SAMUEL JOSÉ CASARIN

TRANSFORMAÇÕES DE FASES ISOTÉRMICAS POR DILATOMETRIA DO AÇO SAE 1070: CURVA TTT

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica.

SÃO CARLOS - SP

1993.

DEDALUS - Acervo - EESC
31100016790

SAMUEL JOSÉ CASARIN

TRANSFORMAÇÕES DE FASES ISOTÉRMICAS, POR DILATOMETRIA, DO AÇO SAE 1070: CURVA TTT

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração:

Engenharia Metalúrgica.

Orientador:

João Manuel Domingos de Almeida Rollo.

EESC - USP
Biblioteca
CAMPUS DE S. CARLOS

São Carlos - SP

1993

AGRADECIMENTOS

O autor agradece à todos aqueles que contribuiram, direta e indiretamente, para o desenvolvimento deste trabalho, em especial aos colegas e funcionários do Departamento de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos - USP.

Ao Prof. João M. D. A. Rollo, mais que um orientador, um amigo.

Ao Pedro Luiz Di Lorenzo pela constante ajuda e amizade.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico - CNPq - pela bolsa de estudo (processo n.830207/92-9).

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP - pelo financiamento do dilatômetro (processo n.89/1851-3).

ÍNDICE

pag.

LISTA DE FIGURAS..... i

LISTA DE TABELAS..... v

RESUMO..... vii

ABSTRACT.....viii

1 - INTRODUÇÃO..... 1

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... 3

2.1 - Tipos de dilatômetros..... 5

2.2 - Aplicações da dilatometria..... 10

2.2.1 - Estudo dos produtos da decomposição da austenita..... 11

2.2.2 - Curvas TTT e CCT..... 16

2.2.3 - Aplicações diversas..... 25

2.3 - Estudos de dilatometria no Brasil..... 27

3 - MATERIAIS E MÉTODOS..... 30

3.1 - Aço adotado para os ensaios..... 30

3.2 - Tratamento térmico prévio..... 30

3.3 - Corpos de prova..... 31

3.4 - Equipamento utilizado..... 32

3.5 - Calibração..... 38

pag.

3.6 - Ciclos térmicos..... 39

3.7 - Técnica metalográfica..... 43

3.8 - Ensaios de dureza..... 45

4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES..... 46

4.1 - Tratamento térmico prévio do aço SAE 1070..... 46

4.2 - Verificação da calibração do equipamento..... 46

4.3 - Ensaios dilatométricos..... 51

4.3.1 - Transformação α para γ..... 54

4.3.2 - Transformações isotérmicas..... 56

4.3.3 - Resultados metalográficos..... 67

4.3.4 - Resultados de dureza..... 72

5 - CONCLUSÕES..... 74

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 78

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR..... 85

LISTA DE FIGURAS

pag.

Figura 01: Curva de expansão térmica para uma liga de Fe-Ni-Co com 16% Co..... 4

Figura 02: Curvas de transformação isotérmica para um aço com 1% Cr e 0.40% C..... 5

Figura 03: Arranjos típicos de amostras e fixadores em dilatômetros do tipo "push-rod": (a) método horizontal, (b) método diferencial, (c) método vertical direto..... 8

Figura 04: Gráfico de log ΔL/L vs. log t para o caso de uma transformação isotérmica com duas fases precipitando consecutivamente..... 15

Figura 05: Esquema mostrando como as transformações isotérmicas são transportadas para um diagrama típico TTT..... 18

Figura 06: Diagrama TTT de um aço carbono comercial, mostrando as isotérmas Ms e Mf e as curvas C..... 20

pag.

Figura 07: Diagrama de variação de energia livre G..... 23

Figura 08: Corpo de prova..... 32

Figura 09: Dilatômetro de têmpera rápida..... 34

Figura 10: Microsoldador para os corpos de prova..... 35

Figura 11: Esquema de transmissão de sinais do dilatômetro.... 35

Figura 12: Circuito de fluxo de gás e bombeamento..... 37

Figura 13: Esquema dos ciclos térmicos..... 41

Figura 14: Janela de programação dos ciclos térmicos..... 44

Figura 15: Fotomicrografias do aço SAE 1070, solubilizado a 840 ^{o}C: (15a) solubilizado por 1 hora; (15b) solubilizado por 1h e 40min. Ataque: Nital 2%. Aumento : 1050X..... 47

pag.

Figura 16: Curva experimental de expansão da liga de calibração pyros..... 51

Figura 17: Ciclo térmico de expansão dilatométrica do aço SAE 1070..... 53

Figura 18: Curva de expansão superposta a sua derivada para o aço SAE 1070, na temperatura de 600 °C..... 58

Figura 19: Curva dilatométrica do aço SAE 1070 superposta a sua derivada na temperatura de 650 °C..... 59

Figura 20: Curva dilatométrica do aço SAE 1070 superposta a sua derivada na temperatura de 300 °C, caracterizando a transformação bainítica..... 60

Figura 21: Curva de log dL/Lo vs. log t para o aço SAE 1070 na temperatura de 300 °C, destacando a formação de duas fases consecutivas..... 61

Figura 22: Curva TTT do aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 °C por 1 hora..... 65

pag.

Figura 23: Curva TTT do aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 ^{o}C por uma 1h e 40min..... 66

Figura 24: SAE 1070 transformado a 650 ^{o}C 67

Figura 25: SAE 1070 transformado a 550 ^{o}C 68

Figura 26: SAE 1070 transformado a 450 ^{o}C 68

Figura 27: SAE 1070 transformado a 300 ^{o}C 69

Figura 28: SAE 1070 transformado a 650 ^{o}C 70

Figura 29: SAE 1070 transformado a 550 ^{o}C 70

Figura 30: SAE 1070 transformado a 450 ^{o}C 71

Figura 31: SAE 1070 transformado a 300 ^{o}C 71

LISTA DE TABELAS

pag.

Tabela 01: Composição química da liga pyros..... 10

Tabela 02: Coeficientes de expansão linear de microconstituintes..... 14

Tabela 03: Composição química do aço SAE 1070..... 30

Tabela 04: Parâmetros variáveis dos ciclos térmicos..... 40

Tabela 05: Valores teóricos de expansão da liga pyros, com os valores dos coeficientes de expansão..... 49

Tabela 06: Valores experimentais de expansão da liga pyros..... 50

Tabela 07: Temperaturas de transformação do ferro α para γ para o aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 ^{o}C por 1h..... 55

pag.

Tabela 08: Temperaturas de transformação do ferro α para γ para o aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 ^{o}C por 1h e 40min..... 55

Tabela 09: Tempos de início e fim de transformação isotérmica do aço SAE 1070: (a) pré-solubilizado por 1h a 840 ^{o}C; (b) pré-solubilizado por 1h e 40min a 840 ^{o}C..... 63

Tabela 10: Valores médios de dureza dos corpos de prova ensaiados no dilatômetro: (a) pré-solubilizado por 1h a 840 ^{o}C; (b) pré-solubilizado por 1h e 40min a 840 ^{o}C..... 73

RESUMO

A proposta de desenvolvimento deste trabalho de dissertação veio de encontro com o objetivo de adaptar um laboratório para pesquisas em transformações de fases, utilizando o método dilatométrico, onde foram estudadas as reações no estado sólido que sofrem os materiais submetidos a ciclos térmicos. Para atingir este objetivo, instalou-se recentemente um dilatômetro de resfriamento rápido, modelo DT 1000 da Adamel Lhomargy.

Completada a etapa de instalação do equipamento, o passo seguinte consistiu em explorar, através de ciclos térmicos variados, todos os recursos manipuláveis do dilatômetro. Aplicando a técnica dilatometrica em um aço de características termomecânicas conhecidas - aço SAE 1070 - possibilitou-se, a partir deste trabalho, que pesquisas mais complexas pudessem ser executadas com tal equipamento ou que o mesmo servisse como um instrumento complementar para estudos de transformações de fases.

Nessa fase inicial de investigações estudou-se as curvas dilatométricas a fim de verificar os tempos de início e fim de transformação isotérmica em várias temperaturas de decomposição da austenita. Traçou-se as curvas de transformação isotérmica - curvas TTT - para o aço ensaiado (tratado termicamente), onde analisou-se a influência desse tratamento térmico prévio (recozimento) sobre a transformação α para γ.

Finalizando a parte prática deste trabalho, comprovou-se as transformações de fases isotérmicas nas várias temperaturas ensaiadas, através de análise metalográfica e de medidas de microdureza dos produtos obtidos. A fim de solucionar eventuais problemas relacionados ao manuseio e manutenção do equipamento, com base na experência adquirida ao longo do desenvolvimento deste trabalho, são dadas sugestões de possíveis aplicações do dilatômetro de têmpera rápida DT 1000 em pesquisas de transformações de fases.

ABSTRACT

The purpose of this work comes together with the objective to adapt a phase transformation research laboratory using dilatometric method, where it will be possible to study the solid state reactions of materials submited to thermal cycles. To fulfil this purpose, it was installed a high speed quenching dilatometer, model DT 1000 manufactured by Adamel Lhomargy.

After this stage, our next step was to explorer all equipment resources through variable thermal cycles. Appling dilatometric method to a well known thermomechanical steel - SAE 1070 - it becomes possible the accomplishment of more complex experiments with this equipment. This equipment, itself, may be a powerfull auxilliary instrument to phase transformations studies.

In this first investigation, it was studied the dilatometric curves to find the beginning and the end times of isothermal phase transformation for several austenite decomposition temperatures - TTT diagram - for the tested steel (thermal treated). The effect of this previous heat treatment (annealing) on the α for γ transformation were observed.

Finally, the isothermal phase transformation at the different tested temperatures could be confirmed through metallographic and microhardness analysis. In order to solve possible problems associated to the equipment use or maintenance, some suggestions of applications of the high speed quenching dilatometer are indicated for further works.

1 - INTRODUÇÃO

A dilatometria tem mostrado ser uma importante ferramenta para o estudo das transformações de fases em metalurgia. Esta afirmação poderá ser confirmada pela análise da revisão bibliográfica inserida neste texto, onde observamos que uma grande variedade de trabalhos foram desenvolvidos por vários pesquisadores desta área.

A melhoria e confiabilidade dos resultados extraídos por esta metodologia, acompanharam a evolução tecnológica de fabricação e projeto deste tipo de equipamento. Com a instalação de um moderno dilatômetro de têmpera rápida em nossos laboratórios, pudemos dar início a pesquisas mais aprofundadas aplicadas à metalurgia, uma vez que esse tipo de estudo tem sido muito escasso em nosso país.

As curvas de transformações de fases, sejam elas obtidas por resfriamento contínuo ou por transformações isotérmicas, permite-nos detectar os vários microconstituintes que compõem os aços e ligas metálicas, possibilitando ao metalurgista optar pelas temperaturas mais adequadas a determinados tramentos térmicos, bem como fazer o controle da composição química desses aços.

Uma das principais aplicações da dilatometria está no estudo das transformações de fases dos aços e ligas metálicas. Devemos destacar aqui o pioneirismo dos trabalhos de DAVENPORT e BAIN [01], metalurgistas da United States Corporation Research Laboratory, que idealizaram os diagramas TTT (tempo-temperatura-transformação) publicados em um artigo de 1930, onde eles estudaram o tempo necessário para a decomposição da austenita em ferrita e carbetos em várias temperaturas. Analisando sete aços de composição distintas,

eles puderam observar:

a- o tempo envolvido nas transformações;

b- a dureza dos produtos como função da temperatura de transformação;

c- as estruturas resultantes nos vários patamares isotérmicos;

d- os efeitos dos teores de carbono e de elementos de liga sobre o tempo de transformação;

e- a retenção da austenita em temperaturas abaixo da ambiente.

O método dilatométrico é usado para determinar as temperaturas de transformação de fases (pontos críticos), onde as variações de comprimento de um corpo de prova cilíndrico de dimensões padronizadas (tubular ou não) são registradas no seu aquecimento ou resfriamento ou, ainda, sob condições isotérmicas. As variações no comprimento do corpo de prova indicam as variações volumétricas que acompanham a transformação no metal. Este método é aplicado para a determinação dos pontos críticos dos aços, uma vez que suas transformações são acompanhadas por mudanças substanciais de volume, devido aos diferentes volumes específicos dos ferros α e γ. O método é aplicado também para determinar o coeficiente de expansão térmica em um dado intervalo de temperatura [02].

2 - REVISÃO BIBLIOGRAFICA

Nesta revisão destacamos os trabalhos de vários pesquisadores que utilizaram a dilatometria para o estudo das transformações de fases, observando suas principais metodologias e aplicações. São feitas também referências e comentários da situação brasileira neste campo de pesquisa.

A dilatometria é uma técnica utilizada há longo tempo para estudar o comportamento térmico dos materiais. Segundo AZEVEDO et alli [03], ela foi usada por químicos bem antes de 1900, a temperaturas próximas a ambiente, para acompanhar reações lentas, sendo que em 1919 pesquisadores franceses utilizaram esse método para estudar a influência da velocidade de resfriamento sobre a têmpera dos aços ao carbono.

Limitações tecnológicas restringiram inicialmente a utilização desta técnica, porém seu campo de aplicação expandiu-se após os progressos nos modos de aquecimento (tipos de fornos e controles eletrônicos programáveis). Conforme destaca HADRICH et alli [04], modernos dilatômetros possuem sinais de saída eletrônicos conectados a computadores, com sistemas de medidas diferenciais (com ou sem amostra de referência), além de uma ampla variedade de dispositivos programáveis. Essas características são típicas dos dilatômetros de têmpera rápida, que é o tipo de equipamento utilizado em nossas pesquisas.

Através da curva plotada dL/Lo vs T (tempo ou temperatura) são observadas as transformações de fases nos pontos de inflexão da

curva, seja no aquecimento ou no resfriamento, conforme ilustra a figura 01 , ou ainda em um patamar isotérmico da figura 02 .

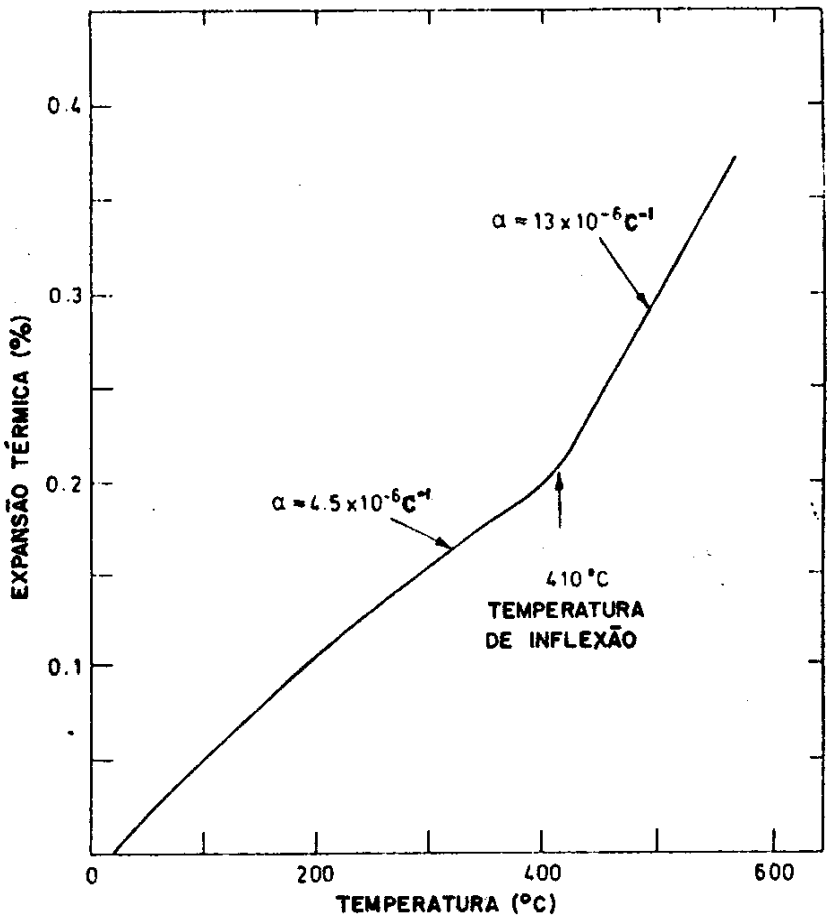

Figura 01: Curva de expansão térmica para uma liga Fe-Ni-Co, com 16% Co.

Fonte: MORREL, R. [05], pag. 49.

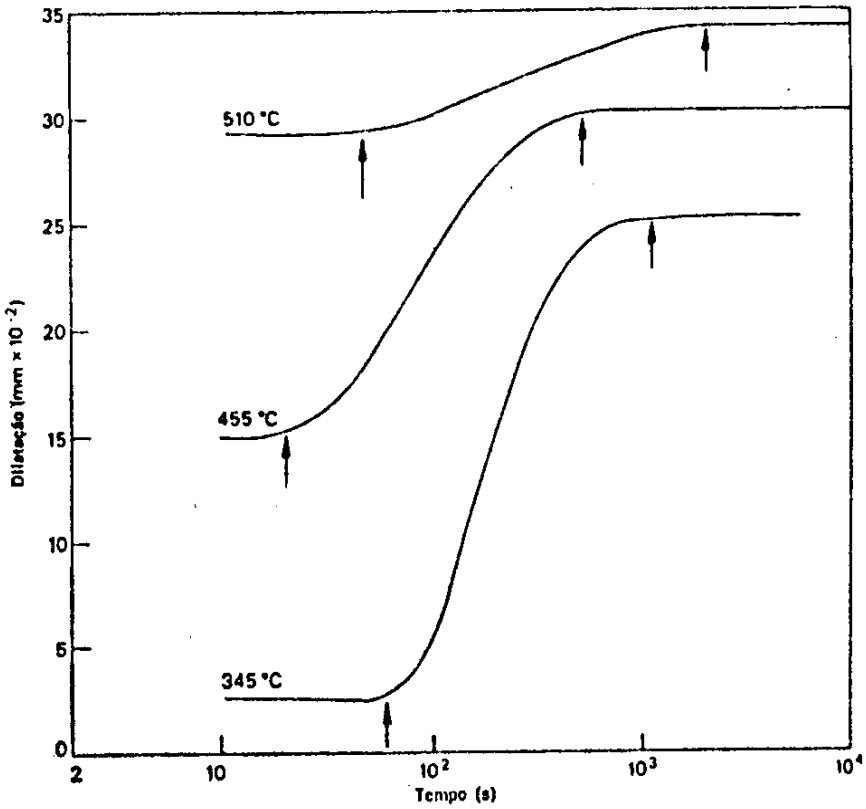

Figura 02: Curvas de transformação isotérmica para um aço com 1% Cr e 0.40% C.

Fonte: HONEYCOMBE, R.W.K. [06], pag 164.

2.1 - Tipos de dilatômetros.

A literatura cita vários tipos de dilatômetros aplicados em uma diversidade de pesquisas científicas. É o caso do equipamento utilizado por MIZOUCHI [07], projetado para medir a variação de

comprimento de amostras sobre pressão hidrostática de até 22 kbar. TANWAR et alii [08] utilizaram um dilatômetro baseado em um sensor eletro-ótico, desenvolvido para medir microdeslocamentos e expansão térmica. Dilatômetros como os de ZHUK et alii [09] e SHARLANDJIEV et alii [10] são equipamentos que utilizam o método interferométrico (laser) para registrar mudanças dimensionais induzidas por variações de temperatura. Por outro lado, existem aqueles que baseiam-se em sistemas fotoelétricos (fotocélula) como é o caso de ONUFRIEV et alii [11], onde marcas sobre uma amostra ao longo de seu comprimento transformam-se em sinal elétrico por um deslocador periódico de imagem.

Segundo BOWLES e SUGARMANN [12], os instrumentos com operação mecânica usam sistemas registradores óticos ou mecânicos e geralmente operam usando o princípio diferencial, com algum material de referência, como é o caso do dilatômetro de BARFORD [13]. Salientam também que a principal desvantagem de tais instrumentos é o tempo necessário para calibração.

MORREL [05] considera porém que equipamentos baseados em métodos interferométricos, embora proporcionem uma maior precisão na determinação das variações dimensionais, não são comumente disponíveis e são relativamente caros quando comparados com aqueles de dispositivo mecânico, como é o nosso caso. Entre os dilatômetros do tipo mecânico, com haste (push-rod) de sílica, comercialmente disponíveis, ele destaca os seguintes:

a- método direto (horizontal ou vertical): são dilatômetros convencionais que registram as diferenças na variação de

comprimento entre a amostra ensaiada e o suporte da amostra. MOYER e ANSELL [14] usaram um equipamento desse tipo em seus ensaios;

b- método diferencial: neste caso as medidas feitas na amostra desconhecida (testada), são comparadas com uma amostra de referência de mesmo comprimento e com características de expansão conhecidas. Esse método, embora seja mais restritivo em termos de forma e tamanho da amostra, não necessita de correções para a expansão do fixador da peça em teste. Um dos mais conhecidos dispositivos deste tipo é o dilatômetro de Chevenard, conforme ilustra BARREIRO [15]. Um esquema desse método e do anterior é mostrado na figura 03.

Os dilatômetros diferenciais, segundo EVSYUKOV [16], são usados para investigar a cinética das transformações de fases em diferentes velocidades de resfriamento e para plotagem dos diagramas termocinéticos de decomposição da austenita. Entre estes dilatômetros, estão os diferenciais sem padrão de referência, baseados na compensação térmica gerada por um sinal a partir de um termopar (cromel - alumel ou Pt-Rh), que é proporcional a temperatura da amostra. Um equipamento semelhante a esse, segundo BASARGIN et alii [17], é o dilatômetro de têmpera rápida que emprega uma pequena amostra submetida a aquecimento radiativo, onde o resfriamento durante a têmpera é obtido por injeção de gás inerte (hélio ou argônio) de alta pureza sobre a amostra.

Os dilatômetros de têmpera rápida possuem algumas características peculiares [05 e 17]:

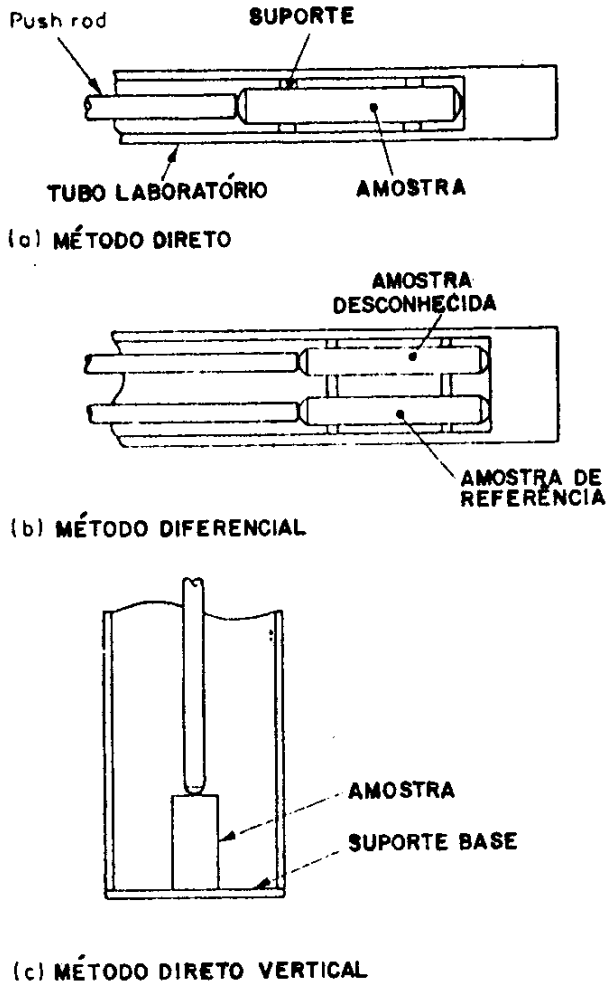

Figura 03: Arranjos típicos de amostras e fixadores em dilatômetros tipo "push-rod": (a) método horizontal direto, (b) método diferencial, (c) método vertical direto.

Fonte: MORREL, R. [05], pag.45.

a - Esses equipamentos são do tipo "push-rod", onde uma haste de sílica exerce uma pequena carga compressiva sobre a amostra para garantir que o contato mecânico seja mantido, especialmente durante a contração da amostra relativamente ao seu suporte (fixador). A reprodutibilidade dos resultados de um teste depende principalmente da detecção , pela haste, da expansão/contração;

b - Relativo aos corpos de prova, que são cilíndricos ou tubulares, com até 50 mm de comprimento e até 10 mm de diâmetro, a distribuição da temperatura ao longo de seu comprimento, no aquecimento e resfriamento, provavelmente são diferentes, podendo daí ocorrer histereses termomecânicas no sistema haste/suporte, dependendo da taxa de aquecimento, que deve ser a mais suave possível;

c - Podemos avaliar a confiabilidade nas medidas dos coeficientes de expansão, a altas taxas de aquecimento (ou resfriamento), se fizermos uma correção sistemática para a tendência inerente do sistema a uma dada taxa. Tais correções são importantes para todos os tipos de dilatômetros de têmpera rápida. Isto requer medidas realizadas com amostras cilíndricas de paredes finas, de materiais de alta condutividade térmica, não apresentando transição de fase, tais como a platina e o molibdênio. Conforme LIFANOV et alii [18], uma vez que os dispositivos de medição dos dilatômetros são construídos de sílica (quartz) fundida de alta pureza é comum utilizar suas curvas de expansão para efetuar a correção, devido também ao seu baixo coeficiente de expansão térmica

(aproximadamente 0,60 x 10^{-6} $^{o}C^{-1}$);

d - Uma vez que a calibração desses equipamentos é um fator fundamental para se obter precisão nas medidas, AMANTUNI et alii [19] estudando padrões para calibração de dilatômetros mediram a expansão térmica da alumina, molibdênio e platina, onde concluíram que estes materiais podem ser recomendados como padrões para calibração. Existe também uma liga padrão denominada pyros, com coeficiente de dilatação médio no intervalo de 0 a 1000 ^{o}C igual a 15.2 x 10^{-6} $^{o}C^{-1}$ [20] e cuja composição química está indicada na tabela 01:

Tabela 01: Composição química da liga pyros.

Fonte: BARREIRO, J.A. [20], pag. 56.

Composição química (% em peso).				
Cr	W	Mn	Fe	Ni
8	4	3	3	82

2.2 - Aplicações da dilatometria.

Embora a dilatometria seja um método aplicável a qualquer tipo de material sólido (metal, cerâmica, polímero e vidro), este trabalho leva em consideração somente as aplicações envolvendo a

análise das transformações de fases em aços. São destacados neste ítem algumas das principais aplicações deste método na metalurgia.

2.2.1 - Estudo dos produtos da decomposição da austenita.

Dadas suas características peculiares, a dilatometria possibilita uma abrangente análise dos produtos obtidos da transformação austenítica, seja isotermicamente ou por resfriamento contínuo. A partir daí, é possível, então, calcular-se os coeficientes de expansão térmica desses produtos, bem como a fração transformada de cada um. Na interpretação de dados dilatométricos experimentais, TAKAHASHI e BADHESHIA [21] afirmam que durante as reações isotérmicas, as variações dimensionais são proporcionais à fração volumétrica dos produtos transformados. Os coeficientes de expansão térmica e a fração volumétrica dos produtos transformados podem ser assim calculados:

a - Coeficiente de expansão térmica linear médio (αm):

$$\alpha m = (L_2 - L_1) / Lo\ (T_2 - T_1) = \Delta L / (Lo.\Delta T) \qquad (01)$$

onde L_1 e L_2 = comprimento da amostra nas temperaturas T_1 e T_2, respectivamente; Lo = comprimento da amostra na temperatura de referência To; ΔL = variação de comprimento observada e ΔT = variação de temperatura.

b - Coeficiente de expansão linear térmica instantâneo (α):

$$\alpha = dL / (dT.Lo) \qquad (02)$$

c - Fração volumétrica dos produtos transformados (f_v), segundo HAWBOLT et alii [22]:

$$f_v = 1 - \exp(-kt^n) \qquad (03)$$

onde t = tempo de transformação observado; n = expoente variavél entre 1 e 4; k = depende da temperatura. Essa é a equação de Avrami. Equações (01) e (02) extraídas da referência [23].

Conforme KENNON [24], a austenita decompõe-se em duas importantes estruturas por difusão: perlita e bainita, onde as diferenças entre as duas transformações são funções da morfologia, mecanismo de crescimento, cristalografia e de elementos ligantes do aço. Concordando com o exposto por KANG et alii [25], ele destaca que existe muita controvérsia entre os pesquisadores, referente aos mecanismos de formação desses constituintes, embora uma das reações isotérmicas mais estudadas sejam as bainíticas. Em resfriamento contínuo, segundo LAKHTIN [26] , nos ciclos onde a velocidade de resfriamento é suave, a transformação austenítica processa-se por difusão do carbono, formando uma mistura ferrita-cementita, enquanto que em resfriamentos mais bruscos o processo de cisalhamento da rede austenítica é predominante (reações martensíticas). Por sua vez, MARDER e BRANFITT [27], analisando o efeito do resfriamento contínuo

sobre a morfologia e a cinética da transformação perlítica, colheram dados que mostram que o resfriamento contínuo abaixa a temperatura de reação da transformação (reduzindo também o espaçamento interlamelar) para temperaturas de reação menores que aquelas encontradas nas transformações isotérmicas. Estes resultados concordam com os obtidos por LANG e MEYER [28], onde eles observaram também que o espaçamento interlamelar (S), em aços perlíticos, é um parâmetro microestrutural que influencia a resistência ao escoamento (σ_e), como mostra a equação de Hall - Petch:

$$\sigma_e = \sigma_i + k.S^{-1/2} \qquad (04)$$

onde σ_i e k são constantes [29].

A influência do espaçamento interlamelar (S) nas propriedades do material pode ser estudada por dilatometria através de vários ciclos térmicos, onde é possível determinar a temperatura de tratamento que fornece o melhor espaçamento S.

Uma vez que os coeficientes de expansão térmica linear da austenita e dos produtos de sua decomposição em uma mistura de carbetos e ferrita são diferentes, EVSYUKOV [16] mostra que a compensação térmica total dessa expansão é garantida através de uma investigação dilatométrica.

CHENG et alii [30] extraíram da literatura os seguintes coeficientes médios de expansão térmica linear para os principais microconstituintes de um aço:

Tabela 02: Coeficientes de expansão linear de microconstituintes.

Fonte: CHENG et alii [30], pag. 2423.

FASE	α (10^{-6} $^{o}C^{-1}$)
austenita	23,0
ferrita	14,5
cementita	12,5
martensita	11,5

Em uma transformação isotérmica, uma ou mais fases podem se formar. PRADO et alii [31], estudando as transformações isotérmicas em um aço comercial, plotaram o diagrama da figura 04 para o caso onde duas transformações diferentes e consecutivas ocorram e possam ser melhor analisadas.

Este tipo de comportamento da curva dilatométrica ocorre tipicamente em aços ligados ou mesmo em aços carbono comuns em uma faixa de temperatura de tratamento isotérmico abaixo do "cotovelo" da curva TTT, onde predominam as reações de formação da bainita superior e inferior.

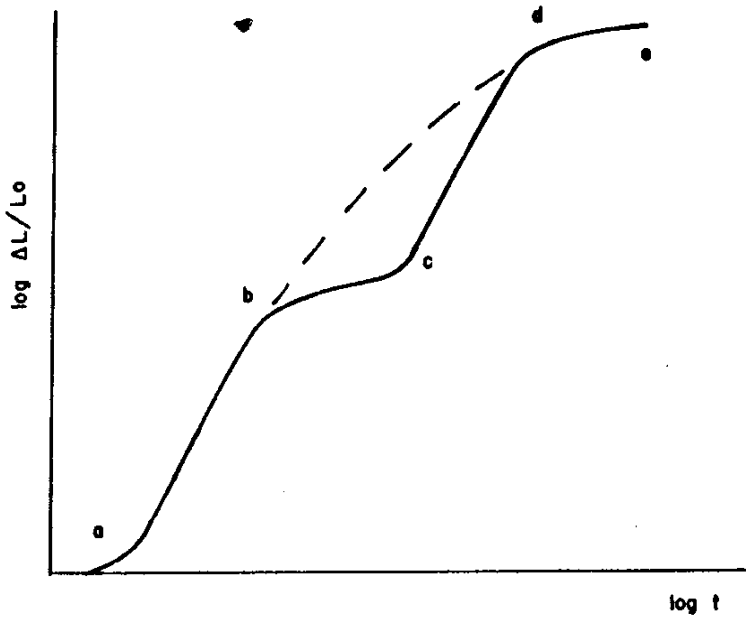

Figura 04: Gráfico de log ΔL/L contra log t, para o caso de uma transformação isotérmica com duas fases precipitando consecutivamente.

Fonte: PRADO et alii.[31], pag. 1940.

a- curva abce: é o caso onde a segunda fase (ce) começa após a precipitação completa da fase inicial (abc);

b- curva abde: representa o caso quando a formação de uma fase é iniciada antes da precipitação da anterior ter sido completada.

2.2.2 - Curvas TTT e CCT.

O método dilatométrico tem mostrado ser um excepcional instrumento na determinação dos diagramas de transformações de fases. Conforme PRADO et alii [31], essas transformações tem sido estudadas de duas maneiras: isotermicamente (curvas TTT) e por resfriamento contínuo (curvas CCT), a última em função da sua relevante aplicação industrial e a anterior por causa do interesse acadêmico. Como resultado desses esforços, foram elaboradas curvas TTT e CCT para praticamente todos os tipos de aços e, consequentemente, proporcionando um melhor conhecimento de como os diferentes elementos ligantes influenciam estas curvas. KENON [24] afirma que esses diagramas não identificam os produtos das transformações, embora esteja implícito que sob condições apropriadas formam-se perlita, bainita (superior e inferior), ferrita e martensita.

Concordando com o exposto anteriormente, os diagramas TTT (ou IT ou ainda, curvas C ou S) não são relevantes aos tratamentos térmicos normais como aqueles que envolvem resfriamentos contínuos, fato também observado por KUBAN et alii [32]. Conforme KASPAR e HOPPE [33], o método usual para prever o desenvolvimento de microestruturas que podem ocorrer durante um resfriamento contínuo de um aço (em tratamento térmico, laminação controlada ou soldagem), está na aplicação dos diagramas CCT. Por outro lado, os diagramas TTT aplicam-se a tratamentos térmicos menos convencionais, tais como martêmpera, austêmpera e recozimentos isotérmicos. O curso de uma transformação isotérmica pode ser representado, plotando-se a

porcentagem de austenita transformada contra o correspondente tempo mantido na temperatura isotérmica, da maneira ilustrada na figura 05.

BARREIRO [35], entretanto, destaca três zonas distintas de formação de microconstituintes em uma curva TTT, em função da temperatura de transformação:

a - zona superior: formação de estruturas lamelares, tais como, perlita e ferrita;

b - zona intermediária: é a região de formação bainítica (bainita superior e inferior);

c - zona inferior: predominantemente martensítica.

Os principais fatores que influenciam a posição dessas curvas são: a composição química (em geral, aumentando-se o teor dos elementos de liga, atrasa-se o início das transformações e maior é o tempo necessário para que se completem), e o tamanho de grão (aumentando-se o tamanho de grão, atrasa-se o começo e o fim da transformação). Pesquisando a influência do tamanho de grão na tranformação ferrítica, em aquecimento contínuo de um aço de baixo carbono, KVASHA et alii [36], puderam confirmar que a difusão do carbono retarda essa reação. Observaram também que o tamanho de grão

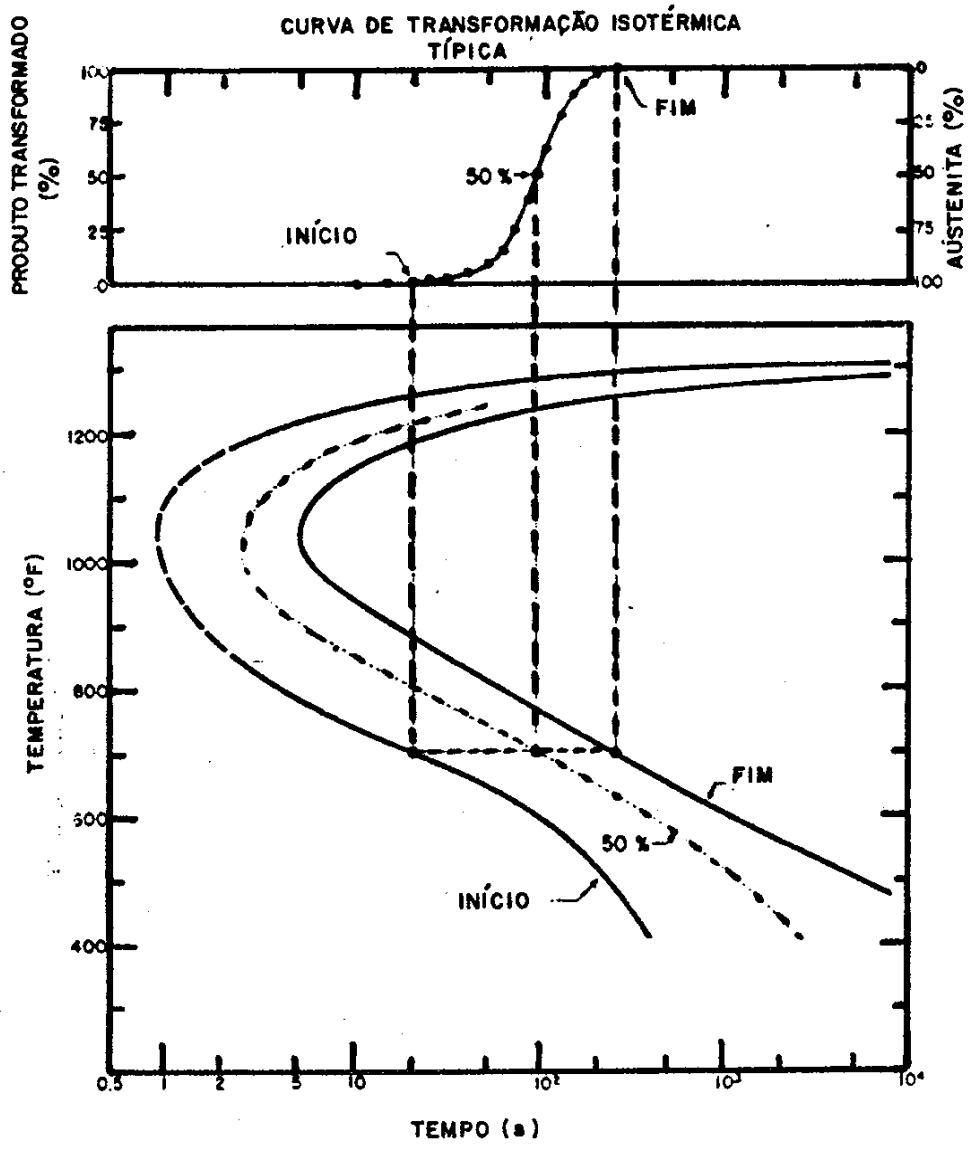

Figura 05: Esquema mostrando como as medidas de transformação isotérmica são transportadas para um diagrama típico TTT.

Fonte: Atlas of isothermal transformation diagrams, [34], pag. 6.

tem um efeito substancial na velocidade de difusão, onde a velocidade de aquecimento também é um fator importante na complementação desse processo.

PRADO et alii [31], confirmam as observações feitas acima, sendo que, dependendo da composição química , as curvas TTT dos aços carbono são formadas por uma curva C somente, enquanto que, para aços de baixa liga, principalmente aqueles ligados com Cr e Mo, a existência de duas curvas C é bem nítida. KENNON [24], estudando as transformações isotérmicas da austenita, concluiu que é necessário curvas separadas (curvas C) para a perlita, bainita (superior e inferior) e martensita. Ele salienta que existem fortes indícios de que os diagramas TTT devem conter curvas separadas de perlita e bainita. As diferenças entre as duas transformações que conduziram-no a estas conclusões estão relacionadas a morfologia, processo de crescimento, cristalografia, efeitos de enriquecimento do carbono e a influência de elementos ligantes. A figura 06, esquematiza a separação dessas curvas.

Segundo KANG et alii [25], em seus estudos sobre os diagramas TTT de aços liga, esses diagramas consistem usualmente de três curvas C separadas para alguns aços liga de baixo carbono ou de duas curvas separadas para aços ligas de médio e alto carbono. Cada estrutura tem sua própria curva C, bem como um particular valor de energia de ativação, indicando que estas estruturas podem ser formadas por diferentes mecanismos. Finalmente, se o tempo requerido na temperatura isotérmica é muito longo, uma completa reação pode ser obtida, mas com um misto de produtos de vários tipos de estrutura.

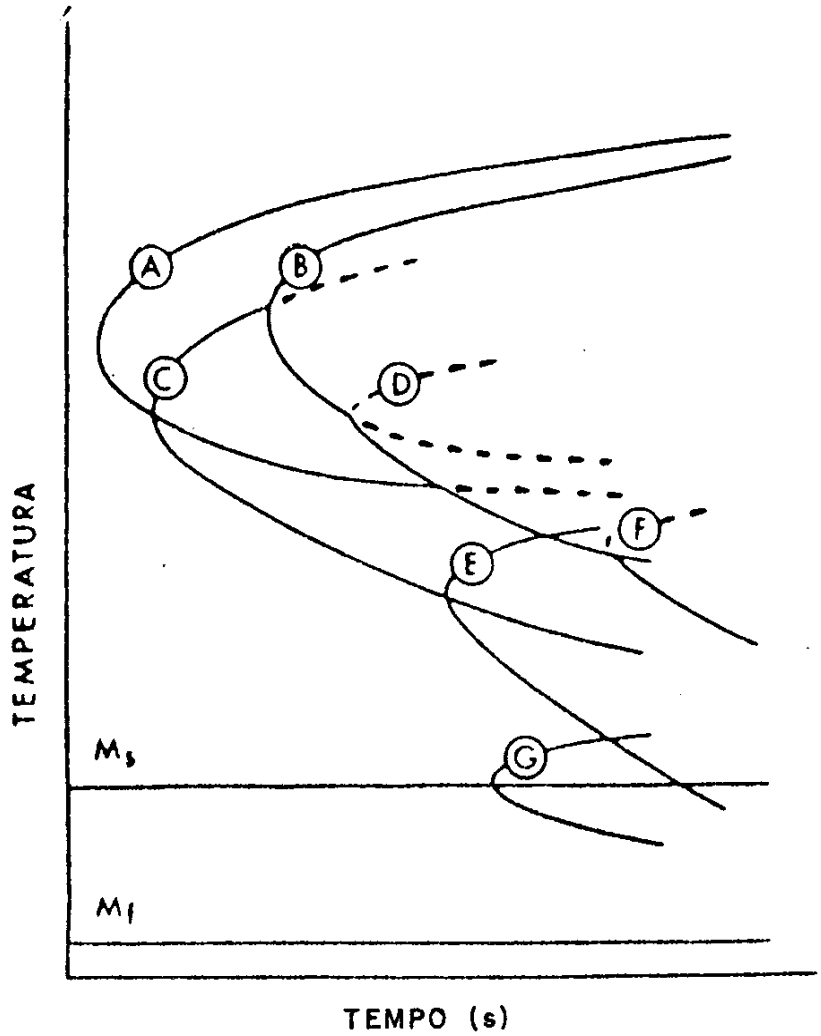

Figura 06: Diagrama TTT de um aço carbono comercial, mostrando as isotérmas Ms e Mf e as curvas C: A: 1% de perlita, B: 99% de perlita, C: 1% de bainita superior, D: 99% de bainita superior, E: 1% de bainita inferior, F: 99% de bainita inferior e G: 1% de martensita.

Fonte: KENNON, N.F. [24], pag. 64

Em ensaios de dilatometria realizados por TSCHIPTSCHIN e FALLEIROS [37] em um aço hipereutetóide (ABNT 1990), variando-se a temperatura de austenitização entre 750 e 890 ^{o}C, observaram que:

a - Ao aumentar a temperatura de austenitização, as curvas TTT de início e fim de transformação perlítica deslocam-se para a direita; tal deslocamento é comparativamente maior para pequenos superesfriamentos quando o material é austenitizado em temperaturas inferiores a 820 ^{o}C. Para superesfriamentos maiores, há pouca alteração dos tempos de início e fim de transformação;

b - Em temperaturas de austenitização superiores a 820 ^{o}C, observaram que o maior deslocamento da curva TTT ocorre para superesfriamentos maiores ; para pequenos superesfriamento, ao contrário, observaram pequenas alterações dos tempos de início e fim de transformação.

Analisando os fatores termodinâmicos , que desempenham um papel importante na explicação dos parâmetros energéticos que regem as transformações isotérmicas, podemos destacar as seguintes considerações segundo PORTER e EASTERLING [38]:

a- Para transformações que ocorrem à temperatura e pressão constante a estabilidade relativa de um sistema é determinada pela energia livre de Gibbs (G), assim definida:

$$G = H - TS \qquad (05);$$

onde H é a entalpia do sistema , T a temperatura absoluta e S a entropia.

$$H = E + PV \qquad (06);$$

onde E é o valor da energia interna, P é a pressão do sistema e V o volume.

$$E = Ec + Ep \qquad (07);$$

onde Ec é a energia cinética e Ep a energia potencial. A Ec cresce a partir de vibrações atômicas, enquanto a Ep aumenta a partir das interações atômicas dentro do sistema.

Para que a transformação ocorra é necessário que a energia interna varie. No caso das fases sólidas, $PV << E$, portanto $H = E$. Uma importante consequência das leis da termodinâmica clássica é que à temperatura e pressão constantes um sistema fechado (isto é, de massa e composição fixa) estará no estado de equilíbrio se ele possuir o menor valor possível de energia livre, ou seja:

$$dG = 0 \qquad (08)$$

b- Sistemas estáveis e metaestáveis:

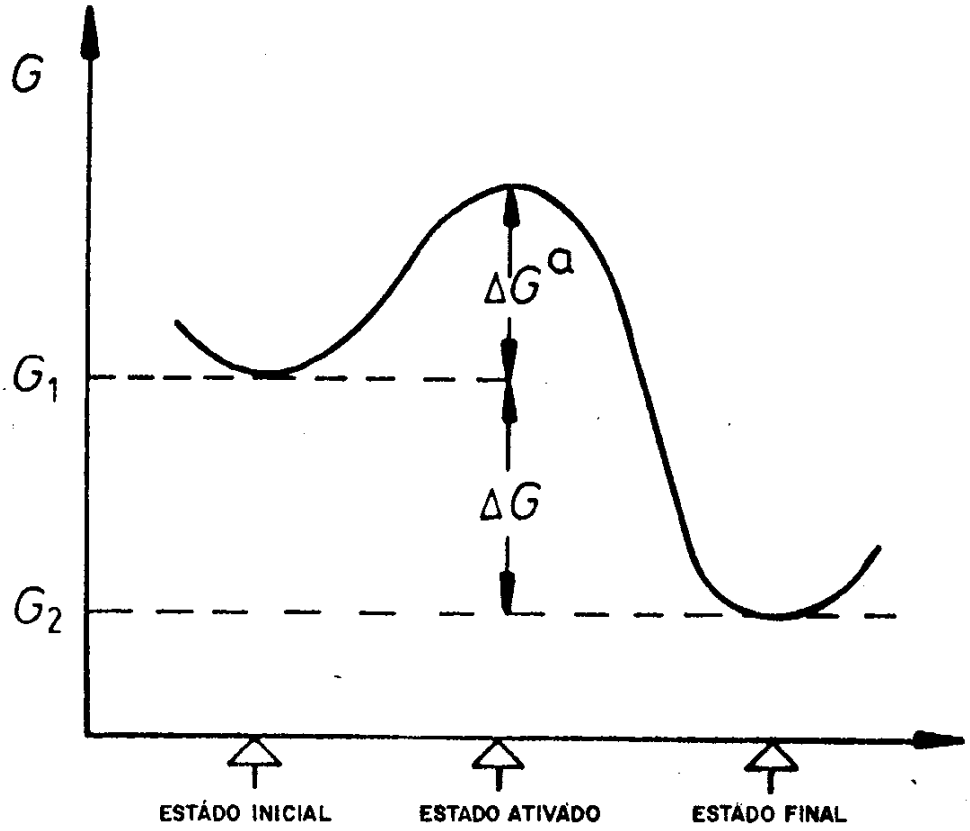

Figura 07: Diagrama de variação de energia livre G.

Fonte: PORTER, [38], pag. 55.

Da figura 07 acima, embora $dG_1 = dG_2 = 0$, o sistema em 1 é dito <u>metaestável</u> e em 2 é <u>estável</u> porque $G_2 < G_1$. Se, por uma mudança de temperatura ou pressão, um sistema muda de um estado estável para um estado metaestável, ele irá, após um certo tempo, transformar-se para um novo estado estável de equilíbrio. Isto explica o processo das reações isotérmicas. Qualquer transformação que resulta em uma diminuição do valor de G é possível. Daí, um

critério necessário para que qualquer transformação de fase ocorra é que:

$$\Delta G = G_2 - G_1 < 0 \qquad (09)$$

onde G_1 e G_2 representam os valores de G nos estágios inicial e final respectivamente. A transformação não necessita ir diretamente para o estado de equilíbrio, podendo passar por uma série de estágios metaestáveis. Este é o caso onde ocorre mais de uma transformação [31].

c- A rapidez na qual ocorrem estas transformações é explicada pela cinética da mesma, isto é, em geral, quanto maior (em valor absoluto) o valor de ΔG, ou quanto maior as barreiras energéticas, mais suaves (lentas) são as taxas de transformação.

Entretanto, antes da energia livre diminuir de G_1 para G_2, o átomo passa de um estado de transição ou ativado, com uma energia livre ΔG^a acima de G_1. Como resultado do movimento aleatório do átomo, a energia de qualquer um deles poderá variar com o tempo e, ocasionalmente, vir a ser suficiente para o átomo atingir o estado ativado. Este processo é conhecido como ativação térmica.

2.2.3 - Aplicações diversas

Uma aplicação importante, segundo as investigações feitas por PROKOSHKIN et alii [39], está na análise dos fenômenos que ocorrem no processo de revenimento dos aços carbono temperados. CHENG et alii [30], estudando também o processo de revenimento da martensita, destacam que a combinação de dilatometria e calorimetria é muito útil por causa de sua natureza complementar: o revenido pode ser acompanhado por uma grande produção de calor e uma pequena variação de comprimento e vice-versa.

Em suas investigações dilatométricas em ligas Fe - C, MOYER e ANSELL [14] puderam confirmar o trabalho de vários pesquisadores, onde eles observaram que a expansão de volume que acompanha a transformação martensítica na temperatura Ms varia linearmente devido, principalmente, ao efeito do carbono no abaixamento da temperatura na qual a transformação acontece. Essa expansão de volume está relacionada a uma variedade de fenômenos observados nos aços: tensão residual, energia elástica e plástica e parâmetros cristalográficos. Deve levar-se em conta também que o carbono (assim como outros ligantes adicionais) altera o parâmetro de rede da austenita e da martensita por efeito da solução sólida.

Usando um dilatômetro especial (dilatômetro diametral), HAWBOLT et alii [40] fizeram medidas isotérmicas e de resfriamento contínuo para estudar a decomposição da austenita em ferrita mais perlita, em um aço hipoeutetóide 1025, usando amostras tubulares de paredes finas (ϕ = 8 mm, L = 100 mm, espes. = 0.80 mm). As taxas de resfriamento foram de 150 ^{o}C/s combinando fluxo interno e

externo de hélio e 300 ^{o}C/s usando um "spray" interno de água e injeção externa de hélio para temperaturas isotérmicas entre 680 e 645 ^{o}C.

Outras aplicações da dilatometria em Ciência e Engenharia dos Materiais são listadas abaixo, como destacam vários autores:

a - Garantia de qualidade em composição de ligas, onde características de expansão térmica são importantes em aplicações de compatibilidade na união de diferentes materiais [04 - 05];

b - Análise de distorções térmicas resultantes dos processos de soldagem. A separação térmica das superfícies de referência podem ser medidas como uma função da temperatura [05];

c - Histereses de expansão térmica, típicos de materiais cerâmicos. Ainda referente às cerâmicas, a dilatometria é usada para estudar os efeitos dos vários constituintes minerais nas características do material, para definir a contração durante a secagem e aquecimento, bem como para definir a capacidade de sinterização e também fazer medidas de variações dimensionais em amálgama dentária [05 e 41];

d - Estudos de sinterização, com a determinação de parâmetros no campo da metalurgia do pó. Monitoramento da taxa de contração como função da temperatura [42];

e - Estudos de propriedades de vidros, como, por exemplo, o ponto de deformação e as tensões em vidros temperados [05];

f - Determinação de temperaturas de amolecimento e recozimento de plásticos e resinas, bem como a temperatura de vitrificação de polímeros [43].

2.3 - Estudos de dilatometria no Brasil.

Pesquisas em transformações de fases utilizando dilatômetros são muito escassas em nosso país, em função da carência de equipamentos adequados a esse fim nas universidades. Para se ter uma idéia dessa situação, o primeiro equipamento instalado em uma universidade, com recursos ideais para efetuar esses estudos, é o que está operando recentemente no Departamento de Materiais da E.E.S.C - USP, em São Carlos. Trata-se de um moderno dilatômetro de resfriamento rápido ("high speed quenching dilatometer"), modelo DT 1000 de fabricação francesa da marca Adamel Lhomargy. Três outros equipamentos semelhantes encontram-se em fase de implantação: um um na Escola Politécnica da USP ,outro na sede do SENAI em Itaúna - MG e um terceiro nas instalações da CSN em Volta Redonda - RJ. Nenhum deles ainda entrou em operação.

Universidades tais como a UNICAMP, UFSCAR, Universidade Federal de Ouro Preto, UNESP e outras possuem também equipamentos de dilatometria direcionados para o estudo de diversos materiais. Estes equipamentos porém são do tipo analógicos, não monitorados por

computadores, o que torna a aquisição de dados mais trabalhosa.

Algumas empresas do setor metalúrgico investiram ou tem investido neste tipo de equipamento, uma vez que as simulações de tratamentos térmicos que podem ser executados pelo mesmo são de grande confiabilidade, permitindo a obtenção de curvas de transformação e análises do comportamento térmico de novas ligas.

Entre essas empresas podemos citar o Grupo Villares SA (São Paulo) que possui um modelo LK.02 e a Eletrometal (Sumaré - SP) cujos equipamentos são do tipo analógico, com registradores de penas. A Degussa (Americana - SP) dispõe também de um modelo mais modesto (tipo Chevenard) para análise de dilatação em cerâmica e vidrados.

Entre os poucos trabalhos de caráter científico que foi possível encontrar, destaca-se o de AZEVEDO et alii [03], desenvolvido nas instalações da Usiminas, onde fazendo uso de um dilatômetro modelo Formastor - F, analógico, iniciou o processo de aquisição de curvas de resfriamento contínuo (CCT) para os aços de sua fabricação. TSCHIPSTCHIN e FALLEIROS [37] estudaram a influência da temperatura de austenitização no posicionamento de uma curva TTT, para um aço hipereutetóide. Trabalho esse apresentado à Escola Politécnica da USP.

Publicações de autores brasileiros envolvidos nesta área de pesquisa não tem sido editadas pelas revistas especializadas. O que pode-se observar nas consultas bibliográficas é que países como a França, C.E.I (ex-URSS), EUA e Alemanha possuem um maior número de contribuições científicas, seja no desenvolvimento tecnológico desse tipo de equipamento ou no que diz respeito ao uso de seus

recursos para as mais variadas aplicações.

Importantes trabalhos vem sendo desenvolvidos por pesquisadores das mais variadas nacionalidades, objetivando melhorar a performance dos dilatômetros, tanto no aperfeiçoamento e projeto de dispositivos,como também ampliando cada vez mais o seu campo de aplicação na Ciência e Engenharia dos Materiais, para o estudo dos metais, cerâmicas, polímeros, vidros e compósitos. No Brasil, apesar da escassa contribuição nessa área de estudo, pode-se afirmar que com as recentes instalações de modernos equipamentos nas universidades abrem-se novas fronteiras de pesquisa.

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 - Aço adotado para os ensaios.

Foi utilizado um aço carbono comum SAE 1070, de características de expansão conhecidas, permitindo uma comparação direta entre os resultados extraídos do equipamento com aqueles descritos na literatura. A tabela 03 mostra a composição química (% em peso) do aço SAE 1070, obtida por via úmida dos elementos.

Tabela 03: Composição química do aço SAE 1070.

Composição química (% em peso)						
C	Mn	P	S	Si	Cr	Fe
0.72	0.83	0.016	0.021	0.20	0.08	bal.

3.2 - Tratamento térmico prévio.

O aço foi submetido a um tramento térmico de recozimento, onde a partir de uma secção cilíndrica de 47.5 mm de diâmetro por 58.5 mm de comprimento, dividida diametralmente em duas partes iguais (identificadas como amostra 01 e 02) foram aquecidas até 840 ^{o}C (+ ou - 4 ^{o}C). Cada amostra foi aquecida em fornos elétricos distintos, permanecendo na temperatura de solubilização em

dois tempos diferentes: uma hora a amostra 01 e uma hora e quarenta minutos a amostra 02. A finalidade desses dois tempos de solubilização objetivou obter duas estruturas perlíticas de refinamentos diferentes, a fim de analisar a influência delas nas temperaturas de transformação α para γ, durante o aquecimento desse material no ensaio dilatométrico.

3.3 - Corpos de prova.

Foram usinados 20 corpos de prova de cada amostra tratada termicamente, totalizando 40 corpos de prova, que obedeceram as dimensões ilustrada na figura 08. Embora o corpo de prova pudesse ser tubular, optou-se por um modelo sólido de usinagem mais fácil, facilitando também o processo de análise metalográfica.

A usinagem de vários corpos de prova justificou-se pelo fato de ter-se usado um corpo para cada ensaio, possibilitando assim a confirmação das transformações observadas ser realizada pelo método metalográfico e de microdureza. A opção por esta metodologia baseou-se também no fato de que ao utilizar-se um único corpo de prova para todos os ensaios isto implicaria numa mudança da estrutura prévia do material, o que tornaria o estudo impraticável, impossibilitando também a análise metalográfica [44].

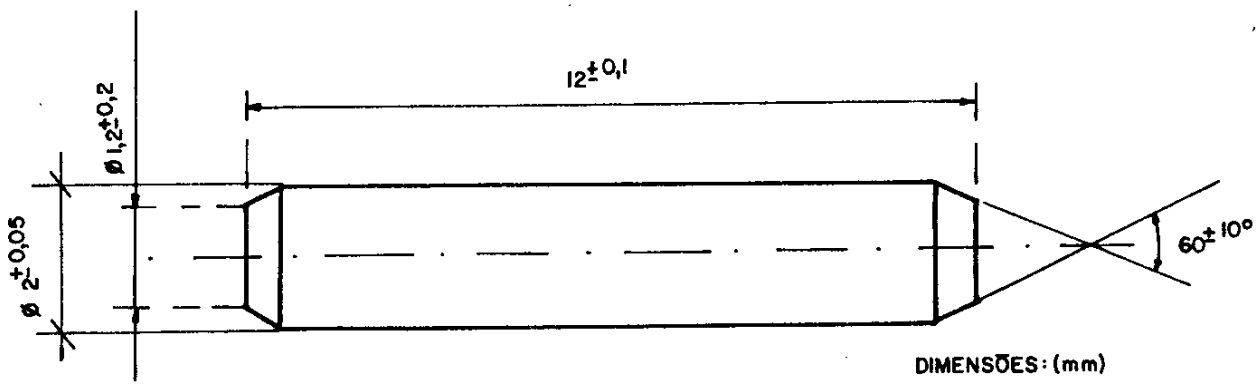

Figura 08: Corpo de prova.

3.4 - Equipamento utilizado.

O equipamento utilizado nos ensaios isotérmicos do aço SAE 1070 foi um dilatômetro de têmpera rápida modelo DT 1000 da Adamel Lhomargy, cuja câmara laboratorial está esquematizada na figura 09 que mostra um corte geral do equipamento, destacando suas partes principais. O forno de radiação direta é composto por duas lâmpadas tubulares (06) de filamento de tungstênio, montadas sobre dois refletores elípticos e focadas sobre o corpo de prova (11), o qual capta as radiações muito eficientemente, em função de sua massa reduzida e baixa inércia térmica, aquecendo-se rapidamente.

Para a realização do resfriamento brusco até a temperatura isotérmica programada, injetou-se hélio (gás de alta condutividade

térmica e pureza de 99.995 %) através de um tubo de resfriamento - tubo "U" (08) - incidindo diretamente sobre a superfície da amostra. A taxa de fluxo de hélio foi controlada por uma servoválvula colocada em série no circuito de gás, a fim de controlar a taxa de têmpera.

Um termopar capilar (0.08 mm de diâmetro) de cromel-alumel (07), soldado ao corpo de prova por um microsoldador capacitivo acoplado ao aparelho, monitorava a variação de temperatura. A figura 10 ilustra o microsoldador usado para fixar o termopar ao corpo de prova.

As mudanças de dimensões do corpo de prova, durante um ensaio, foram detectadas por um transdutor diferencial de variável linear (LVDT) - (13) - através de uma haste de sílica (05). Um sistema de medição de transmissão de corrente permite ao deslocamento aplicado ao núcleo do sensor ser transformado em sinal elétrico contínuo proporcional ao deslocamento. O sensor é composto de um enrolamento primário acompanhado pelo oscilador e dois enrolamentos secundários fixados em oposição. A diferença na tensão de saída é determinada pela posição do núcleo dentro da bobina.

Ainda referente à figura 09, podemos observar que o conjunto núcleo / haste é suspenso por duas molas de lâminas (02). A haste é fixada ao núcleo por um parafuso (12) e é centrada no suporte (10) da amostra de sílica, a qual incorpora uma série de furos em sua parte inferior para auxiliar a injeção de hélio no resfriamento rápido. Todo o sistema de transmissão de sinais do sensor de deslocamento estão sumarizados na figura 11.

LEGENDA:

01- Micromotor

02- Molas de lâminas

03- Fixadores dos termopares

04- Anel de aperto

05- Haste de sílica (Push-rod)

06- Lâmpadas de aquecimento

07- Termopares

08- Tubo de resfriamento

09- Tubo laboratório de ensaio

10- Suporte do corpo de prova

11- Corpo de prova

12- Parafuso de fixação da haste

13- Sensor LVDT

14- Núcleo de LVDT

15- Microswitches

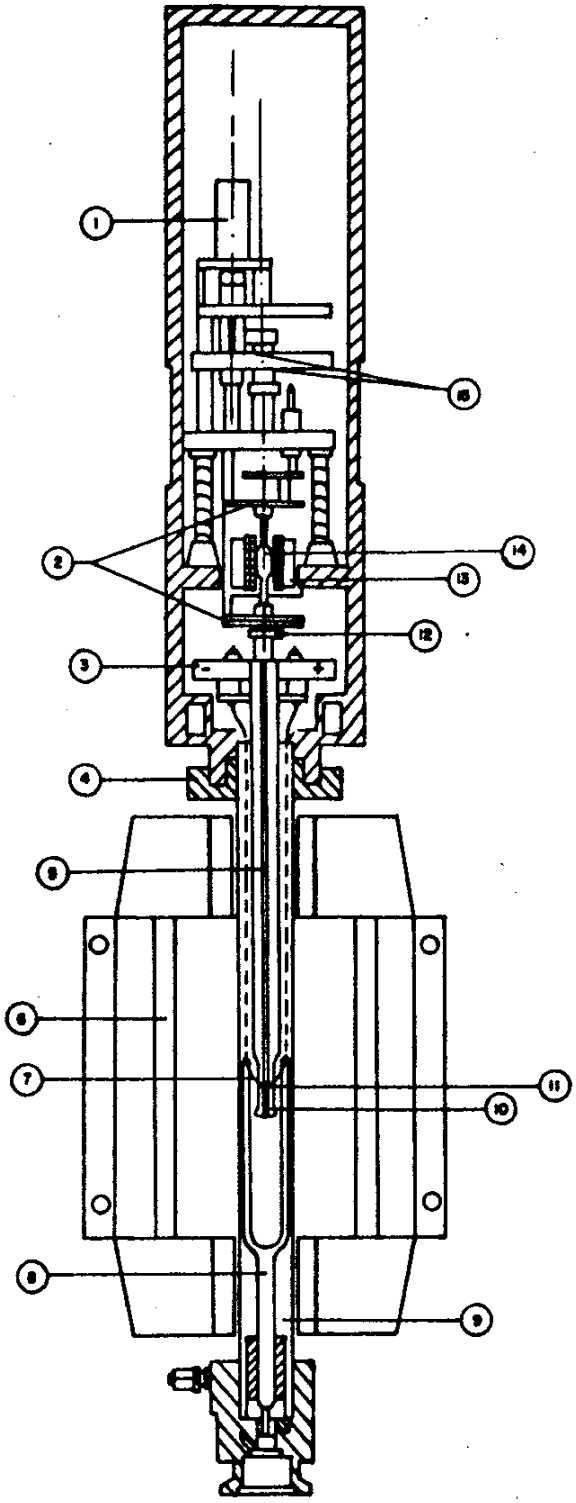

Figura 09: Dilatômetro de têmpera rápida.[1]

---

(1) Fonte: Catálogo do equipamento DT1000.

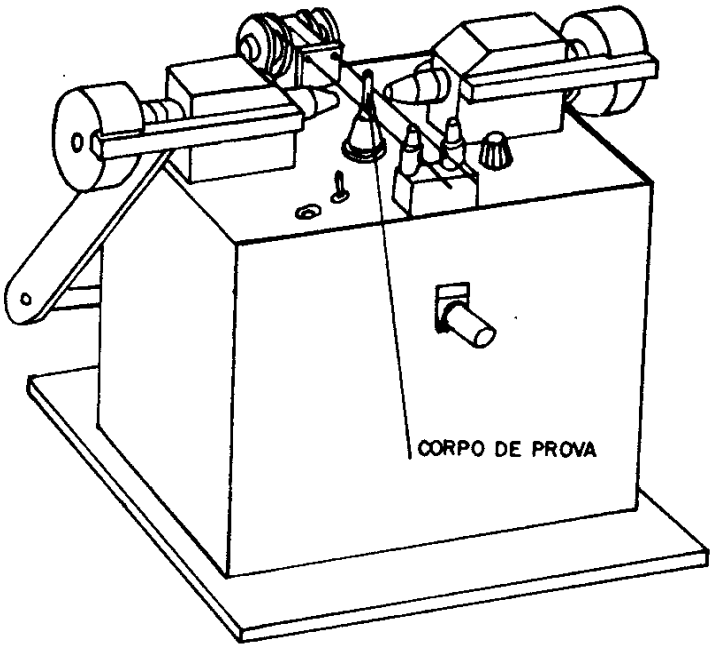

Figura 10: Microsoldador para os corpos de prova.[2]

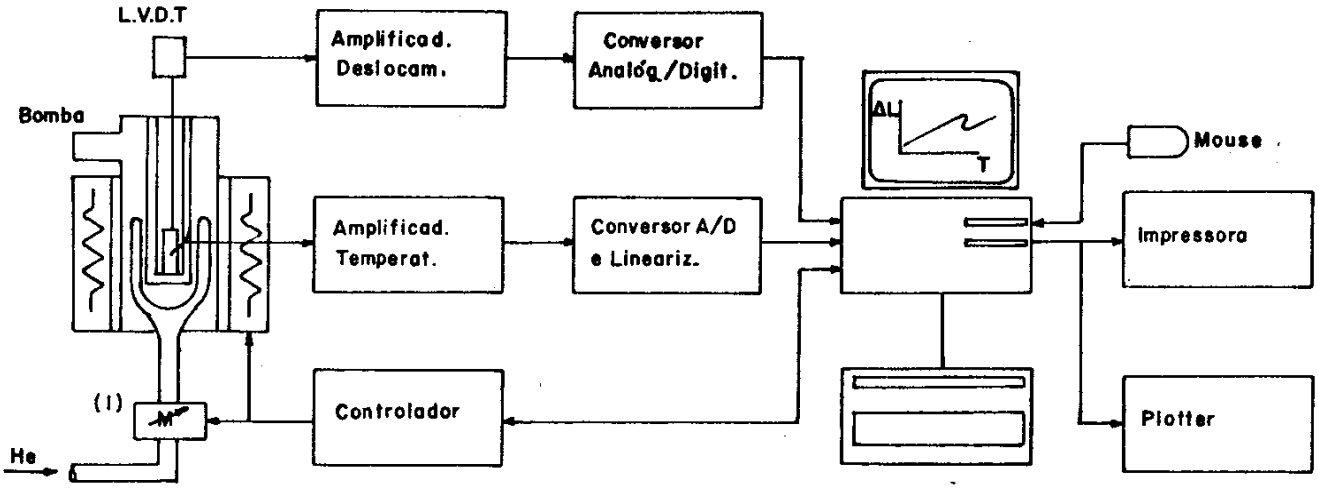

Figura 11: Esquema de transmissão de sinais do dilatômetro.[3]

---

(2), (3) Fonte: Catálogo do equipamento DT1000.

O sistema de bombeamento e vácuo permitiu que o ar,inicialmente contido na câmara do laboratório, fosse evacuado a fim de minimizar problemas de desoxidação e/ou descarbonetação do corpo de prova durante o aquecimento e no patamar de austenitização. A bomba controlada pelo microcomputador possibilitou um vácuo da ordem de $2x10^{-2}$ mbar e foi monitorada por um dial localizado na frente do painel do equipamento. A figura 12 representa o circuito de fluxo de gás e de bombeamento do sistema. A função do sistema hidráulico foi o de refrigerar o revestimento interno do forno e os componentes que sustentam o tubo "U". Para isto foi necessária a instalação de uma pequena bomba auto-aspirante de 1.50 CV, com capacidade de 2.70 m^3/h, externa ao laboratório, a qual operava constantemente durante um ensaio. Um sistema de segurança adaptado ao programa do computador monitorava a taxa de fluxo de água e evitava o funcionamento do forno se este fluxo fosse insuficiente.

Na tubulação de alimentação e distribuição de água colocou-se dois filtros com elementos filtrantes de celulose de 5 micras e com capacidade de filtrar até 6 l/min, garantindo a retenção de partículas indesejáveis circulando no forno. A vazão máxima de água na tubulação foi dimensionada para 17 l/min e a pressão foi monitorada através de um manômetro adaptado à linha de fluxo, sendo regulado para operar em 3 bar (Pmax = 5 bar). Nos ensaios realizados observou-se um aquecimento um pouco elevado da bomba, em função dela estar operando no limite inferior de sua curva de vazão H (m) vs. Q (l/min). Esse aquecimento porém, não interferiu em seu desempenho.

A função do sistema de ar comprimido ,por sua vez, foi a de

permitir o resfriamento das lâmpadas do forno através de pequenos orifícios internos ao mesmo, como também para resfriar os tubos de ensaio. A pressão do ar comprimido foi regulada para 6 bar e operava também o curso do pistão, o qual eleva e abaixa a câmara de trabalho, sendo que a pressão do ar era controlada por uma válvula interna de redução. A instalação do sistema de ar comprimido exigiu um compressor com capacidade de pressurização de 12.1 bar (175 lb/pol^2) de 2 estágios, sendo que ao longo da linha de pressão foi instalado um filtro de ar com um manômetro acoplado, limitando a pressão na linha entre 6 e 9 bar.

Todas as operações descritas acima, envolvendo o comando de várias eletroválvulas, são controladas pelo programa do computador feito para um ciclo térmico programado.

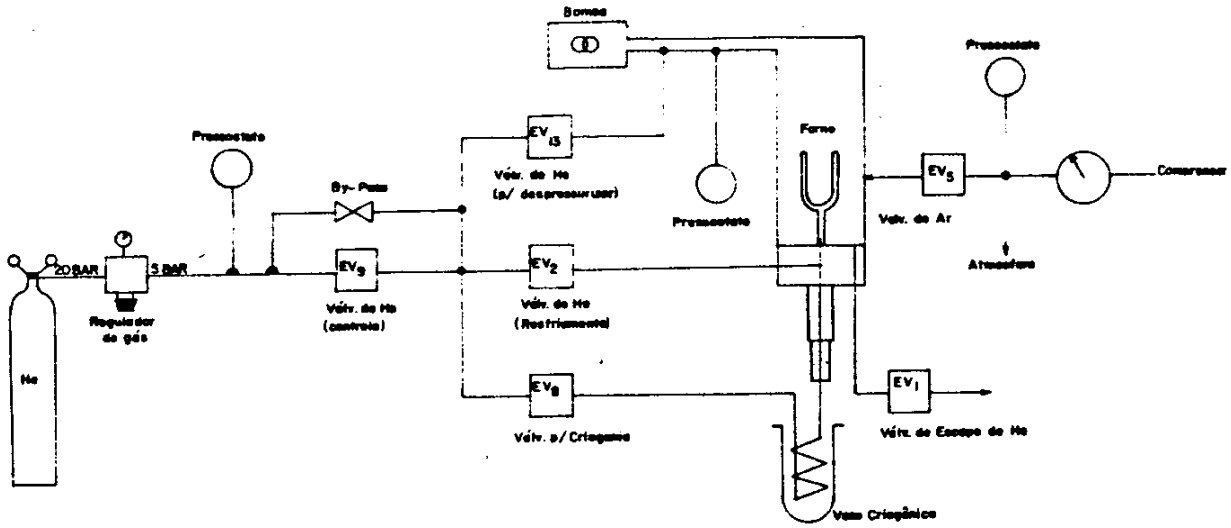

Figura 12: Circuito de fluxo de gás e bombeamento.[4]

---

(4) Fonte: Catálogo do equipamento DT1000.

3.5 - Calibração.

Um item importante que foi verificado refere-se à calibração do equipamento. A precisão das medidas da variação de comprimento dos corpos de prova ensaiados depende do dilatômetro estar adequadamente calibrado. Para efetuar esse procedimento, ensaiou-se um corpo de prova de uma liga padrão que não apresenta nenhuma transformação de fase em um grande intervalo de temperatura, designada pyros.

Foi criada uma tabela de referência para a liga padrão, baseando-se na equação:

$$dL/Lo = \alpha_m (T - T_{ref}) \qquad (10)$$

onde:

$\alpha_m = 15.0 \times 10^{-6}\ {}^{o}C^{-1}$ = coeficiente de dilatação médio da liga pyros no intervalo de temperatura de 0 até 1000 ^{o}C;

$T_{ref} = 20\ {}^{o}C$ = temperatura de referência adotada.

A tabela criada foi então armazenada na memória do computador em um arquivo de referência (ΔL_{ref}). O corpo de prova desta liga, por sua vez, foi submetido a um ciclo térmico, sendo aquecido até 1000 ^{o}C a uma taxa de 0.50 $^{o}C/s$. Os resultados destes ensaios dilatométricos foram armazenados em um outro arquivo, denominado arquivo de medida, com os valores reais de dilatação (ΔL_{real}).

A verificação da calibração do equipamento pode então ser realizada comparando-se os valores de dilatação real com aqueles teóricos calculados a partir da relação (10), isto é:

$$\Delta L_{cal} = \Delta L_{real} - \Delta L_{ref} = 0 \qquad (11)$$

3.6 - Ciclos térmicos.

Foram elaborados sete ciclos térmicos distintos, com sete corpos de prova usinados de cada amostra, totalizando 14 ensaios e utilizando os seguintes parâmetros:

a - Parâmetros constantes:

- velocidade de aquecimento = ϑ_a = 0.50 $^oC/s$ = 1800 $^oC/h$;
- temperatura de austenitização = T_γ = 840 ^oC;
- tempo de permanencia em T_γ = $t_{p\gamma}$ = 15 minutos;
- vácuo na câmara = 2 x 10^{-2} mbar;
- velocidade de resfriamento para o patamar isotérmico = ϑ_i = 150 $^oC/s$;
- velocidade de resfriamento do patamar isotérmico para a temperatura ambiente = ϑ_r = 5 $^oC/s$.

b - Parâmetros variáveis:

A tabela 04 indica essas variáveis e a figura 13 esquematiza os ciclos térmicos de dilatometria realizados, onde temos:

- temperatura de decomposição isotérmica = T_{iso} em ^{o}C;
- tempo de permanência em T_{iso} = t_{pi} em segundos.

Tabela 04: Parâmetros variáveis dos ciclos térmicos.

ciclo	01	02	03	04	05	06	07
T_{iso} (^{o}C)	650	600	550	500	450	400	300
t_{pi} (s)	300	300	240	180	180	300	1800

Em relação ao procedimento experimental utilizado, devemos observar que o uso de uma velocidade de aquecimento baixa (0.50 $^{o}C/s$) associada a um tempo de 15 minutos do corpo de prova na temperatura de austenitização (840 ^{o}C) objetivou uma total homogenização do material ensaiado, assegurando uma completa transformação α para γ, bem como uma completa dissolução de carbetos e outras impurezas da austenita, garantindo também um tamanho de grão austenítico satisfatório para o posicionamento da curva TTT.

Fez-se um pré-vácuo de 10^{-1} mbar antes do aquecimento do material, aumentando esse vácuo para $2x10^{-2}$ mbar durante o

processo de aquecimento e durante o tempo de manutenção do corpo de prova na temperatura de austenitização. Na sequência, a bomba de vácuo foi desligada e o corpo de prova resfriado bruscamente a 150 ^{o}C/s até o patamar isotérmico programado, através da injeção de hélio e ar comprimido. O tempo de permanência no patamar isotérmico variou de acordo com a literatura consultada, onde nos baseamos em diagramas dos aços SAE 1062 e SAE 1080 [45]. Nestes patamares isotérmicos não se fez vácuo.

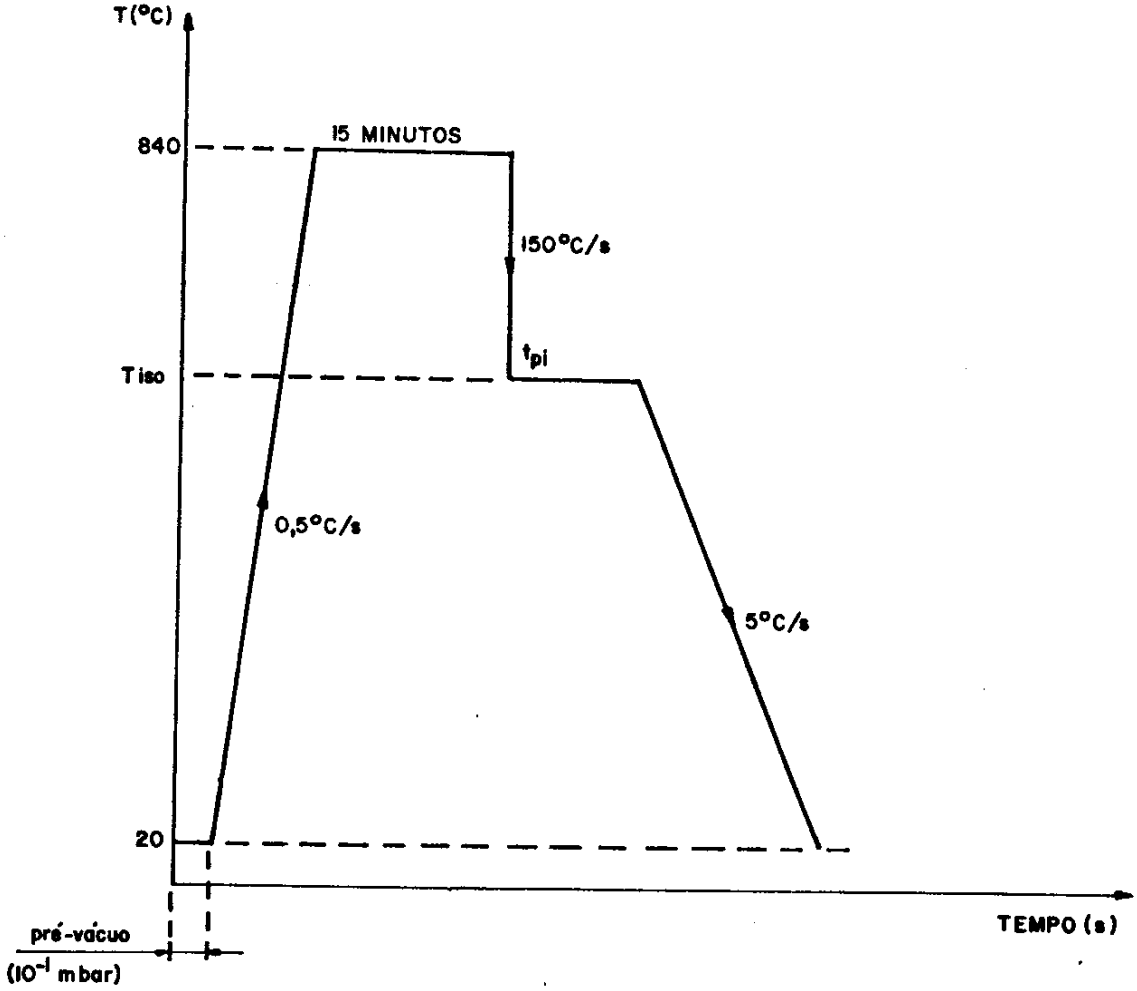

Figura 13: Esquema dos ciclos térmicos.

Uma vez que as transformações de fases completavam-se nas temperaturas isotérmicas, o resfriamento do corpo de prova até a temperatura ambiente pôde ser feito com uma velocidade de resfriamento menor (5 ^{o}C/s), dado que nenhuma outra transformação posterior ocorreria. Após os ensaios, os corpos de prova foram embutidos em resina e analisados metalograficamente via microscopia ótica e realizadas medidas de microdureza Vickers para confirmação dos resultados.

Uma das principais características do software do equipamento é o sistema de diálogo disparado na tela, que permite ao operador checar todas as variáveis que regem o ciclo programado, sendo que se alguma delas estiver fora do padronizado o ensaio não inicia ou é imediatamente interrompido no caso de alguma dessas variáveis falhar. Em função disso, alguns ensaios tiveram que ser repetidos porque o equipamento verificou insuficiência na pressão de hélio durante o resfriamento, invalidando o ensaio.

A programação de um determinado ciclo foi feita de maneira segmentada, dividindo-o nos seguintes estágios:

a - segmento 1: pré-vácuo;

b - segmento 2: aquecimento de 0.50 ^{o}C/s até 840 ^{o}C;

c - segmento 3: patamar de 15 minutos a 840 ^{o}C;

d - segmento 4: resfriamento brusco a 150 ^{o}C/s até a temperatura isotérmica;

e - segmento 5: patamar isotérmico;

f - segmento 6: resfriamento a 5 ^{o}C/s até a temperatura ambiente.

Todos os segmentos acima foram elaborados através de uma janela de programação conforme ilustra a figura 14.

Para a análise dos pontos de início e fim de transformação de fase isotérmica foram extraídas as curvas $dL/Lo = f(t)$ e sua derivada $d(dL/Lo)/dt = f'(t)$, sendo t o tempo em segundos. Essas curvas foram extraídas somente para os segmentos de aquecimento e de patamar isotérmico, pois foi através da superposição destas curvas que pudemos determinar com maior precisão os tempos de transformação. Todas as curvas armazenadas na memória do computador foram então plotadas através de um plotter HP7440 A acoplado ao equipamento. Os tempos de início e fim de transformação isotérmica foram anotados e armazenados em um programa gráfico GRAPHER, do qual extraímos as curvas TTT do aço SAE 1070.

3.7 - Técnica metalográfica.

Todos os corpos de prova ensaiados foram embutidos em resina, sendo posteriormente lixados em lixas de granulometria variável de 150 a 600. O procedimento para polimento prosseguiu através do óxido de cromo, sendo que o polimento final foi feito em alumina 0.30 μm. O reagente químico utilizado para atacar as amostras foi Nital 2% e Picral 5%.

Toda observação metalográfica foi realizada através de microscopia ótica e a documentação fotográfica do trabalho foi feita no equipamento Neophot.

SEGMENT x

STOP CONDITIONS			
Speed rate	NO	(yes) $^{o}C/s$	(no) x 10 $^{o}C/h$
Speed	: 0	$^{o}C/s$	x 10 $^{o}C/h$
Temperature	: 22	^{o}C	
Duration	: 0	0 - 65530 sec	
Vacuum reached?	: YES	yes / no	

PARAMETERS		
Helium valve	: NO	yes / no
Helium flow	: NO	yes / no
Compressed air	: NO	yes / no
Vacuum pump	: NO	yes / no
Cryo	: NO	yes / no

SEQUENCE		
Next segment	: 2	0 - 255
Nbr of repetitions	: 0	0 - 255
Scanning period	: 200	0 - 65530 ms

Figura 14: Janela de programação dos ciclos térmicos.

3.8 - Ensaios de dureza.

Após o embutimento e polimento realizado, foram feitas medidas de microdureza Vickers em todos os corpos de prova ensaiados, anotando-se o valor médio de dureza de três medidas de cada um. Os ensaios foram realizados com carga de 2 Kg e os valores obtidos foram convertidos para escala Rockwell C (HRC) e sumarizados em uma tabela. Foi utilizado um durômetro Vickers de diamante piramidal, com objetiva de 2/3". Os valores foram então comparados com os valores médios especificados para cada microconstituinte nas várias isotérmicas estudadas.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.

4.1 - Tratamento térmico prévio do aço SAE 1070.

A análise metalográfica das amostras previamente tratadas apresentaram as seguintes microestruturas, conforme pode-se observar pelas fotomicrografias das figuras 15a e 15b. Nessas estruturas observa-se a formação de uma estrutura perlitica de lamelas finas sobre um fundo de ferrita, sendo que no caso 15b as lamelas apresentam-se mais espaçadas. Observa-se ainda grandes regiões de perlita esferoidizada na figura 15a, diminuindo acentuadamente na figura 15b em função do maior tempo de permanência na temperatura de austenitização.

4.2 - Verificação da calibração do equipamento.

Vários autores destacam a importância da calibração dos dilatômetros [05,12,13,19], uma vez que o sistema de detecção da expansão dos corpos de prova, o LVDT, possui elevada sensibilidade e resolução. Ensaiada a liga para verificação da calibração, obteve-se uma tabela de valores experimentais de expansão da liga pyros. Esses valores são comparados com os valores teóricos de expansão, indicados na tabela 05, que serviram de parâmetro de comparação com os resultados experimentais. Essa tabela de valores de expansão teórico foi fornecido pelo fabricante do equipamento, onde a temperatura de referência adotada foi de 20 ^{o}C.

(15a)

(15b)

Figura 15: Aço SAE 1070, solubilizado a 840 ^{o}C. (15a): solubilizado por 1 hora; (15b): solubilizado por 1h e 40min. Ataque: nital 2%. Ampliação: 1050 X.

Pode-se então comparar esses resultados teóricos com os valores reais de expansão obtidos no ensaio dilatométrico dessa liga, indicados na tabela 06 e que fornece também os valores dos coeficientes de expansão médio. Foi observado que entre as temperaturas de 50 até 950 ^{o}C existe a seguinte relação entre o coeficiente de expansão médio teórico (α_T) e o experimental (α_E) para a liga de calibração:

$$\alpha_E = 1.06\ \alpha_T \qquad (12)$$

Esta diferença de 6% entre os coeficientes de expansão teórico e experimental, mostra que na prática a liga de calibração é mais sensível a variação de temperatura. Se fixarmos um valor médio para o coeficiente de expansão da liga pyros e aplicarmos a equação (10), observaremos um comportamento de expansão (dL/Lo) linear em função da temperatura, fato que experimentalmente não acontece, pois o valor de α é variável. Este fato podemos observar na figura 16, onde mostra que a liga de calibração não sofre nenhuma transformação de fase em todo o intervalo de temperatura analisado.

Ainda na tabela 06 calculou-se, pela equação 10, que o valor do coeficiente médio de expansão da liga pyros entre 50 e 950 ^{o}C é de $18.2 \times 10^{-6}\ {}^{o}C^{-1}$, enquanto que o valor teórico desse coeficiente, calculado pela tabela 05, é $17.2 \times 10^{-6}\ {}^{o}C^{-1}$. Esses dois valores de α podem ser comparados, ainda, a um terceiro valor $15.2 \times 10^{-6}\ {}^{o}C^{-1}$ [20], para a temperatura entre 0 e 1000 ^{o}C, mostrando uma discrepância maior. Concluiu-se que o valor obtido experimentalmente (α_E) expressa de maneira mais satisfatória o real valor do coeficiente , dado a maior sensibilidade do equipamento utilizado neste experimento.

Tabela 05: Valores teóricos de expansão da liga pyros, com os valores do coeficiente de expansão.

T (^{o}C)	dL/Lo	$\alpha_{médio}$ (x 10^{-5} $^{o}C^{-1}$)
50	0.00039	1.278
100	0.00106	1.325
150	0.00175	1.346
200	0.00245	1.361
250	0.00317	1.378
300	0.00391	1.397
350	0.00471	1.425
400	0.00552	1.453
450	0.00635	1.475
500	0.00721	1.502
550	0.00809	1.526
600	0.00899	1.550
650	0.00991	1.573
700	0.01085	1.596
750	0.01181	1.618
800	0.01279	1.640
850	0.01379	1.660
900	0.01480	1.682
950	0.01583	1.701

Tabela 06:Valores experimentais de expansão da liga pyros.

T (^{o}C)	dL/Lo	$\alpha_{médio}$ (x 10^{-5} $^{o}C^{-1}$)
50	0.000406	1.332
100	0.001125	1.406
150	0.001875	1.442
200	0.002656	1.476
250	0.003437	1.495
300	0.004266	1.521
350	0.005104	1.544
400	0.005958	1.568
450	0.006833	1.587
500	0.007719	1.608
550	0.008630	1.628
600	0.009620	1.659
650	0.01061	1.684
700	0.01161	1.708
750	0.01261	1.728
800	0.01364	1.748
850	0.01470	1.770
900	0.01573	1.787
950	0.01681	1.807

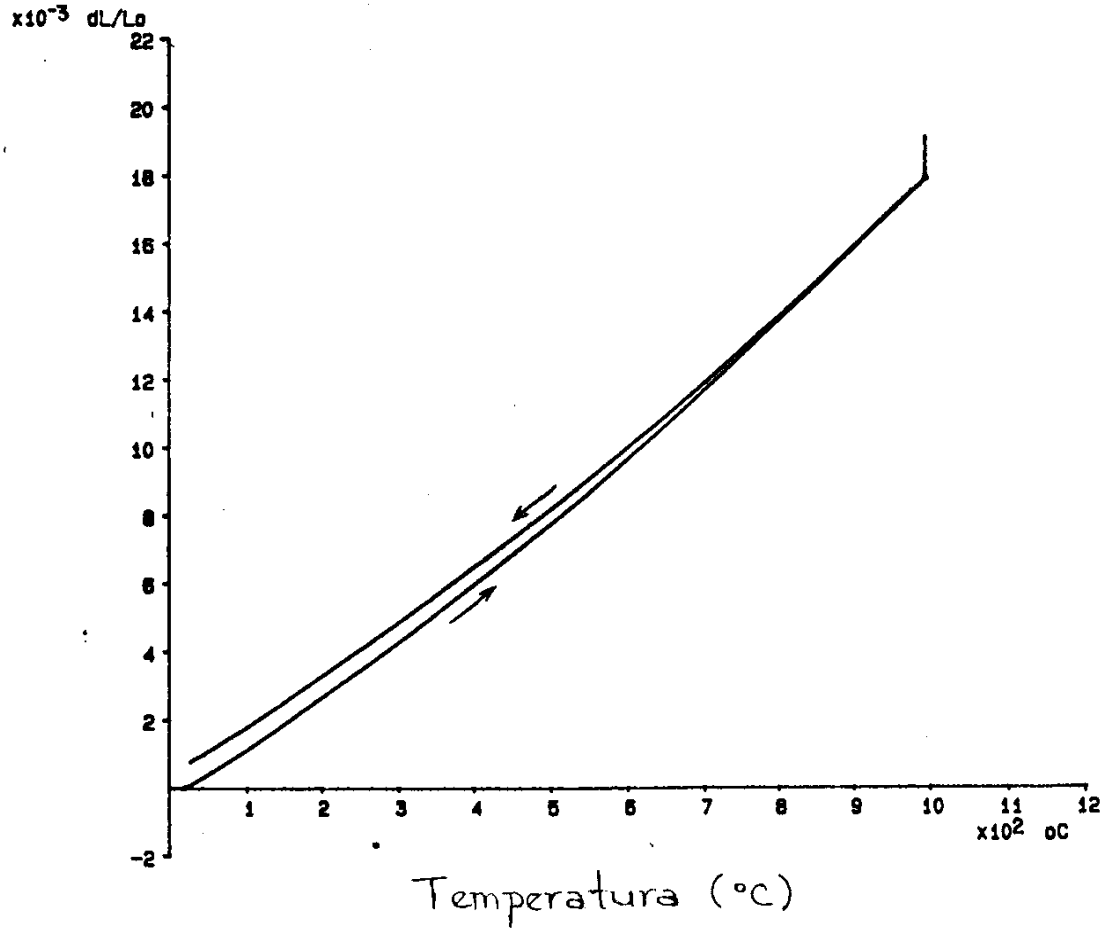

Figura 16: Curva experimental de expansão da liga de calibração pyros.

4.3 - Ensaios dilatométricos.

A análise dos resultados dilatométricos obtidos está vinculada ao objetivo de determinarmos os pontos de início e fim de transformação, tanto na etapa de aquecimento como também nos patamares isotérmicos, levantando a partir desses dados a curva TTT do aço SAE 1070. As estruturas observadas transformam-se pelo processo de difusão do carbono associado aos vários níveis de energia livre G em função de cada temperatura de transformação [38]. A figura 17 ilustra o comportamento de expansão do corpo de prova do aço SAE 1070 em um dos vários ensaios dilatométricos realizados.

Nesta figura podemos observar os vários estágios do ciclo realizado, onde temos:

- segmento ab: expansão do ferro α no aquecimento ;
- segmento bc: intervalo de temperatura de transformação α para γ;
- segmento cd: expansão da austenita até a temperatura de austenitização;
- segmento de: resfriamento brusco para a temperatura isotérmica;
- segmento efgh: trecho de inércia térmica;
- ponto h: temperatura de transformação isotérmica estudada;
- segmento ha: resfriamento do produto transformado até a temperatura ambiente.

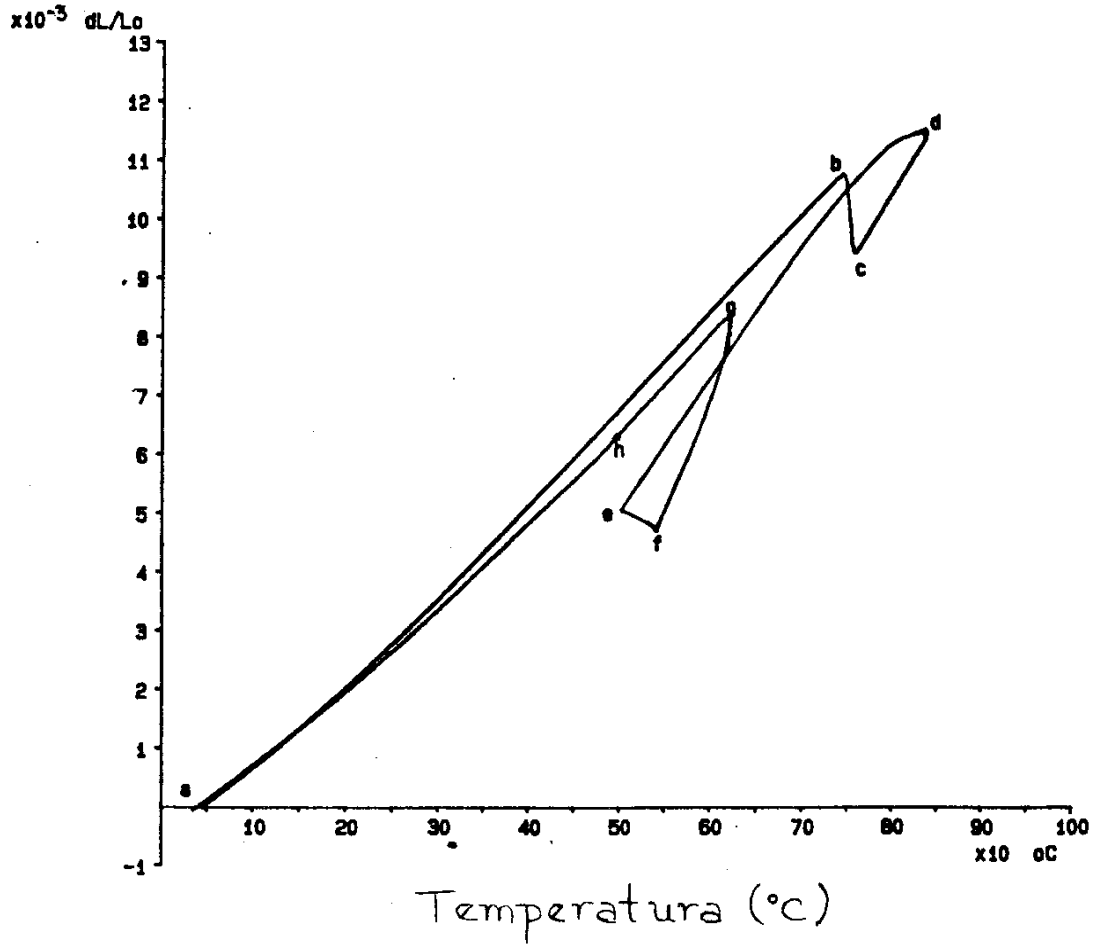

Figura 17: Ciclo térmico de expansão dilatométrica do aço SAE 1070.

Apesar das reduzidas dimensões do corpo de prova, pode-se observar uma razoável inércia térmica registrada no diagrama (trecho efgh), que poderia ser reduzida caso o corpo de prova fosse tubular. Observa-se que a dissipação de calor do corpo de prova de seu interior para seu exterior, provoca um pequeno aumento de temperatura, estabilizando-se logo a seguir na temperatura isotérmica programada. Constatou-se que essa inércia térmica é tanto maior quanto maior for o superesfriamento, isto é, menor a temperatura de transformação isotérmica, fato que gera um gradiente térmico maior.

A determinação do tempo de início de transformação foi seriamente afetado por essa inércia térmica, onde grande parte dessa transformação ocorreu no reaquecimento antes da temperatura estabilizar-se no ponto h, no qual completou-se isotermicamente.

4.3.1 - Transformação α para γ.

As temperaturas de início e fim de transformação do ferro α no aquecimento a 0.50 ^{o}C/s não apresentaram diferenças significativas entre os materiais tratados termicamente nos dois tempos de solubilização, como podemos observar nas tabelas 07 e 08.

A transformação do ferro α para ferro γ é caracterizada por uma alta intensidade assim que o material é aquecido um pouco acima de 744 ^{o}C. Como foi constatado que este aço tem granulação fina, o comprimento dos contornos é maior, aumentando assim a intensidade de nucleação da fase γ. A própria porção vertical do diagrama da figura 17, no intervalo de transformação de α para γ é um forte indicativo

Tabela 07: Temperaturas de transformação do ferro α para o aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 ^{o}C por 1 hora.

ciclo	01	02	03	04	05	06	07
Ti (^{o}C)	748.7	748.5	746.7	747.5	744.3	744.6	744.9
Tf (^{o}C)	762.9	762.9	765.6	761.8	763.7	762.4	761.4

Tabela 08: Temperaturas de transformação do ferro α para o aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 ^{o}C por 1h e 40min.

ciclo	01	02	03	04	05	06	07
Ti (^{o}C)	745.4	744.1	744.3	743.6	745.8	744.0	745.5
Tf (^{o}C)	763.0	762.0	762.4	762.4	762.6	760.9	761.7

de tamanho de grão pequeno. Este fato confirma que o processo de decomposição da perlita para austenita ocorre em uma taxa maior para o caso de uma estrutura perlítica de lamelas finas [5,36], como é o caso das estruturas obtidas nos tratamentos térmicos do aço SAE 1070 representadas nas fotomicrografias das figuras 15a e 15b.

Quanto ao coeficiente de dilatação da perlita , pode-se constatar que o valor médio experimental obtido está plenamente compatível com a literatura [30], que fornece os seguintes valores para a ferrita e para a cementita: 14.50×10^{-6} $^{o}C^{-1}$

e 12.50×10^{-6} $^{o}C^{-1}$ respectivamente. No intervalo de 20 até 700 ^{o}C o valor do coeficiente médio de expansão obtido para perlita foi de 13.70×10^{-6} $^{o}C^{-1}$. Sendo a estrutura do aço predominantemente perlítica sobre um fundo de ferrita, essa estrutura mista reflete-se de maneira significativa no comportamento da expansão desse aço.

4.3.2 - Transformações isotérmicas.

Como já foi adiantado,o resfriamento brusco do corpo de prova desde sua temperatura de austenitização até a temperatura isotérmica programada, provocou uma certa inércia térmica (trecho efgh da figura 17). Isso por sua vez não afetou a retenção da estrutura austenítica, dada a elevada taxa de resfriamento utilizada ($150^{o}C/s$) associada ao tempo de austenitização (15 minutos). No reaquecimento do corpo de prova, porém, uma grande parte da transformação processou-se não isotermicamente. Esse fenomeno permitiu que fosse registrado somente os tempos finais das transformações isotérmicas da austenita por difusão, nos seus produtos típicos, isto é, perlita e ferrita. Os tempos de início de transformação foram considerados de maneira não isotérmica.

A respeito dos tempos de fim de transformação isotérmica, estes foram obtidos pelas curvas plotadas $dL/Lo = f(t)$ e com o auxílio de sua correspondente curva derivada $d(dL/Lo)/dt = f'(t)$, através da qual o registro destes tempos foram determinados de maneira mais satisfatória. Isto pode ser confirmado pela figura 18 que mostra uma transformação tipicamente perlítica obtida para na temperatura de

600 ^{o}C, para um tempo de permanência de 300 segundos no patamar isotérmico. Nela o período de de incubação T do volume não transformado (este é o tempo no patamar isotérmico onde a austenita permanece estável sem decompor-se [46]) não pode ser registrado em função, novamente, do fenomeno da inércia térmica. Observa-se porém, a acelerada decomposição da austenita que é gerada pelo mecanismo de difusão do carbono. A transformação complementa-se no ponto indicado Tf, estabilizando-se logo a seguir, após passar por um pico "p" de energia.

Os tempos finais de transformação puderam ser determinados com maior resolução assim que refinamos a curva derivada f'(t). O cálculo da curva derivada envolve uma regressão linear baseada em um número de pontos da abscissa (tempo ou temperatura). Quanto maior o número de pontos, mais suave é a curva mas maior é o risco de de mascarar pequenos fenômenos.

Quando a transformação é relativamente lenta, isto é, não ocorrem distúrbios térmicos, temos que a energia é liberada gradualmente, pois existem maiores barreiras energéticas a serem vencidas [38]. Esse fenômeno foi observado em dois casos durante os ensaios:

a - nas transformações perlíticas a temperaturas próximas a A_1 (temperatura acima da qual a austenita permanece estável sem decompor-se por difusão), isto é, para pequenos superesfriamentos onde o tempo de incubação T é conhecidamente maior ($T \longrightarrow \infty$, quando a temperatura isotérmica programada $\longrightarrow A_1$). Isso podemos observar na figura 19 que mostra uma transformação isotérmica a

650°C para o corpo de prova da amostra do aço solubilizado por uma hora a 840 °C;

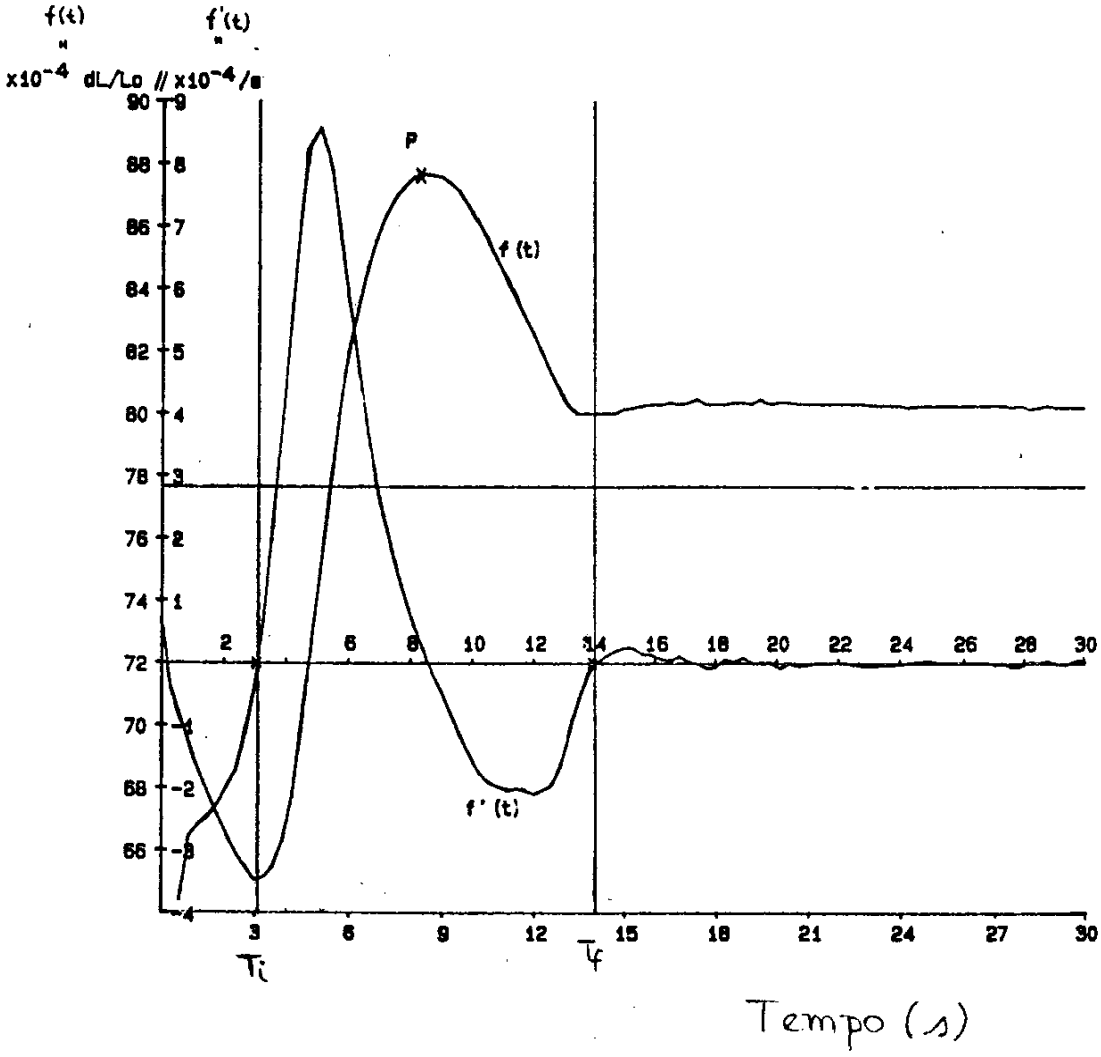

Figura 18: Curva de expansão superposta a sua derivada para o aço SAE 1070, na temperatura de 600 °C.

b - nas transformações bainíticas que ocorrem para superesfriamentos maiores em patamares isotérmicos abaixo de 400° C. A figura 20 ilustra uma transformação bainítica para o patamar isotérmico de 300° C. Este fato pode ser melhor visualizado plotando-se o mesmo diagrama na forma de log dL/Lo vs log t [31], como indicado na figura 21. Nesta curva a transformação bainítica é caracterizada pelo primeiro segmento indicado.

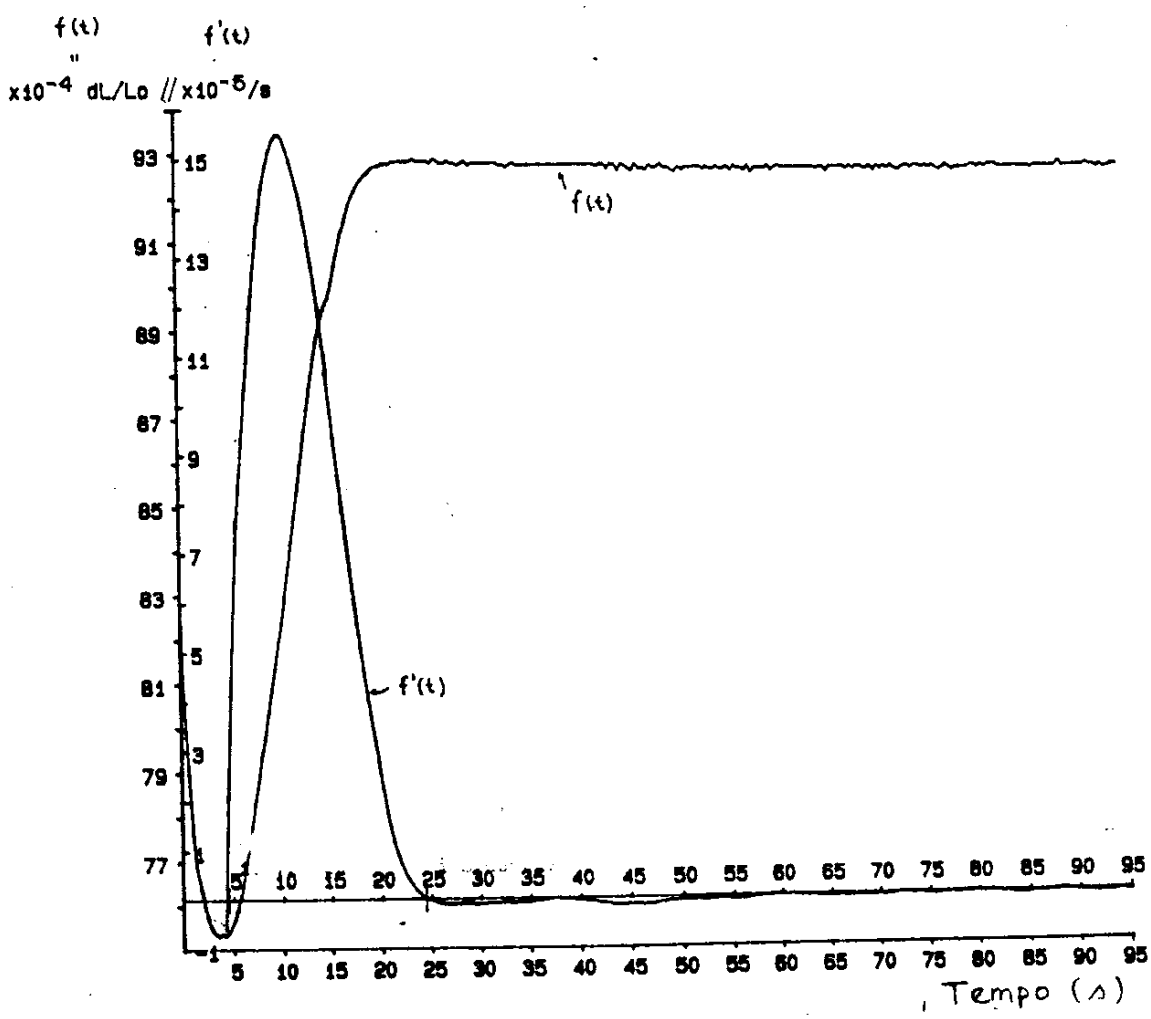

Figura 19: Curva dilatométrica do aço SAE 1070 superposta a sua derivada na temperatura de 650 °C.

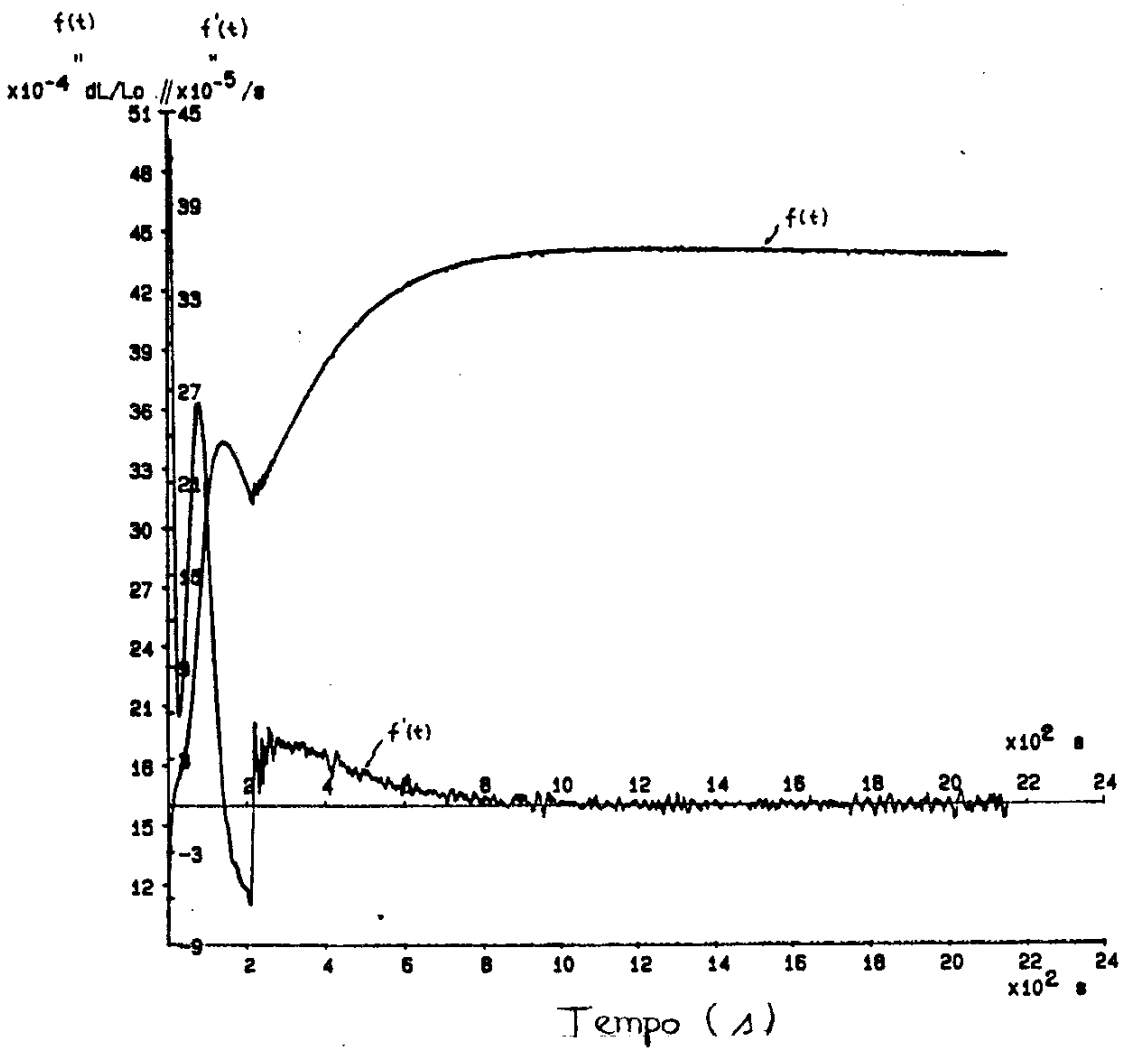

Figura 20: Curva dilatométrica do aço SAE 1070 superposta a sua derivada na temperatura de 300 °C, caracterizando a transformação bainítica.

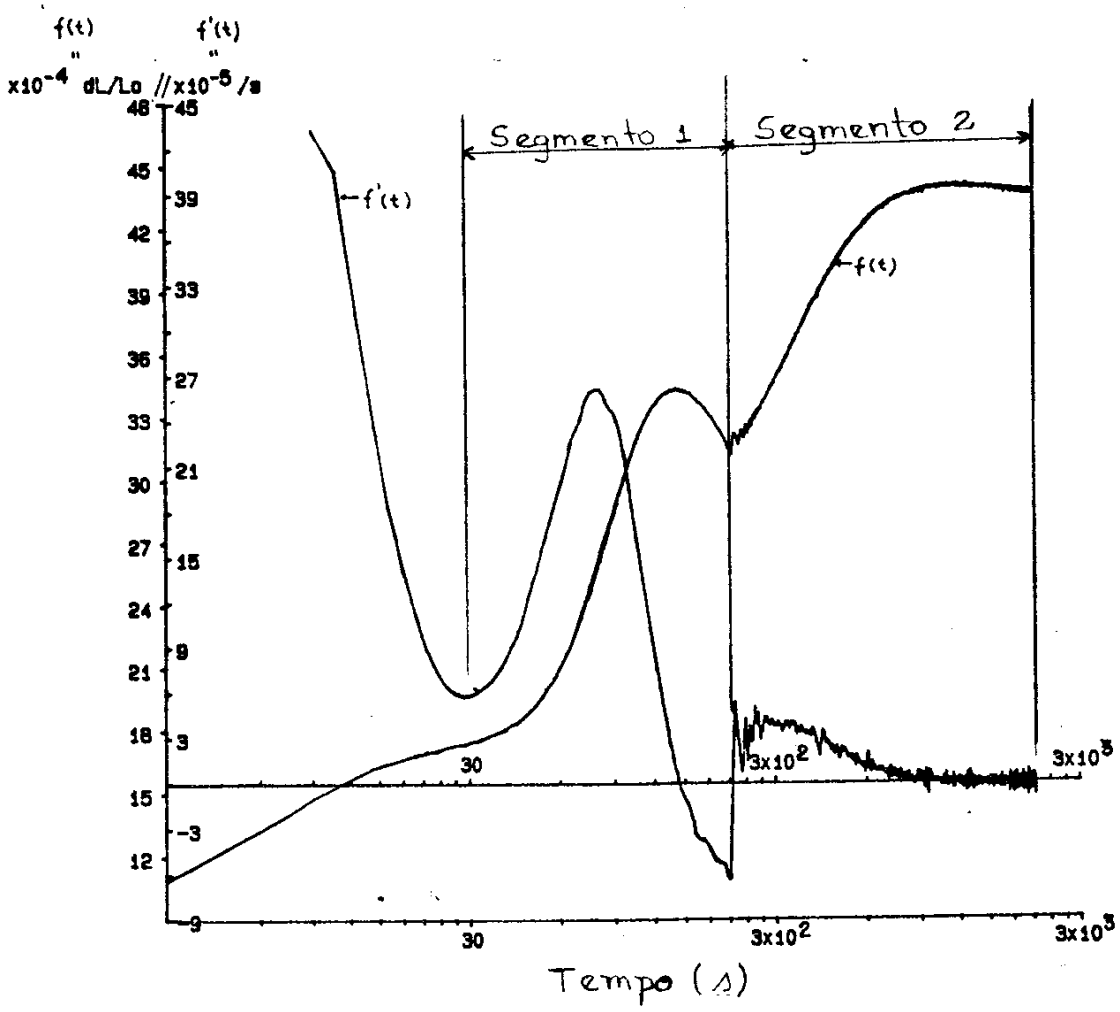

Figura 21: Curva de log dL/Lo vs. log t para o aço SAE 1070 na temperatura de 300 °C, destacando a formação de duas fases consecutivas.

A tabela 09 mostra os tempos de início e fim de transformação do aço SAE 1070 para as temperaturas estudadas segundo o método exposto. Nota-se pelos valores tabelados para os tempos finais de transformação isotérmica que as maiores diferenças encontram-se nas temperaturas acima de 500 ^{o}C. Uma provavel explicação para o tempo Tf do aço pré-solubilizado por 1h e 40min ser maior que o do aço igualmente pré - tratado por 1h, é o fato de o primeiro ter um tamanho de grão um pouco maior que o segundo. A cinética da transformação é afetada apenas pela variação da taxa de nucleção [47, 48, 49]. Como os contornos de grãos são locais favoráveis à nucleação, é de se esperar que o processo de transformação ocorra mais rapidamente no aço de menor granulometria, onde a área de contorno de grão é maior.

Para temperaturas abaixo de 500 ^{o}C, região de superesfriamento maior em que há formação de bainita, a qual nucleia no interior dos grãos, temos que a cinética da transformação é pouco afetada pela variação do tamanho de grão [50]. Daí, observarmos que os tempos finais de transformação para ambas as situações estudadas são próximos.

A partir dos dados levantados experimentalmente e que foram então sumarizados na tabela 09, traçamos as duas curvas TTT para o aço SAE 1070 recozido a 840 ^{o}C em dois tempos distintos como já foi especificado. Os diagramas estão ilustrados nas figuras 22 e 23.

Na tabela 09 deve-se observar que Ti está afetado pela inércia térmica, portanto não está definido como tempo de início de transformação isotérmica.

Tabela 09: Tempos de início(*) e fim de transformação isotérmica do aço SAE 1070, para os dois tempos de solubilização.
(a): pré-solubilizado por 1h a 840 °C;
(b): pré-solubilizado por 1h e 40min a 840 °C.

t_{iso} (°C)	(a)		(b)	
	Ti (s)	Tf (s)	Ti (s)	Tf (s)
650	4.4	25.0	6.7	40.5
600	3.1	17.1	2.4	32.0
550	1.3	18.0	1.3	36.0
500	1.5	21.9	1.6	20.8
450	2.0	39.0	2.7	35.0
400	2.8	82.0	3.6	77.0
300	25.0	856.0	33.0	939.0

(*): Nesta tabela Ti está afetado pela inércia térmica, portanto não está definido como tempo de início de transformação isotérmica. Os valores aqui tabelados estão estimados , considerando-se um percentual inicial de transformação em torno de 5%. Esses valores estão baseados nos dilatogramas extraídos nos ensaios e na bibliografia consultada [45, 46]. A equação de Avrami (relação 03) permite um cálculo mais preciso desses tempos. A sua aplicação depende da determinação do parâmetro k que depende fortemente da taxa de transformação (nucleação e taxa de crescimento) sendo, portanto, muito sensível a temperatura [38].

O valor de k é assim determinado: $k = \pi N v^3/3$, onde N é a taxa de nucleação e v é a taxa de crescimento. Esses parâmetros são determinados experimentalmente.

Os dois diagramas foram levantados observando-se sempre o fato de que trabalhamos com um aço de mesma microestrutura, diferenciada porém em relação ao seu refinamento. Esses diagramas foram traçados no sentido de obtermos a melhor curva entre os pontos plotados. Não estão indicados os produtos das transformações, embora esteja implicito a formação de perlita, ferrita e bainita [24]. Embora alguns autores [24, 25, 31] destaquem a necessidade de existir curvas separadas para cada estrutura formada, neste primeiro trabalho com o equipamento preocupamo-nos em traçar apenas o perfil da curva TTT do aço SAE 1070. Um diagrama mais elaborado exigiria um número maior de ensaios. Mesmo adotando esse procedimento simplificado, a curva obtida aproxima-se satisfatoriamente daquela indicada na literatura [45]. As curvas tracejadas indicam 5% e 50% de transformação, enquanto que a curva para Tf representa 95% de transformação. Deve ser destacado novamente que a curva representando 5% de transformação é uma curva estimada, próxima porém daquela que se obtém em condições isotérmicas.

Referente à tabela 09, a determinação precisa dos tempos iniciais de transformação podem ser determinados plotando-se as curvas de log log $(1 - f_v)^{-1}$ versus log t [52], dando uma linha reta de inclinação n, se a equação de Avrami for válida. Este procedimento não foi realizado, ficando porém como sugestão para outros trabalhos.

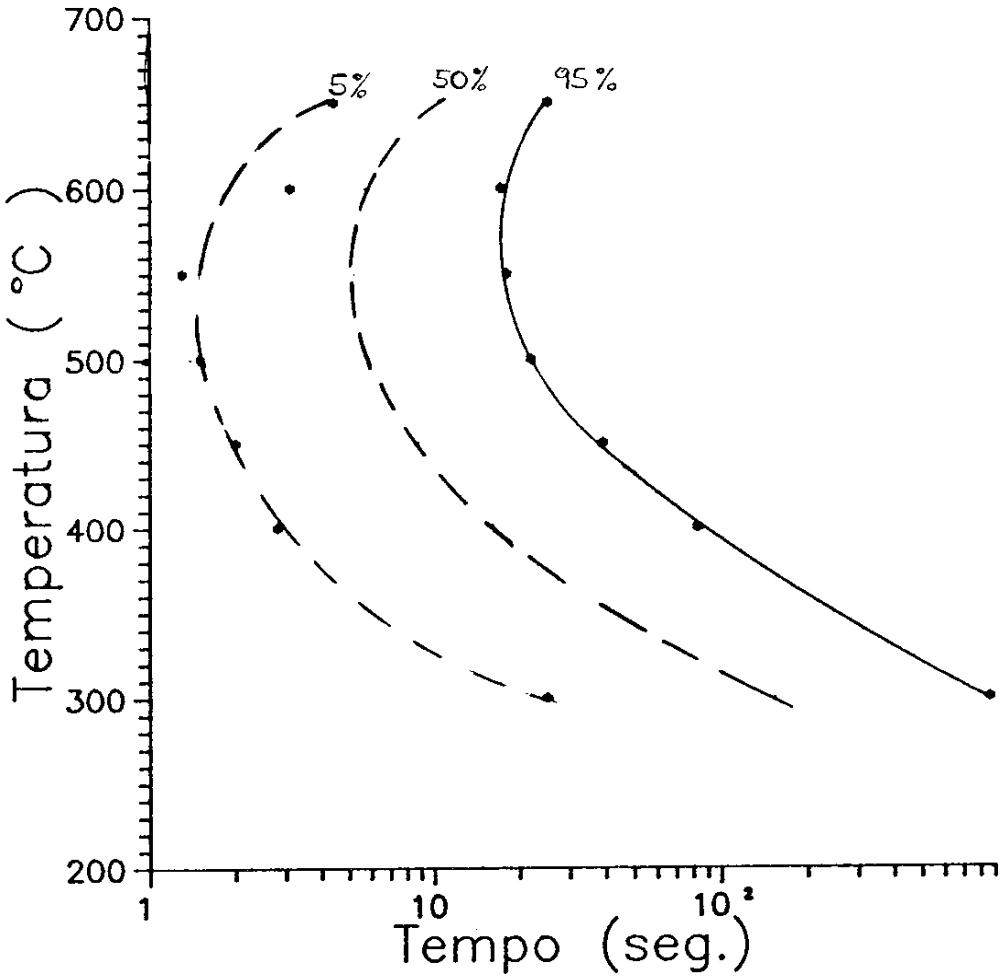

Figura 22: Curva TTT do aço SAE 1070 pré-solubilizado a 840 °C por 1 hora.

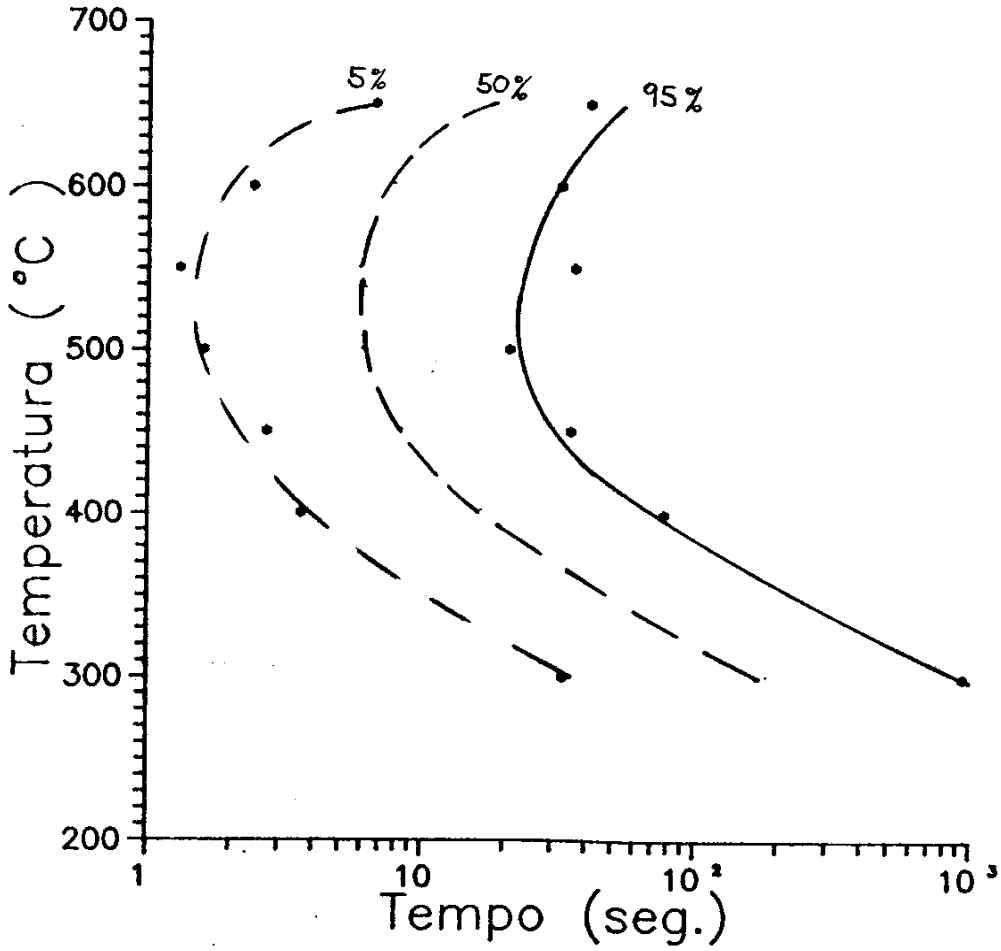

Figura 23: Curva TTT do aço SAE 1070 pré-solubilizado por 1h e 40min.

4.3.3 - Resultados metalográficos.

A confirmação das transformações isotérmicas do aço SAE 1070 em todas as temperaturas estudadas, em seus produtos típicos, foi realizada através de uma cuidadosa análise metalográfica que serviu de suporte para nossos estudos. Esta análise é apresentada a seguir por uma série de fotomicrografias que ilustram significativamente a performance do equipamento utilizado.

a - Produtos da transformação isotérmica do aço SAE 1070 pré-solubilizado por 1 hora a 840 ^{o}C. Ensaio dilatométrico: austenitizado a 840 ^{o}C por 15 minutos. Ataque: picral 5%. Ampliação: 1050X

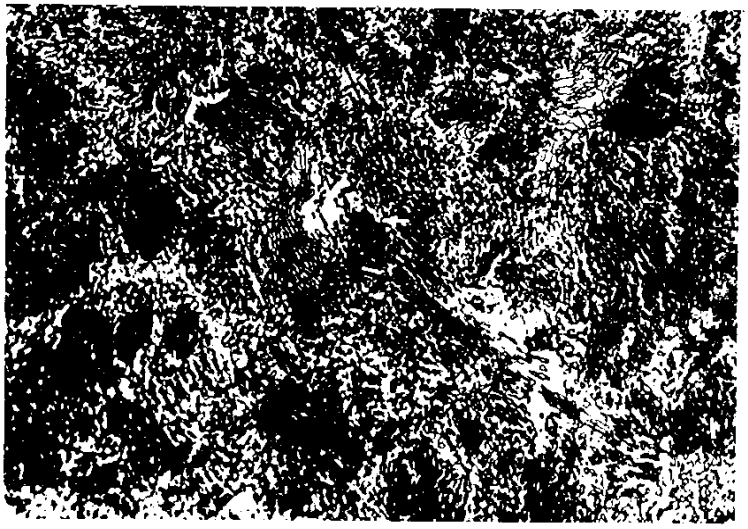

Figura 24: SAE 1070 transformado a 650 ^{o}C.

Figura 25: SAE 1070 transformado a 550 ^{o}C.

Figura 26: SAE 1070 transformado a 450 ^{o}C.

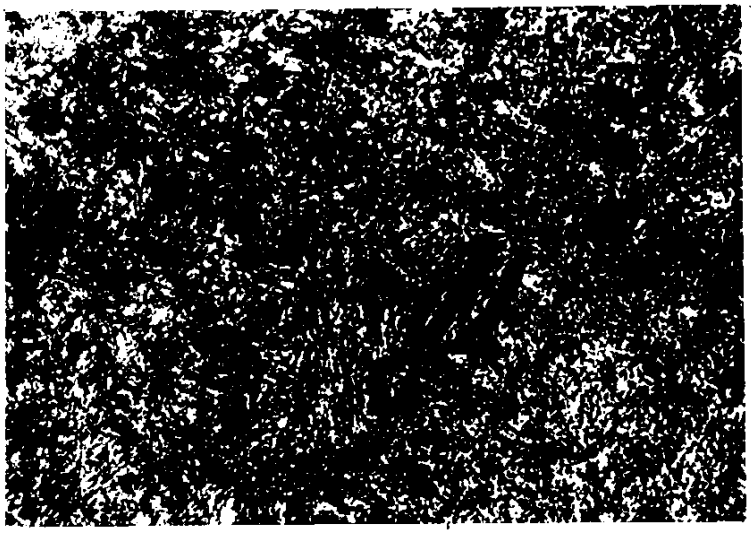

Figura 27: SAE 1070 transformado a 300 ^{o}C.

Nesta primeira série de micrografias, a evolução das transformações não apresenta uma diferença significativa até a temperatura isotérmica de 550°C (figuras 24 e 25) onde predominam uma estrutura perlítica refinada com algumas ilhas de ferrita. Observa-se também uma pequena fração de estrutura globulizada. Na figura 26 observamos uma fase de transição onde a perlita perde seu caráter lamelar. Neste aço a transformação bainítica começa a ser caracterizada em temperaturas abaixo de 400°C, apresentando uma morfologia complexa a 300°C como ilustra a figura 27.

Em uma análise geral foi possível constatar, ao longo das temperaturas isotérmicas estudadas, um refinamento da estrutura inicial do material como já era esperado.

b - Produtos da transformação isotérmica do aço SAE 1070 pré-solubilizado por 1h e 40min a 840°C. Ensaio dilatométrico: austenitizado a 840 °C por 15 minutos. Ataque: picral 5 %. Ampliação: 1050X.

Figura 28: SAE 1070 transformado a 650 °C.

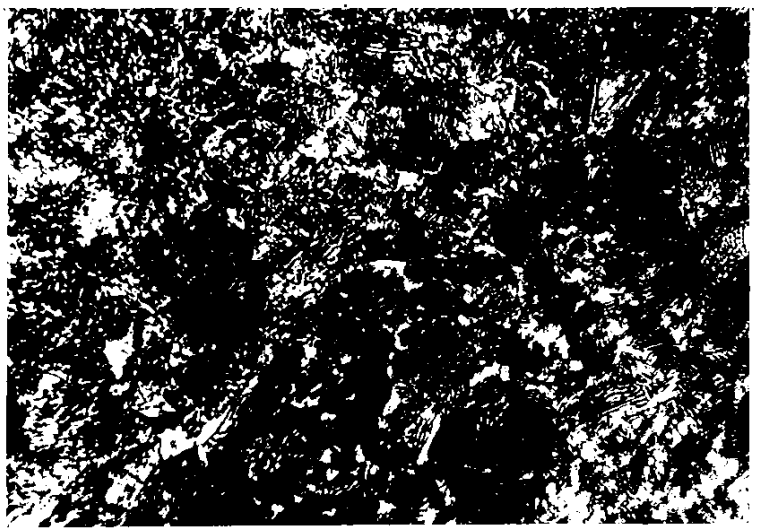

Figura 29: SAE 1070 transformado a 550 °C.

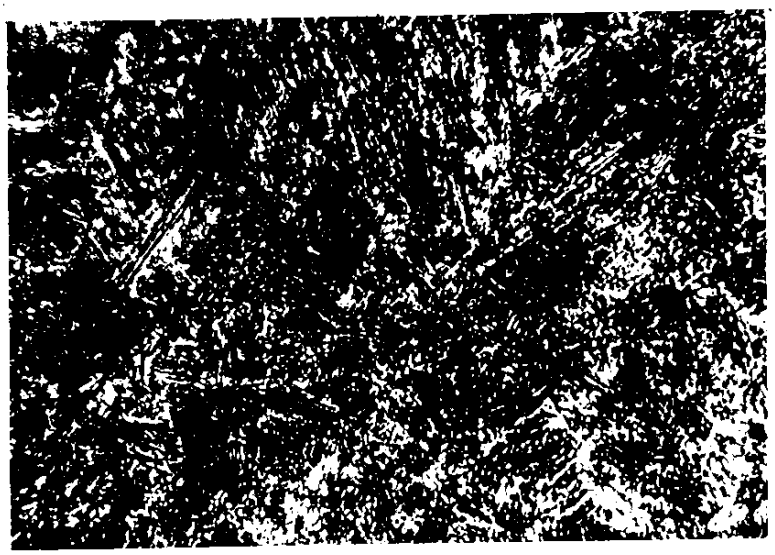

Figura 30: SAE 1070 transformado a 450 ^{o}C.

Figura 31: SAE 1070 transformado a 300 ^{o}C.

Nesta segunda sequência de micrografias do aço SAE 1070 observamos uma evolução mais nítida das transformações isotérmicas ao longo das temperaturas estudadas. Em função de um espaçamento lamelar inicial mais distribuído (ver figura 15b), as transformações nas temperaturas até 550°C (figuras 28 e 29) apresentam uma estrutura perlítica lamelar mais bem definida (colônias de perlita). A ferrita de contorno torna-se mais visível, aparecendo também isoladamente (ilhas).

Na isotérmica de 450°C acentua-se o refinamento da estrutura (figura 30). A transformação bainítica começa a tomar forma a partir de 400°C, adquirindo uma estrutura típica a 300°C (figura 31).

Também neste caso a evolução das transformações isotérmicas apresentam-se em uma sequência lógica e bem definida, como era previsto para este material.

4.3.4 - Resultados de dureza.

Além da análise metalográfica, as medidas de microdureza Vickers contribuíram para a confirmação dos resultados obtidos das transformações isotérmicas da austenita. Os resultados dessas medidas estão sumarizados na tabela 10, onde estão indicados os valores médios já convertidos para a escala Rockwell C (HRC). Esses valores concordam com aqueles previstos na literatura [51] e corrobam com os produtos indicados nas fotomicrografias do itém anterior.

Tabela 10: Valores médios de dureza dos corpos de prova ensaiados no dilatômetro.

(a) pré-solubilizado por 1 hora a 840 ^{o}C;

(b) pré-solubilizado por 1h e 40min a 840 ^{o}C.

T (^{o}C)	DUREZA MÉDIA (HRC)	
	(a)	(b)
650	29	26
600	30	31
550	34	35
500	36	37
450	37	37
400	37	37
300	49	50

5 - CONCLUSÕES

Neste primeiro trabalho realizado no Departamento de Materiais da EESC - USP, utilizando um avançado dilatômetro de têmpera rápida e baseando-se nos objetivos inicialmente propostos, os quais foram plena e satisfatoriamente atingidos, assim como nos resultados aqui apresentados, pudemos destacar:

5.1 - O laboratório de transformações de fases por dilatometria possui agora amplas condições de realizar qualquer ensaio dilatométrico para análise de aços e ligas, permitindo a obtenção de curvas de expansão por resfriamento contínuo ou isotérmico, coeficientes de dilatação, curvas TTT e CCT e ainda simulações de tratamentos térmicos em variados ciclos térmicos;

5.2 - Dependendo de uma análise prévia, materiais cerâmicos e compósitos poderão ser também ensaiados. Pode-se determinar, por exemplo, a temperatura de amolecimento das cerâmicas para estudos de compatibilidade metal / cerâmica;

5.3 - A exploração dos recursos disponíveis do equipamento permitiu-nos uma manipulação segura do mesmo, assim como os procedimentos adequados para sua manutenção e reposição de peças;

5.4 - A verificação da calibração pode ser facilmente executada utilizando-se a liga padrão pyros. O valor do coeficiente de expansão experimental obtido para este padrão concorda satisfatoriamente com a literatura;

5.5 - Apesar das reduzidas dimensões do corpo de prova, observamos uma razoável inércia térmica registrada no diagrama (ver figura 17), que poderia ser reduzida caso o corpo de prova fosse tubular. Essa inércia térmica é tanto maior quanto maior for o superesfriamento;

5.6 - As temperaturas de transformação do ferro α para γ não apresentaram diferenças significativas entre os materiais pré - solubilizados nos dois tempos;

5.7 - A porção vertical no intervalo de transformação α para γ observada na figura 17, é um forte indicativo do pequeno tamanho de grão do material. Este fato confirma que o processo de decomposição da perlita ocorre em uma taxa maior no caso de uma estrutura de lamelas finas (ver figuras 15a e 15b);

5.8 - O valor do coeficiente de expansão obtido para a perlita mostrou estar com um valor compatível, dada a estrutura mista deste microconstituinte (perlita = α + Fe_3C), o que reflete-se de maneira significativa sobre o comportamento de expansão desse material;

5.9 - Nos ensaios isotérmicos, os tempos finais de transformação puderam ser determinados com maior resolução com o refinamento da curva d(dL/Lo)/dt = f'(t);

5.10 - Devido a composição química do aço estudado e principalmente da inércia térmica gerada no resfriamento brusco, os tempos inicias de transformação registrados na tabela 09 não foram considerados como tempos de início de transformação isotérmica, embora aproximam-se satisfatoriamente daqueles previstos na literatura;

5.11 - O modelo proposto por PRADO et alii [31] pode ser confirmado ao plotarmos a curva log dL/Lo vs. log t na isotérmica de 300 ^{o}C, destacando a formação de duas fases consecutivas (ver figura 21);

5.12 - Sendo a cinética da transformação afetada apenas pela taxa de nucleação e sendo também os contornos de grãos favoráveis a nucleação, confirmou-se que o processo de transformação ocorre mais rapidamente no aço de menor granulometria, onde a área de contorno é maior, como é o caso do aço pré-solubilizado por uma hora;

5.13 - Os diagramas TTT do aço SAE 1070 estão de acordo com os resultados pesquisados na literatura;

5.14 - Relativo aos valores de durezas obtidos para os produtos transformados, estes concordam com as características dos microconstituintes. Os menores valores apresentam-se para os pequenos superesfriamentos, onde predomina a formação perlítica (entre 650 e 600 ^{o}C). No caso dos superesfriamentos intermediários (entre 550 e 400 ^{o}C), dada a estrutura mista formada, os valores apresentam uma tendência de estabilidade elevando-se subitamente para um superesfriamento maior (300 ^{o}C), onde produtos de característica bainítica estão presentes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1 - DAVENPORT, E.S.; BAIN, E.C. Transformation of austenite at constant subcritical temperatures. Metal. Trans., v.1, n.12, p.3479-3530, Dec., 1970.

2 - LAKHTIN, Y. Engineering physical metallurgy. 3ª ed. Moscow, Mir, 1968, cap.4, p.63-65.

3 - AZEVEDO, A.L.T.; GODOY, A.C. de; JUSTE, P.S. Levantamento da curva CCT do aço SAE 1050. Metal. ABM, v.32, n.221, p.235-241, Abr., 1976.

4 - HADRICH, W.; KAISERBERGER, E.; PFAFFENBERGER, H. Modern dilatometry in industrial R&D and quality assurance. Ind. Res. & Develop.,v.22, n.10, p.165-167, Oct., 1980.

5 - MORREL, R. Dilatometry in materials science. In: PHYSICAL AND ELASTIC CHARACTERIZATION. London, 8 March, 1989. Proceeding Conference. Inst. of Metals. p.22-54.

6 - HONEYCOMBE, R.W.K. Aços: Microestrutura e Propriedades. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian. 1985. p.164.

7 - MIZOUCHI, N. High pressure dilatometer up to 22 kbar. Rev. Sc. Instr., v.44, n.1, p.28-31, Jan., 1972.

8 - TANWAR, L.S.; WASAN, V.P.; KUNZMANN, H. New dilatometer based on an electro - optical measurement technique. J. Phys. E, v.19, n.12, p.1037-1038, Dec., 1986.

9 - ZHUK, A.Z.; PATUKHOV, V.A.; CHEKHOVSKOI, V.Ya. Laser high temperature dilatometer. Meas. Tech., v.29, n.10, p.947-950, Oct., 1986.

10 - SHARLANDJIEV, P.; MINTCHEV, G.; GOSPODINOV, M.; SLAVTCHEVA, A. Laser Dilatometer. Opt. Lasers Eng., v.7, n.2, p.91-99, 1986.

11 - ONUFRIEV, S.V.; PETUKHOV, V.A.; CHEKHOSKOI, V.Ya. High temperature photoelectric dilatometer. Meas. Tech., v.29, n.10, p.950-953, Oct., 1986.

12 - BOWLES, R.; SUGARMAN, B. An automatic recording dilatometer. J. Sci. Instr., v.40, n.3, p.117-120, 1963.

13 - BARFORD, J. An automatic recording differential dilatometer. J. Sci. Instr., v.40, n.9, p.444-445, 1963.

14 - MOYER, J.M.; ANSELL, G.S. The volume expansion accompanying the martensite transformation in iron - carbon alloys. Metal. Trans. A, v.6A, n.9, p.1785-1791, Sept. 1975.

15 - APRAIZ BARREIRO, J. Tratamientos termicos de los aceros, 8. ed., Madrid, Dossat, 1985, cap. II, p.51.

16 - EVSYUKOV, M.F. Differential dilatometer. Ind. Lab., v.50, n.2, p.52-53, Feb., 1984.

17 - BASARGIN, O.V.; LONGINOV, M.F.; BAIKOV, A.M.; SVISTUNOVA, E.L.; ALIPOV, A.N. Aspects of high-speed dilatometry as a method of examining transition in steels and alloys. Meas. Tech., v.29, n.10, p.967-970, Oct., 1986.

18 - LIFANOV, I.I.; SHERSTYUKOV, N.G.; CHIRULOV, L.N.; EVEGEN'EVA, L.N.; KOLBANISKOVA, A.I. Testing of dilatometers of the DKV-1 and Chevenard types. Meas Tech., v.8, n.8, p.1068-1070, 1969.

19 - AMANTUNI, A.N.; MALYUTINA, T.I.; CHEKHOVSKI, V.Ya.; PETRUKHOV, V.A. Standard samples for dilatometry. H.Temp, H. Pres., v.8, n.5, p.565-570, 1976.

20 - APRAIZ BARREIRO, J. Tratamientos termicos de los aceros. 8 ed., Madrid, Dossat, 1985, cap. II, p.56.

21 - TAKAHASHI, M.; BHADESHIA, H.KD.H. The interpretation of dilatometric data for transformation in steels. J. of Mat. Sci. Let., v.8, n.4, p.477-478, Apr., 1989.

22 - HAWBOLT, E.B.; KAMAT, R.; CHAU, B.; BRIMACOMBE, J.K. Application of isothermal phase transformation kinetics to predict continuous cooling behaviour. In: PHASE TRANSFORMATION' 87. Cambridge, 6 - 10, July, 1987. Proceeding Conference. Inst. of Metals. p.522-525.

23 - AMERICAN SOCIETY FOR TEST MATERIALS. Standard test method for linear thermal expantion of rigids solids with a vitreous silica dilatometer. E228-89. In:_____. Annual book of ASTM standards - 1990. v.11, p.293.

24 - KENNON, N.F. Schematic transformation diagrams for steel. Metal. Trans. A, v.9A, n.1, p.57-66, Jan., 1978.

25 - KANG, M.K.; CHEN, D.M.; YANG, S.P.; HU, G.L. The time - temperature - transformation diagram within the medium temperature range in some alloys steels. Metal. Trans. A, v.23A, n.3, p.785-795, Mar., 1992.

26 - LAKHTIN, Y. Engineering physical metallurgy. 3 ed. Moscow, Mir, 1968, cap. 8, p.178.

27 - MARDER, A.R.; BRANFITT, B.L. Effect of continuous cooling on the morphology and kinetics of pearlite. Metal. Trans. A, v.6A, n.11, p.2009-2014, Nov., 1975.

28 - LANG, C.; MEYER, L. Pearlitic transformation and properties of high carbon steels. In: PHASE TRANSFORMATION' 87. Cambridge, 6 - 10, July, 1987. Proceeding Conference. Inst. of Metals. p.455-458.

29 - MARDER, A.R. Structure - property relationships in ferrous transformation products. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON PHASE TRANSFORMATION IN FERROUS ALLOYS. Philadelphia, Pennsylvania, 4 - 6, Oct. 1983. Proceeding Conference. Metallurgical Society of AIME. p.11-41.

30 - CHENG, L.; BRAKMAN, C.M.; KOREVAAR, B.M.; MITTEMEIJER, E.J The tempering of iron-carbon martensite: dilatometric and calorimetric analysis. Metal. Trans.- A, v.19A, n.10, p.2415-2426, Oct., 1988.

31 - PRADO, J.M.; CATALAN, J.J.; MARSAL, M. Dilatometric study of isothermal phase transformation in C-Mn steel. J. of Mat. Sci., n.25, p.1939-1946, 1990.

32 - KUBAN, M.B.; JAYARAMAN, R.; HAWBOLT, E.B.; BRIMACOMBE, J.K An assessment of additivity principle in predicting continuous cooling austenite to pearlite transformation kinetics, using isothermal transformation data. Metal. Trans. A, v.17A, n.9, p.1493-1503, Sept., 1986.

33 - KASPAR, R.; HOPPE, H. Modified deformation dilatometry. Materialprüfung, v.32, n.6, p.186-189, 1990.

34 - UNITED STATES STEEL. Atlas of isothermal transformation diagrams. 4 ed., Pittsburg, 1961. p.6.

35 - APRAIZ BARREIRO, J. Tratamientos térmicos de los aceros. 8 ed., Madrid, Dossat, 1985. cap V, p.145.

36 - KVASHA, A.V.; D'AYACHENKO, V.S.; D'AYACHENKO, S.S. Effect of the grain size on the inhibition of $\alpha - \gamma$ transformation in continuous heating of steel. Metal Sci. and Heat Treat., v.30, n.3-4, p.259-263, 1988.

37 - TSCHIPTSCHIN, A.P.; FALLEIROS, I.G.S. Influência da temperatura de austenitização nas curvas TTT de um aço hipereutetóide. Metal. ABM, v.48, n.322, p.495-500, Set., 1984.

38 - PORTER, D.A.; EASTERLING, K.E. Phase transformation in metals and alloys. London, Chapman and Hall. cap.1, p.1-3; 55-56, 1990.

39 - PROKOSHIKIN, S.D.; MOZZHUKHIN, V.Ye.; KARABASOVA, L.V.; SAVEL'YEVA, V.V.; YERMACHENKO, I.V.; KAPUTKIN, D.Ye. Dilatometric effects and structure changes during tempering of quenched carbon steel. Phys. of Metals and Metal., v.62, n.3, p.81-91, 1986.

40 - HAWBOLT, E.B.; CHAU, B.; BRIMACOMBE, J.K. Kinetics of austenite - ferrite and austenite - pearlite transformation in a 1025 carbon steel. Metal Trans. A, v.16A, n.4, p.565-578, Apr.,1985.

41 - BROWN, I.H.; IDE, B.H. Dilatometer for measuring dimensional change in dental amalgama. J. Phys. E, v.19, n.2, p.123-124, Feb., 1986.

42 - ANGERS, R.; DUBÉ, D. The alpha - gamma transformation mechanisms in iron particles. Metal. Trans. A, v.18A, n.6, p.1151-1153, Jun., 1987.

43 - ZHURAVSKII, E.P.; ZAKHARENKO, V.G.; SIVOLODSKAYA, N.N.; SEMENOV, V.V. Dilatometer for determining polymer vitrification temperature. Meas. Tech., v.29, n.10, p.970-972, Oct., 1986.

44 - TSCHIPTSCHIN, A.P. Formação de perlita esferoidizada em aço hipereutetóide. São Paulo, 1982. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da USP. p.38-39.

45 - UNITED STATES STEEL. Atlas of isothermal transformation diagrams. 4 ed., Pittsburg, 1961. p.26, 41-42.

46 - CHRISTIAN, J.W. The theory of transformation in metals and alloys (An advanced textbook in physical metallurgy). Part I: Equilibrium and general kinetic theory. 2 ed. Oxford, England. Pergamon Press, 1981, p.1-20.

47 - TSCHIPTSCHIN, A.P. Formação de perlita esferoidizada em aço hipereitetóide. São Paulo, 1982. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da USP. p.15-17.

48 - HULL, F.C.; COLTON, R.A.; MEHL, R.F. Rate of nucleation and rate of grow of pearlite. Trans. of the AIME, v.150, p.185, 1942.

49 - ROBERTS, G.A.; MEHL, R.F. Effect of inhomogeneity in austenite on the rate of the austenite - pearlite reaction in plain carbon steels. Trans. of the AIME v.154, p.318, 1943.

50 - DAVENPORT, E.S.; GRANGE, R.A.; HAFSTEN, R.J. Influence of austenite grain size on isothermal transformation. Trans. of the AIME, v.145, p.301, 1941.

51 - KRAUSS, G. Principles of heat treatment of steel. Metals Park, Ohio, ASM, 1980, cap. 6, p.128.

52 - CAHN, R.W. Physical Metallurgy. 2ª ed., 1974, North - Holland Publishing Comp. cap. 10, p. 516.

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR.

1 - ROTHERY, W.H.; RAYNOR, G.V. The structure of metals and alloys. 3 ed. New York, Inst. of Metals, 1954, p.260-279.(Monograph and Report Series, n.1).

2 - BARRETT, C.S.; MASSALSKI, T.B. Structure of metals : crystallographic methods, principles and data. 3 ed. rev., v.35. Oxford, England, Pergamon Press, 1987. p.510-526.

3 - SILVA, A.L.C; MEI, P.R. Aços e ligas especiais. 2 ed. Sumaré, Eletrometal, 1988, p.47-92.

4 - WILLIAM, G.M.; PEARSALL, G.W.; WULFF, J. The structure and properties of materials. Vol. I: Structure. John Wiley & Sons. 1964, p.175-200.

5 - SHEWMON, P.G. Transformation in metals. McGraw - Hill London, 1969. p.209-285.