no resfriamento contínuo e permitiram ao aço alcançar níveis de resistência bastante elevados, um pouco abaixo apresentados nos aços tratados nas condições A e D, porém, com uma boa ductilidade medida pelo alongamento e estricção.

A Figura 2 mostra a microestrutura do aço 300M na condição recozidos atacada com nital. As microestruturas apresentam-se bastantes complexas com diversos microconstituintes. As regiões mais escuras (cinza e preto) são constituídas de martensita, bainita e carbonetos, as regiões mais claras mostram porções de ferrita e austenita retida.

As fotomicrografias das Figuras 3 e 4 ilustram a aparência das microestruturas atacadas com solução de metabissulfito de sódio, com o objetivo de destacar a austenita retida, região clara. Neste tipo de técnica de ataque químico a microestrutura é atacada intensamente (aproximadamente 1 minuto numa solução de metabissulfito de sódio – 10%) permane-

cendo branca, após o ataque, apenas as regiões contendo austenita retida.

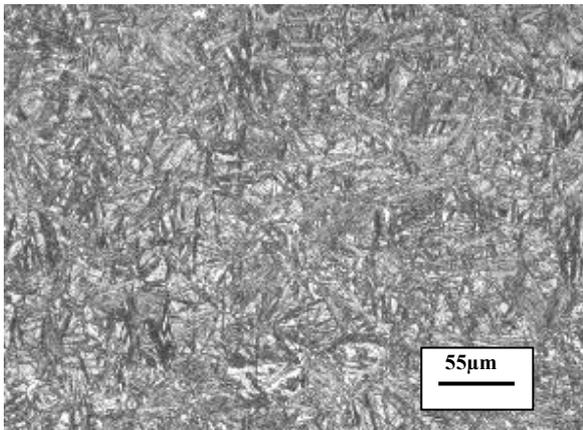


Figura 2 – Aço 300M com microestrutura recozida. Ataque: Nital 2%.

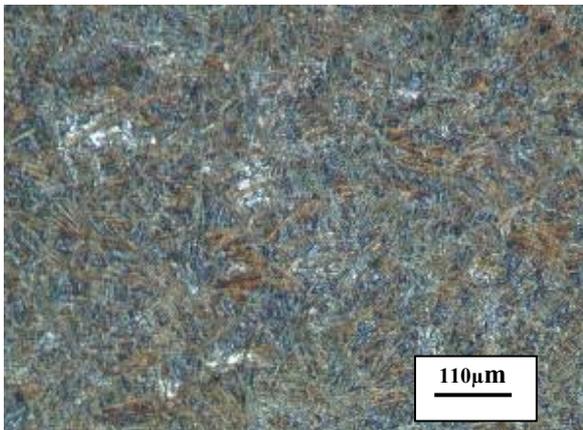


Figura 3 – Fotomicrografia mostrando a austenita retida (região branca) presente na microestrutura do aço 300M na condição recozida. Ataque: metabissulfito de sódio – 10%.

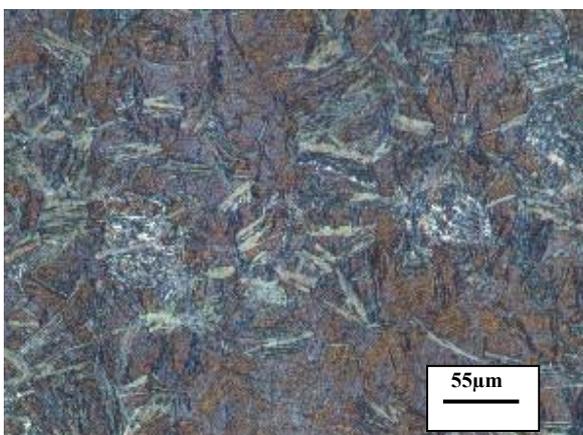


Figura 4 – Fotomicrografia mostrando a austenita retida (região branca) presente na microestrutura do aço 300M na condição B. Ataque: metabissulfito de sódio – 10%.

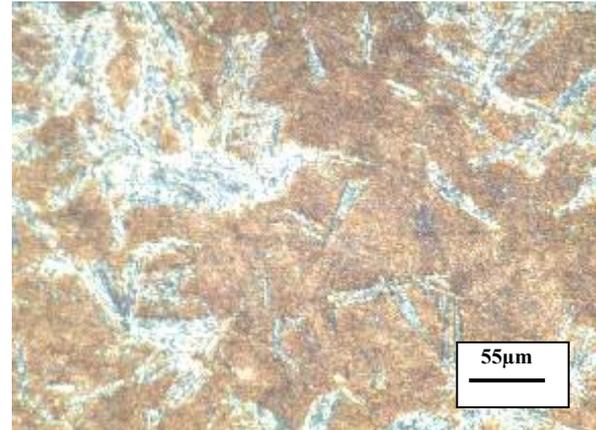


Figura 5 – Fotomicrografia mostrando a microestrutura do aço 300M na condição B. Ataque: reagente modificado Le Pera.

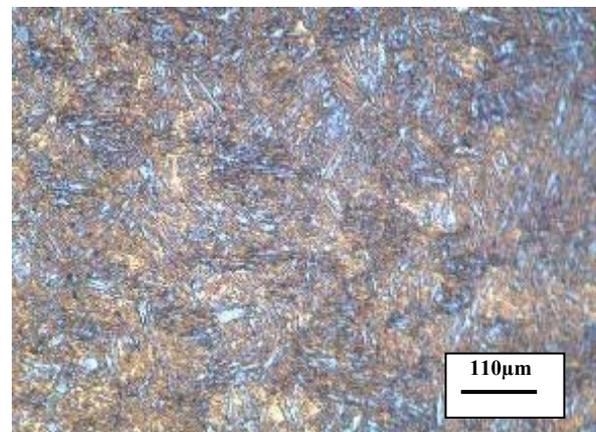


Figura 6 – Fotomicrografia mostrando a microestrutura do aço 300M na condição C. Ataque: reagente modificado Le Pera.

As fotomicrografias das Figuras 5 e 6, ilustram a aparência de algumas microestruturas, quando atacadas com o reagente modificado Le Pera. A coloração clara corresponde às regiões martensíticas e de austenita retida. A coloração de tonalidade azul corresponde à fase ferrítica e as tonalidades de marrom a bainita. A Figura 5 destaca a presença da fase ferrítica, encontrada nos aços submetidos ao tratamento térmico C. A presença da fase ferrita, na microestrutura dos aços nesta condição, contribuiu para manter a ductilidade do aço em bons níveis ($\approx 14\%$), com valores elevados de resistência. A Figura 6 mostra a estrutura típica formada através do tratamento térmico B, matriz predominantemente bainítica entrecortada de regiões martensítica e austenítica em menor proporção.

4. CONCLUSÕES

- Os tratamentos térmicos aplicados contribuíram para melhorar as propriedades mecânicas do aço 300M. Deve-se evitar, no entanto, uma microestrut-

tura predominantemente martensítica, como as formadas nos tratamentos térmicos A e D, pois, apesar de alto nível de resistência provocaram drástica redução da ductilidade;

- Os tratamentos térmicos B e E, com formação de microestrutura predominante banítica, não contribuíram para melhorar a resistência mecânica, se comparados com a microestrutura recozida;
- O tratamento térmico C mostrou-se bastante interessante devido a dois aspectos:
 - a) ao introduzir a fase ferrítica, formada na temperatura intercrítica, manteve um bom nível de ductilidade e,
 - b) a formação da martensita e bainita, no resfriamento contínuo em óleo, propiciou que o aço 300M alcançasse elevados níveis de resistência.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CTA/IEAv e ao Departamento de Materiais da FEG/UNESP.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. TOMITA, Y.; OKAWA, T., *Material Science and Engineering A* 172 (1993) 145-151.
2. ZHAO, M.C.; YANG, K.; XIAO, F.R.; SHAN, Y.Y., *Material Science and Engineering A* 355 (2003) 126-136.
3. LEE, C.H.; BADESHIA, H.K.D.H.; LEE, H.C., *Materials Science and Engineering A* 360 (2003) 249-257.
4. RAO, P.P.; PUTATUNDA, S.K., *Materials Science and Engineering A* 349 (2003) 136-149.
5. ABDALLA, A.J.; HASHIMOTO, T.M.; MOURA NETO, C.; MONTEIRO, W.A., *Proceedings of the Eight International Fatigue Congress*, 4 (2002) 2263-2270.
6. HACKENBERG, R.E.; SHIFLET, G.J., *Acta Materialia* 51 (2003) 2131-2147.
7. CRIBB, W.R.; RIGSBEE, J.M., *Structure and properties of dual phase steel*, Kot, R.A.; Morris, J. N., eds, TMS-AIME, Warrendale, (1979) 91-114.
8. ZHONGHUA, L.; JANGBVO, H.; YONGAN, W.; ZHENBANK, K., *Fatigue Fract. Engineering Materials Structure* 13 (1990) 229-240.
9. BRAMFITT, B.L.; SPEER, J. G., *Metallurgical Transaction A* 21 (1990) 817-829.
10. Le PERA, F.S, *Journal of Metals* (1980) 38-39.
11. GIRAULD. E.; JACQUES, P.; MOLS, K.; VAN HUMBEECK, J.; AERNOUDT, E.; DELANNA, Y.F., *Materials Characterization* 40 (1998) 111-118.