**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**

RICARDO GRATÃO GREGUI

**Efeitos da austenitização plena e intercrítica no tratamento térmico de
têmpera e partição do aço 300M**

**São Carlos
2017**

RICARDO GRATÃO GREGUI

**Efeitos da austenitização plena e intercrítica no tratamento térmico de
têmpera e partição do aço 300M**

Versão Corrigida
Original na unidade

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

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

Orientadora: Dr^a. Luralice de Campos
Franceschini Canale

**São Carlos
2017**

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.

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca – EESC/USP

G818e Gregui, Ricardo Gratão
Efeitos da austenitização plena e intercrítica no
tratamento térmico de têmpera e partição do aço 300M /
Ricardo Gratão Gregui; orientadora Lauralice de Campos
Franceschini Canale. São Carlos, 2017.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em
Ciência 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, 2017.

1. Aço 300M. 2. Têmpera e Partição. 3. Volume de
fases. 4. Microestrutura. 5. Propriedades mecânicas. I.
Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Tecnólogo **RICARDO GRATÃO GREGUI**.

Título da tese: "Efeitos da austenitização plena e intercrítica no tratamento térmico de têmpera e partição do aço 300M".

Data da defesa: 20/10/2017.

Comissão Julgadora:

Resultado:

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

APROVADO

Profa. Dra. **Paula Fernanda da Silva Farina**
(Universidade Estadual de Campinas/UNICAMP)

APROVADO

Prof. Dr. **Maurício Angeloni**
(FATEC - Sertãozinho)

APROVADO

Prof. Dr. **Jan Vatauvuk**
(Universidade Presbiteriana Mackenzie/UPM)

APROVADO

Prof. Dr. **Juno Gallego**
(Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP – Ilha Solteira)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais:

Prof. Titular **Antonio José Felix de Carvalho**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:

Prof. Associado **Luís Fernando Costa Alberto**

À minha esposa Ana Paula, com amor, admiração, por sua compreensão, carinho e incansável apoio ao longo do período deste trabalho, aos meus encantadores e amados filhos Lucas e Felipe, aos meus pais Maria Madalena e Pedro, pelo esforço em me educar e mostrar como ser verdadeiro Homem, pelo exemplo do trabalho, ao meu irmão Alexandre e minha irmã Patrícia. Em homenagem a fiel companheira e amiga, Ricota.

AGRADECIMENTOS

Este projeto de doutoramento só foi possível porque Deus o permitiu, ele que sempre esteve ao meu lado, me guiando, me protegendo e me dando forças.

A minha amada família, em especial a minha esposa Ana Paula que foi uma guerreira incansável, nos momentos em que fiquei ausente, sempre esteve ao meu lado, me ajudando, apoiando e me incentivando a seguir em frente. Se desdobrou para trabalhar e cuidar dos nossos pequenos e encantadores filhos Lucas e Felipe. Também agradeço aquelas pessoas que ajudaram a cuidar dos meus filhos em minha ausência, às vovós Madalena e Salete, a Dona Rita e a Claudinéia.

A todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC/USP pelo apoio e ensinamentos. Em especial a minha orientadora prof. Dr^a. Luralice de Campos Franceschini Canale que me acolheu no meio desse objetivo profissional, pela orientação, paciência e conhecimentos adquiridos.

A todos os técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais em especial ao técnico em microscopia Wagner Correr pela assistência na realização deste projeto.

Em especial ao Victor da secretaria de pós-graduação - SMM, sempre empenhado em ajudar.

À toda equipe técnica do Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE, em especial ao Vitor Mendes, Fernando, Helena, Eduardo e aos professores Dr. Alberto Moreira, Dr. Guilherme Zepon, Dr. Luis Sordi da Universidade Federal de São Carlos.

Ao amigo Rodrigo Peronti da empresa Equitecs

Aos amigos Rafael Paiotti, Nelson Campos, Fábio, Ricardo, Wellington, Luis Bonazzi, Erenilton, Ronald Morales.

Aos Srs. Danilo Assad e Carlos Alberto da empresa Durferrit em Diadema – SP.

À Villares Metals, em especial aos Srs. Rômulo Moreno e Alexandre Sokolowski, pela ajuda técnica e cessão do material analisado.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP, campus de Votuporanga, pelo afastamento conquistado ao final deste percurso.

Enfim, a todos que de uma forma ou outra estiveram envolvidos na realização deste trabalho e na participação desta etapa profissional os meus sinceros agradecimentos.

Muito obrigado a todos!

Se eu te pudesse dizer
O que nunca te direi,
Tu terias que entender
Aquilo que nem eu sei.

Fernando Pessoa

“A persistência é o caminho do êxito”

Charles Chaplin

GREGUI, R. G. **Efeitos da austenitização plena e intercrítica no tratamento térmico de têmpera e partição do aço 300M**. 144p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2017.

RESUMO

O presente trabalho de pesquisa avalia os efeitos das temperaturas de austenitização plena e intercrítica, associado ao tratamento térmico de têmpera interrompida e partição, realizada em banho de sais fundidos e sua influência no comportamento mecânico e microestrutural do aço de alta resistência e baixa liga AISI300M. Para os ensaios de caracterização mecânica foram realizados ensaios de dureza cujos resultados variaram de (35HRC a 55HRC) dependendo do tratamento; ensaios de tração, que atingiram o limite de resistência máximo de 2272 MPa com 6% de alongamento; ensaios de tenacidade ao impacto Charpy que superaram os tratamentos convencionais de têmpera atingindo 38J de energia absorvida; além dos ensaios de tenacidade à fratura linear-elástica, método (K_{IC}) que ficaram entre (35 e 67 MPa $\sqrt{m}$). Para a caracterização microestrutural foram realizadas análises por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), além da investigação microestrutural pela técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) que elucidaram os microconstituintes multifásicos presentes como martensita, ferrita e bainita. Para quantificar as frações de fases presentes utilizou-se a técnica de difração por raios-X e método de refinamento Rietveld, mostrando até 20% de austenita retida na condição de partição em 400°C. Para auxiliar e mapear as fases presentes foram utilizadas as técnicas de MEV-EBSD e EBSD acoplada ao microscópio eletrônico de transmissão MET-EBSD com indexação via software ASTAR. Após os ensaios mecânicos, as superfícies de fratura foram examinadas via MEV e exibiram em geral um modo misto de fratura com a presença de *dimples*, coalescimento de microcavidades e quase-clivagem.

Palavras-chave: Aço 300M, têmpera e partição, volume de fases, microestrutura e propriedades mecânicas.

GREGUI, R. G. **Effects of complete and intercritical austenitization on heat treatment of quench and partitioning of the steel 300M**. 144p. Ph. D. Thesis – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos - SP, 2017.

ABSTRACT

The present research work evaluates the effects of the complete and intercritical austenitization temperatures associated with interrupted quenching and partitioning performed in molten salt baths and its influence in the mechanical behavior and microstructural of AISI 300M high strength low alloy steel. Hardness tests with range from 55HRC to 35HRC were obtained depending on the heat treatment. Tensile tests have shown maximum strength limit of 2272 MPa and 6% elongation. Toughness parameters by instrumented Charpy impact tests exceeded values obtained in the conventional heat treatments providing 38J of absorbed energy. In addition, results from linear-elastic fracture toughness tests (K_{IC}), values among 67 and 35MPa $\sqrt{m}$ were found. Microstructure characterization was performed by optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and microstructural research by transmission electron microscopy (TEM), which optimized the multiphase microconstituents with the presence of martensite, ferrite and bainite. In order to quantify the phases volume fractions present, it was used a X-ray diffraction technique and “Rietveld” refinement method that obtained up to 20% of retained austenite in the partitioning condition at 400 °C. To assist and map the present phases, it was used MEV-EBSD and EBSD techniques coupled to the transmission electron microscope MET-EBSD with indexing via ASTAR software. After the mechanical tests, fracture surfaces were analyzed by SEM and showed in general, a mixed mode of fracture with the presence of dimples, microcoalescence and quasi-cleavage.

Keywords: 300M alloy steel, quench and partitioning, phase volume, microstructure, mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Futuro de oportunidades para os aços ARBL de 3ª Geração. Fonte: WAGNER e SMITH (2006).....	6
Figura 2: Comparação da fusão em ar e em vácuo do aço 300M. Fonte: Campbel (2006).....	7
Figura 3: Ciclo térmico do aço 300M, segundo Lopes (1982). Fonte: Adaptado (ANAZAWA, 2007).	10
Figura 4: Rota padrão para o tratamento de partição. Fonte: Moor De (2013).	12
Figura 5: Energia livre de Gibbs <i>versus</i> composição química entre ferrita e austenita no sistema binário Fe-C: (a) Condições de equilíbrio para o carbono em duas possíveis composições de ferrita e austenita que satisfazem o requisito ECC em que o potencial químico do carbono é igual nas duas fases, e (b) Condição em equilíbrio (SPEER et al, 2003) adaptado.	14
Figura 6: Concentrações de carbono na ferrita e austenita para a condição ECC, em função da temperatura de partição e diferentes frações de volume de martensita e austenita, calculadas para Fe-1.0 %C. Fonte: SPEER et al (2003) adaptado.	14
Figura 7: Microestrutura depois do tratamento de têmpera e partição: (a) Aço com 0,6%C (GERDEMANN, 2004) e (b) Aço TRIP alto-Al contendo 50% de ferrita intercrítica (Speer, 2003).	15
Figura 8: Tratamento térmico proposto para aços TRIP. Fonte: MARTINS (2007)....	16
Figura 9: Esquema representando o cisalhamento e a superfície associados à formação da martensita (MADDIN, 1992 apud COSTA, 2015).	20
Figura 10: Rearranjo atômico de células unitárias e microestrutura. Fonte: COSTA (2015).....	21
Figura 11: a) Correlação entre reticulados CFC e TCC; b) Deformação de Bain da transformação da austenita para martensita (HONEYCOMBE, 1981 apud FRAGOSO, 2015).	22
Figura 12: Curva representando o M_i de acordo com os teores de carbono nos aços e morfologia da martensita (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).	23
Figura 13: Formação de uma lamela de martensita, ilustrando ambos os tipos de deformação do reticulado: a) escorregamento; b) maclação (KELLY e NUTTING, 1960 apud HUALLPA, 2011).	24
Figura 14: Efeito do carbono nos parâmetros do reticulado da austenita e da martensita (COHEN, 1962 apud HUALLPA, 2011).....	26

Figura 15: Estrutura da martensita escorregada em ripas para aço baixo carbono com 2% de Mn: a) Microscopia óptica, b) Microscopia de transmissão (SPEICH e LESLIE, 1972).	27
Figura 16: Estrutura da martensita em placas: a) Microscopia óptica do aço com 1,2%C, b) Microscopia óptica da Liga Fe-30Ni, c) Microscopia de Transmissão com maclas da liga Fe-30Ni. (SPEICH e LESLIE, 1972).	27
Figura 17: Representação da transição de bainita superior para bainita inferior. Fonte: adaptado de Bhadeshia (1992).	31
Figura 18: Variações da estrutura bainítica: (a) bainita nodular; (b) bainita colunar; (c) bainita superior; (d) bainita inferior; (e) bainita alotromórfica do limite de grão; (f) bainita inversa. Fonte: Adaptado de Aaronson et al. (1990); Krauss (2015).	32
Figura 19: Modelo de corpo de prova SE(B) para flexão sob três pontos para ensaio de K_{IC} . Fonte: Srawley (1976).	35
Figura 20: Curvas características do ensaio de K_{IC} e método P_Q . Fonte: ASTM E399-90 (1997).	35
Figura 21: Variação do K_{IC} para o aço 4340 em função da resistência. Fonte: adaptado Dowling (2013).	36
Figura 22: Efeito do conteúdo de enxofre na tenacidade à fratura aço AISI 4345. ...	37
Figura 23: Micro mecanismos da fratura nos metais. a) Dúctil, b) Clivagem, c) Intergranular. Fonte: Anderson (1995) (adaptado).	37
Figura 24: Crescimento da trinca em materiais dúcteis. Formação dos conhecidos lábios de cisalhamento. Fonte: Anderson (1995), adaptado.	38
Figura 25: Esquema ilustrativo da técnica de difração de elétrons retroespehados – EBSD. Fonte: Tschiptschin, Adaptado, Poli-USP.	40
Figura 26: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI300M austenitizado em 870°C e temperado: precipitados dentro das ripas, placas e no limite de contorno de grão. Fonte: NASA (1977).	41
Figura 27: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI300M austenitizado em 870°C e temperado com matriz de martensita em placas. Fonte: NASA (1977). ..	42
Figura 28: Imagem obtida por MET do aço AISI 300M austenitizado (870°C) e temperado: a) Campo claro da amostra exibe uma subestrutura martensítica, o revenimento é evidente pelas ripas; b) Campo escuro com a reflexão da austenita em ripas no contorno de grão, eixo de zona (200). Fonte: NASA (1977).	42
Figura 29: Imagem obtida por MET do aço AISI 300M austenitizado (870°C) e temperado, seguido de duplo revenimento em 427°C. a) campo claro com microestrutura martensítica e b) campo escuro com precipitados de cementita. Fonte: NASA (1977).	43

Figura 30: Imagem de MET campo claro do aço AISI 300M austenitizado em 1200°C seguido de duplo revenimento em 537°C, com cementsita esferoidal são mostrados na matriz e nos contornos. Fonte: Youngblood e Raghavan (1977).	43
Figura 31: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI 300M tratado isotermicamente em 400°C, com: (A) dispersão dos filmes de austenita retida; (B) matriz de bainita superior livre de carbonetos. Fonte: Tomita e Okawa (1993).	44
Figura 32: Imagem obtida por MET da austenita retida investigada por diferentes processos: (a)-(c) duas etapas, com austenitização plena na temperatura de partição de 400°C e no tempo de 30s, e (d)-(f) com austenitização intercrítica, nas mesmas condições de partição.	45
Figura 33: Fluxograma das etapas desenvolvidas no presente trabalho, incluindo caracterização mecânica e microestrutural da liga AISI SAE 300M. Fonte: Autor.	47
Figura 34: Barras de Aço AISI 300M fornecidas pela empresa Villares Metals S/A e estudadas no presente trabalho.	47
Figura 35: Roteiro do tratamento térmico de têmpera e partição com austenitização plena a 920°C.	50
Figura 36: Roteiro do tratamento térmico de têmpera e partição com austenitização intercrítica a 780°C.	51
Figura 37: Corpos de prova preparados para o tratamento térmico.	51
Figura 38: Processo de decapagem química aplicada nos corpos de prova.	52
Figura 39: a) Forno tipo mufla, para austenitização; b) Forno para banho de sais para têmpera e partição.	52
Figura 40: Corpos de prova inseridos na caixa de condicionamento térmico com particulado e termopar na etapa de austenitização.	53
Figura 41: Retirada dos corpos de prova a) do forno mufla, b) da caixa de tratamento.	53
Figura 42: a) Controlador do forno de banho de sais b) recipiente de partição e c) de têmpera, ambos com sal de resfriamento AS 180, fornecido pela Duferrit®.	55
Figura 43: Corpos de prova resfriados dos ao ar após etapa de partição.	55
Figura 44: Orientação dos corpos de prova extraídos do tarugo.	57
Figura 45: Modelo de corpo de prova para ensaio de tração segundo norma técnica ASTM E8M-04. Fonte: ASTM E8M-04 (2008).	58
Figura 46: Dimensões do corpo de prova para realização do ensaio de impacto (Charpy).	59

Figura 47: <i>Dimensões do corpo de prova K_{IC}, tipo SE(B).</i>	60
Figura 48: <i>Máquina MTS 370 usada no ensaio de K_{IC}.</i>	61
Figura 49: <i>Acompanhamento com luneta do crescimento da pré-trinca em fadiga ..</i>	61
Figura 50: <i>Sequência para medição dos valores de pré-trinca.</i>	62
Figura 51: <i>Corpo de prova logo após ensaio de tenacidade à fratura.</i>	63
Figura 52: <i>Ferritoscópio e padrões de calibração.</i>	63
Figura 53: <i>Equipamento de difração de Raios-X utilizado no trabalho.</i>	64
Figura 54: <i>Microscópio Eletrônico de Transmissão usado na pesquisa.</i>	66
Figura 55: <i>Porta amostra do Microscópio Eletrônico de Transmissão com a amostra.</i>	66
Figura 56: <i>a) Plasma cleaner para eliminar possíveis resíduos orgânicos presentes nas amostras, b) Detalhe da câmara de plasma.</i>	67
Figura 57: <i>Microestrutura do aço AISI 300M, como recebido.</i>	68
Figura 58: <i>Metalografia da amostra C na condição TA 920°C, TP 300°C e 30s.</i>	69
Figura 59: <i>Metalografia da amostra A na condição TA 920°C, TP 300°C e 60s.</i>	70
Figura 60: <i>Metalografia da amostra B na condição TA 920°C, TP 300°C e 120s.</i>	70
Figura 61: <i>Metalografia da amostra X na condição TA 920°C, TP 400°C e 30s.</i>	71
Figura 62: <i>Metalografia da amostra Y na condição TA 920°C, TP 400°C e 60s.</i>	71
Figura 63: <i>Metalografia da amostra T na condição TA 920°C, TP 400°C e 120s.</i>	71
Figura 64: <i>Controle de grão na temperatura de austenitização de: a) 870°C e b) 920°C.</i>	72
Figura 65: <i>Metalografia da amostra P na condição TI 780°C, TP 300°C e 30s.</i>	73
Figura 66: <i>Metalografia da amostra V na condição TI 780°C, TP 300°C, 60s.</i>	73
Figura 67: <i>Metalografia da amostra F na condição TI 780°C, TP 300°C e 120s.</i>	73
Figura 68: <i>Metalografia da amostra D na condição TI 780°C, TP 400°C e 30s.</i>	74
Figura 69: <i>Metalografia da amostra E na condição TI 780°C, TP 400°C e 60s.</i>	74
Figura 70: <i>Metalografia da amostra Z na condição TI 780°C, TP 400°C e 120s.</i>	75

Figura 71: Dureza do aço atingida após têmpera em função do teor de carbono e da porcentagem de martensita. Fonte: Colpaert (2008).....	78
Figura 72: Resultados de dureza para o aço AISI 300M nos diferentes tratamentos térmicos estudados.	78
Figura 73: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TA 920°C e TP 300°C nos diferentes tempos de partição estudados.....	80
Figura 74: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TA 920°C e TP 400°C nos diferentes tempos de partição estudados.....	82
Figura 75: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TI 780°C e TP 300°C nos diferentes tempos de partição.	84
Figura 76: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TI 780°C e TP 400°C nos diferentes tempos de partição estudados.....	85
Figura 77: Resultados de impacto Charpy no aço AISI 300M na condição TA 920°C nos diferentes tempos de partição estudados.....	87
Figura 78: Resultados médios de impacto Charpy no aço AISI 300M na condição TI 780°C nos diferentes tempos de partição estudados.	87
Figura 79: Gráfico geral de todas as condições do ensaio de impacto Charpy	88
Figura 80: Curvas de carga <i>versus</i> deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 920°C e TP 300°C.....	90
Figura 81: Curvas de carga <i>versus</i> deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 920°C e TP 400°C.....	90
Figura 82: Curvas de carga <i>versus</i> deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 780°C e TP 300°C.....	91
Figura 83: Curvas de carga <i>versus</i> deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 780°C e TP 400°C.....	91
Figura 84: Superfície de fratura após ensaio de tenacidade à fratura.....	92
Figura 85: Volume de fases magnéticas <i>versus</i> tempo de partição.	94
Figura 86: Difrátograma da amostra C (TA 920°C, TP 300°C, tempo de 30s).....	96
Figura 87: Difrátograma da amostra B (TA 920°C, TP 300°C, tempo de 120s).	96
Figura 88: Difrátograma da amostra X (TA 920°C, TP 400°C, tempo de 30s).	98
Figura 89: Difrátograma da amostra T (TA 920°C, TP 400°C, tempo de 120s).	98
Figura 90: Difrátograma da amostra P (TI 780°C, TP 300°C, tempo de 30s).	99

Figura 91: Difratoograma da amostra F (TI 780°C, TP 300°C, tempo de 120s).....	100
Figura 92: Difratoograma da amostra D (TI 780°C, TP 400°C, tempo de 30s).	101
Figura 93: Difratoograma da amostra Z (TI 780°C, TP 400°C, tempo de 120s).....	102
Figura 94: Tela do software MAUD utilizado para refinamento Rietveld	103
Figura 95: Fração volumétrica de fases para os tratamentos térmicos com tempo de partição em 30s.	104
Figura 96: Volume de fração de fases para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 30s.	105
Figura 97: Volume de fração de fases detalhado para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 120s.....	105
Figura 98: Volume de fração de fases para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 120s.	106
Figura 99: Micrografias para as condições C-920-300-30s (esq.) e B-920-300-120s (dir.).....	107
Figura 100: Micrografias para as condições C-920-300-30s (esq.) e B-920-300-120s (dir.).....	107
Figura 101: Micrografias para as condições X-920-400-30s (esq.) e T-920-400-120s (dir.).....	108
Figura 102: Micrografias para as condições X-920-400-30s (esq.) e T-920-400-120s (dir.).....	108
Figura 103: Micrografias para as condições P-780-300-30s (esq.) e F-780-300-120s (dir.).....	109
Figura 104: Micrografias para as condições P-780-300-30s (esq.) e F-780-300-120s (dir.).....	109
Figura 105: Micrografia usada para análise de precipitados por microscopia eletrônica de varredura.	110
Figura 106: Gráficos de EDS para condição TI780-TP300°C, pontos A e B.	111
Figura 107: Gráficos de EDS para condição TI780-TP300°C, pontos C e D.	111
Figura 108: a) Imagem de MEV para a condição TI780-TP400-120s, b) identificação dos pontos precipitados.	112
Figura 109: Micrografias (2980x) para as condições D-780-400-30s (esq.) e Z-780-400-120s (dir.).....	112

Figura 110: Micrografias (5970x) para as condições D-780-400-30s (esq.) e Z-780-400-120s (dir.).	113
Figura 111: Amostra B: a) Mapa de orientação cristalográfica; b) Figura de pólos..	114
Figura 112: Mapa de fases EBSD da amostra B, condição TA920-TP300-120s.....	115
Figura 113: Mapa dos contornos de grão na amostra B, condição TA920-TP300-120s.	115
Figura 114: Tamanho de grão, em área, da austenita presente na amostra B.	116
Figura 115: Mapa de orientação cristalográfica da amostra T (TA920-TP400-120s).	117
Figura 116: Mapa de fases EBSD da amostra T, condição TA920-TP400-120s.....	117
Figura 117: Mapa dos contornos de grão na amostra T, condição TA920-TP400-120s.	118
Figura 118: Tamanho de grão, em área, da austenita presente na amostra T.....	118
Figura 119: Imagem MET da amostra B, tratamento TA920°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro.	119
Figura 120: Imagem MET da amostra B, tratamento TA920°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro.	120
Figura 121: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração de martensita em ripas.	120
Figura 122: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração no eixo de zona [3 2 5].	121
Figura 123: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) mapeamento de fases; c) orientação cristalográfica.....	121
Figura 124: Imagem MET para o tratamento TI780°C-TP300°C-120s, amostra F. .	122
Figura 125: Imagem MET da amostra F, tratamento TI780°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração Fe- α no eixo de zona [2 1 2].	122
Figura 126: Imagem MET da amostra Z, tratamento TI780°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração no eixo de zona [2 2 1].	123
Figura 127: Imagem MET da amostra Z, tratamento TI780°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) mapeamento de fases; c) orientação cristalográfica.....	123
Figura 128: Fratografia do ensaio de tração na condição TA920°C-TP300°C-120s, amostra B: a) macroscópica; b) microscópica.....	124

Figura 129: Fratografia do ensaio de tração na condição TA920°C-TP400°C-120s, amostra T: a) macroscópica; b) microscópica.	125
Figura 130: Fratografia do ensaio de tração na condição TI780°C-TP300°C-120s, amostra F: a) macroscópica; b) microscópica.	126
Figura 131: Fratografia do ensaio de tração na condição TI780°C-TP400°C-120s, amostra Z: a) macroscópica; b) microscópica.	126
Figura 132: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TA920°C-TP300°C-120s, amostra C: a) macroscópica; b) microscópica.....	127
Figura 133: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TA920°C-TP400°C-120s, amostra T: a) macroscópica; b) microscópica.....	128
Figura 134: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TI780°C-TP300°C-120s, amostra F: a) macroscópica; b) microscópica.	128
Figura 135: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TI780°C-TP400°C-120s, amostra Z: a) macroscópica; b) microscópica.	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades mecânicas do aço 300M pela variação da temperatura de revenimento. Fonte: Tomita (1993) apud Campbel (2006).	8
Tabela 2: Propriedades mecânicas de dureza e tração do aço 300M. Fonte: MIL-HDBK-5J (2003).	19
Tabela 3: <i>Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização plena, na temperatura de partição igual a 300°C.</i>	49
Tabela 4: <i>Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização plena, na temperatura de partição igual a 400°C.</i>	49
Tabela 5: <i>Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização intercrítica, na temperatura de partição igual a 300°C.</i>	49
Tabela 6: <i>Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização intercrítica, na temperatura de partição igual a 400°C.</i>	50
Tabela 7: Parâmetros médios usados no ensaio de K_{IC}	61
Tabela 8: Análise da composição química do aço 300M. Fonte: Villares Metals.....	68
Tabela 9: Resultados médios de dureza na temperatura de austenitização plena....	76
Tabela 10: Resultados médios de dureza na temperatura de austenitização intercrítica.....	77
Tabela 11: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TA 920°C e TP 300°C.	80
Tabela 12: Propriedades mecânicas do aço 300M. Fonte: Barragan (2016).....	81
Tabela 13: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TA 920°C e TP 400°C.	81
Tabela 14: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TI 780°C e TP 300°C.	83
Tabela 15: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TI 780°C e TP 400°C.	84
Tabela 16: Resultados médios de tenacidade ao impacto Charpy para a condição de austenitização plena (TA920°C)	86
Tabela 17: Resultados médios de tenacidade ao impacto Charpy para a condição de austenitização intercrítica (TI780°C).....	86

Tabela 18: Resultados de tenacidade ao impacto em aços especiais de baixa liga e alta resistência. *Tomita, Okawa (1993); **Kannan (2011) e ***Silva Junior (2014). . 88

Tabela 19: Dimensões dos corpos de prova do ensaio de K_{IC} 89

Tabela 20: Critérios de validação do ensaio de K_{IC} de acordo com a ASTM E399 (2012). 89

Tabela 21: Volume de fase magnética na condição TA920°C e TP300°C..... 93

Tabela 22: Volume de fase magnética na condição TA920°C e TP400°C..... 93

Tabela 23: Volume de fase magnética na condição TI780°C e TP300°C..... 93

Tabela 24: Volume de fase magnética na condição TI780°C e TP400°C..... 94

Tabela 25: Características cristalográficas varredura DRX - amostra C. 96

Tabela 26: Características cristalográficas varredura DRX - amostra B. 97

Tabela 27: Características cristalográficas varredura DRX - amostra X. 98

Tabela 28: Características cristalográficas varredura DRX - amostra T. 99

Tabela 29: Características cristalográficas varredura DRX - amostra P..... 100

Tabela 30: Características cristalográficas varredura DRX - amostra F..... 100

Tabela 31: Características cristalográficas varredura DRX - amostra D. 101

Tabela 32: Características cristalográficas varredura DRX - amostra Z. 102

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	–	Austenita
ABNT	–	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AC1	–	Início do intervalo de transformação ou temperatura eutetóide
AC3	–	Temperatura mínima de austenitização
AHSS	–	<i>Advanced High Strength Steels</i>
AISI	–	American Iron and Steel Institute
ARBL	–	Alta Resistência e Baixa Liga
AR	–	Austenita retida
ASTM	–	American Society for Testing and Materials
B	–	Bainita
B _i	–	Temperatura de Início da Transformação Bainítica
B _f	–	Temperatura de Fim da Transformação Bainítica
CCC	–	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	–	Cúbico de Face Centrada
COD	–	Crack Open Displacement
CP	–	<i>Complex Phase</i>
SMM/EESC-USP	–	Departamento de Engenharia de Materiais/Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo
DP	–	<i>Dual Phase</i>
DRX	–	Difratometria de raios-X
ECC	–	Equilíbrio Constrito para o Carbono
F	–	Ferrita
FEG	–	<i>Field Emission Gun</i>
F(a/W)	–	Função geométrica
FWHM	–	Full Width at Half Maximum
HSS	–	<i>High Strength Steels</i>
HSLA	–	<i>High Strength Low Alloy</i>
IAE	–	Instituto de Aeronáutica e Espaço
IC	–	Intercrítico
IF	–	<i>Interstitial Free</i>

LCE	–	Laboratório de Caracterização Estrutural/DEMA-UFSCAR
M	–	Martensita
MA	–	Martensita + Austenita
MART	–	Martensíticos
MEV	–	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	–	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MO	–	Microscopia Óptica
M_i	–	Temperatura inicial da formação da martensita
M_f	–	Temperatura final da formação da martensita
SAE	–	Society of Automotive Engineers
SAED	–	Difração de Elétrons da Área Seleccionada
SE(B)	–	<i>Bend Specimen</i>
TA	–	Temperatura de Austenitização
T&P	–	Têmpera e Partição
TI	–	Temperatura Intercrítica
TP	–	Tempo de Partição
TRC	–	Têmpera e Revenimento Convencional
TRIP	–	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
ULSAB	–	<i>Ultra Light Steel Auto Body</i>
ULSAB – AVC	–	<i>Ultra Light Steel Auto Body- Advanced Vehicle Concepts</i>

SUMÁRIO

RESUMO	i
ABSTRACT	iii
LISTA DE FIGURAS	v
LISTA DE TABELAS	xiii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	xv
SUMÁRIO	xvii
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS	1
1.2 JUSTIFICATIVA E IMPORTÂNCIA DO ESTUDO	2
1.3 OBJETIVO	4
2. REVISÃO	6
2.1 AÇO AISI 300M	6
2.2 TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P)	10
2.3 COMPORTAMENTOS DA TRANSFORMAÇÃO MICROESTRUTURAL	19
2.3.1 Martensita	19
2.3.2 Bainita	30
2.4 TENACIDADE À FRATURA	33
2.4.1 Mecanismos de fratura nos metais	37
2.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ASSOCIADA À EBSD	39
2.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO	41
3. MÉTODOS EXPERIMENTAIS	46
3.1 PROCESSAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P)	48
3.1.1 Etapas do tratamento térmico empregado	51
3.1.2 Análise metalográfica	56
3.1.3 Ataques químicos	56
3.2 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	57
3.2.1 Ensaios de dureza	57
3.2.2 Ensaios de tração	57
3.2.3 Ensaios de impacto	58
3.2.4 Ensaios de tenacidade à fratura - K_{IC}	59
3.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	63
3.3.1 Análise de fases magnéticas	63
3.3.2 Análise por Difração de Raios-X – DRX	64

3.3.3 <i>Análise por Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV</i>	64
3.3.4 <i>Análise por Microscópio Eletrônico de Transmissão – MET</i>	65
3.3.6 <i>Análise Fratográfica</i>	66
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	68
4.1 <i>ANÁLISE QUÍMICA</i>	68
4.2 <i>ANÁLISE METALOGRAFICA</i>	68
4.3 <i>ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA</i>	76
4.3.1 <i>Ensaio de dureza</i>	76
4.3.2 <i>Ensaio de tração</i>	79
4.3.3 <i>Ensaio de impacto Charpy</i>	86
4.3.4 <i>Ensaio de tenacidade à fratura - K_{IC}</i>	89
4.4 <i>ANÁLISE DE FASES MAGNÉTICAS</i>	92
4.5 <i>ANÁLISES DE FASES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X</i>	95
4.6 <i>ANÁLISES MICROESTRUTURAIS VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA</i>	106
4.7 <i>ANÁLISE MICROESTRUTURAL - EBSD</i>	113
4.8 <i>ANÁLISE MICROESTRUTURAL VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO</i>	119
4.9 <i>ANÁLISES FRATOGRÁFICAS</i>	123
5. CONCLUSÕES	130
6. SUGESTÕES PARA PROSSEGUIMENTO DA PESQUISA	134
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	135
8. ANEXOS	144
7.1 <i>ANEXO 01 – FICHA TÉCNICA DO GRANULADO KG 6.2</i>	144
7.2 <i>ANEXO 02 – FICHA TÉCNICA DO SAL AS-170</i>	150
7.3 <i>ANEXO 03 – CERTIFICADO DE QUALIDADE DO AÇO 300M</i>	156
7.4 <i>ANEXO 04 – LAUDO TÉCNICO DO AÇO 300M</i>	159
7.5 <i>ANEXO 05 – FICHAS CRISTALOGRAFICAS</i>	161

1. INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Existe um crescente interesse tecnológico e comercial por materiais que apresentam propriedades mecânicas superiores, fato que acarreta o desenvolvimento contínuo dos aços estruturais de alta resistência.

O vasto segmento industrial das indústrias automotivas, petroquímicas, aeronáutica e espacial, entre outras, buscam experimentar rotas de processamento térmico inovadoras, com o objetivo de se obter melhores propriedades mecânicas, na procura incessante entre maior resistência mecânica e melhor ductilidade, com superior tenacidade à fratura, tornando o aço um material ainda mais competitivo.

O aperfeiçoamento dos aços avançados para aplicações de alto risco, que exigem elevado desempenho, resultam em ligas metálicas com microestruturas multifásicas complexas, como no caso dos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) de 3ª geração, que possuem em sua microestrutura final a matriz martensítica com frações significativas de austenita retida. Essa nova classe de materiais proporcionou o processamento térmico denominado, por Speer em 2005, "Quenched and Partitioned" em inglês, siglas "Q&P" (em português "Têmpera e Partição", abreviação "T&P") e usado para estabilizar a austenita retida metaestável.

De acordo com os resultados obtidos por Edmonds e Bigg (2016) o tratamento térmico de Têmpera e Partição é um exemplo em que a austenita retida pode ser quimicamente estabilizada pela partição do carbono proveniente da martensita supersaturada, o procedimento de partição (revenimento) ocorre após a interrupção da transformação martensítica.

É evidente que o progresso na mudança microestrutural durante este tratamento (T&P), a divisão e separação do carbono e o considerável volume de austenita não transformada devem ser analisados profundamente (ARAÚJO, 2016).

As empresas de projetos de alta responsabilidade e risco buscam soluções por materiais de engenharia, que além de atenderem a requisitos de projeto, sejam mais resistentes e tenazes, o que pode acarretar em estruturas e componentes mais leves. Com o uso de inovações na engenharia do aço, como por exemplo, o processamento térmico, é possível reduzir o peso estrutural dos componentes

mecânicos sem o uso de materiais mais caros, como alumínio ou fibra de carbono. Além do fato de o aço possuir a capacidade de ser reutilizável e reciclável, o que o torna, em muitos casos, um material único e diferenciado.

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) têm sido muito investigados recentemente, como na pesquisa apresentada por Speer et al (2015) mostrando que a microestrutura multifásica combina microconstituintes duros (frágeis) e dúcteis, o que indica um novo leque de possibilidades ao ajustar as propriedades mecânicas desejadas.

Como alternativa aos roteiros de tratamentos térmicos utilizados tradicionalmente pela indústria (têmpera e duplo revenimento), neste trabalho são propostos tratamentos térmicos com austenitização plena e intercrítica que permite obter uma microestrutura multifásica composta de martensita, ferrita e/ou bainita, com frações consideráveis de austenita retida.

1.2 JUSTIFICATIVA E IMPORTÂNCIA DO ESTUDO

Os tratamentos térmicos são utilizados para controlar a formação, a distribuição e a morfologia das diversas fases presentes na microestrutura do aço.

A composição química e os diferentes microconstituintes tornam-se fatores decisivos para as propriedades mecânicas finais do material e podem ser programados em conformidade com as exigências de projeto (SPEER; 2003a).

A recente técnica de processamento desenvolvida para os tratamentos térmicos de têmpera e partição, para os aços multifásicos, vem sendo muito estudada recentemente. O procedimento visa garantir a correta evolução de uma microestrutura austenítica para uma microestrutura martensítica, onde a austenita não transformada é estabilizada por partição de carbono a partir da martensita supersaturada de carbono (SPEER; 2003a).

A melhoria em tais propriedades do aço, resistência e ductilidade, faz com que esse material possa ser utilizado em situações que até então não eram possíveis, como, por exemplo, no caso em que o aço não era utilizado devido ao excessivo peso, ou até mesmo trabalhar com coeficiente de segurança menor. Com o tratamento térmico de T&P há possibilidade de se obter essas vantagens

(SCHUBERTH et al., 2008).

Diante das recorrentes crises de energia e colapso dos recursos ambientais, existe a necessidade em produzir meios de transportes mais eficientes (SCHUBERTH et al., 2008) e leves, fato que possibilita menor consumo de combustível e consequentemente menor emissão de gases poluentes na atmosfera. Além disso, é preciso atender às exigências ambientais e de sustentabilidade, como a própria competitividade gerada por materiais de outras classes.

O desenvolvimento de tratamentos térmicos capazes de alcançar essas microestruturas e propriedades mecânicas desejadas vem associado ao anseio de aumentar a economia de combustível, reduzindo o peso total do veículo, mantendo a segurança e a resistência ao impacto (DYKEMAN, 2013), como no caso da indústria automobilística.

Nesse cenário, o aço precisa de meios e processos que melhorem suas características e seu comportamento mecânico, tornando-o ainda mais competitivo. O aço com maior tenacidade à fratura torna a propagação da trinca mais difícil e, consequentemente, mais resistente a fadiga (BHADESHIA, 2006).

Um dos esforços dessa pesquisa está concentrado em promover a estabilização e o enriquecimento em carbono, elemento intersticial no Fe, no contorno de grão austenítico, pelo fenômeno de partição usando diferentes ciclos experimentais, em que foram variados os parâmetros da temperatura de austenitização, temperatura e tempo de partição.

Trata-se, portanto, de uma pesquisa em que se busca o controle adequado do processamento térmico, para a formação de uma microestrutura multifásica com impactos positivos nas propriedades mecânicas.

Os aços da classe de alta resistência e baixa liga – ARBL, geralmente possuem frações significativas de austenita retida. Essa microestrutura alcançou grande interesse comercial principalmente quando associada ao fenômeno de transformação de fase induzida geralmente por deformação plástica, chamado em inglês de efeito TRIP - *Transformation Induced Plasticity* (ANAZAWA et al., 2012).

Embora esta pesquisa não esteja direcionada ao fenômeno TRIP, o que se buscou foi realizar uma investigação sistemática dos efeitos da temperatura de austenitização intercrítica para a obtenção da microestrutura multifásica final composta por ferrita, austenita e martensita. De acordo com Martins (2007) acredita-

se que com esta microestrutura o aço se tornará mais tenaz e dúctil.

A temperatura de austenitização plena usada nesta pesquisa, que envolve o tratamento térmico (T&P), foi de 920°C, que é 50°C maior do que a temperatura de austenitização recomendada para o tratamento convencional de têmpera, sendo de 870°C, (ASM Handbook Heat Treatment, 2014).

Sabe-se que a alta temperatura de austenitização tem efeito exponencial na fragilização do material. A temperatura de 920°C é recomendada para se realizar a normalização, sendo que nessa temperatura acredita-se que haja melhor dissolução dos carbonetos e favorecimento da presença da fase austenita após a têmpera. Nos trabalhos desenvolvidos por Youngblood e Raghavan (1977), os autores obtiveram excelentes valores de tenacidade com a temperatura de austenitização de 920°C.

Nesse sentido constitui um tema exclusivo dentro do segmento deste trabalho de pesquisa ao estudar o tratamento térmico de têmpera incompleta e partição (T&P) associado às diferentes temperaturas de austenitização relacionada à caracterização microestrutural e mecânica do aço AISI 300M.

1.3 OBJETIVO

O objetivo do estudo é avaliar a influência do tratamento térmico de têmpera e partição (T&P) conforme as rotas estabelecidas, em confronto com a temperatura de austenitização plena e intercrítica, e seus efeitos no comportamento mecânico e microestrutural do aço estrutural AISI 300M.

Constituem-se ainda como objetivos específicos do trabalho:

- Obter uma microestrutura multifásica composta de microconstituintes dúteis e frágeis incluindo porcentagem considerável de austenita retida através das rotas de processamento térmico de Têmpera e Partição.
- Determinar o volume de fases presentes para as rotas significativas através da técnica difração de raios – X com refinamento Rietveld e MEV, EBSD.
- Identificar as fases microestruturais presentes em cada processamento térmico do aço multifásico com uso de técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão.

- Avaliar o comportamento mecânico exposto diante dos ensaios mecânicos de tração, dureza, impacto Charpy e determinar a tenacidade à fratura através do método denominado de K_{IC} para cada tratamento térmico mais significativo.
- Correlacionar as diferentes temperaturas de austenitização plena e intercrítica com o comportamento mecânico e microestrutural exibido.
- Validar os valores encontrados de tenacidade à fratura K_{IC} de acordo com norma ASTM E399, 2012.
- Revelar os micromecanismos atuantes na fratura dos corpos de prova testados mecanicamente.

2. REVISÃO

2.1 AÇO AISI 300M

De acordo com Tomita¹ (1993) apud Campbel (2006) os aços de alta resistência geralmente são usados em condições temperados e revenidos. O uso desses aços em aplicações estruturais severamente solicitadas requer maior resistência mecânica e também maior ductilidade.

Os aços multifásicos possuem enorme interesse comercial, como o AISI 300M, médio teor de carbono, baixa liga e alta resistência, possui diversificado uso e vasto campo de aplicação, que combinam excelentes propriedades mecânicas desejadas, sendo uma oportunidade para obter novas propriedades mecânicas (WAGONER e SMITH, 2006). Os autores mostram as oportunidades futuras para os aços ARBL de 3ª Geração, conforme apresenta a Figura 1.

Figura 1: Futuro de oportunidades para os aços ARBL de 3ª Geração. Fonte: WAGNER e SMITH (2006).

Segundo Cardoso et al. (2014), o aço 300M é uma liga metálica amplamente empregada em condições severamente tensionadas, de alta responsabilidade e risco, como no caso das indústrias aeroespacial, automobilística e petroquímica, está inserido entre essa classe de materiais.

De acordo com Carvalho e Lima (2012), na indústria aeronáutica e espacial o aço 300M é usado em componentes do trem de pouso de aeronaves,

¹ TOMITA, Y.; OKAWA, T. (1993). Effect of microstructure on mechanical properties of isothermally bainite-transformed 300M steel. **Materials Science and Engineering A**, v.172, p.145-151, 1993.

junções de envelopes de motor foguete, parafusos de fixação, engrenagens e eixos de transmissão para a indústria automobilística. Possui lugar de destaque, devido à combinação de alta resistência e ductilidade (ANAZAWA, 2007).

O aço 300M pode ter outras aplicações interessantes, como por exemplo, em estruturas metálicas de prédios sujeitos a terremotos (ADACHI; UNJOH, 2000; SUMITRO et al., 2003), no uso automobilístico para reforços estruturais do chassi e da carroceria do veículos em que há probabilidade de deformações causadas por impactos em acidentes de trânsito (ULSAB, 2000).

De acordo com os trabalhos de Graça (2009) as propriedades mecânicas desse aço foram modificadas em relação a sua liga originária, o aço AISI 4340, composto basicamente pela adição dos elementos de liga, silício (Si) 1,6% e vanádio (V) 0,1%. Nos aços AISI 4340, o teor de silício é de 0,27%, portanto, um acréscimo significativo para este tipo de liga, além de pequenas adições de molibdênio (Mo). Ficam nítidas as diferenças nas propriedades mecânicas quando alteradas as condições de processamento em um aço de ultra-alta resistência, conforme mostra a Figura 2.

Figura 2: Comparação da fusão em ar e em vácuo do aço 300M. Fonte: Campbel (2006).

De acordo com Tomita (1993) apud Campbel (2006) a presença de maior concentração de silício no aço 300M atrasa severamente a precipitação de

cementita, proporciona o aparecimento de austenita retida durante o processo de revenimento, aumentando a profundidade de têmpera e o endurecimento por solução. A adição de vanádio auxilia na restrição do crescimento dos grãos da austenita durante o processo de austenitização, o que poderia fragilizar o aço. Conforme a ASM (1990) o tratamento térmico padrão para este aço consiste em elevar a temperatura de austenitização entre 860 a 885°C seguido de têmpera em óleo em 70°C e revenimento de 2 às 4h na temperatura entre 260 a 315°C, seguido de um segundo revenimento.

Na Tabela 1 podem ser observadas alterações significativas nas propriedades mecânicas do aço 300M com a variação da temperatura de revenimento.

Tabela 1: Propriedades mecânicas do aço 300M pela variação da temperatura de revenimento. Fonte: Tomita (1993) apud Campbel (2006).

Temperatura Revenimento (°C)	σ_{esc} (MPa)	$\sigma_{max.}$ (MPa)	AL (%)	RA (%)
93	1930	2340	6	10
205	1655	2140	8	27
315	1690	1990	9,5	34
427	1482	1800	8,5	23

A classificação dos aços de alta de resistência e baixa liga inclui teores de liga inferiores em 10% do seu peso total e a resistência mecânica deve ser superior a 550 MPa. A modificação da liga original AISI 4340, associada ao processamento via fusão por indução a vácuo e refusão a arco, fornece a esta liga metálica excelente pureza química e resistência mecânica elevada entre 1615 MPa e 1963 MPa (TOMITA, 1993 apud CAMPBEL, 2006).

Conforme já mencionado, o aço 300M possui algumas propriedades similares ao aço SAE 4340, exceto pela presença de uma porcentagem maior de silício e adições de vanádio e molibdênio, com maior temperabilidade, devido ao atraso nas transformações austeníticas, maior endurecimento por solução sólida e considerável resistência mecânica em altas temperaturas (PHILIP, 1978).

O desenvolvimento do aço 300M foi uma evolução tecnológica do aço 4340. O aço 300M apresenta maior resistência à tração e excelente combinação de

propriedades, entre resistência mecânica, tenacidade, aliada também à considerável resistência à fadiga mostra grande potencial para substituição de seu antecessor o aço SAE 4340 (CHANG, 1994). Porém em diversas aplicações ainda predomina o uso do aço 4340, provavelmente devido ao menor custo (SOUZA, 1998).

O aço 300M foi introduzido por apresentar maior resistência mecânica, em substituição ao aço 4340 que possui tensão de escoamento (σ_{esc}) de 1500 MPa e tenacidade à fratura (K_{IC}) de 63 MPa $\sqrt{m}$. Esta liga modificada proporciona níveis superiores de resistência mecânica com tensão de escoamento de 1750 MPa e similar tenacidade à fratura de 65 MPa $\sqrt{m}$ por aumento dos níveis de Mo (de 0,2 a 0,4% em peso), maior capacidade de endurecimento quanto maior o nível de Si (de 0,3 a 1,6% em peso), bem como com uma pequena quantidade de vanádio (SOUZA, 1998).

A adição de silício permite que o aço seja endurecido dentro de uma região de temperatura de revenimento fora da região de fragilidade, uma vez que o silício retarda a precipitação de cementita na austenita retida durante a transformação bainítica. A adição de vanádio tende a formar carbo-nitretos ricos em vanádio durante o revenimento, contribuindo para o aumento do endurecimento por precipitações (TOMITA, 1993 apud CAMPBEL, 2006).

As adições de Mn e Ni, que são estabilizadores de austenita, e Cr, Mo que são formadores de carbonetos, aumentam a capacidade de endurecimento do aço. Essas modificações na liga, acompanhada de fusão por indução a vácuo, resulta em maior pureza, o que proporciona ao aço 300M melhores propriedades mecânicas se comparadas ao aço 4340 (TOMITA, 1993 apud CAMPBEL, 2006).

Lopes (1982) definiu o ciclo térmico tradicionalmente empregado no aço 300M (Figura 3) que tem como base os resultados obtidos por Youngblood e Raghavan (1977). Esses resultados mostraram a efetividade da austenitização em temperaturas elevadas para promover a dissolução das fases intermediárias (microconstituintes de segunda fase) e melhorar a tenacidade à fratura que consiste na austenitização para normalização da microestrutura (promover a dissolução de fases intermetálicas), seguida de austenitização para têmpera e duplo revenimento (ANAZAWA, 2007).

Figura 3: Ciclo térmico do aço 300M, segundo Lopes (1982). Fonte: Adaptado (ANAZAWA, 2007).

Segundo Anazawa (2007) o duplo revenimento permite o alívio das tensões induzidas pela martêmpera durante as transformações de fase, além de corrigir a excessiva fragilidade do material. A estrutura final é constituída principalmente de martensita revenida, ou seja, uma microestrutura estável de martensita com baixa tetragonalidade com a razão c/a aproximadamente de 1,014.

O aço de alta resistência e baixa liga 300M é considerado um material multifásico que pode conter diversas microestruturas como: ferrita, martensita, bainita, austenita retida, em função dos elementos de liga e do processamento térmico utilizado. Esta característica favorece a investigação sobre os efeitos gerados pelos tratamentos térmicos de têmpera e partição nas propriedades mecânicas decorrentes dessa transformação microestrutural (ANAZAWA, 2007).

2.2 TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P)

Speer (2003) definiu as condições do tratamento térmico de têmpera e de partição e no início concentrou sua pesquisa em chapas de aço-Si pelo processo de deformação plástica induzida (TRIP). Essa pesquisa inicial em chapas de aço-Si tinha como objetivo retardar a precipitação de carbonetos na reação bainítica, possibilitando distinguir, através de análise metalográfica, a austenita da transformação bainítica e identificar detalhes microestruturais dos mecanismos de transformação.

De acordo com os trabalhos de Edmonds e Bigg (2016) e Yan (2017) o tratamento térmico de têmpera e partição vem sendo estudado por diversos pesquisadores em todo o mundo, como uma alternativa ao desenvolvimento dos aços multifásicos. Segundo Speer (2014) o conceito inicial e seu potencial de exploração industrial foram submetidos a avaliação por uma série de estudos independentes e revistos na literatura atual, onde há provas de sua eficácia para aplicação industrial.

Caballero (2012) mostra, em seus estudos, que as microestruturas resultantes do tratamento de têmpera e partição como martensita e bainita/austenita proporcionam a expectativa de melhores combinações de resistência e tenacidade para os aços. A bainita ficou conhecida por 'bainita livre de carbonetos', que é um aglomerado de ripas de ferrita e bainita entrelaçadas com filmes finos de austenita retida; esta última fase estabilizada pela partição do carbono, impedindo a precipitação dos carbonetos pelo silício presente na liga.

De acordo com Jacques (2012), alguns aços de alta resistência e baixa liga empregam a estrutura duplex austenita-bainita, onde a fase de austenita retida é estabilizada termicamente, fornecendo propriedades de elevada resistência, ductilidade e plasticidade, com grande utilidade em aplicações sujeitas ao impacto.

A prática de têmpera e revenido para aços é bem compreendida (KRAUSS, 2012), porém no tratamento de têmpera e partição, tem-se o benefício de controlar a fase martensítica durante o tratamento de particionamento, sendo também um efetivo tratamento de revenimento da martensita. O tratamento de têmpera e partição foi concebido para usar o carbono da martensita e desenvolver novas microestruturas com controle de frações de fases e controle químico, estabilizando a austenita (ZHAO et al.; 2013).

O conceito de têmpera e partição aborda questões interessantes sobre o uso do carbono na liga de aço (EDMONDS, 2010). O carbono, elemento de liga com relativamente baixo custo, tem sido fundamental na constituição de aços e ferros fundidos por muitos séculos, resultante da variedade de microestruturas e propriedades mecânicas desenvolvidas por tratamento térmico e mecânico.

Segundo Edmonds (2010), em aços martensíticos temperados e revenidos por tratamento térmico convencional é também necessário controlar os efeitos de carbono, o qual, apesar de conferir resistência mecânica, também pode

levar a uma variedade de complicações como trincas e fragilizações.

A supressão da precipitação de carbonetos é a grande diferença quando comparado com tratamentos térmicos convencionais (têmpera e duplo revenido), onde se espera que o carbono forme carbonetos durante o revenido. Por outro lado, a possibilidade de estabilizar a austenita pelo enriquecimento em carbono, durante o processo de partição, distingue este processo dos tratamentos tradicionais que promovem a transformação isotérmica (EDMONDS, 2010).

De acordo com Martins (2007) a sequência de processamento térmico de partição envolve o tratamento de têmpera numa faixa de temperatura entre M_i^2 e M_f^3 , seguido de partição numa temperatura igual ou superior à temperatura do revenimento. A Figura 4 ilustra a rota padrão para o tratamento de partição.

Figura 4: Rota padrão para o tratamento de partição (SPEER et. al, 2003).

A partição do carbono da martensita para a austenita é possível devido a reações competitivas e pela adição de elementos de liga tais como Si e/ou Al, que inibem a precipitação de carbonetos (MARTINS, 2007).

Neste processo, o controle da fração volumétrica da austenita retida é possível uma vez que, durante o tratamento de partição, a supersaturação de carbono presente na martensita é utilizada para estabilizar a austenita retida, não transformada, evitando assim transformações futuras que poderiam ocorrer em temperaturas baixas (MARTINS, 2007).

² Temperatura inicial da transformação martensítica.

³ Temperatura final da transformação martensítica.

Segundo Martins (2007) a condição básica para o modelo está relacionada à restrição de movimentação da interface martensita/austenita, uma vez que a difusão em temperaturas baixas está limitada aos átomos intersticiais.

Essa restrição de acordo com o trabalho de Edmonds et al. (2006) leva a um novo conceito de equilíbrio termodinâmico para o carbono, denominado Equilíbrio Constrito de Carbono – E.C.C. Essa condição é caracterizada pela igualdade do potencial químico na interface austenita-martensita apenas para o carbono. De forma simplificada, este conceito é definido como um estado no qual não ocorre movimento dos átomos de ferro e demais átomos substitucionais, mas apenas difusão em larga escala dos átomos de carbono em frações de segundo.

Na Figura 5 observa-se a Energia Livre de Gibbs *versus* a composição química nas fases (ferrita e austenita). Esta situação é descrita por Speer et al. (2003) para duas condições: potencial químico do carbono igual em cada fase e mantendo os átomos de ferro (e substitucionais) em cada fase.

O ECC indica dois exemplos arbitrários, onde as tangentes às curvas de energia livre de ferrita e austenita interceptam o eixo do carbono em um único ponto, indicando uma energia potencial do carbono igual em cada fase (ferrita e austenita).

Entretanto, o potencial químico do ferro é claramente diferente em cada fase. De acordo com a Figura 5(a), existe um conjunto infinito de possíveis composições para cada fase de ferrita e austenita. A Figura 5(b) ilustra as fases em equilíbrio metaestável, que possuem o mesmo potencial químico do ferro nas duas fases ($\mu_{Fe\alpha} = \mu_{Fe\gamma}$), sendo o potencial químico do carbono o mesmo também na ferrita e na austenita ($\mu_{C\alpha} = \mu_{C\gamma}$). Existe uma composição única para ferrita ($X_{Eq\alpha}$) e austenita ($X_{Eq\gamma}$) em equilíbrio, o que corrobora com a estabilização da austenita pela partição do carbono de acordo com o equilíbrio termodinâmico - ECC.

Figura 5: Energia livre de Gibbs *versus* composição química entre ferrita e austenita no sistema binário Fe-C: (a) Condições de equilíbrio para o carbono em duas possíveis composições de ferrita e austenita que satisfazem o requisito ECC em que o potencial químico do carbono é igual nas duas fases, e (b) Condição em equilíbrio (SPEER et al, 2003).

Isso mostra que a maior parte do carbono no aço divide-se na austenita para proporcionar altos níveis de enriquecimento de carbono (Figura 6) e, portanto, grande potencial para a estabilização da austenita (SPEER et al., 2003).

Figura 6: Concentrações de carbono na ferrita e austenita para a condição ECC, em função da temperatura de partição e diferentes frações de volume de martensita e austenita, calculadas para Fe-1.0 %C. Fonte: SPEER et al (2003) adaptado.

De acordo com Speer (2003) foi desenvolvido um método para determinar a temperatura de têmpera ideal, assumindo que as reações competitivas são evitadas para que o carbono da martensita seja direcionado para a austenita.

A Figura 7 ilustra as previsões de acordo com esta metodologia, tanto para homogeneização da austenita quanto para a austenita intercrítica (recozimento intercrítico) em dois diferentes aços, indicando as temperaturas ideais para a têmpera, a fim de produzir a máxima quantidade de austenita retida (SPEER, 2003; GERDEMANN, 2004).

A linha sólida fornece a fração final da austenita à temperatura ambiente, enquanto as linhas tracejadas representam a austenita (γ) e a martensita (M) presentes na temperatura de resfriamento inicial, e a martensita "fresh" formada durante o resfriamento final.

Figura 7: Microestrutura depois do tratamento de têmpera e partição: (a) Aço com 0,6%C (GERDEMANN, 2004) e (b) Aço TRIP alto-Al contendo 50% de ferrita intercrítica (Speer, 2003).

De acordo com Martins (2007) para tornar viável o processo de partição de carbono entre a martensita e a austenita é necessária a existência de austenita antes e depois da têmpera. Isso é possível através de duas diferentes rotas de tratamento térmico. A primeira é através de uma austenitização completa do material e a segunda é através de um tratamento intercrítico com a presença de frações iniciais de ferrita/austenita.

Para um dado aço, a austenita resultante de um tratamento intercrítico possui uma concentração de carbono maior que a austenita proveniente da

austenitização plena, sendo assim mais estável. Neste caso a fração volumétrica de martensita produzida é controlada pelo resfriamento a uma temperatura específica entre M_i e M_f após a etapa de austenitização (MARTINS, 2007).

A Figura 8 descreve a rota para obtenção da microestrutura para os aços TRIP. Vale ressaltar que o foco do trabalho está relacionado nos tratamentos térmicos e não ao fenômeno TRIP.

Figura 8: Tratamento térmico proposto para aços TRIP. Fonte: MARTINS (2007).

Existem várias pesquisas que correlacionam a composição química do aço e as temperaturas críticas (A_{C1} , A_{C3}). As fórmulas empíricas propostas por Andrews (1965) são as mais utilizadas para tal correlação. Para determinar as temperaturas críticas inferior e superior, utilizam-se, respectivamente, as equações Eq.(01) e Eq.(02):

$$A_{C1} = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W \quad (\text{Eq. 01})$$

$$A_{C3} = 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - (30Mn + 11Cr + 20Cu - 700P - 400Al - 120As - 400Ti) \quad (\text{Eq. 02})$$

Conforme as equações Eq.(01) e Eq.(02) foram encontrados para o aço 300M, valores de 741°C para A_{C1} e 820°C para A_{C3} . Nas temperaturas entre A_{C1} e A_{C3} , a microestrutura é tipicamente uma mistura das fases ferrita e austenita. Entretanto, em temperaturas acima de A_{C3} , a microestrutura presente é totalmente austenítica (ANAZAWA, 2007).

Neste sentido, recomenda-se a utilização de tratamentos de austenitização intercrítica para produzir uma microestrutura inicial contendo ferrita.

Acredita-se que a presença desta fase possa contribuir para um aumento da tenacidade dos aços (MARTINS, 2007).

Nesse trabalho será desenvolvida uma série de condições para o tratamento de têmpera e partição, envolvendo diferentes temperaturas de têmpera e diferentes temperaturas e tempos de partição. Estes conceitos serão aplicados no aço 300M. Existem vários trabalhos recentes em destaque sobre esse tema, que indicam excelente relação entre comportamento mecânico e microestrutura, com propriedades únicas que despertam o interesse nesses processamentos térmicos.

Durante a fase de tratamento térmico de partição permite-se que o carbono se desloque da martensita supersaturada para a austenita, estabilizando-a, e impedindo a transformação de martensita durante o estágio de têmpera final até a temperatura ambiente (ERNST et al., 2007).

Para níveis muito altos de carbono, na teoria, o tratamento térmico de têmpera e partição deveria possibilitar o surgimento da fase de austenita retida, mas na prática isso não foi comprovado. Este tratamento térmico de têmpera e partição foi testado em aços inoxidáveis austeníticos resultando em excelentes propriedades mecânicas (ERNST et al., 2007).

Em estudo realizado na década de 60, Matas e Hehemann (1960) descreveram que em temperaturas acima de 340°C foi verificada a partição significativa de carbono para a austenita, a partir de ferrita supersaturada, e ainda que, para tempos longos, uma precipitação de cementita a partir de uma austenita enriquecida é possível. Foi observado também que a precipitação do carboneto de transição, em temperaturas inferiores a 340°C, ocorre de forma extremamente rápida a partir da ferrita supersaturada.

Segundo os autores Almaki e Edmonds, (2012) o tratamento térmico é de extrema importância, pois a estrutura de austenita retida presente no aço pode possibilitar o efeito TRIP que melhora a maleabilidade e a ductilidade com base em uma microestrutura bainítica-austenítica e a segurança das estruturas de alta responsabilidade, conforme demonstrado por Seung et al. (2007).

O aumento da resistência mecânica e ductilidade são requisitos importantes para qualquer novo aço estrutural. Os aços de alta resistência e baixa liga com elevados teores de Si ou Al oferecem um compromisso atraente entre elevada resistência mecânica e ductilidade devido à sua microestrutura complexa,

que associa ferrita pró-eutetóide, bainita e frações significativas de austenita retida, produzida ao final de um esquema de tratamento térmico específico.

A presença da austenita retida nos aços favorece a deformação plástica, evita a ocorrência de deformações localizadas, aumentando dessa forma o alongamento uniforme e a taxa de encruamento. Simultaneamente tais efeitos resultam em uma maior absorção de energia no ensaio de impacto (BLECK et al., 2005).

Em particular, a austenita retida desempenha um importante papel no aumento da absorção de energia nos aços multifásicos. Matlock et al. (2001) determinaram uma correlação entre a fração volumétrica de austenita retida e o comportamento mecânico de dois aços de baixa liga, contendo 0,32%Si e 0,76%Si. Ambos os materiais foram submetidos a tratamento intercrítico seguido de tratamento isotérmico no campo bainítico. A fração de austenita retida obtida foi de 4% para o aço com menor teor de Si e de 23% para o aço com teor de Si mais alto. O estudo mostra ainda que o aço com maior fração volumétrica de austenita retida exibe um limite de escoamento um pouco mais baixo e um aumento significativo do limite de resistência, quando comparado com o aço que contém menor fração de austenita.

Considera-se a potencial variedade de mecanismos concorrentes com a estabilização da austenita, como, por exemplo, aprisionamento do carbono em defeitos de rede (COCHARDT et al., 1955), precipitação de carbonetos (BHADESHIA et al., 2006), movimento de interfaces (SPEER et al., 2007) e a decomposição da austenita (LUZGINOVA et al., 2007).

O aço 300M geralmente é utilizado na condição temperado e duplo revenido, em que a microestrutura predominante é martensita, conforme o nível de dureza desejado são estabelecidos a temperatura e o tempo do revenimento. A microestrutura multifásica, combinando microconstituintes duros e dúcteis, permite ajustar a resistência mecânica e a ductilidade de forma a otimizar a tenacidade dos aços (PIVATO, 2006). Surge assim um caminho de possibilidades, de forma a melhorar o comportamento mecânico.

Os trabalhos de Barragan (2016) com o aço 300M confirmaram a excelente relação das propriedades mecânicas, apresentando alta resistência mecânica (2010 MPa) e dureza (53HRC) com considerável ductilidade (10% Al). Em

termos microestruturais observou-se uma estrutura martensítica em pacotes de ripas de forma acicular, com uma pequena quantidade de austenita retida e tenacidade a fratura do material (65-67 MPa√m).

De acordo com a norma militar do departamento de defesa americano, MIL-HDBK-5J (2003), o aço 300M apresenta as propriedades mecânicas indicadas na Tabela 2 com tenacidade à fratura 49,3 MPa√m. Manigandan (2011) realizou a medida do tamanho de grão médio, com resultado variando entre 20–35 μm.

Tabela 2: Propriedades mecânicas de dureza e tração do aço 300M. Fonte: MIL-HDBK-5J (2003).

Propriedade	SAE 300M
Dureza [HRC]	53
E [GPa]	199,9
σ_{max} [MPa]	1940
σ_y [MPa]	1630
%RA	35
%AL	9.5

2.3 COMPORTAMENTOS DA TRANSFORMAÇÃO MICROESTRUTURAL

2.3.1 Martensita

Define-se a martensita, como uma fase metaestável, originada pelo resfriamento brusco de um aço austenitizado anteriormente, por exemplo, resfriamento em banho de sais. Roberts e colaboradores (1998) apud Costa (2015) citam que a transformação martensítica ocorre sem difusão, ou seja, adifusional. O resfriamento brusco é necessário para evitar a decomposição da austenita pelo processo de difusão, formando outros produtos como a ferrita e a perlita (JUNIOR, 2006).

Bhadeshia e Honeycombe (2006) citam que o resultado do resfriamento brusco é uma interface macroscopicamente plana, que contém irregularidades em uma escala microscópica. A transformação martensítica pode ser acompanhada observando-se superfícies polidas, que ao se resfriarem a partir da temperatura de austenitização, ficam corrugadas (MADDIN, 1992 apud FRAGOSO, 2015).

De acordo com Junior (2006), isto significa que sob determinadas taxas de resfriamento, os átomos de carbono podem se difundir fora da estrutura austenítica (cúbica de face centrada) quando esta lentamente se transforma em ferrita (cúbica de corpo centrada). Esta transformação da austenita para ferrita ocorre através do processo de nucleação e crescimento. Com um significativo aumento na taxa de resfriamento, o carbono não tem tempo suficiente para se difundir, embora átomos de ferro tenham se movimentado (COSTA, 2015).

A estrutura resultante, nesse caso, não se transforma em cúbica de corpo centrada, uma vez que o carbono fica “aprisionado”. A estrutura resultante é chamada martensita, supersaturada em carbono e responsável pela alta resistência mecânica, elevada dureza e resistência ao desgaste. A martensita se forma por mecanismo de cisalhamento representado na Figura 9 (AVNER⁴, 1974 apud COSTA, 2015).

Figura 9: Esquema representando o cisalhamento e a superfície associados à formação da martensita (MADDIN⁵, 1992 apud COSTA, 2015).

As setas verticais da Figura 9 indicam a direção do cisalhamento no plano que a transformação se iniciou. O cisalhamento resulta numa rotação do plano horizontal original da fase austenítica precursora; característica importante da transformação martensítica. Os planos cristalográficos preferenciais da austenita, que variam de acordo com a composição química do aço, são aqueles onde os

⁴ AVNER, S. H. 1974. Introduction to Physical Metallurgy. 2. ed., McGraw-Hill, 1974.

⁵ MADDIN, R. A. 1992. History of Martensite: Some thoughts of the early hardening of iron. Martensite. ASM International, GB. Olson and W. S. Owen, p. 11-19, 1992.

cristais de martensita se formam, chamados de planos de hábito, também representados na Figura 9 (JUNIOR, 2006).

Outra característica importante observada é a chamada “espinha de peixe”, considerada como o plano de início da formação de uma placa de martensita. Nos aços, a martensita é derivada da austenita, que se apresenta em estrutura cúbica de face centrada (CFC).

A maioria dos aços de médio e alto carbono formam martensita com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), sendo uma forma distorcida da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Tal fato se dá porque os átomos de carbono nestes aços ocupam apenas uma das três possíveis posições intersticiais do octaedro. A tetragonalidade, medida pela relação entre os eixos a e c , aumenta com o teor de carbono (JUNIOR⁶, 2006 apud COSTA, 2015).

A Figura 10 mostra arranjos típicos da ferrita, da martensita e as possíveis posições para os átomos de carbono na célula unitária.

Figura 10: Rearranjo atômico de células unitárias e microestrutura. Fonte: COSTA (2015).

No caso das martensitas ferrosas, admite-se que por meio da deformação de Bain é obtido o reticulado da martensita a partir da austenita, uma transformação do reticulado original (cúbica de faces centradas) em tetragonal de corpo centrado, já que essa deformação corresponde aos menores deslocamentos atômicos, e energia de deformação mínima. Bain⁷ (1966) apud Fragoso (2015) cita que o mecanismo de formação da martensita por cisalhamento constitui na deformação de

⁶ JUNIOR, E. S. 2006. **Efeito do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços-ferramenta para trabalho a frio**. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Mecânica. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

⁷ BAIN, E. C.; PAXTON, H. W. (1966). **Alloying Elements in Steel**. ASM, Metals Park, OH, 1966.

reticulado ou deformação de Bain, associada à deformação com reticulado invariante, que irá compensar a grande variação de forma do reticulado, Figura 11.

Figura 11: a) Correlação entre reticulados CFC e TCC; b) Deformação de Bain da transformação da austenita para martensita (HONEYCOMBE⁸, 1981 apud FRAGOSO, 2015).

A deformação global homogênea, combinada com uma não-homogênea em escala atômica (reticulado invariante), permite obter uma interface não distorcida com bom ajuste atômico. Admite-se ainda que a deformação não-homogênea do reticulado invariante resulta do movimento de discordâncias, associada com a deformação por escorregamento ou por maclação (HUALLPA, 2011).

O entendimento da estrutura martensítica dos metais ferrosos obteve importante avanço quando as técnicas de microscopia eletrônica de transmissão foram empregadas para observação de sua estrutura. Os dois mecanismos de deformação plástica, escorregamento e maclação, observados nas transformações martensíticas, puderam ser melhores compreendidos. A partir deste período, sob o ponto de vista cristalográfico, a martensita pode ser classificada em martensita escorregada “lath martensite” e martensita maclada “plate martensite”, (CHIAVERINI⁹, 2012 apud COSTA, 2015).

A martensita escorregada, mais comum em aços baixo e médio carbono, possuem planos de hábito que normalmente podem sofrer variações dentro de cada grão. O plano de hábito muda de acordo com a porcentagem de carbono. Aços com baixos teores de carbono apresentam plano de hábito $\{111\}_\gamma$, enquanto que aços

⁸ HONEYCOMBE, R. W. K. (1981). *Steel Microstructure and Properties*. Edward Arnold (Publishers) Ltd., 1981, pg 78 and 205.

⁹ CHIAVERINI, VICENTE. (2012). *Aços e Ferros Fundidos: Características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos*. ed. 7, p. 314-370 .Editora ABM. São Paulo. 2012.

com teores entre 0,5 e 1,4% de carbono apresentam plano de hábito $\{225\}\gamma$. Aços com teor em carbono superior a 1,4% apresentam plano de hábito $\{259\}\gamma$. Há também uma relação de orientação entre o novo reticulado martensítico, tetragonal, com a austenita.

As unidades de martensita se formam no contorno das linhas de escorregamento, agrupadas em grandes pacotes. A subestrutura consiste de alta densidade de discordâncias arranjadas em células (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

A martensita maclada encontra-se mais predominante em aços alto carbono. As unidades de martensita se formam como placas lenticulares individuais. A subestrutura da martensita maclada consiste de finas maclas com espaçamento de aproximadamente $50\text{\AA}$ (REED-HILL¹⁰, 1973 apud COSTA, 2015).

Conforme Costa (2015) essas maclas geralmente não se prolongam para fora dos limites da placa, mas se degeneram em deslocamentos complexos junto à periferia da placa. A Figura 12 apresenta o significativo decréscimo dos valores de M_i com o aumento no teor de carbono dos aços. A participação da martensita escorregada, maclada e mista, em ligas Fe-C também está representada.

Figura 12: Curva representando o M_i de acordo com os teores de carbono nos aços e morfologia da martensita (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Existe ainda uma relação entre a temperatura M_i e a morfologia da martensita, em geral a martensita escorregada esta associada com alta dureza e

¹⁰ REED-HILL, R. E. (1973). **Physical Metallurgy Principles**. 2. ed., London: N.Y.: Van Nostrand Reinhold, 1973.

ductilidade, porém menor resistência mecânica.

As estruturas de martensita em placas têm altas resistências mecânicas, mas não são dúcteis, e frequentemente contém microtrincas decorrentes do impacto entre placas, que podem iniciar falhas subsequentes. Em ligas sem intersticiais, a martensita em placas pode ser dúctil e de baixa dureza, (VOORT¹¹, 2009 apud HUALLPA, 2011).

Qualquer um desses processos é capaz de acomodar o desajuste atômico, que de outro modo, teria que ocorrer na interface austenita/martensita por força da deformação, deixando de ser interface não distorcida, provocando a alteração macroscópica de forma (HUALLPA, 2011). Na Figura 13 esquematizam-se os dois tipos de deformação de reticulado invariante, que ocorrem em lamela ou plaqueta de martensita. Percebe-se que a ripa de martensita formada origina um relevo na superfície e que, o plano de hábito é preservado pela acomodação conseguida por escorregamento (a) ou por maclação (b).

Figura 13: Formação de uma lamela de martensita, ilustrando ambos os tipos de deformação do reticulado: a) escorregamento; b) maclação (KELLY e NUTTING, 1960 apud HUALLPA, 2011).

O mecanismo pelo qual a deformação por reticulado invariante depende principalmente da temperatura de reação (M_s ou M_i). Deste modo pode-se esperar para altas temperaturas, o escorregamento pela movimentação de discordância, ou seja, martensita escorregada, no entanto, quando o M_i é baixo, o mecanismo de deformação que irá entrar em ação é por maclação mecânica, ou seja, martensita maclada.

¹¹ VOORT, G. F. V. (2009). Martensite and retained austenite. *Industrial Heating*. p. 51-54, 2009.

De acordo com os trabalhos de Honeycombe e Bhadeshia (1995) a maioria dos elementos de liga que estão presentes na solução sólida da austenita reduz a temperatura de M_i , mas os solutos intersticiais como carbono e nitrogênio têm um efeito muito maior do que os outros elementos presentes na liga. Por exemplo, uma liga com 1% de C diminui o M_i abaixo de 300 °C.

Os efeitos relativos ao carbono e dos outros elementos de liga podem ser expressos usando uma série de relações empíricas que relacionam diferentes faixas de composição para determinar a temperatura de início de transformação martensítica de acordo com a equação Eq. 03, proposta por Andrews (1965). Neste caso, foi encontrado o valor de 309°C para o M_i de acordo com a composição química do aço 300M.

$$M_i(^{\circ}\text{C}) = 539 - 423(\% \text{C}) - 30,4(\% \text{Mn}) - 12,1(\% \text{Cr}) - 7,5(\% \text{Mo}) - 7,5(\% \text{Si}) \quad \textbf{(Eq. 03)}$$

De acordo com Honeycombe (1981) apud Fragoso (2015) a martensita escorregada tem movimentação de discordâncias ocorrendo apenas por escorregamento e sua difusão atômica durante a transformação martensítica ocorre de forma desprezível, mantendo boa parte do carbono nos interstícios octaédricos, fazendo com que se apresente com estrutura tetragonal de corpo centrado.

O efeito do carbono na austenita e na martensita está indicado na Figura 14. Observa-se que para teor nulo de carbono a estrutura é CCC, sem qualquer distorção.

Figura 14: Efeito do carbono nos parâmetros do reticulado da austenita e da martensita (COHEN, 1962 apud HUALLPA, 2011).

Em geral a martensita escorregada, Figura 15, está associada com alta dureza e ductilidade, porém menor resistência mecânica. Na imagem (b) da microscopia de transmissão, L1, L2, L3 representam as ripas separadas por contorno de grão de alto ângulo, porém as ripas podem conter muitos deslocamentos de baixo ângulo (VOORT, 2009).

Figura 15: Estrutura da martensita escorregada em ripas para aço baixo carbono com 2% de Mn: a) Microscopia óptica, b) Microscopia de transmissão (SPEICH e LESLIE, 1972).

As estruturas de martensita em placas, na Figura 16 proporcionam alta resistência mecânica, mas não são dúcteis, e frequentemente contém microtrincas decorrentes do impacto entre placas, que podem iniciar falhas posteriores. Em ligas sem intersticiais, a martensita em placas pode ser dúctil e de baixa dureza, (VOORT, 2009).

Figura 16: Estrutura da martensita em placas: a) Microscopia óptica do aço com 1,2%C, b) Microscopia óptica da Liga Fe-30Ni, c) Microscopia de Transmissão com maclas da liga Fe-30Ni. (SPEICH e LESLIE, 1972).

Junior (2006) cita que as estruturas martensíticas são frágeis, assim, o tratamento térmico do revenido se torna fundamental para o resgate parcial de uma estrutura com maior tenacidade. Na prática, o revenimento é um tratamento térmico

subcrítico que consiste em submeter os aços temperados a uma faixa de temperatura inferior à eutetóide, promovendo um patamar, seguido novamente de resfriamento até a temperatura ambiente, por repetidas vezes, se necessário.

Tal processo envolve a segregação do carbono em defeitos do reticulado, a precipitação de carbonetos, a decomposição da austenita retida e a recuperação e recristalização da estrutura martensítica. Assim, o objetivo do tratamento de revenimento é facilitar fenômenos de difusão para se alcançar uma estrutura mais estável e menos frágil.

Tais fenômenos ocorrem em escala nanoscópica e, assim como no caso da martensita, somente a partir do aperfeiçoamento das técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET) em meados da década de 50, assim como do desenvolvimento de ensaios com difração de elétrons em áreas selecionadas, foi possível se compreender com mais exatidão os detalhes de uma estrutura martensítica revenida (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Antes mesmo de se aplicar o tratamento térmico de revenimento, os aços temperáveis podem, durante o resfriamento da têmpera, sofrer um processo de revenimento enquanto se forma a martensita, principalmente quando a temperatura de início de formação da martensita é relativamente elevada, possibilitando os processos de difusão do carbono. Este fenômeno recebe o nome de auto-revenimento, e depende da velocidade de resfriamento, responsável por ditar o tempo de permanência nessas temperaturas (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Especificamente no caso de aços alta liga, isto é, com altos teores de carbono e elementos de liga, a martensita maclada se apresenta como microestrutura predominante. Neste caso, poucas posições de baixa energia (associadas a defeitos) se encontram disponíveis. Assim, a segregação do carbono para discordâncias parece não ser a única forma de migração (COSTA, 2015).

Referindo-se propriamente ao tratamento térmico de revenimento, sabe-se que um aço com estrutura martensítica, submetido a tal tratamento, segue uma sequência caracterizada por três etapas distintas e superpostas, como segue:

a) Primeira etapa do revenimento: No intervalo entre 100°C e 250°C, embora se obtenha um aumento da tenacidade, não se observam alterações estruturais via microscopia óptica. Nesta faixa de temperatura, o carbono pode se

difundir através do reticulado da martensita, inicialmente migrando para os locais de baixa energia, como defeitos, formando aglomerados de carbono ou se precipitando na forma de um carboneto metaestável, hexagonal compacto (HC), denominado carboneto ϵ . Tal carboneto é semicoerente e apresenta estequiometria aproximada $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$, (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Nos aços baixo carbono, a precipitação do carboneto ϵ é inibida durante o tratamento de revenido na faixa de 100°C a 250°C justamente porque o carbono nestes aços se encontra preferencialmente nos locais de discordâncias, o que representa baixa energia de ativação para formação de precipitados (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Em se tratando de aços com teores de carbono mais elevados e com presença de elementos de liga, devido à saturação de carbono nestes locais de baixa energia, a precipitação de carbonetos se inicia rapidamente mesmo a temperaturas da ordem de 150°C . O carboneto “Hägg” de estequiometria Fe_5C_2 , estrutura monoclinica, inicia sua precipitação em aços alto carbono, na faixa de 200°C . Esse carboneto é metaestável sendo considerado um carboneto intermediário entre o ϵ e a cementita (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Um importante efeito do primeiro estágio é uma mudança do volume específico do metal. Neste caso o metal diminui de volume em vez de se expandir, como se observa na transformação da austenita para martensita. A matriz é dita martensita decomposta sendo uma estrutura tetragonal de baixo carbono (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

b) Segunda etapa do revenimento: As frações de austenita retida se transformam em estrutura bainítica em temperaturas entre 100°C e 300°C . Tal estrutura é basicamente composta de ferrita e carboneto ϵ . Este estágio é acompanhado de importante variação dimensional expansiva. Vale ressaltar a presença do referido carboneto nos dois estágios iniciais do revenido, destacando-se como diferença, a matriz em que estão inseridos. No segundo estágio destaca-se a matriz bainítica, composta de ferrita de estrutura cúbica (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

c) Terceira etapa do revenimento: Neste estágio, que ocorre normalmente na faixa entre 200°C e 400°C, os carbonetos ϵ se dissociam e o C em excesso se difunde „para fora” da martensita, que perde a tetragonalidade, tornando-se essencialmente ferrita encruada e cementita. Assim como no primeiro estágio, o terceiro se caracteriza pela diminuição do volume de metal. Para temperaturas superiores a 400°C, observa-se importante decréscimo nos valores de dureza mesmo para aços com médio teor de C, uma vez que o mecanismo de recuperação passa a atuar de forma mais intensa, com rearranjo e aniquilamento de discordâncias (JUNIOR, 2006 apud COSTA, 2015).

Os elementos de liga aumentam o espessamento de cementita na faixa de temperatura de 400 °C e 700 °C, devido à formação de carbonetos na faixa de temperatura de 500 °C e 600 °C, pois abaixo desta temperatura a difusão dos elementos de liga é mais lenta (HONEYCOMBE; BHADSHIA, 1995).

2.3.2 Bainita

A bainita se forma quando a austenita se decompõe em temperatura acima daquela para formação martensítica, mas abaixo da formação da perlita, através de transformação isotérmica ou resfriamento contínuo. Bainita é uma mistura de ferrita e carbonetos é caracterizada pela própria curva de transformação no diagrama TTT. Em aços comuns essas curvas se sobrepõem à curva da perlita, de modo que, nas em temperaturas próximas a 500°C, a perlita e a bainita se formam de forma competitiva, enquanto que nos aços ligados, as duas curvas de transformação isotérmica são separadas (PORTER; EASTERLING, 1992).

A reação bainítica ocorre de forma isotérmica e começa com um período de incubação durante o qual não é detectada nenhuma transformação, seguida de uma taxa de transformação crescente até um valor máximo, depois desacelera gradualmente. A microestrutura da bainita depende principalmente da temperatura a que foi obtida.

A transformação começa em um determinado tempo na temperatura B_i^{12} e termina depois de transcorrido determinado tempo, denominado B_f^{13} . À medida que a temperatura de transformação é reduzida, o tipo de bainita muda: a bainita que se forma em alta temperatura (entre 350°C e 550°C) é denominada bainita superior, com precipitação de carbonetos formando filmes contínuos nos sub-contornos, enquanto a bainita que se forma em temperaturas mais baixas (entre 350°C e 250°C), apresenta precipitação de carbonetos muito finos e dispersos, denominada bainita inferior e se assemelha a martensita (JUBLEANU, 2009). A bainita superior consiste em agulhas ou ripas de ferrita com precipitados de cementita entre as ripas, como pode visto na Figura 17.

Figura 17: Representação da transição de bainita superior para bainita inferior. Fonte: adaptado de Bhadeshia (1992).

O crescimento da bainita superior é controlado por difusão e é determinado pela taxa de difusão do carbono na austenita distante da interface austenita/ferrita. A quantidade de cementita precipitada depende da concentração de carbono na liga; Portanto, quando a concentração de carbono da liga é alta, as ripas são separadas contínuos filmes ou camadas de cementita.

Baixas concentrações de carbono conduzem à formação de camadas descontínuas de pequenas partículas de cementita. A formação de cementita pode

¹² Temperatura inicial de transformação bainítica.

¹³ Temperatura final de transformação bainítica.

ser suprimida quando quantidades suficientes de elementos de liga (Si ou Al) adicionados ao aço resultam em uma bainita superior que consiste justamente de ferrita bainítica e austenita retida enriquecida com carbono (HONEYCOMBE; BHADESHIA, 1995).

De acordo com Aaronson (1990) na literatura são encontradas outras formas de ferrita bainítica (Figura 18), porém as mais comuns são a bainita superior e inferior.

Figura 18: Variações da estrutura bainítica: (a) bainita nodular; (b) bainita colunar; (c) bainita superior; (d) bainita inferior; (e) bainita alotrófica do contorno de grão; (f) bainita inversa. Fonte: Adaptado de Aaronson et al. (1990); Krauss (2015).

A temperatura de transição da bainita superior para a bainita inferior varia de acordo com o teor de carbono, consequentemente a morfologia (forma) da microestrutura bainítica muda de ripas para placas com a dispersão de finos carbonetos tornando-a mais fina.

Os pesquisadores Stevens e Haynes (1956) descreveram uma equação empírica para os aços com 0,1 a 0,55% de C que determina a temperatura de início da transformação bainítica (B_i) em função dos teores de carbono e dos elementos de liga, conforme pode ser visto na equação Eq. 04.

$$B_i(^{\circ}C) = 830 - 270(\%C) - 90(\%Mn) - 37(\%Ni) - 70(\%Cr) - 83(\%Mo) \quad \textbf{(Eq. 04)}$$

Para o aço 300M deste trabalho foi calculado de acordo com a equação

Eq. 04, a temperatura de 484°C para B_i , sendo um valor empírico.

De acordo com trabalho de Jubleanu (2009) nas temperaturas em que a bainita inferior se forma, a difusão de carbono é lenta e os carbonetos precipitam na ferrita com uma relação de orientação alinhada ao plano da placa de ferrita.

Ao alterar a temperatura isotérmica e o tempo de retenção (encharque), a quantidade de austenita transformada na bainita pode ser controlada, afetando também a quantidade e o teor de carbono na austenita retida.

2.4 TENACIDADE À FRATURA

A tenacidade à fratura é um das propriedades mecânicas mais importantes no momento da seleção de um material de engenharia. Neste caso, K_{IC} é definido como a resistência do aço à propagação de uma trinca ou defeito.

Existem métodos padronizados para a determinação da tenacidade à fratura sob condições de deformação plana (K_{IC}), que são válidos quando o tamanho da zona plástica frente à ponta da trinca é pequeno. No entanto, para materiais que apresentam uma parcela significativa de plasticidade antes do crescimento estável da trinca, os métodos de K_{IC} não são aplicáveis (FORTES, 2013), prevalecendo neste caso os conceitos da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP).

Se a carga aplicada em um componente mecânico contendo uma trinca ou defeito é elevada, a trinca pode crescer rapidamente e causar a falha do componente, fraturando de modo frágil, com pouca deformação plástica. A partir da teoria da mecânica da fratura, pode se definir um valor de intensidade chamado fator de intensidade de tensão, denominado de K .

O parâmetro K é a medida da intensidade de tensões defrente uma trinca ou defeito em uma determinada condição considerando seu comprimento, tensão aplicada, velocidade e geometria do corpo de prova. Para definir o valor de K , o material deve apresentar um comportamento elástico-linear, segundo a lei de Hooke, pelo qual a abordagem utilizada será a Mecânica da Fratura Elástico Linear (MFEL).

A tenacidade à fratura geralmente é a mais sensível das propriedades de um material e é influenciada por diversos fatores como: composição química,

anisotropia, textura mecânica, inclusões não metálicas, microvazios, obtenção ao refino, além é claro do processamento térmico; fatores estes que podem influenciar também no modo de fratura.

Um determinado material pode resistir a uma trinca sem apresentar fratura frágil ou catastrófica, se o valor de K atuante (fator de intensidade de tensões) for inferior ao valor de K_{IC} . Para o ensaio de K_{IC} prescrito pelas normas ASTM E399 (2013) e ASTM E1820 (2013), pode ser controlado por deslocamento do pistão (ou cabeçote) na linha de aplicação da carga ou por abertura do *clip-gage* montado na boca da trinca. É feito um registro da carga aplicada versus deslocamento da abertura do clip-gage.

O fator intensidade de tensões e o fator geométrico elástico para o SE(B) são descritos nas Equações Eq. 05 e Eq. 06, respectivamente. O fator geométrico elástico $F(a/W)$ é deduzido a partir do método da função peso (Weight Function), que tem a função de reexaminar a solução do fator intensidade de tensões. Esta equação possui precisão de 0,5% e é aplicável para todos os valores de (a/W) .

$$K = \frac{PS F(a/W)}{BW^{1,5}} \quad (\text{Eq. 05})$$

$$F\left(\frac{a}{W}\right) = 3\sqrt{\frac{a}{W}} \cdot \frac{1,99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right) \left[2,15 - 3,93 \cdot \frac{a}{W} + 2,7(a/W)^2\right]}{2\left(1 + 2 \cdot \frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad (\text{Eq. 06})$$

Onde: P é a carga aplicada, $F(a/W)$ é o fator geométrico elástico, B é a espessura do corpo de prova e W é a largura do corpo de prova. Esta equação permite, por exemplo, calcular o K_{IC} através de ensaios de laboratório.

As cargas e deslocamentos COD correspondentes aos eventos no processo de iniciação e extensão da trinca são usados para determinar os valores de correspondentes. Na Figura 19 tem-se um esquema ilustrativo das componentes atuantes no ensaio K_{IC} para o tipo SE(B).

Figura 19: Modelo de corpo de prova SE(B) para flexão sob três pontos para ensaio de K_{IC} . Fonte: ASTM E399 (2013) e ASTM E1820 (2013).

Os valores fornecidos pelo ensaio de K_{IC} , plotados em um gráfico de carga versus deslocamento (COD), apresentam um comportamento característico variando do mais frágil até o mais dúctil. Na Figura 20 são apresentadas as curvas características do ensaio K_{IC} . O método para se determinar o valor da carga P_Q e inseri-la posteriormente no cálculo do K_{IC} .

Figura 20: Curvas características do ensaio de K_{IC} e método P_Q . Fonte: ASTM E399-90 (1997).

Após o cálculo do fator de intensidade de tensões K_Q , devem-se confrontar os valores e as geometrias dos corpos de prova com os critérios prescritos na Norma ASTM E399-12, para que K_Q possa ser validado como K_{IC} , devendo satisfazer os seguintes requisitos:

- 1) Relação entre o comprimento da trinca (a) e largura do corpo de prova W :
 $0,45W \leq a \leq 0,55W$
- 2) Relação que envolve espessura B , comprimento de trinca a , largura do corpo W e limite de escoamento (σ_y) do material: $a, W, (W - a) \leq 2.5(K_{IC}/\sigma_y)^2$
- 3) O valor da carga máxima P_{max} não pode exceder em 10% do valor da carga P_Q .

Através dessa propriedade intrínseca (K_{IC}) dos materiais de engenharia, será possível avaliar, neste trabalho, os efeitos provocados pelos tratamentos térmicos estudados de têmpera e partição (T&P) no aço 300M, de forma a confrontar tais resultados com os valores encontrados na literatura e investigar com sucesso o desempenho mecânico de cada tratamento térmico.

Dowling (2013) realizou ensaio de tenacidade à fratura no aço AISI 4340 com diferentes tratamentos térmicos, sendo confirmada a diminuição da tenacidade à fratura com o aumento da resistência do material, conforme pode ser visto na Figura 21. O presente trabalho pretende contribuir oferecendo resultados dos valores de tenacidade à fratura para o aço 300M quando submetido aos tratamentos térmicos de têmpera e partição.

Figura 21: Variação do K_{IC} para o aço 4340 em função da resistência. Fonte: adaptado Dowling (2013).

Pequenas variações na composição química ou processamento de um

determinado aço podem afetar significativamente a tenacidade à fratura. Como, por exemplo, adições de pequenas frações de enxofre em uma liga. A influência do teor de enxofre na tenacidade à fratura é mostrada na Figura 22.

Figura 22: Efeito do conteúdo de enxofre na tenacidade à fratura aço AISI 4340. Fonte: Dowling (2013) adaptado.

2.4.1 Mecanismos de fratura nos metais

Para compreender o comportamento das fraturas nos metais, é importante conhecer os mecanismos que contribuem para este tipo de evento, sendo os mais comuns fratura dúctil, clivagem e fratura intergranular, conforme observa-se na Figura 23.

Figura 23: Micro mecanismos da fratura nos metais. a) Dúctil, b) Clivagem, c) Intergranular. Fonte: Anderson (1995) (adaptado)

- FRATURA DÚCTIL

A falha neste tipo de fratura inicia com a fase de nucleação. A presença de deformações plásticas deformam os vazios que se formam em torno das inclusões. Estes vazios, que inicialmente tinham aspectos cilíndricos, tendem a mudar sua forma para elíptica, aumentando seu tamanho, tendo, nesse momento, a fase de crescimento. As ligações entre partículas e matriz são quebradas pelas tensões aplicadas e esses vazios coalescem com seus vizinhos adjacentes ocasionando a falha (ANDERSON, 1995).

As características da fratura são controladas por esse crescimento e coalescência dos vazios e a orientação do caminho da fratura depende do estado de tensão do material. Devido ao estado de tensão triaxial, esses microvazios crescem rapidamente a partir do centro, produzindo uma superfície em ângulo de 45° . Essa superfície é conhecida por lábios de cisalhamento, característico dos materiais dúcteis (Figura 24).

Figura 24: Crescimento da trinca em materiais dúcteis. Formação dos conhecidos lábios de cisalhamento. Fonte: Anderson (1995), adaptado.

- FRATURA POR CLIVAGEM

A clivagem é definida com a propagação rápida de uma trinca através de um plano cristalográfico podendo esta ser frágil, às vezes precedida por uma deformação plástica. Metais com estrutura cúbica de face centrada - CFC são

menos suscetíveis a este tipo de fratura devido à grande quantidade de planos de escorregamento. Já os metais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado – CCC falham por clivagem em baixas temperaturas por causa da quantidade reduzida destes planos de escorregamento. Portanto, a clivagem é inibida pelo refino dos grãos que introduzem barreiras a propagação das trincas. Na fratura por clivagem o caminho percorrido pela trinca é conhecido como transgranular.

- **FRATURA INTERGRANULAR**

Neste tipo de fratura, as trincas se propagam ao longo dos contornos de grãos. Algumas situações podem levar a essa falha, por exemplo, precipitados de fases frágeis localizadas no contorno de grão, fragilização por hidrogênio, ambiente propenso à nucleação de trincas, corrosão, presença de trincas e cavidades nos contornos de grão. Uma das formas de determinar o comportamento dúctil frágil de um material é através do ensaio de impacto, que é realizado de forma rápida com custo baixo.

2.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ASSOCIADA À EBSD

O EBSD, em inglês (Electron Backscatter Diffraction Analysis), difração de elétrons retroespalhados, é uma técnica avançada para realizar a análise microestrutural quantitativa, através de um acessório de detecção de elétrons acoplado ao microscópio eletrônico de varredura.

Além de realizar a análise microestrutural da amostra, visualizar e/ou identificar a microestrutura, pode-se determinar a orientação cristalográfica e o volume de fração de fase na área analisada.

Quando uma amostra é bombardeada por um feixe de elétrons, ocorre uma emissão de elétrons retroespalhados. Caso a amostra esteja inclinada em 70° em relação ao feixe incidente, resulta em uma difração dos elétrons nos planos cristalinos da amostra e uma intensificação em certas direções, gerando linhas características, denominadas linhas de Kikuchi. Cada uma dessas linhas corresponde à difração de elétrons em determinados planos cristalográficos

(Tschiptschin, Poli-USP), como ilustra a Figura 25.

Figura 25: Esquema ilustrativo da técnica de difração de elétrons retroespalhados – EBSD. Fonte: Tschiptschin, Adaptado, Poli-USP.

Os elétrons difratados formam um padrão de difração que pode ser detectado com uma tela fluorescente. O padrão de difração é característico da estrutura cristalina e da orientação na região da amostra onde se deseja investigar. Com esse padrão de difração é possível determinar a orientação cristalina, discriminar fases cristalográficas distintas, caracterizar os limites de grão e fornecer informações sobre a perfeição cristalina.

Há uma série de vantagens para a caracterização microestrutural através da associação com a técnica de EBSD, a saber:

- Informação espacial, que pode ser visualizada em mapas cristalográficos em até a escala nanométrica.
- Visualização do tamanho de grão e sua distribuição de fases.
- Determinação da textura cristalográfica global e local da amostra.
- Determinação de deformações locais.
- Identificação com precisão das fases em pequenas frações.

2.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A pesquisa realizada por Youngblood e Raghavan (1977) pela agência espacial americana com o aço AISI 300M, mostrou a correlação e a caracterização microestrutural obtidas por microscopia eletrônica de transmissão com as propriedades mecânicas tenacidade à fratura pelo modo de deformação plana, K_{IC} , e ensaio de tração, com uma variedade de condições através do tratamento térmico de têmpera e revenimento.

Os resultados indicam uma melhora considerável na tenacidade à fratura sem perda de resistência quando o aço é austenitizado em 980°C ou mais. Quando o aço foi convencionalmente austenitizado em 870°C houve um menor valor de tenacidade calculado, o que pode ser causado pela presença de precipitados não dissolvidos na microestrutura, conforme indicado pelas setas pretas da Figura 26. Os precipitados não dissolvidos foram encontrados na microestrutura, dentro das ripas, placas e no limite de contorno de grão, bem como na superfície da fratura que promovem a falha por quase clivagem. Os precipitados aparentemente foram dissolvidos nas temperaturas entre 925°C e 980°C (YOUNGBLOOD e RAGHAVAN, 1977).

Figura 26: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI300M austenitizado em 870°C e temperado: precipitados dentro das ripas, placas e no limite de contorno de grão. Fonte: NASA (1977).

No trabalho de Youngblood e Raghavan (1977) é possível notar, para a austenitização em 870°C e têmpera na temperatura ambiente, a presença da martensita em placas com a dispersão de carbeto ϵ na matriz, conforme Figura 27.

Figura 27: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI300M austenitizado em 870°C e temperado com matriz de martensita em placas. Fonte: NASA (1977).

Na Figura 28 é possível verificar a presença de filmes de austenita retida entre as ripas de martensita. A seta da Figura 28(a) indica uma partícula não dissolvida.

Figura 28: Imagem obtida por MET do aço AISI 300M austenitizado (870°C) e temperado: a) Campo claro da amostra exibe uma subestrutura martensítica, o revenimento é evidente pelas ripas; b) Campo escuro com a reflexão da austenita em ripas no contorno de grão, eixo de zona (200). Fonte: NASA (1977).

A Figura 29 mostra a imagem obtida por MET da amostra do aço 300M austenitizada em 870°C seguido de duplo revenimento em 427°C, que evidencia a

presença de cementita nas ripas e no contorno de grão, revelada através de reflexão. Também foram encontradas regiões isoladas de austenita retida (YOUNGBLOOD e RAGHAVAN, 1977).

Figura 29: Imagem obtida por MET do aço AISI 300M austenitizado (870°C) e temperado, seguido de duplo revenimento em 427°C. a) campo claro com microestrutura martensítica e b) campo escuro com precipitados de cementita. Fonte: NASA (1977).

A Figura 30 revela a imagem obtida por transmissão do campo claro do corpo de prova na condição de austenitização em 1200°C seguido de duplo revenimento em 537°C. É possível notar os precipitados de cementita esferoidal e ausência de austenita retida (YOUNGBLOOD e RAGHAVAN, 1977).

Figura 30: Imagem de MET campo claro do aço AISI 300M austenitizado em 1200°C seguido de duplo revenimento em 537°C, com cementita esferoidal são mostrados na matriz e nos contornos. Fonte: Youngblood e Raghavan (1977).

Tomita e Okawa (1993) avaliaram os efeitos da microestrutura nas propriedades mecânicas do aço AISI 300M com tratamentos térmicos isotérmicos

em temperaturas da região de transformação bainítica (entre 320°C e 400°C). Para a transformação isotérmica que ocorreu abaixo de 350°C os autores relatam que houve dispersão de austenita retida (entre 12 a 18% do volume) na matriz de bainita superior livre de carbonetos. Os tratamentos isotérmicos aumentaram os valores de K_{IC} , porém isso não aconteceu com a resistência mecânica à tração.

A Figura 31 apresenta imagem de microscopia eletrônica de transmissão do aço submetido à austenitização em 900°C por 3600s e tratado isotermicamente em 400°C durante 1800s, seguido de têmpera final em óleo. Para esse tratamento, Tomita e Okawa (1993) obtiveram uma microestrutura mista de matriz bainítica superior e austenita retida, com volume entre 22% e 25% para a austenita. Foi computado um valor de K_{IC} de 74MPa $\sqrt{m}$ com 30 Joules de energia absorvida ao Impacto Charpy e limite máximo de resistência à tração de 1500MPa. A tensão de escoamento foi de 1000MPa, com alongamento total de 16%.

Figura 31: Imagem obtida por MET de campo claro do aço AISI 300M tratado isotermicamente em 400°C, com: (A) dispersão dos filmes de austenita retida; (B) matriz de bainita superior livre de carbonetos. Fonte: Tomita e Okawa (1993).

Yan et al. (2017) realizaram estudo comparativo da microestrutura e das propriedades mecânicas de uma liga de Aço-Mn-Si tratada por têmpera e partição, processadas pela austenitização intercrítica e plena. Obtiveram excelentes resultados com a austenitização intercrítica realizada com um passo (apenas um momento de encharque após a austenitização). Mostraram o excelente equilíbrio de resistência-ductilidade, no qual a resistência à tração e o alongamento total foram de 1140-1280 MPa e 17-22%, respectivamente.

A Figura 32(a) refere-se à imagem de MET de campo claro com austenitização completa, evidenciando martensita em ripas e filmes finos de austenita retida da ordem de 92nm de espessura (YAN et al., 2017). O padrão de difração de elétrons da área selecionada (SAED) para a Figura 32(c) sugere que a austenita retida tem relação de orientação Kurdjumov-Sachs (K-S) com a matriz martensítica e na Figura 32(b) a imagem correspondente ao campo escuro da austenita retida através do ponto de difração indicado na seta.

Os itens (d), (e) e (f) da Figura 32 referem-se à austenitização intercrítica, sendo que na imagem de campo claro do item (d) dessa figura há a presença de martensita em sua maioria. De acordo com o padrão SAED, mostrado na Figura 32(f), os grãos de austenita retida também compartilham uma relação de orientação Kurdjumov-Sachs (K-S) com a martensita. A partir da imagem do campo escuro, item e dessa figura, é possível verificar a austenita retida em blocos e alguma austenita retida na forma de filmes finos (indicada por setas brancas).

Figura 32: Imagem obtida por MET da austenita retida investigada por diferentes processos: (a)-(c) duas etapas, com austenitização plena na temperatura de partição de 400°C e no tempo de 30s, e (d)-(f) com austenitização intercrítica, nas mesmas condições de partição.

3. MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão apresentados os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos de têmpera e partição do aço AISI 300M, bem como os procedimentos para sua caracterização mecânica e microestrutural.

A caracterização mecânica foi feita por meio dos ensaios de dureza HRC, ensaios de tração, ensaios de impacto Charpy e ensaios de tenacidade à fratura (K_{IC}).

Já a caracterização microestrutural ocorreu por meio de análises metalográficas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), análise de fases por difração de Raios X (DR-X) e difratogramas, seguida de análise volumétrica via refinamento Rietveld, análise de fases pela técnica de ferritoscopia, como também análise microestrutural via MEV associada a difração de elétrons retroespehados (EBSD). Foram feitas também análises fractográficas das amostras ensaiadas mecanicamente, com análises macroscópicas e microscópicas via MEV.

Para melhor entendimento de toda a metodologia desenvolvida nesta tese, apresenta-se, na Figura 33, um fluxograma das etapas realizadas.

Figura 33: Fluxograma das etapas desenvolvidas no presente trabalho, incluindo caracterização mecânica e microestrutural da liga AISI SAE 300M. Fonte: Autor.

O material analisado, aço AISI 300M, foi fabricado pela empresa Villares Metals S/A, unidade de Sumaré – SP, pelo processo de fusão por indução a vácuo e refusão de arco. Foi concedido para esta pesquisa no formato de barra cilíndrica laminada à quente na bitola de 31,75 mm e comprimento de 0,5 metro cada barra, na condição normalizado, apresentando uma dureza de 26 HRC com acabamento descascado e polido, conforme pode ser visto na Figura 34.

Figura 34: Barras de Aço AISI 300M fornecidas pela empresa Villares Metals S/A e estudadas no presente trabalho.

A análise química no aço AISI 300M foi realizada pela empresa Villares Metals S/A., a qual emitiu laudo técnico que consta no ANEXO 04.

3.1 PROCESSAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P)

O tratamento térmico de têmpera interrompida e partição foi realizado com apoio e parceria da empresa Durferrit[®] do Brasil Química Ltda, unidade de Diadema/SP.

Em todas as rotas dos tratamentos térmicos realizados de têmpera e partição, as amostras de aço foram aquecidas na temperatura de austenitização plena (TA) de 920°C ou na temperatura intercrítica (TI) de 780°C em um forno tipo mufla por 30 minutos. Posteriormente, as amostras foram parcialmente têmperadas, sendo bruscamente resfriadas em forno específico de sais fundidos na temperatura de têmpera (TQ), de 260°C pelo período de dois minutos.

De acordo com as equações 01, 02, 03 e 04, foram calculados os seguintes valores de temperaturas críticas e de início de transformação de fases: $A_{C1}=741^{\circ}\text{C}$, $A_{C1}=820^{\circ}\text{C}$, $M_i=309^{\circ}\text{C}$ e $B_i=484^{\circ}\text{C}$ de acordo com a composição química presente no aço fornecido.

A temperatura de têmpera encontra-se entre as temperaturas de início da transformação martensítica (M_i) e de fim da transformação martensítica (M_f). Imediatamente após esse período, as amostras foram reaquecidas em um patamar acima, sendo imersas em um outro forno de banho de sais fundidos na temperatura de partição (TP) prevista de 300°C ou 400°C. Transcorridos os tempos de 30, 60 e 120 segundos as amostras foram retiradas e finalmente resfriadas ao ar.

Para determinar a temperatura de austenitização intercrítica (TI=780°C) deste trabalho usou como parâmetro as temperaturas A_{C1} e A_{C3} , calculadas empiricamente, em que se buscou uma condição inicial mista de frações iguais para as fases presentes (50% ferrita intercrítica e 50% austenita).

As temperaturas de encharque de têmpera (TQ=260°C) e as temperaturas de partição (TP = 300°C e TP = 400°C), além dos tempos de particionamento, foram definidas segundo os resultados obtidos por Zhao e colaboradores (2013), que realizaram têmpera e partição, seguido de revenimento convencional, no aço AISI

300M.

Nas Tabelas 03, 04, 05 e 06 são apresentadas todas as condições dos tratamentos térmicos (T&P) realizados, tanto na temperatura de austenitização plena quanto na intercrítica e as nomenclaturas adotadas.

Tabela 3: Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização plena, na temperatura de partição igual a 300°C.

T&P - Austenitização Plena, TA = 920°C, TQ = 260°C e TP 300°C						
Código	Austenitização – TA		Têmpera - TQ		Partição - TP	
	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
C	920 °C	30 min	260°C	2 min	300°C	30s
A	920 °C	30 min	260°C	2 min	300°C	60s
B	920 °C	30 min	260°C	2 min	300°C	120s

Tabela 4: Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização plena, na temperatura de partição igual a 400°C.

T&P - Austenitização Plena, TA = 920°C, TQ = 260°C e TP = 400°C						
Código	Austenitização – TA		Têmpera - TQ		Partição - TP	
	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
X	920 °C	30 min	260°C	2 min	400°C	30s
Y	920 °C	30 min	260°C	2 min	400°C	60s
T	920 °C	30 min	260°C	2 min	400°C	120s

Tabela 5: Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização intercrítica, na temperatura de partição igual a 300°C.

T&P - Austenitização Intercrítica, TI = 780°C, TQ = 260°C e TP = 300°C						
Código	Austenitização – TI		Têmpera - TQ		Partição - TP	
	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
P	780°C	30 min	260°C	2 min	300°C	30s
V	780°C	30 min	260°C	2 min	300°C	60s
F	780°C	30 min	260°C	2 min	300°C	120s

Tabela 6: Condições do tratamento térmico (T&P) para austenitização intercrítica, na temperatura de partição igual a 400°C.

T&P – Austenitização Intercrítica, TI = 780°C, TQ = 260°C e TP = 400°C						
Código	Austenitização – TI		Têmpera - TQ		Partição - TP	
	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
D	780°C	30 min	260°C	2 min	400°C	30s
E	780°C	30 min	260°C	2 min	400°C	60s
Z	780°C	30 min	260°C	2 min	400°C	120s

Os roteiros dos tratamentos térmicos (T&P) aplicados ao aço AISI 300M com austenitização plena e com austenitização intercrítica são mostrados respectivamente na Figura 35 e na Figura 36.

Figura 35: Roteiro do tratamento térmico de têmpera e partição com austenitização plena a 920°C.

Figura 36: Roteiro do tratamento térmico de têmpera e partição com austenitização intercrítica a 780°C.

3.1.1 Etapas do tratamento térmico empregado

Antes de iniciar o tratamento térmico foi necessário identificar os corpos de prova com punção tipográfica. Após a identificação, as amostras foram separadas em lotes, de acordo com a rota estabelecida, conforme Figura 37.

Figura 37: Corpos de prova preparados para o tratamento térmico.

Após amarração, os corpos de prova passaram por processo de decapagem química, apresentada na Figura 38; etapa esta necessária para eliminar sujeiras, óleos e oxidações superficiais que possam prejudicar o processamento térmico.

Figura 38: Processo de decapagem química aplicada nos corpos de prova.

Antes dos corpos de prova serem colocados em forno tipo mufla, foi acionado o controle de fluxo de gás argônio no interior da câmara do forno, como medida preventiva para evitar a perda de carbono na superfície da amostra durante a fase de austenitização.

Foram utilizados dois tipos de fornos para todos os tratamentos térmicos dos corpos de prova. O primeiro forno tipo mufla, com atmosfera inerte, da marca Brasimet, tipo KOe 25/15/40, potência de 6,51KW e temperatura máxima de 1100°C, foi usado para a etapa de austenitização; e o segundo forno de banho de sal, com dois reservatórios, também da marca Brasimet, tipo TOe 35/70, com potência de 31,4KW e temperatura máxima de 950°C, foi usado na etapa de têmpera e partição.

A Figura 39 ilustra os dois tipos de fornos usados na pesquisa.

Figura 39: a) Forno tipo mufla, para austenitização; b) Forno para banho de sais para têmpera e partição.

Comparado ao aço 4340, o aço 300M pode ser revenido em temperaturas maiores, o que fornece maior alívio de tensões após a têmpera. A fragilização aos 260°C é deslocada para temperaturas maiores.

Na Figura 40, como medida protetiva contra a descarbonetação do material na etapa de austenitização, além da atmosfera protetora com injeção de gás argônio, também foi inserida, dentro da caixa de tratamento térmico, uma pequena porção de particulado de cementação KG 6.2 Durferrit® (ANEXO 01).

Figura 40: Corpos de prova inseridos na caixa de condicionamento térmico com particulado e termopar na etapa de austenitização.

Depois de transcorrido o tempo na etapa de austenitização, os corpos de prova foram retirados do forno mufla, sendo então encaminhados rapidamente ao forno de banho de sais fundidos, conforme se observa na Figura 41.

Figura 41: Retirada dos corpos de prova a) do forno mufla, b) da caixa de tratamento.

Souza (2008) trabalhou com um aço TRIP contendo teores variáveis de Si e Mn, onde realizou tratamentos térmicos intercríticos que foram submetidos ao ataque colorido LePera (1979). A solução de LePera atacou de forma diferenciada cada microconstituente presente conferindo-lhes uma cor característica, sendo tons de verde para a ferrita, marrom para a bainita, amarelo para a austenita retida e martensita, e preto no caso da presença de perlita.

A solução que apresentou melhores resultados foi a que usou uma mistura de 1% de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) diluído em água e 4% de ácido pícrico ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3\text{OH}$) diluído em álcool etílico, denominado reagente LePera (ANAZAWA et. al, 2012). Com esse ataque, a martensita aparece branca, a bainita preta e a ferrita aparece marrom e, em muitos casos, os contornos de grãos não são fortemente delimitados. Nesse estudo verificou-se que a composição química do material exerce forte influência sobre a estrutura a ser revelada e os contornos de grão não ficam sempre bem evidentes; este último problema foi resolvido com um pré-ataque de nital a 2%.

Girault et al. (1998) aperfeiçoaram a técnica de LePera, adequando para observar quatro fases simultaneamente de aços multifásicos. Os resultados obtidos foram: a ferrita assume uma coloração azul esverdeada (ou marrom clara), a bainita aparece marrom escuro e a martensita, bem como a austenita retida, permanecem brancas. Observaram que as superfícies das amostras metalográficas podem ser mais ou menos sensíveis ao ataque do reagente em função da composição química do aço e da orientação cristalográfica em cada grão.

Se após o ataque químico a superfície da amostra tender para uma coloração azul, isto significa, segundo os autores, que a mistura requer uma proporção ligeiramente superior da solução de ácido pícrico. Se por outro lado a superfície apresentar uma tendência para coloração marrom, é necessária uma pequena adição da solução de metabissulfito de sódio (ANAZAWA, 2009).

A Figura 42 ilustra o controlador de temperatura do forno de banho de sais e seus recipientes com o sal fundido AS170 (ANEXO 02), fornecido pela empresa Durferrit®.

Figura 42: a) Controlador do forno de banho de sais b) recipiente de partição e c) de têmpera, ambos com sal de resfriamento AS 180, fornecido pela Durferrit®.

Na etapa seguinte, depois de passado o tempo no processo de têmpera e partição, os corpos de prova foram colocados em repouso e resfriados ao ar até que atingissem a temperatura ambiente. É possível notar (Figura 43) que após o resfriamento dos corpos de prova o sal fica incrustado nos mesmos, sendo necessária a limpeza química e mecânica para a retirada do sal.

Figura 43: Corpos de prova resfriados dos ao ar após etapa de partição.

Terminada a limpeza, os corpos de prova foram levados para a realização dos ensaios mecânicos e microestruturais, conforme será visto nos próximos itens deste trabalho.

3.1.2 Análise metalográfica

Após os ensaios mecânicos, foram retiradas dos corpos de prova fraturados, amostras de secção transversal preparadas para o ensaio metalográfico de acordo com a norma ASTM E3-11(2017). Após serem embutidas em baquelite e lixadas até a granulação 1500 micra. Em seguida foram polidas com auxílio de politriz da marca Buehler® indicado para esta preparação, o que evita abaulamento das amostras, na velocidade de 160rpm com força de 15N na etapa final.

As metalografias foram analisadas em Microscópio Metalográfico de marca Carl Zeiss, modelo: Axio Lab A1 com fonte de luz de 12V/50W incluindo campo claro, campo escuro e polarização. As imagens foram coletadas em câmera digital acoplada ao sistema, modelo Axio Cam ERc5s e software de processamento.

3.1.3 Ataques químicos

Foram efetuados vários tipos de ataques, com distintos reagentes para permitir a visualização das diferentes fases presentes no aço. As amostras foram atacadas pelo reagente por cerca de 10 a 15 segundos, lavadas em água e em seguida em álcool etílico e secas com o auxílio de um soprador térmico. Este procedimento visa interromper a ação do ataque químico.

O primeiro ataque foi realizado com Nital (2ml HNO_3 e 98ml de álcool etílico PA). Em seguida as amostras foram atacadas com uma solução aquosa de metabissulfito de sódio (10g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 100ml água destilada) e, posteriormente, submetidas ao reagente LePera 1:1 (Solução aquosa de metabissulfito de sódio + solução de ácido pícrico em álcool etílico).

3.2 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Para realizar os ensaios de caracterização mecânica foi necessário retirar amostras das barras cilíndricas, com isso todos os corpos de prova produzidos foram extraídos na orientação Longitudinal Circunferencial (LC) do tarugo. Os ensaios de caracterização mecânica foram realizados na temperatura ambiente.

3.2.1 Ensaios de dureza

Os ensaios de dureza ocorreram após os tratamentos térmicos sendo possível avaliar seus efeitos no aço. Foi preciso submeter as amostras ao lixamento para que a carepa superficial formada durante o processo de (T&P), fosse eliminada.

Foram realizadas cinco medidas de dureza na escala Rockwell-C, conforme normas ASTM-E18-2014. O equipamento usado no ensaio foi o durômetro marca LECO®, Modelo RT 240, do Departamento de Engenharia de Materiais, SMM, da USP.

3.2.2 Ensaios de tração

Para realizar o ensaio de tração, os corpos de prova foram extraídos no sentido longitudinal do tarugo e a retirada se deu por processo de usinagem por eletroerosão, conforme mostra a Figura 44.

Figura 44: Orientação (LC) dos corpos de prova extraídos do tarugo.

O ensaio de tração foi realizado de acordo com o prescrito na norma ASTM E8M-04 (2008). Os corpos de prova de tração foram usinados segundo a mesma norma, conforme se observa na Figura 45.

Figura 45: Modelo de corpo de prova para ensaio de tração segundo norma técnica ASTM E8M-04. Fonte: ASTM E8M-04 (2008).

Depois de usinados, os corpos de prova foram lixados para eliminar possíveis riscos oriundos da usinagem que possam interferir no resultado do ensaio. Em seguida, foram então identificados e submetidos ao ensaio de tração à temperatura ambiente, em uma velocidade de 2 mm/min.

Os ensaios foram realizados no equipamento de ensaio modelo EMIC 661.23B-01, com capacidade de 10 kN e extensômetro EMIC acoplado, modelo 632.11C-20, de 25 mm.

O valor do limite de escoamento encontrado foi utilizado para cálculo da variável força de fadiga no ensaio de propagação de trinca e K_{IC} . Vale lembrar que para todos os ensaios mecânicos de caracterização foram ensaiadas três amostras para cada situação.

3.2.3 Ensaios de impacto

Com o intuito de analisar o comportamento mecânico do aço tratado diante das altas taxas de deformação impostas e determinar os valores de energia de impacto absorvida em função do tratamento térmico executado, foi usada máquina modelo Instron Wolpert PW30, instrumentada com capacidade para 300J. A velocidade de carregamento utilizada foi de 5,52m/s na presença do entalhe em “V” que induziu ao estado triaxial de tensões.

O ensaio de impacto Charpy foi realizado de acordo com as recomendações da norma ASTM E23 (2006), ao contrário do ensaio de tração que geralmente ocorre com baixas taxas de carregamento.

Para o ensaio de impacto, foram usinados dois corpos-de-prova entalhados nas dimensões de 10x10x55 mm, conforme preconiza a norma ASTM E23 (2002). As dimensões dos corpos de prova, bem como o detalhe do entalhe, são mostradas na Figura 46.

Figura 46: Dimensões do corpo de prova para realização do ensaio de impacto (Charpy).

3.2.4 Ensaio de tenacidade à fratura - K_{IC}

O parâmetro de tenacidade à fratura pela técnica de K_{IC} é baseado no controle do deslocamento da trinca a partir da abertura do extensômetro de fratura (“clip-gage”) montado na boca da trinca. Após o ensaio, é feito um registro gráfico da carga aplicada em função do deslocamento da abertura do “clip-gage” e então obtida, de forma indireta, o valor da tenacidade à fratura.

Outras variáveis como geometria do corpo de prova, comprimento da trinca e propriedades mecânicas e elásticas também são consideradas para obter os valores de tenacidade à fratura.

Os corpos de prova de tenacidade à fratura, K_{IC} , foram submetidos, após usinagem, ao processo de retífica plana para garantir paralelismo entre as faces, o que também elimina qualquer empenamento que possa ter ocorrido durante o tratamento térmico.

Após o processo de retífica, os corpos de prova tiveram suas faces laterais

polidas, a fim de facilitar o acompanhamento do crescimento da pré-trinca até o comprimento determinado pela norma ASTM E399 (2012). A pré-trinca foi ocasionada por fadiga e observada com luneta específica.

No polimento das faces laterais para o espelhamento foi necessário tomar muito cuidado com a oxidação, devido ao acelerado processo de corrosão quando o aço entra em contato com a água. Nesse sentido, o polimento das amostras foi realizado com lixas d'água na presença do álcool ao invés da água.

Os corpos de prova polidos foram então submetidos ao processo de riscamento, para acompanhar o crescimento da pré-trinca em fadiga até o limite desejado. Para o riscamento foi utilizado o traçador de altura.

As dimensões dos corpos de prova (Figura 47) e os parâmetros para realização do ensaio de tenacidade pelo deslocamento de abertura da trinca obedeceram a norma ASTM E399-90 (2012).

Figura 47: Dimensões do corpo de prova K_{IC} , tipo SE(B).

Optou-se por corpos de prova do tipo SE(B) que foram ensaiados em uma máquina servo-hidráulica (Figura 48), da marca MTS, modelo 370.10, série 10323566/2010, com capacidade de 100KN, pertencente ao grupo de mecânica da fratura NEMAF (Núcleo de Ensaio de Materiais e Análise de Falha) do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC – USP.

Figura 48: Máquina MTS 370 usada no ensaio de K_{IC} .

Os corpos de prova foram pré-trincados em temperatura ambiente por fadiga com razão entre cargas $R=0,1$, na frequência de 30Hz. Em geral, foram executados 35.000 ciclos para atingir o tamanho de pré-trinca desejado. Os parâmetros médios estão mostrados na Tabela 7.

Tabela 7: Parâmetros médios usados no ensaio de K_{IC} .

a (mm)	ΔK ($MPa\sqrt{m}$)	$P_{máx}$ (KN)	P_{final} (KN)	$K_{máx}$ ($MPa\sqrt{m}$)
9,5	20	5,78	2,6	25

Também foi utilizada a técnica de variação de flexibilidade elástica para a medida do comprimento de trinca, a partir de um extensômetro tipo “clip on gauge”. Para monitoramento visual do comprimento da trinca foram usadas lunetas montadas em ambas as faces dos corpos de prova, conforme observa-se na Figura 49.

Figura 49: Acompanhamento com luneta do crescimento da pré-trinca em fadiga

Após a execução dos ensaios mecânicos, as superfícies de fratura foram analisadas e fotografadas. Utilizando o programa Image-Pro Plus, para o ensaio de K_{IC} , foram realizadas cinco medidas para ajuste do tunelamento do tamanho de trinca inicial. A sequência da tomada de medidas é mostrada na Figura 50 e é determinada pela norma ASTM E399. Deve-se medir o comprimento da pré-trinca ao longo da largura do corpo de prova na sequência mostrada. A média das distâncias encontrada é a medida a_0 que é utilizada para o cálculo do K_{IC} .

Figura 50: Sequência para medição dos valores de pré-trinca.

Os autores Dowling, (2013) e Anderson (1994) reportaram que um dos fatores mais relevantes na determinação de valores de tenacidade à fratura é a taxa de carregamento. A norma técnica fornece informação específica para determinar a carga e a velocidade de aplicação de força no corpo de prova, no item A4.4.2.2 da norma ASTM E399-90 (2012) é estipulado um intervalo em termos de fator de intensidade de tensão de 0,55 até 2,75 ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

A Figura 51 mostra o corpo de prova logo após a execução do ensaio de tenacidade à fratura sob flexão em três pontos.

Figura 51: Corpo de prova logo após ensaio de tenacidade à fratura.

3.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.3.1 *Análise de fases magnéticas*

Com intuito de determinar através de técnica clássica e interessante, as fases magnéticas presentes na liga como martensita, ferrita e bainita, foi utilizado o ferritoscópio de marca Fischer®, conforme mostra a Figura 52.

Figura 52: Ferritoscópio e padrões de calibração.

3.3.2 Análise por Difração de Raios-X – DRX

A difração é uma técnica muito difundida e utilizada para se calcular o volume de fases presentes é a análise de difração por Raios-X, com fonte de Cobalto (Co) e comprimento de onda de $\lambda = 1.7889 \text{ \AA}$, marca PANalytical, modelo X Pert PRO (Figura 53), pertencente ao Departamento de Materiais da EESC/USP.

Neste trabalho foi realizada a varredura completa 2θ (0° a 140°) com passo de $0,05^\circ$, 40KV, 40mA, prevalecendo o tempo de 5s para cada passo, em média foram total de 2200 passos e com duração média de 3 horas para cada amostra analisada.

Figura 53: Equipamento de difração de Raios-X utilizado no trabalho.

Após análise por varredura de Raios-X, através do difratograma gerado, foram identificados os picos e as fases presentes e em seguida realizado o método de refinamento Rietveld, descrito por Boullay (2014). A técnica de refinamento Rietveld, que foi realizada com auxílio do pesquisador Rafael Paiotti Guimarães, permite determinar com confiança o volume de fases presentes, além de ser indicada para essa finalidade, com auxílio de software de refino MAUD, versão 2.3.

3.3.3 Análise por Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV

Para determinar as fases presentes e seus microconstituintes foi realizada a microscopia eletrônica de varredura nas amostras tratadas termicamente. As análises foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura,

marca FEI e modelo Inspec 50, pertencente ao Departamento de Engenharia de Materiais no Campus II da EESC/USP.

Sendo uma das metas desse trabalho determinar a fração de fases presentes para cada amostra por diversas técnicas, foi realizada, no Laboratório de Caracterização estrutural - LCE - da Universidade Federal de São Carlos, a análise MEV-EBSD com auxílio de microscópio de varredura, que dispõe de acessório detector de elétrons retroespehados de marca EDAX e software para tratamento e indexação dos dados coletados.

Para que seja possível produzir uma análise satisfatória com esta técnica, foi necessário realizar o lixamento e um polimento perfeito com uma pressão de moderada a leve, para que não ocorra deformação superficial ou deformação plástica na superfície, sendo esta a principal dificuldade desta técnica. Usou-se técnicas manuais e método de tentativa e erro até conseguir superfícies muito bem polidas e sem deformação que gerassem as linhas de campo ou linhas de Kikuchi necessários para a varredura e mapeamento cristalográfico.

3.3.4 Análise por Microscópio Eletrônico de Transmissão – MET

As amostras foram separadas de acordo com o tratamento a que foram submetidas, sendo destacadas as rotas que apresentaram melhor comportamento mecânico. Depois de separadas, as amostras foram cortadas na espessura próxima a um milímetro, com auxílio de máquina de corte de precisão, marca Buehler, modelo IsoMet® 1000.

Após o corte próximo à espessura de 1mm as amostras foram lixadas até a espessura entre 50µm e 100µm e posteriormente polidas, sendo então estampadas no diâmetro máximo de 3mm.

Feito isso, as amostras de transmissão foram submetidas ao polimento iônico, denominado PIPS (*Precision Ion Polishing System*), em equipamento de marca Gatan, modelo 691, do Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE da UFSCAR, e, em seguida, identificadas e condicionadas em porta amostras.

Para determinar a morfologia da microestrutura obtida após o tratamento térmico, em escala nanométrica, foi utilizado o microscópio de eletrônico de

transmissão, marca FEI – TECNAI, modelo TF20 G² F20 HRTEM de 80 a 200KV, pertencente ao laboratório de caracterização estrutural – LCE da UFSCAR. Na Figura 54 apresenta-se o Microscópio Eletrônico de Transmissão.

Figura 54: Microscópio Eletrônico de Transmissão usado na pesquisa – LCE-UFSCAR.

O ensaio de microscopia eletrônica de transmissão também foi realizado para identificar as fases presentes através da técnica de imagens de campo claro, campo escuro e difração de elétrons para identificação do eixo de zona.

É possível ver, na Figura 55, a amostra já preparada inserida na extremidade do porta amostra do microscópio eletrônico de transmissão.

Figura 55: Porta amostra do Microscópio Eletrônico de Transmissão com a amostra.

3.3.6 Análise Fratográfica

Após a execução dos ensaios mecânicos de caracterização como resistência ao impacto Charpy e tenacidade à fratura (K_{IC}), os corpos de prova foram seccionados e preparados para a fratógrafia. O objetivo da análise fratógráfica foi verificar o comportamento do material no momento da fratura, estudar o modo como

ocorre a falha e elucidar os micromecanismos atuantes.

Com o objetivo de eliminar as partículas sólidas que por ventura estivessem presentes nas superfícies fraturadas das amostras foi realizada, nas mesmas, a limpeza em banho ultrassônico, por período de dez minutos, sendo necessário utilizar um ímã para atrair as partículas que acabaram ficando atraídas pelo magnetismo do material estudado.

O equipamento ultrassônico utilizado foi da marca Quimis, modelo Q335D2, com potência ultrassônica de 135W, na frequência de 40 KHz.

Para a análise microscópica, antes que as amostras fossem colocadas dentro da câmara de vácuo do microscópio de varredura, as superfícies fraturadas das mesmas foram preparadas eliminando-se substâncias orgânicas com auxílio de equipamento de *plasma cleaner*, marca HHV, modelo Scancoat Six, do laboratório de microscopia do SMM/USP, como pode ser visualizado na Figura 56.

Figura 56: a) Plasma cleaner para eliminar possíveis resíduos orgânicos presentes nas amostras, b) Detalhe da câmara de plasma.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 ANÁLISE QUÍMICA

A análise da composição química do aço AISI 300M foi realizada de acordo com a norma AMS 6419/G, conforme certificado emitido pelo controle de qualidade da empresa Villares Metals (ANEXO 03). Os resultados são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8: Análise da composição química do aço 300M. Fonte: Villares Metals.

Elemento													
	C	Si	Mn	P	S	Co	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu	Al
(%)	0,420	1,69	0,86	0,005	0,001	0,01	0,79	0,37	1,85	0,09	0,01	0,02	0,011

4.2 ANÁLISE METALOGRÁFICA

Para verificar a microestrutura do aço AISI 300M na situação como recebido, foi realizada a análise metalográfica, em que o material foi atacado com nital 2%, revelando sua microestrutura por meio de ensaio de microscopia óptica, conforme mostra a Figura 57.

Figura 57: Microestrutura do aço AISI 300M, como recebido.

A imagem da Figura 57 mostra a situação como recebido na condição normalizado para a orientação radial-longitudinal (RL), conforme laudo técnico emitido pela empresa Villares Metals (ANEXO 03 e ANEXO 04). É possível verificar

a matriz ferrítica e os carbonetos em tons mais escuros e em tons mais claros porções de austenita. Pelo fato de resfriamento ter ocorrido ao ar é possível que as amostras ensaiadas tenham sofrido transformação martensítica em algum momento, devido à alta temperabilidade do material.

De acordo com Souza (2008) a correlação da propriedade/microestrutura, feita por meio da investigação metalográfica, pode envolver uma análise qualitativa, tal como observação da morfologia e homogeneidade das estruturas, assim como uma análise quantitativa, através da medição de parâmetros microestruturais como, por exemplo, fração volumétrica das fases presentes, distribuição e tamanho de grão das microestruturas.

As Figuras 58, 59 e 60 referem-se aos resultados das análises metalográficas, realizadas em microscópio óptico no aumento em 670x, das amostras submetidas à temperatura de austenitização de 920°C e temperatura de partição de 300°C por 30, 60 e 120 segundos, respectivamente.

Para a condição de austenitização em TA920-TP300 é possível verificar a presença da austenita retida em todas as amostras A, B e C, com a predominância da fase martensítica (α') indicado pela letra M, em pacotes de ripas de geometria acicular identificadas pela seta azul e uma pequena quantidade de austenita retida (γ) equiaxial indicada pela letra A e pela seta vermelha.

Figura 58: Metalografia da amostra C na condição TA 920°C, TP 300°C e 30s.

Figura 59: Metalografia da amostra A na condição TA 920°C, TP 300°C e 60s.

Figura 60: Metalografia da amostra B na condição TA 920°C, TP 300°C e 120s.

Na Figura 60, na condição de TA igual a 920°C e TP igual a 300°C, com tempo de 120s, verifica-se a presença também de bainita coalescida (Bc) na cor amarela e uma maior proporção de martensita em ripas distribuídas finamente.

Nas Figuras 61, 62 e 63 são apresentados os resultados das análises metalográficas, realizadas em microscópio óptico das amostras submetidas à temperatura de austenitização de 920°C, e temperatura de partição de 400°C por 30, 60 e 120 segundos, respectivamente.

Figura 61: Metalografia da amostra X na condição TA 920°C, TP 400°C e 30s.

Figura 62: Metalografia da amostra Y na condição TA 920°C, TP 400°C e 60s.

Figura 63: Metalografia da amostra T na condição TA 920°C, TP 400°C e 120s.

Comparando as imagens metalográficas das amostras tratadas com austenitização plena e nas temperaturas de partição 300°C e 400°C, aparentemente

há maior concentração de austenita retida quando a partição ocorre na temperatura de 400°C se comparada com a partição à 300°C. Isso ocorre pelo fato de que quanto maior for a temperatura de partição, maior será a mobilidade de carbono e, conseqüentemente, mais carbono se deslocando para estabilizar a austenita.

Neste trabalho, a etapa de austenitização plena foi realizada na temperatura de 920°C, 50°C acima do recomendado pelo Handbook Heat treatment (1991), no procedimento tradicional de têmpera.

Após ataque metalográfico, com solução aquosa saturada de ácido pícrico, pode-se constatar (Figura 64) que não houve variação considerável do tamanho de grão entre as duas temperaturas de austenitização plena analisadas, se comparado aos valores encontrados na literatura para 870°C.

Figura 64: Controle de grão na temperatura de austenitização de: a) 870°C e b) 920°C.

Apesar de todas as amostras serem atacadas com as mesmas soluções para a condição de austenitização intercrítica, houve grande alteração nas cores exibidas comparadas com amostras que sofreram austenitização plena, devido, é claro, a alteração microestrutural sofrida pela condição inicial de austenitização.

As Figuras 65, 66 e 67 referem-se aos resultados das análises metalográficas realizadas em microscópio óptico, das amostras submetidas à temperatura intercrítica de 780°C, e temperatura de partição de 300°C por 30, 60 e 120 segundos, respectivamente.

É possível verificar a completa mudança microestrutural ocorrida em relação à austenitização plena (TA920°C). Para a condição TI 780°C/TP300°C observa-se uma microestrutura multifásica com presença de ferrita acicular e ferrita poligonal,

com pequenas ilhas de austenita retida, matriz bainítica em agulhas, além de colônias de martensita.

Figura 65: Metalografia da amostra P na condição TI 780°C, TP 300°C e 30s.

Figura 66: Metalografia da amostra V na condição TI 780°C, TP 300°C, 60s.

Figura 67: Metalografia da amostra F na condição TI 780°C, TP 300°C e 120s.

A microestrutura revelada pela microscopia óptica para a austenitização intercrítica e temperatura de partição de 300°C corrobora com o comportamento mecânico de natureza frágil para essa condição.

Nas Figuras 68, 69 e 70 são apresentados os resultados das análises metalográficas das amostras submetidas à temperatura intercrítica de 780°C e temperatura de partição de 400°C por 30, 60 e 120 segundos, respectivamente.

Figura 68: Metalografia da amostra D na condição TI 780°C, TP 400°C e 30s.

Figura 69: Metalografia da amostra E na condição TI 780°C, TP 400°C e 60s.

Figura 70: Metalografia da amostra Z na condição TI 780°C, TP 400°C e 120s.

De acordo com as metalografias das Figuras 68, 69 e 70 da condição TI780-TP400, é possível verificar a presença de matriz ferrítica de morfologia lamelar, predominância da bainita e porções dispersas de austenita retida, ora na forma de ilhas, ora cercada em pacotes de bainita na forma de pequenas partículas ou até mesmo entre as agulhas da ferrita bainítica. Aparentemente há ainda pequenas porções de perlita e martensita. Na Figura 69 é possível notar a presença de uma microestrutura finamente dispersa e refinada, tipo de esferoidização, com a aparência de bainita nodular.

Também foi possível verificar, para a condição intercrítica com partição em 400°C, a presença menor da quantidade de precipitados, quando comparado à austenitização intercrítica e partição em 300°C.

Para um determinado aço com alto teor de carbono, resfriado lentamente, os grãos de ferrita proeutetóide formados crescem até que o resfriamento atinge a temperatura eutetóide. Abaixo desta temperatura, toda a fase de austenita remanescente (γ) se transforma em perlita.

A estrutura resultante apresenta, então, grãos de ferrita proeutetóide em meio a grãos de perlita que se formaram pela reação eutetóide. A distribuição lamelar das fases se dá pela diferença da composição da fase original (γ , 0,76%p C) e das fases resultantes (α , 0,022%pC e Fe_3C , 6,70%pC), exigindo uma redistribuição por difusão do carbono.

Os resultados obtidos por microscopia óptica fornecem o aspecto da microestrutura relacionado aos tratamentos térmicos, porém não foi possível revelar todos os detalhes da morfologia microestrutural, sendo necessário empregar outras

técnicas de análise que permitam maiores aumentos, como a microscopia eletrônica de varredura. A técnica de MEV associada à difração de elétrons retroespehados (EBSD) e a microscopia eletrônica de transmissão (MET) serão descritas no decorrer do trabalho.

4.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

4.3.1 Ensaio de dureza

O ensaio de dureza ocorreu de acordo com a norma ASTM-E18 (2014) foram realizadas 05 (cinco) medições na escala Rockwell C, sendo apresentadas, nas tabelas seguintes, as médias obtidas para cada condição de tratamento térmico.

Na Tabela 9 estão apresentados os resultados de dureza para a austenitização plena. No estado como recebido, o aço apresentou dureza de 26HRC.

Tabela 9: Resultados médios de dureza na temperatura de austenitização plena.

Temperatura de austenitização plena (TA = 920° C)				
	Temperatura de partição	Tempo de partição 30s	Tempo de partição 60s	Tempo de partição 120s
Ensaio de dureza	300° C	51 HRC	53 HRC	55 HRC
	400° C	46 HRC	44 HRC	42 HRC
Erro		±1HRC	±1HRC	±1HRC

De acordo com a Tabela 9, pode-se observar que há um ligeiro aumento dos valores de dureza com a variação do tempo de particionamento (30, 60 e 120s) para a temperatura de partição em 300°C. É provável que nessa situação o material tenha obtido uma quantidade maior de fase martensítica, pois na temperatura de 300°C o aço 300M está dentro da faixa de transformação martensítica ($M_i - M_f$). Para a condição de partição em 400°C ocorreu o comportamento inverso, com formação de martensita revenida.

Para a austenitização intercrítica (TI = 780°C) os valores de dureza são apresentados na Tabela 10. Verifica-se que essa rota de tratamento também obedeceu a condição de que tempos maiores de partição resultam em menores

valores de dureza.

A permanência na temperatura intercrítica de 780°C propicia a formação da fase ferrítica, além da martensita e bainita formadas no resfriamento; o que permite uma variação de dureza.

Tabela 10: Resultados médios de dureza na temperatura de austenitização intercrítica.

Temperatura de austenitização intercrítica (TI = 780°C)				
	Temperatura de partição	Tempo de partição 30s	Tempo de partição 60s	Tempo de partição 120s
Ensaio de dureza	300° C	45 HRC	43 HRC	41 HRC
	400° C	38 HRC	36 HRC	34 HRC
Erro		±1HRC	±1HRC	±1HRC

Entre as duas condições de austenitização apresentadas, plena e intercrítica, a condição intercrítica obteve menores valores de dureza devido à menor presença, a princípio, da fase martensítica e à maior da fase ferrítica, e maiores teores de microconstituintes como bainita e perlita.

A martensita é a microestrutura que apresenta o maior grau de dureza em relação aos demais microconstituintes, e o seu volume de fase depende, dentre outros fatores, diretamente do teor de carbono presente no material. Conforme literatura, quanto maior for a porcentagem de martensita maior será o índice de dureza do material.

Como exemplo, na Figura 71, ao relacionar a dureza estabelecida para um material (53 HRC) e a porcentagem de carbono (0,42%), obtém-se uma quantidade de martensita de aproximadamente 96%.

Figura 71: Dureza do aço atingida após têmpera em função do teor de carbono e da porcentagem de martensita. Fonte: Colpaert (2008).

Para melhor entender o comportamento do aço conforme os diferentes tratamentos térmicos estudados nesta pesquisa, são apresentados, na Figura 72, os resultados de dureza.

Figura 72: Resultados de dureza para o aço AISI 300M nos diferentes tratamentos térmicos estudados.

De acordo com os resultados de dureza apresentados na Figura 72 é possível constatar que a condição TA920-TP300 conferiu considerável dureza, até 55HRC, se destacando nessa propriedade quando comparado às outras condições de processamento térmico.

Isso ocorreu devido à presença da matriz martensítica em forma de ripas, regiões de martensita em placas, pacotes de bainita inferior, associada a menor presença de austenita retida. Sendo que a martensita deve exercer influência relativamente maior, pois num revenimento é, de longe, o microconstituente de maior dureza.

As condições de processamento TA920-TP400 e TI780-TP300 apresentam valores médios para a escala de dureza e comportamento similar associado ao tempo de partição decorrido.

A condição TP780-TP400 resultou em menores valores de dureza, igual a 34HRC no tempo de 120s de partição, devido à presença de matriz ferrítica com formação de bainita superior e porções de austenita retida.

4.3.2 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado a fim de obter as seguintes propriedades mecânicas: tensão de resistência, tensão de escoamento e alongamento (A%). Para cada rota proposta, foram realizados dois ensaios de tração. Os resultados da média foram plotados em gráficos convencionais tensão versus deformação, com o objetivo de confrontar o comportamento do material diante do tratamento aplicado. A Tabela 11 apresenta os resultados médios de tração para a condição TA 920°C e TP 300°C, nos tempos de 30, 60 e 120s de particionamento.

A fim de facilitar a comparação desses resultados no gráfico, as curvas tensão-deformação geradas foram defasadas em 1mm no eixo da deformação (Figura 73). Para essa condição o material apresentou alta resistência mecânica (tensão de resistência e escoamento), até maior do que o obtido pelo processamento térmico convencional, porém os valores relacionados com a ductilidade, como o alongamento total (A%), foram inferiores.

Tabela 11: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TA 920°C e TP 300°C.

Austenitização (TA =920° C) e Partição (TP =300°C)				
Código	Tempo de Partição	$\sigma_{res.}(MPa)$	$\sigma_{esc.}(MPa)$	Alongamento (A)%
C	30s	1958	1790	2,24
A	60s	2138	1830	3,78
B	120s	2272	1846	6,33

Figura 73: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TA 920°C e TP 300°C nos diferentes tempos de partição estudados.

Barragan (2016) realizou estudo com o aço 300M, já tratado termicamente pela empresa Villares Metals em escala industrial por têmpera a vácuo seguida de duplo revenimento a 300°C, durante 120 minutos, e verificou, conforme mostra a Tabela 12, que o material apresentou tensão de resistência de aproximadamente 2010 MPa, tensão de escoamento de 1740 MPa e alongamento total de 10% com dureza de 53HRC.

Tabela 12: Propriedades mecânicas do aço 300M. Fonte: Barragan (2016).

CP	LE _{0,2} (MPa)	LR (MPa)	Al (%)	RA (%)	E (Gpa)
1	1749	2016	10,60%	47,26%	203,0
2	1756	2031	9,64%	46,12%	202,5
3	1735	2002	9,76%	47,79%	205,4
4	1740	2014	9,00%	48,71%	203,4
5	1719	1984	10,51%	50,78%	203,6
Média	1740	2010	10,00%	48,13%	204
D. padrão	14,18	17,48	0,01	0,02	1,10
E. padrão	±6.34	±7.87	±0,004	±0,008	±0,49

Comparando os resultados de Barragan (2016) com os obtidos nessa pesquisa, observa-se que, para a condição de TA 920°C e TP = 300°C nos tempos de partição C, A e B, os valores da tensão de resistência na condição de 120 segundos estão muito próximos e a tensão de resistência chega a ser 12% maior, porém o valor da ductilidade chega a ser 37% menor. O caso mais frágil foi exibido para a condição C, tempo de 30s, que obteve apenas 2,24% de alongamento total. Provavelmente, para essa condição, deve haver maior quantidade de martensita fresca.

Na Tabela 13 são apresentados os resultados médios de tração para a condição TA 920°C e TP 400°C, nos tempos de 30, 60 e 120s de particionamento, denominados respectivamente de condições X, Y e T. Os valores podem ser melhor visualizados na Figura 74.

Tabela 13: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TA 920°C e TP 400°C.

Austenitização (TA =920° C) e Partição (TP =400°C)				
Código	Tempo de Partição	$\sigma_{res.}$ (MPa)	$\sigma_{esc.}$ (MPa)	Alongamento (A)%
X	30s	1680	1411	13,88
Y	60s	1651	1334	17,07
T	120s	1641	1262	19,35

Figura 74: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TA 920°C e TP 400°C nos diferentes tempos de partição estudados.

Confrontando com os resultados obtidos por Barragan (2016), os valores da tensão de resistência obtidos neste trabalho foram menores para a condição X, no tempo de 30s, que obteve maior valor de resistência, porém chegou a ser 17% menor que os valores obtidos pelo autor. Entretanto, o aço exibiu considerável ductilidade, pois chegou a ser 28% mais dúctil.

Também é possível verificar, através das condições X, Y e T, que a partição no patamar de 400°C forneceu ao aço 300M menores valores de resistência em relação à condição TA920°C e TP300°C, porém exibiu uma excelente ductilidade com elevada resistência. Nota-se que à medida que se aumenta o tempo de partição, a ductilidade aumenta e a tensão de escoamento diminui.

As próximas tabelas e figuras referem-se aos resultados do ensaio de tração na austenitização intercrítica na temperatura de 780°C com os mesmos patamares de temperatura de partição, TP 300°C e TP 400°C, mantendo-se os tempos de partição de 30, 60 e 120s.

Como a austenitização intercrítica promove uma austenitização parcial das amostras, já era esperado obter menores valores de resistência mecânica, tendo em vista a menor quantidade de martensita transformada, sendo a martensita um composto com microestrutura responsável por fornecer maior dureza e resistência

ao aço.

Os resultados médios encontrados no ensaio de tração para a condição TI = 780°C e TP = 300°C podem ser visualizados na Tabela 14. Para a condição P (tempo de partição de 30s) foi encontrado um considerável valor de tensão de resistência.

Comparando os resultados obtidos com os de Barragan (2016) nota-se que a tensão de resistência na condição P foi apenas 6% menor do que a têmpera seguida de duplo revenimento, porém ficou com um alongamento 60% menor. Nessa condição intercrítica com a partição em 300°C o comportamento mecânico demonstrado foi muito próximo ao da condição de austenitização plena seguida da mesma temperatura de partição, porém com melhores resultados de ductilidade.

Tabela 14: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TI 780°C e TP 300°C.

Austenitização (TI =780° C) e Partição (TP =300°C)				
Código	Tempo de Partição	$\sigma_{res.}$ (MPa)	$\sigma_{esc.}$ (MPa)	Alongamento (A)%
P	30s	1894	1670	3,93
V	60s	1698	1475	4,67
F	120s	1581	1369	5,78

A Figura 75 exibe o comportamento do ensaio de tração para a condição intercrítica com temperatura de partição de 300°C.

Figura 75: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TI 780°C e TP 300°C nos diferentes tempos de partição.

Na Tabela 15 são mostrados os valores médios de tração para a condição intercrítica na temperatura de partição de 400°C, denominados D, E e Z. Esses resultados estão plotados na Figura 76. Pode-se afirmar que foi a partir dessa rota de tratamento que se obteve os maiores valores de ductilidade.

No caso da condição Z, o tempo de partição de 120s provocou alta ductilidade, chegando a ser 54% mais dúctil que o aço temperado e duplo revenido, porém a tensão de resistência foi 30% inferior.

Tabela 15: Resultados médios obtidos no ensaio de tração com TI 780°C e TP 400°C.

Austenitização (TI =780° C) e Partição (TP =400°C)				
Código	Tempo de Partição	$\sigma_{res.}(MPa)$	$\sigma_{esc.}(MPa)$	Alongamento (A)%
D	30s	1422	1141	18,64
E	60s	1275	1065	19,16
Z	120s	1232	1010	21,47

Figura 76: Resultados médios de tração do aço AISI 300M na condição TI 780°C e TP 400°C nos diferentes tempos de partição estudados.

A condição de austenitização plena ($TA=920^{\circ}\text{C}$) forneceu os maiores valores de resistência mecânica como previsto, devido à maior concentração de martensita. Porém, o comportamento mecânico da condição $TA\ 920^{\circ}\text{C}$ e $TP\ 400^{\circ}\text{C}$ além de exibir alta resistência mecânica, revelou consideráveis valores de ductilidade devido à martensita revenida e maior quantidade de austenita retida e bainita em relação à partição na temperatura de 300°C .

O maior valor de resistência mecânica encontrado foi para a condição $TA920^{\circ}\text{C}$ e $TP300^{\circ}\text{C}$ que atingiu notáveis 2272MPa , seguida da condição de tratamento $TI780^{\circ}\text{C}$ e $TP300$, com 1890MPa , e da condição $TA920^{\circ}\text{C}$ e $TP400^{\circ}\text{C}$, que atingiu 1680MPa , sendo esses os maiores valores computados e considerados satisfatórios diante os resultados de Barragan (2016). O tratamento $TI780^{\circ}\text{C}$ e $TP400^{\circ}\text{C}$ foi o que forneceu a menor resistência mecânica com 1200MPa .

Porém, os valores de ductilidade apresentados pelas condições $TA920^{\circ}\text{C}$ e $TP400^{\circ}\text{C}$ foram próximos aos da condição $TI\ 780^{\circ}\text{C}$ e $TP\ 400^{\circ}\text{C}$, com maior vantagem ao último citado, que chegou a ter 20% de alongamento. Para a condição de $TA\ 920^{\circ}\text{C}$ e $TI\ 780^{\circ}\text{C}$ com temperatura de partição em 300°C também houve semelhança no comportamento em relação à baixa ductilidade, desprendendo elevada fragilidade do material, com alongamento máximo de 6% no melhor caso.

4.3.3 Ensaio de impacto Charpy

O ensaio de impacto Charpy foi realizado de acordo com as recomendações da norma ASTM E23 (2002).

Nas Tabelas 16 e 17 são apresentados os valores médios de energia de impacto absorvida durante este ensaio, com austenitização plena e intercrítica, respectivamente.

Tabela 16: Resultados médios de tenacidade ao impacto Charpy para a condição de austenitização plena (TA920°C)

Temperatura de partição	Tempo de partição 30s	Tempo de partição 60s	Tempo de partição 120s
300° C	15J	14J	9J
400° C	35J	36J	37J
Erro	±1J	±1J	±1J

Tabela 17: Resultados médios de tenacidade ao impacto Charpy para a condição de austenitização intercrítica (TI780°C)

Temperatura de partição	Tempo de partição 30s	Tempo de partição 60s	Tempo de partição 120s
300° C	10J	11J	12J
400° C	24J	36J	38J
Erro	±1J	±1J	±1J

Nas Figuras 77 e 78 são mostrados os resultados médios do ensaio de impacto Charpy na condição de austenitização plena TA 920°C e austenitização intercrítica TI 780°C, respectivamente.

Figura 77: Resultados de impacto Charpy no aço AISI 300M na condição TA 920°C nos diferentes tempos de partição estudados.

Figura 78: Resultados médios de impacto Charpy no aço AISI 300M na condição TI 780°C nos diferentes tempos de partição estudados.

A Figura 79 apresenta o resultado geral para o ensaio de tenacidade ao impacto Charpy. É possível verificar que a temperatura de partição em 400°C, independente da condição inicial de austenitização, promoveu aumento da tenacidade e que as condições TA920-TP300 e TI780-TP 300 exibiram valores próximos e tiveram comportamento frágil.

Figura 79: Gráfico geral de todas as condições do ensaio de impacto Charpy

Os valores de energia de impacto absorvida para a condição TA920-TP400, no tempo de 120s de partição, comparados aos da bibliografia recente de outros trabalhos, qualificaram as condições mais tenazes.

Observa-se que a 400°C a martensita inicialmente formada é revenida em tempo mais alto, se comparado com a condição a 300°C.

Tomita e Okawa (1993), Kannan (2011) e Silva Junior (2014) realizaram ensaio de tenacidade ao impacto em aços especiais de baixa liga e alta resistência, similares ao 300M, na condição temperado e revenido, e obtiveram valores de energia absorvida em corpos de prova Charpy com entalhe em V (CVN), ensaiados na temperatura ambiente, conforme mostra Tabela 18.

Tabela 18: Resultados de tenacidade ao impacto em aços especiais de baixa liga e alta resistência.*Tomita, Okawa (1993); **Kannan (2011) e *Silva Junior (2014).**

Aço	300M (*)	AerMet100(**)	VART100(***)
Charpy V (J)	30	56	38

No ensaio de tenacidade ao impacto realizado por Tomita e Okawa (1993) o aço foi austenitizado em 900°C por 1 hora, seguido de têmpera em óleo e revenimento em 300°C por 2 horas.

4.3.4 Ensaios de tenacidade à fratura - K_{IC}

Foram ensaiados 02 corpos de prova para cada condição de tratamento (TA920-TP300, TA920-TP400, TI780-TP300 e TI780-TP400) na temperatura ambiente. Os corpos de prova foram avaliados nos tempos de partição de 30 e 120s; abrangendo assim os extremos para cada condição.

Na Tabela 19 são apresentadas as dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de tenacidade à fratura e na Tabela 20 os critérios para validação desse ensaio segundo a ASTM E399 (2012).

Tabela 19: Dimensões dos corpos de prova do ensaio de K_{IC} .

	a (mm)	W (mm)	(a/W)	(a/W) entre 0,45 e 0,55	W - a	b (mm)
C-TA920-TP300	9,3	19,96	0,46	SIM	10,65	9,89
B-TA920-TP300	9,41	19,84	0,47	SIM	10,43	9,85
X-TA920-TP400	10,12	19,98	0,5	SIM	9,86	9,8
T-TA920-TP400	9,83	19,95	0,49	SIM	10,11	9,85
P-TI780-TP300	9,45	20	0,47	SIM	10,55	9,86
F-TI780-TP300	9,83	19,83	0,49	SIM	10	9,81
D-TI780-TP400	9,44	19,68	0,48	SIM	10,24	9,84
Z-TI780-TP400	9,63	19,66	0,49	SIM	10,03	9,83

Tabela 20: Critérios de validação do ensaio de K_{IC} de acordo com a ASTM E399 (2012).

	P _{máx} (N)	P _Q (N)	P _{máx} / P _Q	K _Q (MPa√.m)	a, b, W-a > 2,5 (K _Q /σ _y) ²	K _Q = K _{IC}
C-TA920-TP300	5297,2	5297,2	1	36,44	1,04	SIM
B-TA920-TP300	5288,92	5288,9	1	37,78	1,1	SIM
X-TA920-TP400	8850,83	8184,6	1,08	63,3	5,19	SIM
T-TA920-TP400	9111,93	8483,5	1,07	63,7	6,29	SIM
P-TI780-TP300	6653,85	6174	1,07	43,29	1,68	SIM
F-TI780-TP300	7515,44	6831,8	1,1	52,4	3,82	SIM
D-TI780-TP400	7136	6530	1,09	65,49	8,11	SIM
Z-TI780-TP400	7467,32	6880,1	1,08	69,88	11,97	NÃO

Nas Figuras 80 e 81 são mostrados os resultados do ensaio de tenacidade à fratura na condição de austenitização plena TA 920°C, nas temperaturas de 300°C e 400°C, respectivamente. E nas Figuras 82 e 83 são mostrados os resultados para a

austenitização intercrítica TI 780°C, nas temperaturas de 300°C e 400°C, respectivamente.

Figura 80: Curvas de carga *versus* deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 920°C e TP 300°C.

Figura 81: Curvas de carga *versus* deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 920°C e TP 400°C.

Figura 82: Curvas de carga *versus* deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 780°C e TP 300°C.

Figura 83: Curvas de carga *versus* deslocamento do ensaio de tenacidade à fratura para TA 780°C e TP 400°C.

Logo após a execução do ensaio de tenacidade à fratura os corpos de prova foram seccionados e preparados para a análise fratógráfica. A Figura 84 é uma macrografia da superfície de fratura da amostra T (TA 920°C, TP 400°C e 120 segundos).

Figura 84: Superfície de fratura após ensaio de tenacidade à fratura.

De acordo com Youngblood e Raghavan (1977), a temperatura de austenitização igual a 920°C resultou no melhor comportamento mecânico de tenacidade à fratura, assim como nos resultados obtidos nesse trabalho, mostrados na Tabela 20.

4.4 ANÁLISE DE FASES MAGNÉTICAS

Como estudo complementar, foi realizada neste trabalho a análise de fases por partículas magnéticas, através de ferritoscópio, sendo feitas 5 medições para cada condição de tratamento. O volume correspondente às porcentagens da fase magnética é apresentado nas Tabelas 21, 22, 23 e 24.

Apesar de não ser uma técnica atual, a análise de fases fornece resultados simples e diretos, para fins comparativos que indicam uma tendência, os resultados podem sofrer considerável alteração. A fração volumétrica da microestrutura magnética foi plotada em gráfico conforme Figura 85.

Tabela 21: Volume de fase magnética na condição TA920°C e TP300°C.

Condição:	Ferritoscopia (%)	
920°-300°-30"	Média:	74,75
	Mínimo:	69,00
	Máximo:	74,2
	Desvio Padrão:	1,7
920°-300°-60"	Média:	75,8
	Mínimo:	73,35
	Máximo:	77,59
	Desvio Padrão:	1,6
920°-300°-120"	Média:	77,40
	Mínimo:	75,70
	Máximo:	79,70
	Desvio Padrão:	1,4

Tabela 22: Volume de fase magnética na condição TA920°C e TP400°C.

Condição:	Ferritoscopia - (%)	
920° - 400° - 30"	Média:	67,64
	Mínimo:	64,70
	Máximo:	68,12
	Desvio Padrão:	1,34
920°-400°- 60"	Média:	64,11
	Mínimo:	62,47
	Máximo:	64,87
	Desvio Padrão:	1,26
920°-400°- 120"	Média:	60,50
	Mínimo:	60,30
	Máximo:	60,90
	Desvio Padrão:	0,19

Tabela 23: Volume de fase magnética na condição TI780°C e TP300°C.

Condição:	Ferritoscopia - (%)	
780°-300°-30"	Média:	83,71
	Mínimo:	80,33
	Máximo:	84,23
	Desvio Padrão:	1,2
780°-300°-60"	Média:	82,40
	Mínimo:	81,50
	Máximo:	83,00
	Desvio Padrão:	0,9
780°-300°-120"	Média:	81,70
	Mínimo:	80,67
	Máximo:	83,10
	Desvio Padrão:	0,78

Tabela 24: Volume de fase magnética na condição TI780°C e TP400°C.

Condição:	Ferritoscopia - (%)	
780°- 400°- 30"	Média:	66,2
	Mínimo:	65,40
	Máximo:	67,3
	Desvio Padrão:	0,57
780°- 400°- 60"	Média:	68,7
	Mínimo:	67,9
	Máximo:	69,2
	Desvio Padrão:	0,45
780°- 400°- 120"	Média:	72,60
	Mínimo:	71,60
	Máximo:	73,90
	Desvio Padrão:	0,8

Figura 85: Volume de fases magnéticas versus tempo de partição.

Através do ensaio de ferritoscopia é possível observar que para as condições TA920-TP400 e TI780-TP300 demonstraram a tendência decrescente no volume da fase magnética com o transcorrer dos tempos de partição.

Isso pode ser explicado pelo fato de, nessas condições, o volume de fase austenítica ter aumentado. As outras condições, TA920-TP300 e TI780-TP400, apresentaram tendência inversa, aumentando o volume de fases magnéticas ao longo dos tempos de partição.

4.5 ANÁLISES DE FASES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A seguir são apresentados nas Figuras 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92 e 93 os difratogramas obtidos através da difração de raios-X, indexados com as respectivas fases mais relevantes de acordo com as fichas cristalográficas (ANEXO 05) e varredura completa 2θ . Buscou-se encontrar e quantificar a austenita retida (ferro gama) presente nas amostras e também a fase ferrítica/martensítica.

Foram encontrados e quantificados quatro picos da austenita ($\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$, $\{311\}$) e quatro picos de ferrita/martensita ($\{110\}$, $\{200\}$, $\{211\}$, $\{220\}$).

Pode ser observado em todas as imagens que o pico mais intenso ocorreu em 52° , e que corresponde à martensita/ferrita, porém a austenita aparece em maior intensidade em $50,8^\circ$.

Realizou-se também um tratamento experimental feito em software específico, Crystallographica Search-Match®, que resultou nos valores mostrados nas Tabelas 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 e 32, cujas características de cada pico com ângulo de difração, distância cristalina interplanar, a intensidade e a largura são mostrados

Em todas as amostras nota-se pico bem definido da ferrita (ferro alfa), que cristaliza numa estrutura cúbica de corpo centrado e possui parâmetro de rede a igual a $2,866 \text{ \AA}$.

Figura 86: Difratoograma da amostra C (TA 920°C, TP 300°C, tempo de 30s).

Tabela 25: Características cristalográficas varredura DRX - amostra C.

2-Theta	D-Spacial	Intensidade	Largura pico
50.727	2.0882	69	0.665
52.293	2.0298	1641	0.449
59.493	1.8028	40	0.582
77.088	1.4355	118	0.606
99.567	1.1714	238	0.659
123.673	1.0146	47	0.680

Figura 87: Difratoograma da amostra B (TA 920°C, TP 300°C, tempo de 120s).

Tabela 26: Características cristalográficas varredura DRX - amostra B.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
52.312	2.0292	1249	0.492
59.626	1.7991	26	0.601
77.063	1.4359	79	0.663
99.597	1.1711	167	0.722
111.952	1.0793	9	0.472

Para os difratogramas das Figuras 86 e 87 na condição TA920°C-TP300°C, na amostra C de 30s, foi observado o pico mais intenso em 52,29°, com uma intensidade de 1641ua e largura de 0,449, que corresponde, provavelmente, à martensita, além dos picos da austenita em 50,72°, com intensidade de 69ua e largura de 0,665, e do pico em 59,49° com uma intensidade de 40ua e largura de 0,58. Para a amostra B de 120s o pico do ângulo de 52,312° obteve intensidade de 1249ua e largura de 0,492, enquanto que a austenita não apresentou o pico de 50,72°, mas no ângulo de 59,62° obteve uma intensidade de 26ua e largura de 0,60.

As Figuras 88 e 89 apresentam o difratograma para a condição TA920°C-TP400°C nos tempos de 30s e 120s, respectivamente. Para a amostra X no tempo de 30s, foi observado o pico mais intenso em 52,34° com intensidade de 1984ua e largura de 0,368 e picos identificados como austenita em 50,82° de intensidade de 432ua com largura de 0,383 e no ângulo de 59,369° com intensidade de 170ua e largura de 0,427.

Para a condição T no tempo de 120s foi observado o pico mais intenso em 52.363° com intensidade de 1266ua e largura de 0,383, para a austenita com pico em 50,87°, onde obteve uma intensidade de 366ua e largura de 0,385, além do pico em 59,42 com intensidade de 138 e largura de 0,454.

A condição de tratamento térmico com TA920°C-TP400°C obteve picos com maiores intensidades, porém com larguras de picos ligeiramente menores quando comparado com a condição TA920°C-TP300°C. O alargamento de pico é um indicativo de menor tensão residual a 400°C do que a 300°C.

Figura 88: Difratoograma da amostra X (TA 920°C, TP 400°C, tempo de 30s).

Tabela 27: Características cristalográficas varredura DRX - amostra X.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.820	2.0846	432	0.383
52.349	2.0278	1984	0.368
59.369	1.8062	170	0.427
77.084	1.4356	149	0.514
86.929	1.3003	9	0.402
89.104	1.2750	86	0.538
99.670	1.1705	301	0.531
110.389	1.0897	36	0.546
123.718	1.0144	40	0.433

Figura 89: Difratoograma da amostra T (TA 920°C, TP 400°C, tempo de 120s).

Tabela 28: Características cristalográficas varredura DRX - amostra T.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.873	2.0826	366	0.385
52.363	2.0273	1266	0.383
59.423	1.8047	138	0.454
73.582	1.4936	3	0.342
77.117	1.4351	103	0.568
89.099	1.2751	58	0.542
99.669	1.1705	217	0.577
110.685	1.0874	44	0.647
116.190	1.0537	4	0.350

As Figuras 90 e 91 estão relacionadas com os difratogramas obtidos para a condição de tratamento térmico com austenitização intercrítica TI780°C-TP300°C.

A amostra P com tempo de 30s de partição obteve o pico mais intenso em 52,34° com uma intensidade de 2083ua e largura de 0,369, com picos da austenita em 50,91°, com intensidade de 61ua e largura de 0,557 e em 59,58° com intensidade de 20ua e largura de 0,47.

Para a condição F com tempo de partição em 30s o pico mais intenso foi localizado no ângulo de 52,34°, que demonstrou maior intensidade dentre todas as condições analisadas com um pico de 2293ua e largura de 0,345, correspondente à ferrita. Os picos da austenita foram no ângulo de 50,97°, com intensidade de 48ua e largura de 0,537, e no ângulo de 59,61°, com uma intensidade bem baixa, de 9ua, e largura de 0,314.

Figura 90: Difratograma da amostra P (TI 780°C, TP 300°C, tempo de 30s).

Tabela 29: Características cristalográficas varredura DRX - amostra P.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.914	2.0810	61	0.557
52.350	2.0278	2083	0.369
59.585	1.8003	20	0.479
77.195	1.4338	196	0.437
99.734	1.1699	378	0.466
123.968	1.0132	86	0.535

Figura 91: Difratograma da amostra F (TI 780°C, TP 300°C, tempo de 120s).**Tabela 30: Características cristalográficas varredura DRX - amostra F.**

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.974	2.0787	48	0.537
52.344	2.0280	2293	0.345
77.151	1.4345	236	0.411
99.689	1.1703	406	0.435

Nas Figuras 92 e 93 são apresentados os difratogramas indexados para a condição inicial intercrítica TI780°C-TP400°C, nos tempos de 30s e 120s, denominadas amostras D e Z, respectivamente.

A amostra D apresentou o pico mais intenso para a fase ferrítica em 52,36°, com intensidade de 1988ua e com largura de pico de 0,334Å, e para a fase

austenítica em $50,87^\circ$, com intensidade de pico de 314ua e com largura de 0,499, e no ângulo de $59,41^\circ$ com intensidade de 107ua e largura de 0,432.

Para a condição intercrítica existe o surgimento de outros picos em ângulos acima de 100° e o aparecimento de mais fases, como, por exemplo, no ângulo de $110,97^\circ$, onde foi identificada a fase austenítica, com altura média de pico de 22ua e largura de 0,46, e no ângulo de $123,91^\circ$ a presença da fase ferrítica de intensidade 85ua com largura de 0,553.

Figura 92: Difratograma da amostra D (TI 780°C, TP 400°C, tempo de 30s).

Tabela 31: Características cristalográficas varredura DRX - amostra D.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.870	2.0827	314	0.499
52.364	2.0273	1988	0.334
59.410	1.8051	107	0.432
77.150	1.4345	223	0.420
89.119	1.2748	48	0.500
99.724	1.1700	434	0.441
110.968	1.0856	22	0.463
123.915	1.0135	85	0.553

Pelo fato de a condição TI780-TP400, no tempo de 120s de partição, se apresentar com matriz ferrítica e menor dureza é possível constatar que os picos referentes à fase ferrítica são mais intensos e com a menor largura dentre todas as

condições de processamento térmico avaliadas.

Para essa condição tem-se o pico com maior intensidade para a fase ferrítica, no ângulo de $52,35^\circ$ e intensidade de 2047ua na largura de $0,333\text{\AA}$, e a austenita mais intensa no ângulo de $50,81^\circ$ com intensidade de 274ua na largura de $0,494\text{\AA}$, além dos picos em $110,33^\circ$ e 117° também referentes às fases austeníticas.

Figura 93: Difratograma da amostra Z (TI 780°C, TP 400°C, tempo de 120s).

Tabela 32: Características cristalográficas varredura DRX - amostra Z.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacial</i>	<i>Intensidade</i>	<i>Largura pico</i>
50.811	2.0849	274	0.494
52.354	2.0276	2047	0.333
59.330	1.8073	107	0.421
77.126	1.4349	238	0.424
89.007	1.2761	59	0.457
99.672	1.1705	476	0.450
110.333	1.0898	20	0.386

De modo geral, os difratogramas apresentaram picos característicos de angulação similares de acordo com cada condição de processamento térmico estudado, variando a intensidade e a largura, transcorrido o tempo de partição. Foi

identificada uma condição específica para os tratamentos submetidos à austenitização plena, que exibiram picos mais largos e com intensidades menores para os ângulos de difração da martensita/ferrita, quando comparado com a austenitização intercrítica.

A amostra B (condição TA920-TP300 com 120s de partição), Figura 87, apresentou maior quantidade de martensita, com pico mais intenso da martensita/ferrita em $52,31^\circ$. Foi o tratamento que resultou em maior largura de pico dentre todas as condições de $0,492\text{\AA}$, o que indica a presença de microestrutura nobre.

Após análise dos difratogramas, observa-se que o pico mais intenso encontrado para a austenita foi para com a amostra X (condição TA920-TP400-30s), como se observa na Figura 88 e na Tabela 27, no ângulo de $50,82^\circ$, com intensidade média de 432ua e largura de $0,383\text{\AA}$.

As intensidades diferentes podem retratar possíveis distorções na rede cristalina, sendo que as intensidades são afetadas por átomos, mas a largura máxima do pico na intensidade média (FWHM) depende das tensões residuais e presença de defeitos cristalinos.

Há possibilidade de existência de sub-fases e carbonetos $M_{23}C_6$, porém não foram encontrados em quantidade suficiente para gerar picos específicos a ponto de serem identificados. A existência de carbonetos pode ser comprovada pelas imagens obtidas por MEV e até na microscopia óptica.

Na Figura 94 é apresentada a tela do software MAUD[®] utilizado para refinamento dos dados através do método proposto por Rietveld.

Figura 94: Tela do software MAUD utilizado para refinamento Rietveld

Após a etapa de refinamento Rietveld, obtido através dos difratogramas coletados, as frações volumétricas de fases presentes foram computadas e apresentam-se nas Figuras 95 e 96, cujas condições são para o tempo de partição em 30s.

Figura 95: Fração volumétrica de fases para os tratamentos térmicos com tempo de partição em 30s.

Na Figura 95 é possível certificar-se do volume de fases para todas as condições de austenitização plena e intercrítica com o tempo de partição em 30s. Neste caso, nota-se que a condição de austenitização plena de 920°C com partição em 300°C apresentou o maior volume de martensita, onde obteve 90% do volume total de fases.

Para a austenitização plena de 920°C com partição em 400°C foi encontrado o maior volume para a austenita, com volume superior a 23%, mas também um dos menores volumes para a fase martensítica. A austenitização intercrítica em 780°C, resultou obviamente em maior volume de fases para a ferrita, onde a partição em 300°C alcançou o menor volume para a martensita, e a partição em 400°C obteve o menor volume de austenita residual ou retida.

Figura 96: Volume de fração de fases para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 30s.

As Figuras 97 e 98 dizem respeito ao volume de fases calculado por refinamento Rietveld para todas as condições de processamento térmico com tempo de partição em 120s.

Figura 97: Volume de fração de fases detalhado para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 120s.

A Figura 97 mostra o volume de fases detalhado com a separação das fases ferríticas (CCC - TCC). Comparando as Figuras 95 e 97, que possuem a

mesma situação inicial de austenitização plena, para os resultados obtidos no tempo de partição em 30s, nota-se que o tempo de partição de 120s resultou em maior quantidade do volume de fases para a fase ferrítica, enquanto que para a austenitização intercrítica ocorreu o inverso, no qual houve diminuição do volume desta fase com o aumento do tempo de partição.

Figura 98: Volume de fração de fases para os tratamentos térmicos com tempos de partição em 120s.

De acordo com as Figuras 96 e 98, ainda confrontando os dois extremos dos tempos de partição, o volume da fase austenítica (Fe-CFC) em 120s conferiu, na maioria dos casos aumento acentuado deste volume quando comparado ao tempo de partição em 30s.

4.6 ANÁLISES MICROESTRUTURAIS VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a caracterização microestrutural via MEV, foi realizado ataque com Nital 2% por alguns segundos, porém como a dureza varia de acordo com o tratamento foi necessário variar também o tempo de ataque.

As imagens selecionadas para análise microestrutural referem-se às amostras expostas à temperatura de partição nos tempos de 30 e 120 segundos.

Na primeira rota examinada, TA 920-TP300, têm-se a Figura 99 e a Figura 100, nos tempos de 30 e 120 segundos, respectivamente. Em ambos os tempos de partição as imagens demonstram uma microestrutura multifásica.

É nítida a presença predominante de colônias de martensita em ripas aciculares finamente dispersas, de alguns sítios distribuídos de martensita em placa, além de misturas complexas de bainita inferior e bainita coalescida. Nota-se a presença de pequenas quantidades de austenita remanescente para esta rota.

Figura 99: Micrografias para as condições C-920-300-30s (esq.) e B-920-300-120s (dir.).

Figura 100: Micrografias para as condições C-920-300-30s (esq.) e B-920-300-120s (dir.).

Para a condição TA920-TP300-30s é possível verificar uma quantidade muito pequena de precipitados (Figura 99-esq.). Para a mesma condição com tempo

de partição em 120s (Figura 100-esq.) verifica-se maior presença de pacotes de martensita em placas e ripas mais agudas e refinadas, com menor existência de bainita coalescida.

Figura 101: Micrografias para as condições X-920-400-30s (esq.) e T-920-400-120s (dir.).

Figura 102: Micrografias para as condições X-920-400-30s (esq.) e T-920-400-120s (dir.).

Para a condição de temperatura de austenitização plena e temperatura de partição em 400°C, (Figura 101 e Figura 102), é possível notar a predominância da microestrutura martensítica em ripas, porém com aspecto revenido em formato acicular mais grosseiro. Existem também colônias de microestrutura bainítica,

regiões de martensita em placa e pequenas ilhas de austenita retida/martensita, evidenciando uma microestrutura multifásica e mista.

O tratamento térmico com austenitização plena e partição em 400°C, no tempo de partição de 120s, resultou o melhor comportamento mecânico dentre todas as condições, o que corrobora com a microestrutura. Esta condição basicamente apresenta uma microestrutura de martensita revenida em ripas, com acentuada fração de austenita, e menores quantidades e tamanhos de bainita coalescida.

Figura 103: Micrografias para as condições P-780-300-30s (esq.) e F-780-300-120s (dir.).

Figura 104: Micrografias para as condições P-780-300-30s (esq.) e F-780-300-120s (dir.).

Na Figura 104, austenitização intercrítica e partição em 300°C, é possível

notar, em todas as micrografias, a presença de precipitados nodulares de aparência mais clara, dispersos por toda região da amostra, tanto na matriz quanto em subestruturas. O círculo disposto na micrografia à direita da figura indica região com maior concentração de precipitados

Como forma investigativa e buscando dirimir questões quanto à composição nos precipitados das amostras com austenitização intercrítica e de forma mais intensa quando particionados em 300°C foi realizada a análise de energia dispersiva – EDS em microscópio eletrônico. Apesar de haver bolha ou zona de interação criada pelo feixe de elétrons, buscou-se obter um parâmetro de possibilidades para as composições químicas dos precipitados que possuem a medida média aproximada de 500nm.

A Figura 105 refere-se à micrografia no aumento de 20.000x da amostra na condição TI780-TP300-120s. É possível notar os precipitados mais claros à esquerda e à direita os pontos identificados para a análise de EDS.

Figura 105: Micrografia usada para análise de precipitados por microscopia eletrônica de varredura.

As Figura 106 e Figura 107 referem-se aos os gráficos das análises de EDS correspondentes aos pontos A, B, C e D identificados, contendo legenda dos resultados obtidos. De acordo com os resultados encontrados nos pontos que incidem sobre os precipitados (B e D) é possível verificar a presença do elemento manganês (Mn) como principal elemento que o diferencia em relação ao ponto A de referência.

Figura 106: Gráficos de EDS para condição TI780-TP300°C, pontos A e B.

Figura 107: Gráficos de EDS para condição TI780-TP300°C, pontos C e D.

Para a rota de austenitização intercrítica com partição em 400°C e tempo de partição em 120s, também foi realizada análise de EDS nas partículas precipitadas, porém este tratamento possui menor quantidade de precipitados quando comparado com a temperatura de partição em 300°C, na qual ocorreu de maneira generalizada.

Na Figura 108 é possível observar que os precipitados estão concentrados na ferrita intercrítica e que apresentou o mesmo *spectrum* dos elementos químicos presentes para a temperatura de partição em 300°C.

Figura 108: a) Imagem de MEV para a condição T1780-TP400-120s, b) identificação dos pontos precipitados.

As Figuras 109 e 110 mostram as imagens de MEV para o tratamento intercrítico com partição em 400°C, onde é possível notar presença da ferrita intercrítica com acentuada presença de bainita superior, pequenas colônias de martensita e ilhas de austenita.

Figura 109: Micrografias (2980x) para as condições D-780-400-30s (esq.) e Z-780-400-120s (dir.).

Figura 110: Micrografias (5970x) para as condições D-780-400-30s (esq.) e Z-780-400-120s (dir.).

4.7 ANÁLISE MICROESTRUTURAL - EBSD

Esse estudo teve como objetivo melhor entendimento das características microestruturais intrínsecas como: orientação cristalográfica, morfologia, reconstrução do contorno de grão austenítico, além de determinar a fração volumétrica de fases presentes na área de análise.

Dentre as rotas de processamento estabelecidas de austenitização plena (920°C) e intercrítica (780°C), optou-se pelas condições de partição (300°C e 400°C) com tempo transcorrido em 120s, por apresentarem melhor comportamento mecânico e a expectativa elucidar a particular microestrutura. Para a condição de austenitização intercrítica foram feitas várias tentativas de análise, porém não foram obtidos resultados satisfatórios.

A Figura 111 mostra o mapa de orientação cristalográfica para a amostra B, na condição TA920-TP300-120s, com legenda de figura de pólo inversa à direita da imagem.

Figura 111: Amostra B: a) Mapa de orientação cristalográfica; b) Figura de pólo

A Figura 112 mostra, também para a amostra B, o mapa de fases de cada microestrutura de acordo com a indexação (fichas cristalográficas ICSD: 53802 para Ferrita, 108132 para Austenita, 76826 para carbeto na martensita e a CIF: 441293 para a Martensita) e a legenda de identificação na escala de cores. Foi feita também uma imagem destacando apenas as fases austenítica (CFC) e ferrítica (CCC + TCC), conforme se visualiza à direita da Figura 112.

Para a condição B (TA920-TP300-120s), o volume da fase de ferrita corresponde a 54,5% e o volume de fase de martensita a 44%, com pequeno volume de fase austenítica, 1,6%. A amostra B possui um balanço de fases bem próximo aos da ferrita e martensita. Nota-se a presença da austenita retida em pequenas ilhas situadas nos limites do grão, próximo à martensita, e entre placas lenticulares de ferrita.

Figura 112: Mapa de fases EBSD da amostra B, condição TA920-TP300-120s.

Após tratamento em software específico, também foi possível obter uma imagem (Figura 113) destacando o delineamento do contorno de grão austenítico da amostra B.

A legenda do ângulo de orientação indica, na cor azul, um contorno de grão de alto ângulo (15° a 62°), o que significa a recristalização do material, num total de 49% da imagem coletada. Para a legenda de cor vermelha tem-se o contorno de grão de baixo ângulo (2° a 15°), indicando a presença de sub-grãos sem a recristalização.

Figura 113: Mapa dos contornos de grão na amostra B, condição TA920-TP300-120s.

Em se tratando de delineamento do contorno de grão, Ayer e Machmeier (1993) analisaram um aço de alta resistência e baixa liga utilizando microscopia eletrônica. Os autores verificaram que a martensita tipo placa, *plate martensite*, é uma martensita de baixo carbono pelo fato de apresentar contornos de alto ângulo. O contorno de grão de baixo ângulo além de indicar que não houve recristalização total, indica também que no momento da transformação martensítica o ferro sofreu deformação.

Na Figura 114 mostra-se o gráfico do tamanho de grão da austenita, medido em área micrométrica, em que se obteve uma área média igual a $0,205 \mu\text{m}^2$.

Figura 114: Tamanho de grão, em área, da austenita presente na amostra B.

A Figura 115 refere-se ao mapa de orientação cristalográfica da amostra T, na condição TA920°C-TP400°C e tempo de partição de 120s. A Figura 116 refere-se ao mapa de fases na mesma condição de tratamento térmico (TA920°C-TP400°C-120s), na Figura 116 à direita as fases unificadas (Fe TCC + CCC) na cor verde e a na cor vermelha a austenita (Fe - CFC).

Figura 115: Mapa de orientação cristalográfica da amostra T (TA920-TP400-120s).

Figura 116: Mapa de fases EBSD da amostra T, condição TA920-TP400-120s.

Na análise do contorno de grão da amostra T, Figura 117, verificou-se que a amostra se encontra 93% recristalizada, justificado pela análise de contorno de alto ângulo, e que menos de 7% se encontra em condição de baixo ângulo não cristalizado.

O tamanho de grão austenítico foi de $0,0991325 \mu\text{m}^2$ (Figura 118).

Figura 117: Mapa dos contornos de grão na amostra T, condição TA920-TP400-120s.

Figura 118: Tamanho de grão, em área, da austenita presente na amostra T.

Para elucidar a fundo outras peculiaridades microestruturais em escala nominal nanométrica, foi realizada a análise por microscopia eletrônica de transmissão com campo claro e campo escuro e difração de elétrons, conforme será visto na sequência.

4.8 ANÁLISE MICROESTRUTURAL VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A microscopia eletrônica de transmissão MET foi utilizada por possuir maior resolução espacial se comparada à técnica de MEV, e com o objetivo de detalhar a microestrutura em escala nanométrica, evidenciar a morfologia, identificar possíveis precipitados e caracterizar intrinsecamente cada rota estabelecida nos tempos de partição em 120s.

Na Figura 119 é possível visualizar as imagens obtidas via MET, de campo claro e campo escuro, da amostra B (tratamento térmico TA920°C-TP300°C-120s). Verifica-se a presença de bainita e agulhas de cementita dispersas na matriz.

Figura 119: Imagem MET da amostra B, tratamento TA920°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro.

Outras imagens da amostra B (Figura 120) revelam, no campo claro, a presença de martensita em ripas.

Figura 120: Imagem MET da amostra B, tratamento TA920°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro.

A Figura 121 refere-se à imagem de MET da amostra T, na condição TA920°C-TP400°C-120s. Para esse tratamento é possível verificar a formação de plaquetas mais delgadas de ferrita e na região difratada a maior concentração de discordâncias, o que pressupõe ser a fase martensítica ou bainítica.

Figura 121: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração de martensita em ripas.

Outra área analisada da amostra T pode ser vista na Figura 122, onde a) corresponde à área selecionada para difração, destacada com círculo vermelho, b) é o campo escuro da região difratada e c) a difração de elétrons, com indexação sugerida como sendo a fase ferrita no eixo de zona [3 2 5].

Figura 122: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração no eixo de zona [3 2 5].

A fim de mapear a orientação cristalográfica das fases, foi utilizado, neste trabalho, o microscópio eletrônico de transmissão com sistema acoplado de alta resolução, cuja interface ASTAR/DigiSTAR foi desenvolvida pela NanoMEGAS. Na Figura 123(b) observa-se a presença de ferrita na cor vermelha e austenita retida em pequenas ilhas na cor verde.

Figura 123: Imagem MET da amostra T, tratamento TA920°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) mapeamento de fases; c) orientação cristalográfica.

O tratamento térmico com austenitização intercrítica da amostra F, na condição TI780°C-TP300°C-120s, é mostrado na Figura 124. Analisando as imagens constata-se, na imagem de campo claro, a presença de austenita retida em pequenas ilhas, blocos e filmes finos. A difração obtida, item c, foi indexada como Fe-CFC no eixo de zona [1 1 1].

Figura 124: Imagem MET para o tratamento T1780°C-TP300°C-120s, amostra F. a) Imagem do campo claro. b) campo escuro e c) difração no eixo de zona [1 1 1]

Ao selecionar nova área de análise, obtêm-se as imagens da Figura 125 para a amostra F. Há a presença de discordâncias por toda imagem, vistas no campo claro (a). A difração obtida (c) foi indexada como ferrita (Fe- α) no eixo de zona [2 1 2].

Figura 125: Imagem MET da amostra F, tratamento T1780°C-TP300°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração Fe- α no eixo de zona [2 1 2].

A outra amostra avaliada no tratamento térmico com austenitização intercrítica, T1780°C-TP400°C-120s, foi a Z (Figura 126). O ponto branco na imagem de campo claro (a) representa a área selecionada para a difração, onde se notam pequenos precipitados na matriz na forma de bastonetes, destacados no círculo amarelo, e possivelmente cementita nodular de esferoidização, círculo verde. A difração obtida foi indexada como Fe-TCC no eixo de zona [2 2 1].

Figura 126: Imagem MET da amostra Z, tratamento T1780°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) campo escuro; c) difração no eixo de zona [2 2 1].

O mapeamento da orientação cristalográfica da amostra Z (Figura 127) revelou presença de ferrita (cor vermelha) e austenita retida na forma de placas (cor verde).

Figura 127: Imagem MET da amostra Z, tratamento T1780°C-TP400°C-120s: a) campo claro; b) mapeamento de fases; c) orientação cristalográfica.

4.9 ANÁLISES FRATOGRÁFICAS

Para analisar os modos de fratura atuantes no material, realizou-se um estudo macroscópico e microscópico das superfícies de fratura. As imagens foram produzidas a partir dos corpos de prova rompidos nos ensaios mecânicos de resistência à tração e tenacidade à fratura K_{IC} .

Na superfície analisada notam-se duas regiões com características destacadas, a região cisalhada e a região fibrosa. A região cisalhada está localizada nas extremidades do corpo de prova e forma as bordas ou lábios de cisalhamento,

sendo caracterizada por atuar o estado plano de tensões. A região fibrosa compreende toda a superfície de propagação da trinca e pode apresentar o fenômeno do tunelamento. O micromecanismo de falha predominante nessa região é o coalescimento de microcavidades (dimples).

O aspecto geral das superfícies analisadas traduz-se ao comportamento misto do modo de falha, com presença, em maior parte, do aspecto dúctil com microcavidades (*dimples*) variando a ocorrência e também aspectos característicos de fragilidade através dos planos cristalográficos de clivagem ou quase-clivagem, qualificando-as conforme as condições expostas.

As Figuras 128, 129, 130 e 131 são fratógrafias das amostras B, T, F e Z, respectivamente, obtidas das superfícies fraturadas dos corpos de prova rompidos no ensaio de tração. Em todos os casos, a imagem a) refere-se à visualização macroscópica da amostra e a imagem b) à respectiva visualização microscópica.

A seta vermelha, localizada na imagem macroscópica da Figura 128, indica a origem da propagação da trinca, provavelmente inclusão não-metálica. É possível observar a pequena região de cisalhamento na borda da amostra.

Foi uma das condições analisadas mais frágeis, apresentando aspecto planar em grande parte da superfície de fratura. Já na imagem microscópica observa-se uma pequena quantidade de alvéolos ou coalescimento de microcavidades, prevalecendo o modo de fratura por quase-clivagem ou frágil.

Figura 128: Fratógrafia do ensaio de tração na condição TA920°C-TP300°C-120s, amostra B: a) macroscópica; b) microscópica.

Na imagem macroscópica da Figura 129 observa-se uma borda de cisalhamento acentuado e grosseira, sendo a maior entre os tratamentos estudados, o que revela um comportamento essencialmente dúctil. A região fibrosa apresenta aspecto sinuoso do caminho percorrido para a trinca e a região central do corpo de prova como início de propagação da trinca. Na imagem microscópica nota-se uma grande quantidade de pequenas e rasas microcavidades coalescidas, prevalecendo o modo de fratura transgranular de modo dúctil.

Figura 129: Fratografia do ensaio de tração na condição TA920°C-TP400°C-120s, amostra T: a) macroscópica; b) microscópica.

As Figuras 130 e 131 estão relacionadas com a análise fratógráfica para a condição de austenitização intercrítica. Na Figura 130, amostra F, é possível constatar o aspecto fibroso com destacamento do material durante o processo de fratura e o início de propagação na extremidade inferior da amostra, em lado oposto à pequena região de borda cisalhada. Isso comprova a baixa ductilidade nessa condição.

Na imagem microscópica verifica-se uma grande quantidade de microcavidades com o tamanho um pouco maior daquelas até então exibidas, com algumas regiões de planos de clivagem.

Figura 130: Fratografia do ensaio de tração na condição TI780°C-TP300°C-120s, amostra F: a) macroscópica; b) microscópica.

A imagem macroscópica da Figura 131, amostra Z, exibe considerável borda de cisalhamento uniforme e destacada. A região de propagação da trinca apresenta uma topografia sinuosa e acentuada com aspecto fibroso. Na imagem microscópica da fratura é possível observar enorme quantidade de microcavidades coalescidas, de pequenos e rasos diâmetros.

Figura 131: Fratografia do ensaio de tração na condição TI780°C-TP400°C-120s, amostra Z: a) macroscópica; b) microscópica.

As Figuras 132, 133, 134 e 135 são fratógrafias das amostras B, T, F e Z, respectivamente, obtidas das superfícies fraturadas dos corpos de prova rompidos no ensaio de tenacidade à fratura K_{IC} . As Figuras 132 e 133 representam as fratógrafias para austenitização plena e as Figuras 134 e 135 referem-se à austenitização intercrítica.

Analizando a imagem macroscópica da Figura 132 observa-se que a amostra apresenta desprezível borda cisalhante e região de pré-trinca com pouco tunelamento, o que representa baixa ductilidade e região de propagação de trinca fibrosa.

A imagem microscópica mostra-se com pequenas regiões de microcavidades coalescidas, prevalecendo comportamento frágil e modo de fratura de quase-clivagem para a amostra B.

Figura 132: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TA920°C-TP300°C-120s, amostra C: a) macroscópica; b) microscópica.

Na Figura 133 fica evidenciado comportamento oposto ao citado anteriormente, ou seja, a imagem macroscópica da amostra T revela borda de cisalhamento (shear lips) destacável e pré-trinca em fadiga com maior tunelamento. Na imagem microscópica notam-se pequenos vazios em meio às microcavidades coalescidas de pequeno tamanho e regiões localizadas de clivagem, o que corrobora o modo misto de fratura para essa situação.

Figura 133: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TA920°C-TP400°C-120s, amostra T: a) macroscópica; b) microscópica.

Na macrografia apresentada na Figura 134, amostra F, observa-se ausência de bordas de cisalhamento, pré-trinca com pouco tunelamento e região de propagação de trinca de aspecto plano. Já na micrografia é possível notar a presença de “dimples” de tamanho muito pequeno localizados em determinadas regiões, alternando com os planos de clivagem.

Figura 134: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição TI780°C-TP300°C-120s, amostra F: a) macroscópica; b) microscópica.

A Figura 135, amostra Z, mostra na imagem macroscópica a presença considerável de bordas de cisalhamento (shear lips), acentuado tunelamento da pré-trinca em fadiga e região de propagação da fratura com aspecto fibroso e sinuoso. A imagem microscópica demonstra a presença de pequenos e rasos coalescimentos de microcavidades em formato equiaxial distribuídos por toda amostra.

Figura 135: Fratografia do ensaio de tenacidade à fratura na condição T1780°C-TP400°C-120s, amostra Z: a) macroscópica; b) microscópica.

5. CONCLUSÕES

Neste cenário atual que exigem meios de transporte mais eficientes e seguros as empresas de engenharia enfrentam o desafio de buscar materiais mais resistentes e tenazes. O aço 300M associado ao tratamento de têmpera e partição realizado em banho de sais pode atender a essa necessidade diante dos resultados encontrados nesta pesquisa.

O objetivo desse trabalho foi alcançado, sendo possível obter uma microestrutura multifásica complexa, com a presença de microconstituintes dúcteis e frágeis com frações significativas de austenita retida.

Os resultados dos ensaios mecânicos de caracterização atenderam ao desempenho esperado variando do mais tenaz ao mais frágil, nos casos em que superou os tratamentos convencionais de têmpera e duplo revenimento.

Após a finalização de toda experimentação e considerações científicas pode-se concluir que:

- O processamento térmico por têmpera e partição (T&P) possui maior homogeneidade microestrutural com menor tempo de processo, possibilitando excelentes propriedades e com tempos de processamento mais rápido em relação ao tratamento térmico convencional de têmpera e duplo revenimento;
- O aço 300M fornece as propriedades mecânicas necessárias para projetos de engenharia, com excelente resistência ao impacto diante de altas taxas de deformação, superando o tratamento convencional, e com tempo de processo 90% menor;
- A microestrutura multifásica, obtida para todas as rotas estabelecidas, associa as fases martensita em ripas, ferrita poligonal e acicular para a rota intercrítica, bainita inferior e superior, além de elevados teores de austenita retida na austenitização plena;

- A condição de austenitização plena à 300°C de partição resulta em maior limite de resistência à tração, sendo superior à 2200MPa, porém apresenta baixa ductilidade;
- Diferentemente da condição de austenitização à 300°C de partição, a condição à 400°C se destaca pelo alto valor de tenacidade à fratura (65MPa. $\sqrt{m}$);
- A condição inicial de austenitização intercrítica à 400°C de partição demonstra excelente ductilidade e alongamento, apesar da queda da resistência mecânica;
- Os grãos refinados com inúmeros sítios de discordâncias entre as fases martensita e bainita e ferrita em forma de agulhas aumentaram a resistência mecânica (2272MPa) e baixa tenacidade quando o aço foi particionado em 300°C (11 J e 35 MPa. $\sqrt{m}$);
- A quantificação da austenita retida, por métodos magnéticos, mostrou-se bastante eficaz e coerentes com outros resultados obtidos na literatura (Tomita e Okawa - 1993);
- O particionamento em 300°C não conduz a um enriquecimento eficiente de carbono na austenita. Isso pode ser devido à menor cinética de particionamento e à formação de carbonetos;
- A ocorrência de precipitação de carboneto durante a partição em 300°C na temperatura de austenitização intercrítica é observada em todos os tempos de partição;
- Com exceção da condição TA920°C-TP400°C, todas as demais apresentaram maiores frações de austenita retida conforme aumento no tempo de partição;

- A condição TA920°C-TP400°C foi a que apresentou maior volume de austenita retida em relação a demais rotas (superior a 23%), exibindo morfologia de austenita equiaxial;
- Os resultados de tenacidade à fratura (K_{IC}) na flexão foram 85,7% superiores aos do tratamento convencional com revenimento simples, encontrados na literatura, porém quando comparado com a têmpera sob vácuo e duplo revenimento, os resultados conseguiram se equiparar, mas com resistência mecânica menor;
- Na análise das superfícies de fratura, as condições TA920°C-TP400°C e TI780°C-TP400°C apresentaram regiões acentuadas de bordas de cisalhamento, indicando excelente deformação plástica, sendo maior para a última condição;
- As superfícies de fratura das condições TA920°C-TP300°C e TI780°C-TP300°C apresentaram desprezíveis regiões de cisalhamento, exibindo essencialmente uma fratura frágil;
- A fratografia revelou que as amostras de comportamento mais dúctil (TA920°C e TI780°C com TP 400°C) têm quantidade significativa de pequenos *dimples*. Já nas condições com TP 300°C a fratura foi mista, mostrando regiões de *dimples* localizados associados a planos de clivagem ou quase-clivagem predominantes;
- A análise via MET foi determinante para revelar, em maiores aumentos, as subestruturas das amostras estudadas.

Em suma, como resultado da experimentação, é possível melhorar o desempenho do aço 300M por meio do tratamento de têmpera e partição em banho de sais aqui desenvolvido.

O tratamento térmico nas condições plena e intercrítica revela-se promissor, com expectativa de uso em diversos tipos de indústrias: automotivas, petroquímicas, aeroespaciais, de máquinas e equipamentos, sem que haja necessidade de grandes investimentos, com benefício de melhor uniformidade microestrutural e comportamento mecânico, além do menor tempo no processo em relação ao tratamento convencional de têmpera e duplo revenimento.

6. SUGESTÕES PARA PROSSEGUIMENTO DA PESQUISA

- Variar a temperatura de têmpera para limites superiores e inferiores ao utilizado;
- Aumentar ligeiramente os tempos de particionamento e trabalhar com tempos mais discrepantes;
- Operar com temperaturas de partição mais elevadas em 350°C e 450°C;
- Realizar o processamento térmico de têmpera e partição em apenas uma (01) etapa.
- Analisar através do ensaio de tração a caracterização do comportamento da curva de escoamento, na região de deformação plástica, visando o obter o valor do expoente de encruamento, que irá acrescentar ao entendimento do processo de enriquecimento e homogeneização da austenita.
- Explorar o uso dos métodos de ruído magnético de Barkhausen (MBN), para detectar a transformação de fase da austenita para a martensita durante o resfriamento.
- Emprego de microscopia de força atômica para avaliar a possibilidade de mensurar as propriedades mecânicas das fases presentes utilizando medidas de nanodureza.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AARONSON, H.I.; REYNOLDS, JR. W.T.; SHIFLET, G.J.; SPANOS, G. (1990). Bainite Viewed Three Different Ways. **Metallurgical Transactions A**, Pittsburgh, v. 21A, p. 1343–1380, 1990.

ADACHI, Y.; UNJOH, S. (2000). Seismic damage sensing technology of intelligent structures using self-diagnosis material. **Proc. Of JSCE Annual Conference**, v.1, B 253, p. 506-507, 2000. (in Japanese).

ANDERSON, T. L. (1995). **Fracture mechanics: fundamentals and applications**. e. 2. New York: CRC, 1995.

ANDREWS, K.W. (1965). Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. **Journal of the Iron and Steel Institute**, p. 721-727, 1965.

ANAZAWA, R.M. (2007). **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica**. 2007. 193f. Tese (Doutorado em Projetos e Materiais). Departamento de Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

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 Aplicações de Vácuo**, Rio de Janeiro. v. 27, n. 1, p. 19-23, 2008.

ANAZAWA, R. M.; ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M. S. (2012). Estudo comparativo das propriedades mecânicas em aços 4340 e 300M submetidos a tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Rio de Janeiro. v. 31, n. 1-2, p. 32-37, 2012.

ARAÚJO, A. L. A. (2016). **Effects of microalloying on hot-rolled and cold-rolled Q&P steels**. 2016. Thesis (Master of Science - Metallurgical and Materials Engineering). Faculty and the Board of Trustees, Colorado School of Mines, Colorado, 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM E975-00: Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation**, vol. 03.01, ASTM Book of Standards, West Conshohocken, PA, United States, 2004.

_____. **ASTM E18: Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**. United States, 2014.

_____. **ASTM E399-90: Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials**. United States, 1997.

_____. **ASTM E3-11**: Standard guide for preparation of metallographic specimens. p. 1-11, United States, 2017.

_____. **ASTM E23-02a**: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. p. 158-184, United States, 2004.

_____. **ASTM E92-82**: Standard test method for Vickers hardness of metallic materials. p. 245-253, United States, 2003.

_____. **ASTM E8M-04**: Standard test methods for tension testing of metallic materials. p. 62-109, United States, 2008.

_____. **ASTM E975-03**: Standard practice for X-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation. p.753-759, United States, 2008.

ASM Handbook. (1996). **Fatigue and Fracture**. ASM International, v. 19, p. 378-388, 1996.

_____. (2001). **Heat Treating**. ASM International, v. 4, p. 777-779, 2001.

BAIN, E. C.; PAXTON, H. W.. **Alloying Elements in Steel**. ASM, Metals Park, OH, 1966.

BARRAGAN, R. S. M. (2016). **Estudo do comportamento mecânico, em fadiga e tenacidade à fratura do aço 300M temperado com duplo revenimento**. 2016. 170f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

BENTO, E. A. P. (2015). **Influência dos parâmetros de tratamento térmico pós-soldagem nas propriedades mecânicas e na microestrutura de um tubo da liga ASTM A 335 P91(9Cr1Mo)**. 2015. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

BHADESHIA, H. K. D. H. (1992). **Bainite in Steels**: transformations, microstructure and properties. The Institute of Materials, 451p. London, 1992.

_____. (2006). Bainitic bulk-nanocrystalline steel. In: International Conference on Advanced Structural Steels. 3, 2006. **Anais...** Gyeongju, Korea. 3rd International Conference on Advanced Structural Steels. Korean Institute for Metals, 2006.

_____. (2012). Steels for bearing. **Progress in Materials Science**. v. 57, p. 268–435, 2012.

BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The mechanism of bainite formation in steels. (1980). **Acta Metallurgica**. v. 28, p. 1265-1273, 1980.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. (2006). **Steels Microstructure and Properties**. Butterworth-Heinemann, Oxford. e. 3, p. 74, 2006.

BRAMFITT, B. L.; SPEER, J. G. (1990). **Metallurgical Transactions A**, v. 21A, p. 817. 1990.

BLECK, W.; LAVOUR, P.; BAUNER, A. (2005). High Strain Rate Tensile Testing of Modern Car Body Steel. **Materials Forum**, v. 28, 2005.

BOULLAY, P.; LUTTEROTTI, L.; CHATEIGNERA, D.; SICARD, L. (2014). Fast microstructure and phase analyses of nanopowders using combined analysis of transmission electron microscopy scattering patterns. **Acta Crystallographica**, Section A Foundations and Advances. ISSN 2053-2733, 2014.

CABALLERO, F. G. (2012). Carbide-free bainite in steels. **Phase Transformations in Steels**. Chapter 12, p. 436-467. Pereloma. E., Edmonds, D. V. eds.; Woodhead Publishing: Cambridge, UK. 2012.

CAMPBELL, F.C. **Manufacturing technology for aerospace structural materials**. Missouri: Elsevier, 2006.

CARDOSO, A. S. M.; ABDALLA, A. J.; REIS PEREIRA BAPTISTA, C. A.; DE LIMA, M. S. F. (2014). Comparison of High Cycle Fatigue in 4340 and 300M Steel Welded with Fiber Laser. **Advanced Materials Research**, v. 891-892, p. 1507-1512, 2014.

CARVALHO, S. M.; LIMA, M. S. (2012). Laser beam welding tempered 300M ultrahigh mechanical strength steel. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**. v.34, n.1, Rio de Janeiro, 2012.

CHANG, L. C.; BHADESHIA, H. K. D. H. (1994). Carbon content of austenite in isothermally transformed 300M steel. **Materials Science and Engineering**, v. A184, p. L14-L19, 1994.

CHO, S. H. et al. (2007). **Metals and Materials International**, v. 13, p. 439. 2007.

COCHARDT, A. W.; SCHOEK, G.; WIEDERSICH, H. (1955). **Acta Metallurgica** 3. p. 533. 1955.

COHEN, M. (1962). The Strengthening of Steel. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 224, p. 638-657, 1962.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 2008.

COSTA, A. F. (2015). **Estudo do mecanismo de formação de lascamento em cilindros primeiro intermediários utilizados em laminadores Sendzimir**. Dissertação de mestrado – UFMG, 2015.

DEPARTMENT OF DEFENSE, MIL-HDBK-5J (2003) **Metallic materials and elements for aerospace vehicle structures**.

DOWLING, N.E. **Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture and fatigue**. 4th ed. Lebanon: Pearson Prentice Hall, 2013.

DYKEMAN, J. (2013). Advanced High Strength Steel - Recent Progress, Ongoing Challenges, and Future Opportunities. In: International Symposium on New Developments in Advanced High-Strength Sheet Steels. 2013. **Proceedings...** Vail, CO, p. 15-28. 2013.

EBNER, R.; LEITNER, H.; JEGLITSCH, F.; CALISKANOGLU, D. **Methods of properly oriented tool steel design**. In: 5th International Conference on Tooling, Sept.

EDMONDS, D. V. (2009). Advanced bainitic and martensitic steels with carbide-free microstructures containing retained austenite. In: CHANDRA, T., WANDERKA, N., REIMERS, W., IONESCU, M. (Eds.) **MATERIALS SCIENCE FORUM**. THERMEC 2009: Processing and Manufacturing of Advanced Materials, Berlin, Germany, 2009, v. 638-642, 4100p.

EDMONDS, D. V.; BIGG, T. (2016). X-ray and neutron diffraction studies of quenched and partitioned (Q&P) multiphase steel microstructures. **Materials Performance and Characterization**, v. 5, n. 5, p. 751-766, 2016.

EDMONDS, D. V.; HE, K.; RIZZO, F. C.; DE COOMAN, B. C.; MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G. (2006). Quenching and partitioning martensite: a novel steel heat treatment. **Materials Science Engineering A**, 2006, 25, p 438–440.

ERNST, F.; AVISHAI, A.; KAHN, H.; GU, X., MICHAL, G. M.; HEUER, A. H. (2009). Enhanced Carbon Diffusion in Austenitic Stainless Steel Carburized at Low Temperature. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 8, p.1768-1780, 2009.

FORTES, C. (2013). Manual Técnico Mecânica da Fratura. **Apostila**. São Paulo: ESAB, 2013.

FRAGOSO, J. V. (2015). **Estudo metalúrgico e mecânico para a verificação da necessidade efetiva do número de repetições de tratamentos de revenimento para ferramentas de aço rápido**. Dissertação de mestrado. Univ. Mackenzie, 2015.

HONEYCOMBE, R. W. K.(1981). **Steel Microstructure and Properties**. Edward Arnold (Publishers) Ltd., 1981, pg 78 and 205.

HUALLPA, E. A. (2011). **Caracterização da transformação martensítica em temperaturas criogênicas**. Dissertação de mestrado. POLI-USP. São Paulo, 2011. 94p.

GALLAGHER, M. F., SPEER, J. G., MATLOCK, D. K., FONSTEIN, N. M. (2002). Microstructure development in TRIP-sheet steels containing Si, Al and P. In: Proceedings of 44th Mechanical Working and Steel Processing Conference AIST. 2002. **Proceedings...** Warrendale, PA, USA, p. 153-172. 2002.

GRAÇA, M. L. A.; HOO, C. Y.; SILVA, O. M. M.; LOURENCO, N. J. (2009). **Failure analysis of a 300M steel pressure vessel**. Engineering Failure Analysis, v. 16, p. 182-186, 2009.

GIRAULT, E. et al. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. **Materials Characterization**, v. 40, p. 111-118, 1998.

HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADESHIA, H. K. D. H. (1995). **Steels: microstructure and properties**. ,Edward Arnold, e. 2, 1995.

JACQUES, P. J. (2012). Phase transformations in transformation induced plasticity (TRIP) - assisted steels. In: PERELOMA, E; EDMONDS, D. V. (Eds.) **Phase Transformations in Steels**. Woodhead Publishing: Cambridge, UK. n. 2, c. 7, p. 213-246. 2012.

JUBLEANU, A. M. (2009). **Carbo-nitride precipitation and its effects on matrix transformations in high-strength/high-toughness 300M steel**. 2009. 65p. Thesis (Master of Research). Department of Metallurgy and Materials. The University of Birmingham. 2009.

JUNIOR, E. S. (2006). **Efeito do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços-ferramenta para trabalho a frio**. Dissertação de Mestrado – USP, São Paulo, 2006.

KANNAN, M. **The microstructure, hardness, impact toughness, tensile deformation and final fracture of four specialty high strength steels**. [s.l.] University of Akron, 2011.

KRAUSS, G. (1990). **Steels: Heat Treatment and Processing Principles**. Colorado: ASM International, 2st ed., 1990.

_____. (2012). Tempering of martensite in carbon steels. In: PERELOMA, E; EDMONDS, D. V. (Eds.) **Phase Transformations in Steels**. Woodhead Publishing: Cambridge, UK. n. 2, c 5, p. 126-150. 2012.

_____. (2015). **Steels: processing, structure and performance**. ASM Internacional, e. 2. 661p. 2015.

LUZGINOVA, N.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. (2007). Evolution and thermal stability of retained austenite in SAE 52100 bainitic steel. **Materials Science and Engineering: A**. v. 448, e. 1-2, p. 104-110. 2007.

MADDIN, R. (1992). **A History of Martensite: Some thoughts of the early hardening of iron. Martensite**. ASM International, GB. Olson and W. S. Owen, p. 11- 19, 1992.

MANIGANDAN, K. (2011). **The Microstructure, Hardness, Impact Toughness, Tensile Deformation and Final Fracture Behavior of Four Specialty High Strength Steels**, The Graduate Faculty of The University of Akron

MARTINS, A. R. F. A. (2007). **Têmpera e partição em aços de alta resistência contendo Ni**: modelagem cinética, microestrutura e propriedades mecânicas. 2007. 234f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2007.

MARTINS, I. P. (2012). **Curvas J-R e CTOD-R de aços estruturais segundo normas ASTM e BSI**. 2012. 73p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Metalúrgica). Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2012.

MATAS, S. J.; HEHEMANN, R. F. (1960). Retained austenite and the tempering of martensite. **Nature**, v. 187, p. 685-686. 1960.

MATLOCK, D.; KRAUSS, G.; SPEER, J. G. (2001). Microstructure and properties of direct cooled microalloy forging steels. **Journal of Materials Processing and Technology**, v. 117, p. 324-328. 2001.

Metals Handbook – 10ª edição- vol.1 – **Properties and selection: Irons, Steels and High-performance Alloys** – 1990 – ASM International – 747 e seg.

MIL-HDBK-5J, Department of defense handbook: metallic materials and elements for aerospace vehicle structures. 2003.

NICOLETTI, J. C. (2004). **Caracterização microestrutural e mecânica de aços bifásicos de ultra alta resistência com médio teor de carbono**. 2004. 144f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá. Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

NIGRI, E. (2008). **Estudo exploratório da soldagem por fricção e mistura mecânica de um aço TRIP 800**. 2008. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica). Engenharia Metalúrgica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

PIVATO, P. R. N.; ABDALLA, A. J.; BAPTISTA, C. A. R. P.; HASHIMOTO, T. M.; PEREIRA, M. S.; ANAZAWA, R. M. (2006). **Estudo comparativo do comportamento mecânico em tração e fadiga de aços com microestruturas multifásicas**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 17. Foz do Iguaçu, 2006.

PLATH, A. (2013). **Volkswagen replaces aluminum with steel to save weight and money**. Disponível em: <<http://www.france-metallurgie.com/volkswagen-replaces-aluminum-with-steel-to-save-weight-and-money/>>. Acesso em: 13 abr. 2015.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. (1992). **Phase transformation in metals and alloys**. Springer-Science and Business Media, B. V., e. 2, 530f. 1992.

PRADO, J. S. A. (1990). **Tratamento térmico e tenacidade de aços 300M e Maraging 300**. 1990. 159f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica). Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA/CTA, São José dos Campos, 1990.

ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. (1998). **Tool Steels**. %. Ed., American Society for Metals, Metals Park, OH., 1998.

SCHUBERT, S.; SCHEDIN, E.; FRÖHLICH, Th., RATTE, E. (2008). Next generation vehicle: engineering guidelines for stainless steel in automotive applications. In: 6th Stainless Steel Science and Market Conference. **Proceedings...** Helsinki, Finland, 2008.

SILVA JUNIOR (2014). **Tenacidade ao Impacto e Vida em Fadiga do Aço VART 100**. 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 Ciência e Engenharia de Materiais.

SILVA, V.F. CANALE, L.F. SPINELLI, D. (1999). Influence of retained austenite on short fatigue crack growth and wear resistance of case carburized steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**. n. 8, v. 5, p. 543–548. 1999.

SINGH, S. B. (2012). Mechanisms of bainite transformations in steels. In: PERELOMA, E; EDMONDS, D. V. (Eds.) **Phase Transformations in Steels**. Woodhead Publishing: Cambridge, UK. n. 2, c 10, p. 385-416. 2012.

SOUZA, G. A. (2008). **Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga (com estrutura bainítica/martensítica) via microscopia óptica**. 2008. 161f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 2008.

SOUZA, R. C. (1998). **Estudo do comportamento em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com carbetto de tungstênio pelo sistema HVOF/HP**. 1998.158p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 1998.

SPEER, J. G.; ASSUNÇÃO, F. C. R.; MATLOCK, D. K.; EDMONDS, D. V. (2005). The "quenching and partitioning" process: background and recent progress. **Materials Research**. v. 8, n. 4, p. 417-423. 2005.

SPEER, J. G; MATLOCK, D. K.; De COOMAN, B. C.; SCHROTH, J. G. (2003a). Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. **Acta Materialia**. v. 51, p. 2611-2622, 2003.

SPEER, J. G.; STREICHER, A. M.; MATLOCK, D. K.; RIZZO, F.; KRAUSS, G. (2003b). Quenching and partitioning: A fundamentally new process to create high strength TRIP sheet microstructures. In: Damm EB and Merwin M. Editors. **Austenite Formation and Decomposition**. Warrendale, PA: TMS/ISS, p. 505-522. 2003.

SPEER, J. G.; HACKENBERG, R. E.; DECOOMAN, B. C.; MATLOCK, D. K. (2007). Influence of interface migration during annealing of martensite/austenite mixtures. **Philosophical Magazine Letters**, v. 87, n. 6, p. 379-382. 2007.

SPEER, J. G.; ARAUJO, A. L.; MATLOCK, D. K.; DE MOOR, E. (2015). Nb-Microalloying in Next-Generation Flat-Rolled Steels. In: **10th CSM Steel Congress and 6th Baosteel Biennial Academic Conference**. v. 0810, p. 1–7. 2015.

SPEICH, G.R.; LESLIE, W. C. (1972). **Tempering of steel**. **Metallurgical Transactions**, May 1972, Volume 3, Issue 5, pp 1043-1054.

STEVENS, W.; HAYNES, A. G. (1956). The Temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steel. **Journal of the Iron and Steel Institute**, v. 183, p. 349-359, 1956.

STRATTON, P. F. (2007). Optimising nano-carbide precipitation in tool steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 449-451, p.809-812, 2007.

SUMITRO, S. et al. (2003). **Technical Paper**, Tokyo, 140-0013, (internet), 2003.

THONI, P. V. (1990). Ultrahigh-Strength Steels. In: **ASM Handbook: properties and selection: iron and steels and high-performance alloys**. v. 1, e. 9, p. 430-448. 1990.

TSCHIPTSCHIN. **Notas de aula:EBSD**. Adaptado, Poli-USP.

VOORT, G. F. V. (2009). Martensite and retained austenite. **Industrial Heating**, p.51-54, 2009.

WORDSTEEL ASSOCIATION (2002). **Ulsab-avc overview report**. Disponível em <<http://www.ulsab-avc.org/index.html>>. Acesso em: 28/05/2015.

YOUNGBLOOD, J. L.; RAGHAVAN, M. (1977). **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 8A, p. 1439-1448. 1977.

YAN, S.; LIU, X.; LIU, W. J.; LIANG, T.; ZHANG, B.; LIU, L.; ZHAO, Y. (2017). Comparative study on microstructure and mechanical properties of a C-Mn-Si steel treated by quenching and partitioning (Q & P) processes after a full and intercritical austenitization. **Materials Science & Engineering A**. v. 684, p. 261–269, 2017.

ZHANG, L; OHMURA, T.; TSUZAKI, K. (2012). **Application of Nanoindentation Technique in Martensitic Structures**, **Nanoindentation in Materials Science**, Dr. Jiri Nemecek (Ed.), InTech, DOI: 10.5772/48327. Available from: <https://www.intechopen.com/books/nanoindentation-in-materials-science/application-of-nanoindentation-technique-in-martensitic-structures>

ZHAO, R; LIU, T., ZHAO, X. (2013). Effect of Q-P-T Process on the Microstructure and Mechanical Properties of 300M Steel. **Materials Science Forum**. v 749, p 287-293, 2013.

ZHU, XIAN-KUI ; JOYCE, J. A. (2012). Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization. **Engineering Fracture Mechanics**. n. 85, p. 1–46, 2012.

WAGONER, R. H.; SMITH, G. R. Advanced High Strength Steel Workshop. **Knowledge Creation Diffusion Utilization**, 2006.

8. ANEXOS

7.1 ANEXO 01 – FICHA TÉCNICA DO GRANULADO KG 6.2

Granulado p/ cementação em caixa KG 6.2 e KG 30.2

1. GENERALIDADES SOBRE OS MEIOS CEMENTANTES SÓLIDOS

Mediante um aquecimento acima de 800°C há combinação do carbono oriundo do meio cementante com o oxigênio que ele absorve (parte proveniente do ar que se encontra entre o granulado e parte proveniente do ativador), dando como resultado o monóxido de carbono segundo a reação:

A ação do ativador que aumenta a velocidade desta reação não está muito esclarecida. De acordo com nossas pesquisas, o metal alcalino ou alcalino terroso nele contido tem uma influência preponderante.

O monóxido de carbono assim produzido provê carbono ao aço pela seguinte reação:

O dióxido de carbono é regenerado novamente a monóxido pelo meio cementante, $CO_2 + C \rightarrow 2CO$, e o ciclo recomeça.

Assim, a ação cementante ocorre na fase gasosa, e não por contato direto com o meio cementante. Além disso, deve ser levado em conta que temperaturas acima de 800°C favorecem a formação de monóxido

de carbono e temperaturas inferiores permitem maior produção de dióxido de carbono.

Devido a isto, não é recomendável trabalhar em temperaturas inferiores a 700°C para todos os meios cementantes, sólidos ou gasosos.

Da mesma forma, se após a cementação houver um resfriamento lento na faixa de temperatura entre 800°C e 650°C, poderá ocorrer descarbonetação.

2. INSTRUÇÕES PARA O USO DOS GRANULADOS PARA CEMENTAÇÃO.

2.1. ESCOLHA DO GRANULADO

O tipo de granulado que se deve usar depende da profundidade de cementação desejada, do teor de carbono requerido na superfície e dos elementos de liga de aço. Se levarmos em conta que o teor de carbono na superfície aumenta com o tempo de cementação e que os aços ligados (os ligados ao cromo por segregação de carbonetos, e os ligados ao cromo níquel pela formação de austenita residual) não podem ser cementados sob as mesmas condições que os aços ao carbono, verifica-se a necessidade de 2 tipos de granulados, o que pode ser resumido conforme tabela 1.

TABELA 1

Aço	Aços ao carbono e aços de baixa liga (cromo < 0,6%)				Aços ligados			
	Lisa		Cantos vivos		Lisa		Cantos vivos	
Formato da peça	Lisa		Cantos vivos		Lisa		Cantos vivos	
Profundidade da camada cementada (mm)	< 2,0	> 2,0	< 0,6	> 0,6	< 0,6	> 0,6	< 0,6	> 0,6
Tipo de granulado	30.2	6.2	30.2	6.2	30.2	6.2	6.2	6.2

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquivel, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 5B

Data: 09/09/10

Pág. 1/5

Revisão: 00

2.2. PROPRIEDADES

O granulado de cementação é um meio tão ativado que, com apenas um kg, abrangemos uma superfície ativa em torno de 5.000 m², o que garante seu uso muitas vezes, sem que haja perda de seu poder de cementação.

Se após cada operação adicionar-se 10% de granulado novo, pode-se usá-lo indefinidamente. Desta forma, se obtém menor giro de materiais na fábrica, menores custos de armazenagem e transporte, silos menores e outras vantagens que pesam no custo de fabricação.

As curvas da figura 1 nos mostram o teor de carbono na zona de penetração para um aço 20MnCr5 (corresponde aproximadamente a um aço SAE 1320) cementado com o granulado KG 6.2. A cementação foi feita muitas vezes, sempre a 900°C, sem reposição de granulado novo.

Da mesma maneira, outras experiências demonstram que, sob as mesmas condições, a temperaturas similar, aços iguais apresentam curvas de teor de carbono praticamente coincidentes.

2.3. TEMPERATURAS DE CEMENTAÇÃO

A temperatura de cementação deve ser acima de 900°C.

O limite superior é dado apenas pelo desgaste dos fornos e caixas de cementação. Temperaturas maiores reduzem o tempo de cementação e a oxidação superficial.

Além disso, é um erro considerar que temperaturas menores resultam em potencial de carbono menor. Ao contrário, a difusão mais lenta do carbono no aço a temperaturas mais baixas, leva a um maior teor de carbono superficial (figura 2).

fig. 1

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquivel, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Data: 09/09/10

Catálogo 5B

Pág. 2/5

Revisão: 00

2.4. TEMPO DE CEMENTAÇÃO

A duração da cementação para uma profundidade requerida depende fundamentalmente do tipo de rendimento térmico do forno, do tamanho das caixas de cementação e do tipo de aço.

Com o granulado consegue-se maior capacidade de carga e melhor circulação de gás cementante nas caixas. Assim sendo, o tempo de aquecimento é menor e, portanto, também é menor o ciclo de cementação.

A estrutura do aço tem uma influência fundamental sobre a profundidade de cementação. Em aços com composição idêntica podem ocorrer variações da ordem de 1:2, com os mesmos processos independentemente do tipo de agente cementante.

Como dado orientador, a tabela 2 indica as profundidades aproximadas, em mm, que poderão ser obtidas em função do tempo, após alcançada a temperatura de cementação desejada.

Caso haja necessidade de maior precisão na

profundidade da camada, aconselha-se a introdução de corpos de prova juntamente com a carga a ser tratada. Estes corpos deverão ser retirados em certos intervalos de tratamento e analisados quanto à profundidade de cementação.

2.5. MONTAGEM DA CARGA

Graças ao alto teor de carbono ativo e a grande superfície específica dos granulados para cementação, pode-se montar a carga com uma quantidade maior de peças que o habitual. Economiza-se, portanto, uma maior quantidade de granulado no setor de têmpera.

É de pouca importância a relação entre a quantidade de granulado e de aço a cementar, desde que não haja contato direto entre as peças e que a distância entre elas seja de pelo menos 10 mm.

O granulado não deve ser compactado dentro das caixas de cementação, sendo necessário somente sacudir e bater na caixa para evitar espaços vazios.

fig. 2

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquivel, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

durferrit®

As caixas devem ser fechadas, não sendo correto vedá-las com barro ou terra refratária, porque é inevitável que estes produtos misturem-se com o granulado e produzam, depois de algumas vezes, pontos moles, corrosões etc. na superfície das

peças. É mais conveniente usar tampas fundidas e de espessura razoável. O granulado deverá ocupar todo o volume da caixa para que não haja espaços vazios, a fim de evitar a ocorrência de combustão parcial.

TABELA 2

Temperatura	Tempo em horas				
	2	4	8	12	16
950 °C	0,3 – 0,5	0,6 – 0,8	1,0 – 1,2	1,2 – 1,5	1,6 – 1,9
930 °C	0,2 – 0,4	0,5 – 0,7	0,8 – 1,1	1,1 – 1,4	1,4 – 1,7
900 °C	0,2 – 0,3	0,4 – 0,6	0,7 – 1,0	1,0 – 1,3	1,3 – 1,5

Para se construir as caixas pode-se usar qualquer material que atenda as exigências térmicas, de preferência aço CrNi.

Além disso, as caixas de cementação devem ser dimensionadas no menor tamanho e adaptadas ao máximo às peças a serem cementadas. Eixos e árvores cementam-se convenientemente em tubos. Certas peças que tem a possibilidade de se deformar na horizontal são cementadas na posição vertical para minimizar a deformação. Quando se utilizar tubos, devemos tomar cuidado para que eles

estejam cheios de granulado a fim de que, pela sua redução, as peças não fiquem descobertas.

O melhor, para este tipo de trabalho, é usar granulado usado, que baixa menos de volume.

2.6 FORNOS

Em geral, qualquer forno de câmara é adequado para cementação com granulado, até mesmo fornos elétricos, já que estes granulados contêm baixíssimo teor de enxofre volátil.

Distribuição adequada das peças em camada.

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquivel, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 5B

Data: 09/09/10

Pág. 4/5

Revisão: 00

A câmara do forno deve ter um espaço útil tal que permita um aquecimento rápido e uniforme das caixas.

Finalmente, também é necessário que haja uma temperatura uniforme em todo o forno.

Freqüentemente, as caixas mais próximas da porta do forno são menos aquecidas do que as do interior. Devido a isto, o processo de cementação nestas caixas é mais lento.

2.7. CEMENTAÇÃO INSUFICIENTE

A cementação insuficiente pode ser consequência de um meio de cementação demasiadamente fraco. Neste caso, é aconselhável o uso do KG 30.

Para aços dificilmente cementáveis, por exemplo, aço corte livre, sempre se deve empregar meios de cementação mais forte.

2.8. PONTOS MOLES

O motivo mais comum dos pontos moles é o resfriamento demasiadamente lento nas caixas de cementação. Isto ocasiona uma descarbonetação quando a temperatura oscila entre valores de 800°C a 650°C. A solução é usar caixas menores ou evitar o resfriamento dentro do forno.

Se o granulado não for peneirado periodicamente para eliminar o pó e a cinza, o desempenho não será satisfatório. A parte mais prejudicada é a superfície da peça, onde o pó e a cinza se depositam, podendo até haver corrosão no caso de aços ligados.

Outro motivo de pontos moles pode ser a presença de austenita retida.

As manchas brancas são devidas, geralmente, a meios de têmpera inadequados. A água pura provoca borbulhas devido a gases dissolvidos, o que causa, em aços carbono, uma têmpera deficiente. Por isto, deve-se optar sempre por AWS-20 em água. Em qualquer caso, o emprego de um meio de têmpera mais severo é sempre de grande ajuda.

2.9. FORMA DE FORNECIMENTO

O granulado para cementação KG 6.2 tem um diâmetro de 3 a 3,5 mm, e o KG 30 de 4 a 5 mm. O formato e tamanho destes granulados adaptam-se de forma ideal aos quesitos da prática, pois permitem uma circulação perfeita de gás cementante dentro da caixa.

Os granulados para cementação são fornecidos em sacos com 25 kg.

Outras informações não contidas neste folheto podem ser obtidas em nosso Departamento de Assistência Técnica de Sais, que se encontra a disposição de nossos clientes, inclusive para auxiliá-los na solução de problemas de fabricação e aplicação.

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquível, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 5B

Data: 09/09/10

Pág. 5/5

Revisão: 00

7.2 ANEXO 02 – FICHA TÉCNICA DO SAL AS-170

AUSTÊMPERA, MARTÊMPERA, REVENIMENTO – SAIS AS

INTRODUÇÃO

Para os tratamentos térmicos efetuados entre temperaturas de 140°C e 550°C, recomendamos os sais denominados "AS". Estes sais são fornecidos com diversas temperaturas de fusão:

- AS-140, com ponto de fusão de 138°C
- AS-170, com ponto de fusão de 170°C
- AS-220, com ponto de fusão de 220°C
- AS-235, com ponto de fusão de 235°C
- AS-300, com ponto de fusão de 300°C

Quimicamente, a diferença entre estes sais é pequena. Todos contêm nitratos em sua formulação. Uma vez que acima de 500° os nitratos começam a se decompor, liberando oxigênio, os sais AS devem ser utilizados somente até 500°C ou, no máximo, até 550°C.

Somente em casos especiais de utilização do sal AS-300 pode-se admitir temperaturas de até 650°C, como é o caso, por exemplo, do recozimento do latão Ms 63, porém, apenas em fornos elétricos, de eletrodos, onde tanto o cadinho, como os eletrodos e os tubos de proteção dos termoelementos sejam fabricados de aços refratários.

O sal AS a ser utilizado é escolhido em função da mínima temperatura de trabalho. Se este for utilizado somente para o revenimento ou para austêmpera, a temperaturas de até 550°C, deve-se escolher um dentre os sais AS-220, AS-235 ou AS-300, pois estes são mais econômicos que os sais AS-140 e AS-170. Por outro lado, se forem necessárias temperaturas de revenimento da ordem de 160°C, deve-se utilizar o sal AS-140, pois este permite toda a gama de trabalhos entre 160°C e 550°C.

Existem casos onde, apesar de a primeira vista o sal AS-220 parecer o mais apropriado, deve-se utilizar os sais AS-140 ou AS-170 devido a sua menor temperatura de fusão acarretando, portando, menores

perdas de sal por arraste e, conseqüentemente, maior economia.

FORNOS PARA FUSÃO DOS BANHOS

Os fornos são normalmente aquecidos eletricamente. Nos fornos com dimensões maiores o aquecimento do sal deve ser realizado por imersão de eletrodos ou de elementos de aquecimento, visando-se maior rendimento térmico.

O aquecimento a óleo de sais de revenimento, contendo nitratos em sua formulação deve ser evitado na medida do possível, pois um superaquecimento do cadinho determinaria a rápida decomposição dos nitratos. Além disto, a formação de fuligem, ou a coqueificação do óleo combustível na superfície do cadinho podem conduzir a pequenas explosões se houver qualquer vazamento de sal. Somente fornos pequenos e de construção especial podem ser aquecidos a óleo.

CONTROLE DA TEMPERATURA E MANUSEIO DOS BANHOS

A medição de temperatura deve ser efetuada com termoelementos. Para facilitar o trabalho, os fornos devem ter sua temperatura regulada automaticamente.

O sal AS escolhido deve ser fundido em um dos fornos que preencha os requisitos supradescritos.

Deve-se salientar que, em se tratando do sal AS-140, este por ser muito higroscópico, pode borbulhar e escorrer para fora do cadinho se aquecido rapidamente. Para evitar este problema, recomenda-se aquecer o sal lentamente, até cerca de 350°C, até que toda a umidade tenha-se evaporado. Acima desta temperatura, não há mais perigo de transbordamento do sal fundido.

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquível, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 11

Data: 25/04/05

Pág. 1/5

Revisão: 00

Uma vez alcançada a temperatura de revenimento desejada, as peças a serem revenidas devem ser amarradas com arame, ou colocadas em dispositivos ou em cestos, sendo então, introduzidas no forno. As peças devem entrar secas no banho de sal, pois caso contrário poderá ocorrer respingos. Outras informações sobre tempos e temperaturas de revenimento, não contidas neste folheto, podem ser obtida sem nosso Departamento de aplicações e Assistência Técnica, que se encontra à disposição de nossos clientes.

Após o revenimento, as peças devem resfriar ao ar, ou então, em água. Aços ligados ao cromo devem ser sempre resfriados em água, após um revenimento efetuado acima de 400°C para evitar-se sua fragilização (fragilização do revenido). Pelo resfriamento em água, o sal aderente às peças solta-se com facilidade. Isto feito, deve-se ainda lavar as peças em água corrente e, a seguir, protegê-las contra oxidação, mergulhando-as em óleo desaguante e protetor.

REVENIMENTO

O revenimento tem por finalidade aliviar as tensões introduzidas nas peças por ocasião da têmpera, ou então, abaixar a dureza das peças temperadas para valores coerentes com sua aplicação. Este tratamento térmico visa aumentar consideravelmente a tenacidade, a elasticidade e as demais propriedades correlatas das peças tratadas.

Dependendo do tipo do aço, o revenimento é efetuado entre 160°C e 650°C, assim, para aliviarem-se as tensões e diminuir-se a sensibilidade à formação de trincas superficiais por operações de retífica, os aços para cementação devem ser revenidos entre 160°C e 200°C, enquanto que para os aços ferramenta esta temperatura pode chegar até 250°C. A temperatura de revenimento de aços para beneficiamento encontra-se entre 300°C e 550°C; aços para trabalho a quente e aços rápidos, requerem temperaturas entre 550°C e 650°C.

A vantagem de se utilizar um banho de sal para revenimento, comparando-o com revenimento realizado em fornos câmara ou fornos-poço com recirculação forçada de ar, reside na maior

uniformidade de temperaturas em todo o volume do banho de sal, além da maior velocidade de aquecimento, inclusive para cargas pesadas.

Para temperaturas de revenimento até 550°C utilizam-se os sais AS contendo nitratos em sua formulação. Para temperaturas mais elevadas Recomenda-se a utilização de sais isentos de nitratos, como por exemplo, os sais GS-230, GS430 ou GS540.

Os sais de revenimento contêm oxigênio. Conseqüentemente, as peças revenidas apresentarão cores do revenido, que nada mais são do que interferências luminosas de finíssima camada de óxidos (cerca de 0,001 mm de espessura), que se formam sobre a superfície das peças tratadas.

MARTÊPERA

Aços que não tenham elementos de liga em sua composição são temperados em salmoura, enquanto os aços-liga devem ser temperados mais suavemente em martêmpera. Para tanto, utiliza-se o sal AS-140 entre 160°C e 200°C.

A vantagem deste meio de resfriamento sobre o resfriamento em óleo reside, principalmente, na não-formação de bolhas de vapor sobre a superfície quente do aço. Em vista disto, o resfriamento das peças será mais homogêneo determinando, assim, menores distorções dimensionais e maior homogeneidade de durezas em toda a peça (não formação de pontos moles).

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquível, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 11

Data: 25/04/05

Pág. 2/5

Revisão: 00

durferrit®

AUSTÊMPERA

Forno Tipo AWOe

As propriedades de resistência e tenacidade dos aços temperados pelos processos convencionais são somente alcançadas através de um revenimento entre 250°C e 550°C, isto é, um tratamento térmico complementar, onde a martensita branca é transformada em uma estrutura beneficiada, dura e tenaz.

Pela austêmpera, a estrutura austenítica da peça aquecida à temperatura de têmpera é transformada diretamente em uma estrutura dura e tenaz, denominada bainita, sem que para tanto, seja necessário um revenimento. Este tratamento consiste em aquecer as peças à temperatura de têmpera, resfriando-se, a seguir, em um dos banhos de sal AS, entre 300°C e 500°C, mantendo-se a esta temperatura por algum tempo. A bainita obtida desta forma caracteriza-se por possuir altíssima tenacidade.

Este folheto trata apenas dos sais contendo nitratos em sua formulação, denominados AS. Para informações sobre outros sais de revenimento, de martêmpera ou de austêmpera, sobretudo para temperaturas de trabalhos acima de 550°C, temos outros folhetos específicos.

Forno Tipo SAOe

COLORAÇÃO

Somente a partir de 400°C as cores naturais dos óxidos de ferro se fazem notar, formando-se camadas um pouco mais espessas, de coloração variando do cinza até o preto e que oferecem, além do aspecto estético, uma leve proteção anticorrosiva.

Se o propósito do revenimento for a coloração das peças, deve-se salientar que as cores serão tão mais perfeitas e homogêneas quanto mais polidas e desengraxadas estiverem as superfícies das peças. Após o revenimento feito com este propósito, as peças devem ser resfriadas em água. As cores de revenimento que se podem obter são as seguintes:

Amarelo-pálido.....	200°C
Amarelo-palha.....	220°C
Marrom.....	240°C
Púrpura.....	260°C
Violeta.....	280°C
Azul-escuro.....	290°C
Azul-marinho.....	300°C
Azul-claro.....	320°C
Verde-oceano/cinza.....	350°C
Preto.....	450/500°C

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquível, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Data: 25/04/05

Catálogo 11

Pág. 3/5

Revisão: 00

Estas cores são válidas apenas para aços não ligados ou com baixos teores de elementos de liga.

Outros tipos de aços adquirem estas colorações somente a temperaturas mais elevadas ou, simplesmente, não assumem coloração nenhuma.

NORMAS DE SEGURANÇA

Até a presente data, não existem normas de segurança oficiais para o trabalho com sais contendo nitratos, em indústrias metalúrgicas. Em vista disso, devem-se observar os seguintes aspectos:

- O aquecimento dos banhos deve ser feito somente a gás ou eletricamente. O aquecimento poderá ser feito a óleo somente se este for efetuado de tal forma que, se o cadinho que contém o sal fundido furar, o sal vazado não possa ter, sob nenhuma hipótese, contato com o óleo coqueificado. O aquecimento deverá ser feito com combustíveis sólidos.
- Os banhos não necessitam de qualquer controle químico.
- Sais contendo nitratos não podem ser misturados com substâncias combustíveis. Granulados utilizados para cementação, sais contendo cianetos e outros produtos orgânicos não devem ser introduzidos no banho.
- Quando se utilizam os sais AS para o tratamento de martêmpera, não se deve austenitizar as peças em banhos contendo mais do que 14% de KCN equivalente. Peças miúdas tratadas em cestos não podem ser despejadas no banho de martêmpera, de modo a se amontoarem no fundo do cadinho. Em nenhuma hipótese pode-se mergulhar tais peças dentro do cesto utilizado para austenitização, pois isto levaria a uma violenta reação entre as peças e o sal, devido ao calor acumulado pela compacticidade da carga. O patenteamento de arames com menos do que 5 mm de diâmetro somente deve ser realizado em fornos contínuos e nunca em bobinas, para evitarem-se acidentes.
- Nos fornos cujos cadinhos são aquecidos externamente, deve-se evitar o acúmulo de peças no fundo do cadinho. Principalmente quando se tratam peças miúdas, pode ocorrer uma reação violenta do aço com o sal do banho, se o fundo do cadinho sofrer superaquecimento.

• Banhos de revenimento utilizados para o tratamento de metais não ferrosos-leves (como alumínio, magnésio, etc.), não devem ser usados para o revenimento de aços. Para o tratamento de metais leves, deve-se manter um banho separado e operado conforme determinam as normas de segurança para o tratamento destes materiais.

• Caso se queira utilizar um cadinho para fundir sais contendo nitratos onde anteriormente havia sais contendo cianetos, deve-se esvaziá-lo totalmente e lavá-lo com água até que não haja mais vestígios de sal.

• Para evitarem-se confusões com sais contendo cianetos, todos os sais contendo nitratos devem ser pigmentados com a cor rosa. Deve-se evitar de todas as maneiras a utilização de sais contendo nitratos que não tenham coloração diferenciada.

• O AS-235 e o AS-300 são isentos de nitritos. Portanto, os sais usados (velhos) e as águas contendo estes sais, não precisam ser neutralizados.

ESTOCAGEM E EMBALAGEM

Os sais tipo AS são fornecidos sob a forma de pó cor-de-rosa, embalados em sacos de polipropileno trançado com proteção interna de um outro saco de polietileno para protegê-lo contra a umidade, com peso líquido de 25 kg. A denominação do sal encontra-se na janela branca do saco de polipropileno.

Ao estocar sais de revenimento, deve-se lembrar que sacos danificados absorvem umidade. No caso dos sais AS-140 e AS-170, que são muito higroscópicos, pode ocorrer o total encharcamento do conteúdo do saco e, conseqüentemente, o escorrimento do sal.

Portanto, o conteúdo dos sacos danificados pelo transporte deve ser imediatamente transferido para outros sacos ou tambores estanques.

Sais de revenimento contendo nitratos não devem ser estocados juntamente com outros produtos de fácil combustão, pois, no caso de um incêndio, o nitrato poderia fundir-se e alastrar o fogo para outras áreas.

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquivel, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 11

Data: 25/04/05

Pág. 4/5

Revisão: 00

CAPACIDADES DOS PRINCIPAIS FORNOS TIPO AWO EM FUNÇÃO DO TIPO DE SAL E TEMPERATURA DE TRABALHO

TIPO DO FORNO	CAPACIDADE DO CADINHO EM LITROS	AS 140 / AS 170		AS 220		AS 235		AS 300	
		a 200°C (kg)	a 450°C (kg)	a 300°C (kg)	a 400°C (kg)	a 300°C (kg)	a 400°C (kg)	a 400°C (kg)	a 500°C (kg)
Fornos Tipo		1,9 g/cm ³	1,7 g/cm ³	1,8 g/cm ³	1,7 g/cm ³	1,8 g/cm ³	1,7 g/cm ³	1,8 g/cm ³	1,7 g/cm ³
AWO 80/60/60	560	950	850	900	850	900	850	900	850
AWO 80/60/130	1100	1900	1700	1800	1700	1800	1700	1800	1700
AWO 100/80/60	880	1500	1350	1450	1350	1450	1350	1450	1350
AWO 100/80/90	1240	2100	1900	2000	1900	2000	1900	2000	1900

DURFERRIT DO BRASIL QUÍMICA LTDA.

Av. Fábio Eduardo Ramos Esquível, 2.349 - Centro - Diadema - SP.

Tel. (011) 4070-7235/7236/7238 - Fax (011) 4071-1813

vendas@durferrit.com.br - fabrica@durferrit.com.br - www.durferrit.com.br

Elaborado por: DAL

Catálogo 11

Data: 25/04/05

Pág. 5/5

Revisão: 00

7.3 ANEXO 03 – CERTIFICADO DE QUALIDADE DO AÇO 300M

CERTIFICADO DE QUALIDADE

CONFORME EN 10204 3.1

Nosso sistema de qualidade é certificado de acordo com ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) e NADCAP (tratamento térmico e ensaios não destrutivos).
Certificação Ambiental ISO 14001.

CERTIFICADO

Pag. 1/ 3

NOTA FISCAL

CLIENTE VILLARES METALS S/A							
PEDIDO DO CLIENTE / SEQUÊNCIA / ITEM 2037- / 27.01.2015							
OP	LOTE	VOLUME	PESO	QUANTIDADE			
1646080	1646080		1.100				
LIGA VILLARES			LIGA CLIENTE/SIMILAR				
V300MQA			300M				
DIMENSÕES (mm)		COMPRIMENTO (mm)	Nº DO DESENHO				
31,75 Tol (-)0,000 (+)0,160		2.000 / 4.000					
PRODUTO	TRATAMENTO TÉRMICO			ACABAMENTO			
Barra Redonda	Normalizado e Revenido			Descascado Polido			
LINHA DE PRODUTO	PROCESSO DE FUSÃO			CORRIDA			
Laminados	FEA + VAR			5703135			
COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% em peso)							
Análise química na liga							
C 0,420	Si 1,69	Mn 0,86	P 0,0050	S 0,0010	Co 0,01	Cr 0,79	Mo 0,37
Ni 1,85	V 0,09	W 0,01	Cu 0,02	Ti <0,0020	Nb <0,01	Al 0,011	B <0,0005
Pb <0,00010	Sn <0,0050	As <0,0050	Sb <0,00100	Cd <0,00010	H 0,00000	N 0,0057	
As + Sb + Sn 0,0110							
Análise química - Pé do Lingote							
C 0,414	Si 1,69	Mn 0,75	P 0,0052	S 0,0010	Co 0,01	Cr 0,79	Mo 0,37
Ni 1,85	V 0,09	W 0,01	Cu 0,02	Ti <0,0020	Nb <0,01	Al 0,011	B <0,0005
Pb <0,00010	Sn <0,0050	As <0,0050	Sb <0,00100	Cd <0,00010	N 0,0050		
As + Sb + Sn 0,0110							
NORMAS ATENDIDAS							
AMS 6419 / G							
Descarbonetação conforme norma ASTM E1077							
Camada máxima: 0,0 mm							
Macrografia conforme norma ASTM A604							
Situação: Aprovado Severidade: 1A/2A/3A/4A							
Microinclusão conforme norma ASTM E45							
A Fina: 1		B Fina: 0,5		C Fina: 0			
D Fina: 0,5		A Grossa: 0		B Grossa: 0			
C Grossa: 0		D Grossa: 0					
ASTM E45 - METHOD D - PLATE III							
A VILLARES METALS DECLARA QUE ESTE PRODUTO ESTÁ EM CONFORMIDADE COM AS ESPECIFICAÇÕES DO PEDIDO DE COMPRA							
USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL R. Alfredo Dumont Villares, 155 13178-902 # Sumaré - SP # BRAZIL Fone: 55 19 3303-8000

CERTIFICADO DE QUALIDADE

CONFORME EN 10204 3.1

Nosso sistema de qualidade é certificado de acordo com ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) e NADCAP (tratamento térmico e ensaios não destrutivos).

Certificação Ambiental ISO 14001.

CERTIFICADO

Pag. 2/ 3

NOTA FISCAL

<p>Tamanho de grão na amostra tratada conforme norma ASTM E112</p> <p><i>Situação: Aprovado</i></p> <p>TAMANHO DE GRÃO ENCONTRADO: 6 ASTM; 100x; NITAL 4%; MEIO RAIOS</p> <p>ACCORDING TO ASTM E112. TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>											
<p>Tração na am. tratada - longitudinal conforme norma ASTM A370</p> <table> <tr> <td>Corpo de prova n°: 7750-A</td><td>Posição: Longitudinal</td><td>Temperatura: 20,40 °C</td></tr> <tr> <td>Dimensão: 8,77 mm</td><td>Lim. resist.: 2.013 MPa</td><td>Lim. esc. 0,2%: 1.700 MPa</td></tr> <tr> <td>Estricção: 38,8 %</td><td>Alongamento: 10,5 %</td><td></td></tr> </table> <p>TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>			Corpo de prova n°: 7750-A	Posição: Longitudinal	Temperatura: 20,40 °C	Dimensão: 8,77 mm	Lim. resist.: 2.013 MPa	Lim. esc. 0,2%: 1.700 MPa	Estricção: 38,8 %	Alongamento: 10,5 %	
Corpo de prova n°: 7750-A	Posição: Longitudinal	Temperatura: 20,40 °C									
Dimensão: 8,77 mm	Lim. resist.: 2.013 MPa	Lim. esc. 0,2%: 1.700 MPa									
Estricção: 38,8 %	Alongamento: 10,5 %										
<p>Tração na am. tratada - longitudinal</p> <table> <tr> <td>Corpo de prova n°: 7750-B</td><td>Posição: Longitudinal</td><td>Temperatura: 20,40 °C</td></tr> <tr> <td>Dimensão: 8,78 mm</td><td>Lim. resist.: 1.999 MPa</td><td>Lim. esc. 0,2%: 1.724 MPa</td></tr> <tr> <td>Estricção: 38,2 %</td><td>Alongamento: 10,3 %</td><td></td></tr> </table> <p>TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>			Corpo de prova n°: 7750-B	Posição: Longitudinal	Temperatura: 20,40 °C	Dimensão: 8,78 mm	Lim. resist.: 1.999 MPa	Lim. esc. 0,2%: 1.724 MPa	Estricção: 38,2 %	Alongamento: 10,3 %	
Corpo de prova n°: 7750-B	Posição: Longitudinal	Temperatura: 20,40 °C									
Dimensão: 8,78 mm	Lim. resist.: 1.999 MPa	Lim. esc. 0,2%: 1.724 MPa									
Estricção: 38,2 %	Alongamento: 10,3 %										
<p>Tração na am. tratada - transversal conforme norma ASTM A370</p> <p>TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>											
<p>Tração na am. tratada - transversal</p> <p>TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>											
<p>Dureza conforme norma ASTM E10</p> <p>Resultado: 288 HBW</p> <p>287;290;287 HBW/ MÉDIA-288 HBW/2,5/187,.</p>											
<p>Dureza na amostra tratada conforme norma ASTM A370</p> <p>Resultado: 54 HRC</p> <p>54; 54; 53 HRC / MÉDIA- 54 HRC.</p> <p>TEST SPECIMEN QUENCHED AT 860 °C TO 880 °C / 1 HOUR MINIMUM / OIL COOLING AND DOUBLE TEMPERED AT 295 °C TO 305 °C / MINIMUM 2 HOURS / AIR COOLING.</p>											
<p>A VILLARES METALS DECLARA QUE ESTE PRODUTO ESTÁ EM CONFORMIDADE COM AS ESPECIFICAÇÕES DO PEDIDO DE COMPRA</p>											
<p>USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL</p> <p>R. Alfredo Dumont Villares, 155</p> <p>13178-902 # Sumaré - SP # BRAZIL</p> <p>Fone: 55 19 3303-8000</p> <p>Fax: 55 19 3303-8898</p> <p>e-mail: metals@villaresmetals.com.br</p>		<p><i>José R. M. Melo</i></p> <p>José Roberto Moreira Melo</p> <p>Gerente de Engenharia de Produto</p>

CERTIFICADO DE QUALIDADE

CONFORME EN 10204 3.1

Nosso sistema de qualidade é certificado de acordo com ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) e NADCAP (tratamento térmico e ensaios não destrutivos).

Certificação Ambiental ISO 14001.

CERTIFICADO

Pag. 3/ 3

NOTA FISCAL

Jominy conforme norma ASTM A255		
Distância 1: 12,70 mm	Dureza 1A: 58 HRC	Dureza 1B: 58 HRC
Distância 2: 31,75 mm	Dureza 2A: 59 HRC	Dureza 2B: 58 HRC
Ultra-som conforme norma AMS 2154 CL.AA		
Situação: Aprovado		
Inspeção visual e dimensional		
Situação: Aprovado		
Partícula magnética conforme norma AMS 2300		
Situação: Aprovado	Frequência: 0	Severidade: 0
Teste anti-mistura		
Situação: Aprovado		
<p>A VILLARES METALS DECLARA QUE ESTE PRODUTO ESTÁ EM CONFORMIDADE COM AS ESPECIFICAÇÕES DO PEDIDO DE COMPRA</p>		
USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL R. Alfredo Dumont Villares, 155 13178-902 # Sumaré - SP # BRAZIL Fone: 55 19 3303-8000 Fax: 55 19 3303-8898 e-mail: metals@villaresmetals.com.br		<p>José Roberto Moreira Melo Gerente de Engenharia de Produto</p>

7.4 ANEXO 04 – LAUDO TÉCNICO DO AÇO 300M

RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO n.º 1646080

HEAT TREATMENT REPORT

no. 1646080

Our quality system is certified according to ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) and NADCAP (heat treatment and non-destructive tests).

ISO 14001 Environmental Certification.

Page 1/2

OS Job order 1646080		CICLO Cycle Normalizing		FORNO Furnace 5		CARGA Charge 159	
TEMPERATURA Temperature	TEMPO Time	RESFRIAMENTO Cooling	TEMPERATURA DO MEIO DE RESFRIAMENTO Cooling media temperature				
927 °C	2 h	Air Blown	INÍCIO Start:	NA °C	NA °F	FIM End:	NA °C NA °F

VILLARES METALS DECLARES THAT THIS PRODUCT IS IN COMPLIANCE WITH THE REQUIREMENTS OF THE ORDER AND SPECIFICATION

Sumaré PLANT / OFFICE
R. Alfredo Dumont Villares, 155
13178-902 - Sumaré - SP - BRAZIL
Phone: 55 19 3303-8000
Fax: 55 19 3303-8696
e-mail: metals@villaresmetals.com.br

RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO nº 1646080
HEAT TREATMENT REPORT no. 1646080

Our quality system is certified according to ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) and NADCAP (heat treatment and non-destructive tests).
 ISO 14001 Environmental Certification.

Page 2/2

OS Job order	CICLO Cycle	FORNO Furnace	CARGA Charge
1646080	Tempering	5	160
TEMPERATURA Temperature	TEMPO Time	RESFRIAMENTO Cooling	TEMPERATURA DO MEIO DE RESFRIAMENTO Cooling media temperature
677 °C	10 h	Air	INICIO Start: NA °C NA °F FIM End: NA °C NA °F

LAUDO Report

☒ Aprovado / Approved

☐ Rejeitado / Rejected

☐ Informativo / Informative

RESPONSÁVEL Responsible

 Villares Metals Fábio Araujo Bráz Registro: 5958-0		
Local Local: Sumaré - SP	Local Local:	Local Local:
Data Date: 13-jul-15	Data Date: / /	Data Date: / /

VILLARES METALS DECLARES THAT THIS PRODUCT IS IN COMPLIANCE WITH THE REQUIREMENTS OF THE ORDER AND SPECIFICATION

Sumaré PLANT / OFFICE
 R. Alfredo Dumont Villares, 155
 13178-902 - Sumaré - SP - BRAZIL
 Phone: 55 19 3303-8000
 Fax: 55 19 3303-8696
 e-mail: metals@villaresmetals.com.br

7.5 ANEXO 05 – FICHAS CRISTALOGRÁFICAS

```
#(C) 2016 by FIZ Karlsruhe - Leibniz Institute for Information
Infrastructure. All rights reserved.
data_53802-ICSD
_database_code_ICSD 53802
_audit_creation_date 2003-04-01
_audit_update_record 2013-02-01
_chemical_name_systematic 'Iron - alpha'
_chemical_formula_structural Fe
_chemical_formula_sum Fe1
_chemical_name_structure_type bcc-W
_chemical_name_mineral Iron
_exptl_crystal_density_diffn 7.88
_cell_measurement_temperature 289.
_publ_section_title 'Crystal structure of alpha-iron'
loop_
_citation_id
_citation_journal_full
_citation_year
_citation_journal_volume
_citation_page_first
_citation_page_last
_citation_journal_id_ASTM
primary 'Physical Review (1,1893-132,1963/141,1966-188,1969)' 1917
10 661 696
PHRVAO
loop_
_publ_author_name
'Hull, A.W.'
_cell_length_a 2.866
_cell_length_b 2.866
_cell_length_c 2.866
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 23.54
_cell_formula_units_Z 2
_symmetry_space_group_name_H-M 'I m -3 m'
_symmetry_Int_Tables_number 229
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
1 'z, y, -x'
2 'y, x, -z'
3 'x, z, -y'
4 'z, x, -y'
5 'y, z, -x'
6 'x, y, -z'
7 'z, -y, x'
8 'y, -x, z'
```

```

9 'x, -z, y'
10 'z, -x, y'
11 'y, -z, x'
12 'x, -y, z'
13 '-z, y, x'
14 '-y, x, z'
15 '-x, z, y'
16 '-z, x, y'
17 '-y, z, x'
18 '-x, y, z'
19 '-z, -y, -x'
20 '-y, -x, -z'
21 '-x, -z, -y'
22 '-z, -x, -y'
23 '-y, -z, -x'
24 '-x, -y, -z'
25 '-z, -y, x'
26 '-y, -x, z'
27 '-x, -z, y'
28 '-z, -x, y'
29 '-y, -z, x'
30 '-x, -y, z'
31 '-z, y, -x'
32 '-y, x, -z'
33 '-x, z, -y'
34 '-z, x, -y'
35 '-y, z, -x'
36 '-x, y, -z'
37 'z, -y, -x'
38 'y, -x, -z'
39 'x, -z, -y'
40 'z, -x, -y'
41 'y, -z, -x'
42 'x, -y, -z'
43 'z, y, x'
44 'y, x, z'
45 'x, z, y'
46 'z, x, y'
47 'y, z, x'
48 'x, y, z'
49 'z+1/2, y+1/2, -x+1/2'
50 'y+1/2, x+1/2, -z+1/2'
51 'x+1/2, z+1/2, -y+1/2'
52 'z+1/2, x+1/2, -y+1/2'
53 'y+1/2, z+1/2, -x+1/2'
54 'x+1/2, y+1/2, -z+1/2'
55 'z+1/2, -y+1/2, x+1/2'
56 'y+1/2, -x+1/2, z+1/2'
57 'x+1/2, -z+1/2, y+1/2'
58 'z+1/2, -x+1/2, y+1/2'
59 'y+1/2, -z+1/2, x+1/2'
60 'x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
61 '-z+1/2, y+1/2, x+1/2'
62 '-y+1/2, x+1/2, z+1/2'

```



```

63 '-x+1/2, z+1/2, y+1/2'
64 '-z+1/2, x+1/2, y+1/2'
65 '-y+1/2, z+1/2, x+1/2'
66 '-x+1/2, y+1/2, z+1/2'
67 '-z+1/2, -y+1/2, -x+1/2'
68 '-y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
69 '-x+1/2, -z+1/2, -y+1/2'
70 '-z+1/2, -x+1/2, -y+1/2'
71 '-y+1/2, -z+1/2, -x+1/2'
72 '-x+1/2, -y+1/2, -z+1/2'
73 '-z+1/2, -y+1/2, x+1/2'
74 '-y+1/2, -x+1/2, z+1/2'
75 '-x+1/2, -z+1/2, y+1/2'
76 '-z+1/2, -x+1/2, y+1/2'
77 '-y+1/2, -z+1/2, x+1/2'
78 '-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
79 '-z+1/2, y+1/2, -x+1/2'
80 '-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'
81 '-x+1/2, z+1/2, -y+1/2'
82 '-z+1/2, x+1/2, -y+1/2'
83 '-y+1/2, z+1/2, -x+1/2'
84 '-x+1/2, y+1/2, -z+1/2'
85 'z+1/2, -y+1/2, -x+1/2'
86 'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
87 'x+1/2, -z+1/2, -y+1/2'
88 'z+1/2, -x+1/2, -y+1/2'
89 'y+1/2, -z+1/2, -x+1/2'
90 'x+1/2, -y+1/2, -z+1/2'
91 'z+1/2, y+1/2, x+1/2'
92 'y+1/2, x+1/2, z+1/2'
93 'x+1/2, z+1/2, y+1/2'
94 'z+1/2, x+1/2, y+1/2'
95 'y+1/2, z+1/2, x+1/2'
96 'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Fe0+ 0
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Fe1 Fe0+ 2 a 0 0 0 . 1. 0
#End of TTdata_53802-ICSD

```

```

#(C) 2016 by FIZ Karlsruhe - Leibniz Institute for Information
Infrastructure. All rights reserved.
data_108132-ICSD
_database_code_ICSD 108132
_audit_creation_date 2006-10-01
_audit_update_record 2007-08-01
_chemical_name_systematic 'Iron carbon (0.94/0.06)'
_chemical_formula_structural 'Fe0.94 C0.06'
_chemical_formula_sum 'C0.06 Fe0.94'
_chemical_name_structure_type fcc(ccp)-Cu
_chemical_name_mineral Austenite
_exptl_crystal_density_diffn 7.46
_publ_section_title

;
Partial molar volumes from high-temperature lattice parameters of
iron-carbon
austenite
;
loop_
_citation_id
_citation_journal_full
_citation_year
_citation_journal_volume
_citation_page_first
_citation_page_last
_citation_journal_id_ASTM
primary 'Metal Science Journal' 1970 4 219 222 MESJA7
loop_
_publ_author_name
'Ridley, N.'
'Stuart, H.'
_cell_length_a 3.618
_cell_length_b 3.618
_cell_length_c 3.618
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 47.36
_cell_formula_units_Z 4
_symmetry_space_group_name_H-M 'F m -3 m'
_symmetry_Int_Tables_number 225
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
1 'z, y, -x'
2 'y, x, -z'
3 'x, z, -y'
4 'z, x, -y'
5 'y, z, -x'

```

```

6 'x, y, -z'
7 'z, -y, x'
8 'y, -x, z'
9 'x, -z, y'
10 'z, -x, y'
11 'y, -z, x'
12 'x, -y, z'
13 '-z, y, x'
14 '-y, x, z'
15 '-x, z, y'
16 '-z, x, y'
17 '-y, z, x'
18 '-x, y, z'
19 '-z, -y, -x'
20 '-y, -x, -z'
21 '-x, -z, -y'
22 '-z, -x, -y'
23 '-y, -z, -x'
24 '-x, -y, -z'
25 '-z, -y, x'
26 '-y, -x, z'
27 '-x, -z, y'
28 '-z, -x, y'
29 '-y, -z, x'
30 '-x, -y, z'
31 '-z, y, -x'
32 '-y, x, -z'
33 '-x, z, -y'
34 '-z, x, -y'
35 '-y, z, -x'
36 '-x, y, -z'
37 'z, -y, -x'
38 'y, -x, -z'
39 'x, -z, -y'
40 'z, -x, -y'
41 'y, -z, -x'
42 'x, -y, -z'
43 'z, y, x'
44 'y, x, z'
45 'x, z, y'
46 'z, x, y'
47 'y, z, x'
48 'x, y, z'
49 'z, y+1/2, -x+1/2'
50 'y, x+1/2, -z+1/2'
51 'x, z+1/2, -y+1/2'
52 'z, x+1/2, -y+1/2'
53 'y, z+1/2, -x+1/2'
54 'x, y+1/2, -z+1/2'
55 'z, -y+1/2, x+1/2'
56 'y, -x+1/2, z+1/2'
57 'x, -z+1/2, y+1/2'
58 'z, -x+1/2, y+1/2'
59 'y, -z+1/2, x+1/2'

```

```

60 'x, -y+1/2, z+1/2'
61 '-z, y+1/2, x+1/2'
62 '-y, x+1/2, z+1/2'
63 '-x, z+1/2, y+1/2'
64 '-z, x+1/2, y+1/2'
65 '-y, z+1/2, x+1/2'
66 '-x, y+1/2, z+1/2'
67 '-z, -y+1/2, -x+1/2'
68 '-y, -x+1/2, -z+1/2'
69 '-x, -z+1/2, -y+1/2'
70 '-z, -x+1/2, -y+1/2'
71 '-y, -z+1/2, -x+1/2'
72 '-x, -y+1/2, -z+1/2'
73 '-z, -y+1/2, x+1/2'
74 '-y, -x+1/2, z+1/2'
75 '-x, -z+1/2, y+1/2'
76 '-z, -x+1/2, y+1/2'
77 '-y, -z+1/2, x+1/2'
78 '-x, -y+1/2, z+1/2'
79 '-z, y+1/2, -x+1/2'
80 '-y, x+1/2, -z+1/2'
81 '-x, z+1/2, -y+1/2'
82 '-z, x+1/2, -y+1/2'
83 '-y, z+1/2, -x+1/2'
84 '-x, y+1/2, -z+1/2'
85 'z, -y+1/2, -x+1/2'
86 'y, -x+1/2, -z+1/2'
87 'x, -z+1/2, -y+1/2'
88 'z, -x+1/2, -y+1/2'
89 'y, -z+1/2, -x+1/2'
90 'x, -y+1/2, -z+1/2'
91 'z, y+1/2, x+1/2'
92 'y, x+1/2, z+1/2'
93 'x, z+1/2, y+1/2'
94 'z, x+1/2, y+1/2'
95 'y, z+1/2, x+1/2'
96 'x, y+1/2, z+1/2'
97 'z+1/2, y, -x+1/2'
98 'y+1/2, x, -z+1/2'
99 'x+1/2, z, -y+1/2'
100 'z+1/2, x, -y+1/2'
101 'y+1/2, z, -x+1/2'
102 'x+1/2, y, -z+1/2'
103 'z+1/2, -y, x+1/2'
104 'y+1/2, -x, z+1/2'
105 'x+1/2, -z, y+1/2'
106 'z+1/2, -x, y+1/2'
107 'y+1/2, -z, x+1/2'
108 'x+1/2, -y, z+1/2'
109 '-z+1/2, y, x+1/2'
110 '-y+1/2, x, z+1/2'
111 '-x+1/2, z, y+1/2'
112 '-z+1/2, x, y+1/2'
113 '-y+1/2, z, x+1/2'

```

```

114 '-x+1/2, y, z+1/2'
115 '-z+1/2, -y, -x+1/2'
116 '-y+1/2, -x, -z+1/2'
117 '-x+1/2, -z, -y+1/2'
118 '-z+1/2, -x, -y+1/2'
119 '-y+1/2, -z, -x+1/2'
120 '-x+1/2, -y, -z+1/2'
121 '-z+1/2, -y, x+1/2'
122 '-y+1/2, -x, z+1/2'
123 '-x+1/2, -z, y+1/2'
124 '-z+1/2, -x, y+1/2'
125 '-y+1/2, -z, x+1/2'
126 '-x+1/2, -y, z+1/2'
127 '-z+1/2, y, -x+1/2'
128 '-y+1/2, x, -z+1/2'
129 '-x+1/2, z, -y+1/2'
130 '-z+1/2, x, -y+1/2'
131 '-y+1/2, z, -x+1/2'
132 '-x+1/2, y, -z+1/2'
133 'z+1/2, -y, -x+1/2'
134 'y+1/2, -x, -z+1/2'
135 'x+1/2, -z, -y+1/2'
136 'z+1/2, -x, -y+1/2'
137 'y+1/2, -z, -x+1/2'
138 'x+1/2, -y, -z+1/2'
139 'z+1/2, y, x+1/2'
140 'y+1/2, x, z+1/2'
141 'x+1/2, z, y+1/2'
142 'z+1/2, x, y+1/2'
143 'y+1/2, z, x+1/2'
144 'x+1/2, y, z+1/2'
145 'z+1/2, y+1/2, -x'
146 'y+1/2, x+1/2, -z'
147 'x+1/2, z+1/2, -y'
148 'z+1/2, x+1/2, -y'
149 'y+1/2, z+1/2, -x'
150 'x+1/2, y+1/2, -z'
151 'z+1/2, -y+1/2, x'
152 'y+1/2, -x+1/2, z'
153 'x+1/2, -z+1/2, y'
154 'z+1/2, -x+1/2, y'
155 'y+1/2, -z+1/2, x'
156 'x+1/2, -y+1/2, z'
157 '-z+1/2, y+1/2, x'
158 '-y+1/2, x+1/2, z'
159 '-x+1/2, z+1/2, y'
160 '-z+1/2, x+1/2, y'
161 '-y+1/2, z+1/2, x'
162 '-x+1/2, y+1/2, z'
163 '-z+1/2, -y+1/2, -x'
164 '-y+1/2, -x+1/2, -z'
165 '-x+1/2, -z+1/2, -y'
166 '-z+1/2, -x+1/2, -y'
167 '-y+1/2, -z+1/2, -x'

```

```

168 '-x+1/2, -y+1/2, -z'
169 '-z+1/2, -y+1/2, x'
170 '-y+1/2, -x+1/2, z'
171 '-x+1/2, -z+1/2, y'
172 '-z+1/2, -x+1/2, y'
173 '-y+1/2, -z+1/2, x'
174 '-x+1/2, -y+1/2, z'
175 '-z+1/2, y+1/2, -x'
176 '-y+1/2, x+1/2, -z'
177 '-x+1/2, z+1/2, -y'
178 '-z+1/2, x+1/2, -y'
179 '-y+1/2, z+1/2, -x'
180 '-x+1/2, y+1/2, -z'
181 'z+1/2, -y+1/2, -x'
182 'y+1/2, -x+1/2, -z'
183 'x+1/2, -z+1/2, -y'
184 'z+1/2, -x+1/2, -y'
185 'y+1/2, -z+1/2, -x'
186 'x+1/2, -y+1/2, -z'
187 'z+1/2, y+1/2, x'
188 'y+1/2, x+1/2, z'
189 'x+1/2, z+1/2, y'
190 'z+1/2, x+1/2, y'
191 'y+1/2, z+1/2, x'
192 'x+1/2, y+1/2, z'
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Fe0+ 0
C0+ 0
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Fe1 Fe0+ 4 a 0 0 0 . .94 0
C1 C0+ 4 a 0 0 0 . .06 0
#End of TTdata_108132-ICSD

```

#CIF 441293 Martensite

44-1293		Wavelength= 1.78897					C
C0.12Fe1.88		2 θ	Int	h	k	l	
Carbon Iron		51.191	100	1	0	1	
		52.770	45	1	1	0	
		72.724	7	0	0	2	
		77.860	11	2	0	0	
		95.605	11	1	1	2	
		99.370	19	2	1	1	
Rad.: CuK α 1 λ : 1.540598 Filter:		d-sp: Calculated					
Cut off:		Int.: Calculated					
		I/Icor.: 7.39					
Ref: Calvert, L., Lakes Entrance, Victoria, Australia, Private		119.515	6	2	0	2	
Communication, (1993)		125.423	3	2	2	0	
		141.141	5	1	0	3	
		162.351	5	3	0	1	
		167.081	5	3	1	0	
Sys.: Tetragonal		S.G.: I4/mmm (139)					
a: 2.847 b:		c: 3.018 A:					
		C: 1.0601					
α :		β :	γ :	Z: 1	mp:		
Ref: Roberts, C., J. Met., 5, 203 (1953)							
Dx: 7.225		Dm:	SS/FOM: F ₁₃ = 96(.0105 , 13)				

Unit cell reference also gives variations of lattice parameter of austenite as a function of carbon content. In type. Also called: martensite.,PSC: t12. Mwt: 106.43. Volume[CD]: 24.46.

© 2000 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.1


```

#(C) 2016 by FIZ Karlsruhe - Leibniz Institute for Information
Infrastructure. All rights reserved.
data_76826-ICSD
_database_code_ICSD 76826
_audit_creation_date 2001-07-16
_audit_update_record 2011-02-01
_chemical_name_systematic 'Diiron carbide'
_chemical_formula_structural 'Fe2 C'
_chemical_formula_sum 'C1 Fe2'
_chemical_name_structure_type Fe2C
_exptl_crystal_density_diffn 7.15
_publ_section_title

;
Crystal structure and morphology of the carbide precipitated from
martensitic
high carbon steel during the first stage of tempering
;
loop_
_citation_id
_citation_journal_full
_citation_year
_citation_journal_volume
_citation_page_first
_citation_page_last
_citation_journal_id_ASTM
primary 'Acta Metallurgica' 1972 20 645 655 AMETAR
loop_
_publ_author_name
'Hirotsu, Y.'
'Nagakura, S.'
_cell_length_a 4.704(16)
_cell_length_b 4.318(5)
_cell_length_c 2.830(6)
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 57.48
_cell_formula_units_Z 2
_symmetry_space_group_name_H-M 'P n n m'
_symmetry_Int_Tables_number 58
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
1 'x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
2 '-x+1/2, y+1/2, z+1/2'
3 'x, y, -z'
4 '-x, -y, -z'
5 '-x+1/2, y+1/2, -z+1/2'

```

```

6 'x+1/2, -y+1/2, -z+1/2'
7 '-x, -y, z'
8 'x, y, z'
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Fe2+ 2
C4- -4
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Fe1 Fe2+ 4 g 0.667 0.25 0 . 1. 0
C1 C4- 2 a 0 0 0 . 1. 0
#End of TTdata_76826-ICSD

```