UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

DANIEL SCHULLER

Determinação da tenacidade à fratura do aço aeronáutico 300M, submetido a diferentes parâmetros de tratamentos térmicos e criogenia, utilizando técnica de corpo cilíndrico com entalhe

São Carlos
2016

DANIEL SCHULLER

Determinação da tenacidade à fratura do aço aeronáutico 300M, submetido a diferentes parâmetros de tratamentos térmicos e criogenia, utilizando técnica de corpo cilíndrico com entalhe

Versão Corrigida
Original na unidade

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientadora: Lauralice de Campos F. Canale

**São Carlos
2016**

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

S291d Schuller, Daniel
Determinação da tenacidade à fratura do aço aeronáutico 300M, submetido a diferentes parâmetros de tratamentos térmicos, utilizando técnica de corpo cilíndrico com entalhe / Daniel Schuller; orientadora Lauralice de Campos F. Canale. São Carlos, 2016.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento Caracterização e Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2016.

1. Tenacidade à Fratura. 2. Aço aeronáutico. 3. Aço 300M. 4. Corpo cilíndrico com entalhe. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro **DANIEL SCHULLER**.

Título da dissertação: "Determinação da tenacidade à fratura do aço técnica de 300M, submetido a diferentes parâmetros de tratamentos térmicos e criogenia, utilizando técnica de corpo cilíndrico com entalhe".

Data da defesa: 23/03/2016

Comissão Julgadora:

Profa. Titular **Lauralice de Campos Franceschini Canale**
(Orientadora)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Prof. Dr. **Herman Jacobus Cornelis Voorwald**
(Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP - Guaratinguetá)

Ms. **Valdemir Soares de Campos**
(EMBRAER)

Resultado:

Aprovado

APROVADO

Aprovado

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais:
Prof. Associado **Antonio José Felix de Carvalho**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Paulo César Lima Segantine**

***Dedico este trabalho aos meus pais, por todo
esforço e dedicação na minha educação,
durante toda minha vida;***

AGRADECIMENTOS

Agradeço especialmente aos meus pais **Vilson** e **Elisabete** e meu irmão **André**, pelo apoio constante e dedicação durante toda minha vida, e por sempre estarem ao meu lado, principalmente nos momentos mais difíceis, buscando o melhor para meu crescimento e educação.

A todos os meus familiares por me proporcionarem a união e carinho familiar que tanto me ajudam e me dão base para seguir em frente.

À minha noiva, e futura esposa, **Maria Fernanda**, pelo companheirismo e incentivo principalmente nos momentos mais difíceis durante esta caminhada e realização dos meus sonhos.

Agradeço muito à minha orientadora **Lauralice Canale** pela confiança dedicada a mim que, mesmo com a dificuldade geográfica e de dedicação devido ao vínculo empregatício, me deu a oportunidade de me orientar e me guiar no desenvolvimento desta pesquisa.

À Universidade Estadual Paulista – UNESP, pela educação e conhecimento proporcionado durante a graduação, e todos os meus professores que sempre contribuíram para meu crescimento durante toda a vida.

À Escola de Engenharia de São Carlos e em especial a todos os professores e funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC – USP por propiciar a oportunidade e o ambiente de desenvolvimento para este trabalho de Mestrado.

Ao IMT – *Institute of Metals and Technology* de Ljubljana – Eslovênia, em especial na figura do professor Vojteh Leskovšek, que me proporcionaram a oportunidade para aprender muito durante o período de desenvolvimento dos ensaios em que estive presente naquele maravilhoso país. Além disso, sou muito grato também pelo acolhimento e cuidado recebido de toda família, Beba, Luka, Maila e Teja.

Agradeço à Embraer pelo incentivo ao crescimento pessoal e profissional, viabilizando a execução desse trabalho de pesquisa.

Às empresas SILTOMAC Máquinas para Pecuária e MARWAL Tratamentos Térmicos, pelo auxílio prestado com os corpos de prova, bem como aos técnicos do departamento de Engenharia de Materiais e ao colega Luigi, que tanto me ajudaram na execução das atividades da pesquisa.

Aos amigos de infância Bean e André, assim como todos os amigos da faculdade, como Toninho, Vinão, Zanga e Boi, onde a amizade perdura fortemente até hoje e que sempre estiveram ao meu lado principalmente nas melhores lembranças. Aos amigos de república de São José dos Campos e aos amigos feitos nesse período de estudos, membros e agregados da “Nossa Rep”, por me ajudarem durante todo o Mestrado, propiciar muitas risadas e uma morada durante as frequentes viagens a São Carlos.

Enfim, a todos que de alguma maneira sempre torceram e contribuíram para a realização deste trabalho, e de uma forma e de outra estão presentes em minha vida.

“Os problemas que vem da vitória são mais agradáveis do
que os da derrota, mas igualmente difíceis”.

Winston Churchill

RESUMO

SCHULLER, D. **Determinação da tenacidade à fratura do aço aeronáutico 300M, submetido a diferentes parâmetros de tratamentos térmicos e criogenia, utilizando técnica de corpo cilíndrico com entalhe.** 147p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

Foi realizado estudo sobre a influência da variação de alguns parâmetros do tratamento térmico de têmpera e revenimento, bem como aplicação de criogenia, na tenacidade a fratura do aço aeronáutico 300M, com a utilização da técnica de corpo cilíndrico com entalhe. Primeiramente, realizou-se a construção da curva de transição dúctil frágil, através de ensaio Charpy, para amostras submetidas a dois tratamentos térmicos, 1 - Têmpera seguida de Revenimento, 2 - Têmpera seguida de criogenia e revenimento. Não foi observada influência significativa da aplicação da criogenia (tratamento de numero 2) na curva de transição dúctil-frágil em comparação com o tratamento térmico número 1. Em um segundo momento, com o auxílio da técnica de ensaio de corpo cilíndrico com entalhe, realizou-se a medição da tenacidade à fratura das amostras do aço 300M submetido a quatro diferentes tratamento térmicos, Q, V, C e D. Os tratamentos variavam entre si principalmente pela temperatura de austenitização. Os valores de dureza para as amostras submetidas a criogenia (V e D) foram maiores que as dos tratamentos sem criogenia (Q e C), e também apresentaram tenacidade à fratura menor. Com relação à temperatura de austenitização, observou-se que os tratamentos C e D, austenitizados a 980°C, propiciaram a completa dissolução de precipitados primários da matriz, elevando a tenacidade à fratura com relação aos tratamentos realizados na faixa de 870°C, Q e V, superando também os efeitos negativos para a tenacidade à fratura devido ao aumento no tamanho de grão.

Palavras-chave: Tenacidade à Fratura; Aço Aeronáutico; Aço 300M; Corpo cilíndrico entalhado;

ABSTRACT

SCHULLER, D. **Fracture toughness determination for 300M aeronautic steel, with different heat treatment parameters and deep cryogenic, using the circumferentially round notched specimens technique.** 147p. Dissertation (Master Degree) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

This work studies the influence of the variation for some parameters on quenching and tempering heat treatment, and also deep cryogenic application, on aeronautic steel 300M fracture toughness. First, the ductile-brittle curve was constructed, by Charpy test, for samples submitted for three heat treatments, 1 – Quenching and Tempering, 2 – Quenching, deep cryogenic and tempering. No significant influence of deep cryogenic treatment addition (heat treatment 2) on ductile-brittle curve was observed in comparison with heat treatment 1.. After that, the fracture toughness for 300M steel, submitted for heat treatments Q, V, C e D, was measured using circumferentially notched specimens technique. The main difference among these heat treatments is about austenitizing temperature. For heat treatments with deep cryogenic treatment (V and D), the hardness values were bigger than the ones without this and, analyzing fracture toughness, it was lower than the treatments without cryogenic treatment. Regarding austenitizing temperature, all heat treatments with higher austenitizing temperature at 980°C (C and D), allows complete dissolution of carbides and prior precipitates particles. Its effect was observed that this characteristic increase the fracture toughness when it is compared with others heat treatments with lower austenitizing temperature at 870°C (Q and V). This improvement is enough to overcome the grain size grown negative effects for fracture toughness.

Keywords: Fracture toughness; Aeronautic steel; 300M steel; Circumferentially notched specimen;

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1: Curva CCT para o aço AISI 4340 (BAYER, 2013).</i>	32
<i>Figura 2: Curvas de transição dúctil-frágil para amostras do aço AISI 4340 submetidas a diferentes temperaturas de austenitização e revenimento (adaptado de KWON & CHA, 1988).</i>	35
<i>Figura 3: Curva CCT padrão para o aço 300M.</i>	38
<i>Figura 4: Curva de tensão e deformação verdadeira antes da fratura (adaptado de ROUMINA, 2013).</i>	42
<i>Figura 5: Curva de tensão deformação verdadeira até fratura (adaptado de ROUMINA, 2013).</i>	42
<i>Figura 6: Variação do limite de resistência à tração e tensão de escoamento em função da temperatura de revenimento por 2 horas (Δ) e 48 horas (O) para o aço AISI 4340 temperado a partir de 850°C de austenitização (adaptado de LEE & SU, 1999).</i>	44
<i>Figura 7: Efeito da criogenia na tenacidade à fratura, limite de escoamento e limite de resistência à tração de resistência do aço 300M (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).</i>	46
<i>Figura 8: Comparação de absorção de energia ao impacto para o aço AISI 4340 com e sem aplicação de criogenia (adaptado de ZHIRAFAR et al., 2007).</i>	47
<i>Figura 9: Modos de abertura de trinca (adaptado de LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).</i>	50
<i>Figura 10: Corpo de prova padrão para ensaio de tenacidade à fratura conforme ASTM E399. Onde “a” representa a distância do centro do furo até a ponta da trinca por fadiga e “B” representa W/2 (DOWLING, 1999).</i>	51
<i>Figura 11: Corpo de prova de LNSP (Linear Notched Small Punched Test) ensaiado (XU & GUAN, 2013).</i>	53
<i>Figura 12: Aplicação de flexão 3 pontos em corpo de prova de diamante entalhado por laser, colado em barra de bronze, para geração de pré-trinca controlada (JIANG et al., 2000).</i>	53
<i>Figura 13: Trincas geradas ao redor e nos cantos da indentação gerada no ensaio de dureza Vickers (NOLAN et al., 2006).</i>	54
<i>Figura 14: Corpo cilíndrico com entalhe e detalhe para a pré trinca, formada após ciclagem para propagação em fadiga (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).</i>	56
<i>Figura 15: Apresentação esquemática de superfície com fratura excêntrica e as variáveis</i>	

<i>(LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).</i>	61
<i>Figura 16: Gráfico de tenacidade à fratura versus correlação de excentricidade (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).</i>	61
<i>Figura 17: Formação de microvazios nas partículas de inclusões ou precipitados com a região de deformação plástica intensa na ponta da trinca (LESKOVSEK et al., 2002).</i>	63
<i>Figura 18: Tenacidade à fratura de liga de alumínio em função do volume de fração de inclusões (LESKOVSEK et al., 2002).</i>	64
<i>Figura 19: Efeito da temperatura de austenitização na morfologia do grão de austenita com tempo de encharque de 5 minutos: 850°C (a); 950°C (b) e 1050 °C (c) (ZHANG et al., 2011).</i>	65
<i>Figura 20: Efeito da temperatura de austenitização no tamanho de grão para amostras de aço 300M. Tempo de encharque de 5 minutos (adaptado de ZHANG et al., 2011).</i>	67
<i>Figura 21: Efeito do tempo de encharque no tamanho de grão de austenita para amostras austenitizadas a 900°C e 1050°C (adaptado de ZHANG et al., 2011).</i>	68
<i>Figura 22: Relação entre tenacidade à fratura e tamanho médio de grão por diâmetro de zona plástica para aço ferramenta (adaptado de LESKOVŠEK et al., 2002).</i>	69
<i>Figura 23: Efeito do meio de tempera na fração de austenita retida para aço baixa liga 3Cr-Mo (BAKHSHESHI-RAD et al., 2011).</i>	71
<i>Figura 24: Efeito da temperatura isotérmica de transformação e tratamento convencional na tenacidade à fratura do aço 300M (adaptado de TOMITA & OKAWA, 1993).</i>	72
<i>Figura 25: Valores de tenacidade à fratura KIC versus dureza Rockwell C para aço rápido AISI M2 (adaptado de LESKOVŠEK et al., 2002).</i>	73
<i>Figura 26: Efeito da variação da temperatura de revenimento no Limite de Resistência à Tração, Limite de Escoamento e Redução de Área do aço AISI 4340 (adaptado de ZHIRAFAR, 2005).</i>	75
<i>Figura 27: Variação na energia absorvida ao impacto de acordo com a temperatura de revenimento para amostras austenitizadas em 870°C (a), 1030°C (b) e 1200°C (c) e testadas a 23°C, -95°C e -196°C (adaptado de KWON et al., 1988).</i>	78
<i>Figura 28: Efeito da temperatura de revenimento na tenacidade à fratura em do aço 300M para quatro temperaturas de austenitização distintas, 870°C, 980°C, 1092°C e 1200°C (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).</i>	81
<i>Figura 29: Partículas elipsoidais não diluídas na matriz de martensita em corpo de prova temperado a partir da temperatura de austenitização de 870°C (YOUNGBLOOD &</i>	

RAGHAVAN, 1977).	82
Figura 30: Efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura de deformação plana para o aço 30M em diferentes temperaturas de revenimento (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).	84
Figura 31: Efeito da temperatura de revenimento no limite de escoamento do aço 300M para as diferentes temperaturas de austenitização aplicadas (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).....	88
Figura 32: Efeito da temperatura de revenimento no limite de resistência à tração do aço 300M para quatro temperaturas distintas de austenitização (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).....	88
Figura 33: Corpo de prova padrão Charpy conforme norma ASTM E23.	91
Figura 34: Esquema de corte de segmentos da barra de matéria prima para usinagem final dos corpos de prova cilíndricos.	92
Figura 35: Parâmetros e dimensões finais de usinagem do corpo de prova cilíndrico.	92
Figura 36: Corpo de prova cilíndrico com entalhe usinado pela empresa SILTOMAC.	92
Figura 37: Equipamentos utilizados para realização da austenitização dos corpos de prova; a) Foto do forno utilizado; b) Disposição do recipiente contendo as amostras dentro do forno; c) Corpos de prova inseridos em carvão.....	95
Figura 38: Forno a vácuo Ipsen VTTC324-R de câmara simples com sistema de têmpera a gás de alta pressão do laboratório de tratamento térmico do IMT - Institute of Metals and Technology.	96
Figura 39: Corpos de prova posicionados com distância mínima de dois centímetros cada com corpo de prova de controle.....	96
Figura 40: Armação metálica dentro do forno com posicionamento dos termopares no corpo de prova de controle e ambiente.....	97
Figura 41: Posicionamento da armação metálica dentro do forno à Vácuo para início dos tratamentos térmicos.	98
Figura 42: Painel de controle com programação do tratamento térmico a ser realizado pelo forno a Vácuo.....	98
Figura 43: Ciclo genérico de tratamento térmico de têmpera, criogenia e revenimento.	99
Figura 44: Dispositivo e cooler utilizados durante banho criogênico dos corpos de prova	

<i>imersos em nitrogênio líquido por 72 horas.</i>	<i>100</i>
<i>Figura 45: Peças posicionadas na bandeja para imersão lenta em nitrogênio líquido seguido de permanência na câmara por 25 horas.</i>	<i>100</i>
<i>Figura 47: Máquina de ensaio de dureza Rockwell C do Laboratório de Ensaios Mecânicos do departamento de Engenharia de Materiais – USP São Carlos Campus II.</i>	<i>101</i>
<i>Figura 47: Amostras submetidas à temperatura ambiente após permanência de 25 horas em nitrogênio líquido.</i>	<i>101</i>
<i>Figura 48: Máquina de ensaio de tenacidade à fratura do laboratório de Ensaios Mecânicos do departamento de Engenharia de Materiais – USP São Carlos Campus II.</i>	<i>102</i>
<i>Figura 49: a) Posicionamento do medidor de força de travamento e carretilha para aplicação de força radial na peça; b) Registro gráfico de sinal de força radial aplicada por tempo.</i>	<i>104</i>
<i>Figura 50: Posicionamento do corpo de prova para tracionamento na máquina Instron pelo dispositivo</i>	<i>106</i>
<i>Figura 51: Gráfico genérico de relação de força de tração x deslocamento até ruptura dos corpos de prova ensaiados (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).</i>	<i>107</i>
<i>Figura 52: Medição de dureza de cada parte da amostra após quebra.</i>	<i>108</i>
<i>Figura 53: a) Microscópio óptico com aumento de 40x; b) Medição de diâmetro de fratura dúctil e frágil; c) Medições realizadas em cada corpo de prova; d) Diferenciação das regiões de pré-trinca, fratura dúctil e fratura frágil.</i>	<i>110</i>
<i>Figura 54: a) Planilha de compilação de dados com as principais informações do ensaio; b) Gráfico de força radial x tempo para formação da pré-trinca; c) Gráfico de carga aplicada x deformação do ensaio de quebra dos corpos de prova.</i>	<i>112</i>
<i>Figura 55: Microscópio eletrônico de varredura do laboratório de metalografia do IMT - Institute of Metals and Technology de Ljubljana – Eslovênia.</i>	<i>113</i>
<i>Figura 56: Curva de transição dúctil-frágil para os tratamentos térmicos 1 - Têmpera + Revenimento, 2 – Criogenia</i>	<i>117</i>
<i>Figura 57: Foto da região de nucleação de trinca para os corpos de prova Charpy submetido a tratamento térmico 1 - Têmpera e Revenimento, com ampliação de 30x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a), -70°C (figura 119</i>	
<i>Figura 58: Fotos das regiões de nucleação de trinca para corpo de prova Charpy submetido a tratamento térmico 1 - Têmpera e Revenimento, com ampliação de 2000x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a) com identifica</i>	

.....	121
<i>Figura 59: Região de nucleação de trinca para corpo de prova Charpy submetido a tratamento térmico 3 – Têmpera, Criogenia e Revenimento, com ampliação de 30x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a), 0°C (figura b).</i>	122
<i>Figura 60: Fotos das regiões de nucleação de trinca para corpos de prova Charpy submetidos a tratamento térmico 3 – Têmpera, Criogenia e Revenimento, com ampliação de 2000x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a).</i>	124
<i>Figura 61: Gráficos de força radial aplicada x tempo para execução de pré trinca nas amostras dos tratamentos térmicos C.</i>	125
<i>Figura 62: Gráficos de força de tração aplicada x deformação para os corpos de prova de maior e menor tenacidade à fratura do tratamento térmico C.</i>	126
<i>Figura 63: Fractografia das amostras dos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente) mostrando região de propagação de trinca, região de fratura dúctil e região de fratura frágil respectivamente com aumento de 50x realizado em MEV.</i>	131
<i>Figura 64: Fractografia da região de pré-trinca com ampliação de 5000x e 10000x para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente).</i>	133
<i>Figura 65: Fractografia da região de fratura dúctil com ampliação de 10000x e 50000x para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente) em MEV.</i>	135
<i>Figura 66: Fractografia da região de propagação rápida da trinca durante ensaio de quebra dos corpos de prova para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente). Aumento de 5000 vezes no MEV.</i>	136
<i>Figura 67: Metalografia da amostra do tratamento térmico Q.</i>	137
<i>Figura 68: Metalografia da amostra do tratamento térmico C.</i>	138

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Tabela de classificação dos aços conforme AISI – SAE.....	27
Tabela 2: Composição química padrão do aço AISI 4340.....	31
Tabela 3: Valores típicos de Energia de impacto e tenacidade à fratura para o aço AISI 4340 em diferentes valores de dureza	34
Tabela 4: Composição química padrão do aço 300M.	37
Tabela 5: Tenacidade à fratura e propriedades mecânicas do aço 300M temperado e revenido a partir de 870°C e 300°C respectivamente	39
Tabela 6: Propriedades mecânicas do aço 300M de acordo com a temperatura de revenimento aplicada. Têmpera a partir de 870°C.....	40
Tabela 7: Variação da tenacidade à fratura com relação à temperatura de ensaio.....	43
Tabela 8: Composição química da matéria prima fornecida para os ensaios conforme AMS 6419.....	91
Tabela 9: Tratamentos térmicos aplicados nos corpos de prova para ensaio de transição dúctil-frágil e ensaio de tenacidade à fratura.....	94
Tabela 10: Valores médios de dureza Rockwell C medida nos 13 corpos de prova de cada tratamento térmico.	115
Tabela 11: Valores de energia absorvida em Joules para cada corpo de prova ensaiado.	116
Tabela 12: Valores médios de tensão de ruptura obtidos no ensaio de quebra dos corpos de prova.....	126
Tabela 13: Valores médios de dureza obtidos para os tratamentos térmicos Q, V, C e D.	127
Tabela 14: Valores médios de diâmetro de fratura frágil para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos código Q, V, C e D.....	128
Tabela 15: Valores médios calculado de tenacidade à fratura de acordo com o tratamento térmico.....	128

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	27
1.1.	AÇOS.....	27
1.2.	OBJETIVOS DO TRABALHO	29
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	31
2.1.	AÇO AISI 4340	31
2.1.1.	Dados Gerais AISI 4340	31
2.1.2.	Propriedades Mecânicas AISI 4340	32
2.2.	AÇO 300M	36
2.2.1.	Dados Gerais 300M.....	36
2.2.2.	Propriedades Mecânicas Aço 300M.....	38
2.3.	TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	43
2.3.1.	Têmpera e Revenimento.....	43
2.3.2.	Criogenia	44
2.4.	TENACIDADE A FRATURA	49
2.4.1.	Mecânica da Fratura	50
2.4.2.	Métodos Alternativos para Determinação de Tenacidade à Fratura	52
2.4.3.	Técnica de Corpo Cilíndrico com Entalhe.....	54
2.4.4.	Fatores de Influência na tenacidade à fratura	62
2.5.	TENACIDADE PARA AÇO 300M	80
3.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	91
3.1.	MATÉRIA PRIMA.....	91
3.2.	CORPOS DE PROVA	91
3.3.	TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	93
3.3.1.	Têmpera e Revenido	94
3.3.2.	Criogenia	99
3.4.	ENSAIO DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL.....	101
3.5.	ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA.....	103
3.5.1.	Pré Trinca	103
3.5.2.	Quebra dos Corpos de Prova	106
3.5.3.	Medições de Dureza.....	107
3.5.4.	Cálculo de Tenacidade à Fratura.....	108

3.6.	ANÁLISES	112
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	115
4.1.	CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL FRÁGIL	115
4.1.1.	Valores de Dureza	115
4.1.2.	Ensaio Charpy	115
4.1.3.	Fractografia	118
4.2.	ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA	124
4.2.1.	Pré-Trinca	124
4.2.2.	Quebra dos corpos de prova	125
4.2.3.	Dureza	127
4.2.4.	Diâmetro de fratura	127
4.2.5.	Tenacidade à fratura	128
4.2.6.	Fractografia	130
5.	CONCLUSÕES	139
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	141
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	143

1. INTRODUÇÃO

1.1. AÇOS

Os aços são compostos principalmente por ferro e carbono e demais elementos de liga. Para ser considerada uma liga de aço, a porcentagem do carbono deve variar entre 0,008% a 2,14%. Os ferros fundidos diferenciam-se dessa categoria pelo seu teor de carbono que varia entre 2,14% a 6.67% (METALS HANDBOOK V.3, 1993).

Usualmente são acrescentados outros elementos químicos nas ligas de aço a fim de se obter propriedades mecânicas desejadas para determinada aplicação, que são chamados de elementos de liga (METALS HANDBOOK V.3, 1993).

Dada a grande variedade de tipos de aço, foram criados sistemas de classificação para divisão em grupos. Os aços podem ser classificados por diferentes parâmetros como quantidade de carbono, composição química, aplicação, processo de acabamento, nível de resistência mecânica, tratamento térmico, entre outros.

A tabela 1 a seguir mostra a designação usual da AISI e SAE que levam em conta a composição química dos aços.

Tabela 1: Tabela de classificação dos aços conforme AISI – SAE (CHIAVERINI, 2005).

DESIGNAÇÃO AISI - SAE	DESCRIÇÃO
10xx	Aços carbono
11xx	Aços carbono com muito enxofre e pouco fósforo
12xx	Aços carbono com muito enxofre e muito fósforo
13xx	Manganês (1,75%)
23xx	Níquel (3,5%)
25xx	Níquel (5%)
31xx	Níquel (1,5%), cromo (0,6%)
33xx	Níquel (3,5%), cromo (1,5%)
40xx	Molibdênio (0,2 ou 0,25%)
41xx	Cromo (0,5; 0,8 ou 0,95%), molibdênio (0,12; 0,2 ou 0,3%)
43xx	Níquel (1,83%), cromo (0,5 ou 0,8%), molibdênio (0,25%)
44xx	Molibdênio (0,53%)
46xx	Níquel (0,85 ou 1,83%), molibdênio (0,2 ou 0,25%)
47xx	Níquel (1,05%), cromo (0,45%), molibdênio (0,25%)

48xx	Níquel (3,50%), molibdênio (0,25%)
50xx	Cromo (0,28% ou 0,40%)
51xx	Cromo (0,80, 0,90, 0,95, 1,00 ou 1,05%)
61xx	Cromo (0,80 ou 0,95%), vanádio (0,10 ou 0,15%)
86xx	Níquel (0,55%), cromo (0,50 ou 0,65%), molibdênio (0,20%)
87xx	Níquel (0,55%), cromo (0,50%), molibdênio (0,25%)
92xx	Manganês (0,85%), silício (2,00%)
93xx	Níquel (3,25%), cromo (1,20%), molibdênio (0,12%
94xx	Manganês (1,00%), níquel (0,45%), cromo (0,40%), molibdênio (0,12%)
97xx	Níquel (0,55%), cromo (0,17%), molibdênio (0,20%)
98xx	Níquel (1,00%), cromo (0,80%), molibdênio (0,25%)

Nos sistemas apresentados na tabela 1, os dois primeiros algarismos diferenciam os vários tipos de aços entre si pela presença ou apenas do carbono como principal elemento de liga ou até mesmo de outros elementos de liga como níquel, cromo, etc.

As letras XX correspondem ao teor de carbono em cifras de porcentagem, como por exemplo, o aço classificado como AISI 1023 que significa se tratar de um aço-carbono com 0,23% de carbono em média.

Quando os dois primeiros algarismos são 10, os aços são simplesmente aço carbono. Para 11 são de usinagem fácil e alto enxofre, quando são 40 são aços molibdênio com até 0,25% de Mo em média e assim em seguida, conforme tabela 1.

Na indústria aeronáutica busca-se constantemente a aplicação de materiais com alta resistência mecânica, baixo peso e alta resistência à corrosão. Embora muitas pesquisas para o ramo aeronáutico consistem na aplicação de materiais mais leves ou não metálicos nas aeronaves, para peças que demandam alta resistência mecânica ainda são comumente fabricadas de ligas de aço (METALS HANDBOOK V.20, 1997).

São exemplos de aplicação em aeronaves de aço de alta resistência como o AISI 4340 e 300M peças como barras de torção de sistema de travamento de portas, eixos, engrenagens, polias, estruturas de berço de motor, ferragens em geral, treliças e até mesmo estruturas do trem de pouso.

As aeronaves comerciais, usualmente operam em ambientes e temperaturas adversas. Ao mesmo tempo em que podem operar em temperaturas de +40°C a +50°C em solo, alguns instantes depois podem estar em altura de cruzeiro com temperaturas de aproximadamente -50°C e pousar em regiões de temperatura próximas ou menores que 0°C. Dessa forma,

durante o desenvolvimento de uma aeronave deve ser previsto que os componentes estruturais tenham as propriedades mecânicas necessárias para operação nas condições adversas na qual operam, dessa forma tem-se em geral, o envelope de operação admissível para os componentes das aeronaves que se enquadram entre + 50°C e -65°C.

O aço 300M é atualmente empregado em estruturas primárias do trem de pouso de diversas aeronaves comerciais, executivas e militares. Dentre suas diversas aplicações, foi também selecionado em meados dos anos 70 como o aço para fabricação dos trens de pouso das espaçonaves do programa *Space Shuttle Orbiter* da NASA (*National Aeronautics and Space Administration*), o primeiro programa envolvendo veículos espaciais reutilizáveis, utilizados com o objetivo de enviar cientistas à estação espacial ISS (*International Space Station*). Durante o programa, foram desenvolvidas as espaçonaves Enterprise (1976), Columbia (1981), Challenger (1982), Discovery (1994), Atlantis (1985) e por fim Endeavour (1992) (YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1978; BOEING, 2005).

A característica principal do aço 300M sobre os demais aços, o que permitiu a seleção para utilização nesse tipo de aplicação, é a boa combinação entre a resistência mecânica e principalmente ao impacto até mesmo em baixas temperaturas. Essa característica se deve muito ao fato da composição química desse aço com a presença de silício e pequena quantidade também de vanádio.

As características e propriedades dos aços AISI 4340 e 300M são estudadas ao decorrer deste trabalho.

1.2. OBJETIVOS DO TRABALHO

Esse trabalho teve como objetivo realizar um estudo sobre a influência dos diferentes parâmetros de tratamento térmico, como temperatura de austenitização, revenimento e aplicação de banho criogênico, nas propriedades de tenacidade ao impacto e tenacidade à fratura do aço 300M. Para execução do trabalho, foram utilizados ensaios de impacto Charpy e ensaios não padronizados de tenacidade à fratura com corpo cilíndrico com entalhe.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. AÇO AISI 4340

2.1.1. Dados Gerais AISI 4340

O aço AISI 4340 tem a composição química padrão, dada pela AMS 6359D, conforme tabela 2 a seguir. (Porcentagem de Ferro para complementação de 100%).

Tabela 2: Composição química padrão do aço AISI 4340.

C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Cu (%)
0,38 – 0,43	0,6 – 0,8	0,2 – 0,35	≥0,025	≥0,025	0,7 – 0,9	1,65 - 2	0,2 – 0,3	≥0,035

O aço AISI 4340 é considerado o aço padrão no qual as demais ligas de alta resistência são comparadas. Este aço possui uma combinação de profunda temperabilidade com alta ductilidade, tenacidade e resistência mecânica. Possui também alta resistência à fluência e fadiga (METALS HANDBOOK V.4, 1991).

Com a combinação das características citadas, o aço AISI 4340 possui grande aplicação em condições severas de serviço e onde alta resistência mecânica em grandes seções é requerida. Para seções finas, devido sua temperabilidade, pode-se realizar endurecimento até mesmo com aplicação de ar. Usualmente, é temperado em óleo (METALS HANDBOOK V.4, 1991).

Este tipo de aço mantém também boa resistência mecânica em altas temperaturas e também podem apresentar fragilização por hidrogênio quando tratado termicamente na faixa de tensão acima de 1400 MPa (200 ksi) (METALS HANDBOOK V.12, 1987).

O aço AISI 4340 exibe baixa resistência à corrosão por tensão quando temperado na faixa de resistência de 1500 a 1950 MPa (220 a 280 ksi) e pode ser facilmente nitretado, o que aumenta sua vida em fadiga (METALS HANDBOOK V. 19, 1996).

O aço AISI 4340 é tipicamente utilizado em peças tais como parafusos e demais prendedores, engrenagens, pinhões, eixos, virabrequins, barras de pistão para motores e estruturas críticas de aeronaves onde se necessita de alta resistência mecânica.

2.1.2. Propriedades Mecânicas AISI 4340

O aço AISI 4340 é um aço de ultra-alta resistência, pois possui limite de escoamento mínimo de 1380 MPa (200 ksi) o que o classifica como tal (MALAKONDAIAH et al., 1997). As propriedades mecânicas do aço AISI 4340 podem ser manipuladas de acordo com os parâmetros com que o aço é tratado termicamente (METALS HANDBOOK V. 9, 2004). Quando o resfriamento do aço é feito de fora do equilíbrio, algumas outras fases e transformações diferentes são observadas.

Por meio da curva CCT (*Continuous Cooling Transformation*) apresentada na figura 1, observa-se que é possível controlar as transformações e as mudanças microestruturais que o aço pode sofrer durante o resfriamento a partir da fase austenítica e consequentemente aplicar os melhores parâmetros para obtenção do resultado desejado.

Figura 1: Curva CCT para o aço AISI 4340 (BAYER, 2013).

A microestrutura de bainita tem sua faixa de início de formação a partir de um condicionamento térmico de resfriamento rápido a partir da austenita em temperaturas que variam de 300°C a 540°C, de 11 a 40 segundos. As temperaturas acima de 540°C originam a perlita e abaixo de 300°C a martensita.

A martensita é formada quando austenita é resfriada rapidamente transformando-se nesta estrutura metaestável tetragonal de corpo centrado. Os elementos de liga presentes em um determinado tipo de aço influenciam na sua temperabilidade, ou seja, na habilidade de se obter a transformação martensítica na sua seção transversal.

O início da transformação martensítica ocorre quando os primeiros volumes da fase austenítica se transformam em martensita a partir de uma temperatura conhecida como M_s (temperatura de início de martensita). O resfriamento rápido da austenita limita a difusão do carbono e outros elementos de liga nela dissolvidos. À medida que se ocorre o resfriamento, tem-se a passagem pelas referências M_{50} e M_{90} que representam o percentual de austenita transformada em martensita, 50% e 90% respectivamente.

Para o aço AISI 4340, a partir da temperatura de 200°C, tem-se mais de 90% da austenita transformada em martensita, e o valor tende a aumentar de acordo com continuidade do decréscimo da temperatura até temperatura ambiente, onde grande parte da austenita se transformou em martensita podendo manter pequena porcentagem de austenita retida (METALS HANDBOOK V.4, 1991).

A morfologia da martensita é constituída por plaquetas ou ripas pontiagudas ou até mesmo uma mistura delas (em função da porcentagem de carbono), onde as enormes quantidades de barreiras formadas dificultam movimentação das discordâncias aumentando-se assim a dureza e resistência mecânica do material. Conforme a dureza e resistência mecânica do material aumentam, uma redução significativa na tenacidade à fratura do material é comumente esperada, conforme é possível verificar na tabela 3, onde se vê que os valores usuais de tenacidade à fratura para o aço AISI 4340 de acordo com a dureza alcançada após a têmpera, com tratamento térmico realizado a 870°C de austenitização e 300°C de revenimento.

Tabela 3: Valores típicos de Energia de impacto e tenacidade à fratura para o aço AISI 4340 em diferentes valores de dureza (METALS HANDBOOK V.1, 1993).

Dureza (HRC)	Resistência Mecânica Equivalente		Energia de Impacto – Charpy		Tenacidade à fratura	
	MPa	ksi	J	ft.lb	$MPa\sqrt{m}$	$ksi\sqrt{m}$
55	2040	296	19	14	53	48
46	1520	220	30	22	75	68
41	1290	187	42	31	110	100

De acordo com os parâmetros dos tratamentos térmicos e, conseqüentemente, a dureza obtida para o aço AISI 4340 pode se alcançar limites de resistência de até 2000 MPa. Na indústria aeronáutica usualmente trabalha-se com resistência mecânica na ordem de 1900 MPa para o aço AISI 4340 no meio produtivo.

A temperatura de austenitização, tamanho de grão, temperaturas de revenimento e temperatura de teste são variáveis extremamente importantes a serem consideradas quando avaliamos as propriedades mecânicas apresentadas por determinado material. Temperaturas de austenitização mais elevadas normalmente produzem tamanhos de grão maiores que, por sua vez, afetam grandemente as propriedades de tenacidade ao impacto e tenacidade à fratura.

KWON & CHA (1988) avaliaram os efeitos de diferentes tamanhos de grão nas curvas de transição dúctil frágil do aço AISI 4340. A figura 2 mostra os efeitos dos testes realizados com temperaturas de austenitização de 870°C, 1030°C e 1200°C, e temperaturas de revenimento variando entre 200°C e 300°C no comportamento da temperatura de transição dúctil - frágil do aço AISI 4340.

Figura 2: Curvas de transição dúctil-frágil para amostras do aço AISI 4340 submetidas a diferentes temperaturas de austenitização e revenimento (adaptado de KWON & CHA, 1988).

Para as amostras revenidas a 200°C, observa-se que a temperatura de transição dúctil-frágil aumenta de acordo com o aumento do tamanho de grão. Quando aplicado temperatura de austenitização de 870°C, 1030°C e 1200°C, obteve-se por meio do ensaio, temperatura de transição de -170°C, -120°C e -60°C respectivamente.

Por análise fractográfica o autor observou que, de acordo com o aumento do tamanho de grão ou maior temperatura de austenitização, a fratura transgranular toma lugar. Devido à quase ausência de carbonetos de contorno de grãos nessa condição, o decréscimo na tenacidade transgranular com o aumento do tamanho de grão parece ser atribuído à susceptibilidade ao aumento da concentração de tensão. Esse fenômeno ainda é desconhecido e sua influência necessita de mais estudos de detalhamento. De qualquer forma pode-se concluir então que, conforme o tamanho de grão aumenta a fratura frágil transgranular pode ocorrer em temperaturas de ensaio mesmo mais altas, onde se esperaria que tenacidade tivesse valores maiores.

Para as amostras temperadas a 300°C, a temperatura de transição dúctil-frágil também aumentou de acordo com o aumento do tamanho de grão. Os valores obtidos para cada temperatura de austenitização foram de -85°C, -50°C e +80°C respectivamente às temperaturas de austenitização de 870°C, 1030°C e 1200°C.

De acordo com os dados, observa-se que a temperatura de transição dúctil-frágil aumentou com o aumento do tamanho de grão. Logo, com o crescimento do tamanho de grão, a tenacidade do contorno de grão tende a diminuir. Esse fato não é devido à variação na concentração de impurezas no contorno, pois essa diminui de acordo com o aumento da temperatura de austenitização. Por isso, a susceptibilidade de concentração de tensão no contorno de grão na presença de carbonetos aumenta com o aumento do tamanho de grão ou com o decréscimo da temperatura de teste, e a fratura frágil intergranular é mais efetivamente ativada.

2.2. AÇO 300M

2.2.1. Dados Gerais 300M

O aço 300M é amplamente utilizado na indústria aeronáutica por combinar resistência mecânica elevada juntamente com alta tenacidade mesmo em baixas temperaturas, podendo assim trabalhar em diversos níveis de solicitação necessários, como peças de alto nível de exigência mecânica e confiabilidade.

Esse aço é considerado um aço de ultra-alta resistência mecânica devido aos seus elevados valores de limites de escoamento e resistência à tração. O aço 300M foi desenvolvido como um melhoramento do aço AISI 4340, baseando-se no estudo do efeito dos elementos de liga em propriedades mecânicas como tenacidade, que são muito sensíveis aos tempos e temperaturas de austenitização e revenimento, devido aos seus efeitos na microestrutura (ABDALLA et al., 2007a).

O aço 300M tem a composição química padrão, dada pela AMS 6416A, conforme tabela 4 a seguir. (Porcentagem de Ferro para complementação de 100%).

Tabela 4: Composição química padrão do aço 300M.

C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Cu (%)	V (%)
0,41 – 0,46	0,6 – 0,9	1,45 – 1,8	≥0,015	≥0,015	0,7 – 0,95	1,65 – 2,0	0,3 – 0,5	≥0,035	0,05 – 1

A liga de aço 300M é basicamente uma modificação com silício do aço AISI 4340. Esse aço possui concentração de silício de 1,6% aproximadamente em sua composição, enquanto o aço AISI 4340 possui concentração de cerca 0,3%. O aço 300M possui ainda quantidades levemente superiores de carbono, molibdênio e vanádio. É um aço hipoeutetóide, com média de 0,43% de carbono e temperaturas de A_1 e A_3 na ordem de 748°C e 802°C, respectivamente (ZHANG, 2011; ABDALLA et al., 2007a).

O acréscimo de silício permite que o aço 300M seja revenido em faixa de temperatura fora da faixa de fragilização por revenido em comparação com aço AISI 4340 e, o vanádio, restringe o crescimento acentuado de grão durante a austenitização (TOMITA & OKAWA, 1993).

As propriedades mecânicas do aço 300M são em geral superiores ao AISI 4340, exceto pelo fato de que acréscimos de silício promovem maior temperabilidade devido ao retardamento das transformações austeníticas logo, para algumas combinações de tratamento térmico, a tenacidade à fratura é levemente afetada e não apresenta ganhos muito significativos quando comparado ao AISI 4340. Ele possui também boa temperabilidade, boa ductilidade e também tenacidade até resistência mecânica da ordem de 1860 MPa a 2070 MPa (270 a 300ksi) (TOMITA & OKAWA, 1993).

Também é sabido que o carbono, quando utilizado em altas concentrações, é responsável por um elevado endurecimento devido às estruturas martensítica, o que normalmente acarreta na perda de sua tenacidade durante o tratamento térmico de têmpera, levando à fragilização da estrutura. Nominalmente, o aço 300M possui quantidade de carbono levemente superior ao aço AISI 4340, logo, essa diferença também pode impactar na tenacidade à fratura.

O aço 300M, embora em escala não elevada, é susceptível à fragilização por hidrogênio (FIGUEROA & ROBINSON, 2010). Esse aço é tipicamente disponibilizado em barras, placas, arames e tubos. Possui aplicação em componentes com solicitações maiores que às aplicadas para o aço AISI 4340. É muito utilizado em trem de pouso de aeronaves,

peças estruturais, envelopes de motor de veículos aeroespaciais, vasos de pressão entre outros (ANAZAWA et al., 2011; SOUZA et. al., 2007).

Ambos os aços possuem alta soldabilidade, com formação de martensita na região fundida e possível bainita nas proximidades com possibilidade de crescimento de grão na zona termicamente afetada (ZTA), sendo comparativamente maior para o aço 300M devido sua temperabilidade ser levemente superior (ABDALLA et al., 2007b).

2.2.2. Propriedades Mecânicas Aço 300M

Assim como para o aço AISI 4340, as propriedades mecânicas do aço 300M podem ser manipuladas com a variação das variáveis tempo e temperatura do tratamento térmico de têmpera e revenido (METALS HANDBOOK V.4, 1991).

Por meio da curva CCT do aço 300M, apresentada na figura 3, pode-se verificar as transformações e mudanças microestruturais que o aço sofre de acordo com o resfriamento a partir da austenita. A obtenção da microestrutura e propriedade mecânica desejada pode então ser alcançada.

Figura 3: Curva CCT padrão para o aço 300M.

A temperatura de austenitização usualmente aplicada na indústria para o aço 300M é de aproximadamente 870°C seguido de revenimento a 300°C conforme indicação de normas internacionais como AMS 2759 e AMS-H-6875.

A partir de um resfriamento rápido até temperatura na faixa de 300°C a 470°C, tem-se o início da formação da fase bainita com faixa de tempo entre 20 a 100 segundos. Em temperaturas a partir de 470°C tem-se a formação de perlita, em diferentes faixas de tempo, conforme pode ser observado no diagrama CCT da figura 3 e para temperatura abaixo de 300°C tem-se a formação da fase martensítica.

Como comentado, conforme a dureza e resistência mecânica do material aumentam, uma redução significativa na tenacidade à fratura do material é esperada. A tabela 5 mostra os valores de tenacidade à fratura para uma determinada condição de tratamento térmico típicos para o aço 300M de acordo com temperatura de revenimento.

Tabela 5: Tenacidade à fratura e propriedades mecânicas do aço 300M temperado e revenido a partir de 870°C e 300°C respectivamente (METALS HANDBOOK V.1, 1993).

Temperatura Revenimento	Tenacidade (K_{IC})		Limite de escoamento (σ_0)		Limite de ruptura (σ_U)	
	$MPa\sqrt{m}$	$ksi\sqrt{m}$	MPa	ksi	MPa	Ksi
650°C	152	138	1070	156	1190	172
300°C	65	59	1740	252	2010	291

Dependendo de algumas variáveis aplicadas, é possível obter faixa de resistência de aproximadamente 2000 MPa com têmpera do aço 300M devido sua alta temperabilidade, conforme mostrado na tabela 6 a seguir.

Tabela 6: Propriedades mecânicas do aço 300M de acordo com a temperatura de revenimento aplicada. Têmpera a partir de 870°C (METALS HANDBOOK V.1, 1993).

Temperatura de Revenimento		Limite de Resistência		Limite de Escoamento		Alongamento em 50mm (2in.) %	Redução em área %	Energia Absorvida em ensaio Charpy V		Dureza
°C	°F	MPa	ksi	MPa	ksi	%	%	J	ft.lbf	HRC
90	200	2340	340	1240	180	6,0	10,0	17,6	13,0	56,0
205	400	2140	310	1650	240	7,0	27,0	21,7	16,0	54,5
260	500	2050	297	1670	242	8,0	32,0	24,4	18,0	54,0
315	600	1990	289	1690	245	9,5	34,0	29,8	22,0	53,0
370	700	1930	280	1620	235	9,0	32,0	23,7	17,5	51,0
425	800	1790	260	1480	215	8,5	23,0	13,6	10,0	45,5

TOMITA (1995) realizou estudo dos efeitos de alguns tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas do aço 300M com têmpera e revenimento realizados em 900°C e 300°C respectivamente. Por meio do ensaio padronizado de tenacidade à fratura da norma ASM E399, as amostras apresentaram valor de tenacidade na ordem de $67,8 \text{ MPa}\sqrt{m}$ em temperatura ambiente, bem como limite de escoamento e tensão máxima de resistência de 1585 MPa e 1923 MPa, respectivamente.

Já os autores KING & KNOTT (1980) submeteram o aço 300M à têmpera a partir da temperatura de austenitização convencional de 870°C e revenimento a temperaturas de 320°C e 450°C. Os resultados obtidos mostraram valores de K_{IC} na ordem de $40 \text{ MPa}\sqrt{m}$ e $50 \text{ MPa}\sqrt{m}$ respectivamente, enquanto os valores de limite de escoamento ficaram na faixa de 1900 MPa e 1500 MPa.

Em tratamento térmico realizado em peças de envelopes de motores de foguete lançador de satélite, responsável por suportar as pressões provenientes da formação dos gases gerados na queima do combustível. GONÇALVES (2007) obtiveram uma classe de resistência de 1800MPa, equivalente a uma dureza de 52 a 54HRC. O tratamento térmico realizado nas peças de diâmetro de aproximadamente 1000 mm foi realizado com austenitização de 980°C por 1 hora, resfriamento rápido em óleo e duplamente revenido a 270°C por 2 horas cada ciclo. Dadas as dimensões da peça, pode-se observar a excelente temperabilidade do aço 300M a fim de viabilizar alta resistência mecânica das peças.

ANAZAWA et al. (2008) estudaram os efeitos da TRIP (*Transformation Induced*

Plasticity) no aço 300M temperado e revenido convencionalmente. O efeito TRIP é caracterizado pelo endurecimento, aumento de dureza, limite de escoamento e resistência à tração devido à deformação plástica em ligas com presença de austenita retida, onde, durante o processo, observa-se a ocorrência a transformação de até 70% desta fase em martensita aumentando assim a quantidade de discordâncias e diminuindo tamanho dos grãos. Neste trabalho, os autores identificaram que o aço 300M submetido a tratamento térmico de têmpera convencional com austenitização a 900°C por 1 hora, resfriamento em óleo e revenimento a 200°C por 2 horas, possui em média 3.1% de austenita retida em sua microestrutura. A presença de uma fração volumétrica maior ou igual a 5% já é suficiente para influenciar nas propriedades mecânicas do aço 300M, aumentando-se ductilidade e tenacidade. Para tratamentos isotérmicos do tipo austêmpera, na faixa de 320°C e 400°C, é possível a obtenção de até 10% de austenita retida na matriz.

Com a intenção de estudar os efeitos do carbono nas propriedades mecânicas do aço 300M, ROUMINA (2013) realizaram estudo do comportamento das propriedades mecânicas do aço com diferentes gradientes de carbono através da espessura da peça. Em comparação com as amostras de 300M, em tratamentos térmicos convencionais que não passaram pelo processo de descarbonetação, os seguintes resultados foram obtidos pelos autores.

As figuras 4 e 5 a seguir, representam as curvas de tensão deformação verdadeira para amostras de martensita homogenia com concentração de carbono de 0.1%, 0.2%, 0.3% e amostra sem processo de descarbonetação com concentração de 0.4% de carbono. As peças sujeitas a descarbonetação foram então austenitizadas a 1100°C por 12 horas e resfriadas rapidamente em óleo. As amostras não descarbonetadas foram austenitizadas a temperatura de 1100°C por 30 minutos e resfriadas rapidamente em óleo. Ambos os grupos não foram revenidos.

Figura 4: Curva de tensão e deformação verdadeira antes da fratura (adaptado de ROUMINA, 2013).

Figura 5: Curva de tensão deformação verdadeira até fratura (adaptado de ROUMINA, 2013).

Conforme apresentado nas figuras 4 e 5, a tensão de fratura cai razoavelmente e a ductilidade é melhorada com o decréscimo de concentração de carbono na amostra. De acordo com a análise dos autores, a superfície de fratura analisada para a amostra com concentração de 0.4% de carbono apresenta uma mistura de facetas de clivagem e regiões de *dimples*. As análises também sugerem que o ensaio de tração realizado para as amostras com alta concentração de carbono geraram início de fratura no centro da amostra de forma frágil e com rápida propagação.

A temperatura de aplicação do aço 300M também influencia diretamente nas

propriedades mecânicas, como será discutido nos tópicos posteriores. A seguir, alguns dados de variação da tenacidade à fratura com relação à temperatura de ensaio são mostrados na tabela 7. Os dados são provenientes dos estudos para o aço 300M temperado e revenido convencionalmente em 870°C e 300°C respectivamente (METALS HANDBOOK V.1, 1993).

Tabela 7: Variação da tenacidade à fratura com relação à temperatura de ensaio (METALS HANDBOOK V.1, 1993).

Diâmetro de Barra		Resistência mecânica		Limite de Escoamento		Alongamento em 50mm (2in), %	Redução de área, %	Energia de impacto - teste Charpy para temperaturas		
								21°C	-43°C	-73°C
mm	in.	MPa	Ksi	MPa	ksi			J		
75	3	1940	281	1630	236	9,5	35	26	19	12

Observa-se que há queda significativa de energia absorvida para as amostras ensaiadas a baixas temperaturas, sendo significativamente afetada principalmente a -73°C.

2.3. TRATAMENTOS TÉRMICOS

2.3.1. Têmpera e Revenimento

As propriedades mecânicas do aço AISI 4340 e da mesma forma para o 300M, são susceptíveis a temperatura de revenimento e tempo de exposição. Estes aços, quando temperados, têm resistência mecânica muito elevada juntamente com a dureza, entretanto a ductilidade e tenacidade são muito baixas. Isso se deve ao processo de resfriamento onde a microestrutura muda imediatamente de cúbica de face centrada (CFC – da fase austenita) para tetragonal de corpo centrado (TCC – da fase martensita) gerando também uma grande distorção da matriz pela formação das plaquetas de martensita (ZHIRAFAR, 2005; CALLISTER, 2012).

Durante o revenimento, a resistência mecânica e a dureza diminuem de acordo com o aumento da temperatura de revenido aplicada, conforme pode ser observado na figura 6 a seguir. O comportamento para a dureza segue a mesma tendência. O tempo de exposição também influencia na alteração dos parâmetros, entretanto a faixa temperatura aplicada

tem mais influência que o tempo de exposição (LEE & SU, 1999).

Figura 6: Variação do limite de resistência à tração e tensão de escoamento em função da temperatura de revenimento por 2 horas (Δ) e 48 horas (O) para o aço AISI 4340 temperado a partir de 850°C de austenitização (adaptado de LEE & SU, 1999).

2.3.2. Criogenia

O tratamento térmico de criogenia é um tratamento considerado complementar, pois é aplicado juntamente com demais tratamentos como têmpera e revenimento e não isoladamente. O tratamento consiste em submissão do material em tempo longo a baixas temperaturas como -80°C (*Shallow Cryogenic Treatment*) ou -196°C (*Deep Cryogenic Treatment*), usualmente alcançadas por nitrogênio líquido, e após é normalmente seguido de revenimento (SIVA et al., 2014; SENTHILKUMAR et al., 2011; ZHIRAFAR, 2005).

A criogenia é um tratamento que possui aplicação principalmente em aços ferramenta e de alto carbono, visando aumento das propriedades mecânicas. Diversos autores têm investigado seus efeitos ao longo da história (SIVA et al., 2014; SIVA et al., 2002) e alguns estudos mostram que é possível obter aumento na ordem de até 200% na resistência ao desgaste para aços ferramenta (LESKOVŠEK et al., 2006; PODGORNIK et al., 2009).

Esse tratamento tem grande aplicação no aumento de vida útil de componentes de aço, que pode chegar até 110% reduzindo custos. São exemplos de aço com aplicação de

criogenia os aços M2, DC53 (SIVA et al., 2014; SIVA et al., 2002) aços de esfera de rolamento 100Cr6 (SAE 52100) (LI et al., 2010; JASWIN et al., 2011; BAKHSHEHI-RAD et al., 2011), e também algumas aplicações para aços baixa liga (SENTHILKUMAR et al., 2011).

É sabido que a diminuição do tamanho dos grãos é benéfica para o aumento da dureza e também que a criogenia faz com que se tenha a formação de maior quantidade de martensita no material. Como o grão de martensita é menor que os grãos de austenita, esse fator também pode ser atribuído ao aumento da dureza do material, que pode chegar de 18 a 20% para alguns materiais (SENTHILKUMAR et al., 2011; SIVA et al., 2012).

Durante a criogenia, ocorre um efeito de contração da microestrutura de martensita devido a supersaturação a baixa temperatura, que obriga a difusão de átomos de carbono e formação de novos núcleos de carbonetos. Esses novos núcleos aumentam a porcentagem de carbonetos e a distribuição homogênea pela peça tratada (LI et al., 2010; JASWIN et al., 2011). A tenacidade à fratura dos aços ferramenta tem relação direta com a dureza do material, módulo de elasticidade, volume de fração de austenita retida e de carbonetos eutéticos, assim como da distância média entre os carbonetos na matriz do material (LESKOVŠEK et al., 2006).

O efeito principal da criogenia aplicada em aços é a grande diminuição da austenita retida e transformação em martensita, principalmente para aços com temperatura de transformação final de martensita abaixo da temperatura ambiente (LI et al., 2010). A exposição com tempo de encharque significativo a baixas temperaturas viabiliza a formação dos aglomerados de carbono e, conseqüente, aumento na densidade de carbonetos no tratamento térmico posterior de revenimento (SIVA et al., 2014; SIVA et al., 2012; ZHIRAFAR et al., 20).

A criogenia aplicada antes do revenimento propicia a estabilização de carbonetos a serem precipitados durante o revenimento bem como diminuição da austenita retida da matriz de martensita. Dessa forma, quando a criogenia é aplicada antes do revenimento, obtém-se aumento na dureza maior que quando aplicado após o revenimento (LI et al., 2010; ZHIRAFAR, 2005).

Quando criogenia é realizada por diversas vezes em peças revenidas, obtém-se praticamente o aumento de dureza que quando realizado anteriormente ao revenimento, porém com efeito negativo na tenacidade à fratura. Também é observado que a tenacidade

não sofre influência significativa quando se aumenta o tempo de encharque das amostras de aço ferramenta DC53 submetidos à criogenia (LI et al., 2010).

Em estudo realizado para análise do efeito da criogenia na tenacidade à fratura, limite de escoamento e limite de resistência à tração do aço 300M, YOUNGBLOOD & RAGHAVAN (1977) submeteram as amostras de aço 300M temperadas e revenidas em temperaturas de 870°C e 315°C respectivamente a criogenia em nitrogênio líquido a -173°C por 1 hora antes do revenimento. Os resultados são plotados na figura 7 a seguir.

Figura 7: Efeito da criogenia na tenacidade à fratura, limite de escoamento e limite de resistência à tração de resistência do aço 300M (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).

Os resultados mostraram que a temperatura de transição dúctil frágil ocorreu torno de -70°C e os valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração podem apresentar aumento de até 25% e 10% respectivamente quando submetidos a ensaio em temperaturas mais baixas.

ZHIRAFAR et al.(2007) analisaram efeito da criogenia nas propriedades mecânicas do aço baixa liga AISI 4340. Os pesquisadores compararam os efeitos do tratamento realizado

após têmpera em amostras austenitizadas a 845°C e resfriados em óleo e, em adição, com demais grupos de amostras que além de temperadas e submetidas a criogenia, também foram revenidos a temperatura de 200°C, 300°C e 455°C.

Para as amostras apenas temperadas, seguido e não seguido por criogenia, observou-se que a quantidade de austenita retida na microestrutura de martensita cai de 5,7% para 4,2% após criogenia. Para as mesmas amostras, a média de dureza apresentou uma elevação de 54,5 HRC para 55,3 HRC, que pode ser atribuído à transformação da austenita retida.

Analizando-se o efeito da criogenia na tenacidade a fratura, o estudo mostra que o grupo de corpos de prova submetidos apenas a têmpera e criogenia apresentou energia absorvida de 7,7 J enquanto os corpos de prova submetidos apenas a têmpera o valor obtido foi de 10,8 J. A pequena diferença entre os valores obtidos é atribuída ao aumento na quantidade de martensita na matriz devido ao processo de transformação da austenita retida.

O efeito causado na absorção de energia para as amostras revenidas é apresentado na figura 8 a seguir.

Figura 8: Comparação de absorção de energia ao impacto para o aço AISI 4340 com e sem aplicação de criogenia (adaptado de ZHIRAFAR et al., 2007).

Na figura 8, é possível observar que, para ambas as condições de tratamento (convencional e com criogenia), com o aumento da temperatura de revenimento a tenacidade primeiramente decresce a aproximadamente 11,0 J em 300°C e depois aumenta até temperatura de revenimento de 455°C. Esse comportamento é atribuído à fragilização ao

revenido que ocorre em meados de 300°C para o aço AISI 4340. A maior diferença entre ambos os grupos ensaiados ocorre nas temperaturas de 200 e 455°C, fato atribuído à formação da martensita a partir da austenita retida e consequentemente maior dureza. Quando aplicado revenimento a 455°C, o tratamento de criogenia produz um leve aumento de dureza em aproximadamente 2,4% com uma perda máxima de 14,3% na tenacidade. O aumento da tenacidade ao impacto reflete diretamente na comparação fractográfica entre as amostras submetidas e não submetidas a tratamento de criogenia. As amostras que passaram pelo tratamento térmico convencional de têmpera e revenimento apresentam zona de deformação lateral muito maior que as amostras que foram tratadas por criogenia, independente da temperatura de revenimento. Em adição, é sabido que quanto maior a tenacidade maior a área de deformação, reflexo da ductilidade e consequentemente tenacidade do material.

Neste trabalho também foi analisado o efeito do tratamento de criogenia na vida em fadiga do aço AISI 4340. Foi possível observar que as amostras submetidas ao tratamento de criogenia obtiveram vida em fadiga superior às amostras temperadas e revenidas apenas. Para vida em fadiga de 10^7 ciclos, observa-se um aumento da tensão de fadiga na ordem de 25 a 30 MPa. Esse efeito é devido ao comportamento conhecido de que, com o aumento da resistência mecânica do aço, a vida em fadiga também aumenta. Para o aumento da temperatura de revenido, é observado queda na vida em fadiga correlacionada com a queda da dureza em revenimento a altas temperaturas. A tensão residual gerada na superfície das peças submetidas à aplicação de criogenia também pode contribuir para o aumento das propriedades de resistência à fadiga devido à tensão compressiva. Embora a transformação da austenita retida em martensita de alguns aços de baixo carbono não gere alterações significativas devido à baixa quantidade, esta ajuda na minimização do problema de estabilização da austenita retida em serviço. Como a martensita é mais volumosa que a austenita, o efeito da tensão residual é então indiretamente alcançado (SENTHILKUMAR et al., 2011).

SENTHILKUMAR et al. (2011) realizaram estudo comparativo de tensão residual causado no aço baixa liga AISI 4140 por meio de tratamento térmico de têmpera e revenimento convencional CHT (*Conventional Heat Treatment*), têmpera com criogenia a -80°C por 5 horas seguido de revenimento SCT (*Shallow Cryogenic Treatment*), e tratamento de têmpera com criogenia a -196°C por 3 horas seguido de revenimento DCT (*Deep*

Cryogenic Treatment). Após tratamento de CHT, 6,5% de austenita retida permaneceu na microestrutura e após o SCT, apenas 5,1%. Para tratamento de DCT a fração de austenita retida chegou a 2,7%. A redução da austenita retida no tratamento de SCT não promoveu aumento da tensão residual com relação ao CHT, ao contrário do observado para o DCT. Isso mostra que quanto maior a quantidade de austenita transformada na matriz, maior será o efeito do aumento da tensão residual e, o efeito da temperatura de exposição é muito mais significativo para a transformação do que o tempo de exposição em si. O revenimento posterior nas amostras com CHT e SCT produziu concentração de tensão positiva enquanto o DCT concentração de tensão compressiva. Isso não é causado pela diferença entre a quantidade de austenita retida dos tratamentos, pois a temperatura de revenimento é muito baixa para causar a transformação dessa fase em ferrita ou cementita. A influência do tratamento de criogenia na microestrutura de martensita parece ter sido o fator principal que afeta os valores de tensão residual após revenimento.

Observou-se, pelos ensaios, que não há diferenças microestruturais significativas entre o CHT, SCT e DCT antes e depois do revenimento. Entretanto, ocorrem alterações nos parâmetros de rede da martensita. A capacidade de difusão do carbono aumenta com o aumento da temperatura ao fim da criogenia, até a temperatura ambiente. Durante esse estágio os átomos de carbono se movem ao longo de pequenas distâncias para segregação nos defeitos de rede formando carbonetos finos e propiciando alívio na tensão residual. Também foi observado que durante o revenimento a martensita rejeita o carbono em forma de carbonetos finos gerando um estado final de finos carbonetos distribuídos em uma matriz com estabilidade estrutural mais estabelecida que após a têmpera.

2.4. TENACIDADE A FRATURA

Tenacidade à fratura é uma propriedade intrínseca ao material que representa quantidade de energia que ele pode absorver antes de fraturar. Para poder se iniciar o assunto de tenacidade à fratura, é necessário antes recorrer aos estudos de mecânica da fratura.

2.4.1. Mecânica da Fratura

A correlação entre propriedades mecânicas do material, nível de tensão, presença de defeitos e concentradores de tensão e mecanismos de propagação de trinca são aspectos estudados na mecânica da fratura. Existem três formas fundamentais segundo as quais uma carga pode operar sobre uma trinca afetando seu deslocamento, conforme apresentado na figura 9 a seguir.

Figura 9: Modos de abertura de trinca (adaptado de LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

Conforme pode ser observado na figura 9, o módulo I de abertura de trinca trata-se de abertura ou modo trativo, onde as superfícies da trinca são tracionadas a parte. O modo II de abertura de trinca trata-se de cisalhamento ou deslizamento das superfícies no plano. Já o modo de abertura III trata-se de rasgamento ou cisalhamento fora do plano, onde a superfície de trinca move-se paralelamente em direções opostas (DOWLING, 1999).

O modo I de abertura de trinca é o mais comumente observado, dessa forma, é o alvo principal de estudos correlacionados à mecânica a fratura e tenacidade à fratura. Ao se aplicar uma tensão em um material com uma trinca de tamanho crítico já existente, por exemplo, pelo modo I, gera-se tensão concentrada na ponta da trinca. O valor para medição do fator de intensidade de tensão na ponta da trinca de tamanho crítico, para amostra espessa, é dado pelo valor de K_{IC} da equação I a seguir (DOWLING, 1999):

$$K_{IC} = F\sigma_C\sqrt{\pi.a_C} \quad (I)$$

Onde:

K_{IC} - Tenacidade à fratura do material

F - Fator geométrico que correlaciona corpo de prova e trinca

σ_C - Tensão crítica

a_C - tamanho crítico da trinca.

A correlação apresentada na equação I é válida para amostras com espessura suficiente para que ocorra o estado de fratura em deformação plana. A correlação para que se garanta a fratura em deformação plana de é dada pela equação II a seguir:

$$(w - a) \geq 2,5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (II)$$

Onde:

w – espessura da amostra;

a – comprimento de trinca;

K_{IC} – Tenacidade à fratura para módulo I;

σ_y - Tensão de escoamento;

Para ensaios padronizados de tenacidade à fratura são utilizados corpos de prova do tipo CT (*Compact Tension Specimen*) apresentado na figura 10 a seguir, definido pela ASTM E399.

Figura 10: Corpo de prova padrão para ensaio de tenacidade à fratura conforme ASTM E399. Onde “a” representa a distância do centro do furo até a ponta da trinca por fadiga e “B” representa $W/2$ (DOWLING, 1999).

O corpo de prova possui correlação de espessura versus comprimento suficiente para se alcançar a deformação plana de fratura e logo determinar a intensidade de tensão.

Para realização do ensaio padronizado é induzida via carregamento cíclico, uma trinca por fadiga de comprimento de aproximadamente 1,3mm ou $0,025 \times W$ na ponta do entalhe. O corpo de prova é então rompido por carga de tensão aplicada pelos dois furos do corpo de prova e, por correlação das forças de ruptura e algumas fórmulas estabelecidas pela norma ASTM E399, a tenacidade à fratura é determinada (DOWLING, 1999).

2.4.2. Métodos Alternativos para Determinação de Tenacidade à Fratura

O ensaio padrão de determinação de tenacidade à fratura, estabelecido pela norma ASTM E399, demanda quantidade e espessura de material suficiente para que sejam válidas as correlações estabelecidas e a deformação plana de fratura seja corretamente obtida.

Em certos casos, faz-se necessário uso de métodos alternativos quando, por exemplo, dependendo do material tem-se grande dificuldade para alcançar a deformação plana de fratura, ou até mesmo quando o material a ser ensaiado faz parte de alguma peça na qual se deseja investigar as propriedades mecânicas, porém não há material suficiente para manufatura dos corpos de prova padronizados. A seguir, alguns exemplos da literatura de ensaios não padronizados são apresentados.

Na busca pela simplificação e diminuição de custos para aquisição dos dados de tenacidade de extrema importância no projeto de peças estruturais, XU & GUAN (2013) realizaram teste de tenacidade com baixo impacto em amostras com entalhes lineares LNSP (*Linear Notched small Punched Test*) em aço de baixa liga, conforme mostrado na figura 11. A grande vantagem do teste é a realização com corpos de prova próximos à espessura de aplicação e com resultados satisfatórios.

Figura 11: Corpo de prova de LNSP (Linear Notched Small Punched Test) ensaiado (XU & GUAN, 2013).

Para determinação de tenacidade à fratura de filme de diamante, produzido por deposição química de vapor CVD (*Chemical Vapor Deposition*), JIANG et al. (2000) aplicaram flexão a três pontos em corpos de prova entalhados por laser e colados em barra de bronze. Após início de trinca monitorada na ponta de entalhe, a amostra foi então ensaiada conforme padrões da norma ASTM E399. Como o diamante possui fortes ligações covalentes entre os átomos de carbono, uma fina amostra de material já é suficiente para se obter mecanismo de deformação plana de fratura. Um esquema resumindo o entalhe inicial do experimento é mostrado na figura 12 a seguir.

Figura 12: Aplicação de flexão 3 pontos em corpo de prova de diamante entalhado por laser, colado em barra de bronze, para geração de pré-trinca controlada (JIANG et al., 2000).

Para medição da tenacidade à fratura de camada superficial de nitreto em aço ferramenta, NOLAN et al. (2006) realizaram ensaio utilizando-se de correlação que envolve tamanho das trincas formadas no contorno das marcas de indentação do ensaio de dureza Vickers, bem como a carga e as dimensões de indentação. A figura 13 a seguir esboça, de forma ampliada, a marca de indentação do ensaio de dureza Vickers utilizado para os cálculos.

Figura 13: Trincas geradas ao redor e nos cantos da indentação gerada no ensaio de dureza Vickers (NOLAN et al., 2006).

Atendendo ao requisito de se utilizar pequena quantidade de material para o corpo de prova, CUESTA & ALEGRE (2011) realizaram ensaio de SPT (*Small Punch Test*) em aço inoxidável para determinação de tenacidade à fratura. Com a aplicação de impacto em placa fina de material pré-entalhado, os pesquisadores obtiveram valores muito próximos dos encontrados na literatura para o mesmo material ensaiado com o método padrão.

2.4.3. Técnica de Corpo Cilíndrico com Entalhe

A tenacidade à fratura em deformação plana dado pela variável K_{IC} pode ser considerada como uma propriedade do material que caracteriza sua resistência à propagação de uma trinca. Dessa forma, o conhecimento dessa propriedade pode ser usado

para prever a falha de um material para diferentes combinações de carga e tamanho de trinca em diferentes geometrias.

Para casos onde o material é muito duro, frágil e com baixa ductilidade, se torna muito difícil e caro a execução do ensaio padronizado de tenacidade à fratura dado pela norma ASTM E399, conforme mencionado anteriormente. Em adição, os ensaios Charpy e Izod só podem ser utilizados como comparativos para tenacidade à fratura, pois a superfície de fratura não permite cálculo acurado de valores de tenacidade à fratura IBRAHIM & KOTOUSOV et al. (1999).

Um método muito promissor e que tem sido usado por diversos autores (WEI et al., 1982; IBRAHIM & KOTOUSOV, 1999; SHABARA et al., 1996) é a técnica de ensaio de tenacidade à fratura por corpo cilíndrico com entalhe e pré trinca de fadiga (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

LESKOVŠEK et al. (2006) utilizaram essa técnica para realização de estudo do efeito das temperaturas de austenitização na tenacidade à fratura do aço ferramenta H11. PODGORNIK et al. (2011) obtiveram resultados muito satisfatórios com estudo dos efeitos de refinamento da microestrutura em aço mola 51CrV4 na tenacidade à fratura, entre outras propriedades, utilizando-se também da técnica de corpo de prova cilíndrico com entalhe com pré trinca de 0,5mm. Em outro estudo, PODGORNIK et al. (2015) também utilizaram-se da mesma técnica para ensaios com diferentes tratamentos térmicos em aço ferramenta H11.

Essa técnica, que vêm ampliando sua aplicação em diversos ramos de pesquisa, consiste na fabricação de um corpo de prova cilíndrico com entalhe, conforme figura 14 a seguir. O corpo de prova é usinado e possui tolerância apertada quanto à concentricidade e rugosidade superficial para evitar problemas de excentricidade, conforme será discutido nos tópicos a seguir.

Figura 14: Corpo cilíndrico com entalhe e detalhe para a pré trinca, formada após ciclagem para propagação em fadiga (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

Mesmo que atualmente a técnica de corpo cilíndrico por entalhe tenha aplicação em uma grande gama de materiais metálicos de diversas classes de dureza com alto grau de assertividade quando comparado ao teste padrão, é importante salientar que o método foi desenvolvido primeiramente para uso em aços ferramenta e aços de alto carbono, pois são aços que não podem ser usinados após aplicação do tratamento térmico devido sua alta dureza. Assim, sua forma final deve ser obtida ainda na condição recozida sem tratamento térmico.

A técnica consiste na confecção do corpo de prova, conforme figura 14, com o material ainda no estado recozido. Na sequência, a peça é posicionada em um dispositivo acoplado em um mecanismo de rotação, um torno mecânico, por exemplo, onde ambas as extremidades são presas. Inicia-se então o movimento de rotação com velocidade definida e uma força radial é aplicada com o auxílio de uma carretilha na região entalhada fazendo com que a face oposta do contato esteja aberta e a face em contato esteja totalmente fechada de acordo com o movimento de rotação. Esse movimento gera então os ciclos de trabalho da região entalhada propiciando a formação de uma trinca controlada.

O procedimento da pré-trinca é realizado antes ou depois do tratamento térmico para materiais dúcteis, e apenas antes dos tratamentos térmico para materiais frágeis.

Devido à alta sensibilidade ao entalhe de materiais duros e frágeis, como aços ferramenta e aços rápidos, é muito difícil e, em alguns casos, quase impossível criar a trinca em fadiga em amostras já tratadas termicamente. Porém, para o corpo cilíndrico com

entalhe a trinca em fadiga é criada antes do tratamento térmico, ainda no estado recozido sem produzir qualquer efeito negativo na tenacidade à fratura do material.

O tratamento térmico é então realizado na peça sem que haja impacto nos valores de tenacidade à fratura obtidos.

A grande vantagem desse tipo de corpo de prova, e consequentemente essa técnica, sobre os ensaios padronizados de flexão três pontos ou corpo de prova CT está principalmente na obtenção de uma microestrutura uniforme, obtida por todo corpo de prova, pela simetria na transferência de calor durante o tratamento térmico devido à geometria. Quando comparado valores de dureza obtidos sob o mesmo tratamento térmico a vácuo para amostras quadradas do tipo padrão para ensaio de flexão três pontos ou CT, observa-se uma variação de dureza de até 2HRC com relação ao corpo cilíndrico entalhado (YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1978). A diferença na dureza é atribuída à diferença de geometria que pode alterar a taxa de resfriamento das partes com relação ao núcleo de cada peça. Esses fatores reforçam que a técnica descrita é muito viável para análise da tenacidade na microestrutura exata que se deseja estudar, minimizando efeito de geometria na peça.

Outro ponto positivo da técnica é o fato de não ser necessário máquinas e métodos caros de fabricação devido a sua baixa complexidade e facilidade de usinagem. A força de ruptura é baixa para realização dos ensaios, podendo-se utilizar peças do lote de produção ou até mesmo do componente falhado devido suas reduzidas dimensões, entre outras vantagens (IBRAHIM & KOTOUSOV, 1999; WEI et al., 1982). Também se pode acrescentar que o método de obtenção da trinca por fadiga por rotação e aplicação de força radial é bem mais rápido e prático de ser realizado quando comparado com os demais testes padronizados e garante a formação de uma trinca de fadiga muito uniforme e com baixa excentricidade (WEI et al., 1982).

Uma vez que a pré-trinca foi gerada, faz-se então o ensaio de quebra do corpo de prova com o auxílio de uma máquina de tração. A peça é então presa em ambas as extremidades e tracionada até sua ruptura, gerando uma curva de tensão deformação linear elástica, que é o efeito esperado pela deformação plana de fratura. Utilizando-se de uma máquina de teste de tração. A taxa de deslocamento aplicada é de 1,0 mm/min. A

tenacidade à fratura pode ser calculada pela equação III a seguir, utilizando-se dos seguintes dados.

$$K_{IC} = \frac{F}{D^{3/2}} \left(-1,27 + 1,72 \frac{D}{d} \right) \quad (\text{III})$$

Onde F é a força máxima aplicada para quebra do corpo de prova (em KN), D é o diâmetro do corpo de prova (mm), e d é o diâmetro médio de fratura frágil pós quebra do corpo de prova (mm).

Para que seja válida esta fórmula e o estado de deformação plana de fratura seja atingido, o diâmetro da amostra deve obedecer a correlação da equação IV a seguir:

$$D \geq 1,5 \cdot \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (\text{IV})$$

Onde σ_y é a tensão de escoamento do material.

Outra correlação importante para viabilizar o uso da equação, é que o comprimento L da amostra ensaiada deve obrigatoriamente exceder o diâmetro D da amostra em quatro vezes, como mostrado na equação V:

$$L > 4xD \quad (\text{V})$$

Uma vez respeitados os parâmetros para as dimensões dos corpos de prova, o diâmetro de pré-trinca induzido também deve respeitar uma faixa de valores, conforme a correlação da VI, apresentada a seguir.

$$0,5 < \frac{d}{D} < 0,8 \quad (\text{VI})$$

A técnica apresentada, mesmo tendo sido criada com foco no ensaio de materiais extremamente duros e resistentes como aços ferramenta, atualmente não se restringe apenas a essa aplicação. PODGORNIK et al. (2011) utilizaram-se da técnica para obtenção do

comportamento do refinamento da microestrutura nas propriedades mecânicas do aço SAE 6150 (51CrV4) com resultados de alta confiabilidade e muito satisfatórios.

WEI et al. (1982) realizaram ensaio de tenacidade à fratura para o aço inoxidável 30Cr2MoV utilizando corpo cilíndrico entalhado em duas situações distintas de geração de pré-trinca, por meio de aplicação de força radial com corpo de prova em rotação e com aplicação de carga axial cíclica de tensão e compressão. Os autores observaram que, para formação de pré trinca por fadiga com técnica de tração e compressão, a probabilidade de formação de zona de fratura excêntrica é maior do que quando aplicado sob tensão radial em rotação. Os experimentos também mostraram que a região ao redor da ponta da trinca das amostras é muito próxima do estado de deformação plana ideal, sendo os resultados muito confiáveis. Devido a isso, os resultados obtidos também são, em alguns casos, conservadores quando comparados aos obtidos por corpos de prova CT e método de flexão de três pontos.

2.4.3.1. Cálculo de Excentricidade

Durante a propagação da trinca em fadiga cíclica, nas amostras cilíndricas entalhadas, é possível que a trinca se inicie em porções mais frágeis da zona tensionada como inclusões de carbonetos à frente da trinca gerando uma região de fratura excêntrica pós quebra. Outra causa de excentricidade pode ser a não concentricidade da peça durante a usinagem dos corpos de prova. Caso as tolerâncias de batimento não sejam respeitadas durante usinagem, durante realização da pré trinca a força de tensão será aplicada de forma descompensada, gerando zona fraturada elíptica (ULE et al., 2000).

A propagação de trinca em fadiga realizada por aplicação de força radial em amostra sob rotação apresenta uma ocorrência menor de trinca excêntrica com relação à realização da trinca sob regime de tensão e compressão, também em amostras cilíndricas (ULE et al., 2000).

Quando o cálculo de tenacidade à fratura é necessário ser realizado para amostras que apresentaram excentricidade, os valores obtidos apresentam grande dispersão em torno da média. A dispersão dos dados de tenacidade à fratura obtida pode ser minimizada se a

propagação da trinca em fadiga não produzir uma região excêntrica radialmente no corpo de prova.

Para eliminar qualquer efeito da geometria da raiz do entalhe, a trinca de fadiga deve penetrar pelo menos duas vezes o raio da zona plástica a partir da raiz do entalhe na peça. Esses parâmetros podem ser facilmente alcançados por meio de máquina de teste com barra rotativa, como por exemplo, torno mecânico (STARK & IBRAHIM, 1986).

Conforme demonstrado por ULE et al. (2000), é possível aplicar um método de correção para cálculo do valor de tenacidade à fratura para amostras que apresentaram excentricidade, conforme demonstrado a seguir. Primeiramente calcula-se o nível de excentricidade apresentado pelas amostras, conforme equações VI, VII e VIII.

$$N = \frac{D}{d} \quad (\text{VI})$$

$$Q = \left(\frac{D}{2d - d_n + 2p} \right) \quad (\text{VII})$$

$$e = \left(\frac{Q - N}{N} \right) \quad (\text{VIII})$$

Onde D é o diâmetro do corpo de prova, d é o diâmetro após realização da pré-trinca (diâmetro de ligamento), d_n é o diâmetro da seção após entalhe, p é a menor distância medida entre a zona de fratura frágil e a borda inicial da pré trinca e, por fim, e é o valor de correlação de excentricidade conforme mostrado na figura 15.

Figura 15: Apresentação esquemática de superfície com fratura excêntrica e as variáveis (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

Quando as amostras não apresentam diâmetros de fratura dúctil e frágil excêntricos, tem-se, com a aplicação da equação VI, o valor de N e também de e da equação VIII consequentemente igual a zero.

O valor tolerável de e para que não se caracterize excentricidade é de aproximadamente 0,01. Acima desse valor indica-se aplicar a correção.

Com os índices de excentricidade medidos e os valores de tenacidade à fratura calculados, um gráfico de correlação da excentricidade versus tenacidade é então plotado, conforme exemplo da figura 16 a seguir.

Figura 16: Gráfico de tenacidade à fratura versus correlação de excentricidade (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

A equação linear média da correlação entre excentricidade calculada e tenacidade à fratura obtida é composta de uma variável mais uma constante, onde a constante representa o valor quando a excentricidade tende a zero, logo esse valor é o valor utilizado como a

tenacidade à fratura real das medições descontando o efeito da excentricidade.

Os valores obtidos de tenacidade à fratura pela correção de excentricidade apresentada anteriormente são muito próximos dos valores verdadeiros determinados sem necessidade de correção, o que demonstra a eficiência do método. Se a correção for aplicada conforme mencionado anteriormente, o método pode ser aplicado com confiabilidade para materiais com tenacidade à fratura até 95 MPa $\sqrt{m}$ (ULE et al., 2000).

2.4.4. Fatores de Influência na tenacidade à fratura

Os parâmetros microestruturais como fração volumétrica de carbonetos não diluídos na matriz, diâmetro médio das partículas, distância entre carbonetos bem como volume de austenita retida na matriz, tem influência direta no comportamento de tenacidade à fratura do material. Tal situação é muito comum para metais que, por sua vez, comumente apresentam microestrutura com carbonetos precipitados e inclusões não metálicas em sua microestrutura.

2.4.4.1. Fração Volumétrica de carbonetos

CARLSON et al. (1979) realizaram experimento com aços do sistema ferro carbono cromo (Fe-C-Cr) com e sem titânio, a fim de determinar a influência da variação da temperatura de austenitização com a tenacidade à fratura final do material. Foram realizados tratamentos com cinco diferentes temperaturas de austenitização e um efeito direto na distância entre carbonetos pôde ser verificado. Quanto maior a temperatura de austenitização, maior foi a distância observada entre carbonetos e consequentemente maior a tenacidade à fratura.

Para aços com elementos formadores de carbonetos, existe uma temperatura ótima de austenitização que garante as melhores propriedades mecânicas e tenacidade à fratura simultaneamente (CARLSON et al., 1979). Poucos estudos demonstram de forma empírica a dependência de parâmetros da microestrutura com tenacidade à fratura, logo, algumas pesquisas avançam no sentido de aperfeiçoar a quantificação da influência desses parâmetros na tenacidade à fratura dos materiais.

LESKOVSEK et al. (2002), realizaram estudo de tenacidade à fratura de aços ferramenta AISI M2. Aços desse tipo devem possuir boa tenacidade à fratura, pois são sujeitos a cargas que, caso não sejam absorvidas por micro escoamento da matriz, podem acelerar quebra e minimizar vida útil da ferramenta. Na fratura com deformação controlada, o que é o caso quando se utiliza técnica de corpo de prova cilíndrico com entalhe, que será discutida mais adiante, o modelamento do K_{IC} pode ser realizado com base nas características da microestrutura e superfície fraturada. Em alguns casos, o modelamento do K_{IC} é usualmente baseado no critério de inicialização da fratura dúctil com coalescência de micro vazios. A deformação plástica local na ponta do entalhe deve exceder o valor crítico das distâncias entre partículas para que ocorra a fratura dúctil com coalescência de micro vazios. De forma indireta, é proposto que a abertura do entalhe δ_t deve ser grande suficiente para que se supere ao menos metade da distância média entre as partículas precipitadas d_p , conforme apresentado na figura 17 a seguir.

Figura 17: Formação de microvazios nas partículas de inclusões ou precipitados com a região de deformação plástica intensa na ponta da trinca (LESKOVSEK et al., 2002).

Conforme se aumenta a fração de partículas precipitadas, maior é sua concentração na matriz de um material, conseqüentemente, maior é seu efeito negativo na tenacidade do material. Um exemplo desse efeito pode ser observado conforme apresentado na figura 18, a seguir (LESKOVSEK et al., 2002).

Figura 18: Tenacidade à fratura de liga de alumínio em função do volume de fração de inclusões (LESKOVSEK et al., 2002).

O estudo mostra que com o aumento da fração das inclusões tem-se o decréscimo proporcional da tenacidade à fratura para o aço ferramenta AISI M2, o que demonstra o impacto direto dessa característica na tenacidade à fratura.

2.4.4.2. Tamanho de Grão

Outro fator de influência na tenacidade à fratura dos materiais é o tamanho de grão. Nos aços essa variável é controlada pela temperatura e tempo de exposição durante a austenitização. De uma maneira geral, para temperaturas de austenitização maiores, há uma maior tendência ao crescimento de grão, o que causa um impacto bastante negativo nas propriedades de tenacidade.

A fabricação atual do aço 300M é realizada em sua grande parte em forno de fusão por indução a vácuo ou também em processo de refusão a arco sob vácuo. Tais processos garantem a elevada pureza da liga de aço 300M, evitando a influência de crescimento de precipitados não desejados na matriz que podem afetar crescimento de grão (BAKHSHESHI-RAD et al., 2011).

ZHANG et al. (2011) realizaram análise metalográfica em amostras de aço 300M austenitizadas em 850°C, 900°C, 950°C, 1000°C, 1050°C e tempo de encharque de 5, 10, 30, 60, 90 e 120 minutos. Após o tratamento, as amostras foram resfriadas rapidamente em água. A morfologia dos grãos de austenita das amostras austenitizadas 5 minutos é

mostrada nas figuras 19 (a, b e c) a seguir, após ataque com ácido pícrico para revelação de contorno dos grãos.

Figura 19: Efeito da temperatura de austenitização na morfologia do grão de austenita com tempo de encharque de 5 minutos: 850°C (a); 950°C (b) e 1050 °C (c) (ZHANG et al., 2011).

Analisando-se a metalografia das figuras, observa-se que para a amostra austenitizada a 850°C (Figura 19a) os grãos de austenita distribuem-se de forma não homogênea como grãos finos em contato uns com os outros e com contorno de grão irregular que se misturam. Devido ao alto ponto de fusão dos elementos componentes desse aço, como molibdênio, vanádio e cromo, para essa temperatura os carbonetos não possuem uma alta taxa de diluição. Dessa forma, esses carbonetos separam os contornos de grão afetando a difusão do ferro e átomos de carbono, prevenindo o crescimento de grão de austenita no processo de austenitização do aço.

Com o aumento da temperatura de austenitização do aço 300M, como observado na figura 19b, os contornos de grão reduzem e se tornam mais definidos, planos e retilíneos. O formato do grão sofre uma leve modificação no qual alguns grãos de austenita crescem e outros diminuem ou até mesmo desaparecem durante o processo.

Com a dissolução completa dos carbonetos em austenitização a 1050°C, o efeito de contenção gerado por eles reduz, e os grãos de austenita crescem rapidamente, conforme apresentado na figura 19c.

Como é possível verificar, os grãos de austenita crescem gradualmente com o aumento da temperatura de austenitização. Os autores demonstram esses resultados na curva da figura 20 a seguir, onde são correlacionados os tamanhos de grão com a temperatura de austenitização aplicada para as amostras.

Figura 20: Efeito da temperatura de austenitização no tamanho de grão para amostras de aço 300M. Tempo de encharque de 5 minutos (adaptado de ZHANG et al., 2011).

O tamanho médio de grão para as amostras do aço 300M austenitizadas aumentou de 7.91 μm para 67.10 μm e consequentemente o número de tamanho de grão ASTM diminuiu de 11.0 para 5.0, com o aumento da temperatura de austenitização de 850°C para 1050°C.

Os grãos de austenita formados em temperaturas abaixo de 900°C apresentam taxa de crescimento baixa com o aumento da temperatura, porém, o tamanho de grão de austenita aumenta rapidamente a temperaturas de austenitização acima de 900°C. Dessa forma, a atividade atômica aumenta com o aumento da temperatura de austenitização e então o grão de austenita se junta com os grãos menores. A autodifusão dos átomos de ferro induz a transformação da austenita. A difusão do carbono transforma a austenita, no resfriamento, em fases α e Fe_3C (ferrita e cementita).

Em outras palavras, o tamanho de grão de austenita para amostras temperadas a 900°C é pequeno devido ao grande número de carbonetos. Assim, os grãos de austenita apresentam grande crescimento somente após a dissolução desses carbonetos em temperaturas mais altas.

O mesmo efeito do aumento da temperatura de austenitização no tamanho do grão pode ser observado com o aumento do tempo de encharque das amostras. Os carbonetos gerados pelos elementos de liga do aço 300M se dissolvem de forma gradual de acordo com

o aumento do tempo de exposição. Quando o tempo de encharque é menor, os carbonetos não podem se diluir completamente na austenita. O contorno de grão reduz e se torna mais plano de acordo com o aumento do tempo de encharque. Quanto maior o tempo, maior a estabilidade do grão de austenita.

A figura 21 a seguir mostra a distribuição do tamanho de grão de austenita para o aço 300M de acordo com o aumento do tempo de encharque para as amostras temperadas a 900°C e 1050°C.

Figura 21: Efeito do tempo de encharque no tamanho de grão de austenita para amostras austenitizadas a 900°C e 1050°C (adaptado de ZHANG et al., 2011).

O tamanho de grão de austenita cresce de forma vagarosa em tempo de encharque menor que 90 minutos e, para tempos de exposição maiores, a taxa de crescimento é mais elevada. Logo, o efeito do tempo de encharque no crescimento de grão é mais leve que o aumento da temperatura, porém existe.

Conforme comentado, a tenacidade à fratura se relaciona também com tamanho dos grãos mesmo em regiões onde não há precipitação de carbonetos nos contornos de grão. Quanto maior o tamanho de grão de um material, menor será sua tenacidade à fratura. Entretanto, para regiões onde grãos são maiores que a zona plástica atuante, essa correlação não existe (PACYNA & MAZUR, 1986).

Na figura 22 a seguir, é apresentado um gráfico de tenacidade à fratura pela correlação de tamanho médio de grão $\bar{L}$ pelo diâmetro da zona plástica d_y .

Figura 22: Relação entre tenacidade à fratura e tamanho médio de grão por diâmetro de zona plástica para aço ferramenta (adaptado de LESKOVŠEK et al., 2002).

Para grãos pequenos, a tenacidade à fratura é alta uma vez que se tem grande número de barreiras de contorno de grão para serem vencidas a fim de viabilizar a propagação e expansão da trinca. A medida que o tamanho de grão se torna maior, os valores de tenacidade à fratura caem progressivamente. Já quando o tamanho de grão é maior que a zona plástica formada na ponta da trinca, a tenacidade à fratura se torna independente e não sofre mais influência do tamanho de grão da matriz. Nesse caso, a influência do contorno de grãos (atuando como barreira para a propagação) no movimento da zona plástica se torna negligível e a tenacidade à fratura permanece praticamente sem alteração (LESKOVŠEK et al., 2002).

2.4.4.3. Austenita Retida

A matriz de um material consiste na verdade de uma grande variação de fases com diferentes composições de microestruturas. A austenita retida em uma matriz pode assumir

papel de absorvedor de energia, diminuindo até mesmo a propagação de trinca quando atingir região contendo essa fase.

A quantidade de austenita retida na matriz tem também grande influência na tensão residual e estabilidade dimensional da peça. A quantidade de austenita retida remanescente na matriz é influenciada por alguns fatores como tamanho de grão, temperatura de têmpera, meio e velocidade de resfriamento, composição química do material, temperatura de revenimento, entre outras (SENTHILKUMAR et al., 2011).

A presença de alta quantidade de austenita retida na estrutura de martensita tende a causar queda na resistência à tração e limite de escoamento. Durante o revenimento a certa temperatura, normalmente a austenita retida é transformada em martensita aumentando-se a dureza, entretanto, a perda de dureza pelo revenimento da martensita primária esconde parcialmente o ganho pela transformação da transformação da austenita retida (SENTHILKUMAR et al., 2011).

Embora a presença de austenita retida possa gerar todos os efeitos mencionados anteriormente, a austenita retida presente na matriz do aço 300M pós tempera, sem revenimento, não é suficiente para diminuir significativamente a fragilidade da matriz (YOUNGBLOOD & RAVAGHVAN, 1978).

O tratamento térmico de Martêmpera tem também como característica a diminuição da ocorrência de austenita retida na microestrutura. Uma vez que existe um tempo de espera para equalização da temperatura, a austenita possui também tempo e energia suficiente para se transformar em martensita (KRISHNA et al., 2012).

Em estudo realizado com tratamento térmico de martêmpera no aço AISI 52100, KRISHNA et al. (2012) detectaram aumento de dureza da ordem de três vezes e aumento na resistência ao desgaste de 50% a 60% com relação à amostra recozida, que possuem melhor propriedade de resistência ao desgaste, devido a diminuição da austenita retida na matriz.

Em aços de médio carbono e baixa liga, os elementos de liga como cromo, molibdênio e manganês diminuem a temperatura de transformação final de martensita M_f para temperaturas abaixo da ambiente, causando assim grande retenção de austenita não transformada na microestrutura. Durante processo de usinagem ou aplicação da peça, essa fase metaestável pode se transformar em martensita durante solicitação mecânica, o que leva a instabilidade dimensional, distorções e possível falha catastrófica (BAKHSHESHI-RAD et al., 2011).

A formação da austenita retida tem influência direta do meio de resfriamento pós austenitização utilizado. Quando a taxa de resfriamento do meio é diminuída, aumenta-se a fração de austenita retida nas amostras como é mostrado na figura 23 a seguir.

Figura 23: Efeito do meio de têmpera na fração de austenita retida para aço baixa liga 3Cr-Mo (BAKHSHESHI-RAD et al., 2011).

Para a dureza do material, devido a maior quantidade de martensita na matriz em meios de resfriamentos mais severos, pode se observar o efeito inverso do apresentado para a fração de austenita retida da figura 23. De acordo com que a capacidade de retirada do calor do meio de resfriamento aumenta, observa-se o aumento da dureza do material.

TOMITA & OKAWA (1993) realizaram estudo comparativo com amostra do aço 300M temperada e revenida convencionalmente e amostras submetidas à austêmpera a diversas temperaturas, resultando em diferentes quantidades de austenita retida na matriz. As amostras foram temperadas a temperatura de austenitização de 900°C, resfriadas a óleo e revenidas a 300°C. Já as amostras austemperadas, foram submetidas à temperatura isotérmica de 320°C, 350°C, 370°C e 400°C após austenitização a 900°C, produzindo assim estrutura de bainita com 12, 18, 22 e 25% de volume de austenita retida. A figura 24 a seguir mostra, além dos dados para o tratamento convencional, os efeitos da temperatura isotérmica de transformação da austêmpera entre 320°C a 400°C aplicada versus valores de tenacidade à fratura Charpy e K_{IC} .

Figura 24: Efeito da temperatura isotérmica de transformação e tratamento convencional na tenacidade à fratura do aço 300M (adaptado de TOMITA & OKAWA, 1993).

É possível observar um comportamento interessante para as amostras ensaiadas. O valor de K_{IC} e energia de impacto Charpy para as amostras tratadas isotermicamente de 320°C a 400°C não são controlados apenas pela quantidade de austenita retida em sua matriz. Os valores de tenacidade ao impacto para amostras tratadas até 346°C foram melhorados quando comparados com o tratamento convencional CQT (*Conventional Quenching and Tempering*). Entretanto, para as amostras austemperadas acima da temperatura de 366°C, um alto efeito de queda nos valores de tenacidade foi detectado. Esse resultado sugere que a tenacidade para as amostras austemperadas depende em sua maior parte da morfologia da bainita que da quantidade de austenita retida em si (TOMITA & OKAWA, 1995; TOMITA & OKAWA, 1993).

A austenita retida principalmente em microestrutura de bainita (resultado do tratamento térmico de austêmpera) causa o efeito benéfico para minimizar possibilidade de iniciação de trinca possivelmente devido ao fino filme formado que produz o refinamento da sub estrutura, formando por exemplo pacotes ou blocos. Em adição, esses filmes finos de

austenita propiciam uma relaxação da concentração de tensão e atuam também como ponto de parada da trinca (TOMITA & OKAWA, 1995).

LESKOVŠEK et al. (2002), realizando ensaios com aço AISI M2, verificaram que existe uma correlação muito pobre entre dureza do material e tenacidade à fratura, conforme figura 25 a seguir.

Figura 25: Valores de tenacidade à fratura KIC versus dureza Rockwell C para aço rápido AISI M2 (adaptado de LESKOVŠEK et al., 2002).

No caso de aços ferramenta, a minimização da austenita retida na matriz, gerando maiores quantidade de martensita, não pode ser considerada como tendo influência direta no aumento da tenacidade à fratura bem como nos limites de resistência mecânica do material ao mesmo tempo. Isso se deve ao fato de que quando se varia a temperatura de revenimento e consequentemente o endurecimento secundário pelo efeito dos carbonetos, pode-se obter uma dureza similar em amostras diferentes de um mesmo material, porém com diferentes microestruturas, variando assim o valor de tenacidade obtido em cada um deles.

2.4.4.4. Fragilização por Revenimento

O efeito de fragilização após revenimento para aços de baixo carbono, como o 300M, pode ocorrer por dois principais motivos, precipitação de elementos e tamanho de grão.

Para o aço 300M, por exemplo, durante a austenitização, elementos de liga segregam nos contornos de grão de austenita e, quando o material é revenido na faixa de aproximadamente 400°C, impurezas do material como fósforo segregam para os contornos de grão de austenita primária e formam assim uma região estruturalmente fragilizada. Quanto maior o tamanho de grão de austenita primária, mais evidente é o efeito da fragilização por revenido entre 400°C e 450°C.

Para tamanho de grão elevado tem-se baixa área de contorno de grãos no material, por isso, quanto maior o tamanho de grão menor será a região disponível para precipitação, para uma dada concentração de impurezas do material base durante o revenimento, formando assim grande região fragilizada. A produção de aço atual garante baixa quantidade de elementos de impurezas como fósforo, por exemplo, porém o efeito deve sempre ser analisado (YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1978).

O tratamento térmico realizado com temperatura de austenitização de 870°C é praticamente livre deste efeito de fragilização por formar grãos muito pequenos e logo, poucas regiões de fragilização no contorno dos pequenos grãos de austenita primária são observadas (YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1978).

O aço AISI 4340 apresenta uma grande combinação de propriedades mecânicas de acordo com as variáveis do tratamento térmico aplicado conforme estudo realizado por ZHIRAFAR (2005), apresentado na figura 26 a seguir.

Figura 26: Efeito da variação da temperatura de revenimento no Limite de Resistência à Tração, Limite de Escoamento e Redução de Área do aço AISI 4340 (adaptado de ZHIRAFAR, 2005).

Na figura 26, pode ser observado que diferentes processos de tratamento térmico podem ser realizados a fim de se obter combinação ótima de resistência, ductilidade e tenacidade para o aço AISI 4340. Entretanto, durante o processo de revenimento, o aço AISI 4340 também é susceptível à fragilização em uma determinada faixa de temperatura em torno de 300°C. Com o objetivo de prevenir a fragilização por revenimento, estudos sobre propriedades mecânicas e comportamento microestrutural tem sido realizados a fim de analisar os efeitos.

LEE & SU (1999) realizaram estudo das propriedades mecânicas e microestruturais do aço AISI 4340 quando submetido a diferentes temperaturas de revenimento (de 100 a 650°C) por duas horas após austenitização a 850°C por 30 minutos. Os resultados do estudo mostram que todas as amostras revenidas apresentaram fratura dúctil após ensaios de

tração com exceção das amostras temperadas a 300°C.

Por meio de análise fractográfica, observou-se que os corpos de provas revenidos a temperatura de 300°C apresentaram fratura com região de clivagem e pequenas regiões de crescimento de microvazios de coalescência. Assim, fica evidente que a fragilização é também acompanhada por uma modificação no modo de fratura, alterando de coalescência por microvazios transgranulares para fratura predominante de separação intergranular ao longo dos contornos de grãos da martensita primária.

O revenimento em diferentes temperaturas produz vários tipos de carbonetos precipitados em diferentes formas e tamanhos na matriz. A fragilização da martensita não é atribuída somente a um único mecanismo. A austenita retida em formato de filme entre as placas de martensita se decompõem e forma filmes de carbonetos de cementita entre as placas de martensita. Esse filme de carbeto é responsável pela fragilização da martensita revenida na faixa dos 300°C para o aço AISI 4340.

A fragilização no revenimento pode ser classificada em dois tipos de acordo com o modo de fratura apresentado, transgranular ou intergranular.

A fragilização transgranular é geralmente associada pela formação dos carbonetos entre as placas de martensita. Já a fragilização intergranular está relacionada com uma combinação de ação entre inclusões e impurezas como fósforo e enxofre segregados durante austenitização e os carbonetos formados durante revenimento a partir do contorno dos grãos da austenita primária (KWON et al., 1988; LEE & SU, 1999).

KWON et al. (1988) realizaram estudo do efeito do tamanho de grão no comportamento em tenacidade à fratura via ensaio Charpy do aço AISI 4340. Variou-se a temperatura de austenitização nas faixas de 870°C, 1030°C e 1200°C e após, aplicou-se revenimento nas faixas de 200°C a 500°C. Os ensaios foram realizados em temperatura ambiente de 23°C, -95°C e a -196°C.

Os gráficos da figura 27 (a, b e c) a seguir mostram a influência do tamanho de grão nas curvas de energia absorvida dos corpos de prova.

Figura 27: Variação na energia absorvida ao impacto de acordo com a temperatura de revenimento para amostras austenitizadas em 870°C (a), 1030°C (b) e 1200°C (c) e testadas a 23°C, -95°C e -196°C (adaptado de KWON et al., 1988).

A figura 27a mostra a variação da energia absorvida para amostras austenitizadas a 870°C de acordo com a temperatura de revenimento a três diferentes temperaturas de teste. Para teste em temperatura ambiente, a energia absorvida aumenta continuamente com o aumento da temperatura de revenimento. Nenhuma zona de fragilização não é observada para esse caso. Para teste realizado a -95°C, um vale com menores valores de energia absorvida é apresentado para amostras revenidas a 300°C. Já para os testes realizados a -196°C, o vale de energia a mesma temperatura de revenimento se apresenta ainda mais acentuado.

Analisando-se a figura 27b, pode-se observar que para as amostras austenitizadas a 1030°C e ensaiadas em temperatura ambiente, o valor de energia absorvida decresce levemente em temperatura de revenimento de 300°C. Para as curvas de -95°C e -196°C, o comportamento apresentado é o mesmo para as amostras austenitizadas a 870°C.

Para as amostras austenitizadas em 1200°C, apresentada na figura 27c, mesmo para temperatura ambiente uma zona de fragilização é nitidamente apresentada à temperatura de revenimento de 300°C. Para os ensaios a temperaturas mais baixas, observa-se que

quanto menor a temperatura, maior e a profundidade do vale criado pela zona de fragilização por revenimento.

O vale formado nas curvas de absorção de energia, que representa a fragilização da martensita ao revenido, é identificado em temperaturas de teste mais baixas para amostras com grãos finos que para amostras de grão grosseiro. Dessa forma, a temperatura de teste crítica abaixo da qual a formação do vale de fragilização é observada diminui de acordo com o decréscimo do tamanho do grão.

Por análise em microscópio eletrônico de transmissão nas amostras austenitizadas a 870°C e revenidas a 200°C e 300°C, foram detectadas carbonetos em contorno de grão apenas para as amostras temperadas a 300°C. Para as amostras temperadas a 200°C, praticamente não foi observado sinais dos carbonetos. O tipo principal da fratura observada para ambos os grupos das amostras testadas em temperatura ambiente foi de fratura dúctil, com alta presença de *dimples* para ambos os grupos, dessa forma, a fragilização ao revenimento não é observada a temperatura para as amostras temperadas a 870°C onde o tamanho de grão é pequeno, pois o mecanismo de fratura é determinantemente dúctil.

Porém, para as amostras testadas a -196°C, a fractografia mostrou grande área de fratura frágil intergranular para as amostras revenidas a temperatura de 300°C, entretanto, para as amostras submetidas à revenimento de 200°C foi observado predominância de fratura frágil transgranular, o que sugere ser apenas efeito da temperatura. Por isso, o vale formado pela fragilização ao revenido nas curvas de absorção de energia é atribuído aos carbonetos de contorno de grãos formados no revenimento a 300°C propiciando a fratura frágil de contorno de grão.

Por meio de análise fractográfica das amostras austenitizadas a temperatura de 1030°C e testadas em temperatura ambiente, observa-se uma mistura entre fratura dúctil (com presença de *dimples*) e regiões de fratura frágil intergranular. A quantidade de fratura frágil intergranular encontrada para amostras temperadas a 300°C foi muito maior que para as amostras temperadas a 200°C. A mesma situação é observada com teste a temperatura de -196°C, com acentuação de fratura frágil intergranular para as amostras temperadas a 300°C e fratura frágil intergranular para as temperadas a 200°C.

O mesmo comportamento é observado para as amostras austenitizadas a 1200°C, dessa forma conclui-se que a fratura frágil intergranular pode ser mais efetivamente ativada

com o decréscimo da temperatura de teste ou com o aumento do tamanho de grão e, a fragilização por revenido que causa fratura frágil intergranular ocorre na presença de carbonetos de contorno de grãos.

YOUNGBLOOD & RAGHAVAN (1978) em trabalho realizado para avaliação da tenacidade à fratura em diferentes parâmetros de tratamentos térmicos, observaram que para amostras de aço 300M austenitizadas a 870 °C ou mais, durante o revenimento realizado em aproximadamente 425°C, os carbonetos são encontrados em fase de cementita apenas parcialmente esferoidizados. Um dos fatores mais relevantes é que nessa temperatura de revenimento a austenita retida nos contornos das ripas de martensita se decompõe em cementita e ferrita. Assim, uma rede de ripas de cementita é então formada no contorno das placas de martensita, fragilizando a matriz. O revenimento a temperaturas acima de 535°C faz com que a cementita seja totalmente esferoidizada minimizando novamente os efeitos de fragilização. O efeito na tenacidade à fratura pode ser observado na figura 28 a seguir e serão discutidos nos tópicos posteriores.

2.5. TENACIDADE PARA AÇO 300M

YOUNGBLOOD & RAGHAVAN (1977) realizaram estudo em busca de analisar as combinações das variáveis do tratamento térmico de têmpera, como temperatura de austenitização e temperatura de revenimento, para obtenção das melhores propriedades mecânicas do aço 300M, como limite de escoamento, limite de resistência à tração e tenacidade à fratura.

No estudo realizado, as amostras foram previamente normalizadas a temperatura de 900°C por uma hora, em seguida, iniciou-se o processo para tratamento térmico. A austenitização foi realizada por 1 hora em um forno vertical tubular com atmosfera controlada de hélio e, em seguida, as amostras foram submetidas a resfriamento rápido em óleo a temperatura ambiente. Após estabilização, as amostras foram duplamente revenidas em banho de sal líquido pelo período de 2 horas.

As temperaturas de austenitização utilizadas no estudo foram de 870°C, 980°C, 1092°C, 1203°C e as temperaturas aplicadas no duplo revenimento foram de 203 °C, 315 °C, 426 °C e 537 °C.

Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados conforme norma ASTM E399, com

corpos de prova do tipo CT (*Compact Tension fracture toughness test*) e os resultados foram plotados no gráfico da figura 28 a seguir.

Figura 28: Efeito da temperatura de revenimento na tenacidade à fratura em do aço 300M para quatro temperaturas de austenitização distintas, 870°C, 980°C, 1092°C e 1200°C (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).

É possível observar nas curvas da figura 28 que a tenacidade à fratura aumenta para as amostras austenitizadas a 870°C de forma contínua de acordo com o aumento da temperatura de revenimento aplicada até a temperatura aproximada de 326°C, onde permanece em um patamar constante voltando a aumentar a partir de 446 °C.

Para as amostras austenitizadas a temperaturas maiores, como 980°C, 1092°C e 1200°C, os valores de tenacidade à fratura obtidos aumentaram acentuadamente até temperatura de revenimento de 203 °C e então declinam também de forma acentuada alcançando valores mínimos na temperatura de revenimento de aproximadamente 425°C. Em temperaturas superiores de revenimento, os valores de tenacidade voltam a subir.

Por análise em microscópio eletrônico de transmissão, os autores observaram que nas amostras austenitizadas à temperatura de 870°C da figura 28 e também amostras somente temperadas da figura 30, partículas primárias elipsoidais não diluídas nos contornos bem como no interior das placas e ripas da matriz de martensita foram encontradas. As partículas variaram em tamanho e faixa de diâmetro entre 100 e 200 nanômetros. Para os corpos de

prova austenitizados em temperaturas de 980°C e superior, não foram observadas as partículas não diluídas. Isso sugere que a temperatura de austenitização de 870°C é a faixa de temperatura de diluição das partículas na matriz.

O estudo também mostra que a diluição das partículas é dependente apenas da temperatura e não do tempo de encharque. Mesmo submetendo algumas amostras a um tempo de encharque de até 8 horas de austenitização a 870°C, não foi suficiente para ocorrer a dissolução completa das partículas. Dissolução que ocorre praticamente por completa em austenitização por 1 hora a 980°C.

Durante o revenimento, caso as partículas primárias não tenham sido diluídas suficientemente, elas são precipitadas na matriz fragilizando-a, tornando-se pontos de favorecimento de propagação da trinca.

As partículas primárias não podem ser correlacionadas com nenhuma segunda fase conhecida do material e podem ser verificadas na figura 29 a seguir, conforme estudo de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN (1977).

Figura 29: Partículas elipsoidais não diluídas na matriz de martensita em corpo de prova temperado a partir da temperatura de austenitização de 870°C (YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).

Quando o revenimento é realizado em 425°C observa-se, na figura 28, que as amostras austenitizadas a temperaturas superiores a 870°C tem seu valor de tenacidade afetado com grande queda devido à fragilização. Pela observação da morfologia da fratura das amostras ensaiadas sob essas condições, observa-se que a quebra se inicia nos contornos de grãos ao invés da matriz. Esse fenômeno pode ser entendido pelo fato, já mencionado anteriormente,

de que durante a austenitização alguns elementos de liga dissolvidos na matriz se acumulam no contorno de grão da austenita e, no subsequente revenimento a 425° os elementos de impureza se segregam nos contornos de grão da austenita primária e então produzem uma região de estrutura fragilizada, sendo essa a temperatura de fragilização por revenimento. Quanto maior o grão de austenita, menor é a área de contorno. Portanto, para uma quantidade definida de impurezas mais facilmente irão saturar as regiões de contorno de grãos.

O tamanho de grão do material é afetado diretamente pela temperatura de austenitização aplicada. No estudo, para as amostras temperadas com temperaturas de austenitização de 870°C, 980°C, 1092°C e 1200°C puderam ser medidos tamanhos de grão de 8, 5, 3.5 e 1 respectivamente, conforme ASTM E112.

O tamanho crítico de grão médio onde o efeito pode ocorrer está em torno de 5 e 8 para o aço 300M. Isso explica o fato de que para as amostras tratadas em 870°C não se observa fragilização nessa faixa de revenimento, pois nesse tratamento apresentam tamanhos de grãos pequenos, em torno de 8.

Em complementação, na figura 30 a seguir, é possível observar o efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura do aço em diferentes temperaturas de revenimento.

Figura 30: Efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura de deformação plana para o aço 30M em diferentes temperaturas de revenimento (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHAVAN, 1977).

É possível observar que há uma grande dependência da inclinação das curvas de acordo com a temperatura de revenimento. A tenacidade à fratura para peças apenas temperadas e amostras revenidas a aproximadamente 425°C quase não sofrem variações pela temperatura de austenitização aplicada.

Os valores de tenacidade para as amostras revenidas a 203 °C e 315°C aumentam de acordo com o aumento da temperatura de austenitização, enquanto que amostras revenidas a 535°C mostram um decréscimo na tenacidade com a evolução da temperatura. Isso mostra a inter-relação entre a temperatura de austenitização e a temperatura de revenimento aplicada.

Em amostras com temperaturas de revenimento até 425°C, enquanto se aumenta a temperatura de austenitização, o tamanho de grão de austenita também aumenta e entre 870°C e 980°C e ocorre também dissolução das partículas primárias, isso resultando em valores maiores de tenacidade à fratura do material.

Durante revenimento a 200°C tem-se a precipitação e crescimento, por toda a peça, de plaquetas de ϵ -carbonetos. Esse tipo de carbeto é resultante de precipitação durante o

fenômeno de auto revenimento onde, a martensita formada primeiramente a partir do cruzamento da faixa de temperatura de M_s passa por um processo de revenimento até o final da transformação, conforme também estudado por outros autores (PADMANABHAN & WOOD, 1984). A austenita retida permanece presente no contorno das ripas da microestrutura de martensita. Entre 315°C de temperatura de revenimento até aproximadamente 535°C parece ser a faixa de decomposição dos ϵ -carbonetos em cementita ao longo da peça, em diferentes graus de acordo com a temperatura.

Conforme já comentado anteriormente, durante o revenimento realizado em aproximadamente 425°C, os carbonetos são encontrados em fase de cementita sem grau considerável de esferoidização. Um dos fatores mais relevantes é que nessa temperatura de revenimento, a austenita retida nos contornos das ripas de martensita também se decompõe em cementita e ferrita. Assim, uma rede de ripas de cementita é então formada no contorno das placas de martensita, fragilizando a matriz. O revenimento a temperaturas acima de 535°C fazem com que a cementita seja esferoidizada minimizando os efeitos de fragilização novamente.

O estudo feito por BAKER et al. (1965) também fizeram considerações comparativas entre esses fenômenos para o aço AISI 4340 e 300M.

O silício tem grande influência retardando a maior parte das reações durante o revenimento. Como é sabido, o silício não forma carbonetos simples na matriz do aço 300M devido à instabilidade do carbeto de silício em relação ao carbeto de ferro. Assim, o silício permanece incorporado nos ϵ -carbonetos formados durante os primeiros estágios de revenimento e a presença desse elemento reduz a taxa de crescimento das partículas. Dessa forma, retarda o processo que viabiliza a esferoidização dos carbonetos tornando a temperatura de fragilização do 300M superior à do AISI 4340.

Há dois modelos de interação do silício na matriz, o silício não se acomoda dentro da estrutura ortorrômbica da cementita e a atividade do carbono na ferrita adjacente a cementita é aumentada com o silício da matriz. Dessa forma, as partículas de cementita não podem crescer rapidamente até que o silício tenha se difundido completamente (BHAT et al., 1979).

As análises fractográficas das amostras ensaiadas por BAKER et al. (1965) mostraram que a morfologia de fratura tem grandes diferenças entre as amostras austenitizadas a 870°C

com as temperadas em temperaturas superiores como 920°C. Para as amostras austenitizadas na menor temperatura, a região fraturada apresenta uma mistura de quase clivagem e *dimples*, sem apresentação de falha intergranular independente da temperatura de revenimento.

Já para as amostras austenitizadas a temperatura de 920°C, a região fraturada também apresenta mistura de quase clivagem e *dimples* na faixa de revenimento de 203°C a 315°C, porém com bem menos regiões de quase clivagem que as amostras tratadas em 870°C. Em contraste, as amostras revenidas a 426°C apresentaram falha intergranular, que ocorreu ao longo dos contornos de grão de austenita primária.

No trabalho realizado por BAKER et al. (1965), os autores também realizaram uma série de estudos do impacto da microestrutura nas propriedades mecânicas do aço 300M e AISI 4340, variando-se a temperatura de revenimento entre 200°C e 593°C a partir de têmpera a 926°C. Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados utilizando-se de corpos de prova cilíndrico entalhado e posterior propagação de trinca circunferencial por fadiga. Os resultados mostraram que tanto a tenacidade à fratura como a resistência mecânica são afetadas pela temperatura de revenimento. A martensita formada logo após a têmpera tem estrutura cristalina tetragonal devido à presença do carbono retido na rede e a transformação da austenita produz grande volume de discordâncias e maclas que agem como barreiras para movimento das discordâncias.

Também foi verificado pelos autores que, para o aço 300M, a estrutura de martensita revenida a 315°C contém muitas partículas de precipitados chamados de *Small Rods* (pequenas hastes em tradução livre) normalmente paralelos aos contornos das *maclas*. Houve também a evidência de ocorrência de pequenas partículas precipitadas provavelmente nas discordâncias que se estendem além das *maclas* e frequentemente ligam as partículas de contorno entre as *maclas*. Partículas precipitadas nos contornos das placas de martensita também foram observadas e estas também se conectam com partículas adjacentes da matriz.

Essas características de precipitação das partículas sugerem que elas foram formadas por auto revenimento da martensita durante a têmpera. Como para o aço 300M a temperatura inicial de formação de martensita M_s é relativamente alta (aproximadamente 280°C) a matriz tem tempo e temperatura suficientes para formação e precipitação de ϵ -carbonetos.

Para revenimento aplicado a baixas temperaturas, em até 315°C para o aço AISI 4340 e até aproximadamente 480°C para o aço 300M, ocorre um pequeno alívio de tensões. Porém, quando aplicado nessa temperatura de 315°C e 480°C, geram a fragilidade da matriz. A martensita metaestável começa a se decompor e a tetragonalidade é reduzida consequentemente. Contudo, o carbono liberado é utilizado na formação dos quase contínuos filmes de carbonetos no contorno das placas de martensita e *maclas*. Esses filmes atuam como caminhos favoráveis de fratura para a propagação de trinca através da microestrutura. Consequentemente, enquanto a resistência mecânica diminui a tenacidade à fratura não acompanha o efeito de aumento.

Na zona de temperatura de revenimento crítica, a partir da qual a tenacidade à fratura aumenta rapidamente sendo de 480°C para o aço AISI 4340 e 565°C para o 300M, muitas mudanças ocorrem na estrutura cristalina que afetam diretamente a tenacidade à fratura. Primeiramente, os filmes de carbonetos não são mais formados no contorno das placas de martensita e *maclas*, ao invés disso, partículas esferoidizadas de carbeto de ferro (Fe_3C , ou cementita) são formadas. A densidade de discordâncias diminui apresentando uma recuperação da região, formando assim zonas sem defeitos na matriz com a maior permissividade de difusão. Da mesma forma, os filmes de carbeto dos contornos das *maclas* desaparecem com a esferoidização da cementita.

Todas essas alterações parecem impactar positivamente a tenacidade à fratura do material e como a densidade de carbonetos juntamente com as discordâncias ainda continuam existindo em quantidade relativamente alta, a resistência mecânica não apresenta queda acentuada com o aumento rápido da tenacidade. Como a esferoidização dos carbonetos bem como a recuperação das discordâncias é um processo propiciado pelos vazios, pode ocorrer apenas em altas temperaturas por demandar grande energia para a rápida formação dos vazios e a difusão dos átomos de carbono.

Por fim, na análise fractográfica, os autores encontraram que o aço 300M revenido a aproximadamente 315°C apresentaram muito mais caminhos de fratura com facetas planas que quando revenidos a 537°C, por exemplo, tendo seu pico quando revenidos na faixa de 480°C. Essas facetas são em sua maioria orientadas paralelamente aos carbonetos do contorno de martensita e *maclas*. Nas amostras revenidas a 537°C o perfil de fratura apresenta grande plasticidade e superfície com aspecto de rasgamento ao longo do caminho

da fratura sem mostrar uma tendência de estar seguindo qualquer microestrutura definida.

No trabalho realizado por YOUNGBLOOD & RAGHVAN (1977), também foram avaliados os efeitos das variações do tratamento térmico no limite de escoamento e limite de resistência à tração do material. Os valores, em função da temperatura de austenitização e revenimento aplicado, são mostrados nas figuras 31 e 32 a seguir.

Figura 31: Efeito da temperatura de revenimento no limite de escoamento do aço 300M para as diferentes temperaturas de austenitização aplicadas (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1977).

Figura 32: Efeito da temperatura de revenimento no limite de resistência à tração do aço 300M para quatro temperaturas distintas de austenitização (adaptado de YOUNGBLOOD & RAGHVAN, 1977).

Na figura 31, é possível observar que o limite de escoamento aumenta com o aumento da temperatura de revenimento até aproximadamente 326°C. Para a tensão máxima, mostrada na figura 32, observa-se que com o aumento da temperatura de revenimento tem-se o declínio constante do valor de resistência.

Na busca da otimização entre tenacidade à fratura e limite de resistência, os autores estimam como combinação ótima valores de tenacidade à fratura na faixa de 80 MPa $\sqrt{m}$ ou mais e limite de escoamento de ao menos de 1550 MPa (225 ksi). De acordo com os experimentos realizados por eles, várias combinações de temperatura de austenitização com temperatura de revenimento ficam dentro da faixa estimada, porém a combinação convencional de tratamento térmico não ficou. O tratamento convencional aplicado com 870°C de austenitização e 315°C de revenimento apresenta propriedades de 64 MPa $\sqrt{m}$ de tenacidade à fratura e 1600 MPa de limite de escoamento.

Amostras com altos valores de resistência mecânica não necessariamente implicam em apresentar baixa tenacidade à fratura. Pode ser afirmado que as partículas não diluídas primárias bem como a dissolução das partículas de segunda fase são os fatores dominantes. Contudo, vantagens podem ser obtidas com contribuição do tamanho de grão na tenacidade à fratura, e visando a diluição das partículas pode ser recomendado que o aço 300M seja sempre austenitizado em altas temperaturas, desde que não haja problemas com a possibilidade de surgimento de trincas devido ao rápido resfriamento.

Sendo assim, se o aço 300M for austenitizado em temperaturas altas suficientes para obter completa dissolução das partículas primárias e se a temperatura de revenimento for tal que garanta as precipitações de partículas de segunda fase em níveis adequados de distribuição e fração sem que se inicie o processo de fragilização nem diminuição drástica da resistência mecânica, será obtida então a otimização de propriedades do aço 300M.

Como parâmetros factíveis de utilização na indústria, é sugerido então como parâmetros ótimos que têmpera seja realizada a 980°C e o revenimento entre 200°C e 315°C, garantindo-se assim tenacidade à fratura de aproximadamente 77 MPa $\sqrt{m}$ e limite de escoamento de 1600 MPa.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATÉRIA PRIMA

A matéria prima para realização do trabalho foi doada pela empresa Villares Metals da unidade de Sumaré – SP, na forma de quatro barras redondas forjadas com diâmetro de $\varnothing$ 55 mm por 1,45 m de comprimento.

O material foi fornecido na condição normalizada com dureza inicial de aproximadamente 26 HRC e com composição química de acordo com a norma AMS 6419, conforme apresentado na Tabela 8, a seguir:

Tabela 8: Composição química da matéria prima fornecida para os ensaios conforme AMS 6419.

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Al (%)	Cu (%)	Co (%)	Ti (%)	Fe (%)
0.422	1.71	0.870	0.0036	0.004	0.750	1.61	0.370	0.017	0.02	0.018	0.021	94.1

Para execução desse trabalho, foram usinados dois tipos de CDPs (corpos de prova): CDP padrão Charpy e CDP cilíndrico com entalhe para ensaio de transição dúctil-frágil e ensaio não normalizado de tenacidade à fratura respectivamente.

3.2. CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova padrão Charpy foram usinados conforme norma ASTM E23 na oficina do departamento de Engenharia Mecânica da USP de São Carlos conforme figura 34.

Figura 33: Corpo de prova padrão Charpy conforme norma ASTM E23.

Foram usinados vinte e seis corpos de prova padrão Charpy para realização de dois

diferentes tratamentos térmicos: Têmpera e Revenimento e Têmpera + Criogenia + Revenimento.

Para realização do ensaio de tenacidade à fratura, foram usinados quarenta e cinco corpos de prova cilíndricos com entalhe conforme especificação da figura 35 e 36 pela empresa SILTOMAC MÁQUINAS PARA PECUÁRIA, localizada na cidade de São Carlos, a partir da matéria prima fornecidas em barras.

Primeiramente foram realizados os cortes de pequenos segmentos das barras e após, realizada a usinagem nas dimensões finais do CDP, conforme figuras 34, 35 e 36.

Figura 34: Esquema de corte de segmentos da barra de matéria prima para usinagem final dos corpos de prova cilíndricos.

Figura 35: Parâmetros e dimensões finais de usinagem do corpo de prova cilíndrico.

Figura 36: Corpo de prova cilíndrico com entalhe usinado pela empresa SILTOMAC.

Durante a usinagem dos corpos de prova, um dos parâmetros mais importantes a ser

seguido é a tolerância de batimento. Essa característica tem grande influência durante a realização da pré trinca e desvios maiores que 0.05 de batimento podem gerar excentricidade na região de quebra dúctil e frágil.

Os ensaios de tenacidade à fratura com corpo cilíndrico com entalhe foram realizados no IMT - *Institute of Metals and Technology* localizado na cidade de Ljubljana, Eslovênia.

O IMT é um instituto governamental que proporciona aos estudantes da Universidade de Ljubljana desenvolver pesquisas acadêmicas ou financiadas pela indústria via programas de iniciação científica, mestrado e PhD. O IMT contém mais de 30 professores pesquisadores em diversas áreas como Física e Metalúrgica e presta serviço de pesquisa e desenvolvimento para a indústria local.

3.3. TRATAMENTOS TÉRMICOS

Para realização desse trabalho, foram realizados diferentes tratamentos térmicos divididos para aplicação de ensaio de transição dúctil frágil e ensaio de tenacidade à fratura. Na tabela 9 a seguir, são expostos os tratamentos térmicos aplicados e seus devidos parâmetros.

Tabela 9: Tratamentos térmicos aplicados nos corpos de prova para ensaio de transição dúctil-frágil e ensaio de tenacidade à fratura.

TRATAMENTO	ENSAIO	Qde. CDPs	EQUIPAMENTO	DESCRIÇÃO
1 Têmpera + Revenimento	CHARPY	13	Forno convencional*	Austenitização a 900°C por 50 minutos, seguido de resfriamento em óleo Houghto-Quench ® G agitado até temperatura ambiente. Duplo Revenimento a 240°C por 50 minutos cada ciclo.
2 Têmpera + criogenia + Revenimento		13	Forno convencional*	Austenitização a 900°C por 50 minutos, seguido de resfriamento em óleo Houghto-Quench ® G agitado até temperatura ambiente. Criogenia em nitrogênio líquido a -196°C por 72 horas. Duplo Revenimento a 240°C por 50 minutos cada ciclo.
Q (Têmpera + Revenimento)	TENACIDADE À FRATURA	13	Forno a vácuo ***	Austenitização em 870°C por 50 minutos, Têmpera em fluxo de nitrogênio, Duplo revenimento a 300° por 50 minutos cada.
V (Têmpera com criogenia + Revenimento)		13		Austenitização em 870°C por 50 minutos, em 870°C por 50 minutos, Têmpera em fluxo de nitrogênio, Criogenia em nitrogênio líquido a -196°C por 25 horas, Duplo revenimento a 300° por 50 minutos cada.
C (Têmpera + Revenimento)		13		Austenitização em 980°C por 60 minutos, Têmpera em fluxo de nitrogênio, Duplo revenimento a 300° por 120 minutos cada.
D (Têmpera com criogenia + Revenimento)		10		Austenitização em 980°C por 60 minutos, Criogenia em nitrogênio líquido a -196°C por 25 horas, Têmpera em fluxo de nitrogênio, Duplo revenimento a 300° por 120 minutos cada.

* Forno convencional: Laboratório de tratamento térmico do depto. de Engenharia de Materiais da USP de São Carlos – Campus II.

** Banho de sal: Empresa Marwal Ltda localizada na cidade de São Paulo.

*** Forno a vácuo: do Laboratório de Tratamento Térmico à Vácuo e Engenharia de Superfície do IMT.

3.3.1. Têmpera e Revenido

O tratamento de têmpera seguido de revenimento, numerado de tratamento 1, feito

para realização do ensaio de transição dúctil-frágil por ensaio Charpy foi realizado no forno do Laboratório de tratamento térmico do departamento de Engenharia de Materiais da USP de São Carlos - Campus II. As amostras foram submetidas a uma temperatura de austenitização de 900°C por aproximadamente 50 minutos com os corpos de prova imersos em carvão a fim de evitar decarbonetação superficial durante exposição à alta temperatura, conforme figura 37.

Após completo o ciclo da austenitização, os corpos de prova foram retirados do forno e resfriados rapidamente em óleo agitado (Houghto-Quench[®] G) até temperatura ambiente. Em seguida, foi realizado duplo revenimento a temperatura de 240° C.

Figura 37: Equipamentos utilizados para realização da austenitização dos corpos de prova; a) Foto do forno utilizado; b) Disposição do recipiente contendo as amostras dentro do forno; c) Corpos de prova inseridos em carvão.

As etapas de austenitização, têmpera e revenimento para os tratamentos térmicos Q, V, C e D para os corpos de prova a serem utilizados para o ensaio de tenacidade à fratura foram realizados no forno a Vácuo IPSEN VTTC-324R do Laboratório de Tratamento Térmico à Vácuo e Engenharia de Superfície do IMT, conforme figura 38 a seguir.

Figura 38: Forno a vácuo Ipsen VTTC324-R de câmara simples com sistema de têmpera a gás de alta pressão do laboratório de tratamento térmico do IMT - Institute of Metals and Technology.

O forno a vácuo é capaz de realizar os tratamentos térmicos com atmosfera sem a presença de elementos que geram oxidação superficial ou decarbonetação das peças, garantindo assim excelente qualidade final.

Para realização dos tratamentos térmicos, as peças foram posicionadas em uma estrutura metálica com distância mínima de dois centímetros entre elas a fim de evitar influência nas taxas de aquecimento e garantir homogeneidade geral, conforme figura 39.

Figura 39: Corpos de prova posicionados com distância mínima de dois centímetros cada com corpo de prova de controle.

Para controle da temperatura do tratamento térmico, realizou-se a medição via

termopar em ao menos três pontos: no CDP de controle, no ambiente interno e no sistema de aquecimento. Foi realizado um furo cego até a região do entalhe de um CDP de controle e inserido um termopar até essa região para garantir a obtenção da temperatura desejada exatamente no ponto das peças onde será realizado o teste de tenacidade à fratura, aumentando assim a confiabilidade e precisão dos dados. A Figura 40 mostra o sistema de posicionamento e controle de temperatura das peças no forno a vácuo e a figura 41 mostra o método de inserção da estrutura de posicionamento no forno a vácuo.

Figura 40: Armação metálica dentro do forno com posicionamento dos termopares no corpo de prova de controle e ambiente.

Figura 41: Posicionamento da armação metálica dentro do forno à Vácuo para início dos tratamentos térmicos.

O forno foi programado conforme tratamento térmico a ser realizado conforme pôde ser visto no painel de controle, como mostrado na figura 42.

Figura 42: Painel de controle com programação do tratamento térmico a ser realizado pelo forno a Vácuo.

3.3.2. Criogenia

O tratamento de criogenia realizado para as amostras do tratamento térmico de número 2, do ensaio de transição dúctil-frágil, foi realizado no laboratório de tratamentos térmicos do departamento de Engenharia de Materiais da USP de São Carlos. A figura 43 a seguir, ilustra o ciclo de tratamento térmico realizado com o acréscimo de criogenia.

Figura 43: Ciclo genérico de tratamento térmico de têmpera, criogenia e revenimento.

Após completa austenitização e têmpera, os corpos de prova foram colocados em nitrogênio líquido a uma temperatura de aproximadamente -196°C por 72 horas e após, foi realizado duplo revenimento a temperatura de 240°C por 50 minutos cada ciclo.

A figura 44 a seguir, mostra o cooler com dispositivo onde as amostras ficaram acondicionadas durante todo o banho criogênico.

Figura 44: Dispositivo e cooler utilizados durante banho criogênico dos corpos de prova imersos em nitrogênio líquido por 72 horas.

As etapas de criogenia aplicadas aos tratamentos térmicos V e D (para ensaio de tenacidade à fratura) foram realizadas no laboratório de tratamento térmico do IMT.

Imediatamente após resfriamento completo das amostras após têmpera, elas foram posicionadas em uma bandeja e lentamente submersas em nitrogênio líquido em uma câmara de armazenamento evitando-se choque térmico brusco, conforme figura 45 a seguir.

Figura 45: Peças posicionadas na bandeja para imersão lenta em nitrogênio líquido seguido de permanência na câmara por 25 horas.

Após permanência de 25 horas submersas em nitrogênio líquido a -196°C , as amostras foram retiradas e mantidas à temperatura ambiente até equalização da temperatura antes de iniciar as etapas de revenido, conforme mostra a figura 46.

Figura 46: Amostras submetidas à temperatura ambiente após permanência de 25 horas em nitrogênio líquido.

3.4. ENSAIO DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL

Após realização dos tratamentos térmicos nos corpos de prova padrão Charpy, foram realizadas seis medições de dureza em cada amostra. As medições foram realizadas na máquina de ensaio de dureza do laboratório de ensaios mecânicos do departamento de Engenharia de Materiais da USP de São Carlos - Campus II, conforme figura 47 a seguir.

Figura 47: Máquina de ensaio de dureza Rockwell C do Laboratório de Ensaios Mecânicos do departamento de Engenharia de Materiais – USP São Carlos Campus II.

O ensaio Charpy foi realizado na máquina de teste *Instron* também do Departamento de Engenharia de Materiais, demonstrada na figura 48.

Figura 48: Máquina de ensaio de tenacidade à fratura do laboratório de Ensaios Mecânicos do departamento de Engenharia de Materiais – USP São Carlos Campus II.

Para realização do ensaio e geração da curva de transição dúctil-frágil, foram realizados os testes com quatro corpos de prova para a menor temperatura de -196°C , cinco corpos de prova para a temperatura de -70°C e mais quatro corpos de prova para a temperatura de 0°C .

As amostras ensaiadas a -196°C foram mantidas em recipiente contendo nitrogênio líquido por tempo suficiente para estabilização completa da temperatura, controlado pela verificação da não mais formação de bolhas de evaporação do nitrogênio. Após estabilização, as amostras foram retiradas uma a uma e inseridas diretamente na máquina de ensaios Charpy para quebra do material.

As amostras ensaiadas a temperatura de aproximadamente -70°C também foram mergulhadas em recipiente contendo nitrogênio. Para realização do ensaio, as amostras foram retiradas uma a uma e posicionadas na máquina de testes. Com o auxílio de um termopar, mediu-se a queda de temperatura da peça e quando a temperatura se aproximou dos -70°C liberou-se o pêndulo da máquina para quebra do material e posterior medição da energia absorvida.

As amostras ensaiadas a temperatura de 0°C foram mergulhadas a solução de gelo com água e mantidas a tempo suficiente para estabilização completa da temperatura. Após estabilização, as amostras foram retiradas uma a uma da solução e colocadas diretamente

em posição de ensaio na máquina de ensaios Charpy para quebra imediata do material.

3.5. ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA

3.5.1. Pré Trinca

Para realização dos ensaios de tenacidade a fratura com corpo cilíndrico, é necessária a confecção da pré-trinca nos corpos de prova, onde esta é feita com os corpos de prova ainda na condição normalizados. Para realização dos testes iniciais para definição de parâmetros necessários da pré-trinca, foram utilizados três corpos de prova.

Os corpos de prova foram limpos com solução de álcool para retirada de todo o óleo protetivo remanescente nas peças após a usinagem. Isso porque caso se inicie o processo de pré-trinca nas peças ainda com presença de óleo, por capilaridade esse óleo pode penetrar na região trincada e, após quebra, dificulta de visualização das zonas de fratura.

As amostras foram posicionadas em um aparato montado em um torno mecânico do laboratório de mecânica do IMT. O aparato consiste em um posicionador e um medidor de força de aplicação para prender a peça, uma carretilha para gerar flexão, um medidor da força radial aplicada pela carretilha e um computador acoplado para compilar os dados de tempo de ensaio e força de aplicação para flexão. O esquema de montagem pode ser visto na figura 49 *a* e *b*.

Figura 49: a) Posicionamento do medidor de força de travamento e carretilha para aplicação de força radial na peça; b) Registro gráfico de sinal de força radial aplicada por tempo.

Para se definir os parâmetros a serem utilizados na formação de pré-trinca, posicionou-

se um dos corpos de prova para teste no conjunto com força de travamento de aproximadamente 350 daN (3500 Newtons) e fez-se alguns giros manuais do conjunto já com a carretilha em contato com a peça. A medida que a peça girou, o medidor de força radial mostrou a pequena variação de valores ao redor da peça. Essa variação é devida à pequena excentricidade da peça e do conjunto de montagem.

Uma vez determinado o ponto de maior valor de força radial, fez-se o set-up da força nesse ponto para garantir que ao iniciar a rotação, não ocorresse uma sobrecarga no ponto mais excêntrico do conjunto gerando uma trinca não uniforme.

O primeiro teste de pré-trinca foi realizado com força de aplicação de força de 600 N e 300 segundos de ensaio. A velocidade de rotação foi constante para todos os testes em 1120 rotações por minuto. Durante o teste, conforme o gráfico de tensão aplicada, a tensão se manteve constante em média em 600N por todo o período do teste. Após quebra da amostra, observou-se que esse teste apresentou zona de pré-trinca de fadiga muito pequena para os níveis de observação necessários.

O segundo teste foi realizado com uma força de 650 Newtons nas mesmas condições do primeiro. Durante a realização do teste, o gráfico de tensão aplicada apresentou queda da força ao longo do tempo. Verificou-se que, após vários estudos realizados (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015), não há correlação direta desse comportamento com a formação ou propagação da trinca para materiais dúcteis. Quando se trata de materiais frágeis, caso a curva de força x tempo apresente queda acentuada durante execução, trata-se na maioria dos casos de propagação rápida de trinca, e o ensaio deve ser interrompido imediatamente para evitar quebra do CDP.

A zona de fadiga pré-trincada observada após quebra do CDP mostrou que a pré trinca ainda não estava em tamanho satisfatório para análise.

O terceiro teste foi realizado com carga de 690 Newtons pelo tempo de 300 segundos. Durante a realização do ensaio, observou-se que a força aplicada também tendeu a cair ao longo do tempo porém foi corrigida pelo operador controlando o avanço do sistema e aumentando assim a força aplicada, mantendo todo o ensaio na média de 690 Newtons. Tal condição, após quebra, apresentou pré-trinca em tamanhos satisfatórios para realização das análises.

Logo, os parâmetros para realização de pré-trinca em todas as amostras de todos os

tratamentos térmicos foi de 690 Newtons constantes pelo tempo de 300 segundos em rotação de 1120 rpm.

3.5.2. Quebra dos Corpos de Prova

Após realização das pré-trincas, levou-se as amostras para ensaio de quebra na máquina de ensaio de tração *Instron* do laboratório de ensaios mecânicos do IMT.

A peça pré-trincada foi posicionada na máquina com o auxílio de um dispositivo que garante que, durante a aplicação força, a carga esteja realmente axial à peça a fim de garantir tensão uniforme em toda a região de pré trinca e não ocorrer quebra excêntrica. A figura 50 a seguir ilustra o CDP preparado e posicionado nos dispositivos para realização do ensaio de quebra.

Figura 50: Posicionamento do corpo de prova para tracionamento na máquina Instron pelo dispositivo

O ensaio de quebra do CDP foi realizado a uma taxa de deslocamento constante de 1,0 mm/min, mesma taxa usualmente utilizada no ensaio de tração convencional.

Durante o teste, foi gerado um gráfico de força de tração x deslocamento até o momento da fratura para todos os corpos de prova ensaiados., conforme exemplo genérico da figura 51.

Figura 51: Gráfico genérico de relação de força de tração x deslocamento até ruptura dos corpos de prova ensaiados (LESKOVŠEK & PODGORNIK, 2015).

3.5.3. Medições de Dureza

Após a quebra dos CDPs, realizou-se ensaio de dureza em ambas as partes quebradas, totalizando seis medições por CDP. As partes foram posicionadas na máquina *Instron* de medição de dureza em um adaptador para correto assentamento da amostra, uma vez que a superfície é curva. Foi realizada a medição da dureza Rockwell C na conforme figura 52 a seguir.

Figura 52: Medição de dureza de cada parte da amostra após quebra.

Para o ensaio de dureza, a máquina de medição *Instron* foi programada para realizar correção automática da superfície curva, uma vez que a diferença teria grande influência nos resultados obtidos.

3.5.4. Cálculo de Tenacidade à Fratura

Após medição da força de rompimento dos corpos de prova e dureza média, iniciaram-se então as análises para cálculo da tenacidade à fratura.

Para isso, utilizou-se um microscópio óptico de ampliação de 40 vezes e foram feitas duas medições do diâmetro de fratura frágil para cada parte dos corpos de prova ensaiados, nos eixos X e Y, totalizando-se quatro medições de diâmetro para cada CDP, conforme mostram as figuras 53 *a*, *b*, *c* e *d*.

Figura 53: a) Microscópio óptico com aumento de 40x; b) Medição de diâmetro de fratura dúctil e frágil; c) Medições realizadas em cada corpo de prova; d) Diferenciação das regiões de pré-trinca, fratura dúctil e fratura frágil.

Os valores de diâmetro de fratura frágil, valor de força máxima de ruptura para cada amostra, gráfico de força de ruptura x deslocamento para o maior e menor valor de tenacidade obtido, o gráfico de força radial x tempo para pré-trinca e os valores obtidos de dureza foram plotados em uma planilha de cálculo padrão para compilação dos dados e

cálculo da tenacidade à fratura, como mostrado nas figuras 54 *a*, *b* e *c* a seguir.

Data sheet: K_{IC}-specimens C-series

Date	Sample number	Material	Pre-cracking 1120 r/min	Heat treatment	Force kN	Diameter of fractured surface					K _{IC} MPa m ^{1/2}	Fracture strength MPa	HRC	
						d ₁	d ₂	d ₃	d ₄	d				
14/08/15	C1	300M	680N/5' (load/time)	Vacuum	50,87	6,464	6,408	6,374	6,448	6,424	71,6	1569,7	52,9	
14/08/15	C2			Aust.: 980°C/60 min.	51,03	6,411	6,131	6,272	6,286	6,275	75,1	1650,1	53,1	
14/08/15	C3			Quench: N ₂ /5 bar do 60°C	46,18	6,281	6,396	6,308	6,360	6,336	66,7	1464,5	53,0	
14/08/15	C4			λ ₄₀₀₋₅₀₀ = 0.4	48,52	6,337	6,445	6,454	6,190	6,357	69,7	1529,0	53,2	
14/08/15	C5			Tempering	50,91	6,415	6,459	6,440	6,451	6,441	71,3	1562,3	52,8	
14/08/15	C6			300°C/2x120 min	53,61	6,493	6,204	6,491	6,232	6,355	77,0	1690,1	53,1	
14/08/15	C7				54,30	6,499	6,382	6,513	6,385	6,445	76,0	1664,6	53,0	
14/08/15	C8				44,66	6,285	6,201	6,374	6,086	6,237	66,5	1462,0	53,1	
14/08/15	C9				57,14	6,503	6,264	6,497	6,271	6,384	81,4	1785,2	53,1	
14/08/15	C10				60,72	6,714	6,654	6,674	6,696	6,685	79,1	1730,2	53,1	
14/08/15	C11				58,88	6,760	6,757	6,812	6,743	6,768	74,9	1636,7	53,0	
14/08/15	C12				59,79	6,759	6,729	6,763	6,710	6,740	76,6	1675,7	53,2	
14/08/15	C13				59,79	6,773	6,710	6,775	6,732	6,748	76,5	1672,1	53,0	
Min.					44,66						6,24	66,45	1462,00	52,82
Maks					60,72						6,77	81,39	1785,25	53,23
Average					53,57						6,48	74,02	1622,48	53,04
σ					5,40						0,19	4,57	98,55	0,11

a

Figura 54: a) Planilha de compilação de dados com as principais informações do ensaio; b) Gráfico de força radial x tempo para formação da pré-trinca; c) Gráfico de carga aplicada x deformação do ensaio de quebra dos corpos de prova.

3.6. ANÁLISES

As análises dos corpos de prova após construção da curva de transição dúctil frágil e também medição de tenacidade à fratura consistiram em análises metalográficas com microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura.

Para realização das análises metalográficas foram utilizados os microscópios ópticos do laboratório de análises do departamento de Engenharia de Materiais da USP de São Carlos. As amostras foram cortadas, embutidas em baquelite e polidas conforme sequência de lixas d'água desde número 80 até 1020 e polimento final.

As fotos e análises realizadas em microscópio eletrônico de varredura foram realizadas no microscópio do laboratório de metalografia do IMT de Ljubljana, figura 55, com capacidade de ampliação de até cinquenta mil vezes.

Figura 55: Microscópio eletrônico de varredura do laboratório de metalografia do IMT - *Institute of Metals and Technology* de Ljubljana – Eslovênia.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL FRÁGIL

4.1.1. Valores de Dureza

Após realização dos tratamentos térmicos para cada grupo de 13 corpos de prova, realizou-se a medição de três pontos de dureza Rockwell C para cada parte da amostra ensaiada, totalizando-se seis medições cada CDP. Na tabela 10 a seguir, são demonstrados os valores médios de dureza obtidos para os corpos de prova de acordo com o tratamento térmico realizado.

Tabela 10: Valores médios de dureza Rockwell C medida nos 13 corpos de prova de cada tratamento térmico.

Tratamento Térmico	Dureza Média (HRC)	Desvio Padrão (σ)
1 - Têmpera + Revenimento	50	0,87
2 - Têmpera + Criogenia + Revenimento	49	0,92

Entre os tratamentos 1 e 2, não se observou variação significativa entre os valores de dureza encontrados.

4.1.2. Ensaio Charpy

Os ensaios Charpy foram realizados nas três faixas de temperaturas determinadas, -196°C, -70°C e 0°C, com o objetivo de determinar a degradação da propriedade de tenacidade à fratura de acordo com a variação de temperatura. Foram realizados os testes com quatro corpos de prova para a menor temperatura de -196°C, cinco corpos de prova para a temperatura de -70°C e mais quatro corpos de prova para a temperatura de 0°C.

Os valores de energia absorvida obtidos pelas amostras são mostrados na tabela 11 a seguir.

Tabela 11: Valores de energia absorvida em Joules para cada corpo de prova ensaiado.

CDP	Temperatura de Teste (°C)	Energia absorvida (J) por Tratamento Térmico	
		1 - Têmpera + Revenimento	2 - Têmpera + Criogenia + Revenimento
1	-196°C	8	7
2		8	6
3		6	6
4		6	7
5	-70°C	16	15
6		12	14
7		14	16
8		12	13
9		13	15
10	0°C	22	29
11		28	21
12		22	22
13		22	25

De acordo com os dados de energia absorvida adquiridos, foi possível construir a curva de transição dúctil-frágil correspondente a cada tratamento térmico, conforme apresentado na figura 56 a seguir.

Figura 56: Curva de transição dúctil-frágil para os tratamentos térmicos 1 - Têmpera + Revenimento, 2 – Criogenia.

O valor médio de energia absorvida em temperatura ambiente, em Joules, para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos 1 e 2, confirmam os valores publicados na tabela 5, onde foi encontrado média de 24,4 J em temperatura ambiente, e as média encontrada neste ensaio para os tratamentos 1 e 3 foram de 23,5 J e 24,75 J. A média de dureza, entretanto, difere-se em 4 e 5 HRC respectivamente para os tratamentos 1 e 2, onde os valores encontrados foram de 50HRC e 49HRC e a referência da tabela 5 indica valores na ordem de 54HRC.

Os resultados obtidos não apontaram diferença significativa entre os tratamentos 1 e 2, sem criogenia e com criogenia, respectivamente. Ambos apresentam curvas semelhantes de transição dúctil-frágil em todas as faixas de temperatura ensaiadas.

4.1.3. Fractografia

As amostras fraturadas foram submetidas à análise fractográfica no microscópio eletrônico de varredura com o objetivo de analisar as diferenças do tipo de fratura para cada temperatura de ensaio e cada tratamento térmico. As análises fractográficas são mostradas a seguir.

4.1.3.1. Tratamento Térmico 1 - Têmpera e Revenimento

As amostras submetidas ao tratamento térmico de têmpera e revenimento foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura. As figuras 57 *a*, *b* e *c* a seguir, mostram as regiões de nucleação de trinca para amostras do tratamento térmico 1 - Têmpera e Revenimento ensaiadas a temperatura de -196°C, -70°C e 0°C respectivamente, com aumento de 30 vezes em microscópio eletrônico de varredura.

Para as amostras ensaiadas a -196°C, conforme na figura 57*a*, são nítidas as marcas da propagação da trinca de fratura partindo-se da região próxima a borda de entalhe do CDP e se espalhando em direção ao centro da peça. A superfície fraturada apresenta característica mais lisa, típica de quebra predominantemente frágil, quando comparadas com as amostras ensaiadas a -70°C da figura 57*b* e a 0°C da figura 57*c*. Essa característica é condizente com os valores de energia de absorção apresentados durante o ensaio Charpy, onde os valores de absorção de energia foram menores de acordo com a diminuição de temperatura do ensaio.

Nas figuras 57*b* e 57*c*, também são mostradas as regiões de nucleação de trinca para ensaios Charpy a temperaturas de -70°C e 0°C respectivamente. Para estas amostras, também é possível observar as linhas de propagação de trinca, porém a superfície fraturada apresenta rugosidade maior e consequente de uma quebra mais dúctil, conforme valores obtidos.

Figura 57: Foto da região de nucleação de trinca para os corpos de prova Charpy submetido a tratamento térmico 1 - Têmpera e Revenimento, com ampliação de 30x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a), -70°C (figura

Em análise realizada com ampliação de 2000 vezes em microscópio eletrônico de

varredura da região próxima ao início da fratura, conforme apresentado nas figuras 58 *a*, *b* e *c*, é possível identificar a superfície do CDP ensaiado a -196°C (figura 58*a*) com menos marcas de *dimples* quando comparado com os demais corpos de prova ensaiados a -70°C e 0°C , figura 58*b* e 58*c* respectivamente.

Na figura 58*a* pode-se identificar claramente a zona de fratura com marcas de direcionamento da propagação, em formatos agulhados, muito provavelmente provenientes da microestrutura martensítica apresentada pelo material e favorecido pela quebra a baixas temperaturas.

Nas figuras 58*b* e 58*c*, é possível observar zona fraturada com alto grau de formação de *dimples* com relação à amostra ensaiadas a baixa temperatura. Essa característica indica a quebra com grau mais elevado de ductilidade apresentado pelas amostras. A amostra fraturada a 0°C (figura 58*c*) apresenta quantidade de *dimples* levemente maior que as amostras fraturadas a -70°C (figura 58*b*), isso ocorre devido à temperatura de transição do material para esse tratamento térmico se apresenta com sendo abaixo de -70°C , gerando superfície com comportamento de fratura não totalmente dúctil.

Figura 58: Fotos das regiões de nucleação de trinca para corpo de prova Charpy submetido a tratamento térmico 1 - Têmpera e Revenimento, com ampliação de 2000x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a) com identifica

4.1.3.2. *Tratamento térmico 2 – Têmpera, Criogenia e Revenimento.*

As amostras submetidas ao tratamento térmico número 2 - Têmpera seguida de criogenia e revenimento foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura.

As figuras 59a e 59b a seguir mostram a comparação da superfície fraturada entre os corpos de prova ensaiados a -196°C e 0°C respectivamente. Para o CDP ensaiado a temperatura mais baixa, pode-se observar uma superfície típica de fratura predominantemente frágil com superfície mais lisa e com pequena quantidade de

deformações proveniente de deformação plástica. Observam-se também, nitidamente, as marcas de propagação de trinca a partir da região de início da nucleação.

Os corpos de prova submetidos a ensaio a temperatura de 0°C (figura 59b), apresentam superfície de fratura mais rugosa, com grandes marcas de deformação plástica proveniente de uma quebra predominantemente dúctil.

Figura 59: Região de nucleação de trinca para corpo de prova Charpy submetido a tratamento térmico 3 – Têmpera, Criogenia e Revenimento, com ampliação de 30x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a), 0°C (figura b).

As figuras 60a, b e c mostram as regiões próximas à região de fratura para ensaios realizados a temperatura de -196°C (figura a), -70°C (figura b) e 0°C (figura c), com ampliação de 2000 vezes do tratamento térmico número 3.

Para o CDP ensaiado a -196°C (figura 60a) é possível observar os efeitos de quebra com característica predominantemente frágil como zonas de quebra mais planas e vales bem definidos na superfície do material conforme indicado na figura.

Já na figura 60b (-70°C), uma junção de característica dúctil e frágil, com predominância dúctil, é observada. Marcas de direcionamento da fratura em virtude da microestrutura são também observadas em virtude da característica de quebra intermediária para esse CDP nessa temperatura de ensaio, conforme indicado na figura.

Pode-se observar também que, para a amostra ensaiada a temperatura de 0°C (figura 60c), existe uma maior concentração de *dimples* de tamanhos pequenos provenientes da quebra predominantemente mais dúctil, como pode ser visto na região indicada na figura.

Figura 60: Fotos das regiões de nucleação de trinca para corpos de prova Charpy submetidos a tratamento térmico 3 – Têmpera, Criogenia e Revenimento, com ampliação de 2000x no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Temperatura de quebra de -196°C (figura a).

4.2. ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA

4.2.1. Pré-Trinca

Para execução da pré-trinca, as amostras foram submetidas à tensão radial no dispositivo de execução de pré-trinca instalado em um torno mecânico no laboratório de mecânica do IMT. Foram utilizados, como parâmetro final de pré-trinca, uma força média radial de 690 N, tempo de 300 segundos e rotação de 1120 rpm. A força de travamento da amostra foi de 350 daN (3500 N).

O gráfico da figura 61 apresenta a variação de força radial aplicada com relação ao tempo para as amostras do tratamento térmico C, e representa as demais curvas geradas durante a execução de pré-trinca para os demais tratamentos Q, V e D.

Figura 61: Gráficos de força radial aplicada x tempo para execução de pré trinca nas amostras dos tratamentos térmicos C.

Pode ser observado, por meio do gráfico, que a força média radial aplicada durante a geração da pré-trinca foi de aproximadamente 690N pelo tempo de 300 segundos. O mesmo comportamento da curva foi observado para os demais tratamentos térmicos.

4.2.2. Quebra dos corpos de prova

Após a execução dos tratamentos térmicos, as amostras pré-trincadas foram submetidas ao ensaio de quebra de CDP para determinação da força máxima de ruptura das amostras. Na máquina de tração *Instron*, do laboratório do IMT, foi aplicada uma força de tração a taxa de deslocamento constante de 1 mm/min.

A figura 62 mostra o gráfico padrão gerado por força de tração x deformação para as amostras de maior e menor tenacidade do tratamento térmico C, e exemplifica o mesmo comportamento observado para os demais tratamentos térmicos.

Figura 62: Gráficos de força de tração aplicada x deformação para os corpos de prova de maior e menor tenacidade à fratura do tratamento térmico C.

Em resumo dos dados, os valores médios de tensão de ruptura obtidos no ensaio de quebra dos corpos de prova são mostrados na tabela 12 a seguir.

Tabela 12: Valores médios de tensão de ruptura obtidos no ensaio de quebra dos corpos de prova.

Código Tratamento Térmico	Número de Corpos de Prova	Média da Tensão de Ruptura (MPa)	Desvio Padrão (σ)
Q	13	1418	34,83
V	13	1060	49,60
C	13	1622	98,55
D	10	1235	20,90

A dureza obtida para os tratamentos térmicos Q e C se assemelham da mesma forma que os tratamentos V e D. Esse fato mostra o efeito da temperatura de revenimento na resistência mecânica do material, onde apenas a alteração da temperatura de austenitização não é suficiente para alteração desse parâmetro. Em contrapartida, o efeito da criogenia nas amostras representou aumento de quase 2HRC nos CDPs submetidos a esse tratamento.

4.2.3. Dureza

Para determinação da dureza média, foram realizadas medições de dureza Rockwell C em todas as amostras. Os valores médios de dureza obtidos para cada grupo de amostras de acordo com o tratamento térmico realizado são mostrados na tabela 13 a seguir:

Tabela 13: Valores médios de dureza obtidos para os tratamentos térmicos Q, V, C e D.

Código Tratamento Térmico	Corpos de Prova	Dureza Média Rockwell C (HRC)	Desvio Padrão (σ)
Q	13	53,41	0,12
V	13	55,32	0,11
C	13	53,04	0,11
D	10	54,74	0,15

Observa-se que não há grande variação de dureza entre os tratamentos térmicos Q e D. Da mesma forma, para os tratamentos térmicos V e D, também é possível verificar que os valores se assemelham.

Outro fator a ser notado é o baixo desvio padrão apresentado pelos valores de dureza das amostras. Devido à precisão dos equipamentos para a aplicação do tratamento térmico bem como a geometria da peça propícia para distribuição uniforme do calor, a microestrutura desejada para análise é alcançada de forma precisa para realização dos estudos.

4.2.4. Diâmetro de fratura

Após quebra dos corpos de prova, os diâmetros de fratura frágil das amostras foram medidos de acordo com a diferenciação das regiões mostradas nas figuras 54 *a*, *b*, *c* e *d*. Foram realizadas quatro medições para cada uma das amostras ensaiadas, duas medições por face fraturada, e os valores médios obtidos para cada tratamento térmico são apresentados na tabela 14 a seguir.

Tabela 14: Valores médios de diâmetro de fratura frágil para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos código Q, V, C e D.

Tratamento Térmico	Número de Corpos de Prova	Diâmetro “d” médio (mm)	Desvio Padrão (σ)
Q	13	6,41	0,09
V	13	6,35	0,09
C	13	6,48	0,19
D	10	6,45	0,05

Os valores de diâmetros médio obtidos apresentam desvio padrão muito baixo, demonstrando alta acurácia dos dados de medição. Isso se deve ao fato de que o tratamento térmico realizado com as amostras cilíndricas garante, por meio da homogeneidade de transferência de calor, que não haja diferença significativa da microestrutura entre as amostras, gerando assim comportamento de fratura muito similar entre os corpos de prova.

4.2.5. Tenacidade à fratura

Com os dados de dureza, força de ruptura e diâmetro médio de fratura frágil pós quebra do CDP, foi possível calcular então a tenacidade à fratura de cada corpo de prova ensaiado utilizando-se a fórmula III. Na tabela 15 a seguir, são apresentados os valores médios de tenacidade à fratura para cada tratamento térmico realizado.

Tabela 15: Valores médios calculado de tenacidade à fratura de acordo com o tratamento térmico.

Código Tratamento Térmico	Número de Corpos de Prova	Dureza Média Rockwell C (HRC)	Desvio Padrão (σ)	Tenacidade à Fratura ($MPa \sqrt{m}$)	Desvio Padrão (σ)
Q	13	53,41	0,12	64,67	1,62
V	13	55,32	0,11	48,30	2,23
C	13	53,04	0,11	74,02	4,57
D	10	54,74	0,15	56,35	0,94

Os tratamentos térmicos Q e C, bem como os tratamentos V e D, diferem-se entre si principalmente na temperatura de austenitização e tempo de revenimento aplicado.

Para os tratamentos térmicos Q e C, tratamentos de têmpera e revenimento, observa-se que a diferença nos valores médios de tenacidade à fratura é de aproximadamente 10

MPa $\sqrt{m}$, valores de 64,67 e 74,02 MPa $\sqrt{m}$ respectivamente. Os valores médios obtido de dureza foram de 53,41 HRC e 53,04HRC respectivamente. A diferença foi de apenas 0,39 HRC, pouco acima do desvio padrão.

Para os tratamentos térmicos V e D, tratamento de têmpera + criogenia + revenimento, observa-se que os valores médios de tenacidade à fratura saltaram de 48,30 para 56,35 MPa $\sqrt{m}$ (diferença de aproximadamente 8 MPa $\sqrt{m}$) enquanto os valores médios de dureza foram na ordem de 55,32 e 54,74 HRC respectivamente, diferença de 0,58 HRC também pouco superior ao desvio padrão.

Quando comparado os tratamentos térmicos Q com relação ao V, e o tratamento C com relação ao D, observa-se uma queda diferença na tenacidade à fratura de 16,37 MPa $\sqrt{m}$ e 17,67 MPa $\sqrt{m}$ respectivamente. O efeito da diminuição da tenacidade é atribuído à realização da criogenia e pode ser correlacionado com uma diminuição da austenita retida na matriz de martensita, consequentemente gerando também aumento da dureza.

Dessa forma, é possível observar que as amostras submetidas aos tratamentos térmicos com temperatura de austenitização de 980°C (tratamentos C e D) obtiveram valores de tenacidade à fratura maiores que as amostras submetidas à austenitização de 870°C (tratamentos Q e V) independentemente se foi realizado ou não o tratamento térmico de criogenia.

Os dados também mostram que as amostras submetidas aos tratamentos térmicos de criogenia obtiveram valores médios de dureza maiores que as amostras não submetidas a esse tratamento. Essa diferença pode estar relacionada à diminuição da quantidade de austenita retida, no qual o tratamento térmico de criogenia tem grande efeito.

Os tratamentos Q e C, mesmo com a grande diferença de temperatura de austenitização, apresentaram valores de dureza praticamente iguais entre si. O mesmo fato foi observado para os tratamentos térmicos V e D. Esse dados reforçam ainda mais a influência da temperatura de revenimento na dureza do material, e consequentemente limite de resistência do mesmo, pois os quatro tratamentos térmicos forma revenidos a 300°C e mesmo com temperaturas distintas de austenitização apresentaram dureza final equivalente.

Os valores médios de dureza obtidos para os tratamentos térmicos Q e C (53,41 HRC e 53,04 HRC respectivamente) coincidem com os dados propostos pelos autores da figura 32,

onde para temperaturas austenitização de 870°C seguido de revenimento a 300°C, tem-se o limite de resistência à tração na faixa de 1878 MPa. Onde, conforme conversão, este valor de tensão máxima representa dureza de 53,57 HRC para os aços.

Os valores mais baixos de tenacidade à fratura apresentados pelos tratamentos térmicos realizado com austenitização a 870°C com relação aos ensaios realizados a 980°C provavelmente tem sua explicação na não dissolução dos precipitados apresentados previamente pelo material base, conforme já mencionado anteriormente.

O valor de tenacidade à fratura para o tratamento térmico utilizando-se parâmetros e técnica convencionais apresentado na tabela 5, coincidem com os valores obtidos no tratamento térmico Q, sendo de $65 \text{ MPa}\sqrt{m}$ e $64,67 \text{ MPa}\sqrt{m}$ respectivamente.

Os valores de tenacidade à fratura obtidos para os tratamentos térmicos Q e C correspondem também com os valores encontrados por ensaio padronizado, conforme norma ASTM E399, pelos autores YOUNGBLOOD & RAGHVAN (1977), conforme comparação com a figura 28. A tenacidade à fratura obtida pelos autores para o tratamento térmico equivalente ao tratamento Q foi de $64 \text{ MPa}\sqrt{m}$, enquanto o valor médio obtido nos ensaios deste trabalho foi de $64,67 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Já para o tratamento térmico C, o valor obtido pelos autores foi de $77,7 \text{ MPa}\sqrt{m}$, enquanto o valor obtido nos ensaios desse trabalho foi da ordem de $74,02 \text{ MPa}\sqrt{m}$.

4.2.6. Fractografia

Utilizando-se microscópio eletrônico de varredura (MEV), as análises fractográficas das amostras ensaiadas foram realizadas. As figuras 63 *a*, *b*, *c* e *d* a seguir mostram as imagens com ampliação 50x da região de borda das amostras dos quatro tratamentos térmicos mostrando zona de propagação da pré trinca, região de fratura dúctil e região de fratura frágil.

Figura 63: Fractografia das amostras dos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente) mostrando região de propagação de trinca, região de fratura dúctil e região de fratura frágil respectivamente com aumento de 50x realizado em MEV.

Nas figuras, é possível identificar com nitidez as diferenças entre a superfície fraturada quando proveniente da trinca induzida de fadiga, região de fratura dúctil e zona de fratura frágil.

A porção inicial da amostra, zona de indução de trinca de fadiga, apresenta coloração escura e superfície mais plana. Essa região é proveniente do ensaio de pré-trinca feito nas amostras com tempo e força radial constante. A partir da concentração de tensão gerada pelo entalhe da amostra, tem-se a propagação controlada de trinca na peça.

Ao final da região da trinca de fadiga, tem-se uma zona de transição para a região de fratura dúctil. Esta região é caracterizada pelos pequenos e concentrados *dimples*, de forma anelar, ao redor de todo o contorno da porção frontal da pré trinca. A região de fratura dúctil não possui região de fronteira bem delineada com a zona de propagação rápida de trinca e sim uma pequena região de transição.

A região de propagação rápida de trinca (fratura frágil) se estende até o interior da amostra. Nas figuras 64 *a*, *b*, *c* e *d*, essa região apresenta coloração mais clara com relação às demais partes da amostra e também é caracterizada pela rugosidade acentuada da superfície bem como elevações e vales ao longo de toda a região.

As figuras 64 *a*, *b*, *c* e *d* mostram em ampliação de 5000x e 10000x a região de pré trinca para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D.

Figura 64: Fractografia da região de pré-trinca com ampliação de 5000x e 10000x para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente).

As figuras 64 *a*, *b*, *c* e *d* mostram as regiões de pré-trinca para as amostras dos tratamentos térmicos Q, V, C e D respectivamente. É possível identificar a característica da região com cor escura com grandes regiões planas. A propagação da trinca transgranular formando regiões planas em direção ao centro da peça fica evidente em todas as amostras.

Pode-se observar nas fotos com ampliação de 10000x pequenos pontos brilhantes na região mais plana e escura das amostras. Maiores concentrações são observadas para a amostra do tratamento térmico V, seguido da amostra do tratamento Q e menores concentrações observadas para a amostra do tratamento térmico C e D.

Tais pontos com coloração mais brilhante podem corresponder aos precipitados não diluídos do material base e precipitados favorecidos pela criogenia. Para o tratamento térmico realizado com temperatura de austenitização superior a 870°C (tratamentos C e D) é esperada elevada diluição dos carbonetos primários.

As figuras 65 *a*, *b*, *c* e *d* a seguir mostram, com ampliação de 10000 vezes e 50000

vezes (para as figuras 65a e 65b) e 10000 vezes e 30000 vezes (para as figuras 65c e 65d), a região de fratura dúctil para as amostras tratadas termicamente nos tratamentos Q, V, C e D respectivamente.

Figura 65: Fractografia da região de fratura dúctil com ampliação de 10000x e 50000x para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente) em MEV.

É possível observar que em todas as amostras analisadas, essa região tem como característica ser completamente formada por pequenos dimples distribuídos por toda a região dúctil.

No início do ensaio, à medida que a tensão axial aumenta, a concentração de tensão na ponta da pré trinca se torna grande suficiente para iniciar processo de ruptura e propagação conforme mecanismo de propagação de trinca. A propagação da trinca tende a caminhar pelos pontos mais frágeis da região tensionada de ponta de trinca, tais como carbonetos e particulados no material e, como a velocidade ainda não é elevada, espera-se a formação dos pequenos *dimples* observados nas figuras.

Comprando-se as superfícies de fratura dúctil de cada tratamento térmico, observa-se que para o tratamento térmico Q a região dúctil apresenta *dimples* com tamanho médio levemente superior à mesma região do tratamento V. Para o tratamento térmico identificado pela letra C, também se observa *dimples* maiores e com arestas mais bem definidas com relação ao tratamento D, esse fato é provenientes de um rompimento com maior grau de plasticidade com relação aos outros tratamentos térmicos.

Essa pequena diferença coincide com os valores de tenacidade à fratura medidos para as amostras ensaiadas, e se torna bem significativa com os números apresentados na tabela 17.

Fazendo uma análise mais aprofundada, é possível também observar nas figuras de ampliação de 30000 e 50000 vezes, uma estrutura circular dentro dos *dimples* semelhante a pequenas “esferas”. Devido às pequenas dimensões, não foi possível realizar análise química local para identificar se há ou não diferente composição química nessas esferas o que

poderia representar algum precipitado. Tais são apenas visíveis dentro dos *dimples* das regiões de fratura dúctil e com grande variação de tamanho na mesma amostra e entre as amostras.

As figuras 66 *a*, *b*, *c* e *d* a seguir mostram detalhamento da região de propagação rápida de trinca com aumento de 5000 vezes para os tratamentos térmicos Q, V, C e D respectivamente.

Figura 66: Fractografia da região de propagação rápida da trinca durante ensaio de quebra dos corpos de prova para as amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q, V, C e D (figuras a, b, c e d respectivamente). Aumento de 5000 vezes no MEV.

Pela análise das figuras, observa-se uma diferença significativa entre a superfície fraturada para os tratamentos térmicos C e D dos tratamentos Q e V.

As amostras submetidas ao tratamento térmico C e D (figuras 66c e 66d) apresentam superfície de fratura com aspecto mais dúctil, com alta concentração de regiões de deformação plástica e *dimples*. Entretanto, para as amostras submetidas aos tratamentos

térmicos Q e V (figuras 66a e 66b) apresentam superfície com predominância dúctil, porém com diversas regiões de fratura mais planas e de coloração mais escura conforme as figuras.

4.2.7. Tamanho de Grão

O tamanho de grão das amostras submetidas aos tratamentos térmicos Q e C foram analisados. Utilizando-se de um microscópio ótico, as figuras comparativas 67 e 68 a seguir foram observadas.

Figura 67: Metalografia da amostra do tratamento térmico Q.

Figura 68: Metalografia da amostra do tratamento térmico C.

É possível observar, por meio das figuras 67 e 68, que o efeito da temperatura de austenitização afetou diretamente o tamanho de grão do material. O tratamento térmico Q, realizado com austenitização a 870°C, produziu tamanho de grão menor que o tratamento térmico C, realizado a 980°C. O efeito da temperatura na dissolução dos carbonetos de contorno de grãos permite o crescimento dos grãos, entretanto o efeito negativo do crescimento na tenacidade à fratura é superado pelo efeito positivo da dissolução dos carbonetos que fragilizam a matriz.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos pelos ensaios realizados neste trabalho corresponderam aos objetivos iniciais estabelecidos. A influência dos diferentes parâmetros de tratamento térmico na tenacidade ao impacto e tenacidade à fratura foram investigadas bem como a influência da aplicação do tratamento de criogenia.

A técnica de corpo cilíndrico com entalhe foi profundamente aplicada para execução do trabalho e boa parte dos resultados puderam ser comparados com os dados obtidos em ensaios padronizados, comprovando assim a eficiência da utilização da técnica também para materiais dúcteis.

Tratando-se dos ensaios para construção da curva de transição dúctil-frágil para o aço 300M, algumas considerações podem ser pontuadas:

- O acréscimo da criogenia no processo de tratamento térmico não apresentou diferenças significativas no comportamento de transição dúctil frágil do material;
- A inclusão da criogenia não afetou significativamente a dureza dos corpos de prova Charpy tratados termicamente com têmpera e revenimento. A quantidade de C no aço é relativamente baixa para proporcionar grandes quantidades de austenita retida ou mesmo a formação de carbonetos. Assim, como na criogenia os principais efeitos ocorrem como consequência dessas duas características, houve pouca influência desse tratamento na propriedade medida. A variação de dureza não foi suficiente para produzir mudança de comportamento de energia absorvida.

Para o ensaio de tenacidade à fratura realizado com corpo cilíndrico com entalhe, as seguintes considerações podem ser estabelecidas:

- O tratamento complementar de criogenia gerou aumento de dureza do material e, conseqüentemente, resultou na diminuição da tenacidade à fratura e aumento na resistência mecânica no aço 300M. Embora a quantidade de

austenita retida seja baixa para este nível de carbono, ela ainda habita a microestrutura e certamente se transformou durante a criogenia, corroborado pelo aumento de dureza, exercendo assim influência no comportamento à tenacidade.

- A aplicação de temperaturas mais elevadas de austenitização aumenta a dissolução dos precipitados não desejados na matriz do aço 300M resultando na melhora das propriedades de tenacidade à fratura;
- O aumento da tenacidade a fratura devido ao aumento da temperatura de austenitização foi de em média de 14,45% para as amostras sem criogenia (Q e C) e de 16,67% para os corpos de prova que passaram pelo tratamento térmico de criogenia (V e D);
- Para obtenção da otimização das propriedades de tenacidade à fratura e resistência mecânica do aço 300M, o tratamento térmico deve ser executado com temperatura de austenitização alta suficiente para garantir completa dissolução dos precipitados e partículas primárias, porém sem gerar aumento excessivo do tamanho de grão, além disso, a temperatura de revenimento deve garantir a precipitação e esferoidização das partículas de segunda fase sem que se inicie o processo de fragilização nem a diminuição excessiva da resistência mecânica.
- Pelos resultados deste trabalho, os parâmetros de tratamento térmico com temperatura de austenitização a 980°C e revenimento a 300°C são considerados os parâmetros otimizados para tratamento térmico de têmpera e revenimento do aço 300M, considerando tenacidade à fratura e resistência mecânica do material;

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugerem-se, para trabalhos futuros, as seguintes linhas de estudo:

- Influência da temperatura de austenitização e variações dos parâmetros de tratamento térmico no comportamento em fadiga do aço 300M;
- Influência do tratamento térmico de criogenia na vida em fadiga do aço 300M;
- Caracterização química dos precipitados do aço 300M sob diferentes parâmetros e tratamentos térmicos;
- Caracterização microestrutural do aço 300M, em condições de fragilidade por revenimento, e seus respectivos mecanismos de fragilização;

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDALLA A.J., ANAZAWA R.M., MIAKAWA W., HASHIMOTO T.M. & PEREIRA M.S. (2007a). Caracterização mecânica do aço 300M submetido a diferentes tratamentos térmicos. In 8 Congresso Iberoamericano de Ingenieria Mecanica (p. 130-137). Cusco, Peru.
- ABDALLA A.J., LIMA M.S.F., CARDOSO A.S.M., FANTON L. & BAPTISTA C.A.R.P. (2007b). Comparação de soldas realizadas a laser em três tipos de aços de alta resistência: 300M, MARAGING 300 e 4340. In 8 Congresso Iberoamericano de Ingenieria Mecanica (p. 236-243). Cusco, Peru.
- ANAZAWA R.M., ABDALLA A.J., HASHIMOTO T.M., PEREIRA M.S., CARRER G.R., ELISEI C.C.A. & BAPTISTA C.A.R.P. (2008). Aumento do limite de escoamento de um aço multifásico devido ao envelhecimento por deformação e efeito trip. Revista Brasileira de Aplicação de Vácuo, 27, 19-23.
- ANAZAWA, R. M., ABDALLA A.J., HASHIMOTO T.M. & PEREIRA M. S. (2011). Estudo das propriedades mecânicas do aço 300M devido à utilização de retífica após tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. In 6 Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação (p. 55 – 65). Caxias do Sul, Brasil.
- BAKER A.J., LAUTA F.J. & WEI R.P. (1965). Relationships between microstructure and toughness in quenched and tempered ultrahigh-strength steels. Structure and Properties of Ultrahigh Strength Steels, American Soc. Testing Mater. Spec. tech, 23-29.
- BAKHSHESHI-RAD H., MONSHI A., MONAJATIZADEH H., IDRIS M. H., KADIR M. R. A. & JAFARI H. (2011). Effect of multi-step tempering on retained austenite and mechanical properties of low alloy steel. Journal of Iron and Steel Research, International, 18, 49-56.
- BAYER P.S. (2013). Tratamentos térmicos e termoquímicos. Curso Técnico de Mecânica. Instituto Federal Santa Catarina, Joinville, Brasil.
- BHAT M.S., GARRISON W.M. & ZACKAY V.F. (1979). Relations between microstructure and mechanical properties in secondary hardening steels. Materials Science and Engineering, 41, 1-15.
- BOEING. (2005, 10 Dez). Recuperado em 10 de dezembro de 2015, de <http://www.boeing.com/history/products/space-shuttle-orbiter.page>.
- CALLISTER W.D. (2012). Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução, 7th Edição. Editora: LTC.
- CARLSON M. F., NARASIMHA B. V. & THOMAS G. (1979). The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C Steels. Metallurgical Transactions, 10A, 1273-1284.

CHIAVERINI V. (2005). Aços e Ferros Fundidos: Características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. Editora: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais.

CUESTA I.I. & ALEGRE J.M. (2011). Determination of the fracture toughness by applying a structural integrity approach to pre-cracked small punched test specimens. Engineering fracture mechanics, 78, 289-300.

DOWLING N.E. (1999). Mechanical Behavior of Materials, 2ª Edição. Editora: PRENTICE HALL.
FIGUEROA D. & ROBINSON M.J. (2010). Hydrogen transport and embrittlement in 300M and AerMet100 ultra high strength steels. Corrosion Science, 52, 1593-1602.

GONÇALVES A., MOTTA J.A. & SAKAI P.R. (2007). A fabricação de envelopes motores foguete para utilização no veículo lançador de satélites brasileiro VLS-1. In 4 Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação (p. 132-146). Aguas de São Pedro, Brasil.

IBRAHIM R.N. & KOTOUSOV A. (1999). Eccentricity correction for the evaluation of fracture toughness from cylindrical notched test small specimens. Engineering Fracture Mechanics, 64, 49-58.

JASWIN M.A., LAL D.M. & RAJADURAI A. (2011). Effect of cryogenic treatment on the microstructure and wear resistance of X45Cr9Si3 and X53Cr22Mn9Ni4N valve steels. Tribology Transactions, 54, 341-350.

JIANG Z., LU F.X., TANG W.Z., WANG S.G., TONG Y.M., HUANG T.B. & LIU J.M. (2000). Accurate measurement of fracture toughness of free standing diamond films by three-point bending tests with sharp pre-cracked specimens. Diamond and Related Materials, 9, 1734-1738.

KING J.E. & KNOTT J.F. (1980). The effects of crack length and shape on the fracture toughness of a high strength steel 300M. J. Mech. Phys. Solids, 28, 191-200.

KRISHNA P.V., SRIKANT R.R., IQBAL M. & SRIRAM N. (2012). Effect of austempering and martempering on the properties of AISI 52100 steel. ISRN Tribology, 2013, 6 pages.

KWON H., CHA J. & KIM C. (1988). The effect of grain size on fracture behavior in tempered martensite embrittlement for AISI 4340 steel. Materials Science and Engineering, 100, 121-128.

LEE W.S. & SU T.T. (1999). Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high-strength alloy steel under quenched and tempered conditions. Journal of Materials Processing Technology, 87, 198-206.

LESKOVSĚK V. & PODGORNIK B. (2015). Measurement and mechanical of fracture toughness of tool and high-speed steels. Encyclopedia of Iron, Steels, and Their Alloys, 99, DOI: 10.1081/E-EISA-120049739.

LESKOVSĚK V., KALIN M. & VIŽINTIN J. (2006). Influence of deep-cryogenic treatment on wear resistance of vacuum heat-treated HSS. Vacuum, Surface Engineering, Surface

Instrumentation & Vacuum Technology, 80, 507-518.

LESKOVŠEK V., ŠUŠTARŠIČ B. & JUTRIŠA G. (2006). The influence of austenitizing and tempering temperature on the hardness and fracture toughness of hot-worked H11 tool steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 178, 328-334.

LESKOVŠEK V., ULE B. & LIŠČIČ B. (2002). Relations between fracture toughness, hardness and microstructure of vacuum heat-treatment high-speed steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 127, 298-308.

LI S., XIE Y. & WU X. (2010). Hardness and toughness investigation of deep cryogenic treatment cold work die steel. *Cryogenics*, 50, 89-92.

MALAKONDAIAH G., SRINIVAS M. & RAO P.R. (1997). Ultrahigh-Strength low-alloy steels with enhance fracture toughness. *Progress in Materials Science*, 42, 209-242.

METALS HANDBOOK, Vol. 1, Irons, Steels and High-Performance Alloys, 10a ed. ASM int., 1993.

METALS HANDBOOK, Vol. 3, Alloy, Phase Diagrams, 10a ed. ASM int., 1992.

METALS HANDBOOK, Vol. 4, Heat Treating, 10a ed. ASM int., 1991.

METALS HANDBOOK, Vol. 9, Metallography and Microstructures, 10a ed. ASM int., 2004.

METALS HANDBOOK, Vol. 12, Fractography, 10a ed. ASM int., 1987.

METALS HANDBOOK, Vol. 19, Fatigue and Fracture, 10a ed. ASM int., 1996.

METALS HANDBOOK, Vol. 20, Material Selection and Design, 10a ed. ASM int., 1997.

NOLAN D., LESKOVŠEK V. & JENKO M. (2006). Estimation of fracture toughness of nitride compound layers on tool steel by application of the Vickers indentation method. *Surface & Coating Technology*, 201, 182-188.

PACZYNA J. & MAZUR A. (1986). Relationship between grain size and fracture toughness of tool steel. *Steel Res*, 57, 577-585.

PADMANABHAN R. & WOOD W.E. (1984). On the occurrence of blocky martensite in 300M steel. *Materials Science and Engineering*, 66, 1-11.

PODGORNIK B., LESKOVŠEK V. & VIŽINTIN J. (2009). Influence of Deep-Cryogenic treatment on tribological properties of P/M high-speed steel. *Materials and Manufacturing Process*, 24, 734-738.

PODGORNIK B., LESKOVŠEK V., GODEC M. & SENČIČ B. (2011). Microstructure refinement and its effect on properties of spring steel. *Materials Science & Engineering A*, 599, 81-85.

PODGORNIK B., LESKOVŠEK V., TEHOVNIK F. & BURJA J. (2015). Vacuum heat treatment optimization for improved load carrying capacity and wear properties of surface engineered hot work tool steel. *Surface & Coating Technology*, 261, 253-261.

ROUMINA R., EMBURY J.D., BOUAZIZ O. & ZUROB H.S. (2013). Mechanical behavior of a compositionally graded 300M steel. *Materials Science & Engineering A*, 578, 140-149.

SENTHILKUMAR D., RAJENFRAN I., PELLIZZARI M. & SIIRIAINEN J. (2011). Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 211, 396-401.

SHABARA M. A. N., EL-DOMIATY A. A. & AL-ANSARY M.D. (1996). Estimation of plane fracture toughness from circumferentially bluntly notched round-bar specimens. *Engineering Fracture Mechanics*, 54, 533-541.

SIVA R. S., JASWIN M. & LAL D. (2012). Enhancing the wear resistance of 100Cr6 bearing steel using cryogenic treatment. *Tribology Transactions*, 55, 387-393.

SIVA R. S., LAL D. & JASWIN M. (2014). Optimization of deep cryogenic treatment process for 100Cr6 bearing steel using the Gray-Taguchi method. *Tribology Transactions*, 55, 854-862.

SOUZA F.A., GIACOMELLI V.J. & MENEZES M.A. (2007). Estudo dos aços 300M e MARAGING visando a aplicação na indústria aeroespacial. In XIV Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica. Uberlândia, Brasil.

Stark H.L. & Ibrahim R.N. (1986). Estimation fracture toughness from small specimens. *Eng Fract. Mech.*, 25, 395-401.

TOMITA Y. & OKAWA T. (1993). Effect of microstructure on mechanical properties of isothermally bainite-transformed 300M steel. *Materials Science and Engineering*, A172, 145-151.

TOMITA Y. & OKAWA T. (1995). Effect of modified heat treatment on mechanical properties of 300M steel. *Materials Science and Technology*, 11, 245-251.

TOMITA Y. (1995). Low temperature mechanical properties of modified heat treated 300M steel. *Materials Science and Technology*, 11, 335-338.

ULE B., LESKOVŠEK V. & TUMA B. (2000). Estimation of plain strain fracture toughness of AISI M2 steel from precracked round-bar specimens. *Engineering Fracture Mechanics*, 65, 559-572.

WEI S., TINGSHI Z., DAXING G., DUNKANG L., POLIANG L. & XIAOYUN Q. (1982). Fracture toughness measurement by cylindrical specimens with ring-shaped crack. *Engineering Fracture Mechanics*, 16, 69-82.

XU Y. & GUAN K. (2013). Evaluation of fracture toughness by notched small punch test with Weibull stress method. *Materials and Design*, 51, 605-611.

YOUNGBLOOD J. L. & RAGHAVAN M. (1977). Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. *Metallurgical Transactions A*, 8A, 1439-1448.

YOUNGBLOOD J.L. & RAGHVAN. (1978). Microstructure and mechanical properties of quenched and tempered 300M steel. (Report Number NASA TP-1288). Houston, TX.

ZHANG S.S., LI M.Q., LIU Y.G., LUO J. & LIU T.Q. (2011). The growth behavior of austenite grain in the heating process of 300M steel. *Materials Science and Engineering*, A528, 4967-4972.

ZHIRAFAR S. (2005). Effect of Cryogenic Treatment on the mechanical properties of steel and aluminum alloys. Tese de Mestrado, The Department of Mechanical and Industrial Engineering, Concordia University, Montreal, Quebec, Canada.

ZHIRAFAR S., REZAEIAN A. & PUGH M. (2007). Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 186, 298-303.