UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

Aparências metalográficas na austenitização e decomposição da austenita
no aço ABNT 1450 Nb: Uma racionalização fenomenológica de
observações experimentais

EUCLIDES CASTORINO DA SILVA

Tese apresentada à Área de Interunidades em
Ciência e Engenharia de Materiais, da
Universidade de São Paulo, como parte dos
requisitos para obtenção do Título de Doutor em
Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. João Manuel Domingos de
Almeida Rollo

DEDALUS - Acervo - EESC

31100037180

São Carlos
2002

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Ciência e Engenharia de Materiais

Caixa Postal 369 - CEP 13560-970 - São Carlos-SP - Brasil
Tel: (0xx16) 2739589/ Fax: (0xx16) 2739777

e-mail: wladerez@if.sc.usp.br

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE
EUCLIDES CASTORINO DA SILVA APRESENTADA À ÁREA
INTERUNIDADES CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS,
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM 18-12-2002.

COMISSÃO JULGADORA:

Prof. Dr. João M. D. de Almeida Rollo (Orientador e Presidente) - EESC-USP

Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno - UFSCar

Prof. Dr. Christian Frederico de Ávila Von Dollinger - ITA

Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein - UNESP

Prof. Dr. Samuel Irati Novaes Gomes - EESC-USP

Um rei da Índia antiga ficou curioso a respeito do significado da Paz. Convidou todos os mestres e filósofos das suas terras e pediu esclarecimentos. Cada um destilou suas teorias, mas o rei ficou insatisfeito, sem compreender de fato em que consistia a Paz.

Neste período estava de visita à cidade um professor estrangeiro que, havendo tomado conhecimento das inquietações do rei, apresentou-se a ele e disse:

- "Fora do vosso reino vive um velho sábio. Ele é tão velho que dificilmente conseguirá chegar até vossa Majestade. Talvez ele possa responder a vossos anseios".

O rei partiu ao encontro do sábio e quando chegou à sua casa foi conduzido em silêncio até a cozinha. Lá o velho homem pegou um grão de trigo que colocou na mão do rei, dizendo:

- "A resposta é esta".

O monarca orgulhoso demais para pedir explicação levou o grão a seu palácio e o guardou numa caixinha de ouro. Todo o dia abria a caixa em busca de algum tipo de resposta. Mas nada acontecia, por mais atentamente que observasse.

- "Todos os dias examino o grão de trigo porém não acho resposta alguma. Por favor, me explique o que está acontecendo".

- "Vossa Majestade, se guardar esse grão numa caixa nada acontecerá... talvez apodreça. Entretanto, se permitir que o grão se relacione com outros elementos - ar, água, terra - ele poderá germinar, produzir campos de trigo e alimentar muitas pessoas".

Se guardarmos a Paz (o grão) para nós mesmos (a caixa), não obteremos benefícios. Mas se multiplicarmos seu potencial, partilhando-os com outros, ele pode germinar e alimentar multidões.

Arun Gandhi contou para um grupo de pessoas, em Brasília, que, por sua vez, quando ouviu de seu avô, o Mahatma.

DEDICATÓRIA

Ao meu pai

Que se esforçou em procurar dar aos filhos o que de melhor poderia: a educação!

À minha mãe, meus irmãos.

Que sempre me estimularam e apoiaram permanentemente.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. João Manuel Domingos de Almeida Rollo, do Departamento De Materiais da Escola De Engenharia De São Carlos, pela valiosa orientação dedicada a este trabalho e pela postura durante nosso convívio.

Ao Prof. Dr. Samuel Irati Novaes Gomes, do Departamento de Materiais Da EESC-USP, pelo incentivo e pelas sugestões.

Ao Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno, do Departamento de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, pelas importantes sugestões prestadas na qualificação.

Aos demais professores do Departamento de Materiais da EESC-USP, minha gratidão.

Aos técnicos e funcionários do Departamento de Materiais EESC-USP e, em especial, ao Pedro Luiz Di Lorenzo, pela valiosa colaboração na parte prática deste trabalho.

Aos colegas Do Departamento de Materiais da EESC-USP pela convivência agradável durante o decorrer deste Trabalho.

Aos amigos de república Bonga e Marcelo de Mello pela amizade, apoio e incentivo profissional.

Ao Dr. Nicélio José Lourenço e a Dra. Luciene Dias Villar, pela amizade, valiosas sugestões, críticas e incentivo no final deste trabalho;

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para esta realização.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudo concedida.

SUMÁRIO

<i>LISTA DE FIGURAS</i>	vii
<i>LISTA DE TABELAS</i>	xiii
<i>LISTA DE ABREVIATURAS</i>	xiv
<i>LISTA DE SÍMBOLOS</i>	xv
<i>RESUMO</i>	xvi
<i>ABSTRACT</i>	xviii
1 – INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 - Histórico do elemento Nióbio	4
2.2 - Efeito do Nb, V e Ti em aços com médio teor de carbono (0,20 a 0,59%).	5
2.3 - Estrutura granular	14
2.3.1 - Medidas de tamanho de grão em aços microligados	14
2.3.2 - Fenomenologia do processo de crescimento de grão.	15
2.3.3 - Movimentação de contornos de grão	16
2.3.4 - Tamanho de grão estagnado “máximo”	18
2.4 - O microscópio de estágio a quente (Hot-Stage Microscopy)	20
2.4.1 - Solidificação e fusão	26
2.4.2 - Transformação de ferrita para austenita $\alpha \rightarrow \gamma$	27
2.4.3 - Crescimento de grão austenítico	27
2.4.4 - Transformação de austenita para perlita	31
2.4.5 - Transformação da austenita para bainita	31
2.4.6 - Transformação da austenita para martensita	32
2.5 - Microscópio de força atômica	34
2.6 - Dilatometria	35
2.6.1 - Transformação cinética por resfriamento contínuo	38
2.7 - Ensaio Jominy “testes de temperabilidade”	39
2.7.1 - Aplicações de endurecibilidade	42
3 - MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1 - Caracterização preliminar	44
3.2 – Generalidades	44
3.3 - Estado de fornecimento	44
3.3.1 - Determinação da composição química	45
3.3.2 - Determinação do tamanho de grão	45
3.3.3 - Ensaio de dureza	45
3.3.4 - Preparação das amostras	45
3.4 - Os ensaios metalográficos em altas temperaturas	46
3.4.1 - Preparação das amostras do microscópio de estágio a quente	46
3.4.2 - Equipamento	49

3.5 - Microscopia de varredura por força atômica.....	49
3.6 - Análise por micro-sonda eletrônica	51
3.7 - Ensaio dilatométrico	51
3.7.1 - Preparação das amostras de dilatometria	53
3.8 - Ensaio de temperabilidade de aço Jominy.....	53
3.8.1 - Forma do corpo de prova	54
3.8.2 - Condições de ensaio	54
4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	55
4.1 - Evolução do crescimento de grão durante o aquecimento	57
4.2 - Ensaio dilatométrico.....	65
4.3 - Resultados do ensaio Jominy.....	85
4.4 - Forjamento de componentes mecânicos utilizando o aço 1450 Nb.	90
5 - CONCLUSÕES.....	97
6 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.	98
7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1 - Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na resistência dos aços 0,5%C; 0,7 Mn ;0,08%Nb^[17]</i>	7
<i>Figura 2 - Efeito de microestrutura na resistência mecânica dos aços 0,5%C; 0,7 % Mn microligados com 0,08% Nb ou 0,1%V. Os aços foram forjados a 1250oC e mantidos nas temperaturas indicadas por 30 minutos, sendo em seguidas, resfriados ao ar ou com ar comprimido^[18]</i>	7
<i>Figura 3 - Efeito da taxa de resfriamento na fração de Nb ou V dissolvido na austenita, e na resistência mecânica dos aços 0,5% C / 0,7%Mn microligados com 0,08% Nb ou o,1%V^[18]</i>	8
<i>Figura 4 - Efeito da adição de 0,08% Nb na resistência mecânica dos aços com médio teor de carbono^[19]</i>	9
<i>Figura 5 - Componentes mecânicos para indústria automobilística produzido pela Sifco S.A.</i>	11
<i>Figura 6 - Interface entre dois grãos A e B; onde α, β, γ, são ângulos entre os vetores correspondentes as forças de tensão superficial, onde γ_A e γ_B, indicam a tensão superficial dos grãos e γ_{AB} a tensão superficial entre os grãos^[41]</i>	16
<i>Figura 7 - Esquema das tensões superficiais de contorno de grão na junção de três cristais^[43]</i>	17
<i>Figura 8 - Grupo de ortotetracaidecaedros,^[44]. O ortotetracaidecaedro tem 14 faces, 24 vértices e 36 arestas.</i>	18
<i>Figura 9 - Fluxograma das investigações metalográficas a altas temperaturas.</i>	22
<i>Figura 10 - Diagrama de contornos em micro-seções de metais durante o resfriamento e aquecimento sob vácuo^[41]</i>	23
<i>Figura 11 - (A) – Amostra de aço tipo 1045 aquecida por 30 min em vácuo a 1100°C e oxidada à pressão atmosférica por 2 min a 480°C (x150); (B) – Amostra de níquel puro, que foi aquecida por 1 hora em vácuo na temperatura de 1100°C com oxidação à pressão atmosférica por 1 minuto a 480°C(x150). (C) - Amostra de liga tipo Nimonic após 30 min de aquecimento a 1100°C em vácuo e submetida à oxidação seletiva por 30 segundos a 500°C a pressão atmosférica^[53]</i>	25

<i>Figura 12 - Ilustra uma seqüência de microestrutura obtida durante o processo de solidificação de uma liga de Fe-0,85C^[53]</i>	26
<i>Figura 13 - Seqüência de microestrutura mostrando a transformação de ferrita para austenita em um ferro puro no aquecimento com taxa de 145°C/s. As setas mostram o polimorfismo da ferrita nos contornos de grão^[53]</i>	27
<i>Figura 14- Seqüência de micrografias de crescimento de grão austenítico a 1000°C em um aço de baixa liga. A seta em "A" indica velhos contornos sendo substituídos por novos contornos. "B"</i>	28
<i>Figura 15 - Uma Série de fotomicrografias tiradas das várias seções da amostra de aço tipo ASTM 1045 durante o aquecimento de 900°C para 1250°C sob vácuo (x90). (a): 30 min a 900°C mantendo um tempo de 10 min em cada temperatura.; (b) 950°; (c) 1000°C; (d) 1025°C; (e) 1050°C; (f) 1075°C; (g) 1150°C; (h) 1175°C; (i) 1200°C; (j) 1250°C^[41]</i>	29
<i>Figura 16 - Seqüência de filmagens mostrando o crescimento da ferrita de Widmanstätten (setas), no Fe 0,8%C austenitizado a 617°C com taxa de resfriamento de 10°C/s (x250)^[53]</i>	30
<i>Figura 17 – A seqüência de fotomicrografias mostrando a formação de ferrita alomórfica (setas) sobre os contornos de grão em um aço com 0,1%C 0,3% Mn a 825°C (taxa de resfriamento de 12°C/s(x125)^[53]</i>	30
<i>Figura 18 - Seqüência de crescimento de nódulos de perlita (seta) no Fe-0,8%C liga a 620°C (com resfriamento a 34°C/s. (x125)^[53]</i>	31
<i>Figura 19 - Seqüência do desenvolvimento da bainita (bainita superior) produzida por um tratamento isotérmico.</i>	32
<i>Figura 20 - Seqüência de fotomicrografias mostrando a formação de ripas de martensita em um aço baixa liga a 330°C, com (taxa de resfriamento de 17°C/s (x227)^[53]</i>	33
<i>Figura 21 - Dilatação em função da temperatura (dl/lo x θ), ilustra as taxas de velocidade de resfriamento típica de um aço ASTM 1020^[74]</i>	36
<i>Figura 22 - Curva de Temperabilidade típica do teste S.A.C.^[92]</i>	41
<i>Figura 23 – a) Disposição do corpo de prova durante o teste Jominy^[99]</i>	42
<i>Figura 24 - Microestrutura do aço ABNT 1450Nb como recebido. A seta indica a fase ferrítica. Ataque nital 2%.</i>	46
<i>Figura 25 - Esquema do corpo-de-prova para o ensaio no microscópio de estágio a quente.</i>	47
<i>Figura 26 - A seta ilustra os pontos de referência impressos sobre a superfície da amostra. Os pontos foram impressos por microdureza.</i>	47
<i>Figura 27 - Dimensões do cadinho de molibdênio.</i>	48
<i>Figura 28 - (a) Cadinho de molibdênio usinado para eliminar a concavidade. (b) Cadinho com uma amostra pronto para o ensaio.</i>	48

Figura 29 - Esquema do sistema do microscópio de estágio a quente e do forno de aquecimento dentro da câmara de vácuo.	49
Figura 30 – Esquema de funcionamento do microscópio de varredura por força, "Scanning Force Microscopy", o primeiro da linha "Atomic force Microscope" ..	50
Figura 31 - Equipamento e periféricos usados nos ensaios de dilatométrica.	52
Figura 32 - Esquema do corpo de prova para ensaio de dilatométrica.	53
Figura 33 — Disposição e dimensões do corpo de prova no ensaio Jominy.	54
Figura 34 – Seqüência de fotomicrografias digitais mostrando a evolução do crescimento do grão austenítico do aço 1450 Nb, com temperatura: (a) 850 °C; (b) 900 °C.; (c) 1100°C ; (d) 1150°C; (e) 1200°C; (f) 1280°C; (g) 1300° C.	57
Figura 35 - Surgimento de novos contornos de grão e desaparecimento dos contornos de grão da microestrutura original ^[41]	58
Figura 36 - Segregação dos carbonetos de nióbio do aço 1450Nb, após ser submetido à temperatura de 1300°C, no microscópio de estágio a quente. Media do tamanho de Grão ASTM 5,5.	59
Figura 37 - Análise quantitativa dos precipitados Nb(C,N). SiLi Detector. Sistema de Resolução= 72 e.V.	59
Figura 38 - Posição do ângulo θ medido, após os ensaios. Onde γ_{AB} é a tensão no contorno de grão. γ_A e γ_B são a tensões superficiais no contorno de grão.	60
Figura 39 - Medidas realizadas no microscópio eletrônico de força atômica. A amostra foi aquecida até 1300 °C. Ângulo θ médio 4°. O Tamanho de grão médio da amostra ASTM 5.	61
Figura 40 - Microestrutura da amostra do aço ABNT 1450 Nb, aquecida a 1300°C por 10 minutos. As setas indicam os ângulos entre os diédricos.	62
Figura 41 - Topologia e análise do ângulo da fenda térmica da amostra submetida ao ciclo térmico de aquecimento a 0,5 °C/s, mantida a 1200 °C e resfriada a 5 °C/s.	63
Figura 42 - Análise topológica do aço 1450 Nb. As cores ao lado indicam a elevação superficial da microestrutura. O nível zero e dado pela cor mais escura (preto) e o nível 1000 nm e dado pela cor (Branca), em uma escala de nível de cinza. 1nm = 10 ⁻⁹ m.	64
Figura 43 - Análise da amostra aquecida até a temperatura de 1100 °C. (a) Este gráfico representa o relevo ao longo da linha da microestrutura ξ_1 a ξ_2 . (b) A seta na microestrutura indica a seção da fenda térmica analisada.	64
Figura 44 - Gráfico da temperatura em função do tempo. Aquecimento de 0,5 °C/s ; estabilização durante 10 minutos ; resfriamento de 0,2 a 100 °C/s até a temperatura ambiente	66
Figura 45 - Microestrutura do aço 1450 Nb, como recebido, obtida utilizando a técnica de microscópica por força atômica (MFA). Observar-se uma colônia de	

<i>perlita + Ferrita. A coluna ao lado mostra a variação de altura em nm relativa às fases presentes. Ataque químico com Nital 2%.....</i>	<i>66</i>
<i>Figura 46 - Teste dilatométrico com resfriamento a 0.2 °C/s (linha vermelha). A derivada da curva do resfriamento (linha preto) mostra o início (Ponto A) e o fim da transformação no (Ponto B).....</i>	<i>67</i>
<i>Figura 47 – Microestruturas obtidas por microscópio de força atômica após o resfriamento a 0,2 C°/s, caracterizada como microestrutura perlítica e ferrítica. A perlita é representada pela cor clara e a ferrita pela cor marrom escuro. Ataque químico com Nital 2%.....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 48 - Selecionar o arquivo (.mes) do software Dt 1000. clicar delimitado em seguida avançar.....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 49 - Clicar tabulação e espaço em seguida avançar.....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 50 - Clicar formatação dos dados da coluna em seguida concluir.....</i>	<i>70</i>
<i>Figura 51 - Teste dilatométrico com resfriamento a 0.5 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase (Tabela.8).</i>	<i>71</i>
<i>Figura 52 - Microestruturas obtidas após o resfriamento a 0,5 C°/s. Microestrutura perlítica e ferrítica (MFA).....</i>	<i>71</i>
<i>Figura 53 - Teste dilatométrico com resfriamento a 1.0 °C/s. Gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>72</i>
<i>Figura 54 - Microestrutura do aço 1450 Nb resfriado a 1,0°C/s (M.E.V).</i>	<i>72</i>
<i>Figura 55 - Teste dilatométrico com resfriamento a 2.5 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>73</i>
<i>Figura 56 - Microestrutura do aço 1450Nb com ensaio resfriamento de 2.5 °C/s.(M.E.V.). A partir do ensaio de 2,5 °C/s, começou a se observar os primeiros sinais da formação da microestrutura Bainita.....</i>	<i>73</i>
<i>Figura 57 - Teste dilatométrico com resfriamento a 5.0 °C/. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>74</i>
<i>Figura 58 - Microestrutura obtidas após o resfriamento a 5°C/s. Nesta taxa de resfriamento podemos notar a formação da microestrutura bainita (M.F.A.).</i>	<i>74</i>
<i>Figura 59 - Teste dilatométrico com resfriamento a 7.0 °C/. O gráfico mostra o início e o fim da mudança de fase. (Tabela.8).</i>	<i>75</i>
<i>Figura 60 - Microestrutura, obtidas após o resfriamento a 7°C/s. Observa-se a formação da microestrutura bainítica + Ferrita + perlita.....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 61 - Teste dilatométrico com resfriamento a 10 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>76</i>

<i>Figura 62 – Microestrutura de bainítica com presença de ferrita e perlita, (M.E.V.) após resfriamento a 10°C/s.</i>	<i>76</i>
<i>Figura 63 - Teste dilatométrico com resfriamento a 20°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>77</i>
<i>Figura 64 - Observa-se uma microestrutura tipicamente bainítica, após resfriamento a 20°C/s (MFA).</i>	<i>77</i>
<i>Figura 65 - Teste dilatométrico com resfriamento a 30°C/s. O gráfico mostra os pontos críticos de início e fim das mudanças de fases. (Tabela.8).</i>	<i>78</i>
<i>Figura 66 - Microestrutura bainítica obtidas após o resfriamento a 30°C/s (MFA).</i>	<i>78</i>
<i>Figura 67 - Teste dilatométrico com resfriamento a 40°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>79</i>
<i>Figura 68 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 40°C/s, (M.E.V.).</i>	<i>79</i>
<i>Figura 69 - Teste dilatométrico com resfriamento a 45°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase.</i>	<i>80</i>
<i>Figura 70 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 45°C/s (M.F.A.).</i>	<i>80</i>
<i>Figura 71 - Teste dilatométrico com resfriamento a 70°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>81</i>
<i>Figura 72 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 70°C/s (M.E.V).</i>	<i>81</i>
<i>Figura 73 - Teste dilatométrico com resfriamento a 100°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).</i>	<i>82</i>
<i>Figura 74 -- Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 100°C/s (MFA).</i>	<i>82</i>
<i>Figura 75 - Diagrama CCT do aço estudado, ABNT 1450Nb, traçado por dilatometria. AC1= Linha de transformação da temperatura eutetóide; AC3→Linha de transformação, austenita→ferrita+austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$); B→Bainita, Microestrutura de carbeto de ferro dispersa na ferrita; F→Ferrita; P →Perlita; Ms → Início da Martensita; Mf→ Fim da Martensita.</i>	<i>84</i>
<i>Figura 76 - Resultado do teste Jominy. Observa-se o aumento da dureza no aço 1450 Nb, quando aquecido a 1100°C e 845°C.</i>	<i>87</i>
<i>Figura 77 – Microestruturas do aço ABNT 1450Nb após o ensaios Jominy, com austenitização de 30 minutos a 845°C. A Figura (a) 1/16"; (b) 3/16"; (c) 5/16"; (d) 7/16"; (e) 9/16"; (f) 12/16"; (g) 1"; (h) 20/16. A microestrutura (h) corresponde a</i>	

<i>dureza de 21,8 RC, equivalente a taxa de resfriamento de 3 °C/s, conforme a Tabela 3.</i>	<i>88</i>
<i>Figura 78 - Microestrutura do aço ABNT 1450Nb após o ensaio Jominy após a austenitização a 30 minutos a 1100°C. A Figura (a) 1/16"; (b) 3/16"; (c) 5/16"; (d) 7/16"; (e) 9/16"; (f) 12/16"; (g) 1"; (H) 20/16". A microestrutura (h) corresponde à dureza 27,3 RC, equivalente à taxa de resfriamento de aproximadamente 3 °C/s, conforme a Tabela 3.</i>	<i>89</i>
<i>Figura 79 - Mostra o lingote e as bielas após o forjamento.....</i>	<i>91</i>
<i>Figura 80 - Regiões seccionadas para as medidas de dureza, tamanho de grão e microestrutura final. (A) Mancal; (B) alma; (C) pino.....</i>	<i>91</i>
<i>Figura 81 - Microestrutura obtida nas regiões da biela. (a) Exemplifica a microestrutura na borda do mancal da biela. (b) Microestrutura no centro do mancal da biela. (c) Microestrutura na borda da alma da biela. (d) Microestrutura no centro da alma. (e) – Microestrutura na borda do pino da biela. (f) Microestrutura no centro da biela.....</i>	<i>93</i>
<i>Figura 82 - Microestrutura do mancal da biela obtida por microscopia de força atômica.</i>	<i>94</i>
<i>Figura 83 - Microestrutura da alma da biela obtida por microscopia de força atômica.</i>	<i>95</i>
<i>Figura 84 - Microestrutura do pino da biela obtida por microscopia de força atômica.</i>	<i>96</i>

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1 - Efeito do nióbio no tamanho de grão austenítico e ferrítico dos aços com médio teor de carbono, após aquecimento a 1150°C [19].</i>	9
<i>Tabela 2 – Pressão de vapor em mmHg e taxa de vaporização de vários metais quando aquecidos segundo Lozinskii [41]</i>	24
<i>Tabela 3 – Relação entre a taxa de resfriamento da curva CCT e a distância Jominy, segundo Askeland [100].</i>	43
<i>Tabela 4 - Exemplos de composição química do aço ABNT 1045 Nb de acordo com catálogos de fornecedores.</i>	44
<i>Tabela 5 - Composição química % em peso.</i>	45
<i>Tabela 6- Porcentagens dos elementos nos pontos de segregação "Pontos brancos da figura 36"....</i>	59
<i>Tabela 7 - Fórmulas para se obter a dilatação e a temperatura a partir do arquivo extensão (. Mes).</i>	70
<i>Tabela 8 – Os resultados dos ensaios dilatométricos de início e fim de cada transformação de fase.</i>	83
<i>Tabela 9 - Medida de dureza Rockwell RC realizada nos corpos de prova do aço 1450 Nb, após os ensaios dilatométricos.</i>	85
<i>Tabela 10 - Ensaio de temperabilidade Jominy.....</i>	85
<i>Tabela 11 - Medidas de dureza ao longo dos corpos de prova Jominy nas temperaturas de 845°C e 1100°C. e sua correlação com a taxa de resfriamento proposta por Askeland [100].</i>	86
<i>Tabela 12 – Representa os resultados para 4 das 30 amostras obtidas pelo processo com resfriamento controlado onde se efetuaram as medidas de dureza, de tamanho de grão e de micrografia.</i>	92

LISTA DE ABREVIATURAS

- AC1 → Linha de transformação da temperatura eutetóide;
- AC3 → Linha de transformação, austenita → ferrita + austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$).
- B → Bainita, Microestrutura de carboneto de ferro dispersa na ferrita;
- F → Ferrita;
- P → Perlita;
- Ms → Início da Martensita;
- Mf → Fim da Martensita.
- C → Carbono
- ABNT → Associação Brasileira de normas Técnicas
- CCT → Continuous cooling transformation
- ARBL → alta resistência e baixa liga
- V → Vanádio
- Ti → Titânio.
- MPa → Mega Pascal ($1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ N/m}^2 = 10^3 \text{ kN/m}^2 = 1 \text{ N/mm}^2$)
- DIN → Deutsches Institut für Normung e. V. (German Standard).
- AFM → Microscopia de força atômica
- SPM → Microscópios de varredura por sonda.
- SEM → Microscopias eletrônicas de varredura.
- TEM → Microscopias eletrônicas de transmissão
- STM → Scanning tunneling microscope
- TTT → Tempo - temperatura - transformação)
- ASTM → American Society for Testing and Materials.
- CCC → Cúbico de Corpo Centrado.
- CFC → Cúbico de Face Centrada.
- RC → Dureza Rockwell C.

LISTA DE SÍMBOLOS

$\sigma_{\text{máx}}$ → Tensão máxima

σ_{esc} → Limite de escoamento

γ → Fase austenítica

α → Fase Ferrítica

D → Diâmetro do grão.

γ_A e γ_B → tensão superficial dos grãos.

γ_s → Tensão superficial

γ_{AB} → tensão superficial entre os grãos.

t → tempo

K_{crit} → curvatura crítica do grão.

θ_{crit} → ângulo crítico do grão.

h → espessura do filme na superfície da amostra.

A_f → área efetiva do grão.

W → Taxa de evaporação na superfície da amostra.

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo buscar subsídios tecnológicos para melhorar os tratamentos termomecânicos, visando a melhor compreensão das relações entre composição, microestrutura e propriedades do aço ABNT1450Nb.

Diversas peças para a indústria automobilística, como: bielas, árvores de manivelas, portes de suspensões, barras de conexões, eixos, pequenas engrenagens, entre outras peças forjadas a quente em matrizes fechadas na condição bruto de forja, são produzidas com as barras de aços microligados ao nióbio. O interesse em se desenvolver ligas que utilizam o nióbio para o Brasil é grande, pois possuímos 90% das reservas de nióbio no mundo. O uso destes aços microligados ao nióbio dispensa os caros tratamentos térmicos de têmpera e revenido, com redução do custo de processamento. Embora as aplicações destes aços tenham crescido bastante nos últimos anos, os efeitos do nióbio na microestrutura e propriedade destes ainda não são bem conhecidos, e isto, às vezes, é uma barreira à aplicação mais intensiva dos mesmos.

Assim a proposta para este trabalho seria: a) Identificar, usando o microscópio de estágio a quente, a temperatura na qual ocorre a solubilização dos precipitados que controlam o crescimento de grãos austeníticos e acompanhar passo a passo a cinética de crescimento de grão; b) com o microscópio de força atômica, documentar as microestruturas do aço e medir o ângulo dos contornos de grão para averiguar experimentalmente, os modelamentos matemáticos de tamanho de grão máximo a ser atingido durante o processo de aquecimento; c) traçar o diagrama CCT (transformação por resfriamento contínuo) do aço ABNT 1450 Nb e documentar todas as microestruturas possíveis de serem obtidas para este material, bem como o efeito do nióbio nas microestruturas resultantes da decomposição da austenita; d) correlacionar as velocidades de resfriamento das curvas, "CCT", com o ensaio de temperabilidade Jominy, para obter a relação distância em polegada com velocidade equivalente (estudo do efeito massa) do aço

"ABNT 1450 Nb"; e). Identificar e quantificar a percentagem de perlita e ferrita nas microestruturas de vários pontos de uma peça forjada com o aço ABNT 1450 Nb.

Todo estudo visa gerar subsídios ao projeto de um componente mecânico (Biela) forjado, utilizando o aço ABNT 1450Nb, fornecendo as interpretações das várias microestruturas possíveis de serem obtidas e sugerindo o melhor ciclo térmico para se obter uma microestrutura perlita e ferrita após o forjamento da mesma, levando em consideração o efeito massa da peça.

ABSTRACT

The aim of this research is to obtain technological subsidies to improve the thermomechanical treatments and the better relationships between chemical composition, microstructure and properties of ABNT 1450 Nb steel.

Different parts of the automobile industry like a connecting rod, coupling arbor, wheel suspension, axis, connections bars, small gear and the other hot forged parts produced in closed dies at the as forged condition are manufactured from bars of micro alloy Nb steel. The concern in developing alloys added by Nb in Brazil is enormous, because we own 90% of Nb reserves in the world. The advantages of using these steels is the reduction of the costs procedures, because the expensive stage of quench and temper heat treatments is not necessary. Recently, the uses of these steels are growing, but the knowledge about the effects of Nb in the microstructures and properties is small. For this reason, its applications can be considered still limited.

The proposal of this work is: a) to identify through the use of the hot-stage microscope, the solubilization temperature of the precipitates that controls the austenitic grain growth and the kinetic behaviour as well.

b) Using the atomic force microscope, to verify the microstructure of the steel and to measure the angle between the grain boundaries to check by the experiments, the mathematical modelling of the maximum grain growth reached along the heating process.

c) To delineate the CCT diagram (Continuous Cooling Transformation) of ABNT 1450 Nb steel and the microstructures resulted from the austenite decomposition. d) To determine the correspondence between the cooling rate of CCT curves and the Jominy hardenability tests. e) To identify and determine the percentage of pearlite and ferrite in different points of the microstructure of the ABNT 1450 Nb forged part.

The reason for this study is to assist a project of a forged mechanical component (connecting rod) of ABNT 1450 Nb steel, analysing the various microstructures and suggesting the best thermal cycle composed of pearlite and ferrite in its microstructures after the forging operation.

1 – INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Os aços microligados são aços C-Mn, com quantidades de carbono variável, desde teores muito baixos, tais como 0,03 a 0,04%, até composições eutetóides, que apresentam alto teor de carbono. Esses aços contêm uma pequena adição de elementos de liga com grande afinidade por carbono e nitrogênio. Os elementos freqüentemente utilizados são: nióbio, vanádio e titânio, entre outros. A utilização destes elementos é dada de maneira individual ou combinada, sendo que a quantidade de material microligante é freqüentemente inferior a 0,15% ^{[1]; [2]}.

O estudo de adições de elementos microligantes tomou impulso a partir de descobertas de grandes jazidas de nióbio, em países como o Canadá e o Brasil, fazendo com que o preço do mesmo tornasse viável sua utilização em escala industrial. Neste contexto, o estudo pioneiro de adições de elementos microligantes ocorreu na década de 50, simultaneamente às descobertas. A fabricação de aços microligados no Brasil iniciou-se a partir da segunda metade da década de 60 ^{[3]; [4]}.

A aplicação de aços microligados oferece uma redução de custos com a eliminação de tratamentos térmicos adicionais e com a obtenção de melhorias na qualidade das propriedades mecânicas, quando utilizado o processo termomecânico apropriado. O desenvolvimento e aplicação dos aços microligados, e de aços em geral, estão limitados a condições de viabilidade do processamento metalúrgico ^{[5]; [6]}.

Neste trabalho, investigou-se o comportamento microestrutural do aço médio carbono microligado ao nióbio ABNT 1450 Nb.

A rota experimental deste trabalho foi dividida em partes ou "series":

Na primeira parte, "Série A", foi feito um estudo detalhado da metalografia de partida do aço ABNT 1450 Nb, bem como análise da composição química e das propriedades mecânicas deste aço no estado recozido.

A segunda parte "Série B" abrange um estudo intensivo para desenvolver uma metodologia alternativa da forma geométrica da amostra a ser

usada no microscópio de estágio a quente, bem como o melhor processo de polimento.

Usou as impressões de microdureza para marcar pontos de referência na superfície da amostra para melhor acompanhar a cinética de crescimento de grão. Um cuidado especial foi tomado na limpeza da amostra depois de polida para não comprometer o ensaio.

Na terceira parte, "Série C", abrange uma descrição detalhada do equipamento utilizado para investigações metalográficas a altas temperaturas. Visou-se a princípio identificar a temperatura em que ocorre a solubilização dos precipitados que controlam o crescimento de grãos austenítico, acompanhando-se passo a passo a cinética de crescimento de grão.

Na quarta parte, "Série D", usou-se as técnicas de microscopia de varredura por força atômica para identificação morfológica das microestruturas como inclusões, carbonetos e distribuição dos mesmos na microestrutura. A técnica possibilitou medir o ângulo entre as interfaces dos contornos de grão e a sua curvatura que são os parâmetros geométricos que governam o crescimento de grão. Esta técnica também foi usada para caracterização topológica das microestruturas das diversas partes da biela. As técnicas de microscopia eletrônica de varredura, também foram usadas para caracterização topológica.

Na quinta parte, "Série E", utilizou-se às técnicas dilatométricas de alta resolução para traçar o diagrama de transformação por resfriamento contínuo do aço ABNT 1450 Nb. Nesta etapa, foi feita toda a caracterização das microestruturas para os diversos resfriamentos impostos.

Na sexta parte, "Série F", fez-se uma correlação entre os ensaios dilatométricos e os ensaios Jominy para o estudo do efeito massa (em função da massa do corpo de prova) na microestrutura do aço.

Na sétima parte "Série G", forjou-se uma peça "biela" com o material estudado e analisou-se as microestruturas nos pontos Mancal, Pino e Alma da peça para verificar e quantificar as microestruturas após o forjamento na temperatura de 1280°C.

Este trabalho possibilitou desenvolver as técnicas especiais que utilizando o microscópio de estágio a quente. Estas técnicas permitiram programar um ciclo térmico e acompanhar passo a passo, a partir de filmagem e digitalização de imagens a cinética de crescimento de grão, determinando-se o ângulo crítico e o tamanho de grão máximo atingido.

Traçou-se o diagrama CCT (continuous cooling transformation) do aço ABNT 1450 Nb, documentando-se todas as microestruturas resultantes da decomposição da austenita. Realizou-se a correlação da dureza de cada velocidade de resfriamento do diagrama CCT, com as durezas obtidas ao longo da secção horizontal do corpo de prova Jominy.

Foi feito um Forjamento de um componente mecânico, utilizando o aço ABNT 1450Nb e através um resfriamento controlado foi possível obter-se a microestrutura perlita e ferrita, eliminando-se a necessidade de tratamento térmico posterior ao forjamento.

Os resultados obtidos visam direcionar o projeto de um componente mecânico, utilizando o aço ABNT 1450Nb, as interpretações das várias microestruturas possíveis de serem obtidas perante diferentes ciclos térmicos, sugerindo o mais indicado para se obter uma microestrutura perlita e ferrita, após o processamento do material, levando em consideração o efeito massa.

A partir dos resultados obtidos neste trabalho foi possível obter conhecimentos a respeito da rota experimental empregada envolvendo o melhor ciclo térmico a ser utilizado para o processamento de aços liga forjados.

Assim foi possível tirar diversas conclusões que poderão contribuir para melhorar a aplicação do aço ABNT 1450 Nb na indústria de componentes forjados.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Histórico do elemento Nióbio

O elemento de número atômico 41 foi descoberto na Inglaterra em 1801 por Charles Hatchett, que na época o chamou de colúmbio. Entretanto, Hatchett não isolou este elemento, o que foi realizado pelo químico alemão Heinrich Rose ao tentar separá-lo do tântalo, em 1944. Este pensando se tratar de um novo elemento químico batizou-o de nióbio em homenagem a Níobe, filha do mitológico rei Tântalo [3]; [6].

Em 1948, a União Internacional dos Químicos adotou oficialmente o nome nióbio, embora ainda hoje o nome colúmbio seja utilizado nos Estados Unidos, Canadá e México.

As informações mais antigas de que dispomos sobre o uso de nióbio datam de 1925, período em que era utilizado para substituir o tungstênio na produção de ferramentas de aço. Entretanto, até o início da década de 1930, o nióbio não tinha importância industrial.

Conhecido por sua eficácia na prevenção de corrosão intergranular em aços inoxidáveis, o metal foi a princípio usado industrialmente com esse propósito, apesar do alto custo e da dificuldade de obtenção.

A descoberta quase simultânea de depósitos de pirocloro no Canadá (Oka) e no Brasil (Araxá), na década de 1950, e sua conseqüente exploração deram início a uma nova era. O nióbio tornou-se abundante e ganhou importância no desenvolvimento de materiais utilizados pela engenharia [7].

A utilização do nióbio para aumentar a resistência mecânica dos aços com baixo teor de carbono ($C \leq 0,20\%$) foi feita pela primeira vez, em nível comercial, pela Great Lake Steels, em 1959 [8].

As razões para o pronunciado refino de grão austenítico não eram compreendidas na época, mas começaram a ser desvendadas cinco anos depois^[9]
[10].

Atualmente, o uso de nióbio como elemento microligante na indústria siderúrgica está mundialmente consolidado e esta aplicação representa, de longe, a maior área de consumo deste elemento.

O interesse em se desenvolver ligas que utilizam o nióbio para o Brasil é grande, pois possuímos 90% das reservas de nióbio no mundo e produzimos 82% de todo o óxido de nióbio do mundo ocidental^[3]; [11].

As perspectivas para o uso mundial do nióbio são bastante promissoras, pois suas aplicações atualmente envolvem diferentes campos da tecnologia como: transporte (turbinas aeronáuticas, trens levitados magneticamente, automóveis, navios), construção (pontes, estruturas marítimas para petróleo, edifícios), indústria eletroeletrônica (filtros, componentes para computadores, filamentos de lâmpadas de sódio)^[3].

O consumo de nióbio no Brasil concentra-se principalmente na produção de aços, sendo que a liga Fe-Nb representa 90% da receita de exportação brasileira de produtos de nióbio^[12].

Entretanto, o nióbio não é um metal estratégico, visto que em todas as suas aplicações pode ser substituído por outros elementos, tais como vanádio e titânio.

Contudo, o preço do vanádio, que é o concorrente do nióbio em aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), sempre foi próximo. Entretanto, graças às reservas brasileiras e com o preço do nióbio caindo em relação ao vanádio, o Fe-Nb se coloca numa posição bastante favorável no mercado de ferro-ligas^[13] [14].

2.2 - Efeito do Nb, V e Ti em aços com médio teor de carbono (0,20 a 0,59%).

Piaggio^[15], foi um dos primeiros pesquisadores a observar os efeitos benéficos do nióbio que, sozinho ou combinado com alumínio e vanádio, contribui, na resistência mecânica dos aços com médio e alto teor de carbono.

Gladman^[16], identificou os efeitos positivos do vanádio na resistência mecânica dos aços com médio e alto teor de carbono, porém sem prejudicar a tenacidade dos mesmos. Segundo Gladman^[16], apenas o vanádio (dentro o Nb, V e Ti) é que poderia melhorar as propriedades mecânicas desses aços, por meio do refino do grão ferrítico e endurecimento da ferrita pela precipitação do carbonitreto

de vanádio. Este fato estaria ligado à alta solubilidade do vanádio na austenita, comparativamente à solubilidade do nióbio e do titânio.

Frodl ^[17], comparou os efeitos da adição individual e conjunta de nióbio e vanádio em um aço 0,5% C, concluindo que a adição de vanádio era preferível à adição de nióbio ou nióbio e vanádio, para melhorar as propriedades mecânicas dos aços. Ocorre que para as temperaturas de austenitização empregadas (1200 à 1300°C), o teor de nióbio que seria possível de se dissolver na austenita seria de 0,02 a 0,04% . Como o teor de nióbio nos aços era de 0,08%, mais da metade do nióbio não estaria dissolvido na austenita, ficando na forma de carbonitretos grosseiros devido às altas temperaturas de austenitização empregadas. Estas partículas grosseiras devem ter prejudicado as propriedades mecânicas desses aços, principalmente a tenacidade. Entretanto, todo o vanádio dos aços de Frodl ^[17] (0,1%V) estaria em solução na austenita e não deveria causar os mesmos problemas que o nióbio. Verifica-se então que nas análises comparativas entre os efeitos dos elementos microligantes (Nb, V e Ti) deve-se conhecer não apenas a composição química como também a estrutura e o histórico dos tratamentos térmicos ou termomecânicos a que o aço foi submetido, mas também as características particulares dos diferentes elementos de liga. Frodl ^[17], ainda verificou que a resistência mecânica dos aços microligados aumentava com a diminuição da fração volumétrica da ferrita (o que está de acordo com os resultados de Gladman) ^[16], e com o aumento do grão austenítico, o que a princípio, parece incoerente. Ocorre que um aumento do grão austenítico leva a uma redução na fração volumétrica da ferrita provocando um aumento da resistência mecânica do aço. Gladman [16] destaca que mais uma vez nota-se a necessidade de se observar sempre as relações entre estrutura e propriedades dos aços, de uma maneira global, pois estas relações são interdependentes.

Frodl ^[17] em seus estudos sobre aços microligados também verificou que 30 minutos era um tempo suficiente para que o nióbio entrasse em solução na austenita, na faixa de temperatura entre 1150° à 1300°C, como mostra a Figura 1.

Figura 1 - Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na resistência dos aços 0,5%C; 0,7 Mn ;0,08%Nb^[17].

Steinen^[18], verificou a relação existente entre a estrutura e a resistência mecânica dos aços com vanádio e nióbio como mostra a Figura 2.

Figura 2 - Efeito de microestrutura na resistência mecânica dos aços 0,5%C; 0,7 % Mn microligados com 0,08% Nb ou 0,1%V. Os aços foram forjados a 1250oC e mantidos nas temperaturas indicadas por 30 minutos, sendo em seguidas, resfriados ao ar ou com ar comprimido^[18].

$\Delta\sigma_{esc}$ = Acréscimo no limite de escoamento básico (equivalente a 440 MPa para resfriamento ao ar e 450 MPa para resfriamento com ar comprimido).

Steinen ^[18], observou que havia um acréscimo acentuado no limite de escoamento dos aços com nióbio somente para altas temperaturas de austenitização ($> 1200^{\circ}\text{C}$), enquanto que para o vanádio isto era notado para temperaturas menores ($> 1000^{\circ}\text{C}$). Isto decorria do fato de o nióbio entrar em solução na austenita em temperaturas maiores que as do vanádio, conforme ilustram os gráficos abaixo, Figura 3.

Figura 3 - Efeito da taxa de resfriamento na fração de Nb ou V dissolvido na austenita, e na resistência mecânica dos aços 0,5% C / 0,7%Mn microligados com 0,08% Nb ou 0,1%V ^[18].

Outro aspecto interessante verificado por Steinen ^[18] foi que o teor de nióbio dissolvido na austenita não era alterado se o aço fosse resfriado em água ou ao ar (Figura 3). No caso do vanádio o resfriamento ao ar provocava uma diminuição de até 50% na sua solubilidade na austenita, em relação ao resfriamento em água, indicando que o carbonitreto de vanádio precipitava muito mais rapidamente que o carbonitreto de nióbio. Brownrigg ^[19], observou que a adição de 0,04%Nb em aços com teor de carbono variando entre 0,3 e 0,5%, provocava um aumento médio de 100 MPa no limite de escoamento e de 20 MPa no limite de resistência, como mostra a Figura 4.

Figura 4 - Efeito da adição de 0,08% Nb na resistência mecânica dos aços com médio teor de carbono [19].

Brownrigg [19], ainda notou que embora o nióbio refinasse o grão austenítico, não acarretava uma redução no grão ferrítico, como mostra a Tabela 1.

Tabela 1 - Efeito do nióbio no tamanho de grão austenítico e ferrítico dos aços com médio teor de carbono, após aquecimento a 1150°C [19].

Aço		D grão γ Antes laminação (μm)	D grão γ Após laminação (μm)	D grão α (μm)	Fração vol. de α (%)
C	Nb				
0,3	-	192	32	6,7	42
0,3	0,04	126	17	8,2	59
0,4	-	308	37	4,5	15
0,4	0,04	108	22	4,3	27

Deve-se observar que estes dados são conflitantes com os de Gladman [16] que constatou que uma diminuição do grão austenítico provocava uma redução no grão ferrítico. Porém, segundo Brownrigg [19], o refino do grão austenítico

implicava em um aumento da fração volumétrica da ferrita, o que está de acordo com os resultados de Gladman ^[16].

Mei ^[20] observou que o atraso na formação da ferrita provocado pelo nióbio em solução na austenita era devido à partição do mesmo entre a ferrita e a austenita.

A adição de nióbio restringia, segundo Mei ^[20], o crescimento do grão austenítico em aços com carbono variando de 0,2 a 0,8% .

Sen ^[21], observou que a adição de 0,057% Nb em aços 0,28%C; 1,55% Mn refinava a estrutura ferrítica-perlítica e melhorava a tenacidade através de um forjamento controlado. Os melhores resultados foram obtidos quando havia recristalização total da austenita e a mesma permanência granulação fina antes da temperatura final de deformação (900°C).

Függe ^[22] e Kestenbach ^[23] observaram que o nióbio em solução na austenita de aços eutetóides atrasava a recristalização da austenita, o que levava a um refino da colônia perlítica.

Em uma visão holística na utilização de aços microligados na indústria automobilística, Hansen ^[24] destaca que a utilização destes aços permitiu uma redução do peso dos automóveis, com conseqüente economia de combustível devido à redução no tamanho dos mesmos.

Alternativamente, devido à redução do peso do veículo transportador em vez da redução de combustíveis, o uso de aços ARBL permite aumentar a carga transportada mantendo o mesmo consumo de combustível, e isto é uma consideração importante na indústria de transporte de cargas.

Adições de Nb ou V, ou combinação de ambos em aços do tipo ABNT 1045, 1541, 1450 e 1141, dentre outros, são empregadas em componentes forjados da indústria automobilística, eliminando-se a necessidade dos tratamentos de têmpera e revenimento, com substancial redução de custos ^[25]. Com o resfriamento forçado ao ar após o forjamento, esses aços têm obtido níveis superiores de resistência mecânica aos obtidos pelo processo convencional de têmpera e revenimento. O principal papel do nióbio nesses aços é elevar a resistência e a tenacidade pelo refino de grão, enquanto que o vanádio age como elemento endurecedor por precipitação ^[26]. Aplicações típicas incluem árvores de manivela, bielas, partes da suspensão, barras de conexão, eixos, etc. A Figura 5 ilustra os componentes mecânicos produzidos pela Sifco S/A.

Figura 5 - Componentes mecânicos para indústria automobilística produzido pela Sifco S.A..

O primeiro aço utilizado na fabricação de componentes forjados foi desenvolvido na Alemanha e designado DIN 49 Mn VS3 ^[27]. Este aço tem sido utilizado para fabricação de árvores de manivela pela Volkswagen, Audi e Daimler-Benz.

Os benefícios de se utilizar aços microligados seriam:

Propriedades de resistência e fadiga iguais às dos aços ligados temperados e revenidos ^[28].

Não há necessidade de tratamento térmico após o forjamento, com economia de equipamento, tempo e energia ^[28].

Como não ocorrem distorções nas peças não há necessidade de endireitamento e alívio de tensões. Também ocorre menor perda por decarbonetação e oxidação.

- Redução nos elementos de liga como cromo, níquel e molibdênio [29].
- Maior homogeneidade na microestrutura das peças [30].
- Melhoria na usinabilidade [30].
- Menor área da fábrica ocupada com a produção.

A relação entre limite de resistência, composição química e taxa de resfriamento pode ser expressa por uma equação desenvolvida pelo Instituto Sueco para a Pesquisa de Metais ^[28].

$$\sigma_{\max} \text{ (MPa)} = 177 + 533 [2,9C + 0,35 \text{ Mn} + 0,46 D^{0,10} + 0,12 \text{ Si} + (2,2 + \log 10^{39,9} D)^{-1,02} \cdot (5N + V)] .$$

onde: C, Mn, Si, N e V são dados em porcentagem em peso

D = diâmetro da barra resfriada ao ar, em mm.

O termo $5N + V$ denota a importância do nitrogênio para a resistência mecânica dos aços com vanádio (0,01% N contribui para a resistência mecânica como 0,05% V). O nitrogênio combina-se com o vanádio formando $VxNy$, produzindo o endurecimento por precipitação na ferrita, e retirando o nitrogênio “livre” da mesma.

A atuação dos elementos microligantes, segundo Cline ^[30], poderia ser assim descrita: o vanádio entra em solução durante o aquecimento, permanecendo em solução durante o trabalho à quente e precipitando durante o resfriamento. É importante neste caso trabalhar com uma alta taxa de resfriamento para prevenir o coalescimento dos precipitados de carbonitreto de vanádio, pois isso reduziria o potencial de endurecimento por precipitação. Por outro lado, o endurecimento por precipitação decresce a ductilidade e a resistência ao impacto dos aços. Um meio de resolver este problema seria deter o crescimento do grão austenítico o que reduziria o tamanho do grão ferrítico e da colônia perlítica, provocando uma melhoria nas propriedades citadas.

O controle do grão austenítico pode ser feito usando uma dispersão fina de Ti N (0,15 ppm), a qual não se dissolve nas temperaturas usuais de encharque para laminação. Esta técnica é limitada a aços produzidos por lingotamento contínuo, na qual pode-se assegurar o controle de partículas finas de Ti N. Outra técnica é a de se adicionar nióbio, com a qual se retarda a recristalização da austenita, refinando a estrutura. Outra maneira é introduzir trabalho mecânico em baixas temperaturas. Controlando a temperatura de acabamento um pouco acima da temperatura de transformação, a força motriz para o crescimento do grão austenítico é bastante reduzida.

Segundo Cline ^[30], as aplicações de barras de aços microligados para componentes forjados podem ser classificadas em 4 grupos:

- a) Aplicações onde fadiga e usinabilidade são preponderantes. Neste caso encontram-se árvores de manivela e bielas. Várias vantagens podem ser citadas nestas aplicações, tais como eliminação dos tratamentos de têmpera e revenimento, da necessidade de endireitamento da peça e da ocorrência de trincas por choque térmico. Haveria ainda uma melhoria na usinabilidade.

- b) Usos onde resistência e dureza são os requisitos principais. Peças como pistões de bombas para lama, cubos de embreagem e eixos são as mais significativas deste grupo. A eliminação do tratamento térmico e a uniformidade na dureza são as vantagens preponderantes.
- c) Aplicações onde a resistência mecânica obtida por aços microligados substituiu a produzida por outros meios, como o estiramento a frio. Cilindros de pistões hidráulicos e eixos para transmissão são exemplos destas aplicações.
- d) Peças onde resistência mecânica e à fadiga, tenacidade e usinabilidade são todas essenciais. Estas aplicações incluem pinos de articulação e anéis em locomotivas, anéis de direção de carros e anéis de elevadores.

Segundo Mei ^[20], para um projeto de aço microligado várias rotas podem ser exploradas. As características de precipitação e dissolução dos compostos de nióbio e vanádio na austenita são diferentes. O carboneto de nióbio começa a precipitar após a retirada da barra do forno para forjar a 1200°C. Com o subsequente trabalho mecânico do forjamento a precipitação continua e os precipitados começam a crescer até 925°C. Com a continuação do trabalho a quente na temperatura de 900°C, o nióbio retarda a recristalização da austenita, favorecendo a produção de uma estrutura mais fina durante a decomposição da austenita. O carbonitreto de vanádio começa a precipitar em temperaturas menores (950°C) tendo pouco efeito em impedir o crescimento do grão austenítico, porém tem a vantagem de promover uma maior fração de precipitados, os quais são formados em temperaturas menores, sendo pouco afetados pelo coalescimento, e favorecendo o endurecimento por precipitação.

Adições de até 0,02% Ti nestes aços provocam a formação de Ti N, o qual retarda a recristalização da austenita e previne o crescimento do grão austenítico. Acima de 0,05% Ti, ocorre também endurecimento por precipitação do Ti (C,N).

Reduções na temperatura de forjamento causam dois problemas ^[27]:

- a) Aumento na capacidade da prensa;
- b) Aumento no desgaste da matriz, com redução da vida útil da mesma.

Apesar destas restrições, tem havido progresso em forjamento de aços microligados. Na Índia, a produção de eixos ferroviários passou a ser feita com aço microligado forjado, evitando-se o tratamento de beneficiamento (têmpera + revenimento). Os melhores resultados foram obtidos quando havia total

recristalização da austenita, antes da deformação final a 900°C, produzindo uma fina estrutura de ferrita e perlita.

Em 1973/74 houve uma experiência bem sucedida da CSN (Companhia Siderúrgica Nacional - RJ) de utilizar o nióbio em aços com alto teor de carbono para a fabricação de trilhos ferroviários ^{[32]; [33]}. Como a resistência ao desgaste é importante nestes aços, os mesmos são produzidos com alto teor de silício.

De acordo com Nolasco ^[32], o aço nióbio apresentaria uma menor temperabilidade na região soldada, comparativamente ao aço de baixa liga, pois a temperatura atingida pela soldagem por resistência (que é o processo mais empregado na soldagem de trilhos), seria de, no máximo, 1100°C. Nesta temperatura, segundo Nolasco ^[33], o nióbio estaria na forma de partículas de Nb(C,N), o que facilitaria a nucleação e o crescimento da ferrita e da perlita, em detrimento da martensita. Na realidade, o que ocorre, é que nesta temperatura haverá uma pequena fração do nióbio total dissolvido na austenita, com o restante na forma de Nb(C,N).

Albiero ^[34] relatou em 1981, a experiência conjunta Krupp-Volkswagen do Brasil de se empregar aço com 0,5% C microligado com nióbio para a fabricação de árvores de manivelas. Entretanto, segundo Albiero ^[34] o nióbio só seria efetivo em aumentar o limite de escoamento do aço, se a temperatura de forjamento fosse alta (> 1200°C).

2.3 - Estrutura granular

2.3.1 - Medidas de tamanho de grão em aços microligados

Em trabalho anterior, Silva e Rollo ^[35] realizaram uma intensa revisão bibliográfica sobre o estudo de medidas quantitativas de tamanho de grão em aços microligados tanto pelos métodos convencionais de medidas como também pelos métodos que utilizam o sistema de análises de imagens "Software - MOCHA".

Estas revisões contêm a base teórica necessária para medir parâmetros, tais como: tamanho médio de grão, porcentagem de fases por ambos os processos, e por isso não serão reapresentadas neste trabalho.

Serão apresentados a seguir, os trabalhos de desenvolvimento da fenomenologia do processo de crescimento de grão.

2.3.2 - Fenomenologia do processo de crescimento de grão.

O tamanho de grão é uma característica fundamental para a determinação quantitativa das propriedades dos materiais, especificamente quando desejamos combinar diferentes propriedades dos materiais em uma mesma peça [36]. É natural, portanto, que o fenômeno de crescimento de grão seja exaustivamente estudado na metalurgia.

Segundo Blikstein [37], a recristalização primária é o um dos processos de redução de energia livre em um material deformado que está sujeito a um tratamento térmico. Quando ela é considerada concluída, apesar de uma significativa redução de tensões internas e de energia livre, o metal ainda se encontra em um estado metaestável, isto é, há grande quantidade de energia associada às interfaces entre os grãos. A diminuição dessa quantidade é a forma mais imediata para que o metal possa alcançar um estado de menor energia.

O potencial termodinâmico para crescimento de grão é, portanto, a diminuição da energia livre associada aos seus contornos. Em princípio, o processo continua até que todas as interfases sejam eliminadas (o material se transforma em um monocristal), mas na prática ele é sempre interrompido antes que isso ocorra. O resultado, portanto, é sempre um arranjo metaestável.

O processo ocorre pela movimentação dos contornos de grão, que acaba por aumentar o tamanho dos grãos maiores e eliminar os menores.

Vale comentar que há uma diferença importante entre a recristalização primária (ou seja, no momento em que há formação e expansão de novos grãos) e o crescimento de grão propriamente dito: no primeiro processo, as fronteiras migram para longe dos seus centros de curvaturas (massa), enquanto que no segundo elas migram em direção aos seus centros de curvaturas.

Segundo Tschiptschin e Blikstein, [38], o aumento no tamanho de grão necessariamente envolve a diminuição na área de contornos de grão por unidade de volume e, portanto, diminui a energia de superfície do contorno de grão por unidade de volume. Visto que este último fornece o potencial termodinâmico para o crescimento de grão, segue-se que, ao aumentar o tamanho de grão, por crescimento, automaticamente reduz-se o potencial termodinâmico para posterior crescimento. A velocidade de crescimento de grão, portanto, diminui e torna-se efetivamente zero quando a área de contornos de grão não é extensa suficiente para fornecer um potencial termodinâmico adequado para sustentar o crescimento de grão, naquela temperatura particular de recozimento. Tal limitação de crescimento é derivada da própria natureza da cinética de crescimento de grão do

material. Cabe aqui, entretanto, um esclarecimento. Segundo Tschiptschin e; Blikstein ^[38], o contorno de grão é apenas uma abstração que se refere à região de relativa desordem estrutural na região que separa dois cristais de orientação diferente. "Contorno de grão não é nada mais do que um arranjo irregular dos átomos isto é conjunto de átomos fora de lugar. De acordo com Blikstein [38], esta observação é muito importante, pois serviu como base para alguns autores desenvolverem modelos computacionais de simulação de crescimento de grão tais como o método de Monte Carlo ^[39]; ^[40].

2.3.3 - Movimentação de contornos de grão

De acordo com Lozinskii ^[41], Padilha ^[42] tal como vários outros pesquisadores a movimentação dos contornos de grão obedece alguns princípios elementares, relacionados com sua geometria. O equilíbrio das tensões é alcançado quando os ângulos entre as fronteiras dos grãos obedecem à equação (1):

$$\frac{\gamma_{AB}}{\text{sen}\gamma} = \frac{\gamma_A}{\text{sen}\beta} = \frac{\gamma_B}{\text{sen}\alpha} \dots\dots\dots(1)$$

Figura 6 - Interface entre dois grãos A e B; onde α , β , γ , são ângulos entre os vetores correspondentes as forças de tensão superficial, onde γ_A e γ_B , indicam a tensão superficial dos grãos e γ_{AB} a tensão superficial entre os grãos ^[41].

Segundo Reed – Hill ^[43], no caso de uma liga monofásica e considerando uma estrutura bidimensional na qual as energias de interface são iguais e isotrópicas (independente do caráter e da orientação das mesmas), o ângulo de equilíbrio é 120° , como mostra a Figura 7.

Figura 7 - Esquema das tensões superficiais de contorno de grão na junção de três cristais^[43].

O formato mais estável das fases também é fundamental. Segundo Burke e Turnbull ^[45] de um lado, um átomo deslocado de sua posição de equilíbrio no reticulado, por faltar um certo número de vizinhos mais próximos, tende a mudar o número de coordenação de modo a encontrar uma configuração mais estável. Por outro lado, há no material uma tendência de minimização de superfície por unidade de volume. O processo continua até que se forme uma configuração estável sem tendência para migração, o que corresponde a tornar o raio de curvatura infinito (ou a interface reta). Os ângulos entre os contornos e a sua curvatura são os dois princípios geométricos que governam o crescimento de grão, baseados nas premissas termodinâmicas anteriormente citadas. A consequência importante é que os grãos com acentuada curvatura (os menores e com número de lados inferior a seis) tendem a ser consumidos pelos maiores (e com mais de 6 lados). Podemos dizer, portanto, que os maiores crescem às custas dos menores. No caso espacial, o problema é bem mais complexo. Várias tentativas foram feitas de conseguir-se um sólido que preenchesse perfeitamente o espaço. Um desses, proposto por Kelvin ^[44], é o ortotetracaidecaedro, onde os ângulos de equilíbrio têm aproximadamente 109° como mostra a Figura 8.

A forma dos grãos é controlada por compromisso entre o equilíbrio de tensões superficiais e os requisitos geométricos para total preenchimento do espaço.

Figura 8 - Grupo de ortotetracaidecaedros, ^[44]. O ortotetracaidecaedro tem 14 faces, 24 vértices e 36 arestas.

A lei que rege o crescimento normal de grão é comumente definida pela relação:

$$D = k t^n \quad (2)$$

Onde: D é o diâmetro de grão, t é o tempo e k uma constante que varia exponencialmente com a temperatura. O valor máximo (raramente verificado experimentalmente) de n é 0,5.

Essa equação é resultado de uma série de considerações teóricas e matemáticas que fazem parte do arcabouço básico da metalurgia física. Entretanto, quando se faz necessário um estudo mais detalhado do crescimento de grão numa liga, precisa-se recorrer a um ferramental mais sofisticado. Afinal, a lei temporal acima expressa apenas um crescimento médio. Ela não permite prever, por exemplo, as diferentes velocidades de crescimento das várias classes de tamanhos presentes na microestrutura ^{[45]; [46]}.

2.3.4 - Tamanho de grão estagnado "máximo"

É o tamanho máximo que o grão pode atingir, geometricamente seria a forma geométrica do ortotetracaidecaedro cujo ângulo da curvatura θ seria mínimo.

Mullins ^[47], demonstrou em seus modelamentos matemáticos que durante o aquecimento o material tende a atingir uma curvatura crítica K_{crit} (que é medida em termo de um ângulo crítico, θ_{crit} , entre os contornos de saída da fenda e a normal ao filme em relação à espessura do filme); como indica a figura 6 .

Assim, segundo Mullins^[47] se o ângulo apresenta um alto valor de θ_o , então o contorno pode mudar. Assim a partir da Equação 1 associada à Figura (6), temos que :

$$\theta_o = \arcsin \left[\frac{\gamma_{AB}}{2\gamma_s} \right] \quad (3)$$

Desde de que $\gamma_{AB} < \gamma_s$, temos: $\theta_o \approx \frac{\gamma_{AB}}{2\gamma_s}$

Mullins^[47] determinou por simulação que a área media do grão na estagnação é:

$$A_f = \frac{0,6}{K_{crit}^2} \quad (4)$$

Pode se usar também, segundo Mullins^[47]:

$$K_{crit} = \frac{2\theta}{h} \approx \frac{\gamma_{AB}}{\gamma_s h} \quad \text{onde : } h = \text{Espessura do filme} \quad (5)$$

O tamanho de grão pode ser expresso em termos do diâmetro médio do grão efetivo como:

$$D = \sqrt{4 A_f / \pi} \quad (6)$$

D = Diâmetro médio do grão.

Substituindo a equação (5) em (4) temos:

$$A_f = 0,6 \left(\frac{\gamma_s h}{\gamma_{AB}} \right)^2 \quad (7)$$

Substituindo a equação (7) em (6) temos:

$$D = 2 \sqrt{\frac{0,6}{\pi} \left(\frac{\gamma_s}{\gamma_{AB}} \right)} h \quad (8)$$

A importância de se ter um tamanho de grão previamente definido segundo Frost e colaboradores^[48], está no fato de que, tanto para baixas taxas de resfriamento como para altas taxas de resfriamento, os produtos de transformação são muito sensíveis ao tamanho de grão, assim como à concentração de impurezas e à homogeneidade do corpo de prova.

Em outras palavras, para baixas ou altas taxas de resfriamento a microestrutura final varia fortemente com o estado da austenita original

(especialmente com seu tamanho de grão). Conseqüentemente, os dados obtidos por um investigador podem diferir muito de outros que utilizaram material com diferentes tamanhos de grão, mesmo para uma liga tendo exatamente a mesma composição.

Coladas e colaboradores ^[49] estudaram o crescimento de grão austenítico, em aços contendo 0,4 a 0,8%C com 0,03 a 0,10%Nb. Observaram que a cinética do crescimento de grão austenítico, em função da temperatura, pode ser dividida em dois estágios: um de crescimento lento, quando o número e o tamanho de precipitados presentes são suficientes para bloquear os contornos de grão; e outro de crescimento rápido, a partir de uma temperatura crítica, quando o número e o tamanho dos precipitados se tornam insuficientes para produzir o efeito de ancoramento.

Penalba ^[50] destaca que, durante o aquecimento, a dissolução dos carbonetos na austenita e sua formação, como também o estabelecimento da condição de não-equilíbrio químico e termodinâmico, são conseqüências da cinética de crescimento dos grãos austeníticos.

Tal fenômeno pode ser acompanhado por meio de ciclos térmicos, utilizando-se o microscópio de estágio a quente (Hot-Stage Microscopy)

2.4 - O microscópio de estágio a quente (Hot-Stage Microscopy)

A observação dos fenômenos de transformação microestrutural de altas temperaturas em metais e ligas metálicas foi se desenvolvendo gradualmente a partir do trabalho pioneiro de P. Oberhoffer ^[51].

Embora para o estudo dos materiais a temperaturas ambiente, a ciência possua um arsenal suficientemente completo de métodos de investigação, o estudo das características dos materiais a altas temperaturas necessita do desenvolvimento de novos equipamentos.

Neste campo, uma importância especial é dada à investigação da microestrutura dos materiais a altas temperaturas.

Segundo Fasano ^[52], somente a observação das microestruturas durante o aquecimento e o resfriamento poderia esclarecer as cinéticas de crescimento de grão e formação de fases e comprovar as relações entre estrutura e propriedade em função da temperatura.

A determinação da correlação entre estrutura e propriedades durante aquecimento possibilita a produção de novas ligas, por exemplo, ligas resistentes

ao calor, que são de grande importância para produção de turbinas a vapor. Entretanto, o estudo das propriedades estruturais de materiais metálicos na presença de altas temperaturas apresenta grandes dificuldades, porque o filme de óxido que se forma na superfície das amostras durante o aquecimento dificulta a observação da verdadeira microestrutura e a medida das suas propriedades.

No entanto, a formação de filmes visíveis de óxido pode ser evitada, em muitos casos, aquecendo-se as amostras sob uma baixa pressão residual, como por exemplo, em vácuo da ordem de 10^{-4} a 10^{-7} mm Hg.

Para acelerar a vaporização é necessário que a pressão final na câmara seja mais baixa que a pressão de vapor do metal. Sob tais condições os contornos de grão aparecem na superfície da amostra.

Segundo Lozinskii ^[41], a técnica de observação microestrutural baseada na utilização de baixas pressões residuais como uma alternativa para evitar a reação do ar ou outros gases com a superfície da amostra, aquecida, pode ser observada "Metalografia" a Alta Temperatura sob Vácuo.

A Metalografia a alta temperatura pode ser dividida em dois grandes grupos de investigação como indica a Figura 9.

Figura 9 - Fluxograma das investigações metalográficas a altas temperaturas.

Lozinskii ^[41] destaca que na superfície dos metais, quando aquecido sob vácuo, podem surgir vários tipos de contornos de grão e as causas destes fenômenos são vistas como uma dificuldade experimental do ensaio. As amostras aquecidas a altas temperaturas que se aproximam do ponto de fusão, apresentam varias formas de estrutura dendrítica e contornos de grãos complexos correlacionados obviamente com a formação e dissociação de fases e a ocorrência de vários fenômenos que ainda não foram solucionados.

Os contornos de grãos mais complexos mencionados acima exigem uma investigação adicional para determinar um padrão de transformação dentro dos grãos, a influência dos elementos de liga a altas temperaturas e o caráter da estrutura interna destes grãos.

Os pesquisadores passaram então a considerar, a princípio, oito formas principais de contornos de grãos como mostra a Figura 10.

Figura 10 - Diagrama de contornos em micro-seções de metais durante o resfriamento e aquecimento sob vácuo ^[41].

Os quatros primeiros exemplos aparecem durante o aquecimento (a-d) e os outros durante o resfriamento (e-h) na superfície de amostras polidas, sob vácuo.

A formação do primeiro contorno ^[41] de grão pode ser atribuída à vaporização seletiva em temperaturas próximas à metade do ponto de fusão da amostra, dependendo da pressão de vaporização dos elementos de liga e da pressão da câmara como indica a Tabela 2.

Tabela 2 – Pressão de vapor em mmHg e taxa de vaporização de vários metais quando aquecidos segundo Lozinskii [41]

Metal	Temperatura(T) em °C Taxa de vaporização (w) em g/cm ²	Pressão de vapor em mmHg						Ponto de fusão °C	Pressão de vapor em mmHg no ponto de fusão
		10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻¹	1		
Alumínio	T	724	808	881	996	1123	1279	660	1,2x10 ⁻⁶
	W	9,60x10 ⁻⁸	9,21x10 ⁻⁷	8,88x10 ⁻⁶	8,51x10 ⁻⁵	8,11x10 ⁻⁴	7,69x10 ⁻³		
Tungstênio	T	2554	2767	3016	3309	-	-	3387	17,5x10 ⁻³
	W	1,47x10 ⁻⁷	1,46x10 ⁻⁶	1,45x10 ⁻⁵	1,45x10 ⁻⁴	-	-		
Ouro	T	1083	1190	1316	1465	1646	1867	1063	6x10 ⁻⁶
	W	2,22x10 ⁻⁷	2,14x10 ⁻⁶	2,05x10 ⁻⁵	1,96x10 ⁻⁴	1,87x10 ⁻³	1,77x10 ⁻²		
Ferro	T	1094	1195	1310	1447	1602	1783	1535	37,2x10 ⁻³
	W	1,29x10 ⁻⁷	1,20x10 ⁻⁶	1,10x10 ⁻⁵	1,02x10 ⁻⁴	1,01x10 ⁻³	9,6x10 ⁻²		
Cobalto	T	1249	1362	1494	1649	1833	2056	1480	0,76x10 ⁻³
	W	1,15x10 ⁻⁷	1,11x10 ⁻⁶	1,06x10 ⁻⁵	1,02x10 ⁻⁴	1,01x10 ⁻³	9,28x10 ⁻³		
Silício	T	1024	1116	1223	1343	1485	1670	1410	31,6x10 ⁻³
	W	8,58x10 ⁻⁸	8,29x10 ⁻⁷	7,99x10 ⁻⁶	7,68x10 ⁻⁵	7,37x10 ⁻⁴	7,01x10 ⁻³		
Manganês	T	717	791	878	980	1103	1251	1244	9,04x10 ⁻⁵
	W	1,38x10 ⁻⁷	1,32x10 ⁻⁶	1,27x10 ⁻⁵	1,22x10 ⁻⁴	1,17x10 ⁻³	1,11x10 ⁻²		
Cobre	T	946	1035	1141	1273	1432	1628	1083	0,31x10 ⁻³
	W	1,33x10 ⁻⁷	1,29x10 ⁻⁶	1,24x10 ⁻⁵	1,18x10 ⁻⁴	1,13x10 ⁻³	1,07x10 ⁻²		
Molibdênio	T	1923	2095	2295	2533	-	-	2622	22,0x10 ⁻³
	W	1,29x10 ⁻⁷	1,18x10 ⁻⁶	1,12x10 ⁻⁵	1,05x10 ⁻⁴	-	-		
Níquel	T	1157	1257	1371	1510	1679	1884	1455	4,37x10 ⁻³
	W	1,18x10 ⁻⁷	1,14x10 ⁻⁶	1,1x10 ⁻⁵	1,06x10 ⁻⁴	1,01x10 ⁻³	9,62x10 ⁻²		
Estanho	T	823	922	1042	1189	1373	1609	232	-
	W	1,92x10 ⁻⁷	1,84x10 ⁻⁶	1,75x10 ⁻⁵	1,66x10 ⁻⁴	1,57x10 ⁻³	1,47x10 ⁻²		
Platina	T	1606	1744	1904	2090	2373	2582	1774	0,16x10 ⁻³
	W	1,88x10 ⁻⁷	1,81x10 ⁻⁶	1,75x10 ⁻⁵	1,68x10 ⁻⁴	1,57x10 ⁻³	1,52x10 ⁻²		
Prata	T	767	848	936	1047	2313	1353	961	1,78x10 ⁻³
	W	1,88x10 ⁻⁷	1,81x10 ⁻⁶	1,74x10 ⁻⁵	1,67x10 ⁻⁴	1,6x10 ⁻³	1,50x10 ⁻²		
Titânio	T	1134	1249	1384	1546	1184	1965	1727	84,3x10 ⁻³
	W	1,08x10 ⁻⁷	1,04x10 ⁻⁶	9,92x10 ⁻⁶	9,47x10 ⁻⁴	1,59x10 ⁻³	8,53x10 ⁻³		
Urânio	T	1461	1585	1730	1898	1742	2338	1132	3,2x10 ⁻⁶
	W	2,16x10 ⁻⁷	2,09x10 ⁻⁶	2,01x10 ⁻⁵	1,93x10 ⁻⁴	9,00x10 ⁻⁴	1,76x10 ⁻²		
Cromo	T	907	992	1090	1205	2098	1504	1900	63,5
	W	122x10 ⁻⁷	1,18x10 ⁻⁶	1,14x10 ⁻⁵	1,09x10 ⁻⁴	1,85x10 ⁻³	1,00x10 ⁻²		
Zinco	T	211	248	292	343	1342	-	419	1,16
	W	2,15x10 ⁻⁷	2,07x10 ⁻⁶	1,98x10 ⁻⁵	1,90x10 ⁻⁴	1,05x10 ⁻³	-		

Por exemplo, no aquecimento do aço carbono AISI 1045 sob vácuo a 1100°C por 1 hora. A profundidade da fenda medida ao longo dos contornos de grão da austenita é de aproximadamente 2,33 μm . Porém quando o tempo é de 5 minutos produz-se um entalhe com profundidade que não excede a faixa de 0,2 a 0,3 μm .

A técnica metalográfica a altas temperaturas segundo Bramfitt et al ^[53], pode ser usada para uma grande variedade de materiais e não requer montagens caras nem sofisticadas, permitindo assim a sua ampla utilização, até mesmo em pequenos laboratórios com recursos limitados.

A câmara de aquecimento permite uma gama de estudos das mudanças microestruturais que ocorrem em metais e ligas metálicas em temperaturas elevadas, possibilitando a observação destas transformações no momento em que elas acontecem.

A visualização das fases durante ataque térmico é possível porque, com o aquecimento ocorre, a formação seletiva de finas camadas de óxidos, uma vez que cada óxido possui uma coloração que lhe é peculiar, como mostra a Figura 11.

Figura 11 - (A) – Amostra de aço tipo 1045 aquecida por 30 min em vácuo a 1100°C e oxidada à pressão atmosférica por 2 min a 480°C (x150); (B) – Amostra de níquel puro, que foi aquecida por 1 hora em vácuo na temperatura de 1100°C com oxidação à pressão atmosférica por 1 minuto a 480°C(x150). (C) - Amostra de liga tipo Nimonic após 30 min de aquecimento a 1100°C em vácuo e submetida à oxidação seletiva por 30 segundos a 500°C a pressão atmosférica ^[53].

Durante o aquecimento ou resfriamento, segundo Bramfitt et alli ^[53], a transformação de fase é percebida por causa da alteração no relevo superficial das amostras. Na pratica esse efeito pode ser percebido por um enrugamento na superfície que ocorre em função da variação de volume da amostra.

Bramfitt et alli^[53], em seus estudos, classificaram diversas aplicações de investigação metalográfica a altas temperaturas tanto no resfriamento quanto no aquecimento da seguinte forma:

2.4.1 - Solidificação e fusão

Kulmburg et alli^[54],^[55]; Mitshe e Jeglitsch^[56], estudaram o efeito de segregação desordenada na fusão de fases eutéticas de baixa temperatura como também na precipitação dos microconstituintes usando o microscópio de estágio a quente. A fenomenologia do processo de solidificação foi registrada passo a passo, conforme ilustra Figura 12.

Figura 12 - Ilustra uma seqüência de microestrutura obtida durante o processo de solidificação de uma liga de Fe-0,85C^[53].

2.4.2 - Transformação de ferrita para austenita $\alpha \rightarrow \gamma$

Estudos em laboratório mostraram que estas transformações ocorrem de forma muito rápida e são freqüentemente completadas em 0,04s. A Figura 13 mostra a formação da ferrita nos contornos do ferro puro [57]; [58]; [59].

O processo inverso $\gamma \rightarrow \alpha$ ocorre de forma semelhante.

Figura 13 - Sequência de microestrutura mostrando a transformação de ferrita para austenita em um ferro puro no aquecimento com taxa de 145°C/s. As setas mostram o polimorfismo da ferrita nos contornos de grão [53].

2.4.3 - Crescimento de grão austenítico

Rogers [60] foi uns dos primeiros pesquisadores a estudar o crescimento de grão austenítico em 1933. Pfeiffer [61] e mais tarde Lozisniskii [41] documentaram a movimentação dos contornos de grão a altas temperaturas.

Kulmberg [62] questionou a relação entre o tamanho de grão da superfície e o tamanho de grão dentro da amostra chamando a atenção para as diferentes temperaturas dentro da amostra. Jeglitsch [63], não concordando com as conclusões de Kulmberg [62], citou outros fatores que podem afetar o crescimento de grão tais como: atmosfera, difusão e formação de óxidos. Cuidadosamente investigando o efeito da atmosfera de argônio e vácuo, Okamoto [64] em suas investigações destaca que o sucesso de se conseguir o mesmo tamanho de grão no interior da amostra e na superfície depende em selecionar a atmosfera certa para cada liga.

A Figura 14 mostra observações realizadas por Okamoto [64] de crescimento de grão a 1000°C em um aço (0,265C, 0,77Mn, 0,95Cr, 1,00 Mo, e

0,25 V). Nesta seqüência, pode se observar os contornos mais velhos, sendo substituídos por novos contornos de grão.

Figura 14- Seqüência de micrografias de crescimento de grão austenítico a 1000°C em um aço de baixa liga. A seta em "A" indica velhos contornos sendo substituídos por novos contornos. "B".

A figura 15 mostra duas seqüências de crescimento de grão em μm^2 como relatado por Lozinskii ^[41]. Na seqüência do 900 a 1000°C, a área média dos grãos passa de 805 a 9400 μm^2 e na outra seqüência entre 1200 e 1250°C a área média dos grãos passa de 37300 a 357500 μm^2 .

Figura 15 - Uma Série de fotomicrografias tiradas das várias seções da amostra de aço tipo ASTM 1045 durante o aquecimento de 900°C para 1250°C sob vácuo (x90). (a): 30 min a 900°C mantendo um tempo de 10 min em cada temperatura.; (b) 950°; (c) 1000°C; (d) 1025°C; (e) 1050°C; (f) 1075°C; (g) 1150°C; (h) 1175°C; (i)1200°C; (j)1250°C ^[41].

Bramfitt et alli ^[53] usaram o microscópio de estágio a quente para acompanhar três tipos de ferrita:

(1) Ferrita de Widmanstätten crescendo na liga de Fe-0,8C resfriada a 10°C/s, como mostra na Figura 16.

Figura 16 - Sequência de filmagens mostrando o crescimento da ferrita de Widmanstätten (setas), no Fe 0,8%C austenitizado a 617°C com taxa de resfriamento de 10°C/s (x250) ^[53].

2) Ferrita alomórfica ocorrendo nos contornos de grão austeníticos de um aço com 0,1%C 0,3% Mn, com uma taxa de resfriamento de 12°C/s, como mostra a figura 17.

Figura 17 – A sequência de fotomicrografias mostrando a formação de ferrita alomórfica (setas) sobre os contornos de grão em um aço com 0,1%C 0,3% Mn a 825°C (taxa de resfriamento de 12°C/s(x125) ^[53].

3) O terceiro tipo de morfologia da ferrita representa uma frente gerada pelo alomorfismo e contorno de grão. Este fenômeno pode se visto durante a movimentação, mas não em fotografias fixas.

2.3.4 - Transformação de austenita para perlita

O fato de não se ter uma superfície livre ^[65], torna difícil visualizar a transformação da austenita em perlita usando o microscópio de estágio a quente.

Porém, é possível utilizar técnicas especiais para ajudar a distinguir a formação da perlita. Por exemplo, Mitsche et alii ^[66] usaram em suas observações o campo escuro do microscópio óptico para visualizar as transformações austenita para perlita.

Esser e Cornelius ^[59] divulgaram que a formação da perlita pode ser notada pelo escurecimento da superfície devido à evaporação da amostra durante a transformação. Bramfitt et alii ^[53] em seus experimentos conseguiram produzir uma objetiva para contraste de fase para estudar a transformação na austenita do Fe-0,8%C, contendo molibdênio, níquel, cobalto, manganês e silício. Um exemplo de observação que utiliza esta técnica é mostrado na Figura 18. As setas indicam quatro diferentes módulos de perlita crescendo na matriz de austenita.

Figura 18 - Sequência de crescimento de nódulos de perlita (seta) no Fe-0,8%C liga a 620°C (com resfriamento a 34°C/s. (x125) ^[53].

2.4.5 - Transformação da austenita para bainita

O estudo da transformação da bainita com microscópio de estágio a quente encontrou uma aplicação imediata por causa do cisalhamento provocado na superfície e crescimento lento associado à mudança de fase. Speich ^[67] e Speich e Cohen ^[68], foram os pesquisadores de maior importância no estudo da transformação bainítica usando o microscópio de estágio a quente. Estes pesquisadores usaram esta técnica para determinar a isotérmica mais lenta para o crescimento da bainita.

Assim, para um aço de baixa liga (0,26C, 0,77Mn, 0,95Cr, 1,00Mo, e 0,25V) a microestrutura bainítica é obtida com o resfriamento contínuo a uma taxa de 6°C/s. como mostra a figura 19.

Figura 19 - Seqüência do desenvolvimento da bainita (bainita superior) produzida por um tratamento isotérmico.

As medidas mostraram que a taxa de crescimento controlado é de 3 a 5 $\mu\text{m/s}$ segundo Bramfitt^[53].

2.4.6 - Transformação da austenita para martensita

O microscópio de estágio a quente é facilmente adaptável para o estudo da transformação martensítica devido ao cisalhamento na superfície associada a este tipo de transformação. Na temperatura M_s , o efeito do tamanho de grão na formação da martensita tem sido observado diretamente no microscópio.

Como ilustra a figura 20 o processo de formação de ripas de martensita apresenta uma notável semelhança com o processo de formação da bainita. Porém, as taxas de resfriamento para formação da martensita é três vezes mais rápidas que as taxas de resfriamento para formação da bainita.

Figura 20 - Sequência de fotomicrografias mostrando a formação de ripas de martensita em um aço baixa liga a 330°C, com (taxa de resfriamento de 17°C/s (x227) [53].

O microscópio de estágio a quente sofreu uma grande evolução em relação aos equipamentos anteriormente utilizados. Podemos citar algumas como:

- Melhoria no vácuo. Hoje são utilizadas bombas turbo moleculares.
- Melhoria no desenho da câmara.
- Evolução na técnica de preparo das amostras.
- Possibilidade de escolha da atmosfera a ser utilizada.
- Controle da temperatura. Atualmente é possível programar-se um ciclo térmico, usando um programa específico do controlador de temperatura. Anteriormente isso era feito manualmente.
- Contar com a evolução da microscopia óptica.
- Sistema de filmagem e digitalização das imagens durante o ensaio.

2.5 - Microscópio de força atômica

Segundo Herrmann ^[69], a microscopia de força atômica (AFM) e outras técnicas que pertencem à família dos microscópios de varredura por sonda (SPM), tem recebido uma grande quantidade de investimentos nos últimos anos, devido a sua maior resolução e menor custo comparada às microscopias eletrônicas de varredura (SEM) e de transmissão (TEM). Enquanto os melhores microscópios eletrônicos comerciais possibilitam aumentos de no máximo algumas centenas de milhares de vezes, o AFM pode obter imagens com aumento de várias dezenas de milhões de vezes, com a vantagem de ter esta mesma resolução nas 3 dimensões, o que não ocorre com os primeiros.

As principais vantagens do AFM, quando comparado ao SEM, para a análise morfológica e estrutural de materiais, em geral, são: maior resolução, imagem em 3 dimensões, não existe necessidade de recobrimento condutivo, não requer métodos específicos de preparação da amostra, permite a quantificação direta da rugosidade da amostra, permite a medida da espessura de filmes ultrafinos sobre substratos.

Segundo Herrmann ^[69], o microscópio de força atômica "atomic force microscope SFM", abrange aplicações simples, desde o estudo da morfologia de superfície dos materiais até o exame das características morfológicas, estruturais e moleculares de propriedades em escala nanométrica.

O programa nanoscópico permitiu fazer a medida dos ângulos e da profundidade das fendas térmicas, nos contornos de grão de microestrutura metálica que é uma das variáveis do ataque térmico estudado anteriormente.

O precursor do AFM foi o microscópio de varredura por tunelamento, "scanning tunneling microscope" - STM. A técnica chegou ao conhecimento da comunidade científica por Binnig, G. et alii ^[70]. Em 1986 os pesquisadores da IBM, Gerd Binnig e Henrich Rohrer, inventores desta técnica, foram laureados com o prêmio Nobel de física. No entanto, o STM ainda apresenta a limitação da necessidade de que a amostra e a agulha sejam semicondutores ou condutores, restringindo o número de materiais na qual a técnica pode ser empregada. Este tipo de problema levou a introdução, em 1986, do microscópio de força atômica. O primeiro AFM para escala comercial, com produção em série, foi apresentado em 1989.

No presente trabalho, esta técnica foi utilizada para medida do ângulo e profundidade da fenda térmica.

2.6 - Dilatometria

A dilatometria, segundo Casarin ^[71] e Zhao ^[72], têm mostrado ser uma importante ferramenta para o estudo das transformações de fase em metalurgia. As curvas de transformação de fase, sejam elas obtidas por resfriamento contínuo ou por tratamentos isotérmicos, permitem caracterizar os vários microconstituintes que compõem os aços e ligas metálicas, possibilitando ao metalurgista optar pelas temperaturas mais adequadas a determinados tratamentos térmicos, bem como fazer o controle da composição química desses aços.

Uma das principais aplicações da dilatometria está no estudo das transformações de fase dos aços e ligas metálicas. Destaca-se aqui o pioneirismo dos trabalhos de Davenport e Bain em 1930, metalurgistas da United States Corporation Research Laboratory, que idealizaram os diagramas TTT (tempo-temperatura-transformação), onde foram estudados os tempos necessários para a decomposição da austenita em ferrita e carbonetos em várias temperaturas, analisando sete aços de composição química distintas.

O método dilatométrico é usado para determinar as temperaturas de transformação de fase (pontos críticos), onde as variações de comprimento de um corpo de prova cilíndrico de dimensões padronizadas (tubular ou não) são registradas no seu aquecimento e resfriamento, ou ainda, sob condições isotérmicas. As variações no comprimento do corpo de prova indicam as variações volumétricas que acompanham a transformação no metal.

Este método é aplicado para a determinação dos pontos críticos dos aços, uma vez que suas transformações são acompanhadas por mudanças substanciais de volume, devido aos diferentes volumes específicos das fases α e γ . O método é aplicado também para determinar o coeficiente de expansão térmica em um dado intervalo de temperatura.

A dilatometria é uma técnica utilizada há longo tempo para estudar o comportamento térmico dos materiais. Segundo Kang e colaboradores ^[73], ela foi usada por químicos bem antes do ano 1900, utilizando temperaturas próximas a do ambiente para acompanhar reações lentas, sendo que em 1919 pesquisadores franceses utilizaram esse método para estudar a influência da velocidade de resfriamento sobre o tratamento térmico de têmpera dos aços ao carbono. Essas características são típicas dos dilatômetros de têmpera rápida.

A partir da curva de expansão em função do tempo ou temperatura são observadas as transformações de fases nos pontos de inflexão da curva, seja no aquecimento ou no resfriamento, como ilustra a Figura 21.

Figura 21 - Dilatação em função da temperatura ($dl/lo \times \theta$), ilustra as taxas de velocidade de resfriamento típica de um aço ASTM 1020 ^[74].

Segundo Zhao ^[72], o ferro puro tem duas formas sólidas alotrópicas, a fase CFC a qual é estável entre 912 e 1394°C e a fase CCC a qual é estável abaixo de 912 °C, e também entre 1394 s 1538°C. A fase CFC é denominada austenita ^[75], e a fase CCC é denominada ferrita. Em aço carbono, o carboneto de ferro FeC_3 é denominado cementita.

A austenita decompõe-se em duas importantes estruturas por difusão: perlita e bainita, sendo as diferenças entre as duas transformações funções da morfologia, mecanismo de crescimento, cristalografia e presença de elementos ligantes do aço. Kang et alii ^[73], destacam que existe muita controvérsia entre os pesquisadores quanto aos mecanismos de formação desses constituintes, embora seja a reação bainítica uma das reações isotérmicas mais estudadas. Em resfriamento contínuo, nos ciclos em que a velocidade de resfriamento é suave, a transformação austenítica processa-se por difusão do carbono formando uma mistura ferrita-cementita, enquanto que, em resfriamentos mais bruscos, o processo de cisalhamento da rede austenítica é predominante (reações martensíticas).

Marder e Branfitt ^[76], analisando o efeito do resfriamento contínuo sobre a morfologia e a cinética da transformação perlítica, colheram dados que mostram que o resfriamento contínuo abaixa a temperatura de reação da transformação (reduzindo também o espaçamento interlamelar) para temperaturas de reação menores que aquelas encontradas nas transformações isotérmicas.

Estes resultados estão em concordância com os obtidos por Lang e Meyer ^[77], que observaram também que o espaçamento interlamelar (S), em aços perlíticos, é um parâmetro microestrutural que influencia a resistência ao escoamento σ_e , na forma da equação de Hall – Petch ^[78]:

$$\sigma_e = \sigma_i + kS^{-1/2}$$

onde: σ_i e k são constantes.

A influência do espaçamento interlamelar (S) nas propriedades do material pode ser estudada por dilatométrica por meio de vários ciclos térmicos, sendo possível a determinação da temperatura de tratamento que fornece o melhor espaçamento S.

O método dilatométrico tem mostrado ser um excepcional instrumento na determinação dos diagramas de transformação de fase. Conforme Prado et alii ^[86], essas transformações têm sido estudadas de duas maneiras: isotermicamente, através das curvas TTT e por resfriamento contínuo (curvas CCT), a última em função da sua relevante aplicação industrial e a anterior por causa do interesse acadêmico. Como resultado desses esforços, foram elaboradas curvas TTT e CCT para praticamente todos os tipos de aços, proporcionando um melhor conhecimento de como os diferentes elementos ligantes causam influência no posicionamento e formato destas curvas.

Esses diagramas não identificam os produtos das transformações, embora esteja implícito que sob condições apropriadas formam-se perlita, bainita (superior e inferior), ferrita e martensita determinadas por meio de metalografia.

Segundo Straatmann et alii ^[79], os diagramas CCT definem a cinética das transformações de fases e fornecem base para se determinar o tratamento térmico mais adequado para se obter a microestrutura desejada. Isto é o que os autores consideram como método de controle microestrutural para a melhoria das propriedades de resistência dos aços.

2.6.1 - Transformação cinética por resfriamento contínuo

Zhao ^[72], tal como outros investigadores ^{[80][81]}, verificaram que por meio das várias velocidades de resfriamentos impostas durante o ciclo dos materiais metálicos, pode se obter pelo menos dez tipos de microestrutura. Tais microestruturas foram identificadas nos produtos de decomposição da austenita, tais como:

- Ferrita de contorno de grão.
- Cementita de contorno de grão
- Ferrita massiva
- Ferrita de Widmanstätten
- Cementita de Widmanstätten
- Perlita
- Bainita superior
- Bainita inferior
- Martensita em ripas
- Martensita maclada.

Atkins ^[83] e Prado et alii ^[85], verificaram que essas transformações têm sido estudadas de duas maneiras: isotermicamente (time-temperature-transformation; curvas TTT) e por resfriamento contínuo (Continuous Cooling Transformations; curvas CCT). Segundo Penalba ^[86] e Casarin ^[71], esses diagramas não identificam os produtos das transformações, embora esteja implícito que, sob condições apropriadas, formam-se os produtos de decomposição da austenita, determinadas através da análise metalográfica.

Durante décadas passadas, a exploração dos mecanismos atômicos tem sido, e continuará sendo, o tema central de investigações em transformações

de fase em aços. Grande progresso tem sido feito nessa área e tem sido revisado periodicamente em vários artigos excelentes ^{[80]; [81]; [82]}.

Consideravelmente poucos esforços têm sido feito para resumir e racionalizar a transformação cinética total dos complexos processos das transformações dos aços.

Além disso, um enorme corpo de dados existente sobre a transformação cinética total foi acumulado nas décadas passadas, que não está necessariamente de acordo com os conceitos iniciais que foram propostos quando este campo de pesquisa estava em seu início. É conveniente testar a validade desses conceitos pelos dados experimentais novos.

Portanto, é necessário separar observações experimentais documentadas das teorias, a fim de testar novamente os conceitos iniciais.

De uma forma simplificada Medina ^[87] e Jones et alii ^[88] enfatizam que os produtos de transformação dos aços provêm da austenita, durante o processo de resfriamento contínuo, e são determinados somente por dois parâmetros, a temperatura de transformação inicial e temperatura final. No entanto as curvas "CCT" são usualmente elaboradas, tomando como tempo inicial de transformação o momento em que se atinge a temperatura Ac_3 ^{[83], [84]}. Em temperaturas maiores que Ac_3 nenhuma transformação ocorre. As temperaturas críticas superior e inferior (Ac_3 e Ac_1) geralmente são indicadas nos diagramas ^{[89]; [90]}.

2.7 - Ensaio Jominy "testes de temperabilidade"

O primeiro teste de temperabilidade padronizado foi publicado por Shepherd ^[91]. Em seu teste, a temperabilidade foi determinada em placas de várias espessuras, esfriadas em um pulverizador especial. Após a têmpera, as placas eram fraturadas na metade de seu comprimento e atacadas com reativo químico para mostrar a profundidade de endurecimento. A profundidade de endurecimento foi padronizada através de números, que representavam a temperabilidade. O teste Shepherd é também conhecido por teste PF onde P indica a profundidade de endurecimento ou penetração para 50% de martensita e a aparência da fratura.

Burns et alii ^[92], desenvolveram o teste de temperabilidade denominado de S-A-C. A letra S representa a dureza superficial dada em Rockwell C, A é a área compreendida entre a curva em "U" e o eixo das abscissas e C a dureza Rockwell C no centro da peça. A avaliação da temperabilidade de um aço pode ser feita temperando-se barras de diferentes diâmetros em um dado meio, cortando-as

transversalmente e, em seguida, medindo-se a dureza ao longo do diâmetro, a menores intervalos de distâncias possíveis. Obtém-se, dessa maneira, a característica curva em forma de "U", Figura 24. O teste S-A-C ofereceu meios de comparar a temperabilidade dos aços de modo qualitativo.

Para determinar a temperabilidade dos aços quantitativamente, foram desenvolvidos outros métodos; um dos primeiros foi o de Jominy e Boegehold^[93].

O método baseia-se no teste de fim de têmpera para a determinação da temperabilidade na superfície de aços cementados. O corpo de prova tinha 1 pol (25,4mm) de diâmetro e 3 pol (76,2mm) de comprimento com um degrau na extremidade de resfriamento. A dureza Rockwell C era determinada em intervalos de 1/16 pol (1,6mm), a partir da extremidade temperada, depois de o corpo de prova ter sido retificado numa profundidade de 0,015 pol (0,38mm).

Jominy^[94], alguns anos depois, sugeriu modificações na barra-teste, as quais são aceitas até hoje. Demonstrou, ainda, que seu teste poderia ser usado para aços não cementados. O teste abrange uma grande gama de aços, exceto os de temperabilidade muito baixa ou muito alta. O efeito das variáveis que influem no teste de Jominy foi analisado por vários pesquisadores, como Williams^[95], Birtalan et alii^[96] e outros. Entre essas variáveis, as mais importantes são o controle da temperatura, tempo de austenitização e posição da barra-teste no equipamento de ensaio. Esses pesquisadores, além de analisar aquelas variáveis, concluíram que o teste de Jominy pode ser usado tanto para aços cementados como não cementados.

Figura 22 - Curva de Temperabilidade típica do teste S.A.C. ^[92].

Vários outros testes foram desenvolvidos. Assim, Post et alii ^[97] propuseram um teste com corpo de prova em forma de cone, que consideraram capaz de atender aos aços de baixa temperabilidade. Grange ^[98], propôs também um teste para determinar a temperabilidade de aços de baixa profundidade de têmpera. Nesse teste, o corpo de prova é resfriado em salmoura quente e os resultados obtidos mostraram que o teste é adequado para esse tipo de material.

Para atender aos aços, onde o diâmetro do material disponível é menor do que o diâmetro necessário no teste de Jominy e Boegehold ^[93] fez uma adaptação daquele teste. Os resultados obtidos pelo teste de Boegehold ^[93] são praticamente iguais aos obtidos pelo ensaio de Jominy.

2.7.1 - Aplicações de endurecibilidade

Os diagramas das curvas CCT não podem ser aplicados diretamente para muitos aços. No seu lugar, é usado o teste Jominy para comparar a endurecibilidade dos aços, conforme ilustra a Figura 23.

Figura 23 – a) Disposição do corpo de prova durante o teste Jominy ^[99].
b) Medida da dureza ao longo do corpo de prova.

Uma barra de aço é austenitizada e em seguida colocada em uma instalação apropriada. Um jato de água é direcionado por baixo da barra. Estes procedimentos atingem taxas de resfriamento muito rápidas no final da barra. Após o teste, medidas de dureza são efetuadas ao longo da barra produzindo uma curva de endurecibilidade (distância x dureza). A distância entre as medidas de dureza, assim como as dimensões do corpo de prova são dadas conforme a norma NBR 6339 ^[99].

A Tabela 3, proposta por Askeland (1994)^[100], permite a correlação dos resultados dos ensaios os ensaios Jominy com as taxa de resfriamento da curva CCT.

Tabela 3 – Relação entre a taxa de resfriamento da curva CCT e a distância Jominy, segundo Askeland [100].

Distância Jominy (in)	Taxa de resfriamento (°C/s)
$\frac{1}{16}$	315
$\frac{2}{16}$	110
$\frac{3}{16}$	50
$\frac{4}{16}$	36
$\frac{5}{16}$	28
$\frac{6}{16}$	22
$\frac{7}{16}$	17
$\frac{8}{16}$	15
$\frac{10}{16}$	10
$\frac{12}{16}$	8
1"	5
1" $\frac{2}{8}$	3
1" $\frac{4}{8}$	2,8
1 " $\frac{6}{8}$	2,5
1" $\frac{10}{8}$	2,2

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 - Caracterização preliminar

O material utilizado foi o aço ABNT 1450 Nb que segue a norma da ABNT NBR 82 1994^[101], confeccionado na forma de barra cilíndrica com diâmetro de 43 mm.

3.2 – Generalidades

Tipo de fusão: aço de forno SM, elétrico ou LD.

Grupo de qualidade: aço fino

Forma de emprego: peças forjadas, barras de aço.

Finalidade de emprego: árvores de manivela, bielas, etc.

Composição química: A tabela 4 mostra exemplo de composição química do aço ABNT 1045 Nb como mencionado em catálogos de alguns fornecedores.

Tabela 4 - Exemplos de composição química do aço ABNT 1045 Nb de acordo com catálogos de fornecedores.

Composição química.					A escolher	
C	Si	Mn	S	P	Nb	V
0,44	0,15	0,6	0,045	<0,035	0,05	0,08
0,54	0,6	1,0	0,065	<0,035	0,10	0,13

3.3 - Estado de fornecimento

Recozido com dureza máxima de 200 HB; Microestrutura: perlita lamelar e ferrita

Resistência à tração: $780 \leq \sigma_t \leq 900 \text{ MPa}$. ; Limite de escoamento: $\sigma_{0,2} \geq 450 \text{ MPa}$ (aprox. 45 kgf/mm^2) . σ_t determinada em corpo de prova; quando determinada através da dureza Brinell $\geq 750 \text{ MPa}$.; Sendo o estado de fornecimento: Recozido, com dureza máxima de 200 HB.

3.3.1 - Determinação da composição química

A Tabela 5 mostra o resultado da composição química média obtida com a análise das três amostras.

Tabela 5 - Composição química % em peso.

ELEMENTO	C	Cr	Mn	Si	P	S
% peso	0,519	0,11	0,84	0,28	0,025	0,041

Ni	Cu	V	Nb	Al	N	O
0,02	0,224	0,003	0,08	0,035	0,012	0,0023

As amostras foram analisadas pelos métodos de espectrometria e confirmado por via úmida.

3.3.2 - Determinação do tamanho de grão

A determinação do tamanho de grão médio da barra cilíndrica seguiu a norma ASTM E 112^[102].

Mediu-se também o tamanho de grão utilizando o sistema de análise de imagens utilizando-se o e a norma ASTM E 1382 –91^[103].

Na análise metalográfica preliminar apresentou-se o tamanho de grão ASTM 9. A área média do grão ficou em torno de $180 \mu\text{m}^2$ e o número médio de grãos por unidade de área em torno de $5600/\text{mm}^2$.

3.3.3 - Ensaio de dureza

No ensaio de dureza utilizou-se o método de dureza Rockwell C. O valor encontrado variou de 20 a 22 HRC

3.3.4 - Preparação das amostras

As amostras para a análise metalográfica foram preparadas segundo a norma ASTM: E 3 – 86^[104].

Utilizou-se, como reagente químico, para revelar o microconstituente perlita, o Nital 2%. O preparo do reagente químico obedeceu à norma ASTM: E 407^[105]. Fixou-se o tempo médio de ataque em 30 segundos para cada amostra.

Na determinação da porcentagem de fase ferrítica utilizaram-se os métodos tradicionais de contagem de pontos obedecendo à norma ASTM E112 ^[102].

Os resultados foram confirmados utilizando-se o método que emprega uma câmera CCD/RGB acoplada ao microscópio óptico, ligada a uma placa de digitalização "frame grabber", o software "Mocha" versão 1.1 e o software "Adobe photoshop" versão 6.0 como apoio ao "mocha" no melhoramento das imagens digitalizadas.

Figura 24 - Microestrutura do aço ABNT 1450Nb como recebido. A seta indica a fase ferrítica. Ataque nital 2%.

Como resultado da porcentagem de fase ferrítica de 30 fotos analisadas obteve-se a porcentagem média de ferrita de $30 \pm 2 \%$.

3.4 - Os ensaios metalográficos em altas temperaturas

3.4.1 - Preparação das amostras do microscópio de estágio a quente .

As amostras de aço ABNT 1450 Nb, foram usinadas na forma de tarugos cilíndricos e posteriormente esta foram cortadas em forma de pastilhas, conforme o esquema da Figura 25. Um cuidado especial foi tomado para que o corte mantivesse o paralelismo.

Figura 25 - Esquema do corpo-de-prova para o ensaio no microscópio de estágio a quente.

As amostras foram embutidas em baquelite e preparadas para observação metalográfica conforme a norma ASTM: E 3 – 86^[105].

Após o polimento foram impressos três pontos de referência na amostra, como mostra a Figura 26.

Figura 26 - A seta ilustra os pontos de referência impressos sobre a superfície da amostra. Os pontos foram impressos por microdureza.

As amostras foram desembutidas e desengraxadas com acetona com auxílio do ultra-som.

No ensaio do aço ABNT 1450 Nb, usou-se o cadinho de molibdênio, cujas dimensões estão representado na Figura 27.

Figura 27 - Dimensões do cadinho de molibdênio.

Devido à forma complexa do cadinho, proveniente do equipamento, exigindo uma da amostra em forma de cone tornou viável o ajuste do cadinho eliminando a concavidade da parte inferior, conforme ilustra Figura 28.

Figura 28 - (a) Cadinho de molibdênio usinado para eliminar a concavidade. (b) Cadinho com uma amostra pronto para o ensaio.

Quando aquecemos uma liga sob vácuo ocorre a vaporização seletiva na superfície da amostra. Lozinskii ^[41] em seus experimentos, mediu para vários níveis de temperatura e pressão, o peso em g/cm^2 que vaporiza, para vários metais, como mostrado anteriormente conforme a Tabela 2, seção 2.4 do capítulo 2.

O diagrama da Figura 30 ilustra o funcionamento do microscópio de varredura por força atômica:

Figura 30 – Esquema de funcionamento do microscópio de varredura por força, "Scanning Force Microscopy", o primeiro da linha "Atomic force Microscope".

O cantiléver e a agulha são os elementos sensores dos microscópios de varredura por força. A agulha, colocada no final do cantiléver, mapeia a amostra. O cantiléver mede a força de interação entre a amostra e a agulha. Para imagens de topografia normal, a agulha é colocada em contato contínuo ou intermitente com a amostra sendo varrida ou arrastada sobre a sua superfície. O cantiléver é usualmente constituído de uma ou mais hastes de silício ou nitreto de silício que tem comprimento de 100 a 500 micra e espessura de 0,5 a 5 micra.

O método de detecção que vem sendo utilizado, na maioria dos SFMs comerciais, é o da reflexão do feixe de laser. Este sistema mede o deslocamento do cantiléver por meio da incidência e reflexão de um feixe de laser na ponta livre do cantiléver.

Neste tipo de microscópio, as imagens são geradas por meio da medida das forças de atração ou repulsão entre a superfície da amostra e uma sonda ou

agulha bem fina que varre a amostra. Esta varredura é feita, por Intermédio de um sistema piezelétrico, com deslocamento, nas posições x, y e z com precisão de décimo de Angstron, o que se dá por meio da variação da tensão aplicada no mesmo.

O microscópio de força atômica pode ser utilizado para determinação dos parâmetros:

- Análise morfológica das microestruturas.
- Ângulo do contorno de grão.
- Profundidade do contorno de grão
- Espaçamento lamelar da fase perlítica.

As imagens obtidas com o microscópio de varredura por força – SFM são tratadas no software “Digital Instruments, Nanoscope Command” [106].

3.6 - Análise por micro-sonda eletrônica

Os testes foram realizados no microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo LEO 440. Estes testes tiveram por objetivo a obtenção de informações qualitativas e quantitativas sobre a microestrutura do material estudado, em pontos determinados. As amostras receberam tratamento metalográfico de polimento convencional, ataque com reagente Nital 2% e preparo para o teste no MEV de acordo com os procedimentos recomendados.

3.7 - Ensaio dilatométrico

Para obtenção das curvas dilatométricas, utilizou-se um dilatômetro de têmpera rápida ADAMEL LHOMARGY modelo DT 1000, composto basicamente de um corpo principal, equipamentos periféricos auxiliares e um microcomputador que, por meio de um programa específico, permite o controle de todas as funções desenvolvidas pelo sistema. Em local isolado, mas diretamente acima do suporte do corpo de prova, situa-se o sistema sensor do equipamento. Ele capta as variações lineares do material, através de uma haste de sílica que se apóia sobre o corpo de prova, captando, dessa forma, os movimentos de dilatação e contração. Essas variações são transmitidas ao núcleo de um transdutor diferencial de voltagem linear (LVDT), que transforma o deslocamento em sinais elétricos

contínuos e proporcionais. O monitoramento das variações de temperatura é feito por meio da soldagem ao corpo de prova de um termopar de cromel-alumel de 0,08 mm de diâmetro, com auxílio de um micro-soldador capacitivo.

A programação dos ciclos térmicos é feita por meio do programa DT 1000 instalado no computador, que permite o monitoramento de todas as funções associadas ao corpo principal e aos equipamentos periféricos.

Figura 31 - Equipamento e periféricos usados nos ensaios de dilatometria.

1) Dilatômetro Adamel Lhomargy modelo DT 1000; 2) Impressora; 3) Solda de termopar; 4) Microprocessador; 5) Forno; 6) Sensor indutivo de Deslocamento (Diferencial voltagem com transdutor linear).

3.7.1 - Preparação das amostras de dilatometria

As amostras de aço ABNT 1450 Nb foram usinadas na forma de tarugos cilíndricos. As dimensões do corpo de prova encontram na Figura 32.

Figura 32 - Esquema do corpo de prova para ensaio de dilatometria.

As pontas do tarugo foram lixadas para evitar rebarbas e em seguida o termopar cromel-alumel de 0,08mm de diâmetro foi soldado no centro do corpo de prova. Como auxílio do software DT1000, programou-se o ciclo térmico desejado.

3.8 - Ensaio de temperabilidade de aço Jominy

No ensaio de temperabilidade do aço ABNT 1450Nb seguiu-se a norma NBR 6339 (originalmente MB381) ^[99].

Para realizar o ensaio utilizou-se o seguinte equipamento:

- Forno de aquecimento, com dispositivo para suportar o corpo de prova.
- Suporte, com a forma e as dimensões indicadas na Figura 33, para resfriamento do corpo de prova.
- Canalização para água fria, com orifício final de vazão de 12 ± 1 mm de diâmetro.
- Registro de água com dispositivo para abertura rápida. Foi usado um diafragma que interrompe o fluxo de água e pode ser retirada rapidamente para dar início ao resfriamento.
- Recipiente para recolher a água utilizada no ensaio com capacidade para conter o suporte do corpo de prova e a canalização de água.

- f) Caixa para o abastecimento de água, colocada a uma altura que assegure a saída da água nas condições exigidas na execução do ensaio.
- g) Suporte do corpo de prova para medida da dureza. O dispositivo de deslocamento do suporte deverá produzir o movimento do corpo de prova ao longo do seu eixo e permitir sua fixação nos pontos estabelecidos para a medida da dureza.
- h) Máquina de dureza Rockwell.

3.8.1 - Forma do corpo de prova

O corpo de prova foi usinado na forma cilíndrica, com $\phi = 25$ mm e $L = 100$ mm, tendo um flange de suporte na extremidade superior, de $\phi = 32$ mm e $h = 3$ mm, conforme mostra a Figura 33.

Figura 33 — Disposição e dimensões do corpo de prova no ensaio Jominy.

O corpo de prova foi extraído por usinagem de uma barra laminada de 42 mm de diâmetro.

3.8.2 - Condições de ensaio

Utilizou a água do resfriamento com temperatura de 25 °C. O suporte do corpo de prova deve mantê-lo suspenso verticalmente pela flange, bem centrado em relação ao cano de água, também mantido em posição vertical.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

A revisão bibliográfica destaca que a adição de nióbio em aços com 0,2 a 0,8% C, forjados a 900°C aumenta ligeiramente a resistência-mecânica dos mesmos. Porém se após o forjamento estes aços fossem aquecidos a 1250°C, por um tempo suficientemente longo para que o nióbio entrasse em solução na austenita, o ganho na resistência mecânica seria apreciável. Por outro lado, esse aquecimento provoca um drástico crescimento do grão austenítico, reduzindo muito a tenacidade dos aços, principalmente os de maior teor de carbono.

Segundo a literatura estudada, para elevar a resistência dos aços bastaria aumentar seu teor de carbono, entretanto, essa solução trivial, altera importantes características do aço, como a soldabilidade, a tenacidade e a conformabilidade.

Neste raciocínio previa-se, pois a necessidade de reduzir custos sem afetar a qualidade final, eliminando-se o tratamento térmico posterior ao forjamento, pelo resfriamento controlado da temperatura, conseguindo uma microestrutura de perlita e ferrita. A eliminação desta etapa do processo acarretaria uma grande economia de energia gasta nos tratamentos térmicos.

Baseando-se nestas premissas foi sugerida a adição nióbio por questão de economia e estratégia, baseando se no fato do Brasil possuir as maiores reservas de nióbio do mundo.

Assim, a proposta para este trabalho seria aquecer os aços em diferentes temperaturas, para estudar a cinética de crescimento de grão. Após termos este grão definido do aço ABNT 1450 Nb, caracterizar todas as microestruturas do produto de decomposição da austenita e traçar o diagrama por resfriamento contínuo "CCT" do aço 1450Nb.

Após determinar a dureza RC para cada corpo de prova dos ensaios dilatométricos usados no traçado da curva CCT, correlacionar os dados com a dureza RC dos ensaios Jominy usados para determinar a profundidade de têmpera

do Aço ABNT 1450Nb e determinar uma Tabela de distância (em polegadas) versus velocidade de resfriamento para o aço em estudo.

Outro objetivo seria forjar um componente mecânico com o aço ABNT 1450 Nb e verificar a influência do nióbio na microestrutura formada e determinar o tamanho de grão em pontos diferentes da peça.

4.1 - Evolução do crescimento de grão durante o aquecimento

O Microscópio de estágio a quente foi utilizado no estudo da cinética de crescimento de grão. Com este equipamento foi possível acompanhar a evolução do crescimento de grão passo a passo durante o aquecimento.

Os ciclos térmicos empregados nos ensaios com o microscópio de estágio a quente "*Hot-Stage Microscopy*" foram:

A aquecimento a 0,5 °C/s e mantendo-se as amostras por 10 minutos na temperatura de 850 °C, 900 °C., 1100°C , 1150°C, 1200°C, 1280°C, 1300°C e e fazendo-se resfriamento a 5 °C/s.

Figura 34 – Sequência de fotomicrografias digitais mostrando a evolução do crescimento do grão austenítico do aço 1450 Nb, com temperatura: (a) 850 °C; (b) 900 °C.; (c) 1100°C ; (d) 1150°C; (e) 1200°C; (f) 1280°C; (g) 1300° C.

Nesta seqüência observou-se que a partir de 1100°C (microestrutura representada pela letra c) , o grão começa a crescer.

A Figura 35 ilustra o mecanismo de crescimento de grão que ocorre com o desaparecimento de velhos contornos de grão e o surgimento de novos contornos de grão durante o aquecimento.

Figura 35 - Surgimento de novos contornos de grão e desaparecimento dos contornos de grão da microestrutura original^[41].

Durante o aquecimento do aço ABNT 1450Nb, observou-se que a partir de 1280°C o grão se estabiliza. Se o aquecimento for mantido por um longo tempo ocorre a segregação dos precipitados de Nb(C,N), o que facilitaria o crescimento de grão austenítico . Na realidade, o que ocorre, é que nesta temperatura haverá uma pequena fração do nióbio total dissolvido na austenita, com o restante na forma de Nb(C,N).

A Figura 36 mostra a segregação dos carbonetos de nióbio após serem submetidas a um ciclo térmico de aquecimento de 0,5°C/s até 1300°C, mantendo-as nessa temperatura por 10 minutos e em seguida resfriadas a 100°C/s .

Os pontos brancos como indicado na Figura 36 representam os precipitados de Nb(C,N) ficou confirmado pela análise de microsonda eletrônica.

Figura 36 - Segregação dos carbonetos de nióbio do aço 1450Nb, após ser submetido à temperatura de 1300°C, no microscópio de estágio a quente. Media do tamanho de Grão ASTM 5,5.

A figura 37 apresenta o resultado da análise dos pontos brancos da figura 36, por microsonda eletrônica.

Figura 37 - Análise quantitativa dos precipitados Nb(C,N). SiLi Detector. Sistema de Resolução= 72 e.V.

Tabela 6- Porcentagens dos elementos nos pontos de segregação “Pontos brancos da figura 36”.

Elemento	%elemento	% atomica
SiK	0,51	1,43
TiK	2,17	3,56
CrK	0,39	0,59
MnK	3,38	4,84
FeK	18,25	25,74
NbK	75,30	63,83

Para determinar o tamanho máximo que o grão pode atingir durante o aquecimento uso-se os modelamentos matemáticos proposto por Mullins ^[47]. Após o ensaio no microscópio de estágio a quente, as amostras foram digitalizadas usando a técnica de microscopia por força atômica. O ângulo θ das "fenda térmica", como mostra a Figura (38), foi medido após a amostra ser aquecida a 1300°C, pelo software NanoScope ^[107] o resultado de aproximadamente 5°.

Figura 38 - Posição do ângulo θ medido, após os ensaios. Onde γ_{AB} é a tensão no contorno de grão. γ_A e γ_B são a tensões superficiais no contorno de grão.

A Figura 39 sumariza os resultados de medidas dos ângulos nos contornos de grão de dois pontos diferentes. Para um aquecimento da amostra a 1300°C o ângulo se encontra em torno de 4° que fica próximo do ângulo referente ao poliedro ortotetracaidecaedro.

Figura 39 - Medidas realizadas no microscópio eletrônico de força atômica. A amostra foi aquecida até 1300 °C. Ângulo θ médio 4°. O Tamanho de grão médio da amostra ASTM 5.

Com a amostra aquecida na temperatura de 1300°C por um tempo de 10

minutos, foi comprova-se que a relação de equilíbrio, $\frac{\gamma_{AB}}{\sin\gamma} = \frac{\gamma_A}{\sin\beta} = \frac{\gamma_B}{\sin\alpha}$,

entre as tensões superficiais e os ângulos diédricos pode realmente ser atingida.

Se as energias de superfícies (tensão superficial) são iguais em cada um dos três contornos que se encontram numa linha comum e se os contornos atingiram uma configuração de equilíbrio, os três contornos devem ser

aproximadamente iguais. A micrografia da Figura 40 sumariza os resultado de um ensaio na amostra aquecida a 1300°C por 10 minutos.

A forma espacial, segundo Kelvin^[44], corresponderia a um ortotetracaidecaedro que tem 14 faces, 24 vértices e 36 arestas.

Figura 40 - Microestrutura da amostra do aço ABNT 1450 Nb, aquecida a 1300°C por 10 minutos. As setas indicam os ângulos entre os diédricos.

A Figura 41 sumariza a topologia e análise do ângulo da fenda térmica submetida ao ciclo térmico de aquecimento de 0,5 °C/s , mantido a 1200°C e resfriada a 5°C/s.

Figura 41 - Topologia e análise do ângulo da fenda térmica da amostra submetida ao ciclo térmico de aquecimento a $0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, mantida a $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ e resfriada a $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$.

As Figuras 42 e 43 resumizam, respectivamente as topologias obtidas após os ensaios das amostras de aço 1450 Nb, submetidas ao ciclo térmico de aquecimento de $0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ até a temperatura de 1100°C mantendo como tempo de homogeneização de 10 minutos e resfriada a 5°C/s , obtidas com o microscópio de força atômica "MFA".

Figura 42 - Análise topológica do aço 1450 Nb. As cores ao lado indicam a elevação superficial da microestrutura. O nível zero é dado pela cor mais escura (preto) e o nível 1000 nm é dado pela cor (Branca), em uma escala de nível de cinza. $1\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$.

Figura 43 - Análise da amostra aquecida até a temperatura de 1100°C . (a) Este gráfico representa o relevo ao longo da linha da microestrutura ξ_1 a ξ_2 . (b) A seta na microestrutura indica a seção da fenda térmica analisada.

O ângulo θ analisado pelo software "Digital Instruments, Nanoscope Command" [106], e de aproximadamente 18° . Distância horizontal é à distância do ponto (P1) ao Ponto P2.

Na análise da cinética de crescimento de grão usando o microscópio de estágio a quente observou-se que durante todo ciclo térmico até a temperatura de 1100°C, o nióbio se mostrou efetivo no controle do tamanho de grão. O tamanho de grão analisado foi de aproximadamente de ASTM 8, a 1100°C.

Com o tamanho de grão definido para várias temperaturas de homogeneização, partiu-se para a construção do diagrama Transformação por resfriamento contínuo.

4.2 - Ensaaios dilatométricos

Nos ensaios dilatométricos as amostras do aço 1450 Nb na condição: "conforme recebido e mantidas nessa temperatura" foram aquecidas até uma temperatura de 1100 °C a uma velocidade de 0,5 °C/s, sendo estabilizado durante 10 minutos. Este ciclo térmico foi anteriormente analisado e caracterizado no microscópio de estágio. Mantendo-se nos ensaios dilatométricos este mesmo tipo de ciclo térmico na fase de aquecimento e estabilização como mostrado na Figura 44.

No entanto, as velocidades de resfriamento foram modificadas. Os ensaios abrangem uma faixa de 0,2°C/s e 100 °C/s. A transformação cinética por resfriamento contínuo pode ser prontamente descrita pelo chamado diagrama de transformação por resfriamento contínuo (curvas CCT) , que é construído através de uma série de curvas de resfriamento (temperatura em função do tempo) partir de um tamanho de grão previamente definido na temperatura de homogeneização. Para cada curva é definida a temperatura inicial e final para cada transformação de fase. Durante o resfriamento o material passa por várias transformações microestruturais. A Análise das microestruturas da amostra define o produto de transformação.

O diagrama de transformação por resfriamento contínuo reúne todas as informações necessárias para descrever a transformação cinética do resfriamento contínuo de um aço.

Cada tipo de liga tem o seu diagrama específico. É como se fosse um registro da liga. Através deste diagrama podemos prever quais os tipos de microestruturas a serem obtidas a partir de uma única liga conforme o resfriamento imposto.

Figura 44 - Gráfico da temperatura em função do tempo. Aquecimento de $0,5 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$; estabilização durante 10 minutos; resfriamento de $0,2 \text{ a } 100 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ até a temperatura ambiente.

Inicialmente, o aço 1450 Nb como recebido apresenta uma microestrutura como mostra a Figura 45.

Figura 45 - Microestrutura do aço 1450 Nb, como recebido, obtida utilizando a técnica de microscópica por força atômica (MFA). Observar-se uma colônia de perlita + Ferrita. A coluna ao lado mostra a variação de altura em nm relativa às fases presentes. Ataque químico com Nital 2%.

No primeiro ensaio figura 46, o resfriamento foi de $0,2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, obedecendo ao ciclo térmico de aquecimento a $0,5^{\circ}\text{C/s}$ e tempo de homogeneização de 10 minutos. A medida inicial do comprimento do corpo de prova foi de 12,2 mm.

A linha vermelha representa o traçado da curva do resfriamento em função da dilatação do aço ABNT 1450Nb na taxa de resfriamento de $0,2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$.

Na linha preta temos a derivada da dilatação em função da temperatura. A derivada da curva permite identificar com maior precisão o início e o fim da transformação de fase.

Figura 46 - Teste dilatométrico com resfriamento a $0,2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ (linha vermelha). A derivada da curva do resfriamento (linha preta) mostra o início (Ponto A) e o fim da transformação no (Ponto B).

Neste ensaio observa-se o início da transformação na temperatura de 790°C/s e o fim da transformação na temperatura de 630°C/s . A temperatura de 706°C/s indica o fim da formação da ferrita e o início da formação da perlita. A figura 47 mostra a microestrutura resultante do resfriamento a $0,2^{\circ}\text{C/s}$.

Figura 47 – Microestruturas obtidas por microscópio de força atômica após o resfriamento a 0,2 C°/s, caracterizada como microestrutura perlítica e ferrítica. A perlita é representada pela cor clara e a ferrita pela cor marrom escuro. Ataque químico com Nital 2%.

O nome perlita, segundo Chiaverini ^[75], é devido à “nuança” de cores da madrepérola que esse microconstituente freqüentemente apresenta ao microscópio. A melhor definição para a perlita é que ela não é uma fase, e sim uma mistura de duas fases, ferrita e cementita, que ocorre sob forma de lamelas paralelas. As propriedades mecânicas dos aços com estruturas perlíticas são, portanto, intermediárias entre as da ferrita e as da cementita.

Pickering ^[2] destaca que a importância de quantificar com precisão a microestrutura perlítica está no fato de que esta contribui significativamente para a resistência mecânica dos aços.

Os gráficos de dilatação em função do tempo e as microestruturas a seguir representam um sumário dos ensaios usados para compor o diagrama de

transformação por resfriamento contínuo. O software usado para armazenar e para traçar o gráfico foi o DT 1000.

Pode se usar o software Excel para traçar o gráfico de tempo em função da temperatura. O software Excel se mostrou mais versátil, pois permiti reunir todos os ensaios em um único diagrama.

No entanto os dados devem ser reorganizados conforme a seqüência. Abrir o arquivo (. MES) no Software Excel.

1º Passo.

Figura 48 - Selecionar o arquivo (.mes) do software Dt 1000. clicar delimitado em seguida avançar.

2º Passo

Figura 49 - Clicar tabulação e espaço em seguida avançar.

3º Passo

Figura 50 - Clicar formatação dos dados da coluna em seguida concluir.

Os dados de cada ensaio podem ser trabalhados usando as formulas conforme indicado na Tabelas 7.

Tabela 7 - Fórmulas para se obter a dilatação e a temperatura a partir do arquivo extensão (. Mes).

DADOS		Temp. (C)	Along (x - 03 mm)	dL/Lo	Tempo (s)
		Lo = 12mm			
A	B	C	D	F	G
FORMULAS		A/2	B/16	D/1000/Lo	
.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.
134	104	67	6,5	0,000528455	6
136	107	68	6,6875	0,000543699	9
139	110	69,5	6,875	0,000558943	12
141	114	70,5	7,125	0,000579268	15
144	117	72	7,3125	0,000594512	18
147	120	73,5	7,5	0,000609756	21

O tempo é programado para cada ensaio. No exemplo da Tabela acima a cada 3s (G tempo) o programa registra um dado A e B.

As Figuras 51 a 74, exemplificam os pontos críticos de início e fim da transformação de fase, bem como a microestrutura resultante após o resfriamento das amostras do aço ABNT 1450Nb usado para compor o diagrama.

Figura 51 - Teste dilatométrico com resfriamento a 0.5 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase (Tabela.8).

Figura 52 - Microestruturas obtidas após o resfriamento a 0,5 C/s. Microestrutura perlítica e ferrítica (MFA).

Figura 53 - Teste dilatométrico com resfriamento a 1.0 $^{\circ}\text{C/s}$. Gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 54 - Microestrutura do aço 1450 Nb resfriado a 1,0 $^{\circ}\text{C/s}$ (M.E.V).

Figura 55 - Teste dilatométrico com resfriamento a 2.5 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 56 - Microestrutura do aço 1450Nb com ensaio resfriamento de 2.5 °C/s.(M.E.V.). A partir do ensaio de 2,5 °C/s, começou a se observar os primeiros sinais da formação da microestrutura Bainita

Figura 57 - Teste dilatométrico com resfriamento a 5.0 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 58 - Microestrutura obtidas após o resfriamento a 5°C/s. Nesta taxa de resfriamento podemos notar a formação da microestrutura bainita (M.F.A.).

Figura 59 - Teste dilatométrico com resfriamento a 7.0 °C/. O gráfico mostra o início e o fim da mudança de fase. (Tabela.8).

Figura 60 - Microestrutura, obtidas após o resfriamento a 7°C/s. Observa-se a formação da microestrutura bainítica + Ferrita + perlita.

Figura 61 - Teste dilatométrico com resfriamento a 10 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 62 - Microestrutura de bainítica com presença de ferrita e perlita, (M.E.V.) após resfriamento a 10°C/s.

Figura 63 - Teste dilatométrico com resfriamento a 20°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 64 - Observa-se uma microestrutura tipicamente bainítica, após resfriamento a 20 °C/s (MFA).

Figura 65 - Teste dilatométrico com resfriamento a 30°C/s . O gráfico mostra os pontos críticos de início e fim das mudanças de fases. (Tabela.8).

Figura 66 - Microestrutura bainítica obtidas após o resfriamento a 30°C/s (MFA).

Figura 67 - Teste dilatométrico com resfriamento a 40°C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 68 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 40°C/s, (M.E.V.).

Figura 69 - Teste dilatométrico com resfriamento a 45°C/s . O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 70 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 45°C/s (M.F.A.).

Figura 71 - Teste dilatométrico com resfriamento a 70 $^{\circ}C/s$. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 72 - Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 70 $^{\circ}C/s$ (M.E.V).

Figura 73 - Teste dilatométrico com resfriamento a 100 °C/s. O gráfico mostra a derivada da curva do resfriamento com o início e o fim da transformação de fase. (Tabela.8).

Figura 74 — Microestrutura martensítica resultante do resfriamento a 100°C/s (MFA).

A Tabela 8 apresenta um sumário dos dados de início e fim das temperaturas de transformação de fase.

Tabela 8 – Os resultados dos ensaios dilatométricos de início e fim de cada transformação de fase.

Taxa de Resfriamento	Transformação de fases							
	Início	Fim	Início Perlita (Ti)	Fim	Início	Fim	Início	Fim
	Ferrita	Ferrita		Perlita	Bainita	Bainita	Martensita	Martensita
	(Ti)	(Tf)		(Tf)	(Ti)	(Tf)	(Ti)	(Tf)
0,2	790	706	706	620				
0,5	750	700	700	615				
1,0	746	690	690	599				
2,5	700	660	660	560				
5	680	645	645	500	500	310		
7	650	620	620	510	510	315		
10	630	625	625	540	540	340		
15			620	595	595	340	340	190
20					590	350	350	198
25					570	355	355	198
30					540	354	354	199
35					480	350	300	199
40							350	200
45							349	200
70							350	200
100							350	200

Ti – Temperatura inicial (°C)

Tf – Temperatura Final (°C)

Figura 75 - Diagrama CCT do aço estudado, ABNT 1450Nb, traçado por dilatometria. AC1= Linha de transformação da temperatura eutetóide; AC3→Linha de transformação, austenita→ ferrita+austenita ($\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$); B→Bainita, Microestrutura de carbeto de ferro dispersa na ferrita; F→Ferrita; P →Perlita; Ms → Início da Martensita;Mf→ Fim da Martensita.

— 1)	0,2 C/s
— 2)	0,5 C/s
— 3)	1,0 C/s
— 4)	2,5 C/s
— 5)	5,0 C/s
— 6)	7,0 C/s
— 7)	10 C/s
— 8)	15 C/s
— 9)	20 C/s
— 10)	25 C/s
— 11)	30 C/s
— 12)	35 C/s
— 13)	40 C/s
— 14)	45 C/s
— 15)	70 C/s
— 16)	100 C/s

Observa-se nas taxa de resfriamento entre 0,2 a 2,5 °C/s uma microestrutura com tamanho de grão ASTM 8 segundo a norma ASTM E 112^[102]. A partir da taxa de resfriamento de 2,5 °C/s começa a formar bainita. A partir de 40°C/s tem início a formação da estrutura típica martensítica.

Os resultados dos ensaios de dureza dos corpos de provas usados nos ensaios de dilatometria estão representados na Tabela 9.

Tabela 9 - Medida de dureza Rockwell RC realizada nos corpos de prova do aço 1450 Nb, após os ensaios dilatométricos.

Taxa de Resfriamento (°C/s)	Dureza (RC)
0,2	22
0,5	22
1,0	23
2,5	24
5,0	28
7,0	30
10	33
15	38
20	41
25	43
30	45
35	46
40	48
45	50
70	55
100	60

4.3 - Resultados do ensaio Jominy

Os corpos de prova foram austenitizados, antes do ensaio, nas temperaturas indicadas na Tabela 10 abaixo:

Tabela 10 - Ensaio de temperabilidade Jominy

	T _{austenitização}
Ensaio (1)	845 C°
Ensaio (2)	1100C°

O aquecimento durou 40 minutos e a permanência na temperatura de austenitização foi de 30 minutos. Após o aquecimento, o corpo de prova foi colocado no dispositivo de suspensão. Acionou-se, o dispositivo de abertura rápida da água e os corpos de prova foram resfriados até a temperatura ambiente. O tempo entre a retirada do corpo de prova do interior do forno e o início do resfriamento foi de aproximadamente 5 segundos. O tempo de aplicação do jato de água no corpo de prova foi de 10 minutos.

Nos corpos de prova Jominy após o seu resfriamento até temperatura ambiente, foram retificadas em todo seu comprimento duas superfícies paralelas

opostas, até a profundidade de 0,4mm a 0,8mm. Tomou-se cuidado para que não ocorressem mudanças da microestrutura provocadas pelo aquecimento produzido na retificação. Mediu-se a dureza, na superfície retificada, a partir da face de resfriamento do corpo de prova em intervalos de 1/16", conforme tabela 11 .

Para a medida da dureza usou-se dispositivo de fixação do corpo de prova que facilitou uma perfeita localização dos pontos em que foi feita a medida da dureza.

Tabela 11 - Medidas de dureza ao longo dos corpos de prova Jominy nas temperaturas de 845°C e 1100°C. e sua correlação com a taxa de resfriamento proposta por Askeland [100].

Taxa Resfriamento (°C/s)	Distância	Distância	845°C	1100°C
316	1/16	0,0625	59,2	60,4
110	2/16	0,125	58,1	59,7
50	3/16	0,1875	46,1	55,5
36	4/16	0,2500	33,2	44,7
28	5/16	0,3125	30,2	34,8
22	6/16	0,3750	29,4	30,9
17	7/16	0,4375	28,8	29,8
15	8/16	0,5000	28,1	29,7
	9/16	0,5625	27,7	29,5
10	10/16	0,6250	26,9	29,5
	11/16	0,6875	26,2	29,5
8	12/16	0,7500	25,7	29,4
	13/16	0,8125	25,1	29,8
	14/16	0,8750	24,4	29,4
	15/16	0,9375	23,9	29,3
5	1	1,0000	22,6	28,6
	18/16	1,1250	22,6	28,1
3	20/16	1,2500	21,8	27,6
	22/16	1,3750	20,9	26,8
2,8	24/16	1,5000	19,9	26,1
	26/16	1,6250	19,4	25,3
2,5	28/16	1,7500	18,7	23,8
	30/16	1,8750	17,9	23
	32/16	2,0000	17,4	20,9

Figura 76 - Resultado do teste Jominy. Observa-se o aumento da dureza no aço 1450 Nb, quando aquecido a 1100 °C e 845 °C.

Os resultados dos ensaios de temperabilidade Jominy com seus respectivos tamanhos de grãos austeníticos podem ser vistos na Figura 77.

Figura 77 – Microestruturas do aço ABNT 1450Nb após o ensaios Jominy, com austenitização de 30 minutos a 845 °C. A Figura (a) 1/16"; (b) 3/16"; (c) 5/16"; (d) 7/16"; (e) 9/16" ; (f) 12/16"; (g) 1"; (h) 20/16. A microestrutura (h) corresponde a dureza de 21,8 RC, equivalente a taxa de resfriamento de 3 °C/s , conforme a Tabela 3.

Figura 78 - Microestrutura do aço ABNT 1450Nb após o ensaio Jominy após a austenitização a 30 minutos a 1100°C. A Figura (a) 1/16"; (b) 3/16"; (c) 5/16"; (d) 7/16"; (e) 9/16"; (f) 12/16"; (g) 1"; (H) 20/16". A microestrutura (h) corresponde à dureza 27,3 RC, equivalente à taxa de resfriamento de aproximadamente 3 °C/s, conforme a Tabela 3.

Após caracterizar o tamanho de grão em várias temperaturas, traçar o diagrama de resfriamento contínuo e caracterizar as microestruturas do aço 1450Nb bem como sua dureza, usou-se o aço ABNT 1450Nb para fabricação de um componente mecânico "Biela". Este experimento foi realizado na empresa Sífco S/A .

4.4 - Forjamento de componentes mecânicos utilizando o aço 1450 Nb.

A crescente necessidade de reduzir custos sem afetar a qualidade do produto final, foi a premissa para os estudos e verificação, quanto à possibilidade de desenvolvimento do uso de aço ao carbono com adições de nióbio, porém, sem tratamento térmico de beneficiamento.

Passando pela operação denominada perlítico de forja, obtida pelo resfriamento controlado da temperatura de forjamento, conseguindo-se uma textura de perlita e ferrita, com o tamanho de grão de 5 a 8 ASTM.

O objetivo foi verificar na prática industrial se o aço ABNT 1450Nb, em estudo, poderia substituir os aços anteriormente utilizados que após o forjamento eram submetidos a tratamentos térmicos aumentando o custo do produto. Este produto após o forjamento ficaria submetido apenas a um resfriamento controlado em torno de 2,5 °C/s.

O lingote do aço ABNT 1450Nb foi aquecido na faixa de 1240°C a 1260°C num forno elétrico de indução e em seguida forjado na forma de biela.

O equipamento utilizado foi uma prensa 1315 (1000 ton). No processo de forjamento destes produtos foram seguidos os seguintes passos: laminar (quatro passes); esboçar; bloquear; final; rebarbar; e calibrar. A Figura 79 ilustra o tarugo e o produto final "Biela" após o forjamento.

Figura 79 - Mostra o lingote e as bielas após o forjamento.

Após o resfriamento das bielas, elas foram divididas em três regiões, como mostra a Figura 80. Foram realizadas observações microestruturais e medidas de tamanho de grão e porcentagem das fases formadas e também dureza.

Figura 80 - Regiões seccionadas para as medidas de dureza, tamanho de grão e microestrutura final. (A) Mancal; (B) alma; (C) pino.

As medidas de dureza e tamanho de grão de cada secção estão resentedo na tabela 12.

Não foram realizadas medidas de dureza na alma da biela, pois a área transversal desta região não permite a obtenção de leituras confiáveis.

Tabela 12 – Representa os resultados para 4 das 30 amostras obtidas pelo processo com resfriamento controlado onde se efetuaram as medidas de dureza, de tamanho de grão e de micrografia.

Amostra 1				
Região		Microestrutura		Tamanho de grão
		HRC		
A	Superfície	25	Perlita + 25% ferrita	6 - 5 ASTM
	Núcleo	22	Perlita + 25% ferrita	5 - 4 ASTM
B	Superfície	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
	Núcleo	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
C	Superfície	25	Perlita + 20% ferrita	6 - 5 ASTM
	Núcleo	25	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
Amostra 2				
A	Superfície	22	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
	Núcleo	22	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
B	Superfície	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
	Núcleo	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
B	Superfície	22	Perlita + 20% ferrita	6 - 5 ASTM
	Núcleo	27	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
Amostra 3				
A	Superfície	27	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
	Núcleo	27	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
B	Superfície	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
	Núcleo	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
C	Superfície	27	Perlita + 20% ferrita	6 - 5 ASTM
		26	Perlita + 20% ferrita	5 - 4 ASTM
Amostra 4				
A	Superfície	27	Perlita + 25% ferrita	6 - 5 ASTM
	Núcleo	27	Perlita + 25% ferrita	5 - 4 ASTM
B	Superfície	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
	Núcleo	-	Perlita + 25% ferrita	8 - 7 ASTM
C	Superfície	27	Perlita + 20% ferrita	6 - 5 ASTM
	Núcleo	25	Perlita + 20% ferrita	6 - 5 ASTM

Figura 81 - Microestrutura obtida nas regiões da biela. (a) Exemplifica a microestrutura na borda do mancal da biela. (b) Microestrutura no centro do mancal da biela. (c) Microestrutura na borda da alma da biela. (d) Microestrutura no centro da alma. (e) – Microestrutura na borda do pino da biela. (f) Microestrutura no centro da biela.

Como pode ser observada a região mais crítica da peça é a alma da biela. Por ser a região mais fina da peça, a alma é submetida a elevadas deformações e taxas de deformação durante o forjamento. No resfriamento esta região resfria-se mais rápido. Estas condições favorecem o refino de grão e a conseqüente transformação de fase. Desta forma, o controle de propriedade nesta região é primordial para o desenvolvimento e eficácia do processo.

As figuras a seguir mostram as microestruturas obtidas nas regiões Mancal, alma e pino da biela, obtidos pela técnica de microscopia por força atômica.

Figura 82 - Microestrutura do mancal da biela obtida por microscopia de força atômica.

Figura 83 - Microestrutura da alma da biela obtida por microscopia de força atômica.

Figura 84 - Microestrutura do pino da biela obtida por microscopia de força atômica.

5 - CONCLUSÕES

1. O uso da técnica de microscopia de estágio a quente, permitiu examinar (*in locus* e em tempo) a fenomenologia do processo de mudança microestrutural e averiguar experimentalmente os modelamentos matemáticos descritos pela literatura^{[39]; [40]; [48]}.
2. O ângulo crítico determinado a 1300 °C foi de aproximadamente de $\theta \approx 3^\circ$, e é concordante com os dados da literatura. Ao atingir este ângulo pode se observar a estagnação do tamanho de grão.
3. Tamanho de grão diferente obtém-se microestrutura diferente embora trabalhando com liga de mesma composição.
4. O diagrama CCT da figura 75 representa a própria síntese da tese, pois descreve completamente a transformação cinética por resfriamento contínuo, fornecendo informações que podem guiar as interpretações das microestruturas encontradas num projeto de uma peça usando o aço ABNT 1450Nb.
5. A velocidade de resfriamento de 5°C/s no componente forjado do protótipo escolhido (biela) resulta numa microestrutura perlita e ferrita desejada para o produto.
6. O ensaio Jominy mostrou-se eficiente para observar o efeito massa nas peças dos componentes forjados com este aço.
7. As regiões do pino e do mancal, apresentaram o tamanho de grão, entre 4 e 6 ASTM. No entanto, na alma da biela foi observado grão mais fino com valores variando entre 7 e 8 ASTM. Este refino de grão promove aumento das propriedades mecânicas nesta região, podendo ser prejudicial no rendimento deste componente.

6 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.

1. A rota experimental sugerida neste trabalho poderá ser repetida para os aços ABNT 4340; ABNT 300M.
2. Fazer o modelamento de velocidade de resfriamento por elementos finitos de peças forjadas com diferentes dimensões, utilizando o aço ABNT 1450Nb e correlacionar com o diagrama CCT aqui definido.
3. Utilizar o microscópio de estagio a quente para investigar as microestruturas de materiais utilizados na soldagem por difusão no estado sólido. Um importante efeito ainda desconhecido nestes processos especiais de junções e o estudo de estruturas globular (ortotetracaidecaedro), esta estruturas requer tamanho de grão bem definido, estabelecimento de contornos de altos ângulos (120°C) e estrutura com grão de baixo grau de aglomeração. Esta situação ocorre quando não há textura.

7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GLADMAN, T. Microalloyed Forging Steels, Solubility revisited – Microalloyed And Forging Steels. edited by C.J. Van Tyne, G. Krauss and D.K. Matlock. p.3-16. 1996.
- [2] PICKERING F.B. and GARBAZ, B. Strengthening in Pearlite formed from Thermomechanically Processed Austenite in Vanadium Steels and Implications for Toughness. Materials Science and Technology. v.5.pp. 227-237.1989.
- [3] Site da CBMM.
http://www.cbmm.com.br/portug/sources/niobium/f_niobi.htm
- [4] BORDIGNON, P.J.P., Development and Production of Microalloyed Steel in South America. - Microalloying'95 Conference Proceedings. p.165-181.Pittsburg, June. 1995.
- [5] MUSSCHENBORN, K-P., INLAU, L., MYER, U. and SCHRIEVER. U., Recent Development in Physical Metallurgy and Processing Technology of Microalloyed Flat Rolled Steels. Microalloying'95 Conference Proceedings.p. 35 –48. 1995.
- [6] HONEYCOMBE, R.W.K., The Precipitation of Alloy Carbides in Austenite and Ferrite. Scandinavian Journal of Metallurgy, v.8, p. 21-26. 1979.
- [7] BORDIGNON, P. J. P. – SEAI, Phil, p.1. ., Abril, 1986
- [8] Catálogo da Companhia Brasileira de mineração e Metalurgia, Araxá, MG, Brasil.
- [9] STARRAT, F.W. – J. of metals, p. 799. , Dec. 1958.
- [10] MORRISON, W.B. & WOODHEAD, J.H. – J.I.S.I., p. 43. Jan. 1963.
- [11] MORRISON, W. B. – J.I.S.I, p. 317. ., Apr. 1963.
- [12] MEI, P.R. Efeito do tratamento termomecânico na estrutura e propriedades dos aços com médio e alto teor de carbono microalloyado com nióbio. Universidade estadual de Campinas ; Julho de 1989.

- [13] MEI, P. R. Efeito da microestrutura na resistência mecânica de aços com médios e altos teores de carbono microligados com nióbio. Encontro de tecnologia e utilização dos aços nacionais. Aços microligados, Soldagem, Aços ferramentas e tecnologia, Seleção e desenvolvimento de produtos. In: 45º CONGRESSO ANUAL ABM. P 37-55.1990.
- [14] STUART, H – Niobium in perspective. In: Proc. Of the Int. Symposium, Niobium 81, San Francisco, California, The Metallurgical society of AIME, p. 1237, 1984.
- [15] PIAGGIO, A. –La metallurgia italiana, nº 4, p. 159, 1971.
- [16] GLADMAN, T. The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels The Institute of MaterialsThe University Press, Cambridge 1997.
- [17] FRODL, D. et alii – Härterei technische Mitterlurgen, vol. 29p. 169, 1974,.
- [18] STEINEN, A. VON DEN et alii – Stahl und Eisen, vol. 95 nº 6, Mar., p. 209; 1975.
- [19] BROWNRINGG, A. & BOELEN, R. – Phase Transformations, vol. 4, p. v-15, 1979.
- [20] MEI, P. R. et alii – Partição do nióbio entre a ferrita e a austenita. Anais do 41º Congresso Anual da ABM, São Paulo, SP, vol. 2, p.47, novembro de 1986.
- [21] SEN, S. et alii – Grain refinement during controlled forging of C-Mn-Nb microalloyed steel. In: Proc. Conf. High Strength Low Alloy Steels, Wollongong, Australia, Aug. 20-24, p. 304, 1984.
- [22] FÜGGE, J. at alii – Stahl und Eisen, vol. 99, nº 16, p. 841, 13 Aug. 1979.
- [23] KESTENBACH, H.J. & MARTINS, G.S. Met. Trans., vol. 15A, p. 1496, July 1984.
- [24] HANSEN; S. S. – Justification for the use of HSLA steels in various applications. In: Proc. Of Microalloying 88 Congress, 24-30, Chicago, USA, ASM, p. 31 ;Sep. 1988.
- [25] ALBIERO, W. – Metalurgia – ABM, vol. 37, nº 281, p. 192, Abril 1981.
- [26] BORDIGNON, P.J.P. – SEALSI, Phil, p. 1., Abril, 1986.
- [27] JONES, B.L. et alii – Microlloyed forging steels: A worldwide assessment. In: proc. Of Conf. HSLA Steels: Metallurgy and Applications, Beijing, China, ASM, p. 875, 4-8 Nov. 1985.
- [28] KORCHYNSKY, M. – M.E., p. 45; October 1986.
- [29] HELD, J. – Metal Progress, p. 17, Dec. 1985.
- [30] CLINE, R.S. et alii – J. of Metals, p. 26, May 1986.

- [31] JONES, B.L. et alii – Microlloyed forging steels: A worldwide assessment. In: proc. Of Conf. HSLA Steels: Metallurgy and Applications, Beijing, China, ASM, p. 875, 4-8 Nov. 1985.
- [32] NOLASCO, C.A. et alii – Metalurgia – ABM, vol. 33, nº 234, p. 257, Maio 1977.
- [33] NOLASCO, C. A. et alii – Metalurgia – ABM, vol. 34, nº 245, p. 241, Abr. 1978.
- [34] ALBIERO, W. – Metalurgia – ABM, vol. 37, nº 281, p. 192, Abril 1981.
- [35] SILVA, E. C; ROLLO, J. M. D. A.; Correlação entre os métodos tradicionais de qualificação de fases e o método que utiliza o sistema de análise de imagens em aço ao carbono comum. Trabalho dissertação de mestrado EESC - ESCOLA DE ENGENHARIA DE SAO CARLOS/ USP Data Defesa 03.10.1997.
- [36] TSCHIPTSCHIN A. P.; Blikstein ,P – Simulação computacional de crescimento de grão pelo método de Monte Carlo. 2º Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais – São Paulo 1997.
- [37] <http://www.pmt.usp.br/paulob/montecarlo/grao/default.htm>
- [38] BLIKSTEIN,P.; TSCHIPTSCHIN, A.P.; Monte Carlo simulation of grain growth . Proceedings of the IASTED International Conference Applied Modelling and Simulation August 12-14, Honolulu, Hawaii – USA, 1998.
- [39] RADHAKRISHMAN B.; ZACHARIA T. , Simulation of curvature-driven grain growth by using a modified Monte Carlo algorithm, Metall. And trans. A 26, 167.
- [40] MEHNERT K.; KLIMANEK P. Monte Carlo simulation of grain Growth in textured metals. Scripta Materialia, vol. 30, no. 699-7046 (1996).
- [41] LOZINSKII, M. G. High temperature metallography. Pergamon Press, New York. 1961.
- [42] PADILHA, A.F. ; SICILIANO, F. Ecruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e textura. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM . São Paulo. 1995.
- [43] Hill , R.E.R Physical Metallurgy Principles Second Edition Litton Educational Publishing . 1973.
- [44] KELVIN, L. On Homogeneous Division of Space Proc. Royal Society, 1-16; 1973.

- [45] BURKE, J.E.; TURNBULL D.; Recrystallization and grain growth. In: Progress in Metal Physics. Pergamon Press, vol. 3, 220-292, London, 1952.
- [46] MARSH, S.P.; PANDE,C.S. Modelling of coarsening and grain growth . Proceedings of a symposium sponsored by the physical Metallurgy Committee, held at the fall meeting of the minerals, metals materials society in chicago, Illinois, November 2- 5 ,1992.
- [47] MULLINS, W.W. The effect thermal grooving on grain boundary motion ACTA METALLURGICA, v. 6 JUNE 1958.
- [48] FROST, H. J.; THOMPSON, C. V.; WALTON; D.T. Simulation of thin film structures- I grain growth stagnation Acta metallurgica. mater. vol.38, No. 8, pp 1455-1462, 1990.
- [49] COLADAS, R. et alii. Austenite grain growth in medium and high carbon steels micro alloyed with niobium. Metal Science, 11(11): 509 -516.
- [50] PENALBA, F; DEANDRES, CG; CARSI, M; ZAPIRAIN, F. Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE. v.31 i14 p3847-3852 (6) July 15, 1996.
- [51] OBERHÖFFER, Metallographische Beobachtungen in tuftleren raum bei höheren temperaturen , Metallurgie ,6p. 554 ,1909.
- [52] FAZANO, C. A. T. V. A prática metalográfica. Editora Hemus, São Paulo. 1972.
- [53] BRAMFITT, B.L., BENSCOTER, A.O., KILPATRICK, J.R., AND MARDER, A.R., The Use of Hot-Stage Microscopy in the Study of Phase Transformations, Metallography-A Practical Tool for Correlating the Structure and Properties of Metals, ASTM STP 557, American society for testing and materials, p. 43-70, 1974.
- [54] KULMBERG, A., RUDOLFS, M., AND SWOBODA, K., Praktische Metallographie, Vol. 1, No. 1, pp. 19-24, 1964.
- [55] KULMBERG, A. AND BLOCH, R., Radex-Rundschau, Vols. 3 and 4, , pp. 699-704;1967.
- [56] MITSCHKE, R. AND JEGLITSCH, F., Haertereii.. Technische Mitteilungen, Vol. 15, pp. 201-218; 1961.
- [57] JEGLITSCH, F.,, Praktische Metallographie, Vol. 4, No. 2, pp. 53-64, 1967.
- [58] THORSEN, K.A., Praktische Metallographie, Vol. 4, No. 9, p. 443, 1967.

- [59] ESSER, H. AND CORNELIUS, H., Stahl and Eisen, Vol. 53, pp. 532-535, 1933.
- [60] ROGERS, B.A., Metals and Alloys, Vol. 2, pp. 9-12, 1931.
- [61] PFEIFFER, L., Zeitschrift fur Metallkunde, Vol. 48, pp. 171-175, 1957.
- [62] KULMBERG, A., Radex-Rundschau, Vols. 3 and 4, 1967, pp. 685-691.
- [63] JEGLITSCH, F., Radex-Rundschau, Vols. 3 and 4, pp. 691-694, 1967.
- [64] OKAMOTO, M., MIYAGANA, O., AND SAGA, T., Transactions, Japan Institute of Metals, Vol. 7, p. 217, 1966.
- [65] DICHTL, H.J. AND JEGLITSCH, F., Radex-Rundschau, Vols. 3 and 4, pp. 716-722. , 1967
- [66] MITSCHKE, R., GABLER, F., AND WURZ, W., Aluminum, Vol. 10, pp. 652-662, 1961.
- [67] SPEICH, G.R., Decomposition of Austenite by Diffusional Processes, Interscience, New York, p. 353, 1962.
- [68] SPEICH, G.R. AND COHEN, MORRIS, Transactions, American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, AIME, Vol. 218, pp. 1050-1059, 1960.
- [69] HERRMANN, P.S.P. et alii. Microscopia de Varredura por Força: Uma ferramenta Poderosa no Estudo de Polímeros, Polímero: Ciência e Tecnologia p.51-61- Out/dez -97.
- [70] BINNIG, G ; Rohrer,H; Gerber,Ch.; Weibel,E.Surfaces studies by scanning tunneling microscopy. Phys. Rev. Let., v49,n.1,p.57-61,(1982).
- [71] CASARIN, S.J.; ROLLO, J.M.D.A. Transformações de fases isotérmicas por dilatométrica do aço SAE 1070:curva TTT. EESC - Escola de Engenharia de São Carlos TESE DatDef 01.03.93.
- [72] ZHAO, J., NOTIS, M. R. Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformations kinetics of steels Materials science & engineering r-reports v.15 i.4-5 p.135-207 November 1995.
- [73] KANG, M. K. ; CHEN, D. M. ; YANG, S. P. ; HU, G. L. The time temperature – Transformation diagram within the medium temperature range in some alloy steels. Metallurgical transation A, V. 23A, N.3, P. 785-795- March, 1992.
- [74] Catálogo do equipamento Adamel Lhomargy, modelo DT 1000, Departamento de materiais São Carlos, USP, 4 paginas.
- [75] CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos 5 ed., São Paulo, ABM. (1984).

- [76] MARDER; A. R. ; BRANFITT, B. L. Effect of continuous cooling on the morphology and kinetics of pearlite. Metallurgical transaction A, v. 6A, n°11, p 2009- 2014 nov, 1975.
- [77] LANG. C.; MEYER, L. Pearlite transformation and properties of high carbon steels. In; Phase transformation 87 proceeding conference int. of metals p. 455-458.
- [78] PICKERING, F. B. (1978) Physical metallurgy and the design of steels. London, Applied Science.1978
- [79] STRAATMANN, J.A.; DOANE, D.V.; PARK, Y.J. Using CCT diagrams in the development of low-carbon high strength steels. Proceedings of on international symposium on processing, Microstructures and properties of HSLA Steels. 3-4, Nov. 1987. Ed. By A. J. deArdo. The minerals, metals of materials society. Pittsburgh, p. 287-303. 1988.
- [80] ZACKAY, V. F. ; AARONSON, H. I. Decomposition of austenite by diffusional processes , Interscience, New York, 1962.
- [81] MANOHAR, PA; CHANDRA, T; KILLMORE, CR Continuous cooling transformation behaviour of Microalloy steels containing Ti, Nb, Mn and Mo. ISIJ INTERNATIONAL. v.36 i12 p1486-1493 (8);1996.
- [82] SCHASTLIVTSEV, VM; MIRZAYEV, DA; KARZUNOV, SE; YAKOVLEVA, IL New concepts of bainitic and martensitic transformations in steels based on multistep gamma-alpha transformation (Review).ISIJ INTERNATIONAL. v.35 i8 p955-961 (7)1995.
- [83] ATKINS, M; Atlas of continuous cooling transformation diagrams of engineering steels Metals Park : ASM, 1980.
- [84] Atlas of time-temperature diagrams for irons and steels: /[Ed] George F Vander Voort. ASM INTERNATIONAL, US.1991.
- [85] PRADO, j.M.; CTALAN,J.J.; MARSAL, M. Dilatometric study of isothermal transformation in C-Mn steel. JOUNAL OF MATERIALS SCIENCE, n.25, p.1936-1946. 1990.
- [86] PENALBA, F; DE ANDRES, CG; CARSI, M; ZAPIRAIN, F Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels. Journal of materials science July 15, 1996 v.31 i14 p3847-3852 (6).
- [87] MEDINA,S.F. Determination of precipitation-time-temperature (PTT) diagrams for Nb, Ti or V micro-alloyed steels. Journal of materials science. March 15v.32 i6 p1487-1492 (6) , 1997.

- [88] JONES, S.J; BHADESHIA, HKDH Kinetics of the simultaneous decomposition of austenite into several transformation products. *Acta materialia* v.45 i7 p.2911-2920 (10) July 1997.
- [89] Phase Transformations, American Society for metals Park,OH, 1970
- [90] Symposium on International Conference on Bainite , *Metall. Trans.*, 21A, 767-893 and 1343-1547 (conf. Issues) (1990).
- [91] SHEPHERD, B. F. Inherent hardenability characteristics of tool steel. *Transactions. American Society for Steel treating*, 17(1): 90-110, 1930.
- [92] BURNS, J. L.; MOORE, T. L.; ARCHER, R. S. Quantitative hadenability. *Transactions of the American Society for Metals*, 26: 1-22, Mar. 1938.
- [93] JOMINY, W. E. & BOEGEHOLD, A.L. ; A hardenability test for carburizing steel. *Transactions of the American society for Metals*, 26:574-606, June, 1938.
- [94] JOMINY, W.E. Standardization of hardenability tests. *Metal Progress*, 40(6): 911-914, 1941.
- [95] WILLIAMS, Gordon T. Hardenability variations in alloy steels-some investigations with end –quench test. *Transactions of the American Society for Metals*, 28: 157-185, Mar. 1940.
- [96] BIRTALAN, John; HENLEY JR., R.G.; CHRISTENSON, A. L. Thermal reproducibility of the end –quench test. *Transactions of the American Society for Metals*, 46: 928-947, 1954.
- [97] POST, C. B.; GREENE; O. V.; FENSTERMACHER, W. H. Hardenability of shallow hardening steels. *Transactions of the american Society for Metals*, 30(4): 1202-1247,1942.
- [98] GRANGE, R. A. Estimating the hardenability of carbon steels. *Metallurgical transactions*, 4(10): 2231-2244,1973.
- [99] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA - ABNT - Determinação da temperabilidade - Jominy NBR6339 (orig.MB381);1989.
- [100] ASKELAND, D. R. The science and engineering of materials – University of Missouri –Rolla Third edition.1994.
- [101] Associação brasileira de normas técnicas Classificação por composição química de aços para construção mecânica NB82 1994.
- [102] American society for testing and materials E112/88 Standard test Methods for determining average grain Size. Philadelphia. (CD ROM) 1988.

- [103] American society for testing and materials E 1382 – 91 Standard Test Methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis. Published Abril 1991.
- [104] American society for testing and materials. E3/86. Standard methods of preparation of metallographic specimens Philadelphia. (CD ROM) 1986.
- [105] American society for testing and materials E407/70. *Standard methods for microetching Metals and Alloys, Metallography non-destructive testing.* In: Annual book of A.S.T.M. standards. Philadelphia. p. 280-305(1970)..
- [106] Digital instruments, nanoscope command Reference Manual, Santa Barbara – CA.]