Rev. LatinAm. Metal. Mat.

Artículo Regular

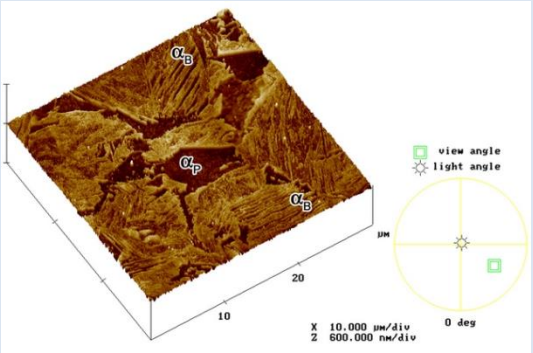
www.rlmm.org

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇOS BAIXO CARBONO POR MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

Tiago F. A. Santos[1,], Edwar A. Torres[2], José M.C. Vilela[3], Margareth S. Andrade[3], André B. Cota[4]*

1: CPqD, Campinas, São Paulo, Brasil. 2: Facultad de Ingeniería, Instituto Tecnológico Metropolitano, Medellín, Colombia. 3: Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil. 4: Universidade Federal de Ouro Preto, Departamento de Física, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.

**e-mail: tfa.santos@gmail.com*



RESUMO

A descrição microestrutural de aços é feita frequentemente por meio das técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura, que permitem identificar as principais fases e constituintes presentes. A complexidade microestrutural dos constituintes formados em maiores taxas de resfriamento, durante o resfriamento contínuo, dificulta a caracterização destes. Em especial, as microestruturas bainíticas e martensíticas fornecem características morfológicas de difícil visualização. A microscopia de força atômica foi usada visando complementar a microscopia óptica e eletrônica de varredura na descrição dos produtos do resfriamento contínuo de um aço baixo carbono com e sem adição de Nb. As amostras foram austenitizadas, algumas temperadas, enquanto outras resfriadas até Ar_3 e Ar_1 e, então, temperadas. A microscopia de força atômica permitiu determinar que, para ambos os aços, as amostras temperadas, a partir da temperatura de austenitização, apresentaram microestrutura predominantemente martensítica e bainítica. Por outro lado, as amostras interrompidas na Ar_3 apresentaram ferrita poligonal e martensita e a formação de ferrita bainítica. Para as amostras temperadas a partir da Ar_1, a microestrutura foi essencialmente ferrita e perlita fina.

Palabras Claves: Aço carbono microligado com Nb, microestrutura bainítica, microscopia de força atômica.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF LOW CARBON STEELS BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

ABSTRACT

Microstructural characterization of steels is normally performed using optical and scanning electron microscopy which allows identifying the most important phases and constituents in steels. Nevertheless, the microstructural complexity of some constituents during continuous cooling hinders the characterization of them; especially bainitic and martensitic microstructures provide rich morphology characteristics tough to solve properly. In this sense, atomic force microscopy was applied in order to provide complementary information to optical and scanning electronic microscopy in continuous cooling microstructural constituents of a low carbon and a Nb microalloyed low carbon steels. The samples were austenitized, some of them were quenched directly from austenitization temperature and others were cooling to Ar_3 and Ar_1 temperatures and then quenched. The samples quenched from austenitization temperature showed predominantly bainitic and martensitic microstructures, some microstructural characteristics were only elucidated with the combination between scanning electron microscopy and atomic force microscopy. On the other hand, the samples quenched from Ar_3 temperature showed polygonal ferrite and martensite morphologies. Atomic force microscopy has also indicated the occurrence of bainitic ferrite. Concerning samples quenched from Ar_1 temperature, the microstructure was essentially ferrite and fine perlite.

Keywords: Nb-microalloyed low carbon steel, bainitic microstructures, atomic force microscopy.

1. INTRODUÇÃO

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) – *High Strength Low Alloy*, HSLA – têm elevada resistência, ductilidade e soldabilidade, quando comparados com os processados por laminação convencional, e são usados frequentemente na indústria automotiva, em estruturas navais e para transporte de óleo e gás [1,2]. Um dos mecanismos responsáveis pelo aumento da resistência mecânica e tenacidade é o refino do tamanho de grão, que se consegue por meio da laminação controlada e com a adição, em pequenas proporções, de Nb, V e Ti [1].

Além da redução no tamanho de grão, o efeito da microestrutura também é preponderante. A obtenção de uma microestrutura adequada é realizada por meio de transformações de fase no resfriamento continuo ou transformações isotérmicas, sendo que a segunda é tecnologicamente mais adequada ao favorecer a formação de fases como bainita [3]. A bainita é um microconstituinte formado por ferrita e carbonetos, em que a transformação acontece em estágios separados: primeiro tem-se a formação de ferrita, seguida da precipitação dos carbonetos [4]. Segundo Krauss & Thompson [5] a bainita, morfologicamente, pode ser classificada como nodular, colunar, superior, inferior, alotriomórfica e inversa, sendo as bainitas superior e inferior as mais conhecidas. Existem três tipos de bainita superior: I, livre de carbonetos; II, com carbonetos finos entre as ripas; III, com carbonetos paralelos às ripas. Na bainita inferior, os cristais de ferrita têm morfologia do tipo plaquetas e contêm carbonetos finos alinhados em seu interior, formando ângulos de 55 a 60 graus com seu eixo maior, em que os precipitados são cementita ou carbeto ε [6]. Para algumas aplicações, a presença de bainita nos aços não é tão vantajosa, pois a existência de precipitados reduz a tenacidade. Objetivando a obtenção de aços com menor quantidade de precipitados, foram desenvolvidos os aços livre de intersticiais cuja formação da cementita é inibida pelo uso de elementos tais como o Si [5]. A adição de Si inibe a formação de precipitados e favorece a retenção de austenita rica em carbono, conferindo maior tenacidade ao aço [7]; essa microestrutura é chamada de superbainita [8]. No entanto, para esses aços, a austenita retida transforma-se em martensita por meio de deformação [9].

A análise microestrutural de materiais normalmente é feita pelas técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura, que permitem identificar as principais fases e constituintes presentes na microestrutura dos materiais. Quando se analisa a microestrutura de materiais metálicos, como o aço, constituído normalmente por perlita, ferrita, bainita, martensita e/ou constituinte martensita-austenita, essas técnicas de análise não permitem identificar completamente as suas diferenças morfológicas. Adicionalmente, ao contrário da bainita superior ou inferior, formada isotermicamente em aços de baixo carbono, a bainita formada em resfriamento contínuo exibe uma variedade de finas características morfológicas diferentes [10,11] de difícil distinção por microscopia óptica e, frequentemente, por microscopia eletrônica. Uma das ferramentas que podem ser empregadas para resolver as limitações dessas técnicas é a caraterização microestrutural usando microscopia de força atômica (MFA), que utiliza uma sonda muito fina para varrer a amostra, em que a deflexão desta permite gerar um mapa topográfico da superfície [12]. A grande vantagem dessa técnica é a obtenção de imagens de superfície com alta resolução, sem a necessidade de vácuo ou tratamento de superfície [13]. Neste trabalho foi realizada a caraterização microestrutural de aços de baixo carbono, um deles com adição de Nb, submetidos a diferentes tratamentos térmicos, por meio de microscopia ótica, eletrônica de varredura e de força atômica.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foram utilizadas amostras de aços de baixo carbono com e sem adição de Nb submetidas a diferentes tratamentos térmicos, com o objetivo de se obter diferentes microestruturas. As composições químicas dos aços utilizados são apresentadas na Tabela 1. O aço I se caracteriza por um conteúdo maior de Al e por não conter Nb, quando comparado ao aço I-Nb. A presença do Al é normalmente usada em pequenas proporções como desoxidante e os nitretos de Al agem como inibidores do grão austenítico. Segundo [14], o Al e o Si podem inibir a formação de carbetos favorecendo a ferrita bainítica e a austenita retida.

2.2 Tratamentos térmicos

As amostras foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos utilizando-se um forno mufla com retorta de quartzo, na posição vertical, com

©2015 Universidad Simón Bolívar

módulo de controle de temperatura e atmosfera natural. O controle de temperatura foi feito com auxílio de um termopar tipo K inserido em um furo até o centro da amostra. Este termopar foi também ligado a uma interface instalada em um microcomputador, que permitiu o monitoramento dos perfis térmicos durante o progresso da transformação. A dimensão aproximada das amostras é de 50 mm × 20 mm × 20 mm.

Tabela 1. Composição química (% em peso) dos aços I e I-Nb.

Aço	*C*	*Mn*	*Si*	*Al*	*P*	*S*	*N*	*Nb*
I	0,15	1,39	0,39	0,39	0,016	0,009	0,004	------
I-Nb	0,15	1,42	0,37	0,052	0,023	0,009	0,004	0,031

Um grupo de amostras do aço I-Nb foi austenitizado a 1000 °C por um intervalo de 30 min; uma das amostras foi temperada em água mais gelo e as outras duas foram resfriadas a uma taxa constante (resfriamento ao ar, taxa de -2,1 ºC.s^{-1}), sendo este resfriamento interrompido por têmpera em água gelada nas temperaturas 720 ºC (temperatura de início de transformação da austenita em ferrita) e 498 °C (temperatura de fim de transformação da austenita em perlita). As taxas de resfriamento foram medidas no intervalo de temperatura entre 500 e 800ºC, empregando o termopar tipo K inserido na amostra.

Outro grupo com as amostras do aço I foi austenitizado a 950 ºC por um intervalo de tempo de 30 min; uma das amostras foi temperada em água mais gelo e as outras duas foram resfriadas a uma taxa constante (resfriamento ao ar), sendo este resfriamento interrompido por têmpera em água gelada nas temperaturas 732 e 630 ºC, temperaturas de início, Ar_3, e de fim, Ar_1, de transformação da austenita em ferrita, respectivamente. A temperatura de austenitização do aço I foi escolhida com base no trabalho realizado por Cota *et. al.* [15] que estudaram a influência da temperatura de austenitização na cinética de formação da ferrita. O tamanho de grão austenítico prévio das amostras dos aços I e I-Nb foi o mesmo, 26 µm (número ASTM equivalente 7,5) [16]. As temperaturas Ar_3 e Ar_1 de transformação da austenita-ferrita foram determinadas por análise térmica diferencial em trabalho desenvolvido por Cota *et. al.* [16] segundo metodologia descrita em [1,17]. Em seu trabalho, Cota *et. al.* [16] realizou a diferenciação temporal das curvas de resfriamento visando acentuar os desvios da curva do calor gerado durante o progresso da transformação. O início da transformação da austenita foi medido no ponto em que a curva (dT/dt) × T sofre um desvio da curva principal.

2.3 Caracterização microestrutural

As amostras tratadas termicamente foram caracterizadas microestruturalmente por microscopia óptica (MO), eletrônica de varredura (MEV) e de varredura por sonda mecânica utilizando a técnica de microscopia de força atômica (MFA). As imagens por MFA foram obtidas em um equipamento Dimension 3000 usando sonda de silício em modo intermitente no SDT/CETEC-MG.

A preparação metalográfica para as amostras de MO consistiu em lixamento das amostras com lixas d'água de granulometria de # 240 a 1200, seguida de polimento em panos com pasta de diamante de 6, 3 e 1 µm, e ataque com nital 2% por imersão de 40 s. Para as amostras de MEV, a preparação metalográfica foi análoga à descrita anteriormente, exceto pelo ataque químico utilizando nital 4% por imersão de 20 s. O tamanho de grão foi medido de acordo com a norma ASTM E 112-13 [18], com a aplicação de linhas-teste retas sobre a microestrutura. As linhas-teste foram aplicadas diretamente sobre as micrografias das amostras e, neste caso, observou-se a escala utilizada anexada na micrografia.

A preparação metalográfica das amostras para AFM consistiu no lixamento e no polimento, similar ao descrito para a caracterização por microscopia óptica e eletrônica. No entanto, o polimento final foi realizado com solução de OPS (*Oxide Polishing Suspensions*, isto é, uma suspensão de óxidos de tamanho de partículas de 40 nm. As amostras foram atacadas com nital 2% com tempo de imersão aproximado de 2 s. Também foi utilizado para caracterização por MFA o ataque químico composto de 2 mL ácido fluorídrico (HF), 5 ml de ácido nítrico (HNO_3), 30 ml de ácido láctico ($C_3H_6O_3$) e

©2015 Universidad Simón Bolívar

63 ml de água destilada, conforme sugerido pelo Metals Handbook [19].

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização microestrutural por microscopia óptica e eletrônica de varredura

A Figura 1 mostra microestruturas obtidas por microscopia óptica das amostras dos aços I-Nb e I na condição temperada, respectivamente. Em ambos os casos, observa-se que a microestrutura predominante é a martensítica, com formação de ferrita alotriomórfica (α) delineando o contorno de grão austenítico prévio. Conforme descrito por Babu [20], a ferrita alotriomórfica é o primeiro produto de decomposição da austenita e, frequentemente, não é suprimida pela têmpera de aços de baixo carbono. Apesar de a formação de ferrita alotriomórfica ser propiciada pelo resfriamento da amostra a taxas de resfriamento baixas, a pequena formação desta ferrita se explica pela reduzida temperabilidade dos aços: baixo teor de carbono e o tamanho de grão austenítico pequeno. Contudo, a formação do alotriomorfo no contorno de grão permite avaliar o efeito da temperatura de austenização e da composição química no tamanho de grão. A caraterização permitiu estabelecer que o tamanho de grão autenítico para ambos os aços é similar, em torno de 26 μm. Apesar de o aço com Nb apresentar carbonitretos de Nb nos contornos de grão [21], já que o tamanho de grão entre ambos os aços é semelhante [22].

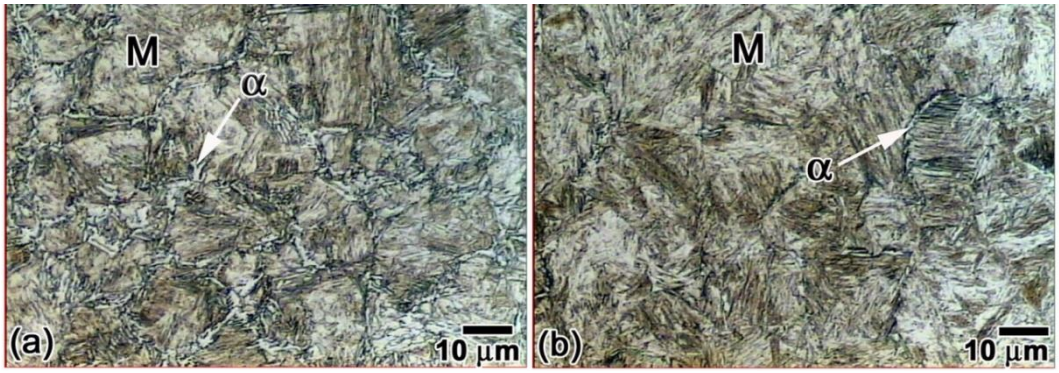


Figura 1. Micrografias para: a) aço I-Nb temperado a 1000 ºC; b) aço I temperado a 950 °C. α (ferrita alotriomórfica), M (martensita).

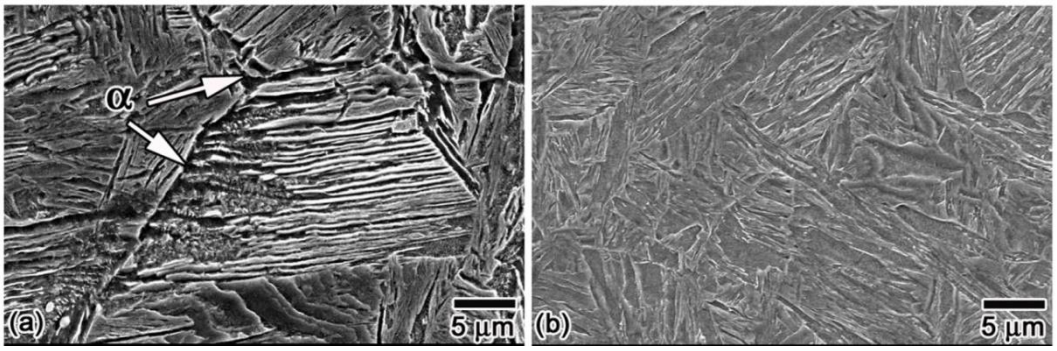


Figura 2. Imagens de MEV, no modo de elétrons secundários para: a) aço I-Nb temperado a 1000 °C e b) aço I temperado a 950 °C. α (ferrita alotriomorfa).

As Figura 2a e 2b mostram as micrografias obtidas por MEV das amostras dos aços I-Nb e I na condição temperada, respectivamente. A Figura 2a confirma que a microestrutura para essa condição de tratamento térmico é essencialmente martensítica. As imagens corroboram a presença de uma fase no contorno de grão austenítico; para essas condições e segundo a morfologia desta estrutura e condições de resfriamento, a fase observada corresponde à ferrita alotriomórfica, conforme descrito por Babu [4,20].

©2015 Universidad Simón Bolívar

Com relação à amostra do aço sem Nb, verifica-se a formação de uma morfologia predominantemente martensítica (Figura 2b). Observa-se que o contorno de grão do aço I-Nb é marcado pela presença do alotriomorfo (Figura 2a), enquanto no aço I (Figura 2b) a formação de ferrita alotriomorfa não é tão marcante.

Revisando as imagens de MEV da Figura 2a, a ferrita alotriomorfa está fracionada e é mais fina no aço com Nb, o que coincide com as observações de Hong *et. al.* [23], que indicam que os carbetos de Nb bloqueiam o avanço do contorno de grão ferrítico, mas, simultaneamente, promovem a nucleação de mais grãos de ferrita. Por outro lado, no aço sem Nb (Figura 2b), os alotriomorfos de ferrita crescem livremente no contorno de grão austenítico, pois não existe elemento que evite seu avanço, o que também favorece o alargamento da ferrita.

Na figura 3a são apresentadas as microestruturas das amostras do aço I-Nb, austenitizadas a 1000 °C, resfriadas ao ar até 720 e 498 °C, respectivamente, e temperadas. Essas temperaturas (Ar_3 e Ar_1) foram determinadas utilizando a técnica DTA por Cota *et. al.* [1] para temperatura de austenitização de 1000 ºC e tempo de permanência a essa temperatura de 30 min. Observa-se que a microestrutura é bifásica, constituída de uma pequena fração volumétrica de ferrita poligonal e um volume majoritário de martensita (Ar_3).

A ferrita poligonal (levemente alongada no contorno de grão) cresceu durante o resfriamento ao ar, a partir dos contornos de grão como alotriomorfos que, posteriormente, avançaram no interior do grão austenítico, mudando sua forma para poligonal. O crescimento da ferrita foi interrompido posteriormente pela têmpera, que levou à transformação da austenita restante em martensita. Na Figura 3b, observa-se uma microestrutura de ferrita e perlita, resultado do resfriamento contínuo ao ar até 498 °C, em que a transformação inicia-se da mesma forma que no caso da Figura 3a, porém, o avanço da ferrita alotriomórfica somente foi interrompido ao final da transformação total da austenita.

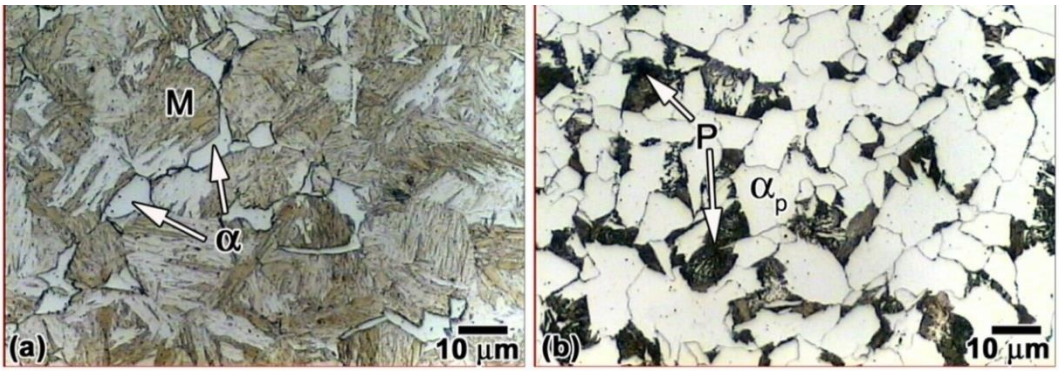


Figura 3. Micrografias para aço I-Nb temperado em: a) 720 e b) 498 ºC, durante o resfriamento contínuo. M (martensita), P (perlita), α_p (ferrita poligonal).

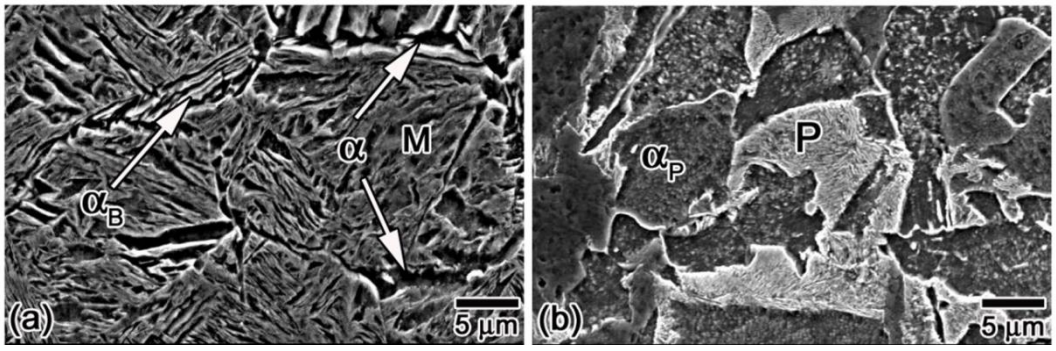


Figura 4. Imagens de MEV do aço I-Nb temperados: a) 720 e b) 498 °C, durante o resfriamento contínuo. M (martensita), α (ferrita alotriomorfa), α_B (ferrita bainítica), α_p (ferrita poligonal).

©2015 Universidad Simón Bolívar

A Figura 4 mostra as microestruturas obtidas por MEV das amostras do aço I-Nb, austenitizadas a 1000 °C, e temperadas durante o resfriamento contínuo nas temperaturas de 720 e 498 °C, respectivamente. Observa-se, na Figura 4a, uma pequena fração de ferrita, nos contornos de grão, e constituinte ferrita bainítica (α_B), na matriz martensítica. Enquanto a estrutura martensítica em aços baixo carbono aparece como ripas agrupadas tendo a mesma orientação cristalográfica, a ferrita bainítica se encontra como ripas ferríticas mais grosseiras e austenita finamente alongada remetendo a uma bainita superior. Como se trata de um aço com baixo carbono, não se espera a formação de cementita entre as placas de ferrita. Igualmente, a largura das placas fornece indícios sobre a temperatura de formação da bainita, sendo que as placas mais espessas (2,0 µm) formam-se entre 600 e 500 °C [6]; o que indica que, para este caso, a transformação inicia-se nos primeiros microssegundos após a têmpera. Na Figura 4b, observa-se uma microestrutura composta de perlita e ferrita conforme descrito na Figura 3b; no entanto, a melhor resolução do MEV permite identificar a perlita como fina, o que sugere que o resfriamento da amostra foi menor a -2,0 $^oC.s^{-1}$, afirmação realizada com base nos resultados de Cizek *et al.* [24], Zhao *et. al.* [25] e Wu *et. al.* [26].

Com relação ao aço I, sem Nb, a microestrutura das amostras temperadas à temperatura de início de transformação da austenita em ferrita (Figura 5a), 732 ^{o}C, é similar à apresentada pela amostra do aço com adição de Nb (Figura 3a), isto é, a microestrutura é composta de ferrita poligonal e martensita. A Figura 5b apresenta a micrografia das amostras do aço I temperada durante o resfriamento contínuo à temperatura de 630 ^{o}C (temperatura de fim de transformação da austenita em ferrita). Em geral, a microestrutura é ferrítica; porém, é observada a presença de grãos com coloração marrom, que indica a formação de uma fase fina, não resolvida mediante MO. Para ambas as condições não é claro o efeito do Nb nas amostras resfriadas ao ar até Ar_3, porém, fica claro, com a formação majoritária de martensita, que as medições de Cota [15,16] da temperatura de início da transformação, em torno de 720 e 732 °C, para os aços com e sem Nb, são coerentes. Para o aço sem Nb, não é possível identificar a fase de cor marrom (letra D na figura 5b), que pode corresponder a perlita ou bainita muito fina. Em ambos os casos, o constituinte formado cresceu a partir de austenita resfriada rapidamente.

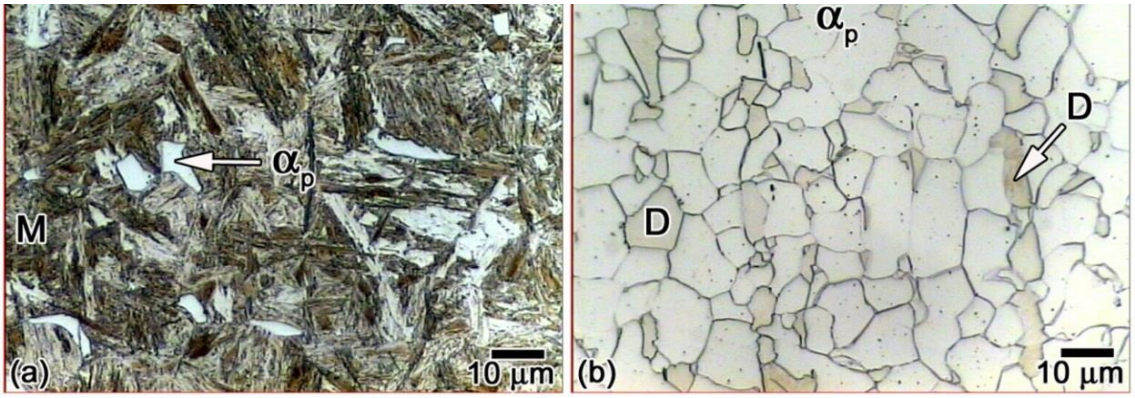


Figura 5. Micrografias para aço I temperado: a) 732 e b) 630 ^{o}C, durante o resfriamento contínuo. Os grãos de cor marrom (D) não são resolvidos com suficiência, mediante MO, para identificar a presença ou não de uma fase fina: M (martenista), α_p (ferrita poligonal).

A caracterização por MEV das amostras do aço I é apresentada na Figura 6. Observa-se na Figura 6a, para a amostra temperada em 732 ^{o}C, que uma pequena fração de ferrita nucleou-se de forma alotriomórfica e cresceu, tornando-se ferrita poligonal em torno de uma matriz martensítica, conforme também descrito na microscopia óptica na Figura 5a.

No entanto, na Figura 6b, observa-se a ferrita poligonal e uma estrutura no interior de alguns grãos ferríticos; essa estrutura pode corresponder a uma

microestrutura bainítica ou martensítica, derivada da têmpera, o que indicaria que a 630 °C (temperatura Ar_1) ainda apresentava austenita. Cabe salientar a ausência de perlita, o que apoia a teoria da formação de fases metaestáveis. Os indícios apontam à martensita como a fase formada, mas, para sua identificação, é necessário o uso de técnicas de caracterização com resolução espacial suficiente para delimitar suas características morfológicas. Neste sentido, a microscopia de força atômica pode prover mais informações que suportem a análise. Yang e Fang [14] destacam a possibilidade da formação de bainita granular em aços baixo carbono com adições de Mn e Mo durante o resfriamento contínuo, consistindo de uma matriz ferrítica e ilhas. Estas ilhas, segundo os autores, podem ser martensita e austenita retida (MA); martensita, bainita e austenita retida ou outras estruturas metaestáveis. Em um modelo proposto por Qiao *et. al.* [27], e evidenciado por Silva [28] para ARBL, durante a austenitização, o carbono da austenita não se difunde rapidamente favorecendo uma segregação gerando regiões ricas e pobres de carbono. No resfriamento, a ferrita nucleia em regiões empobrecidas de carbono e cresce separadamente permitindo a difusão do carbono para a austenita remanescente. Portanto, a formação mais provável apresentada em (b) seria a bainita granular (BG).

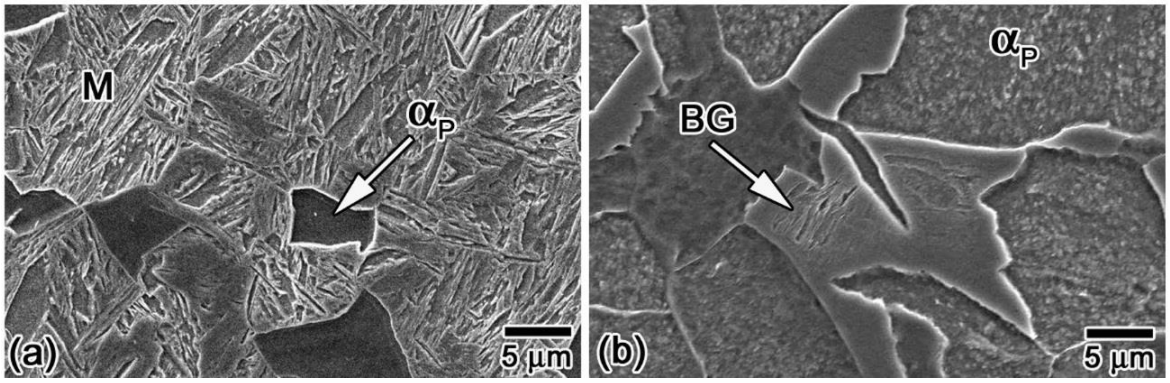


Figura 6. Imagens do aço I temperado em a) 732 e b) 630 ºC, durante o resfriamento contínuo. MEV. M (martensita), α_p (ferrita poligonal), BG (bainita granular).

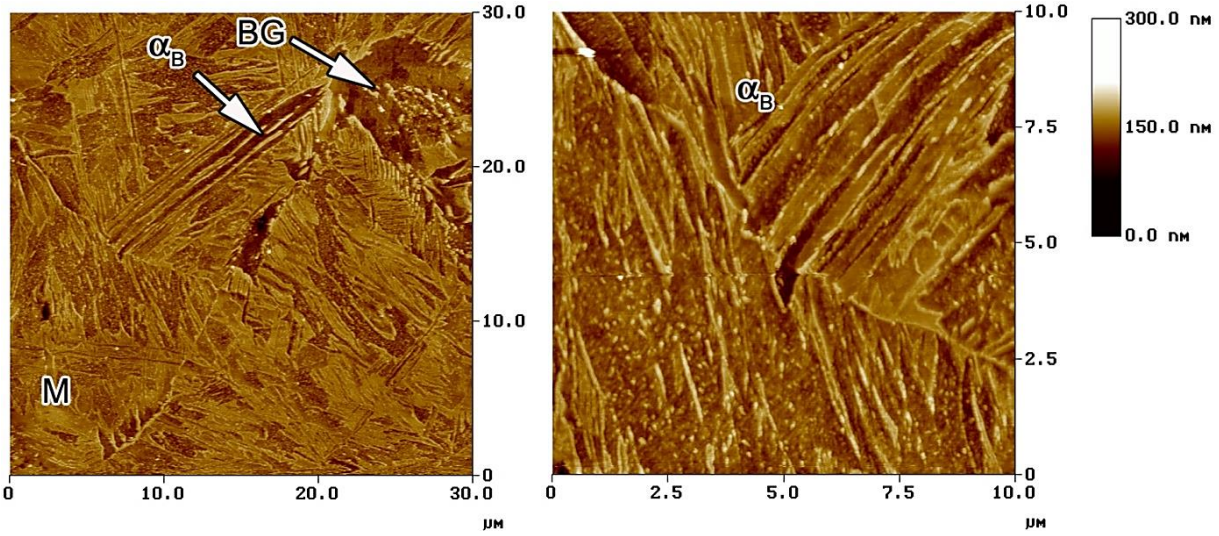


Figura 7. Imagens de MFA para aço I-Nb, temperado desde 1000 °C. M (martensita), α_B (ferrita bainítica) e BG (bainita granular).

3.2 Caracterização microestrutural por microscopia de força atômica

A Figura 7 apresenta imagens obtidas por MFA da amostra do aço I-Nb na condição temperada. Na Figura 7a, existe uma região de morfologia multifásica de ferrita, martensita e bainita, a última denominada como ferrita bainítica (Bainita B_2), de acordo com Bramfitt [10] (B). Na Figura 7b, observa-se um contorno austenítico prévio, delineando a martensita e a ferrita bainítica. Segundo Krauss & Thompson [5], a ferrita bainítica pode se formar com o aumento da taxa de resfriamento em aços de baixo carbono, formando arranjos de placas paralelas podendo conter partículas ou filmes de cementita e/ou constituinte MA (martenista-austenita). O constituinte MA observado nos aços de ARBL está associado à transformação incompleta da fase austenita em bainita [29], isto é, o constituinte MA apenas deve ser levado em consideração nos casos em que a velocidade de resfriamento conduz a uma microestrutura bainítica. Santos *et. al.* [30] observaram microestrutura similar em ARBL submetidos à soldagem por atrito com pino não consumível. Os autores descrevem essa microestrutura como bainita superior degenerada, com análises de difração de raios-X de alta energia que indicaram a presença do constituinte MA. A bainita cresce a partir do contorno de grão, tornando-se mais espessa neste, como descrito por Bhadeshia [31]; esta caraterística é típica das ripas bainíticas formadas por uma subestrutura de placas finas. Os grãos austeníticos originais são divididos pelas placas de bainita, sendo que, entre os espaços remanescentes de austenita, é formada a martensita. Essa subdivisão dos grãos originais, pelas placas de bainita, age como um mecanismo de refino do tamanho de grão, como explicado por Liu *et. al.* [3], que atribuem a esse mecanismo as propriedades de tenacidade e resistência nos aços compostos com bainita-martensita.

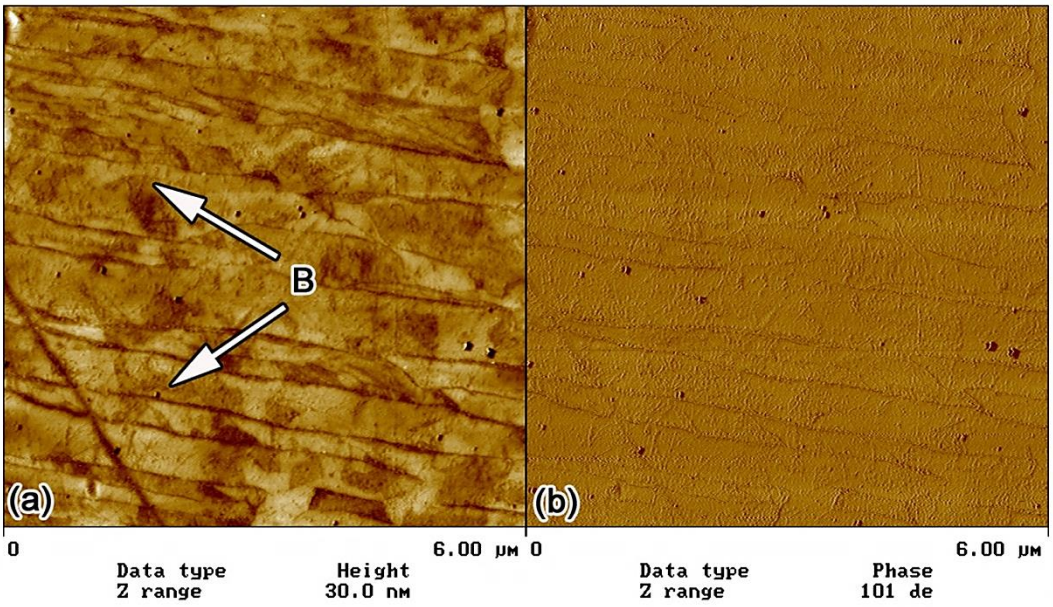


Figura 8. Imagens de MFA para aço I-Nb, temperado de 1000 °C. a) modo topográfico, b) contraste de fase. B (bainita livre de carbonetos).

Para conhecer a verdadeira natureza dessa fase, é necessário distinguir a presença ou não de precipitados, MA ou austenita retida, assim como o reconhecimento da subestrutura da bainita. A Figura 8 corresponde às imagens de MFA da amostra do aço I-Nb na condição temperada. O ataque químico utilizado foi o 162B [19]. Trata-se de um ataque específico para revelar a morfologia da martensita. Na Figura8a, observa-se uma imagem topográfica, enquanto, na Figura8b, tem-se a mesma região, obtida simultaneamente, monitorando-se a diferença de fase na oscilação da sonda ao longo da varredura (modo PCM). Essas imagens permitem observar, claramente, as ripas de bainita livres de precipitados,

©2015 Universidad Simón Bolívar

sem a presença de subestrutura. Portanto, para o aço de baixo carbono com adição de Nb, a têmpera a partir de 1000 °C resulta na formação de ferrita poligonal, ferrita bainítica e granular, bainita livre de carbonetos e martensita. A formação de ferrita alotriomórfica é resultado da baixa temperabilidade do aço. Para essa condição, a presença de austenita retida não foi confirmada.

A Figura 9a mostra a imagem obtida por microscopia de força atômica da amostra do aço I-Nb, austenitizada a 1000 °C e temperada durante o resfriamento contínuo à temperatura de 720 °C. A microestrutura é constituída de ferrita poligonal, ferrita bainítica e martensita. Nessa amostra, observam-se regiões com morfologia semelhante a da bainita, conforme descrito por Krauss *et. al.* [5], grupos de ripas paralelas de ferrita e carbonetos. No detalhe da Figura 9b, observa-se um arranjo microestrutural de ferrita com formato acicular em um grupo de placas paralelas. Segundo Olasola *et. al.* [32], no caso de aços de baixo carbono, não há presença de cementita entre as lamelas e a fase desconhecida pode ser o microconstituinte MA.

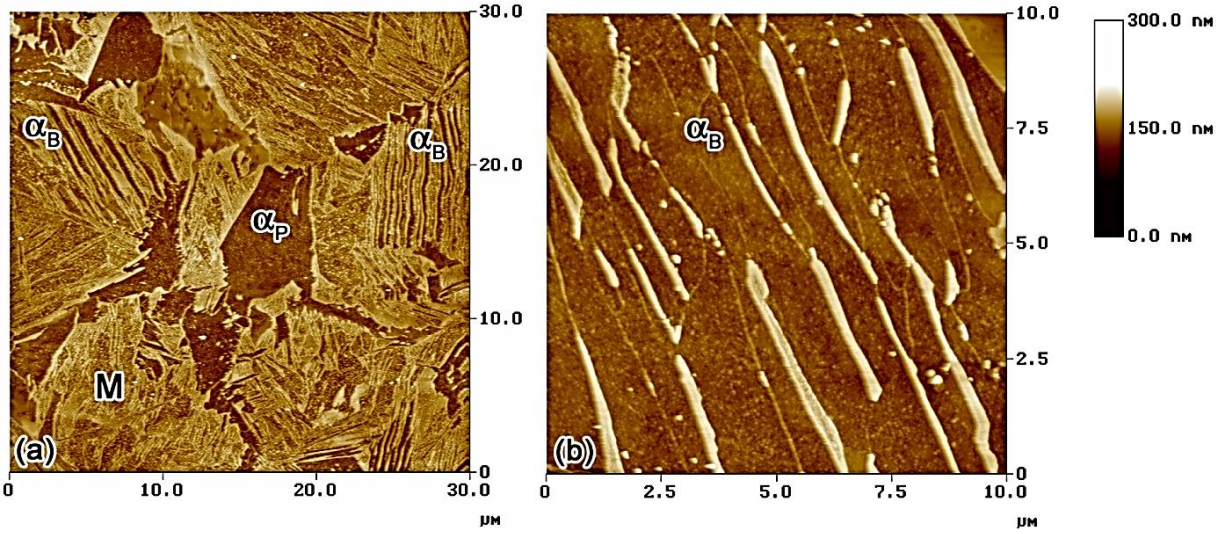


Figura 9. a) Imagens de MFA para aço I-Nb, temperado a 720 °C durante o resfriamento contínuo. M (martensita), α_p (ferrita poligonal) e α_B (ferrita bainítica) e b) detalhe da microestrutura evidenciando a presença de ferrita bainítica.

Por outro lado, Caballero *et. al.* [33] explicam que a fase entre as ripas de bainita corresponde à austenita retida, já que o tamanho fino das lamelas de austenita inibe a formação de martensita. Garcia-Mateo *et. al.* [34] explicam a impossibilidade da transformação da austenita retida, pela alta densidade de discordâncias formada nos limites γ/α_B, impossibilitando a formação dos núcleos de martensita. Long *et. al.* [35], para aços com baixo teor de carbono, essa combinação microestrutural de bainita e austenita, com alta densidade de discordâncias, é a mais vantajosa para alcançar o encontro de elevada resistência e tenacidade. De fato, a microestrutura indicada trata-se da ferrita bainítica (α_B) com finas lamelas de austenita retida.

A Figura 10 apresenta detalhes com quantificação em z da microestrutura apresentada na Figura 9a. É possível observar em detalhes a ferrita bainítica, cuja descrição morfológica é frequentemente de difícil visualização por microscopia eletrônica de varredura. A MFA das amostras estudadas neste trabalho é a única que permite quantificação em z, especialmente importante na caracterização de fases que apresentam mudança de relevo, como é o caso das microestruturas bainíticas e martensíticas. A formação do constituinte MA ou austenita retida fica destacada em alto relevo e a ferrita em baixo relevo.

A Figura 11 mostra a imagem obtida por microscopia de força atômica da amostra do aço I-Nb, austenitizada a 1000 °C, e temperada durante o resfriamento contínuo à temperatura de 498 °C. A microestrutura típica para essa condição é de colônias de perlita fina e ferrita poligonal (Figura 11a); porém, destaca-se a formação de uma estrutura com formato de placas próximo das colônias de perlita (Figura 11a). Inicialmente, descarta-se que

©2015 Universidad Simón Bolívar

as placas correspondam à formação de martensita, tanto pelo formato, como, principalmente, pelo que parece o local de início da nucleação, que seria o contorno da colônia de perlita, pois a martensita nucleia de forma homogênea no interior dos grãos [36,37].

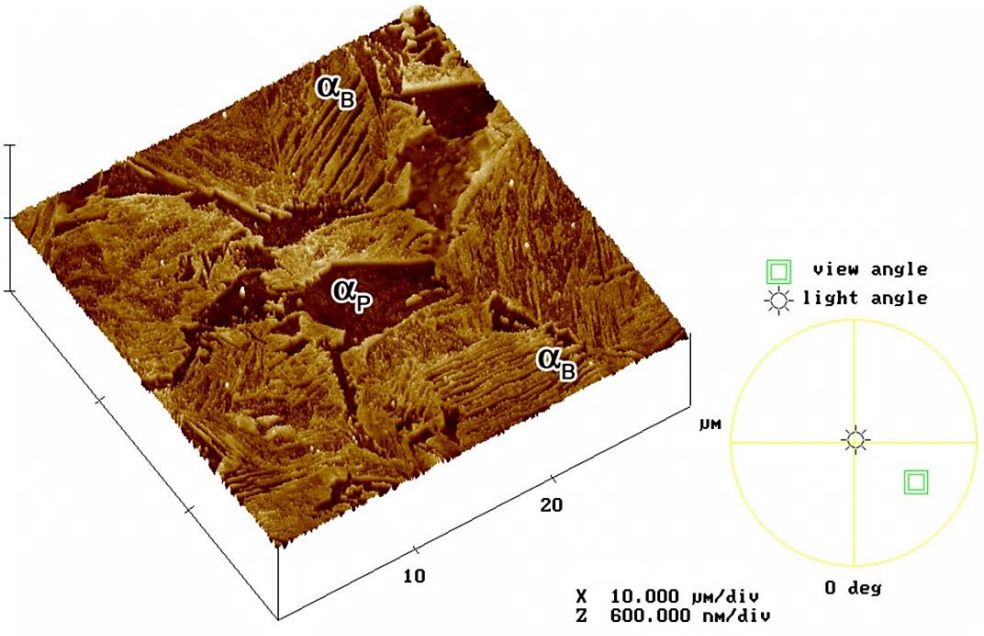


Figura 10. Imagem com quantificação em z mostrando detalhes da formação da ferrita, ferrita bainítica e martensita na amostra temperada a 720 °C. M (martensita), α (ferrita alotriomórfica), α_p (ferrita poligonal), α_B (ferrita bainítica).

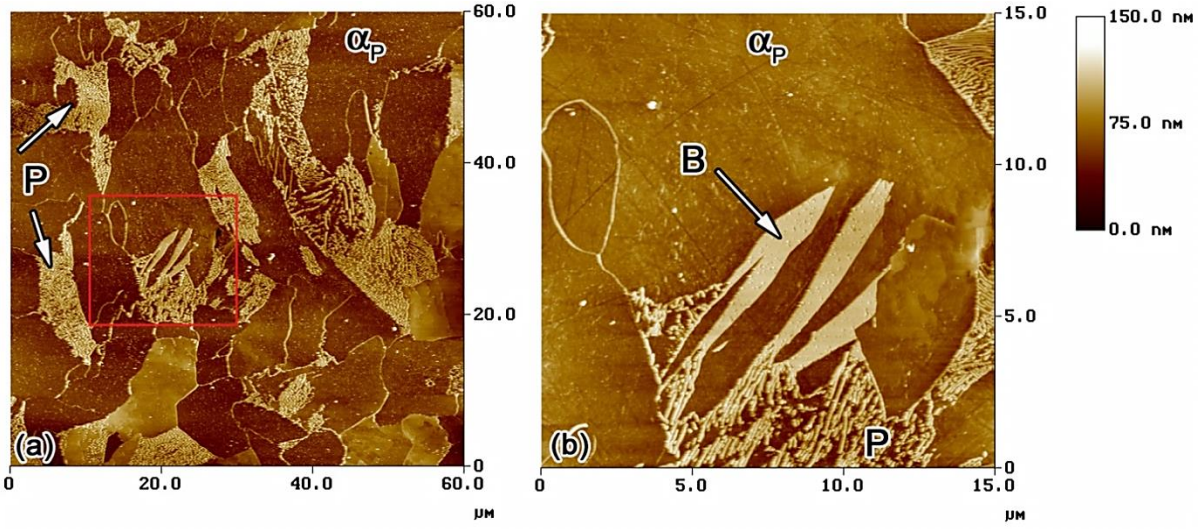


Figura 11. Imagens de MFA para aço I-Nb, temperado de 498 °C durante o resfriamento contínuo. a) Estrutura típica apresentando colônias de perlita fina e ferrita poligonal; b) Ripas de bainita (*Shaves*) formadas a partir dos contornos das colônias da perlita.

A outra possibilidade é a formação de placas de bainita constituída de agregado de ripas muito finas de ferrita, denominada de ferrítica bainítica. Essas placas crescem a partir de contornos de grão com taxas de resfriamento relativamente baixas, já que os pequenos cristais requerem menor força motriz para

©2015 Universidad Simón Bolívar

seu desenvolvimento [38]. Apesar da baixa temperatura de transformação, Kolmskog *et. al*. [39] demostraram, por meio de microscopia confocal a *laser* e difração de raios-X *in situ* num acelerador sincrotron, que a transformação bainítica acontece a temperaturas tão baixas quanto M_s.

Detalhes da colônia de perlita apresentada na Figura 11 (a) para o aço I-Nb temperatura de 498 ºC é mostrado em magnificação maior e com quantização em z na Figura 12. A ferrita é mostrada em baixo relevo e a cementita em alto relevo. Observa-se no interior da colônia de perlita um grão ferrítico alongado. A quantização em z da MFA é uma de suas vantagens, a qual é particularmente útil na caracterização de microestruturas que apresentem relevo superficial.

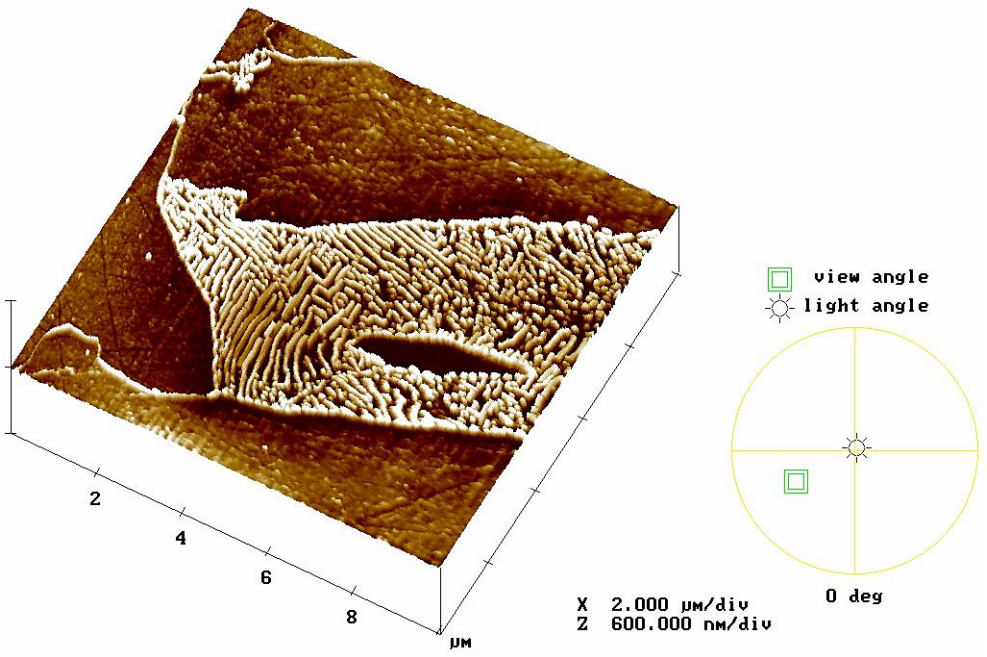


Figura 12. Colônia de perlita em matriz ferrítica para o aço I-Nb temperado de 498 ºC.

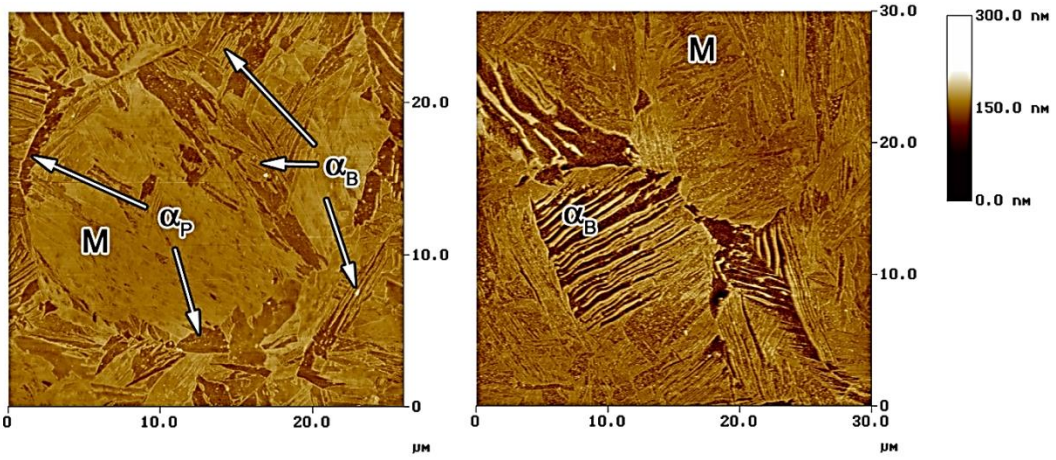


Figura 13. Imagens de MFA para aço I, temperado a 950 °C. a) Presença de ferrita no contorno de grão; b) detalhe das colônias de perlita, evidenciando que se trata da variante grosseira. M (martensita), α (ferrita alotriomórfica), α_B (ferrita bainítica).

A Figura 13 mostra imagens de MFA do aço I na condição temperada. A microestrutura é essencialmente martensítica, com ferrita alotriomórfica e ferrita bainítica (ou estrutura B_2). Com relação à Figura 13a, observa-se uma pequena quantidade de ferrita no contorno austenítico (ferrita alotriomórfica), enquanto, na Figura 13b, destaca-se, além da martensita, a ferrita bainítica (α_B). Comparativamente ao aço microligado com Nb, este apresenta ferrita alotriomórfica menos evidente, que pode estar relacionado ao efeito do Nb em aumentar o tempo de transformação para ferrita alotriomórfica para aços de baixo carbono [15,40].

Tal efeito está relacionado à segregação de átomos de Nb no contorno de grão austenítico prévio suprimindo a nucleação da ferrita, diminuindo a cinética de transformação pelo conhecido efeito de arraste do soluto. Adicionalmente, o Nb provoca a diminuição da temperatura Ar_3 [15,16,40]. Neste trabalho, a temperatura Ar_1 foi 498 ºC para o aço com adição de Nb e 630 ºC para o aço sem adição de Nb, o que favorece para os aços I o crescimento de maior quantidade de alotriomorfo ao longo dos grãos austeníticos, ao manter por mais tempo a presença da estrutura de γ.

A Figura 14 mostra imagens MFA da amostra do aço I, austenitizada a 950 °C e temperado durante o resfriamento contínuo à temperatura de 732 °C. Observa-se, na Figura 14a, uma região ferrítica parcialmente transformada em bainita numa matriz martensítica. Na Figura 14b, a microestrutura de ferrita bainítica parece ser mais grosseira do aquela apresentada pelo aço com Nb (Figura 9b). Comparando as imagens do aço com Nb da Figura 7 com as do aço sem Nb da Figura 14, no segundo caso, ripas de ferrita parecem mais finas; de fato, Lee *et. al.* [40], estudando o efeito do Nb e da taxa de resfriamento em aços de baixo carbono com teores crescentes de Nb, observaram que o aumento no teor de Nb e o aumento da taxa de resfriamento favoreceram a formação de ferrita bainítica mais grosseira.

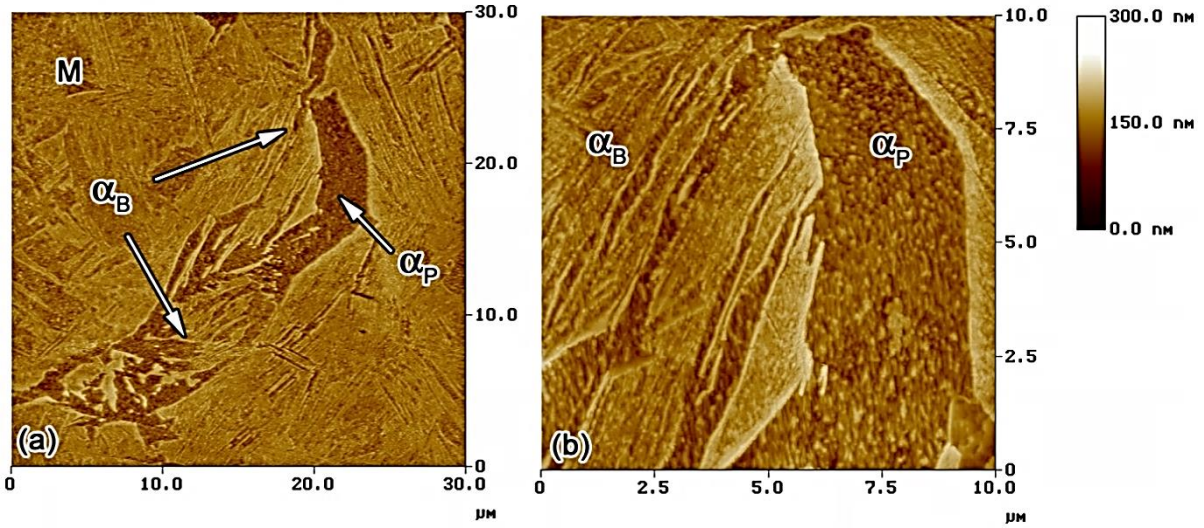


Figura 14. a) imagens de MFA para aço I, temperado a 950 °C, com resfriamento contínuo até 732 °C. a) presença de ferrita no contorno de grão; b) detalhe evidenciando a presença de bainita. M (martensita), αp (ferrita poligonal) e α_B (ferrita bainítica).

A Figura 15 mostra imagens de MFA da amostra do aço I, austenitizada a 950 °C e temperada durante o resfriamento contínuo à temperatura de 630 °C. A análise prévia revelou a formação de ferrita poligonal e grãos com uma estrutura muito fina não resolvida por MO (Figura 5b), mas que aparentemente trata-se de martensita, segundo os resultados de MEV (Figura 6).

A resolução da MFA revelou no interior dos grãos uma estrutura muito fina de ripas, mas pouco definida, as quais podem corresponder a bainita ou martensita (Figura 15a). Para o aço de baixo carbono, as duas possibilidades são válidas, portanto, é preciso o uso de outra técnica que permita elucidar essa questão. Para isso, uma possibilidade é o ensaio de nanoindentação (Figura

©2015 Universidad Simón Bolívar

15b), o qual evidenciou uma dureza maior no agregado compacto, o que pode corresponder à martensita ou ao constituinte MA, oriundo da austenita não transformada. Normalmente o objetivo da maioria dos testes de nanoindentação é extrair o módulo elástico e a dureza em amostras de pequena escala usando medições carga-deslocamento [41,42]. Durante um ensaio típico de nanoindentação, força e deslocamento são registrados à medida que o indentador é pressionado sobre a superfície do material. Conforme se verifica na Figura 15b, a área impressa do indentador é menor no agregado compacto indicando uma dureza maior. A dureza média da ferrita foi (2,9 ± 0,3) GPa e do agregado compacto em torno de (7,6 ± 0,3) GPa.

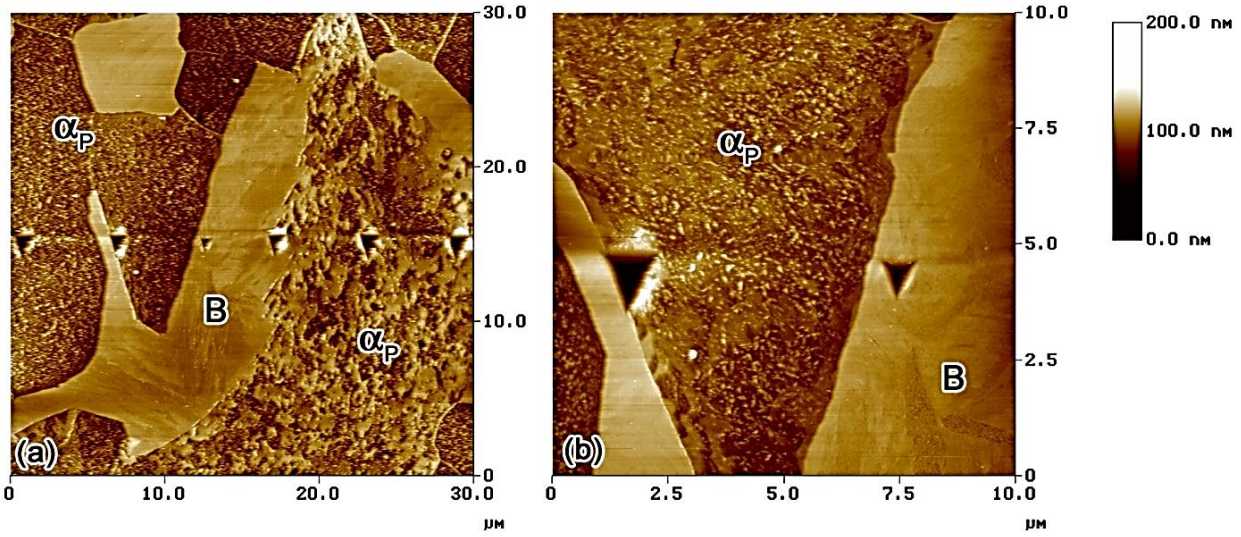


Figura 15. a) imagens de MFA para aço I, resfriado continuadamente de 950 °C até 630 °C e temperado a partir desta. a) Microestrutura ferrítica com bainita; b) ensaio de nanoidentação indicando a maior dureza da constituinte compacto.

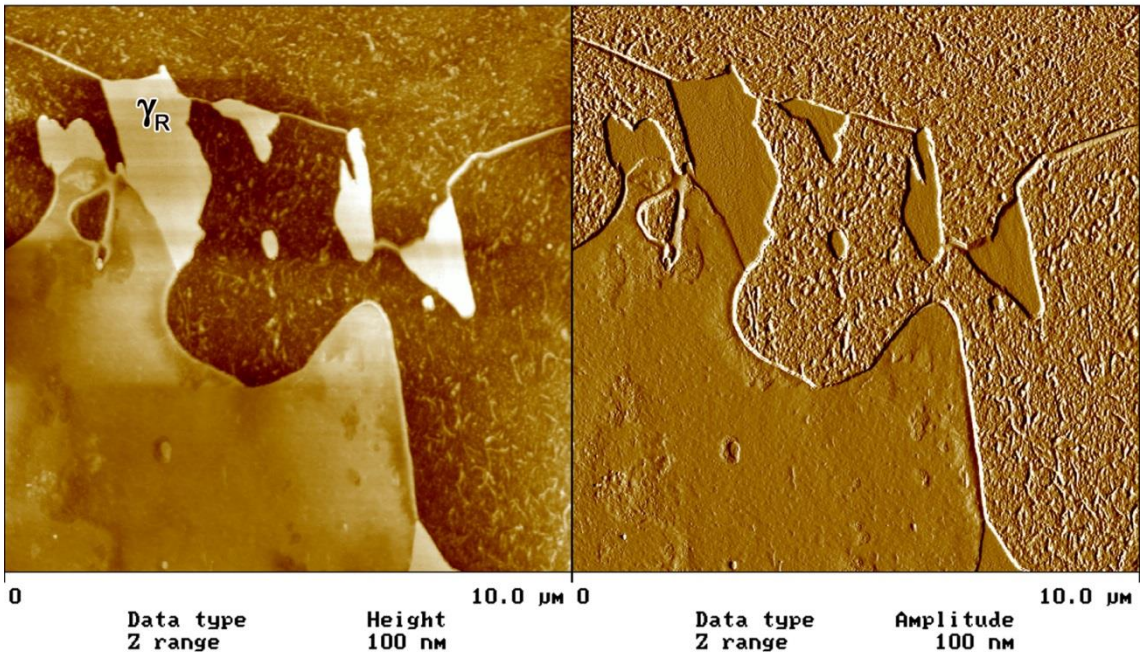


Figura 16. Imagem de MFA indicando os contrates a) topográfico e b) de fase para aço I, resfriado continuadamente de 950 °C até 630 °C e temperado a partir desta.

Medições de nanodureza realizadas por Shuman *et. al*. [43] no aço I-Nb contemplaram valores entre 3,2 – 3,7 GPa para a ferrita. Furnémont *et. al.* [44] estudando aços baixo carbono multifásicos (0,16%p.C, 1,3Mn, 0,38 Si, 0,013Nb) encontram valores de nanodureza de (4,8 ± 0,2), (7,0 ± 0,8) (10,0 ± 1,1) e (16,7 ± 1,9) para a ferrita, bainita, austenita residual e martensita, respectivamente. Por outo lado, Moon *et. al.* [45] reportaram nanodureza de 3,5 GPa para a ferrita em um aço 0,15C, 1,61 Mn, 0,139 Si. Para um aço microligado com Nb e Ti (0,11C, 1,5 Mn, 0,16 Si 0.015 Ti 0.02 Nb), os autores reportaram uma dureza de 3,85 GPa. Taylor *et. al.* [46] reportaram medições de nanodureza 3,33 e 8,67 para a ferrita e martensita, respectivamente, em um aço baixo carbono (0,15C, 1,93Mn, 0,64Si). Altuna *et. al.* [47] trabalhando com aço baixo carbono (0,1C, 0,96Mn, 0,19Si) de microestrutura inicial ferrita-perlita aqueceu o aço por 20 min acima de Ac_3 em atmosfera de argônio e mediu a nanodureza das fases oriundas da têmpera subsequente. Os autores reportaram durezas de (3,17±0,64) e (9,73±1,59) GPa para a ferrita e martensita, respectivamente.

Avaliando a dureza entre os microconstituintes presentes nos aços estudados neste trabalho, a bainita é o microconstituinte mais provável de maior dureza indicado na Figura 15b. Detalhes morfológicos desta bainita não foram possíveis devido ao ataque químico suave, mas resultados de nanodureza indicaram a presença deste microconstituinte em concordância com a literatura consultada que indica uma nanodureza em torno de 7,6 GPa. Em um relatório envolvendo várias instituições de ensino e pesquisa e empresas da *Research Fund. for Coal and Steel* [48], um dos materiais abordados foram os aços baixo carbono multifásicos que teve sua caracterização dedicada a nanodureza instrumentada apresentada no capítulo 3, tarefa 3,2. A técnica foi utilizada visando determinar a nanodureza dos diferentes microconstituintes bem como determinar a razão entre a matriz e as segundas fases de alta dureza. Os autores observaram que a nanodureza de uma matriz predominantemente de ferrita bainítica variou entre 3,6-5,3 GPa. Para bainita como segunda fase a razão de dureza em relação a esta matrix foi de 1,35 (em torno de 4,9 a 7,2) aumentando para 3,5 quando martensita não revenida estava presente. A nanodureza das ilhas de martensita revenida variaram entre 6,7-10,3 GPa.

Todavia, foi encontrado nanodureza da ordem de 9,4 GPa indicando que a austenita retida (γ_R) também pode estar presente. A Figura 16 apresenta a microestrutura para o aço I temperado a partir de 630 ºC com contraste topográfico (a) e de contraste de fase (b), onde é indicado produto microestrutural com formato da austenita retida. De fato, o aço sem adição de Nb apresenta maior quantidade de Al que tem sido indicando como favorecedor da formação de austenita retida [14].

4. CONCLUSÕES

Foi realizada a caracterização microestrutural de dois aços de baixo carbono, com e sem adição de Nb, que foram tratados termicamente sob diferentes condições e caracterizados por microscopia óptica, eletrônica de varredura e de força atômica. Pode-se concluir:

Para os aços com baixo teor de carbono, a presença ou não de Nb não resulta em mudanças significativas do ponto de vista microestrutural, quando os aços são temperados. Em ambos os casos, a presença de ferrita alotriomórfica se forma nos contornos de grão, uma matriz martensítica, com a presença minoritária de ferrita bainítica identificada pela MFA.

Para os aços com e sem Nb, temperados a partir de Ar_3, a MO e o MEV indicam que as microestruturas são semelhantes, compostas por martensita e ferrita poligonal. Porém, a MFA revela que os aços com Nb apresentaram também a ferrita bainítica, enquanto o aço sem Nb confirma a presença de uma estrutura bainítica com ripas mais grosseira.

No caso dos aços temperados a partir de Ar_1, para os aços com Nb, a MO e o MEV revelam a presença de uma estrutura com ferrita poligonal e perlita; a MFA indica a presença de placas que correspondem a agrupamentos de ripas de bainita, que crescem a partir do contorno de grão, indicando que a transformação bainítica é possível por meio de resfriamentos a temperaturas tão baixas (498 °C).

Para o aço sem Nb temperado desde Ar_1 (630 °C), a MO mostra a presença de ferrita poligonal e outra fase nos contornos da colônia de perlita. A MEV não foi suficientemente claro para revelar a estrutura completamente, sendo possível sua identificação por MFA, que indicou que se tratava de uma estrutura em placas, que, posteriormente, por nanoindentação, revelaram-se como bainita. A MFA e os ensaios de nanoindentação também indicaram a presença de

©2015 Universidad Simón Bolívar

austenita retida.

5. AGRADECIMIENTOS

Os autores agradecem ao CNPq e Fapemig. TFAS agradece ao STM do Instituto Senai-Cetec-MG.

6. REFERENCIAS

[1]. Cota AB, Modenesi PJ, Barbosa R, Santos DB. Scr. Mater.. 1999; 40 (2): 165-169.

[2]. Niakan H, Najafizadeh A. Mater. Sci. Eng. A. 2010; 527 (21): 5410-5414.

[3]. Liu K, He TQ, Wan XL, Bhandari K, Wu KM. Mater. Charact. 2011; 62 (3): 340-345.

[4]. Bhadeshia, HKDH. Bainite in Steels: Transformation, microstructure and properties, 2da Ed. Cambridge (Inglaterra): Institute of Materials, Minerals and Mining, 2001.

[5]. Krauss G, Thompson SW. ISIJ Int. 1995; 35 (8): 937-945.

[6]. Ohtani H, Okaguchi S, Fujishiro Y, Ohmori Y. Metall. Trans. A. 1990; 21 (3): 877-888.

[7]. Viáfara C, Vélez JM. Ingeniería y Ciencia. 2005; 1 (2): 83-96.

[8]. Cobox OFH, Reyes JLT, García LCF. Scientia et Technica, v. 36, n. 4, pp. 107-111, 2007

[9]. Caballero FG, Miller MK, Garcia-Mateo C, Cornide J, Santofimia MJ. Scr. Mater. 2010; 67 (10): 846-849.

[10]. Bramfitt, B.L., Spper, J.G., "A Perpective on the Morphology of Bainite", Metall. Trans. A, v. 21, pp. 817-829, 1990

[11]. Ohmori Y, Ohtsubo H, Jung YC, Okaguchi S, Ohtani H. Metall. Mater. Trans. A. 1994; 25: 1981-1990.

[12]. Neves BRA, Vilela JMC, Andrade MS. Cerâmica. 1198; 44 (290): 212-219, 1998.

[13]. Ros-Yáñez T, Houbaert Y, Mertens A. Mater. Charact. 2001; 47: 93-104.

[14]. Yang Z-G, Fang H-S. Current Opinion in Solid Sate & Materials Science. 2005; 9: 277-286.

[15]. Cota AB, Lacerda CAM, Oliveira FLG, Araujo FGS. REM: Revista da Escola de Minas. 2002; 55 (4): 273-277.

[16]. Cota AB, Lacerda CAM, Oliveira FLG, Machado FA, Araujo FGS. Scr. Mater. 2004; 51: 721-725.

[17]. Cota AB, Modenesi PJ, Barbosa RANM, Santos DB. Matéria: 1999; 3 (2).

[18]. ASTM E112-13. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken: ASTM International, 2013.

[19]. Mehl RF. Atlas of Microstructures of Industrial Alloys: Metals Handbook. Vol. 7: ASM. 1972, p. 200-201.

[20]. Babu SS. Current Opinion in Solid Sate & Materials Science. 2004; 8: 274-278.

[21]. Cota AB, Oliveira FLG, Barbosa ALR, Lacerda CAM, Araujo FGS. Mater. Res. 2003; 6 (2): 117-121.

[22]. Hu F, Hodgson PD, Wu KM. Mater. Lett. 2014: 122: 240-243.

[23]. Hong SC, Lim SH, Hong HS, Lee KJ, Shin DH, Lee KS. Mater. Sci. Eng. A. 2003; 355 (1): 241-248.

[24]. Cizek P, Wynne BP, Davies CHJ, Muddle BC, Hodgson PD. Metall. Trans. A. 2002; 33 (5), 1331-1349.

[25]. Zhao MC, Yang K, Xiao FR, Shan YY. Mater. Sci. Eng. A. 2003; 355 (1), 126-136.

[26]. Wu KM, Bhadeshia HKDH. Scr. Mater. 2012; 67 (1), 53-56.

[27]. Qiao ZX, Liu YC, Yu LM, Gao ZM. Journal of Alloys and Compounds. 2009; 475: 560–564.

[28]. Silva, R.J.F. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, 2010, 70p.

[29]. Hrivnak I, Matsuda F, Ikeuchi K. Trans. JWRI. 1992; 21 (2): 149-171.

[30]. Santos TFA, Hermenegildo TFC, Afonso CRM, Marinho RR, Paes MTP, Ramirez AJ. Eng. Fract. Mech. 2010; 77: 2931-2945.

[31]. Bhadeshia HKDH, Christian JW. Metall. Trans. A. 1990; 21 (3): 767-797.

[32]. Olasolo M, Uranga P, Rodriguez-Ibabe JM, López B. Mater. Sci. Eng. 2011; 528 (6): 2559-2569.

[33]. Caballero FG, Roelofs H, Hasler S, Capdevila C, Chao J, Cornide J, Garcia-Mateo C. Mater. Sci. Technol. 2012; 28 (1): 95-102.

[34]. Garcia-Mateo C, Caballero FG, Sourmail T, Kuntz M, Cornide J, Smanio V, Elvira R. Mater. Sci. Eng. A. 2012; 549: 185-192.

[35]. Long XY, Zhang FC, Kang J, Lv B, Shi XB. Mater. Sci. Eng. A. 2014; 594: 344-351.

[36]. Krauss G. Mater. Sci. Eng. A. 1999; 273: 40-57.

[37]. Torres-López, EA, Arbeláez-Toro JJ, Hincapié-Zuluaga DA. Tecno Lógicas. 2013; 31: 151-179.

[38]. Takayama N, Miyamoto G, Furuhara T. Acta Mater. 2012; 60 (5): 2387-2396.

[39]. Kolmskog P, Borgenstam A, Hillert M, Hedström P, Babu SS, Terasaki H, Komizo YI. Metall. Mater. Trans. A. 2012; 43 (13): 4984-4988.

[40]. Lee Y-K, Hong J-M, Choi C-S, Lee J-K. Mater. Sci. Forum. 2005; 475-479: 65-68.

©2015 Universidad Simón Bolívar

[41]. Fischer-Cripps AC. Nanoidentation, Vol. 1. New York (USA): Springer, 2004. P. 164.

[42]. Schuh CA. Mater. Today. 2006; 6 (5): 32-40.

[43]. Schuman DJ, Oliveira FLG, Andrade MS, Cota AB. Microsc Microanal (supp 3). 2005; 11: 98-101.

[44]. Furnémont Q, Kempf M, Jacques PJ, Göken M, Delannay F. Mat. Sci. Eng. A. 2002; 328: 26-32.

[45]. Moon J, Kima S, Jang J, Lee J, Lee C. Mat. Sci. Eng. A. 2008; 487: 552–557.

[46]. Taylor MD, Choi KS, Sun X, Matlock DK, Packard CE, Xu L, Barlat F. Mat. Sci. Eng. A. 2014; 597: 431–439.

[47]. Altuna MA, Gutiérrez I. Revista de Metalurgia. 2008; 44 (1): 19-28.

[48]. Di Schino A, Gutierrez I, López B, Alonso E., Jorge D, Medina S, Rancel L, Cobo S, Eliasson J, Zajac S, Pettersson H, Östberg G, Klein M, Sonnleitner M. Luxembourg: Publications Office of the European Union. 2009. Research Fund for Coal and Steel: final report, 181 pp.

©2015 Universidad Simón Bolívar