DIEGO DA ROCHA RAMOS

INVESTIGAÇÃO DE NOVAS ROTAS DE TRATAMENTO TÉRMICO EM AÇO
PARA ROLAMENTO

São Paulo

2010

DIEGO DA ROCHA RAMOS

INVESTIGAÇÃO DE NOVAS ROTAS DE TRATAMENTO TÉRMICO EM AÇO
PARA ROLAMENTO

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para a obtenção do título de Mestre em
Engenharia

Área de concentração: Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Professor Titular

Helio Goldenstein

São Paulo

2010

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 25 de setembro de 2010.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Ramos, Diego da Rocha

Investigação de novas rotas de tratamento térmico em aço para rolamento / D.R. Ramos. -- ed.rev. -- São Paulo, 2010. 119 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Aço de alta resistência 2. Mecânica da fratura 3. Solução de problemas (Análise) 4. Rolamentos I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II. t.

**Dedico este trabalho a meus pais,
Geraldo e Minervina
a meus irmãos Demetrius e Deise
e a Flaviane**

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Hélio Goldenstein pela oportunidade concedida a mim, pela orientação, ensinamentos e conselhos despendidos durante o trabalho.

Ao Prof. Dr. Wanderson Santana da Silva (UFRN) pela ajuda e discussões ao longo deste trabalho.

Aos professores doutores Miguel J. R. Barboza e Carlos Antônio . R. P. Baptista ambos do DEMAR-EEL/USP por terem contribuído para minha formação, despertando meu interesse nesta área da Engenharia de Materiais desde a graduação e por terem contribuído no fechamento das discussões deste trabalho.

Ao Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin pela disponibilização das instalações do seu laboratório e pelo auxílio nas discussões.

Ao Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco (FEI) e ao técnico Daniel Barduzzi Tavares pela disponibilização da máquina de ensaios onde foram realizados os ensaios Chevron.

Aos engenheiros MSc. Wander Gomes da Silva, MSc. Ricardo S. Cumino e Gilvan Júnior da Silva da Shaffler pelo auxílio na discussão dos resultados e doação de amostras.

A minha professora de iniciação científica Dr^a Maria da Rosa Capri por sua amizade e ensinamentos.

Aos meus amigos e colegas de pós-graduação Mário González Ramirez, Paulo Henrique Ogata, David Rocha, Eduardo F. Monlevade, Dairo H. Mesa G., Paula Fernanda da Silva, Alexandre Farina, Edgar Apaza, Douglas Moraes, Flávio Gil, Vivian Serra M. Pereira, Marcelo, Diego Pineda

Aos meus amigos e colegas de trabalho da Refinaria de Capuava, especialmente ao Emerson e ao Pérsio

A bibliotecária Mônica dos Serviços Compartilhados da Refinaria de Capuava

Aos técnicos e funcionários do PMT, especialmente ao Livio, Vinícius, Rafael e Ivo pela amizade e colaboração.

Ao CNPQ pela bolsa de mestrado

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Pré-tratamento aplicado aos dois aços estudados por Sunada e colaboradores(12)	4
Figura 2: Tratamento final de uma fina microestrutura de ferrita e cementita em baixas temperaturas de austenitização(12).	5
Figura 3: Comparação entre a frente de reação com crescimento cooperativo e divorciado(15).	6
Figura 4: Mudança do modo divorciado para o modo lamelar em função do super-resfriamento(15).	6
Figura 5: Fluxograma esquemático da rota de tratamento térmico utilizada por Sherby para desenvolver superplasticidade em aços de ultra-alto carbono(17).	7
Figura 6: Ciclos térmicos.....	8
Figura 7: Tratamento térmico proposto por Tsuzaki(11).....	9
Figura 8: Microestrutura obtida por microscopia eletrônica de transmissão da liga Fe-1,72%C-0,05%Si-0,51%Mn-1,52%Cr-2,39%Al após tratamento térmico(11). As setas vermelhas indicam os carbonetos na matriz ferrítica.	10
Figura 9: Ancoramento de contornos de grãos por uma partícula de segunda fase(20).	11
Figura 10: Variação da energia livre em função da temperatura.....	13
Figura 11: Variação do reticulado da austenita em função da temperatura para um aço contendo 0,88% de carbono(24).	14
Figura 12: Variação da razão c/a em função da porcentagem de carbono ou nitrogênio em ligas ferrosas(24).	14
Figura 13: Crescimento interrompido de uma placa martensítica devido a um contorno de grão austenítico e a interação entre placas martensíticas durante a propagação no interior do grão (28).....	15
Figura 14: Martensita na forma de ripas e sua estrutura(29).	16
Figura 15: Tipos de subestrutura martensítica em função de teor de carbono do aço(30).	16
Figura 16: Efeito da taxa de resfriamento na transformação da austenita(31).	17
Figura 17: Esquema de tratamento térmico utilizando por Jiewu para obter martensita do tipo ripas em um aço hipereutetóide(32).....	18
Figura 18: Pré tratamento no aço 1,37%C-1,6%Cr-1,5%Al-0,35%Si-0,42%Mn mostrando carbonetos e ferrita após têmpera a 950°C e revenimento a 700°C(32).....	19
Figura 19: Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão. presença de martensita do tipo escorregada “LM”. O termo “TM” refere-se a martensita do tipo placas e os termos “C” são referentes aos carbonetos, adaptado de Jiewu(32).	19
Figura 20: Efeito do tamanho de grão austenítico na transformação martensítica(32). Quando o tamanho de grão austenítico atinge um diâmetro crítico d_c , ocorreria uma mudança na morfologia de martensita formada.	21
Figura 21: Tratamentos térmicos estudados por Vettters em amostra de aço AISI 52100(41)(42).	24

Figura 22: Comparação da resistência à fadiga de amostras de aço AISI 52100 submetidas a tratamento térmico para obtenção de uma microestrutura de bainita e martensita(41)(42).....	24
Figura 23: Variação da tenacidade à fratura em função da fração volumétrica e do tamanho dos carbonetos calculado usando o modelo de Rosenfield(45), a partir dos dados experimentais de Novaes da Conceição(46).	27
Figura 24: Efeito do tamanho de carbonetos na tenacidade à fratura(47).....	28
Figura 25: Efeito de partículas na tenacidade à fratura e na resistência flexão adaptado de Berns(3). Linha vermelha hipotética adicionada na figura b ilustrando um possível efeito da extrapolação no tamanho dos carbonetos.	29
Figura 26: Tratamentos térmicos prévios utilizados por Krauss(48).....	30
Figura 27: Efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura(48).	30
Figura 28: Secção transversal de um corpo de prova com entalhe Chevron durante o ensaio(53).....	32
Figura 29: Microestrutura perlítica de partida do aço AISI 52100, ataque nital 2%.....	36
Figura 30: Comparação entre a amostra original e a amostra tratada no programa ImageJ.....	37
Figura 31: Efeito da profundidade h de corte no raio observado(54).	38
Figura 32: Aparato experimental utilizado no ensaio Chevron.	39
Figura 33: Desenho do corpo de prova utilizado no ensaio Chevron com a localização dos parâmetros para usinagem, segundo a ASTM E-1304(51).	40
Figura 34: Dimensões para a usinagem dos corpos de prova utilizados nos ensaios Chevron.....	41
Figura 35: Tratamento térmico convencional utilizado na fabricação de rolamentos. ..	42
Figura 36: Diagrama com a variação da concentração de carbono na austenita em função da temperatura para um aço contendo 1% de carbono e 1,5% de cromo.....	43
Figura 37: Diagrama com a variação da concentração de cromo na austenita em função da temperatura para um aço contendo 1% de carbono e 1,5% de cromo.....	44
Figura 38: Diagrama mostrando a variação da fração de cementita em função da temperatura.	44
Figura 39: Amostra após tratamento de solubilização e ataque com ácido pícrico. As setas brancas indicam as regiões mais escuras correspondentes a martensita.	45
Figura 40: Microestrutura da amostra após o revenido de alta temperatura a 700° C por 0,5h e ataque com ácido pícrico obtida por MEV com elétrons secundários. Provável presença de carbonetos envoltos por ferrita.....	46
Figura 41 Ciclo de tratamento térmico com revenido de alta temperatura de 0,5 hora.46	
Figura 42: Ciclo de tratamento térmico com revenido de alta temperatura de 1 hora. .	47
Figura 43: Variação da dureza ao longo dos tratamentos térmicos.....	48
Figura 44: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque Vilela.	49
Figura 45: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.	49

Figura 46: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 820° C, temperada e revenida, ataque Vilela.	49
Figura 47: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 820° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.	49
Figura 48: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque vilela.	50
Figura 49: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 840° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.	50
Figura 50: Amostra que sofreu revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final na temperatura de 840° C. Imagem obtida por MEV usando elétrons secundários.	51
Figura 51: Amostra que sofreu revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final na temperatura de 840° C. Imagem obtida por MEV usando elétrons secundários.	51
Figura 52: Amostra solubilizada, revenida por 1h e reaustenitizada a 840° C e revenida, ataque com ácido pícrico. Micrografia utilizando elétrons retroespalhados, carbonetos finamente dispersos na matriz martensítica.	51
Figura 53: Material tratado na rota convencional, austenitizado a 840° C, temperado em óleo e revenido por 2h a 180° C, ataque ácido pícrico, micrografia obtida por MEV utilizando elétrons secundários e aumento de 5000X.	52
Figura 54: Material tratado na rota convencional, austenitizado a 840° C, temperado em óleo e revenido por 2h a 180° C, ataque ácido pícrico, micrografia obtida por MEV utilizando elétrons secundários e aumento de 10000X.	52
Figura 55: Contornos de grão da amostra tratada convencionalmente.	53
Figura 56: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 800°C.	55
Figura 57: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 820°C.	56
Figura 58: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 840°C.	56
Figura 59: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 800°C.	57
Figura 60: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 820°C.	57
Figura 61: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 840°C.	58
Figura 62: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra tratada convencionalmente.	58
Figura 63: Aspectos das curvas obtidas durante o ensaio de um corpo com entalhe Chevron(61).	59
Figura 64: Curva do ensaio Chevron para os corpos de prova tratados convencionalmente.	60

Figura 65: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 800° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.	61
Figura 66: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 800° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.	62
Figura 67: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 820° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.	63
Figura 68: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 820° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.	63
Figura 69: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 840° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.	64
Figura 70: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 840° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.	65
Figura 71: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra tratada convencionalmente, apresentado em diferentes condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários. As setas vermelhas indicam carbonetos.....	70
Figura 72: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700°C por 1h e reaustenitizada a 800°C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.....	71
Figura 73: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700°C por 1h e reaustenitizada a 820°C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.....	72
Figura 74: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700° C por 1h e reaustenitizada a 840° C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.....	73
Figura 75: Efeito do tamanho dos carbonetos nos micromecanismos de fratura e na morfologia da superfície. O gráfico associado as micrografias das superfícies de fratura foi obtido plotando-se a Equação 25 variando o raio.....	75
Figura 76: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em impacto. Região de início da trinca observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao tratamento de solubilização, revenido de alta temperatura a 700°C e austenitização final de 800°C, seguida de revenido.....	76
Figura 77: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em impacto. Região onde ocorreu o final da fratura observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao tratamento de solubilização, revenido de alta temperatura a 700°C e austenitização final de 800°C, seguida de revenido.....	77
Figura 78: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em condições de impacto. Região de início da trinca observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao ciclo de tratamento térmico convencional.	78
Figura 79: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em condições de impacto. Região de término da propagação observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao ciclo de tratamento térmico convencional.	78
Figura 80: Efeito da temperatura de austenitização na tetragonalidade da martensita.	79
Figura 81: Variação da tenacidade à fratura e o teor de austenita retida(65).	80

Figura 82: Comparativo da variação da tenacidade à fratura para diversas condições de tratamento térmico.....	80
Figura 83: Valores obtidos por Gomes da Silva(6) e Cumino(1) em ensaios de impacto em aço AISI 52100 em 21 condições de tratamento térmico. As condições de tratamento térmico são mostradas na Tabela 19.....	84
Figura 84: Variação do fator de intensidade de tensões em função da profundidade do entalhe, mantendo-se o ângulo e o raio constantes, adaptado de Tetelman (66).....	85
Figura 85: Variação do fator de intensidade de tensões em função da profundidade do entalhe para diversos raios de entalhe, mantendo-se o ângulo constantes, adaptado de Tetelman (66).	85
Figura 86: Variação da energia absorvida no impacto com a temperatura de tratamento, comparação entre a rota convencional e a nova rota proposta.....	86
Figura 87: Variação da tenacidade à fratura dinâmica para amostras de aço AISI 4340 com o aumento da raio da raiz do entalhe, adaptado de Ritchie(67).	87
Figura 88: Efeito da velocidade de ensaio na tenacidade à fratura dinâmica para amostras de aço AISI 52100, adaptado de Beswick(68).	88
Figura 89: Interface do programa ImageJ.	99
Figura 90: Procedimento para calibração da escala no ImageJ.....	100
Figura 91: Mantendo a calibração global para o novo campo.	101
Figura 92: Aumento do contraste entre as fases.	101
Figura 93: Imagem antes de se aplicar a função “Threshold”	102
Figura 94: Aspecto da imagem após aplicar a função “Threshold”	103
Figura 95: Janela para ajuste das medidas e parâmetros a serem analisados.	103
Figura 96: Janela da função “Analyze Particles”	104
Figura 97: Janela “Results” com os valores obtidos durante a análise	104

Lista de Tabelas

Tabela 1: Aços estudados por Sunada e colaboradores(12).....	4
Tabela 2: Comparação dos valores obtidos nos ensaios de amostras de aço AISI 52100 tratados sobre diferentes condições.	23
Tabela 3: Valores medidos por Novaes da Conceição(46) para determinação da tenacidade à fratura utilizando o modelo proposto por Rosenfield.	26
Tabela 4: Composição química média do aço AISI 52100.....	36
Tabela 5: Nomenclatura dos parâmetros para usinagem de um corpo de prova para a realização do ensaio Chevron.....	40
Tabela 6: Parâmetros para o calculo de K_{IC} através da metodologia Chevron.....	41
Tabela 7: Tamanho médio e fração volumétrica dos carbonetos.....	54
Tabela 8: Valores obtidos durante o ensaio dos corpos de prova tratados convencionalmente	60
Tabela 9: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.....	62
Tabela 10: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.....	64
Tabela 11: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.....	65
Tabela 12: Verificação de diferença significativa entre os diversos tratamentos realizados. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.....	66
Tabela 13: Análise da influência dos tempos de revenido de alta temperatura para a temperatura de 800° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.....	67
Tabela 14: Verificação de diferença significativa entre os tempos de revenido de alta temperatura da temperatura de 820° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.	67
Tabela 15: Verificação de diferença significativa entre os tempos de revenido de alta temperatura da temperatura de 840° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.	68
Tabela 16: Verificação de diferença significativa entre os valores obtidos nos ensaios de impacto	68
Tabela 17: Efeito da temperatura de austenitização na concentração de elementos na austenita.....	81
Tabela 18: Valores de energia absorvida durante o ensaio de impacto para as diversas condições de tratamento térmico.....	82
Tabela 19: Tratamentos térmicos utilizados por Gomes da Silva(6) e Cumino(1) no tratamento térmico de amostras de aço AISI 52100.....	83
Tabela 20: Tamanho de grão das amostras ensaiadas sob tenacidade à fratura dinâmica.....	87
Tabela 21: Distribuição prática para a Análise de Variância.....	98

Lista de Símbolos e Abreviações

ANOVA	Analysis of Variance
DET	Divorced Eutectoid Transformation
E	Módulo de Young
F_{crit}	Valor obtido da tabela do teste F de Snedecor
F_{exp}	Valor de F obtido experimentalmente na ANOVA
f_v	Fração volumétrica
HW	Hot Work
HWW	Hot Warm Work
IWW	Isothermal Warm Work
K_{IC}	Tenacidade à fratura sob estado plano de deformação
LM	Lath Martensite
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Óptica
M_S	Temperatura de início da formação da martensita.
N_A	Número de partículas contadas por área teste
N_V	Número de partículas contadas por volume teste
HR_C	Dureza Rockwell escala C, em que se utiliza carga de 150 Kgf e penetrador cônico de diamante.
T_0	Temperatura na qual a energia livre de Gibbs da austenita é igual a da martensita
TM	Twinned Martensite
α'	Martensita
γ	Austenita

Conteúdo

Introdução	1
1. Revisão Bibliográfica	3
1.1 O aço AISI 52100 e os aços de Damasco	3
1.2 Tratamentos Térmicos e Termomecânicos em Aços de ultra-alto carbono.....	4
1.3 O efeito de ancoramento de contorno por partículas finas	10
1.4 A transformação martensítica nos aços e fatores influentes.....	12
1.5 Efeito da temperatura na transformação martensítica.....	22
1.6 Algumas propostas de tratamentos térmicos em aço AISI 52100.....	22
1.7 Efeito dos carbonetos na tenacidade à fratura.....	25
1.8 Medidas de tenacidade à fratura utilizando ensaio Chevron.....	31
2. Objetivos	35
3. Materiais e Métodos.....	36
3.1 O aço AISI 52100.....	36
3.2 Determinação do tamanho e fração volumétrica dos carbonetos	37
3.3 Metodologia Chevron	39
3.4 Medidas de energia absorvida sob impacto	41
3.5 Tratamentos Térmicos	42
4. Resultados e Discussão.....	48
4.1 Microestruturas após os tratamentos térmicos	48
4.2 Tamanho dos carbonetos	54
4.3 Validação dos ensaios Chevron	59
4.4 Análise estatística dos resultados	66
4.5 Análise das superfícies de fratura obtidas no ensaio Chevron	68
4.6 Correlação entre o tamanho do carboneto, morfologia da fratura e micromecanismo.....	74
4.7 Análise das superfícies de fratura obtidas no ensaio de impacto	75
4.8 Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura e na tenacidade à fratura.....	79
4.9 Discussão dos resultados de impacto	81
5 Conclusões	90
6 Sugestões de trabalhos futuros	91
7 Referências Bibliográficas	92
Anexo I - Análise de Variância - ANOVA	97
Anexo II - Análise de imagens usando o programa ImageJ	99

Resumo

Ao longo deste trabalho foi proposta uma nova rota de tratamento térmico para o aço AISI 52100, principal material utilizado na fabricação de rolamentos. Esta nova rota visa refinar a microestrutura de carbonetos presentes no material, com o objetivo de otimizar as propriedades mecânicas. Os tratamentos térmicos realizados conduziram a uma diminuição no tamanho dos carbonetos quando comparados com a amostra tradicional.

Para medir a tenacidade à fratura evitando a dificuldade experimental de se nuclear pré-trincas em materiais frágeis, foi utilizada a metodologia Chevron, como formalizada na ASTM E-1304(97). Algumas das amostras submetidas a nova rota apresentaram maior tenacidade à fratura quando comparadas a amostra tratada na rota convencional.

O material tratado na nova rota de tratamento térmico foi avaliado também em ensaio de impacto, usando-se corpos de prova Charpy de secção reduzida, sem entalhe. Os resultados obtidos mostraram que o material com carbonetos mais finos apresentavam menor energia absorvida no impacto quando comparados com a amostra tratada na rota convencional.

Este comportamento a princípio contraditório foi explicado pela maior presença de sítios de nucleação na amostra com carbonetos mais finos. A maior densidade de sítios nas condições do ensaio de impacto conduziu a uma intensificação da nucleação de trincas, levando a uma menor energia absorvida durante o ensaio de impacto; este efeito ocorre mesmo quando o mecanismo de nucleação de trincas envolve a nucleação e coalescimento de microcavidades.

Procurou-se fazer uma correlação entre a morfologia das superfícies de fratura obtidas no ensaio Chevron, o tamanho do carboneto das amostras e o micromecanismo atuante. Para amostras com superfície de fratura com aspecto fibroso foi associado o micromecanismo de fratura controlado por deformação. Para amostras com superfície de fratura com aspecto intergranular foi associado o micromecanismo de fratura controlado por tensão.

Palavras chave: refino de carboneto; aço rolamento; entalhe Chevron; tratamento térmico; tenacidade à fratura

Abstract

This work proposes a new heat treatment route for AISI 52100 steel, the most used material for bearings. The new route is designed so as to refine the carbides distribution in material, with the aim of increasing the fracture toughness. In order to measure the fracture toughness a Chevron notch methodology was used, as described in ASTM E-1304(97). Obtaining a static pre-crack on brittle materials is difficult and expensive; the Chevron notch methodology allows avoiding this difficulty. The heat treatments reduced the carbide sizes as compared with conventionally heat-treated steels.

Some samples treated by this new route presented an increase in Chevron notch fracture toughness.

The materials treated by the new heat treatment route were also tested in impact using a subsize Charpy specimen, without notch. Materials with fine carbides presented less dissipated energy in impact test than the material conventionally treated. This behavior is associated with the increase in number of carbide particles, as second phase particles are known to behave as sites for microvoid initiation and growth. The higher density of such sites presented in the material with fine carbides enhance this mechanism, lowering the dissipated energy measured in impact test.

A correlation between fracture morphology, carbide size and fracture mechanisms was attempted. Samples with fine carbides presents fibrous transgranular fracture morphologies with strain controlled fracture micro-mechanism while samples with coarse carbides presented intergranular type morphologies with stress controlled micro-mechanism.

Key-words: carbide refining; bearing steel; Chevron notch; heat treatment; fracture toughness

Introdução

Rolamentos são elementos de máquina, que transmitem com o mínimo de atrito, a carga entre duas superfícies que se movem em direções opostas, estes são compostos basicamente por corpos rolantes (esferas e rolos), anéis e gaiola.

Os componentes dos rolamentos estão sujeitos a solicitações mecânicas severas, em que são exigidas as seguintes propriedades: alta resistência à fadiga, alta dureza, alta resistência ao desgaste, alta estabilidade dimensional e alta resistência mecânica. A otimização das propriedades mecânicas destes componentes por meio da compreensão do material e sua microestrutura pode conduzir a ganhos significativos nas propriedades mecânicas, sem causar impactos relevantes nos custos finais de produção dos rolamentos(1).

O principal aço aplicado na fabricação de rolamentos é o aço AISI 52100 ou aços equivalentes como o DIN 100Cr6 ou ainda SUJ2 na norma JIS. Um dos motivos do emprego do aço AISI 52100 na fabricação de rolamentos é que este permite a obtenção de uma microestrutura de martensita com uma fina distribuição de carbonetos esferoidizados, que proporciona as características exigidas na aplicação dos rolamentos. A estrutura martensítica com carbonetos, apesar de ter alta resistência mecânica e atender a dureza especificada para a fabricação de rolamentos(2) (maior que 60 HR_C), possui baixa tenacidade à fratura. Por sua vez a tenacidade à fratura pode ser associada num nível microscópico também ao desgaste superficial e macroscopicamente ao tipo de fratura(3). Apesar da importância tecnológica do estudo do desgaste, dentro do escopo deste trabalho esta propriedade não será avaliada.

O estudo da tenacidade à fratura de materiais frágeis teve seu início no grupo de pesquisa liderado pelo Prof. Helio Goldenstein no final da década de 90, com o trabalho de mestrado de Wanderson Santana da Silva(4) que propunha avaliar a tenacidade à fratura de aços ferramenta de alta resistência mecânica, tanto trabalhado como bruto de fundição e tratado termicamente quanto o produzido por metalurgia do pó.

Este primeiro trabalho mostrou a dificuldade experimental de se nuclear uma pré-trinca estática nestes materiais, impossibilitando a medição de

tenacidade à fratura através da utilização da metodologia mais comumente usada e descrita na norma ASTM E-399. Diante desta dificuldade experimental, foi implementada a metodologia Chevron como alternativa eficiente e de menor custo na determinação da tenacidade à fratura para materiais frágeis. Seguindo esta mesma linha, foi desenvolvido o mestrado de Adriano Mendanha(5) que utilizou a metodologia Chevron para determinar a tenacidade à fratura de um aço AISI D2 em diferentes condições microestruturais, comparando diversos graus de redução e as propriedades na direção de laminação e na direção transversal à laminação. Esta metodologia foi novamente utilizada no trabalho de doutorado de Wanderson Santana da Silva, desta vez para avaliar a tenacidade à fratura de uma liga fundida denominada NICRALC cuja composição consistia em níquel, cromo, alumínio e carbono.

Ainda dentro deste contexto de compreender as propriedades mecânicas de aços para rolamento, na década de 90 foram realizados alguns trabalhos de formatura sob a orientação do Prof. Helio Goldenstein com o objetivo de estudar a microestrutura do aço AISI 52100 e o efeito de tratamentos térmicos. Estes trabalhos de formatura deram origem aos mestrados de Ricardo S. Cumino(1) e Wander Gomes da Silva(6), que estudaram propriedades e microestruturas do aço AISI 52100 sob diferentes condições de tratamentos térmicos, em particular fazendo a comparação do efeito de tratamentos térmicos convencionais do tipo têmpera e revenido com tratamentos isotérmicos de decomposição da austenita na microestrutura e propriedades mecânicas. Uma das motivações para se estudar os tratamentos térmicos foi o baixo custo que esta etapa representa no custo total envolvido na fabricação de um rolamento. Dentro do contexto evolutivo apresentado, este trabalho avalia a tenacidade à fratura de um aço AISI 52100 utilizando a metodologia Chevron quando o mesmo é submetido a tratamentos térmicos não convencionais que conduzem ao refino na estrutura de carbonetos e a conseqüentes alterações nas propriedades mecânicas.

1. Revisão Bibliográfica

1.1 O aço AISI 52100 e os aços de Damasco

O aço AISI 52100 é um material amplamente utilizado na fabricação de rolamentos, sendo sua composição cerca de 1% de carbono e cerca de 1,5% de cromo(7)(8). Devido ao seu teor de carbono acima da composição eutetóide este aço é classificado como hipereutetóide.

Aços com alto teor de carbono, apesar das aplicações tradicionais em cutelaria, rolamentos e como aços ferramenta, do ponto de vista científico foram ignorados devido a possibilidade de formação de uma rede de carbonetos que podem se precipitar ao longo dos grãos austeníticos levando a fragilidade(9).

Sherby(10) na década de 70 na Universidade de Stanford, estudando aços de ultra-alto carbono mostrou que estes materiais podem desenvolver superplasticidade em determinadas temperaturas e serem extremamente dúcteis e resistentes a temperatura ambiente. Estes materiais estudados por Sherby eram muito semelhantes aos seculares aços de Damasco utilizados na fabricação de espadas e artefatos bélicos. Estes aços intrigaram por muito tempo os antigos metalurgistas devido a suas excelentes propriedades de tenacidade à fratura mesmo na presença de tão elevado teor de carbono. Após a invenção do microscópio o segredo foi revelado e descobriu-se que estes materiais apresentavam uma estrutura formada por uma fina dispersão de carbonetos.

Os conceitos disseminados por Sherby significaram uma ruptura de paradigma, mudando a forma como eram vistos os aços com alto teor de carbono, um exemplo, são as características excepcionais que estes materiais podem desenvolver quando tratados para se obter uma fina dispersão de carbonetos(10). Muitos destes conceitos até então desenvolvidos no intuito de se estudar a superplasticidade em aços de ultra-alto carbono, podem ser estendidos aos aços AISI 52100 devido a semelhança de sua composição com alguns destes materiais já estudados(11)

1.2 Tratamentos Térmicos e Termomecânicos em Aços de ultra-alto carbono

Sunada e colaboradores(12) estudando aços com 1,3 e 1,6% de carbono conseguiram uma combinação de grãos austeníticos refinados associados a uma fina dispersão de carbonetos que conferiu ao material, alta resistência a compressão e boa ductilidade. Estas características surpreendentes foram atribuídas a predominância de martensita do tipo escorregada em detrimento a martensita maclada. Na Tabela 1 a seguir são apresentadas as composições dos dois aços estudados.

Tabela 1: Aços estudados por Sunada e colaboradores(12).

Aço	Carbono	Manganês	Silício	Dureza (HRc)	σ (MPa)
1,3% C	1,25	0,65	0,10	66	4351
1,6% C	1,57	0,73	0,28	64	4192

As rotas de tratamento utilizadas podem ser visualizadas na Figura 1 a seguir.

Figura 1: Pré-tratamento aplicado aos dois aços estudados por Sunada e colaboradores(12)

Após estes pré-tratamentos os materiais foram reaustenitizados em diversas temperaturas, porém em temperaturas mais baixas foi possível

suprimir a formação de uma rede de carbonetos grosseiros ao longo dos contornos de grãos austeníticos. O tratamento final na temperatura de 750° C (Figura 2) resultou numa fina estrutura martensítica.

Figura 2: Tratamento final de uma fina microestrutura de ferrita e cementita em baixas temperaturas de austenitização(12).

Sherby e colaboradores(12)(13) estudando superplasticidade em aços de ultra-alto carbono resgatam o conceito da transformação eutetóide divorciada, denominada por DET (da sigla inglesa Divorced Eutectoid Transformation).

Uma reação eutetóide usualmente acontece quando as duas novas fases crescem com alto grau de cooperação entre si, resultando numa microestrutura eutetóide normal. Em certos casos as duas novas fases crescem com um grau menor de cooperação e dão origem a uma estrutura eutetóide anormal. Num caso extremo de baixo grau de cooperação entre as fases, ocorre a transformação eutetóide degenerada ou divorciada. A DET ocorre geralmente quando a transformação eutetóide ocorre na presença de uma fase proeutetóide. Do ponto de vista geométrico, existe uma similaridade entre a reação peritetóide e a reação eutetóide divorciada (14). A Transformação eutetóide ocorre ao longo dos contornos de grão de modo divorciado, produzindo finas partículas de cementita numa matriz ferrítica. Sendo engrossadas as partículas de cementita proeutetóide quando passam pela frente de reação, a Figura 3 mostra dois exemplos de frentes de transformação normal e divorciada respectivamente(15).

Figura 3: Comparação entre a frente de reação com crescimento cooperativo e divorciado(15).

Apesar da importância tecnológica da DET nos processos industriais de esferoidização de aços, a decomposição não cooperativa da austenita é muito pouco abordada nos estudos de metalurgia física(15). Na verdade a ocorrência da DET esta associada a um pequeno intervalo de resfriamento em que ocorre a mudança da transformação do modo cooperativo para o divorciado conforme pode ser visto na Figura 4. Tratando especificamente do aço AISI 52100, o cromo presente nesta liga tem efeito significativo no processo de obtenção da DET, pois ele aumenta a temperatura de austenitização e, conseqüentemente, o tempo no qual a DET pode ocorrer(16).

Figura 4: Mudança do modo divorciado para o modo lamelar em função do super-resfriamento(15).

a) Processo de têmpera e revenido. b) Processo de trabalho a morno.

c) Processo de trabalho a morno com têmpera e revenido.

Figura 6: Ciclos térmicos

As amostras que sofreram os tratamentos apresentados na Figura 6a e na Figura 6c do trabalho de Sato(17) apresentaram alongamentos acima de 500% a 700°C, ficando bem evidente o comportamento superplástico de uma microestrutura do tipo $(\alpha+\theta)$. As amostras tratadas por têmpera e revenido (Figura 6a) apresentaram uma larga fração de contornos de alto ângulo que auxiliou na obtenção de superplasticidade. As amostras que sofreram trabalho a morno e tratamento de têmpera e revenido (Figura 6c) apresentaram um alongamento levemente maior.

Devido à etapa de trabalho a morno estes materiais apresentaram uma dispersão uniforme de carbonetos, que tornou os grãos austeníticos mais finos na etapa de austenitização a 770°C. O material tratado nestas rotas apresentadas acima foi um aço AISI 52100 o que deixa evidências experimentais da possibilidade de se usar estes princípios para se estudar o efeito destes tratamentos em outros fenômenos microestruturais e em outras propriedades mecânicas.

As rotas propostas por Sherby(10)(12)(13) para obtenção de uma fina dispersão de carbonetos envolvem etapas complexas de combinação de trabalho termomecânico e tratamentos térmicos. Estes requerimentos extremamente estritos dificultam a aplicação de tais processos numa escala industrial (9)(11). Neste sentido vários trabalhos foram realizados no intuito de se eliminar a etapa de processamento termomecânico e, ao mesmo tempo, inibir a formação de uma rede de carbonetos ao longo dos contornos de grão. Em alguns aços de ultra-alto carbono foram adicionadas frações de silício ou alumínio no intuito de se inibir ou atrasar precipitação de carbonetos, devido ao efeito estabilizador da austenita destes elementos(18).

Com o objetivo de estudar superplasticidade Tsuzaki(11) e colaboradores desenvolveram uma rota de tratamento que permitiu a formação de uma estrutura microduplex, sem a realização de trabalho termomecânico. No primeiro estágio do tratamento formou-se uma estrutura totalmente perlítica ausente de carbonetos proeutetóides (tratamento a 1150°C), tratamento isotérmico a 650°C para esferoidização da cementita, austenitização em baixa temperatura 800°C e resfriamento rápido para obtenção de martensita e finalmente recristalização da martensita a 700°C para obtenção da estrutura microduplex. A rota de tratamento proposta pode ser vista na Figura 7.

Figura 7: Tratamento térmico proposto por Tsuzaki(11).

Neste trabalho Tsuzaki(11) estudou três diferentes composições de aços hipereutetóides, mas serão comentados apenas os resultados desta composição: Fe-1,72%C-0,05%Si-0,51%Mn-1,52%Cr-2,39%Al. Esta

composição foi a que apresentou os melhores resultados durante os tratamentos para a formação de uma estrutura microduplex, a adição de alumínio para inibir a formação de uma rede de carbonetos primários não é necessária para menores teores de carbono o que permite utilizar estes tratamentos em aços do tipo AISI 52100. O foco do trabalho de Tzusaki(11) também foi a verificação de comportamento superplástico. Na Figura 8 pode ser vista a microestrutura obtida após o material ser tratado na rota de tratamento térmico apresentada na Figura 7.

Figura 8: Microestrutura obtida por microscopia eletrônica de transmissão da liga Fe-1,72%C-0,05%Si-0,51%Mn-1,52%Cr-2,39%Al após tratamento térmico(11). As setas vermelhas indicam os carbonetos na matriz ferrítica.

1.3O efeito de ancoramento de contorno por partículas finas

As rotas de tratamento térmico e termomecânico até o momento discutidas, tinham como objetivo proporcionar a formação de uma fina distribuição de carbonetos que auxiliariam na obtenção, principalmente. As partículas de segunda fase atuam ancorando os contornos de grão, o efeito dessas nos contornos de grão foi inicialmente demonstrado por Zener(19) que formulou uma expressão teórica para este fenômeno (Equação 1). Uma partícula de segunda fase interagiria com um contorno de grão conforme pode ser visto na Figura 9(20). Este efeito é conhecido também por *pinning effect*. Em que na Equação 1 o termo f_v corresponde a fração volumétrica das partículas de

segunda fase, r corresponde ao raio da partícula de segunda fase e R é o raio do grão que sofre o efeito de ancoramento pela partícula de segunda fase.

$$\text{Equação 1} \quad R = \frac{4r}{3f_v}$$

Como pode ser notado, o aumento na fração volumétrica das partículas de segunda fase e a diminuição em seu tamanho ocasiona uma diminuição no tamanho do grão da matriz.

Figura 9: Ancoramento de contornos de grãos por uma partícula de segunda fase(20).

A equação de Zener foi revista por Rios(21) que propôs um ajuste reescrevendo a relação de Zener da seguinte forma (Equação 2). Nesta equação os termos R , r e f_v tem o mesmo significado da Equação 1. O ajuste proposto por Rios(21) apresentou uma melhor correlação entre o tamanho de partículas de segunda fase e o raio dos grãos.

$$\text{Equação 2:} \quad R = \frac{r}{6f_v}$$

1.4 A transformação martensítica nos aços e fatores influentes

O resfriamento rápido da austenita até a temperatura ambiente pode conduzir a formação da martensita. Esta estrutura e suas propriedades mecânicas tem sido extensivamente estudadas devido a sua importância tecnológica. O nome martensita foi dado em homenagem ao professor alemão A. Martens que estendeu os estudos pioneiros de Sorby no intuito de compreender esta microestrutura. A transformação martensítica que ao contrario dos outros fenômenos de decomposição da austenita em ligas ferrosas ocorre de maneira adifusional. O reticulado da martensita (α') é maior em relação a da austenita (γ). A transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ gera também uma mudança na estrutura cristalina, a austenita é cúbica de face centrada enquanto a martensita é tetragonal de face centrada. Conforme apresentado na Equação 3, a tetragonalidade da martensita aumenta com o teor de carbono, ou seja, o volume da célula unitária aumenta linearmente com o aumento no teor de carbono, sugerindo que o carbono esteja contido na forma intersticial(22)

$$\text{Equação 3} \quad \frac{c}{a} = 1 + 0,045.\%Carb\text{ono}$$

A condição necessária para que ocorra a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ é que a energia de α' seja menor que a energia de γ . Ainda é necessário um excesso de energia devido às energias superficial e a de deformação. A força motriz para o início da transformação martensítica pode ser expresso pela diferença entre T_0 e M_s onde T_0 é a temperatura na qual a energia de α' é igual a energia de γ e M_s é temperatura de início da transformação martensítica. A Figura 10 mostra a variação de energia livre durante a transformação $\alpha' \rightarrow \gamma$.

Figura 10: Variação da energia livre em função da temperatura.

A transformação da martensita em aços de alto carbono foi descrita por Yonemura(23) em dois estágios. No primeiro ocorreria a formação da M_P que seria a martensita com partículas de uma fase rica em carbono, resultado do auto-revenido da martensita, próximo a temperatura M_S ocorreria o segundo estágio com a formação da M_{TCC} que seria a estrutura tetragonal de corpo centrado final. Resultados para um aço contendo 0,88% em massa de carbono mostrando a variação do parâmetro de rede em função da temperatura, as mudanças de inclinação da curva evidenciariam a transformação que ocorre em dois estágios, conforme pode ser visto na Figura 11. A Equação 3 mostra como varia a tetragonalidade da martensita em função da concentração de carbono, a ocorrência de uma descontinuidade neste comportamento para aços com concentração de carbono acima de 0,6% em massa seria mais uma evidência experimental para supor que a transformação martensítica ocorre em dois estágios, a Figura 12 mostra a ocorrência da descontinuidade na relação c/a . O ponto H na Figura 12 seria influenciado por aspectos do processamento e mudanças na composição da liga(24).

Figura 11: Variação do reticulado da austenita em função da temperatura para um aço contendo 0,88% de carbono(24).

Figura 12: Variação da razão c/a em função da porcentagem de carbono ou nitrogênio em ligas ferrosas(24).

A martensita das ligas ferrosas se apresenta principalmente em dois tipos de morfologias, a martensita na forma de placas que contém uma estrutura interna de maclas paralelas. E a martensita em blocos ou ripas, que contem em seu interior alta densidade de discordâncias(25).

A martensita na forma de placas ocorre em aços de médio e alto carbono. As placas individuais interferem-se mutuamente durante o crescimento, aparentando ser um emaranhado, contudo as orientações

cristalográficas são de fato bem definidas. O termo martensita lenticular também é usual para esta morfologia. A diferença entre a martensita lenticular e a martensita na forma de placas é somente o seu comportamento de crescimento.

No caso da martensita lenticular, a deformação invariante do reticulado muda da maclação para escorregamento durante o crescimento e após a formação do “midrib” devido ao aumento local de temperatura na martensita. Já a martensita na forma de placas não sofre mudança no modo de crescimento devido a baixa energia de formação(26). As placas martensíticas crescem nos planos de hábito de alto índice conduzindo a um grande número de orientações dentro de um mesmo grão. As primeiras placas param de crescer ao encontrar os contornos de grão austeníticos. Estas primeiras placas criam então obstáculos para as placas subsequentes de orientações diferentes, este mecanismo pode ser visto na Figura 13. A deformação associada com o aumento de volume gerado na transformação martensítica impede o crescimento das placas mas ajuda na nucleação de placas em diferentes orientações(27).

Figura 13: Crescimento interrompido de uma placa martensítica devido a um contorno de grão austenítico e a interação entre placas martensíticas durante a propagação no interior do grão (28).

A martensita na forma de ripas é uma estrutura característica de aços de baixo carbono. O grão austenítico é subdividido em pacotes, que são grupos de ripas com o mesmo plano de hábito. Cada pacote consiste em blocos, que são

grupos de ripas com mesma orientação, estando estes blocos alinhados em paralelo. O esquema desta subestrutura martensítica pode ser visto na Figura 14(29).

Figura 14: Martensita na forma de ripas e sua estrutura(29).

Ao longo das descrições dos tipos de subestrutura martensítica ficou evidente o efeito do teor de carbono no tipo de subestrutura resultante. Krauss(30) revisou como variariam as subestruturas martensíticas em função do teor de carbono para ligas ferrosas, este mapa das subestruturas martensíticas pode ser visto na Figura 15.

Figura 15: Tipos de subestrutura martensítica em função de teor de carbono do aço(30).

Durante a discussão do conceito da transformação martensítica, no momento em que se expôs como acontece a transformação martensítica em aços foi dito que o resfriamento rápido da austenita resulta na transformação martensítica. Porém, não foi discutido qual seria a velocidade de resfriamento necessária para transformar a austenita em martensita e qual o efeito da taxa de resfriamento nas transformações da austenita. Zhao e colaboradores(31) reviram os efeitos da taxa de resfriamento na cinética da decomposição da austenita em ligas ferrosas e também demonstraram as diferenças entre os diagramas de resfriamento contínuo e os diagramas do tipo tempo, temperatura e transformação, também conhecidos por diagramas TTT. Um dos conceitos expostos no artigo de Zhao (31), mostra que a sobreposição entre diagramas de resfriamento contínuo e diagramas TTT no intuito de se prever o produto da transformação é conceitualmente errada. Pois o super-resfriamento durante a obtenção dos diagramas TTT é constante, logo, a força motriz para a transformação é constante. Já nos diagramas de resfriamento contínuo ocorre variação no super-resfriamento ao longo do tempo ocasionando uma mudança na força motriz da transformação também ao longo do tempo. Na Figura 16 pode-se notar o efeito da taxa de resfriamento nas transformações de fase.

Figura 16: Efeito da taxa de resfriamento na transformação da austenita(31).

Observando o diagrama da Figura 16 pode se perceber que para altíssimas taxas de resfriamento seria possível obter martensita na forma de placas que é um produto comum em aços de médio e alto carbono. Extrapolando este raciocínio, aumentando-se as taxas de resfriamento poder-se-ia obter uma estrutura diferente da martensita. Este tipo de observação experimental colocaria em xeque as teorias que classificam a transformação martensítica como atérmica. O produto obtido caso fosse possível implementar estas taxas de resfriamento altíssimas seria uma espécie de austenita “congelada”(31), o material para o qual foi obtido o diagrama da Figura 16 é um aço Fe-0,005%C.

Outro efeito relevante na transformação martensítica é o tamanho de grão austenítico previamente existente. Jiewu e colaboradores(32) estudando um aço hipereutetóide mostraram a possibilidade de se obter nestes aços, através de tratamentos térmicos martensita na morfologia de ripas. Os tratamentos térmicos utilizados podem ser vistos na Figura 17.

Figura 17: Esquema de tratamento térmico utilizando por Jiewu para obter martensita do tipo ripas em um aço hipereutetóide(32).

Na primeira etapa do tratamento térmico mostrado na Figura 17 não são apresentados os tempos dos tratamentos de austenitização a 950°C, esta etapa serviria para a completa dissolução de carbonetos primários presentes na matriz, sendo realizado posteriormente têmpera e revenimento a 700°C. A microestrutura obtida por este tratamento prévio pode ser vista na Figura 18.

Figura 18: Pré tratamento no aço 1,37%C-1,6%Cr-1,5%Al-0,35%Si-0,42%Mn mostrando carbonetos e ferrita após têmpera a 950°C e revenimento a 700°C(32).

Na etapa de revenimento ocorreria a nucleação de outras fases a partir dos defeitos formados durante a transformação martensítica, levando ao refinamento da microestrutura. Nos tratamentos posteriores A1 e A2 os tempos utilizados foram de 30 e 60 minutos, respectivamente. e a amostra foi resfriada em água. A análise por microscopia eletrônica de transmissão mostrou a presença de martensita com subestrutura de ripas, estas microestruturas podem ser vistas nas Figura 19.

Material submetido ao tratamento A1 Material submetido ao tratamento A2
Figura 19: Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão. presença de martensita do tipo escorregada “LM”. O termo “TM” refere-se a martensita do tipo placas e os termos “C” são referentes aos carbonetos, adaptado de Jiewu(32).

A obtenção desta morfologia martensítica contradiz a teoria de formação de subestruturas martensíticas em aços de alto carbono(30). Resultado semelhante também foi encontrado por Sherby em seus estudos sobre aços hipereutetóides(12). A explicação para a formação de subestrutura de ripas em um aço hipereutetóide pode ser dada através da termodinâmica desta transformação(32). A contribuição não-química para a energia de formação de uma plaqueta de martensita de comprimento $\underline{r}$ e espessura $\underline{c}$ pode ser expresso pela Equação 4(28).

$$\text{Equação 4: } \Delta g_n = (2\pi r^2 \gamma_{M/\gamma}) + (4/3\pi r^2 c)(Ac/r)$$

Onde $\underline{A}$ é a energia associada à deformação por unidade de volume e $\gamma_{M/\gamma}$ é a energia de interface por unidade de volume da martensita. Para uma unidade de volume da martensita temos a Equação 5.

$$\text{Equação 5: } \Delta G_N = \frac{3\gamma_{M/\gamma}}{2c} + \frac{Ac}{r}$$

Diferenciando a Equação 5 em relação a $\underline{c}$ e $\underline{r}$, chega-se a energia mínima ($\Delta G_{Min.}$) que poder vista na Equação 6.

$$\text{Equação 6: } \Delta G_{min} = \frac{2Ac}{r}$$

A relação ideal entre a espessura e o comprimento das plaquetas é igual a: $\frac{c}{r} = \frac{1}{40}$. Esta relação permitiria a menor energia para a formação da martensita(28). Como visto anteriormente, a martensita pode formar-se por maclação ou escorregamento, quando a tensão para que ocorram estes dois fenômenos são iguais. Para a formação de martensita por escorregamento a tensão associada seguiria uma lei do tipo Hall-Petch(33) que pode ser vista na Equação 7. Para o fenômeno de formação de martensita por maclação o fenômeno é semelhante a deformação por cisalhamento e é demonstrada na Equação 8.

Equação 7: $\tau_s = \tau_0 + kd^{-1/2}$

Onde: τ_s é a tensão cisalhante responsável pelo escorregamento, τ_0 é uma tensão cisalhante mínima, k é uma constante semelhante a da equação de Hall-Petch e d é o diâmetro do grão.

Equação 8: $\tau_t = G\gamma_t$

Onde: τ_t é a tensão em cisalhamento responsável pela maclação, G é o módulo de cisalhamento e γ_t é a deformação em cisalhamento responsável pela maclação.

Jiewu e colaboradores(32) reescreveram a Equação 8 chegando a Equação 9, que permite correlacionar o tamanho de grão com a tensão necessária para acontecer a formação de martensita maclada ou escorregada. O diâmetro de grão crítico d_c para a transição de mecanismo de formação martensítica maclada para escorregada pode ser visto na Figura 20. Para grãos menores que d_c predominaria a martensita escorregada.

Equação 9: $\tau_t = Gn40r^{-1}$

Onde: n é o número de átomos necessários para formar uma plaqueta de martensita e a é o comprimento da plaqueta.

Figura 20: Efeito do tamanho de grão austenítico na transformação martensítica(32). Quando o tamanho de grão austenítico atinge um diâmetro crítico d_c , ocorreria uma mudança na morfologia de martensita formada.

1.5 Efeito da temperatura na transformação martensítica

O efeito da temperatura de austenitização na morfologia martensítica foi visto por Yue-jun e colaboradores(34) que estudaram treze aços de médio e alto carbono e observaram que não existia a possibilidade de formação de ripas de martensita em aços de alto e médio carbono com o aumento da temperatura de austenitização. As observações de Yue-jun(34) contradizem as observações de Zackay e colaboradores(35) que atribuíam ao aumento da temperatura de austenitização a formação de martensita com morfologia de ripas em aços nos quais predominaria a martensita do tipo lenticular, esta mudança na morfologia da martensita explicaria o aumento da tenacidade à fratura com o aumento da temperatura de austenitização destes materiais.

Ritchie(36) observou o efeito da temperatura de austenitização em um aço En30A e mostrou que o aumento da tenacidade à fratura com aumento da temperatura de austenitização deve ser tratado com cuidado. Se a temperatura de austenitização for suficiente para deixar o enxofre do material em solução e a taxa de resfriamento não suprimir a sua precipitação nos contornos de grão austeníticos, ocorrerá a diminuição na tenacidade à fratura do material, ocorrendo geralmente falha intergranular por coalescimento de microcavidades.

1.6 Algumas propostas de tratamentos térmicos em aço AISI 52100

A aplicação de tratamentos térmicos de têmpera dupla foi realizado por Lee(37) em amostras de aço AISI 52100 no intuito de obter refino no tamanho de grão, seu estudo comparou duas rotas de tratamento térmico. A primeira rota consistiu em austenitizar o materiais a 840°C, temperá-lo em óleo aquecido e realizar um revenido a 180°C por duas horas, esta rota é a convencionalmente usada por fabricante de rolamentos. A segunda rota proposta consistiu em aplicar a primeira austenitização e têmpera descrita na rota anterior e realizar uma segunda austenitização em uma temperatura inferior na presença de uma atmosfera com 5% de gás amônia e em seguida revenido de duas horas. Os resultados de Lee(37) podem ser vistos na Tabela 2. A diferença entre as propriedades obtidas para cada tratamento térmico

foram atribuídas a diminuição do tamanho de grão do material que aumentou a densidade de contornos de grão.

Tabela 2: Comparação dos valores obtidos nos ensaios de amostras de aço AISI 52100 tratados sobre diferentes condições.

	Processo Convencional	Processo com dupla têmpera
Tamanho de grão (μm)	14,4	5,9
Energia de impacto (J)	2,5	4,1
Ciclo de vida sobre fadiga de contato (L_{10}) (horas)	67,6	563,4

O uso de microestruturas do tipo bainítica também tem sido uma opção na otimização de propriedades mecânicas de aços para rolamento através de tratamento térmicos. O tempo de austêmpera é influenciado por fatores como a temperatura de austenitização que influenciará no tempo de incubação para formação da bainita. Zhao(38) mostrou que o refino da estrutura de carbonetos em aços AISI 52100 acarreta o aumento no tempo de incubação para formação da bainita. Chakraborty(39) estudou os parâmetros ótimos para a obtenção de uma microestrutura composta por bainita e martensita em um aço AISI 52100, e concluiu que tratamentos de austêmpera de 30 minutos seguidos de têmpera em água podem resultar numa estrutura microduplex de bainita e martensita que manteria o nível de dureza em 62 HR_C e apresentaria 53 J de energia de impacto.

Os tratamentos isotérmicos para obtenção de bainita são geralmente realizados em banho de sal, o que aumenta os custos envolvidos nos tratamentos térmicos, no intuito de diminuir o tempo de tratamento isotérmico. Li (40) estudando o aço GCr15 mostrou que a realização de uma pré-têmpera numa temperatura abaixo de M_s conduz a diminuição do tempo de incubação para formação da bainita. Utilizando o conceito de pré-têmpera, Vettters(41)(42) comparou a microestrutura e o comportamento sob fadiga de amostras de aço AISI 52100 tratadas em quatro condições conforme pode ser visto na Figura

21. As amostras com microestrutura duplex contendo martensita e bainita mostraram melhor resistência à fadiga conforme pode ser visto na Figura 22.

Tratamento de têmpera e revenido convencional (M_{QT})

Tratamento isotérmico convencional (B)

Tratamento térmico com pré-têmpera (BB)

Tratamento isotérmico combinado com têmpera (B_P)

Figura 21: Tratamentos térmicos estudados por Vettters em amostra de aço AISI 52100(41)(42).

Figura 22: Comparação da resistência à fadiga de amostras de aço AISI 52100 submetidas a tratamento térmico para obtenção de uma microestrutura de bainita e martensita(41)(42).

Estudos de tratamento térmico com uma abordagem mais voltada para o processo foram realizados por Felipe(43) visando comparar a ovalização de rolamentos tratados por têmpera convencional e têmpera por indução. Os resultados obtidos neste trabalho conseguiram mostrar uma diminuição na ovalização dos anéis de rolamentos tratados por indução.

1.7 Efeito dos carbonetos na tenacidade à fratura

Rawal(44) estudou o efeito de partículas de cementita na tenacidade à fratura de aços carbono com concentrações de carbono que variavam de 0,13-0,83%. Segundo suas observações, a tenacidade à fratura varia em relação à fração volumétrica das partículas para uma composição constante, aumentando com a diminuição do tamanho de partícula e consequente diminuição do caminho livre médio. As trincas ou cavidades iniciam na frente microscópica da ponta da trinca, ocorrem de partícula para partícula de cementita ou na interface do trincamento. Rosenfield(45), utilizando dados de ligas de alumínio, desenvolveu um modelo para previsão da tenacidade em ligas de alumínio que pode ser visto na Equação 10.

$$\text{Equação 10} \quad K_{IC} = [2\sigma_y E (\pi/6)^{1/3} \bar{x}]^{1/2} V_v^{-1/6}$$

Onde: σ_y é o limite de escoamento; E é o módulo de Young; $\bar{x}$ é o diâmetro da partícula de segunda fase e V_v é a fração volumétrica das partículas de segunda fase.

Este modelo teórico proposto por Rosenfield(45) foi testado em um aço do tipo EN 31 por Novaes da Conceição(46) que, através de tratamentos térmicos, variou a fração volumétrica e o tamanho dos carbonetos, e em seguida, avaliou a tenacidade à fratura do material e a validade do modelo proposto por Rosenfield(45). Para aplicar este modelo foram assumidas como valores típicos o limite de escoamento de 2000 MPa e um módulo de Young de 210GPa, resultando na Equação 11 mostrada a seguir. Os valores da fração

volumétrica e do diâmetro médio planar usados para previsão no modelo estão apresentados na Tabela 3.

Equação 11
$$K_{IC} = 26 \times 10^9 \left[\frac{\bar{x}}{V_V^{1/3}} \right]^{1/2}$$

Tabela 3: Valores medidos por Novaes da Conceição(46) para determinação da tenacidade à fratura utilizando o modelo proposto por Rosenfield.

Temperatura de austenitização (°C)	Vv (%)	$\bar{x}(\mu\text{m})$	Valor da tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	
			Medido	Calculado
820	12,5	0,11	13,5	12,2
850	9,94	0,14	13,9	14,3
880	8,05	0,17	14,2	16,3

Nota-se através da Tabela 3, que para esta faixa de valores o modelo de Rosenfield consegue boa previsão dos valores. Em temperaturas de austenitização maiores, as frações volumétricas de carbonetos tendem a diminuir, mas a sensibilidade do modelo a este efeito acaba elevando demasiadamente a tenacidade à fratura. Testando o modelo de Rosenfield com as constantes adotadas por Novaes da Conceição(46) variando alguns parâmetros como fração de carbonetos de 1 a 20% e o tamanho de carbonetos de 0,01 a 10 μm , foi possível construir a Figura 23 que correlaciona o efeito destas variáveis na tenacidade à fratura. Nota-se na Figura 23, o modelo de Rosenfield(45) superestima a tenacidade à fratura quando o material possui pequena fração volumétrica e carbonetos mais grosseiros, chegando a prever valores de K_{IC} da ordem de 140 MPa.m^{1/2} para carbonetos com diâmetro de 12 μm .

Figura 23: Variação da tenacidade à fratura em função da fração volumétrica e do tamanho dos carbonetos calculado usando o modelo de Rosenfield(45), a partir dos dados experimentais de Novaes da Conceição(46).

A associação entre a tenacidade à fratura e o tamanho do carboneto também foi realizada por Novaes da Conceição(47) utilizando o aço AISI 52100 com microestrutura esferoidizada. Foi comparado o efeito de tamanho dos carbonetos na tenacidade à fratura, mostrando que carbonetos com tamanho entre $0,40\text{-}0,70\mu\text{m}$ apresentam um valor ótimo de tenacidade à fratura conforme pode ser visto na Figura 24. Apesar de mostrar qual o tamanho ideal de carbonetos que otimizaria a tenacidade à fratura, Novaes da Conceição(47) não mostra qual distribuição de carbonetos traria melhores resultados.

Figura 24: Efeito do tamanho de carbonetos na tenacidade à fratura(47).

Os resultados mostrados por Novaes da Conceição vem em direção contrária a outros resultados de medidas de tenacidade à fratura que mostram que microestruturas com dispersão de partículas mais grosseiras tem maior tenacidade à fratura. Berns(3) mostrou que partículas mais grosseiras tem efeito positivo na tenacidade à fratura de materiais compósitos de matriz metálica, devido ao maior espaçamento interpartículas do material com dispersão mais grosseira. A Figura 25 ilustra o raciocínio de Berns(3) em relação ao efeito das partículas nas propriedades mecânicas. Este modelo foi importante para explicar os resultados experimentais obtidos por Santana da Silva(4) e Mendanha(5) que estudaram aços ferramenta contendo carbonetos eutéticos e obtiveram aumento de K_{IC} com o aumento do tamanho dos carbonetos. Contudo se extrapolarmos o raciocínio da Figura 25, numa situação hipotética em que o tamanho das partículas pudesse ser engrossado infinitamente, o enorme efeito de concentração de tensões ocasionaria uma diminuição da tenacidade à fratura. A linha vermelha ilustraria o efeito do engrossamento das partículas na tenacidade à fratura. Logo existe um tamanho ideal de partícula de segunda fase, este tamanho ótimo deve ser função da matriz, forma como as partículas estão dispersas e do tipo de solicitação a qual o material é submetido.

Figura 25: Efeito de partículas na tenacidade à fratura e na resistência flexão adaptado de Berns(3). Linha vermelha hipotética adicionada na figura b ilustrando um possível efeito da extrapolação no tamanho dos carbonetos.

Krauss e colaboradores(48) estudaram um aço AISI 52100 na condição perlítica, aplicaram a estes dois tipos de tratamentos térmicos prévios que consistiam ambos na solubilização do material a 1150°C por 8h, no tratamento da condição A o material foi resfriado ao forno, no tratamento da condição B o material sofreu um tratamento isotérmico a 580°C por 1h, foi resfriado ao ar e em seguida foi esferoidizado por 3h a 700°C. Estes tratamentos podem ser vistos na Figura 26. Após estes tratamentos térmicos prévios as amostras foram austenitizadas nas seguintes temperaturas: 800, 850, 900, 950, 1000 e 1100° C. As duas condições de tratamento foram denominadas condição A e condição B, estes proporcionaram uma microestrutura contendo carbonetos proeutetóides e livre de carbonetos proeutetóides respectivamente.

Condição A resultando numa microestrutura com carbonetos proeutetóides. Condição B resultando numa microestrutura sem carbonetos proeutetóides.

Figura 26: Tratamentos térmicos prévios utilizados por Krauss(48)

As amostras tratadas na condição A e B apresentaram variação na tenacidade à fratura com o aumento da temperatura de austenitização, porém o comportamento observado foi bem distinto para ambas as condições. Na Figura 27 pode-se observar o efeito da austenitização na tenacidade à fratura.

Figura 27: Efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura(48).

O efeito do aumento da tenacidade à fratura com a diminuição da temperatura de austenitização até o valor de 1000° C observado nas amostras da condição A foi atribuído a rede de carbonetos proeutetóides presentes na microestrutura, a ausência de carbonetos esféricos muito finos elimina os sítios para nucleação de microcavidades.

1.8 Medidas de tenacidade à fratura utilizando ensaio Chevron

A metodologia mais utilizada para se determinar a tenacidade à fratura é descrita pela norma ASTM E-399(49) na qual, resumidamente, se estabelece que uma trinca pré-existente e estática atinja a instabilidade sob tensões crescentes no estado plano de deformação, sem que haja crescimento estável ou que este crescimento seja desprezível.

A dificuldade experimental de se determinar a tenacidade à fratura pelo método estabelecido na norma ASTM E-399 é a obtenção da trinca pré-trinca. Ensaio realizado por Santana da Silva(4)(50) comprovaram a dificuldade experimental de se obter uma pré-trinca estática em materiais frágeis, levando a adoção da metodologia Chevron para determinação da tenacidade à fratura nestes materiais. A metodologia Chevron contorna a dificuldade de obter a pré-trinca pois, a configuração do corpo de prova para o ensaio Chevron permite que a trinca nucleie na ponta do entalhe afiado mesmo com pequenos carregamentos, a norma que rege esta metodologia é a ASTM E-1304(51).

O desenvolvimento da metodologia Chevron assume que o ensaio ocorra obedecendo as hipóteses da mecânica da fratura linear elástica (MFLE). As hipóteses da mecânica da fratura linear elástica são(52):

- Defeitos são inerentes ao material, pois existe um limite de sensibilidade ou resolução para qualquer equipamento de detecção.
- Estado plano de deformação.
- O crescimento da trinca conduz a falha estrutural do componente e é determinado pelas tensões na ponta da trinca.
- A tensão na ponta da trinca é determinada pelo valor de K . Onde:

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a}$$
e Y é um fator geométrico relativo ao corpo de prova, σ é a tensão aplicada e a a metade do comprimento da trinca.

O aspecto da secção transversal de um corpo de prova utilizado no ensaio Chevron pode ser visto na Figura 28. Nesta figura o corpo foi rompido até o comprimento a .

Figura 28: Secção transversal de um corpo de prova com entalhe Chevron durante o ensaio(53).

Barker¹ fez um tratamento matemático adequado para chegar à equação que correlaciona a força com a tenacidade à fratura(53). As condições de crescimento de trinca estável na ponta da trinca são determinadas pela Equação 12 e seguem os critérios da mecânica da fratura linear elástica.

Equação 12:
$$bG_{IC} > \frac{F^2}{2} \left(\frac{dc}{da} \right)$$

Onde $c = \frac{y}{F}$ é a flexibilidade da amostra na posição a . A abertura das faces do corpo de prova é dado por y e F é a força aplicada. A equação é uma condição para a estabilidade da trinca. Deseja-se derivar uma equação para o crescimento estável da trinca controlado pela força da máquina. G_{IC} é a deformação plana crítica para a liberação de energia de deformação plana. Para que a trinca possa avançar, o lado esquerdo da Equação 12 deve aumentar mais rapidamente que o lado direito. Assumindo que G_{IC} é uma constante do material e se F é mantida constante tem-se a Equação 13 para o avanço da trinca.

¹ As condições e hipóteses adotadas por Baker podem ser vistas no apêndice A do artigo aqui citado, umas das considerações demonstradas é a independência geométrica em relação ao coeficiente de Poisson.

Equação 13:
$$G_{IC} \frac{db}{da} > \frac{F^2}{2} \frac{d^2c}{da^2}$$

Durante o avanço da trinca tem-se a seguinte relação geométrica acontecendo dinamicamente: $\frac{db}{da} = \frac{b}{a - a_0}$

No momento em que a trinca começa a crescer, tem-se uma relação de força que pode ser descrita pela Equação 14.

Equação 14:
$$F^2 = 2bG_{IC} / \left(\frac{dc}{da} \right)$$

Para o crescimento estável da trinca, deve-se combinar a Equação 14 com a relação geométrica de crescimento da trinca. Então a Equação 15 que propõe um parâmetro para o crescimento estável da trinca.

Equação 15
$$\frac{dc/da}{a - a_0} > \frac{d^2c}{da^2}$$

O critério de estabilidade é obtido se o valor de $\underline{a}$ é menor que o valor da trinca crítica $\underline{a}_c$. Multiplicando-se ambos os termos da equação pelo módulo de Young (E). Chega-se a Equação 16.

Equação 16:
$$\frac{d(cE)/da}{a - a_0} = \frac{d^2(cE)}{da^2}$$

Agora será considerado um experimento no qual a carga sobre a amostra é lentamente aumentada, causando o começo do avanço da trinca através do entalhe em “V” ilustrado na Figura 28. Quando a posição da trinca alcança o tamanho crítico $\underline{a}_c$, a carga alcança o valor crítico $\underline{E}_c$. A Equação 17 mostra um parâmetro adimensional relacionado com a geometria do corpo de prova.

Equação 17:
$$A^2 = \frac{G_{IC}EB^3}{F_c^2}$$

Rearranjando a Equação 17 tem-se:

Equação 18:
$$A^2 = \frac{B^3}{2bc} \left(\frac{d(cE)}{da} \right)_{a=a_c}$$

Onde b_c é o valor de b quando a atinge o valor crítico. O parâmetro B foi elevado ao cubo para tornar A adimensional. Nota-se que quanto mais as proporções geométricas do corpo de prova se mantêm constantes o valor de A se mantêm o mesmo. Se uma geometria de corpo de prova é calibrada, a medida do produto $G_{IC}E$ consistirá simplesmente na determinação da força requerida durante o ensaio para romper o corpo de prova. Para um conhecido padrão o valor de K_{IC} pode ser dado pela Equação 19.

Equação 19:
$$K_{IC} = AF_c/[B^{\frac{3}{2}}(1 - \nu^2)^{\frac{1}{2}}]$$

2. Objetivos

Os objetivos deste trabalho foram testar rotas de tratamento térmico não convencionais em um aço AISI 52100, visando otimizar a tenacidade à fratura, mantendo a resistência (medida através da dureza) dentro da faixa especificada para rolamentos. A estratégia explorada foi de refinar os carbonetos e diminuir a temperatura final de austenitização de forma a obter estruturas mais refinadas e martensita com menor teor de carbono.

3. Materiais e Métodos

3.1 O aço AISI 52100

As amostras de aço utilizadas foram de aço AISI 52100 na condição de partida perlítica conforme pode ser visto na Figura 29. A caracterização foi realizada por microscopia óptica e de varredura. A aquisição de imagens para microscopia óptica foi realizado utilizando uma câmera digital Micrometrics AE Premium acoplada ao microscópio da marca Olympus, utilizando-se diferentes aumentos. As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram obtidas através do aparelho da marca Philips XL-30 situado no Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica PMT-USP. A composição média de um aço AISI 52100 pode ser vista na Tabela 4. A dureza do material na condição de partida foi de $18,8 \pm 1,1 H_{RC}$.

Tabela 4: Composição química média do aço AISI 52100

Elemento	C (m%)	Cr (m%)	Mn (m%)	Si (%m)	P(%m)	S(%m)
	0,95-1,05	1,40-1,65	0,25-0,45	0,15-0,35	<0,030	<0,025

Figura 29: Microestrutura perlítica de partida do aço AISI 52100, ataque nital 2%.

3.2 Determinação do tamanho e fração volumétrica dos carbonetos

As medidas de tamanho de carbonetos foram realizadas utilizando-se o programa ImageJ². Na Figura 30 pode-se ver a imagem original e logo abaixo a imagem após o tratamento realizado no programa.

Figura 30: Comparação entre a amostra original e a amostra tratada no programa ImageJ.

² No anexo II deste texto é apresentado um pequeno roteiro de como se analisar e contar partículas utilizando o ImageJ

Como pode ser visto na Figura 30, após o tratamento de imagem, existe uma boa correlação entre os carbonetos que são visualizados e os que foram medidos. Os dados obtidos foram a área dos carbonetos individualmente e a área total do campo fotografado. A partir destes dados é possível determinar o valor da fração volumétrica dos carbonetos, sua área média, diâmetro e circularidade.

A determinação do diâmetro de partículas de segunda fase ou contornos de grão utilizando a medição do tamanho planar traz consigo o problema do efeito do corte no tamanho observado. Como pode ser visto na Figura 31, conforme se varia o corte existe a probabilidade de se alterar o diâmetro seccionado.

Figura 31: Efeito da profundidade h de corte no raio observado(54).

Este problema experimental foi resolvido por Saltykov(55) que propôs equações que corrigiriam os valores obtidos por meio da observação planar. Uma das hipóteses adotadas por este método é de que o formato dos grãos ou partículas seja esférico. A Equação 20 mostra como pode ser calculado o valor de N_V a partir dos valores N_A determinados experimentalmente. O valor do desvio padrão amostral e o cálculo do diâmetro corrigido são mostrados na Equação 21 e Equação 22 respectivamente.

$$N_{V,i} = \frac{1}{D_i} (1,645N_{A,i} - 0,4542N_{A,i-1} - 0,1173N_{A,i-2} - 0,0423N_{A,i-3} - 0,01561N_{A,i-4} - 0,0083N_{A,i-5} - 0,0036N_{A,i-6} - 0,0019N_{A,i-7} - 0,0009N_{A,i-8} - 0,00044N_{A,i-9} - 0,00036N_{A,i-10} - 0,0001N_{A,i-11} - 0,00003N_{A,i-12} - 0,00003N_{A,i-13} - 0,00001N_{A,i-14})$$

Equação 20

Equação 21
$$s(D) = \left[\frac{1}{N_V} \sum N_{V,i} (D_i - \bar{D})^2 \right]^{1/2}$$

Equação 22
$$\bar{D} = \frac{1}{N_V} \sum N_{V,i} D_i$$

3.3 Metodologia Chevron

Os ensaios Chevron foram realizados em uma máquina INSTRON localizada no Laboratório de Materiais do Centro Universitário da FEI. Foram seguidos os procedimentos estabelecidos pela norma ASTM E-1304-97(51). O aparato experimental utilizado no ensaio Chevron e o aspecto do corpo de prova após o ensaio pode ser visto na Figura 32. Na Tabela 5 são apresentados os parâmetros para a usinagem de um corpo de prova Chevron. O entalhe pode ser obtido por eletroerosão a fio. Aspectos como a espessura do fio utilizado no processo de eletroerosão podem afetar significativamente os valores medidos durante o ensaio. Na Figura 33 pode-se observar os parâmetros listados na Tabela 5.

a) Esquema de fixação do corpo de prova no ensaio Chevron. A seta amarela indica a posição do corpo de prova

b) Garras de fixação e corpos de prova Chevron de diversas dimensões antes e após o ensaio. As setas vermelhas indicam as diferentes dimensões de garras e a seta verde indica uma superfície de fratura de um corpo de prova ensaiado.

Figura 32: Aparato experimental utilizado no ensaio Chevron.

Tabela 5: Nomenclatura dos parâmetros para usinagem de um corpo de prova para a realização do ensaio Chevron

Parâmetros	Símbolo
Largura do corpo de prova (CP)	B
Comprimento útil do CP	W
Distância da extremidade do CP à linha de carga	X
Comprimento Total do CP	(W+X)
Altura do Corpo de Prova	2H
Distância entre Linha de Carga e Ponta do Entalhe	a_0
Distância entre Extremidade do CP e Ponta do Entalhe	$a_0 + X$
Profundidade da “Boca” do Corpo de Prova	S
Altura da “Boca” do Corpo de Prova	T
<i>Espessura do Entalhe (eletro-erosão a fio)</i>	<i>t</i>
Ângulo do Entalhe Chevron	ϕ

Figura 33: Desenho do corpo de prova utilizado no ensaio Chevron com a localização dos parâmetros para usinagem, segundo a ASTM E-1304(51).

As dimensões para a usinagem dos corpos de prova utilizados neste trabalho são mostradas na Figura 34. Os parâmetros necessários para o cálculo da tenacidade à fratura pela metodologia Chevron são listados na Tabela 6. Na Equação 23 é apresentada a fórmula usada para o cálculo de K_{IC} . Onde $F_{m\acute{a}x}$ é a máxima força medida ao longo do ensaio.

Figura 34: Dimensões para a usinagem dos corpos de prova utilizados nos ensaios Chevron.

Tabela 6: Parâmetros para o calculo de K_{IC} através da metodologia Chevron

Parâmetro	Valor
B (m)	$1,27 \times 10^{-2}$
W (m)	$1,84 \times 10^{-2}$
Y^* (adimensional)	28,22

Equação 23:
$$K_{IC} = Y^* \cdot F_{m\acute{a}x.} / (B\sqrt{w})$$

3.4 Medidas de energia absorvida sob impacto

Ensaio de impacto foram realizados seguindo a norma ASTM E-23(56). Devido a alta dureza do material optou-se por utilizar corpos de prova sem entalhe para que houvesse uma diferença significativa nos valores medidos. Trabalhos anteriores mostraram que o uso de entalhe com o material nesta condição microestrutural conduz a baixíssimos valores de energia absorvida e as diferenças entre os tratamentos térmicos acabam ficando embutidas no erro experimental(6)(57). Os corpos de prova utilizados possuíam dimensões *sub-size*, previstas na norma, estas foram 7x10x55 mm³. Os ensaios foram realizados nas instalações da empresa Bardella S/A.

3.5 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno do tipo câmara com bomba de vácuo acoplada para controle de atmosfera. Foram realizadas purgas com argônio a temperatura ambiente e a 400° C. O tratamento de têmpera foi realizado em óleo aquecido a 100° C com o auxílio de uma chapa de aquecimento. Uma característica diferente destes ensaios foi que os corpos de prova foram tratados na condição final de usinagem, com seus entalhes já confeccionados, o que exigiu um maior cuidado para evitar descarbonetação e eventual interferência nos resultados obtidos. O tratamentos dos corpos de prova já entalhados permite a eliminação da camada branca que pode ser gerada após a eletroerosão do entalhe.

O primeiro tratamento térmico proposto consiste em seguir a rota tradicional de tratamento convencionalmente utilizada na indústria de rolamentos, usando este valor como referência para os tratamentos posteriormente propostos, o esquema deste tratamento pode ser visto na Figura 35.

Figura 35: Tratamento térmico convencional utilizado na fabricação de rolamentos.

Os tratamentos térmicos não convencionais propostos consistem na completa dissolução do carbono presente no material, com a austenitização do mesmo a alta temperatura por um período de tempo ótimo. A temperatura ideal de austenitização foi obtida utilizando o software ThermoCalc e pode ser vista na Figura 36. Foram realizados cálculos termodinâmicos para determinar a temperatura de dissolução do cromo na austenita e a temperatura de decomposição da cementita, os diagramas obtidos que permitiram estabelecer

as condições de tratamento térmico podem ser vistas na Figura 37 e Figura 38, respectivamente. O material foi resfriado em óleo a 100° C, garantindo a obtenção de martensita predominantemente maclada e austenita retida. O aço AISI 52100, quando temperado, possui uma microestrutura martensítica predominantemente de placas, algumas ilhas isoladas de martensita do tipo ripas e carbonetos esféricos. Existe pouca probabilidade de existência de microtrincas devido a pequena quantidade de “midribs” observadas(58). A martensita obtida após este tratamento pode ser vista na Figura 39.

Figura 36: Diagrama com a variação da concentração de carbono na austenita em função da temperatura para um aço contendo 1% de carbono e 1,5% de cromo.

Figura 37: Diagrama com a variação da concentração de cromo na austenita em função da temperatura para um aço contendo 1% de carbono e 1,5% de cromo.

Figura 38: Diagrama mostrando a variação da fração de cementita em função da temperatura.

Figura 39: Amostra após tratamento de solubilização e ataque com ácido pícrico. As setas brancas indicam as regiões mais escuras correspondentes a martensita.

Após o tratamento de têmpera o material passou por um alívio de tensões a 230° C por duas horas para evitar trincamento por hidrogênio. Este revenimento nesta temperatura serviu também para transformar parte da austenita retida.

Durante a etapa de reaustenitização pode ocorrer o crescimento anormal de grão, finos grãos austeníticos podem nuclear ao redor dos contornos de grão, resultando posteriormente em grãos austeníticos grosseiros, estes são formados quando aços com martensita ou bainita são reaquecidos acima da temperatura AC3. Os grãos ou pacotes formados terão provavelmente o mesmo tamanho e distribuição do grão austenítico anterior. A etapa de revenido prévio atuaria impedindo a ocorrência do crescimento anormal de grão. A decomposição da austenita retida e a precipitação de carbonetos impediria este crescimento anormal(59).

Em seguida o material foi revenido em alta temperatura a 700° C. Neste tratamento, ocorrerão as reações do terceiro estágio do revenido, a microestrutura final consiste de cementita esferoidizada e uma matriz ferrítica(60). As reações se concentrariam na decomposição da martensita maclada e seus defeitos e os carbonetos aumentariam os sítios de nucleação e

atuariam como barreiras (*pinning effect*) para o crescimento do grão austeníticos na próxima etapa do tratamento que consiste numa rápida austenitização em baixa temperatura.

A amostra revenida a alta temperatura apresentou uma microestrutura de carbonetos extremamente refinada que pode ser vista na Figura 40. A dureza medida para amostra nesta condição foi de $34,1 \pm 1,6$ HR_C. Foram realizados seis ciclos de tratamento térmico variando o tempo de revenido de alta temperatura entre 30 e 60 minutos, também foram variadas as temperaturas de austenitização. Os ciclos de tratamento térmico seguidos podem ser vistos na Figura 41 e Figura 42.

Figura 40: Microestrutura da amostra após o revenido de alta temperatura a 700° C por 0,5h e ataque com ácido pícrico obtida por MEV com elétrons secundários. Provável presença de carbonetos envoltos por ferrita.

Figura 41 Ciclo de tratamento térmico com revenido de alta temperatura de 0,5 hora.

Figura 42: Ciclo de tratamento térmico com revenido de alta temperatura de 1 hora.

4. Resultados e Discussão

4.1 Microestruturas após os tratamentos térmicos

As amostras, após o tratamento de austenitização em baixa temperatura, apresentaram uma microestrutura composta de martensita e carbonetos finamente distribuídos na matriz. Na Figura 44 e na Figura 45 são mostradas as amostras austenitizadas a 800° C com 30 e 60 minutos de revenido de alta temperatura, respectivamente. Já na Figura 46 e na Figura 47 são mostradas as amostras austenitizadas a 820° C com 30 e 60 minutos de revenido de alta temperatura, respectivamente. Enquanto na Figura 48 e na Figura 49 são mostradas as amostras austenitizadas a 840° C com 30 e 60 minutos de revenido de alta temperatura, respectivamente. A variação da dureza do material sobre as diversas condições de tratamento térmico pode ser visualizado na Figura 43, podendo ser notado um discreto aumento da dureza com o aumento da temperatura de austenitização.

Figura 43: Variação da dureza ao longo dos tratamentos térmicos

Figura 44: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque Vilela.

Figura 45: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.

Figura 46: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 820° C, temperada e revenida, ataque Vilela.

Figura 47: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 820° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.

Figura 48: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 0,5h e austenitizada novamente a 800° C, temperada e revenida, ataque vilela.

Figura 49: Microscopia óptica de uma amostra solubilizada a 1050° C, revenida a 700° C por 1h e austenitizada novamente a 840° C, temperada e revenida, ataque ácido pícrico.

A partir das amostras obtidas por microscopia óptica não é possível fazer previsões quanto ao tamanho e a dispersão dos carbonetos é possível apenas afirmar que sob um aumento de 1000X as estruturas apresentam-se extremamente refinadas. Na Figura 50 é apresentada a amostra que sofreu revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final a 840° C. Mesmo utilizando um aumento de 5000X não é possível tirar conclusões a respeito da dispersão dos carbonetos e quanto ao seu tamanho só é possível verificar que são bem finos. Na Figura 51 temos a mesma amostra da figura anterior, utilizando-se um aumento de 10000X. Na Figura 52 é apresentada uma amostra com revenido de alta temperatura de 1h e temperatura final de austenitização de 840° C.

Figura 50: Amostra que sofreu revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final na temperatura de 840° C. Imagem obtida por MEV usando elétrons secundários.

Figura 51: Amostra que sofreu revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final na temperatura de 840° C. Imagem obtida por MEV usando elétrons secundários.

Figura 52: Amostra solubilizada, revenida por 1h e reaustenitizada a 840° C e revenida, ataque com ácido pícrico. Micrografia utilizando elétrons retroespalhados, carbonetos finamente dispersos na matriz martensítica.

A Figura 52 foi obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados, para evidenciar o contraste entre os carbonetos e a matriz. Podem ser notadas regiões onde ocorreu o empobrecimento no número de carbonetos, ou seja, a distribuição dos mesmos não ocorreu de forma perfeitamente homogênea durante a austenitização.

A distribuição de carbonetos obtida no material tratado através da rota convencional difere qualitativamente das demais amostras, a Figura 53 mostra

a sua microestrutura e dispersão de carbonetos com um aumento de 5000X e a Figura 54 apresenta a mesma amostra com um aumento de 10000X. Essa microestrutura pode ser associada a esferoidização da estrutura perlítica de partida durante a etapa de austenitização.

Figura 53: Material tratado na rota convencional, austenitizado a 840° C, temperado em óleo e revenido por 2h a 180° C, ataque ácido pícrico, micrografia obtida por MEV utilizando elétrons secundários e aumento de 5000X.

Figura 54: Material tratado na rota convencional, austenitizado a 840° C, temperado em óleo e revenido por 2h a 180° C, ataque ácido pícrico, micrografia obtida por MEV utilizando elétrons secundários e aumento de 10000X.

No início deste trabalho experimental houve certa preocupação com o tamanho de grão final da amostra. Acreditava-se que após os tratamentos térmicos poderia haver refino de grão da microestrutura.

Em relação às propriedades mecânicas, a fina dispersão de carbonetos obtida tem efeito mais significativo do que o próprio refino de grão que poderia ser obtido. Porém observações experimentais mostraram que não ocorria um refino acentuado de grão que poderia conduzir a mudanças na morfologia da martensita formada no tratamento térmico ou endurecimento significativo por um mecanismo do tipo Hall-Petch. Na verdade a tentativa de se revelar contornos de grão do material temperado e revenido mostrou-se bastante difícil. Para enriquecer as discussões deste trabalho é apresentada na Figura

55 uma micrografia com partes dos contornos de grão revelados no material tratado convencionalmente.

Figura 55: Contornos de grão da amostra tratada convencionalmente.

4.2 Tamanho dos carbonetos

Os valores dos carbonetos após os diversos tratamentos térmicos podem ser vistos na Tabela 7. Nota-se um refino no tamanho dos carbonetos quando o material é tratado na nova rota quando comparado ao material tratado na rota convencional.

Tabela 7: Tamanho médio e fração volumétrica dos carbonetos

Tratamento térmico	Diâmetro do carboneto (μm)	Fração Volumétrica (%)	N_A (carbonetos/μm^2)	Espaçamento Médio entre Partículas (μm)
Convencional	0,90 $\pm$ 0,17	9,2 $\pm$ 2,2	3,2 $\pm$ 0,9	5,9
Revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final a 800°C	0,30 $\pm$ 0,04	7,2 $\pm$ 1,9	5,0 $\pm$ 1,6	2,6
Revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final a 820°C	0,27 $\pm$ 0,03	4,5 $\pm$ 1,8	3,2 $\pm$ 1,2	3,8
Revenido de alta temperatura de 0,5h e austenitização final a 840°C	0,33 $\pm$ 0,04	4,8 $\pm$ 0,9	3,7 $\pm$ 1,0	4,4
Revenido de alta temperatura de 1h e austenitização final a 800°C	0,31 $\pm$ 0,02	7,7 $\pm$ 1,9	4,2 $\pm$ 1,2	2,5
Revenido de alta temperatura de 1h e austenitização final a 820°C	0,27 $\pm$ 0,02	5,2 $\pm$ 1,9	4,2 $\pm$ 1,2	3,3
Revenido de alta temperatura de 1h e austenitização final a 840°C	0,30 $\pm$ 0,05	6,2 $\pm$ 2,8	3,6 $\pm$ 1,6	3,1

A seguir são apresentadas as distribuições de tamanho de carboneto para as amostras que sofreram revenido de alta temperatura de 0,5h. Na Figura 56 é apresentada a distribuição dos tamanhos dos carbonetos para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 41 com austenitização final de 800°C. Na Figura 57 é apresentada a distribuição do tamanho de carbonetos para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 41 com austenitização final de 820°C. Na Figura 58 é apresentada a distribuição do tamanho de carbonetos para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 41 com austenitização final de 840°C.

Figura 56: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 800°C.

Figura 57: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 820°C.

Figura 58: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 0,5h e austenitizada a 840°C.

A seguir são apresentadas as distribuições de tamanho de carboneto para as amostras que sofreram revenido de alta temperatura de 1h. Na Figura 59 é apresentada a distribuição dos tamanhos dos carbonetos para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 42 com austenitização final de 800°C. Na Figura 60 é apresentada a distribuição do tamanho de carbonetos para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 42 com austenitização final de 820°C. Na Figura 61 é apresentada a distribuição do tamanho de carbonetos

para a amostra que sofreu o tratamento da Figura 42 com austenitização final de 840°C.

Figura 59: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 800°C.

Figura 60: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 820°C.

Figura 61: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra revenida a alta temperatura por 1h e austenitizada a 840°C.

A seguir é mostrada a distribuição de carbonetos tratada convencionalmente, conforme a Figura 35. Pode-se observar que um maior tamanho de carbonetos quando esta amostra é comparada com as demais.

Figura 62: Distribuição do tamanho dos carbonetos para a amostra tratada convencionalmente.

4.3 Validação dos ensaios Chevron

Os resultados obtidos nos ensaios Chevron foram validados através das curvas de deslocamento versus força, obtidas durante os ensaios para as diferentes condições de tratamento térmico. Estas curvas experimentais foram comparadas com as curvas propostas por Sakai(61) e podem ser vistas na Figura 63.

Figura 63: Aspectos das curvas obtidas durante o ensaio de um corpo com entalhe Chevron(61).

Quando o entalhe Chevron é idealmente usinado, temos uma curva com o formato que aparece na curva c da Figura 63. Entretanto nem sempre os entalhes apresentarão crescimento estável da trinca por toda a extensão do ensaio, pois pode ocorrer o crescimento instável da trinca e o rompimento catastrófico do corpo de prova e consequente aumento do valor estimado da tenacidade à fratura. Este tipo de comportamento pode ser visto na curva a da Figura 63.

Os corpos de prova submetidos ao tratamento térmico tradicional apresentaram o aspecto de curva mostrado na Figura 64. Pode-se notar uma curva com aspecto semelhante a Figura 63b, o que torna válido os valores obtidos para o cálculo da tenacidade à fratura. Os valores para a força obtidos durante o ensaio podem ser vistos na Tabela 8.

Figura 64: Curva do ensaio Chevron para os corpos de prova tratados convencionalmente.

Tabela 8: Valores obtidos durante o ensaio dos corpos de prova tratados convencionalmente

Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade fratura (MPa.m ^{1/2})	à Valor médio da tenacidade à fratura
CP 01	1288,09	21,67	20,70
CP 02	1290,06	21,70	Desvio Padrão
CP 03	1169,18	19,67	1,15
CP 04	1172,56	19,73	

Os corpos de prova submetidos ao tratamento térmico proposto na Figura 41 e Figura 42 com temperatura final de austenitização de 800° C apresentaram o aspecto de curva que pode ser visualizado na Figura 65 e Figura 66. São comparados dois tipos de condições de tratamento, variando-se o tempo de revenido de alta temperatura, que foi de 60 minutos para a amostra da Figura 65 e de 30 minutos para a amostra da Figura 66. Os valores das forças obtidos durante o ensaio e a tenacidade à fratura calculada para cada condição podem ser vistos na Tabela 9. Para a amostra que sofre revenido de alta temperatura de 60 minutos (Figura 65), pode ser dito que existiram dois grupos de resultados bem diferentes, contudo em ambos os casos o crescimento ocorreu de forma instável, o aspecto da curva foi semelhante ao

da Figura 63a, logo estes valores não podem ser usados pois superestimariam a tenacidade à fratura obtida.

Os valores obtidos com o revenido de alta temperatura de 30 minutos (Figura 66) também apresentaram grande dispersão porém o comportamento da curva não é característico de crescimento instável.

Tratamento de austenitização a 800°C com revenido de alta temperatura de 1h

Figura 65: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 800° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.

Tratamento de austenitização a 800°C com revenido de alta temperatura de 0,5h

Figura 66: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 800° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.

Tabela 9: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.

Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 60 minutos

Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
800.1	1507,46	25,37	24,3
800.2	2088,46	35,14	Desvio Padrão
800.3	2434,15	40,96	-
800.4	1371,72	23,08	

Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 30 minutos

Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
800.1	1896,01	31,90	27,79
800.2	1528,08	25,71	Desvio Padrão
800.3	1530,96	25,76	3,56

Os corpos de prova tratados, conforme mostrado nas Figura 41 e Figura 42, com temperatura de austenitização de 820° C apresentaram aspectos de curvas que podem ser vistos nas Figura 67 e Figura 68. Os valores da forças obtidas durante o ensaio e a tenacidade à fratura calculada para cada condição podem ser vistos na Tabela 10.

Tratamento de austenitização a 820°C com revenido de alta temperatura de 1h

Figura 67: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 820° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.

Tratamento de austenitização a 820°C com revenido de alta temperatura de 0,5h

Figura 68: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 820° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.

Tabela 10: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.

Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 60 minutos			
Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
820.1	1514,04	25,48	20
820.2	1178,04	19,82	Desvio Padrão
820.3	1191,08	20,04	-
Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 30 minutos			
Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
820.1	1047,17	17,62	17,31
820.2	1026,38	17,27	Desvio Padrão
820.3	1013,04	17,04	0,29

Os corpos de prova submetidos ao tratamento térmico proposto na Figura 41 e Figura 42 com temperatura final de austenitização de 840° C apresentaram curva que podem vistsass na Figura 69 e da Figura 70. Os valores da forças obtidas durante o ensaio e a tenacidade à fratura calculada para cada condição pode ser vista na Tabela 11.

Figura 69: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 840° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 1h.

Tratamento de austenitização a 840°C com revenido de alta temperatura de 0,5h

Figura 70: Curva obtida durante o ensaio Chevron para amostra austenitizada a 840° C por 25 minutos com revenido de alta temperatura de 0,5h.

Tabela 11: Valores da tenacidade à fratura para corpos de prova austenitizados a mesma temperatura com diferentes tempos de revenido de alta temperatura.

Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 60 minutos

Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
840	1044,43	17,57	17,82
840.1	1023	17,21	Desvio Padrão
840.2	1106,86	18,65	0,60
840.3	1062,65	17,88	

Corpos de prova com tratamento de revenido de alta temperatura de 30 minutos

Corpo de prova	Valor da Força (N)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	Valor médio da tenacidade à fratura
840.1	1063,39	17,89	15,9
840.2	982,66	16,53	Desvio Padrão
840.3	925,32	15,57	0,6
840.4	923,37	15,53	

4.4 Análise estatística dos resultados

A primeira análise a ser realizado é verificar se existe diferença significativa entre os valores obtidos para os tratamentos³. Na Tabela 12 estão os parâmetros utilizados para a análise.

Tabela 12: Verificação de diferença significativa entre os diversos tratamentos realizados. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{exp}
Entre amostras	310,78	6	51,79	21,38
Residual	33,91	14	2,42	F _{6;14;5%}
Total	344,69			2,85

Através do valor de $F_{\text{exp}} = 21,38 > F_{6;14;5\%}$, pode-se concluir, dentro de um grau de confiança de 95%, que os valores de tenacidade obtidos nos diversos tratamentos diferem significativamente entre si. Esta análise permite chegar a conclusão que os tratamentos realizados alteram significativamente a tenacidade à fratura do material. Deseja-se também verificar se dentro de cada temperatura de austenitização utilizada existe uma diferença significativa, ou seja, o tempo de revenido de alta temperatura influenciaria nos valores de tenacidade medidos. Na Tabela 13 tem-se a análise da influência do tempo de revenido de alta temperatura na tenacidade à fratura para a temperatura de 800° C.

³ No anexo I deste texto é apresentada uma breve discussão sobre a Análise de Variância - ANOVA

Tabela 13: Análise da influência dos tempos de revenido de alta temperatura para a temperatura de 800° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{exp}
Entre amostras	15,12	15,12	1	1,63
Residual	27,86	9,29	3	F _{1;3;5%}
Total	42,98			10,13

Observando os valores de F_{exp} e F_{crit} obtidos pode-se concluir que temperatura de 800° C não existe diferença significativa entre os tempos de revenido de alta temperatura utilizados. Para as temperaturas de 820 e 840° C, também é interessante verificar se existe influência significativa do tempo de revenido de alta temperatura na tenacidade à fratura, estas análises podem ser vistas na Tabela 14 e Tabela 15.

Tabela 14: Verificação de diferença significativa entre os tempos de revenido de alta temperatura da temperatura de 820° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{exp}
Entre amostras	8,43	1	8,43	112,36
Residual	0,23	3	0,075	F _{1;4;5%}
Total	8,66			7,71

Tabela 15: Verificação de diferença significativa entre os tempos de revenido de alta temperatura da temperatura de 840° C. ANOVA realizada nos resultados de tenacidade à fratura.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{exp}
Entre amostras	6,74	1	6,74	18,56
Residual	1,82	5	0,36	F _{1;5;5%}
Total	8,56			6,61

Analisando os valores de F_{exp} obtidos na Tabela 14 e na Tabela 15, observa-se que $F_{exp} > F_{crit}$ dentro do nível de confiança utilizado, ou seja, para as temperaturas de 820 e 840° C existe diferença significativa na tenacidade à fratura quando é alterado o tempo de revenido de alta temperatura. A análise de variância dos corpos de prova ensaiados sob impacto pode ser vista, na Tabela 16. Observando-se os valores de F_{exp} e $F_{6;15;5\%}$ nota-se que existe diferença significativa entre os diversos valores de energia medidos ao longo do ensaio.

Tabela 16: Verificação de diferença significativa entre os valores obtidos nos ensaios de impacto

Fonte de variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F _{exp}
Entre as amostras	269,37	6	44,89	17,68
Residual	38,08	15	2,54	F _{6;15;5%}
Total	307,45	21		2,79

4.5 Análise das superfícies de fratura obtidas no ensaio Chevron

A análise da superfície de fratura visa concluir se existe efeito dos tratamentos térmicos nos mecanismos de fratura. As superfícies de fratura de uma amostra tratada convencionalmente podem ser vistas na Figura 71. As

setas vermelhas na Figura 71 indicam a presença de carbonetos ao longo dos contornos dos antigos grãos austeníticos, agora transformados em martensita.

O modo de fratura intergranular pode ser associado a fragilização dos contornos de grão por impurezas como enxofre e fósforo que segregam preferencialmente no contorno na temperatura de austenitização.

Wander(6) analisou a superfície de fratura do aço AISI 52100 tratado por têmpera e revenido, ensaiado através da metodologia Chevron. Ele correlacionou o modo de fratura com o gráfico de força versus deslocamento obtido no ensaio Chevron, para amostras que apresentaram características de crescimento e propagação de trinca estável. Tendo observado que o modo de falha caracterizava-se por ser intergranular. Aos corpos de prova que apresentaram crescimento instável da trinca, ele associou morfologias de superfície de fratura do tipo transgranular com aspecto de *quasi-clivagem*. Os aspectos típicos da curva força versus deslocamento para o ensaio Chevron podem ser vistos na Figura 63. Nas amostras que sofreram solubilização e revenido de alta temperatura antes da austenitização pode-se notar uma mudança na morfologia da superfície de fratura quando comparada ao material tratado convencionalmente. Na Figura 72, Figura 73 e Figura 74 nota-se uma superfície de fratura com morfologia característica de *quasi-clivagem*.

Figura 71: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra tratada convencionalmente, apresentado em diferentes condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários. As setas vermelhas indicam carbonetos.

Figura 72: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700°C por 1h e reaustenitizada a 800°C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.

Figura 73: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700°C por 1h e reaustenitizada a 820°C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.

Figura 74: Superfícies de fratura de corpos de prova submetidos ao ensaio Chevron. Amostra solubilizada, revenida a 700° C por 1h e reaustenitizada a 840° C. São apresentadas três condições de aumento. Micrografias obtidas por MEV utilizando elétrons secundários.

Para estes ensaios não foi possível fazer associações entre o aspecto da curva força versus deslocamento e o aspecto da superfície de fratura. Como para o mesmo tipo de superfície de fratura tem-se diferentes tipos de curvas força versus deslocamento, podemos concluir que o aspecto da curva é também fortemente afetado por fatores inerentes a fabricação do entalhe como a etapa de eletroerosão e os tratamentos térmicos que podem ocasionar descarbonetação.

4.6 Correlação entre o tamanho do carboneto, morfologia da fratura e micromecanismo

Procurou-se uma associação entre o tamanho dos carbonetos, o aspecto da superfície de fratura e o micromecanismo controlador da fratura. Na Figura 75 é apresentado o efeito do tamanho dos carbonetos nos micromecanismos de fratura. Até um determinado tamanho crítico de carboneto o micromecanismo controlador da fratura seria controlado por uma deformação crítica(62). Ao ser superado este tamanho crítico poderia entrar em operação um micromecanismo de fratura controlado por tensão(63). A Equação 24 mostra como varia a deformação crítica $\underline{\epsilon}_c$ em função do raio da partícula da segunda fase $\underline{r}$, vetor de Burgers $\underline{b}$, da tensão crítica para a deformação $\underline{\sigma}_c$, do módulo de cisalhamento $\underline{\mu}$ e da constante $\alpha=1/7$. Como pode ser observado a deformação crítica para que o micromecanismo controlado por deformação atue varia linearmente com o tamanho da partícula de segunda fase. Logo se o micromecanismo controlador da fratura for controlado apenas por deformação, quanto maior o tamanho do carboneto maior deveria ser a tenacidade à fratura medida. Quando o tamanho de carboneto atinge uma dimensão crítica começa a operar um micromecanismo de fratura controlado por tensão. A Equação 25 mostra como varia a tensão crítica de fratura $\underline{\sigma}_F$ para clivagem da partícula de segunda fase em função do raio $\underline{r}$, do coeficiente de Poisson $\underline{\nu}$, do módulo de Young $\underline{E}$ e da energia da interface matriz-partícula $\underline{\gamma}_p$ no caso foi adotado como energia de interface matriz carboneto o valor de 14 J/m^2 (46). Analisando a equação percebe-se que tendendo o valor da partícula de segunda fase para um valor extremamente pequeno, a tensão crítica para a fratura desta partícula tenderia a um valor extremamente alto, ou seja, deixa de operar o

micromecanismo controlado por tensão e volta a ocorrer um micromecanismo controlado por deformação.

$$\text{Equação 24: } \epsilon_c > \frac{1}{30} \left(\frac{\sigma_c}{\alpha\mu} \right)^2 \frac{r}{b}$$

$$\text{Equação 25: } \sigma_F = \left[\frac{\pi E \gamma_p}{2(1-\nu^2)r} \right]^{1/2}$$

Figura 75: Efeito do tamanho dos carbonetos nos micromecanismos de fratura e na morfologia da superfície. O gráfico associado as micrografias das superfícies de fratura foi obtido plotando-se a Equação 25 variando o raio.

4.7 Análise das superfícies de fratura obtidas no ensaio de impacto

As superfícies dos corpos de prova após o ensaio apresentaram em todos os casos, aspecto macroscópico de fratura frágil. A análise das superfícies de fratura dos corpos de prova de impacto mostrou a ausência de possíveis artefatos ou trincas oriundas do tratamento térmico. A busca destes elementos nas micrografias das superfícies de fratura foi motivada

pelo valor de energia de impacto obtido, que a princípio foi considerado inferior ao da literatura. Mais adiante estes valores são apresentados e devidamente comentados. As superfícies de fratura foram observadas na região onde ocorreu o início da propagação trinca e na região onde ocorreu o término da propagação. Na Figura 76 é apresentada a superfície de fratura de um corpo de prova tratado na nova rota proposta, nota-se que a propagação da trinca aconteceu de maneira transgranular.

A análise de imagem de outros corpos de prova submetidos a nova rota proposta permite constatar que o modo de fratura predominante dentro desta condição de tratamento térmico é o modo transgranular. Não é possível detectar um micromecanismo de fratura associado a clivagem de partículas de segunda fase ou formação de microcavidades na interface matriz-carboneto. As superfícies de fratura tem o aspecto fibroso.

Figura 76: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em impacto. Região de início da trinca observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao tratamento de solubilização, revenido de alta temperatura a 700°C e austenitização final de 800°C, seguida de revenido.

Na Figura 77 é apresentada a região onde ocorreu o término da propagação, nota-se uma morfologia semelhante a do início da propagação quando comparadas micrografias com aumentos semelhantes. A análise dos corpos de prova tratados convencionalmente mostrou um início de propagação de trinca parecido com o apresentado anteriormente para os materiais tratados na nova rota proposta, as imagens desta superfície de fratura podem ser vistas na Figura 78 sob diferentes aumentos. Sob o aumento de 6500 vezes na Figura 78, pode-se ver a formação de microcavidades na interface matriz-carboneto. Não foi possível observar a clivagem de carbonetos.

Figura 77: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em impacto. Região onde ocorreu o final da fratura observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao tratamento de solubilização, revenido de alta temperatura a 700°C e austenitização final de 800°C, seguida de revenido.

A análise da região do término da propagação da trinca para os corpos de prova tratados convencionalmente mostrou a predominância de um mecanismo de fratura intergranular. Este tipo de mecanismo foi encontrado principalmente nos corpos de prova tratados nesta condição. Na Figura 79 é apresentada a micrografia da região de término da propagação da trinca para os corpos de prova tratados convencionalmente. Nota-se um aspecto de fratura com micromecanismo misto, composto de fratura intergranular e pequenas regiões com fratura transgranular. Nota-se também na micrografia com aumento de 1000 vezes da Figura 79, regiões com linhas esbranquiçadas onde ocorreu deformação plástica.

Figura 78: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em condições de impacto. Região de início da trinca observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao ciclo de tratamento térmico convencional.

Figura 79: Superfície de fratura de corpo de prova ensaiado em condições de impacto. Região de término da propagação observada em diversos aumentos. Amostra submetida ao ciclo de tratamento térmico convencional.

4.8 Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura e na tenacidade à fratura

A temperatura de austenitização poderia atuar de duas maneiras distintas sobre a tenacidade à fratura. Segundo Kar e colaboradores(64) em baixas temperaturas de austenitização carbonetos não dissolvidos podem agir como pontos de nucleação de trincas e altas temperaturas de austenitização causariam aumento do teor de carbono na austenita conduzindo ao aumento da tetragonalidade da martensita formada e consequente perda de tenacidade à fratura devido ao aumento de fragilidade da mesma. O efeito da temperatura na tetragonalidade da martensita pode ser visto na Figura 80 para um aço do tipo AISI 52100. Os dados da concentração de carbono em função da temperatura foram obtidos através do programa ThermoCalc®. O cálculo da tetragonalidade da martensita foi realizado segundo a Equação 3.

Figura 80: Efeito da temperatura de austenitização na tetragonalidade da martensita.

Santana da Silva e colaboradores(65) associaram o aumento da tenacidade à fratura com o aumento da temperatura de austenitização e com o aumento do teor de austenita retida no material, este efeito pode ser visualizado na Figura 81.

Figura 81: Variação da tenacidade à fratura e o teor de austenita retida(65).

A Figura 82 mostra como variam os valores médios de tenacidade à fratura para as diferentes condições de tratamento térmico realizadas.

Figura 82: Comparativo da variação da tenacidade à fratura para diversas condições de tratamento térmico.

Para estas temperaturas observadas nota-se um aumento da tenacidade à fratura com a diminuição da temperatura de austenitização. Este resultado é oposto ao conseguido por Santana da Silva(65) utilizando também aços AISI 52100, provavelmente porque os tratamentos utilizados por ele consistiam basicamente em têmpera e revenido sem causar alterações na microestrutura

de carbonetos proeutetóide presente. Uma microestrutura típica de um tratamento de têmpera e revenido pode ser vista na Figura 53. Pode se notar que a distribuição e o tamanho dos carbonetos é superior ao obtido pelo tratamento sofrido pela amostra da Figura 51, estas diferenças afetam significativamente os valores obtidos de tenacidade à fratura.

O efeito da temperatura de austenitização na tenacidade à fratura pode ser explicado, calculando-se o teor de carbono na austenita nas temperaturas de austenitização final de cada tratamento, para realizar este cálculo foi utilizado o programa ThermoCalc®.

Na Tabela 17 é mostrado o efeito da temperatura de austenitização na concentração de elementos na austenita. Os valores de concentração de elementos de liga obtidos foram aplicados na equação de Andrews(18) para obter o valor da temperatura de início da transformação martensítica (M_s).

Tabela 17: Efeito da temperatura de austenitização na concentração de elementos na austenita

Temperatura de austenitização (°C)	Porcentagem do elemento na austenita na temperatura de austenitização(%)			
	C	Cr	Mn	M_s calculada (°C)
800	0,7658	1,108	0,3361	191
820	0,8229	1,205	0,3399	166
840	0,8822	1,304	0,3435	140

A austenitização abaixo de A_{cm} conduz a uma austenita de equilíbrio com um menor teor de carbono e, conseqüentemente, a uma martensita com menor dureza e mais tenaz. A conseqüente diminuição na dureza pode ser compensada pelo aumento no teor de carbonetos formados durante o equilíbrio.

4.9 Discussão dos resultados de impacto

Os valores absolutos obtidos durante os ensaios de impacto chamaram a atenção devido a baixa energia absorvida com os corpos de prova na dimensão 7x10x55mm³ sem entalhe. Estes podem ser vistos na Tabela 18. Na

verdade é interessante revisar alguns valores de energia de impacto obtidos para aços semelhantes ao AISI 52100.

Tavares da Silva(57) estudando também o aço AISI 52100 mediu os seguintes valores médios de energia absorvida 2,7 e 3,9J, para o material temperado e revenido e para o material na condição bainítica respectivamente. As condições de ensaio seguiram estritamente a ASTM E-23 sendo utilizado entalhe e um pêndulo de 300 J. Os resultados de Lee(37) podem ser vistos na Tabela 2 e mostram os baixos valores de energia de impacto associado a estes materiais quando ensaiados. Gomes da Silva(6) e Cumino(1) realizaram ensaios de impacto em corpos de prova de aço AISI 52100 tratados em diferentes condições de têmpera e revenido e com tratamento isotérmico, seus resultados podem ser vistos na Figura 83, os corpos de prova utilizados possuíam as dimensões de 10x10x55mm³ e estavam sem entalhe.

Tabela 18: Valores de energia absorvida durante o ensaio de impacto para as diversas condições de tratamento térmico.

	convencional	Revenido de alta temperatura de 0,5h			Revenido de alta temperatura de 1h		
		800°C	820°C	840°C	800°C	820°C	840°C
	12,00 J	5,00 J	6,00 J	4,00 J	8,00 J	6,00 J	5,00 J
	14,00 J	8,00 J	4,00 J	6,00 J	6,00 J	6,00 J	6,00 J
	17,00 J	6,00 J	5,00 J	4,00 J	6,00 J	10,00 J	6,00 J
	16,00 J						
Média	14,75 J	6,33 J	5,00J	4,67 J	6,67 J	7,33 J	5,67 J
Desvio Padrão.	2,22 J	1,53 J	1,00 J	1,15 J	1,15 J	2,31 J	0,58 J

Tabela 19: Tratamentos térmicos utilizados por Gomes da Silva(6) e Cumino(1) no tratamento térmico de amostras de aço AISI 52100

Código	Descrição do tratamento térmico
1	Aust. a 860°C por 40 min; sem revenido
2	Aust. a 860°C por 40 min; 2h de revenido a 180°C
3	Aust. a 860°C por 40 min; 2h de revenido a 230°C
4	Aust. a 860°C por 40 min; 2h de revenido a 250°C
5	Aust. a 860°C por 40 min; 2h de revenido a 290°C
6	Aust. a 860°C por 40 min; 2h de revenido a 340°C
7	Aust. a 860°C por 40 min; 4h de revenido a 180°C
8	Aust. a 860°C por 40 min; 4h de revenido a 230°C
9	Aust. a 860°C por 40 min; 4h de revenido a 250°C
10	Aust. a 860°C por 40 min; 4h de revenido a 290°C
11	Aust. a 860°C por 40 min; 4h de revenido a 340°C
12	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 30 min
13	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 60 min
14	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 90 min
15	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 220°C por 120 min e revenido
16	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 220°C por 120 min
17	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 240 min e revenido
18	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 240 min
19	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 265°C por 360 min
20	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 235°C por 120 min
21	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; isotérmico a 235°C por 240 min
22	Pré aquec. a 500°C; aust. a 860°C por 30 min; pré-tempera a 170°C por 5 min; isotérmico a 270°C por 120 min

Figura 83: Valores obtidos por Gomes da Silva(6) e Cumino(1) em ensaios de impacto em aço AISI 52100 em 21 condições de tratamento térmico. As condições de tratamento térmico são mostradas na Tabela 19.

Os valores apresentados na Figura 83 dão a impressão que são melhores, quando comparados com os valores apresentados na Tabela 18. Contudo este tipo de análise não é válida pois, os corpos de prova possuem dimensões diferentes. Relações do tipo energia absorvida por unidade de área para realização de comparações entre os corpos de prova de dimensões diferentes, dificilmente são válidas, pois não é possível afirmar a existência de uma relação linear entre a energia absorvida e área do corpo de prova ensaiado.

Tetelman e colaboradores(66) mostraram que a variação de parâmetros do corpo de prova de impacto, como a profundidade do entalhe ou até mesmo o ângulo do mesmo trarão alterações no fator de intensidade de tensões e, conseqüentemente, na energia absorvida durante o ensaio. As algumas das relações obtidas por Tetelman(66) podem ser vistas na Figura 84 e na Figura 85, respectivamente.

Figura 84: Variação do fator de intensidade de tensões em função da profundidade do entalhe, mantendo-se o ângulo e o raio constantes, adaptado de Tetelman (66).

Figura 85: Variação do fator de intensidade de tensões em função da profundidade do entalhe para diversos raios de entalhe, mantendo-se o ângulo constantes, adaptado de Tetelman (66).

Até este ponto é possível afirmar que os valores obtidos nos ensaios, não podem ser comparados com outros valores, nem serem considerados baixos ou elevados. Contudo, um outro resultado, a princípio contraditório foi obtido.

Os tratamentos que conduziram a um incremento na tenacidade à fratura medida pelo ensaio Chevron, trouxeram uma diminuição na energia absorvida por impacto no ensaio Charpy, estes resultados podem ser vistos na Figura 82 e Figura 86. Resultados semelhantes foram obtidos por Ritchie e colaboradores(67) estudando o aço AISI 4340, sob duas condições distintas de tratamento térmico. A princípio as amostras austenitizadas a alta temperatura, temperadas e revenidas apresentavam maior tenacidade à fratura do que as amostras que não receberam o tratamento de austenitização a alta temperatura. Contudo, quando avaliadas através do ensaio Charpy com entalhe em V, acontecia uma inversão no comportamento. As amostras que não haviam sofrido o tratamento de austenitização a alta temperatura

apresentavam maior energia absorvida no impacto. Ritchie(67) conduziu então um estudo sistemático para avaliar o comportamento destas amostras de aço AISI 4340 ensaiadas sob condições *quasi* estáticas na presença de uma trinca afiada e em condições dinâmicas na presença de um entalhe. Foram realizados ensaios Charpy instrumentados e foi variado o raio da raiz do entalhe. Também foram comparadas condições de entalhe afiado, que seriam semelhantes às trincas nucleadas para os ensaios de tenacidade à fratura e entalhes com raios maiores que se aproximariam dos raios arredondados utilizados nos corpos de prova do ensaio Charpy. A propriedade medida foi denominada tenacidade à fratura aparente e pode ser vista na Figura 87. As amostras que sofreram tratamento de austenitização a alta temperatura na condição de ensaio em que o raio da raiz do entalhe tende a zero apresentaram maior tenacidade à fratura dinâmica. Com o aumento do raio da raiz do entalhe a condição de ensaio se aproxima do entalhe utilizado no ensaio de impacto (entalhe arredondado) e as amostras austenitizadas a baixa temperatura começam a apresentar valores maiores de tenacidade à fratura dinâmica.

Figura 86: Variação da energia absorvida no impacto com a temperatura de tratamento, comparação entre a rota convencional e a nova rota proposta.

Figura 87: Variação da tenacidade à fratura dinâmica para amostras de aço AISI 4340 com o aumento da raio da raiz do entalhe, adaptado de Ritchie(67).

Ritchie(67) correlacionou o aumento da tenacidade à fratura das amostras austenitizadas a alta temperatura com o maior tamanho de grão austenítico. Ele demonstrou que sob a ação de uma trinca afiada a distância característica para as amostras com maior tamanho de grão era maior, levando a um incremento na tenacidade à fratura medida. Sob condições dinâmicas este comportamento invertia, pois a máxima tensão crítica não ocorria imediatamente à frente da trinca, levando o material com grãos mais finos a apresentar melhores propriedades sob impacto.

Beswick(68) conduzindo um estudo sobre aço AISI 52100 em diversas condições microestruturais, realizou ensaio de tenacidade à fratura utilizando a norma ASTM E-399 e ensaios com material entalhado variando a velocidade do ensaio entre 0,08;1; 2 e 4 m/s. A variável medida nos ensaios foi denominada tenacidade à fratura dinâmica. A condição inicial das amostras e o seu respectivo tamanho de grão podem ser vistos na Tabela 20.

Tabela 20: Tamanho de grão das amostras ensaiadas sob tenacidade à fratura dinâmica

Condição	Tamanho de grão quando austenitizado a 845°C (µm)	Tamanho de grão quando austenitizado a 860°C (µm)
Trabalhado a frio	6,1	6,2
Trabalhado a quente	10,7	11,7

Na Figura 88 são apresentados os valores de tenacidade à fratura dinâmica e tenacidade à fratura medida pela norma ASTM E-399. Pode-se observar que o material que apresenta melhores propriedades quando ensaiado em condições dinâmicas, apresenta o valor mais baixo de tenacidade à fratura obtido num ensaio *quasi* estático. As conclusões de Beswick(68) sobre os resultados obtidos sugerem que não existe correlação direta entre a tenacidade à fratura medida através da norma ASTM E-399 e os ensaios de tenacidade à fratura dinâmica.

Figura 88: Efeito da velocidade de ensaio na tenacidade à fratura dinâmica para amostras de aço AISI 52100, adaptado de Beswick(68).

Os estudos de Beswick(68) em aço AISI 52100 em nenhum momento levaram em consideração o efeito do tamanho dos carbonetos nas propriedades mecânicas medidas. Os carbonetos são conhecidos como sítios para a nucleação de trincas, o material com carbonetos mais finos apresentará uma maior densidade de sítios para a nucleação de trincas. O efeito do aumento do número de partículas de segunda fase na energia absorvida no impacto foi mostrado por Vatavuk e colaboradores(69) estudando um ferro fundido com nódulos de grafita. Observou-se que as amostras com maior número de nódulos de grafita apresentavam menor energia absorvida, apesar da natureza microscópica dúctil da fratura, quando ensaiados acima da

temperatura de transição dúctil-frágil. Este comportamento foi associado aos nódulos de grafita, já que no material com maior número de nódulos ocorreu mais intensamente o mecanismo de iniciação e propagação de trincas que consistia em deformação plástica localizada nas regiões da matriz entre as partículas de segunda fase. Resultando em microestricção, formação e coalescimento de microcavidades que dão origem às microtrincas que se ligarão a uma trinca principal.

5 Conclusões

O estudo de tratamentos térmicos não convencionais visando refino de carbonetos em aço AISI 52100 levou aos seguintes resultados:

1. Os tratamentos térmicos propostos levaram ao refino no diâmetro dos carbonetos, na rota convencional os carbonetos apresentam em média $0,9\mu\text{m}$ e na nova rota proposta em média $0,3\mu\text{m}$.
2. Os tratamentos térmicos de refino de carboneto levam a um incremento na tenacidade à fratura quando comparado ao tratamento térmico convencional, sendo mantida a dureza dentro da faixa especificada para aplicações em rolamentos.
3. A condição experimental que maximizou a tenacidade à fratura foi com o tratamento de revenido de alta temperatura de 0,5h seguido de austenitização final a 800°C .
4. Durante os ensaios de impacto pode-se notar que o refino dos carbonetos ocasionou um decréscimo na energia absorvida quando comparados ao material tratado na rota convencional.
5. O efeito da diminuição da energia absorvida no impacto pode ser associado ao maior número de carbonetos presente no material tratado na nova rota. A presença de um número maior de partículas de carbonetos intensificaria a atuação dos mecanismos de nucleação e crescimento de microcavidades, conduzindo a uma menor energia absorvida durante o ensaio de impacto para o material tratado na nova rota proposta.
6. As superfícies de fratura obtidas no ensaio Chevron do material tratado na nova rota proposta apresentam características de fratura transgranular, com morfologia de *quasi* clivagem.
7. As superfícies de fratura obtidas no ensaio Chevron do material tratado na rota convencional apresentam característica intergranular predominantemente. Com algumas cavidades associadas a carbonetos em contorno de grão.

6 Sugestões de trabalhos futuros

Trabalhos com aço AISI 52100 com enfoque em propriedades mecânicas datam de antes da década de 70. Porém quando pensamos que o tema esta esgotado surgem novas abordagens e novos enfoques para o mesmo material. Dentro deste contexto são sugeridos como trabalhos futuros:

- A realização de ensaio de tração no material tratado nas diferentes condições propostas, utilizando a velocidade de avanço igual a utilizada nos ensaios Chevron permitirá obter-se o limite de resistência deste material nesta velocidade e trará parâmetros utilizáveis em modelos matemáticos a serem desenvolvidos para este material.
- Realização de tratamentos de engrossamento da microestrutura de carbonetos dispersos e realização de ensaios de impacto para comprovar até que ponto o número de partículas dispersas afeta a energia absorvida no impacto em diferentes temperaturas.
- Pode-se ainda estudar através de microscopia eletrônica de transmissão (MET) as morfologias da martensita formada nos diferentes tratamentos térmicos.

7 Referências Bibliográficas

1. **Cumino, Ricardo Strangis.** *Estudo comparativo das características mecânicas e microestruturais do aço rolamento DIN 100Cr6 obtidas a partir de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento e de austêmpera.* São Paulo : s.n., 2005. p. 103. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.
2. **DIN-5401.** *Balls for rolling bearing and general industrial use.* 2002. pp. 1-14.
3. **Berns, Hans.** Comparison of wear resistant MMC and white cast iron. *WEAR.* 2003, Vol. 254, pp. 47-54.
4. **Santana da Silva, Wanderson.** *Estuda da Tenacidade à Fratura do Aço Rápido M2 Fundido, Modificado e Tratado Termicamente.* São Paulo : s.n., 2001. p. 152. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.
5. **Medanha, Adriano.** *ESTUDO DA RESISTÊNCIA À FRATURA DO AÇO FERRAMENTA AISI D2.* São Paulo : s.n., 2004. Dissertação de Mestrado apresentada a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
6. **Gomes da Silva, Wander.** *Avaliação de propriedades mecânicas de um aço baixa liga alto carbono a partir da correlação entre ensaios mecânicos e metalúrgicos.* São Paulo : s.n., 2005. p. 105. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.
7. ASM Metals HandBook. *Properties And Selection Irons, Steels, And High-Performance Alloys.*
8. **Colpaert, Hubertus.** *Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.* [ed.] André Luiz V. Costa e Silva. Quarta. São Paulo : Edgar Blucher, 2008.
9. **Hong-Juan, et al.** New Spheroidizing Technique of Ultra-High Carbon Steel With Aluminum Addition. *JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH INTERNATIONAL.* 3 de 2006, Vol. 13, pp. 9-13.
10. **Wadsworth, J. e Sherby, O. D.** ON THE BULAT - DAMASCUS STEEL REVISITED. *PROGRESS IN MATERIAL SCIENCE.* 2 de JUNHO de 1980, Vol. 25, pp. 35-68.
11. **Tsuzaki, K, et al.** Formation of an (alfa + teta) microduplex structure without thermomechanical processing in superplastic ultrahigh carbon steels. *Scripta Materialia.* 1999, Vol. 40, pp. 675-681.
12. **Sunada, H, et al.** MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURES OF HEATED-TREATED ULTRAHIGH CARBON STEELS. *Materials Science and Engineering.* 1979, Vol. 38, pp. 35-40.
13. **Oyama, T., et al.** APPLICATION OF THE DIVORCED EUTECTOID TRANSFORMATION TO THE DEVELOPMENT OF FINE-GRAINED, SPHEROIDIZED IN ULTAHIGH CARBON STEELS. *Scripta METALLURGICA.* 1984, Vol. 18, pp. 799-804.

14. **Hillert, Mats.** On the degenerate eutectoid reaction. *Scripta METALLURGICA*. Fevereiro de 1977, Vol. 11, pp. 311-314.
15. **VERHOEVEN, J D e GIBSON, E D.** The Divorced Eutectoid Transformation in Steel. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*. Abril de 1998, Vol. 29A, pp. 1181-1189.
16. **Luzginova, N. V., Zhao, L. e Sietsma, J.** The Cementite Spheroidization Process in High-Carbon Steels with Different Chromium Contents. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Março de 2008, Vol. 39A, pp. 513-521.
17. **Sato, E, et al.** Microstructure Control for Superplasticity of an Ultra-High Carbon Steel. *Materials Science Forum*. 1999, Vols. 304-306, pp. 133-138.
18. **BHADESHIA, H K D H e HONEYCOMBE, R W K.** *STEELS - MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES*. Third edition. s.l. : ELSEVIER, 2006.
19. **Padilha, Angelo Fernando e Siciliano Jr, Fulvio.** *ENCRUAMENTO, RECRISTALIZAÇÃO, CRESCIMENTO DE GRÃO E TEXTURA*. Terceira edição revisada e ampliada. São Paulo : Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005. p. 232.
20. **Gladman, T.** *Control Grain Size*. London : OCPSCIENCE FOR THE INSTITUTE OF MATERIALS, MINERALS AND MINNING, 2004.
21. **Rios, Paulo Rangel.** A theory for grain boundary pinning by particles. *Acta Metallurgica*. 1987, Vol. 35, pp. 248-252.
22. **Nishiyama, Zenji.** *Martensitic Transformation*. [ed.] Morris E Fine, M Meshiii e C M Wayman. s.l. : ACADEMIC PRESS, 1978.
23. **Yonemura, M., et al.** Two dimensional time-resolved X-ray diffraction study of directional solidification in steels. *Materials Transactions*. setembro de 2006, Vol. 47, pp. 2292-2298.
24. **Sherby, O. D., et al.** Revisiting the Structure of Martensite in Iron-Carbon Steels. *Materials Transactions*. 9 de 2008, Vol. 49, pp. 2016-2027.
25. **Dieter, George E.** *Metalurgia Mecânica*. [trad.] Antonio Sergio Sousa e Silva, Luiz Henrique de Almeida e Paulo Emílio Valadão de Miranda. Segunda edição. s.l. : Guanabara Koogan S.A., 1981.
26. **Shibata, A., et al.** The Origin of Midrib in Lenticular Martensite. *Materials Transactions*. 2008, Vol. 49, pp. 1242-1248.
27. **Durand-Charre, Madeleine.** *Microstructure of steels and cast irons*. [trad.] James H Davidson. s.l. : Springer Verlag, 2004.
28. **Porter, D A e Easterling, K E.** *Phase Transformation in Metals and Alloys*. SECOND EDITION. s.l. : CHAPMAN & HALL, 1992.
29. **Furuha, T, Morito, S e Maki, T.** Morphology, substructures and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. *J. Phys. IV France*. 2003, pp. 255-258.

30. **Krauss, George.** Martensite in steel: strength and structure. *Materials Science and Engineering A*. 1999, Vols. 273-275, pp. 40-57.
31. **Zhao, Ji-Cheng e Notis, Michael R.** Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetic of steels: a phenomenological rationalization of the experimental observations. *Materials Science and Engineering*. 1995, Vol. R15, pp. 135-208.
32. **Jiewu, Zhu, Yan, Xu e Liu, Yongning.** Lath martensite in 1,4%C ultra-high carbon steel and its grain size effect. *Materials Science and Engineering A*. 2004, Vol. 385, pp. 440-444.
33. **Hall, E. O.** The deformation and ageing of mild steel. *Proc. Phys. Soc. B*. 1951, pp. 747-753.
34. **Yue-jun, Liu, Yi-min, Li e Bai-yun, Huang.** Influence of austenitizing temperature on apparent morphologies of as-quenched microstructures of steels. *J. CENT. SOUTH UNIV TECHNOL.* Abril de 2006, Vol. 13, 2, pp. 122-129.
35. **Zackay, V. F. e Parker, E. R.** The changing role of metastable austenite in the design of alloys. *Annual Review of Materials Science*. 1976, Vol. 6, pp. 139-155.
36. **Ritchie, R. O. e Knott, J. F.** On the Influence of High Austenitizing Temperature and "Overheating" on Fracture and Fatigue Crack Propagation in Low Alloy Steel. *METALLURGICAL TRANSACTIONS*. Março de 1974, Vol. 5, pp. 782-785.
37. **Lee, K. O., et al.** GRAIN REFINEMENT IN BEARING STEELS USING A DOUBLE-QUENCHING HEAT-TREATMENT PROCESS. *International Journal of Automotive Technology*. 2009, Vol. 10, pp. 397-702.
38. **Zhao, L., et al.** Cementite dissolution at 860oC in an Fe-Cr-C steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Junho de 2006, Vol. 37A, pp. 1841-1850.
39. **Chakraborty, J., Bhattacharjee, D. e Manna, I.** Austempering of bearing steel for improved mechanical properties. *Scripta Materialia*. 2008, pp. 247-250.
40. **Li, C. e Wang, J. L.** Effect of pre-quenching on martensite-bainitic microstructure and mechanical properties of GCr15 bearing steel. *Journal of Materials Science*. 1993, Vol. 28, pp. 2112-2118.
41. **Vetters, H., et al.** Microstructure and fatigue strength of the roller-bearing steel 100Cr6 (SAE 52100) after two-step bainitisation and combined bainitic-martensitic heat treatment. *International Journal of Materials Research*. outubro de 2006, Vol. 97, pp. 1432-1440.
42. **Vetters, H., Dong, J. e Zoch, H. W.** Microstructure and fatigue strength of the bearing steel 52100 after shortened bainitic treatment. *Journal of ASTM International*. dezembro de 2009, Vol. 7.
43. **COMPARAÇÃO ENTRE OS PROCESSOS DE TÊMPERA (TRATAMENTO TÉRMICO) CONVENCIONAL E POR INDUÇÃO DE ROLAMENTOS DO AÇO DIN 100Cr6. Felipe, D. M., Couto, A.A. e Batista de Lima, Nelson.** 64 Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho : s.n., 2009.

44. **Rawal, S. P. e Gurland, J.** observations on the Effect of Cementite Particles on the Fracture Toughness of Spheroidized Carbon Steels. *Metallurgical Transactions A*. Maio de 1977, Vol. 8A, pp. 691-698.
45. **Hahn, G.T. e Rosenfield, A. R.** Metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Abril de 1975, Vol. 6, pp. 653-668.
46. **Novaes da Conceição, Ideonor.** *FRACTURE BEHAVIOR OF HIGH CARBON STEELS*. London : s.n., 1982. p. 165. A Thesis submitted for the degree of Doctor of Philosophy of University of London and for the Diploma of the Imperial College.
47. —. Efeito do tamanho de carbonetos na tenacidade à fratura do aço AISI-52100. *Metalurgia-ABM*. Março de 1986, Vol. 42, pp. 187-193.
48. **Krauss, George e Nakazawa, Kozo.** Microstructure and Fracture of 52100 Steel. *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. Maio de 1978, Vol. 9A, pp. 681-689.
49. Standard Test Method for Measuring Plane Strain Toughness. [A. do livro] ASTM E399-90. *Annual Book of ASTM Standards*. 1991, pp. 485-515.
50. **Santana da Silva, W., Mendanha, A. e Goldenstein, H.** *Estudo da Tenacidade à Fratura de Aços de Alta Resistência Mecânica Utilizando a Metodologia Chevron*. São Paulo : s.n., 2005. p. 36. Boletim Técnico da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. 413-2176.
51. Standard Test Method for Plane-Strain (Chevron-Notch) Fracture Toughness of Metallic Materials. [A. do livro] ASTM E1304 - 97. *Annual Book of ASTM Standards*. 2002.
52. **Meyers, M. A. e Chawla, K. K.** *Mechanical Behavior of Materials*. Second Edition. Cambridge : Cambridge University Press, 2008.
53. **Barker, L. M.** A SIMPLIFIED METHOD FOR MEASURING PLANE STRAIN FRACTURE TOUGHNESS. *Engineering Fracture Mechanics*. 1977, Vol. 9, pp. 361-369.
54. **Underwood, E. E.** *QUANTITATIVE STEREOLOGY*. s.l. : ADISON-WESLEY PUBLISHING COMPANY, 1969.
55. **Vander Voort, George F.** *METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PRACTICE*. s.l. : ASM INTERNATIONAL, 2007.
56. **ASTM E-23(07).** *Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials*. 2007.
57. **Tavares da Silva, Paulo Rogério.** *Análise do comportamento em fadiga do aço SAE 52100 sob diferentes condições microestruturais*. Porto Alegre : s.n., 2001. Tese de Doutorado - UFRGS - Escola de Engenharia - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais - PPGEM.

58. **Van de Sanden, John.** Martensite Morphology of Low Alloy Commercial Steels. *Practical Metallography*. 1980, pp. 238-249.
59. **Hara, T., et al.** Abnormal alpha to gamma transformation behavior of steels with a martensite and bainite microstructure at a slow reheating rate. *ISIJ International*. 2009, Vol. 49, pp. 1792-1800.
60. **Speich, G. R. e Leslie, W.C.** Tempering of steel. *Metallurgical and Materials Transactions*. maio de 1972, Vol. 3, pp. 1043-1054.
61. **Sakai, M. e Bradt, R. C.** Fracture Toughness Testing of Brittle Materials. *International Materials Reviews*. 1993, Vol. 38, pp. 53-88.
62. **Goods, S. H. e Brown, L. M.** THE NUCLEATION OF CAVITIES BY PLASTIC DEFORMATION. *Acta Metallurgica*. 1976, Vol. 27, pp. 1-15.
63. **Lin, Tsann, Evans, A. G. e Ritchie, R. O.** STATISTICAL ANALYSIS OF CLEAVAGE FRACTURE AHEAD OF SHARP CRACKS AND ROUNDED NOTCHES. *Acta Metall.* 1986, Vol. 34, pp. 2205-2216.
64. **Kar, R. J., Horn, R. M. e Zackay, V. F.** The Effect of heat treatment on Microstructure and Mechanical Properties in 52100 steel. *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. Novembro de 1979, Vol. 10A, pp. 1711-1717.
65. *ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA AUSTENITA RETIDA SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO DIN-100Cr-6 (AISI-52100).* **Santana da Silva, Wanderson, et al.** Rio de Janeiro : s.n., 2000. 55 Congresso Anual da ABM.
66. **Wilshaw, T. R., Rau, C. A. e Tetelman, A. S.** A GENERAL MODEL TO PREDICT THE ELASTIC-PLASTIC STRESS DISTRIBUTION AND FRACTURE STRENGTH OF NOTCHED BARS IN PLANE STRAIN BENDING. *Engineering Fracture Mechanics*. 1968, Vol. 1, pp. 191-211.
67. **Ritchie, R. O., Francis, B. e Server, W.** Evaluation of Toughness in AISI 4340 Alloy Steel Austenitized at Low and High Temperatures. *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. Junho de 1976, Vol. 7A, pp. 831-838.
68. **Beswick, J. M.** Fracture and Fatigue Crack Propagation Properties of Hardened 52100 Steel. *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. outubro de 1989, Vol. 20A, pp. 1961-1973.
69. **Vatavuk, J., et al.** Efeito da morofologia e do número de partículas de grafita na fratura de ferros fundidos com matriz ferrítica. *Metallurgia-ABM*. 386, 1990, Vol. 46, pp. 66-70.
70. **Costa Neto, Pedro Luiz de Oliveira.** *Estatística*. São Paulo : Edgard Blucher, 1977.
71. **Scheffé, Henry.** *The Analysis of Variance*. New York : John Wiley & Sons, 1959.

Anexo I - Análise de Variância - ANOVA

A metodologia utilizada para verificar se existe diferença significativa entre os valores obtidos em cada um dos tratamentos térmicos foi a análise de variância – ANOVA da sigla inglesa *Analysis of Variance*. A ANOVA é um método eficiente na identificação de diferenças entre as médias populacionais oriundas de várias causas atuando simultaneamente sobre os elementos da população(70). Considerando que existem $\underline{n}$ variáveis aleatórias $y_1, y_2, \dots, y_n$ as quais são combinações lineares do tipo previsto na Equação 26.

$$\text{Equação 26: } y_i = x_{1i}\beta_1 + x_{2i}\beta_2 + \dots + x_{pi}\beta_p + e_i$$

Onde existem $\underline{p}$ fatores causadores de efeito e $\underline{\beta}_i$ são formulações idealizadas de alguns aspectos de interesse do observador do fenômeno. A proposta da análise de variância é fazer inferências sobre $\underline{e}_i$ e $\underline{\beta}_i$, para ver se é válido aceitar ou descartar a influência destes(71). A Tabela 21 mostra o algoritmo utilizado para se realizar a análise de variância.

Tabela 21: Distribuição prática para a Análise de Variância

Fonte de variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{experimental}}$	F_{α}
Entre amostras	$SQ_{trat} = \frac{\sum_{i=1}^I y_i^2}{J} - \frac{(\sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J y_{ij})^2}{IJ}$	I-1	$QM_{trat} = \frac{SQ_{trat}}{(I-1)}$	$F = \frac{QM_{trat}}{QM_{res}}$	$F_{I-1; I(J-1); \alpha}$
Dentro das amostras ou residual	$SQ_{res} = SQ_{total} - SQ_{trat}$	I(J-1)	$QM_{res} = \frac{SQ_{res}}{I(J-1)}$		
Total	$SQ_{total} = \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J y_{ij}^2 - \frac{(\sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J y_{ij})^2}{IJ}$	IJ-1			

Anexo II - Análise de imagens usando o programa ImageJ

O tratamento das imagens obtidas por microscopia óptica mostradas ao longo deste trabalho foi realizado utilizando o programa ImageJ, trata-se de um programa gratuito disponível na internet. O programa tem a interface mostrado na Figura 89 a seguir.

Figura 89: Interface do programa ImageJ.

O procedimento para contagem de partículas utilizando o ImageJ, consiste em primeiramente calibrar a escala do programa com as dimensões da foto a ser analisada. No menu “straight line selections” clica-se e desenha-se uma linha encima da escala da foto obtida por MEV. Após traçar a linha amarela, ir em “Analyze” e “Set Scale”. O programa então dará o valor em pixels corresponde a linha amarela da Figura 90. Na mesma janela “Set Scale” colocar o valor da real da medida da escala da foto e selecionar “global” para que estas calibrações sejam aplicadas as próximas imagens, caso estas possuam o mesmo aumento. O valor das unidades neste caso foi em micrometros, usou-se então “um”.

Figura 90: Procedimento para calibração da escala no ImageJ

Durante o tratamento de imagem é necessário remover a barra de escala e demais dados que aparecem na legenda da imagem que esta sendo tratada, pois estes dados trarão interferência no momento da contagem de partículas. A remoção desta barra foi realizada utilizando programas comerciais existentes dentro do pacote Windows, tal procedimento é simples e rápido e deve ser realizado em todos os campos que serão analisados.

Ao abrir um novo campo para realizar medidas, aparece a janela da Figura 91. Pois a calibração que acabou de ser realizada está em conflito com a calibração do nova foto aberta, caso haja interesse em utilizar a mesma calibração anterior, faz-se necessário tirar a seleção que desabilita a calibração global.

Figura 91: Mantendo a calibração global para o novo campo.

Após aberto e calibrado a medida, a imagem do campo a ser analisado deve ter seu contraste entre fases aumentado para permitir uma melhor captura pelo programa. A Figura 92 mostra como isso pode ser feito. Na janela “B&C” o usuário deve buscar a melhor condição de contraste.

Figura 92: Aumento do contraste entre as fases.

Após aumentar o contraste entre as fases, a próxima etapa consiste em usar a ferramenta “Threshold”. A Figura 93 mostra como deve estar o contraste entre fases no momento de se aplicar a função “Threshold”. Ao clicar na função abrirá a janela da Figura 94, esta função permite também ajuste para melhor quantificação das fases.

Figura 93: Imagem antes de se aplicar a função “Threshold”

Figura 94: Aspecto da imagem após aplicar a função “Threshold”

Antes de se realizar as medições é necessário ajustar quais parâmetros se deseja medir e qual a precisão que será utilizada durante as medições, esta janela pode ser visualizada na Figura 95.

Figura 95: Janela para ajuste das medidas e parâmetros a serem analisados.

Estabelecidos os parâmetros a serem analisados e definida a precisão da análise, agora deve ser usada a função “Analyze Particles” que estão no menu “Analyze”, a janela “Analyze Particles” pode ser vista na Figura 96, nesta janela é possível definir alguns parâmetros a serem analisados. Clicando em “OK” o programa abrirá uma janela com os resultados, esta janela pode ser vista na Figura 97. Os resultados obtidos podem ser salvos em diversas formatos, basta escrever o nome do arquivo e em seguida a extensão do respectivo formato que se deseja salvar. Recomenda-se por facilidade salvar no formato de planilhas eletrônica com extensão do tipo “xls”. Deve-se também atentar ao fato que no ImageJ o separador decimal é ponto, logo é necessário fazer para a vírgula no momento de manipular os dados em outros programas.

Figura 96: Janela da função “Analyze Particles”

Results											
File Edit Font											
	Area	Mean	StdDev	Mode	Min	Max	Perim.	Feret	IntDen	Median	%Area
3042 1	255	0	255	255	255	255	2.828427	1.414214	255	255	100
3043 20	255	0	255	255	255	255	17.313708	7.280110	5100	255	100
3044 1	255	0	255	255	255	255	2.828427	1.414214	255	255	100
3045 2	255	0	255	255	255	255	4.242641	2.236068	510	255	100
3046 4	255	0	255	255	255	255	7.656854	3.605551	1020	255	100
3047 2	255	0	255	255	255	255	4.828427	2.236068	510	255	100
3048 6	255	0	255	255	255	255	9.899495	3.605551	1530	255	100
3049 1	255	0	255	255	255	255	2.828427	1.414214	255	255	100
3050 1	255	0	255	255	255	255	2.828427	1.414214	255	255	100
3051 2	255	0	255	255	255	255	4.242641	2.236068	510	255	100
3052 3	255	0	255	255	255	255	5.656854	2.828427	765	255	100

Figura 97: Janela “Results” com os valores obtidos durante a análise