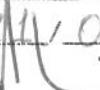


**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR ANTONIO FERNANDO
CAMBIUCCI E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 21/03/96.



ORIENTADOR

**Estudo da Laminação a Quente do Aço
Rápido ABNT M2**

020/96

Autor : Antônio Fernando Cambiucci
Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Mei

32

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**Estudo da Laminação a Quente do Aço
Rápido ABNT M2**

Autor : Antônio Fernando Cambiucci

Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Mei

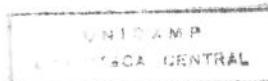
Curso: Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais

Dissertação de Mestrado apresentada à Comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 1996

S.P. - Brasil



9613082

UNIDADE	BC
N. CHAMADA	T/UNICAMP
	C-142e
V.	Ex
TOMO	28/28330
PROG.	667/96
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PRECO	R\$ 11,00
DATA	29/08/96
N° CPD	C/N.000.91534-2

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Cambiucci, Antônio Fernando
 C142e Estudo da laminação a quente do aço rápido ABNT
 M2 / Antônio Fernando Cambiucci --Campinas, SP.
 [s.n.], 1996.

Orientador: Paulo Roberto Mei.
 Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
 Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Laminação (Metalurgia). 2. Aço de alta resistência.
 3. Aço-ferramenta. 4. Materiais - Deformação. 5.
 Conformação dos metais. I. Mei, Paulo Roberto. II.
 Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
 Engenharia Mecânica. III. Título.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Dissertação de Mestrado

**Estudo da Laminação a Quente do Aço
Rápido ABNT M2**

Autor : Antônio Fernando Cambiucci

Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Mei

Prof. Dr. Paulo Roberto Mei, Presidente
Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP

Prof. Dr. Marco Antônio da Cunha
Aços Especiais Itabira - ACESITA

Prof. Dr. Sérgio Tonini Button
Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP

Campinas, 21 de Março de 1996

D e d i c a t ó r i a

Às minhas famílias Espiritual e Terrena...

“A dúvida desaparece assim que o Ser estabelece uma meta”.

Agradecimentos

A realização deste trabalho se deve, principalmente, à cooperação e incentivo de várias pessoas, às quais eu gostaria de manifestar meu respeito e afeto.

Agradeço ao Prof. Dr. Paulo Roberto Mei pelo apoio, críticas, sugestões e orientação a mim dedicados.

À empresa Aços Especiais Itabira S.A. - ACESITA, que através das pessoas dos Eng. Marco Antonio da Cunha e Eng. Nilton José Lucinda de Oliveira, nos forneceu apoio financeiro e técnico para a realização deste projeto.

Agradeço à Sra. Rita Helena Buso Jacon pela inestimável ajuda técnica e amizade. Rita é um ser humano cujo comportamento, caráter, persistência e valores são modelos para outros seres humanos que querem evoluir.

Ao amigo e pesquisador Luiz Galego Martinez do Departamento de Metalurgia do IPEN, não apenas pela realização dos ensaios de difração de raio-x, mas, principalmente pela colaboração desinteressada no esclarecimento de dúvidas, avaliação dos resultados e sugestões.

Ao Prof. Sérgio Tonini Button que muitas vezes compreendeu e esclareceu minhas dúvidas.

A todos no DEMA que, de alguma forma, contribuíram para que eu pudesse concluir este trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES pela bolsa concedida e à Fundação de Apoio ao Ensino e à Pesquisa - FAEP pela concessão do Auxílio-Ponte.

Aos meus Pais terrenos, pela oportunidade única, os quais fizeram com que eu aprendesse a perceber seus valores, seus conhecimentos, suas emoções e seus sentimentos.

**À Liana,
à Nayara e ao Yan,
pelo tanto que me ensinam neste momento.**

SUMÁRIO

Dedicatória.....	i
Agradecimentos.....	ii
Sumário.....	iv
Lista de Figuras.....	vii
Lista de Tabelas.....	ix
Resumo.....	x
Abstract.....	xi
1 Objetivos e Justificativas.....	1
1.1 Objetivos.....	1
1.2 Justificativas.....	1
Referências Bibliográficas.....	3
2 Revisão Bibliográfica - O aço rápido ABNT M2.....	4
2.1 Introdução.....	4
2.2 Histórico do M2.....	5
2.3 Composição das principais famílias.....	6
2.4 A microestrutura do M2.....	7
2.4.1 Os carbonetos no aço rápido M2.....	8
2.4.1.1 Composição dos carbonetos.....	9
2.4.2 Dureza.....	11
2.4.3 Estado recozido e estado temperado.....	12
2.4.4 Diagrama de fases e resfriamento.....	15
2.4.5 Heterogeneidade da microestrutura do M2.....	20
Referências Bibliográficas.....	23
3 Revisão Bibliográfica - Laminação a quente do aço ABNT M2.....	28
3.1 Introdução.....	28
3.2 Métodos para estudar a trabalhabilidade a quente.....	28

3.3	Tensão de escoamento na laminação.....	29
3.4	Velocidade de deformação.....	32
3.5	Fenômenos que ocorrem durante a deformação a quente.....	33
	Referências Bibliográficas.....	34
 4	 Procedimento experimental.....	 35
4.1	Introdução.....	35
4.1.1	Corpos de prova “A”.....	36
4.2	Preparação dos corpos de prova para laminação.....	37
4.2.1	Corpos de prova “B”.....	37
4.2.2	Corpos de prova “C”.....	38
4.3	Análises efetuadas.....	38
4.3.1	Medidas de dureza.....	39
4.3.2	Metalografia.....	40
4.3.2.1	Reagentes para metalografia.....	40
4.3.3	Análise com microssonda.....	41
4.3.4	Difração de Raio-X.....	41
4.3.5	Quantificação dos carbonetos.....	41
4.4	Ciclos experimentais.....	42
4.4.1	Introdução.....	42
4.4.2	Ciclo térmico de solubilização.....	43
4.4.3	Ciclos termo-mecânicos.....	44
4.4.3.1	Ciclo básico.....	44
4.4.3.2	Ciclo geral.....	46
	Referências Bibliográficas.....	48
 5	 Resultados e discussões.....	 49
5.1	Introdução.....	49
5.2	Material como recebido e ciclo térmico de solubilização Corpos de prova tipo “A”.....	50
5.3	Ciclo Básico - Corpos de prova tipo “C”.....	64
5.4	Ciclo geral.....	80

	Referências bibliográficas.....	83
6	Conclusões.....	84
	Sugestões para trabalhos futuros.....	86
	Anexo I.....	87
	Anexo II.....	93

Lista das figuras

Figura		Página
2.1	Espectro EDX característico para os carbonetos primários MC e M ₆ C.....	10
2.2	Dureza relativa das fases encontradas nos aços rápidos.....	11
2.3	Porcentagem volumétrica de carbonetos em função da temperatura.....	14
2.4	Diagrama de fases pseudo-binário para o aço rápido M2.....	15
2.5	Aspectos morfológicos da estrutura do M2 resfriado a 120 °C/min. a) 25 x b) 150 x c) 600 x.....	17
2.6	Aspectos morfológicos da estrutura do M2 resfriado a 6°C/min. a) 25 x b) 150 x c) 600 x.....	18
3.1	Relações geométricas na laminação.....	30
4.1	Corpos de prova tipo “A”. Dimensões em mm.....	36
4.2	Corpos de prova tipo “B”. Dimensões em mm.....	37
4.3	Corpos de prova tipo “C”. Dimensões em mm.....	38
4.4	Posição de retirada das amostras dos corpos de prova.....	39
4.5	Diagrama esquemático do ciclo térmico de solubilização.....	43
4.6	Diagrama esquemático do ciclo básico para corpos de prova do tipo “C”.....	45
4.7	Diagrama esquemático do ciclo geral.....	47
5.1	Dureza Vickers da amostra como recebida e das amostras solubilizadas.....	52
5.2	Microestrutura do material como recebido. Ataque: reativo “1”. Matriz ferrítica com carbonetos A=VC/V ₄ C ₃ , B=M ₆ C e Cr ₂₃ C ₆ /Cr ₇ C ₃ . Aumento 5600 x. MEV.....	53
5.3	Metalografias dos Corpos de Prova Solubilizados à 900, 1000, 1100 e 1200 °C e resfriados em água. MEV. Ataque: reativo “1”. Aumento: 5000 x.	54
5.4	Espectros EDX da microssonda, a) carbonetos escuros grandes - medido, b) carbonetos escuros grandes - literatura, c) carbonetos claros grandes - medido e d) carbonetos claros grandes - literatura.....	55
5.5	Espectro EDX da microssonda, relativo à matriz das amostras “como recebida” e “solubilizadas”.....	56
5.6	Efeito do teor de carbono nas temperaturas de início (M _I) e fim (M _F) da	

transformação austenita → martensita.....	59
5.7 Resultados da análise de quantificação dos carbonetos para a amostra como recozida, comparados com os dados da literatura.....	60
5.8 Ataques usados no Quantimet, a) ataque “2”, identifica todos os carbonetos, b) ataque “3”, identifica os carbonetos M_6C e c) ataque “4”, identifica os carbonetos VC/V_4C_3 . Os carbonetos $Cr_{23}C_6/Cr_7C_3$ são obtidos por diferença. Amostra como recebida. Aumento: 1000 x.....	61
5.9 Porcentagem volumétrica de carbonetos em função da temperatura das amostras “como recebida” e “solubilizadas”. Análises feitas através do Quantimet.....	63
5.10 Variação da temperatura de laminação versus deformação.....	66
5.11 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 900 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.....	67
5.12 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1000 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.....	68
5.13 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1100 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.....	69
5.14 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1180 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.....	70
5.15 Gráfico tensão de escoamento versus deformação para as quatro temperaturas de ensaio deste trabalho comparado com os resultados do ensaio de compressão para o aço T1.....	74
5.16 Fração volumétrica dos carbonetos nas amostras solubilizadas e nas laminadas.....	79
5.17 Gráfico das tensões de escoamento para as 3 laminações.....	81
5.18 Microestrutura do corpo de prova da laminação 3. Ataque “1”. Aumento: 2000 x.....	81

Lista das tabelas

Tabela	Página
II.1 Composição nominal dos aços rápidos. Quantidades em porcentagem em peso.....	6
II.2 Composição dos carbonetos primários em átomos porcento.....	9
II.3 Durezas de algumas fases do M2 no estado temperado e revenido.....	11
II.4 Composição das matrizes em função do tratamento térmico para alguns aços (porcentagem em peso).....	13
II.5 Composição da matriz martensítica antes do revenimento, em átomos porcento.....	13
IV.1 Composição química do aço M2 utilizado.....	35
V.1 Valores das medidas de dureza do material como recebido.....	51
V.2 Dureza dos corpos de prova após solubilização e resfriamento.....	51
V.3 Intensidade dos picos das fases na difração de raio-x.....	58
V.4 Ocorrência das fases nas distâncias interplanares para as amostras “como recebida”, solubilizadas a 900, 1000, 1100 e 1200 °C.....	59
V.5 Quantificação dos carbonetos. Amostras “como recebida” e “solubilizadas” ...	62
V.6 Dados obtidos dos ensaios de laminação para o ciclo básico.....	65
V.7 Ocorrência das fases para as amostras laminadas a 900, 1000, 1100 e 1180 °C.....	75
V.8 Intensidade dos picos das fases (complemento da tabela V.3), apenas para as amostras laminadas a 900 °C e deformadas a 10, 20, 30 e 40 %.....	77
V.9 Fração volumétrica dos carbonetos nas amostras laminadas.....	78

Resumo

CAMBIUCCI, Antônio Fernando, “*Estudo da Laminação a Quente do Aço Rápido ABNT M2*”. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica., 1996, p. 109 ,Tese (Mestrado).

Este trabalho estudou o comportamento do aço rápido M2 durante a laminação a quente. Para tanto foi efetuada a caracterização qualitativa e quantitativa dos carbonetos existentes antes e imediatamente após as deformações verdadeiras sofridas pelo material através da laminação a quente. Nesta caracterização foram empregadas técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura, difração de raio-X e metalografia quantitativa.

Também foram medidas as cargas de laminação correspondentes a cada ensaio e as tensões de escoamento foram calculadas usando o modelo de Sims. Foram, então determinadas as equações das curvas das tensões de escoamento versus deformação verdadeira para cada temperatura de ensaio, visando assim, facilitar o dimensionamento de equipamentos industriais e melhorar o desempenho do processo de laminação do aço rápido M2. Foram também correlacionados os aspectos dessas curvas com as microestruturas.

Cada amostra laminada foi examinada procurando-se correlacionar os fenômenos de encruamento e amolecimento (representados pela curva tensão de escoamento versus deformação verdadeira) com a microestrutura da mesma.

Palavras-chave

-Laminação (Metalurgia), Aço de alta resistência, Aço-ferramenta, Materiais-Deformação, Conformação dos metais.

Abstract

CAMBIUCCI, Antônio Fernando, “*Estudo da Laminacão a Quente do Aço Rápido ABNT M2*”. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica., 1996, p. 109, Thesis (Msc).

In this work, the behaviour of M2 high speed steel during hot rolling, was studied. Both qualitative and quantitative characterization was undertaken of the carbides present before and immediately after true strains suffered by the material due to hot rolling. For this characterization the techniques of optical and scanning electron microscopy, X-ray diffraction and quantitative metallography were used.

The loads corresponding to each test and the flow stresses were calculated using Sims model. Equations were derived from plots of flow stress versus true strain for each test temperature, with the aim of allowing projection of the dimensions of industrial equipment and to improve the design of the rolling of M2 high speed steel. The shapes of these curves were also correlated with the microstructure of the steel.

Each sample was examined to allow correlation of the hardening and softening phenomena (represented by the curves of flow stress versus true strain) with its microstructure.

Key words

Rolling (Metallurgy), High strength steel, Tool steel, Materials - strain, Metal forming.

Capítulo 1

Objetivos e Justificativas

1.1 - Objetivos

Este trabalho tem por objetivo verificar a trabalhabilidade a quente do aço rápido M2, a partir de uma barra laminada e recozida, através da realização de laminações em escala experimental. Deste modo serão avaliadas, principalmente, as variações das cargas das laminações em função da temperatura e da deformação aplicada por passe. A microestrutura, a morfologia e a distribuição dos carbonetos serão observadas e correlacionadas com as variáveis do processo de laminação.

1.2 - Justificativas

O uso crescente do aço rápido M2 vem se verificando já há algumas décadas em relação aos outros aços rápidos^[1,2]. O aço rápido M2 representa quase 90 % do mercado total de aços rápidos no Brasil, sendo que a produção de M2 está em torno de 2500 t/ano, das quais, 1000 t/ano são destinadas a fabricação de serras^A. Observa-se porém, que existem poucos trabalhos sistemáticos desenvolvidos para avaliação de suas características e de seu comportamento utilizando-se a laminação experimental a quente. O levantamento dessas características pode permitir comparações com outros métodos de ensaios e simulações, como por exemplo, torção a quente, tração a quente e compressão a quente, avaliando-se assim o grau de correspondência entre esses dados, bem como proporcionar ganhos reais econômicos quanto ao desenvolvimento de processos industriais e dimensionamento de equipamentos.

^A Guimarães, Adilson A.. Improve Consultoria. Comunicação pessoal verbal, 1994.

Esta dissertação é um dos "produtos" gerados pelo Convênio firmado entre a Aços Especiais Itabira S.A. - ACESITA e o Departamento de Engenharia de Materiais - DEMA da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP para o estudo, em escala experimental, das cargas envolvidas durante o processo de laminação Steckel do aço rápido M2. O interesse tecnológico é grande, pois abrange todo o mercado de chapas do aço rápido M2 para fabricação de serras. Os consumidores imediatos seriam os relaminadores e os fabricantes de serras.

Referências Bibliográficas

- 1 Unterweiser, P. M.; Boyer, H. E.; Kubbs, J. J.. Heat Treater's Guide. Standard Practices and Procedures for Steel. ASM, American Society for Metals. USA, Ohio, Metals Park. Oct.,1982, p. 376.
- 2 Roberts, G. A.; Hamaker, J. C.; Johnson, A. R.. Tool Steels. High Speed Steels, Chapter 12. Third Edition. ASM, American Society for Metals, Ohio, Metals Park, 1962, p. 593 - 729.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica - O aço rápido ABNT M2

2.1 - Introdução

O aço rápido M2 é, dentro do grupo de aços ferramentas ^B, o mais usado comercialmente devido principalmente à sua grande versatilidade em aplicações industriais.

Os aços rápidos são assim chamados pelo fato de atingirem altas velocidades de corte em condições que causariam falha prematura em outros tipos de aços ferramenta^[3,4]. Estes aços são importantes porque podem ser tratados termicamente para alcançar níveis de dureza muito elevados, da ordem de 65 a 70 HRC, e continuar mantendo a maior parte desta dureza mesmo quando a aresta de corte da ferramenta é aquecida ao rubro devido ao atrito com o material que está sendo cortado^[4].

A propriedade dureza ao rubro (red hardness) é que dá ao aço rápido a habilidade de continuar cortando a despeito da alta temperatura gerada pelo atrito. Essa dureza é medida à temperatura ambiente após exposição à temperatura elevada. É a característica do aço tratado termicamente de resistir ao amolecimento, quando exposto à temperaturas de até cerca de 510 °C^[3].

^B Um aço ferramenta é qualquer aço usado para fabricar ferramentas de corte, ferramentas para dar formas ou modificá-las ou ainda para dar forma a um material que faz parte de um componente utilizado em uma aplicação específica^[5].

2.2 - Histórico do M2

Os primeiros aços ferramentas eram simplesmente aços carbono^[5].

Historicamente, os aços rápidos nunca foram inventados e, sim, desenvolvidos a partir de ligas endurecíveis ao ar, sempre de forma empírica, disponíveis na segunda metade do século XIX^[3], mais precisamente a partir de 1868^[4,5].

Por volta de 1900, John A. Mathews patenteou a adição de vanádio desenvolvendo o T1 (18 % W; 4 % Cr; 1 % V). Em 1912 apareceram os aços super rápidos com alto teor de vanádio e cobalto.

Após a segunda guerra, o molibdênio surgiu como um novo elemento, porém era mais caro que o tungstênio e os aços com molibdênio apresentavam dificuldades no tratamento térmico devido à descarbonetação. Com a melhoria das instalações de tratamento térmico, através do desenvolvimento de processos com refino a vácuo, refino através de escória eletrocondutora e outros e a redução do preço do molibdênio em relação ao tungstênio, o desenvolvimento dos aços rápidos teve grande impulso. Walter Breeler, da Allegheny Ludlum, desenvolveu o aço rápido M2, que é, atualmente, o mais produzido dentre todos os tipos de aços rápidos existentes^[3].

Segundo o teor de seus elementos constituintes, a especificação brasileira ABNT NBR 6189-82 divide os aços rápidos em três grupos: a) os que são indicados pela letra T, onde o tungstênio é o principal elemento de liga; b) os que são indicados pela letra M, mostrando que o molibdênio é o elemento de liga principal; e c) aqueles aços mais altamente ligados, indicados pela letra R os quais são capazes de atingir usualmente altos níveis de durezas^[6].

Os aços rápidos do grupo M e do grupo T são similares em desempenho; a principal vantagem dos aços do grupo M é o custo menor (cerca de 40% menor que os similares do grupo T). Esta diferença em custo resulta do fato de que o peso atômico do molibdênio (42) é, aproximadamente, a metade do peso atômico do tungstênio (74). Tomando

como base a porcentagem em peso, aproximadamente apenas a metade do peso do tungstênio é necessária, quando se usa molibdênio para se manter a mesma razão atômica^[5,2].

2.3 Composição das principais famílias

As principais famílias de aços rápidos estão descritas na tabela II.1.

Tabela II.1 Composição nominal dos aços rápidos. Quantidades em porcentagem em peso^[6].

designação	C		W		Mo		Cr		V		Co	
	mín.	máx.	mín.	máx.								
AÇOS RÁPIDOS AO MOLIBDÊNIO												
M1	0,78	0,84	1,40	2,10	8,20	9,20	3,50	4,00	1,00	1,30	0	0
M2 médio C	0,78	0,88	5,50	6,75	4,50	5,50	3,75	4,50	1,75	2,20	0	0
M2 alto C	0,95	1,05	5,50	6,75	4,50	5,50	3,75	4,50	1,75	2,20	0	0
M3 classe 1	1,00	1,10	5,00	6,75	4,75	6,50	3,75	4,50	2,25	2,75	0	0
M3 classe 2	1,15	1,25	5,00	6,75	4,75	6,50	3,75	4,50	2,75	3,25	0	0
M4	1,25	1,40	5,25	6,50	4,25	5,50	3,75	4,75	3,75	4,50	0	0
M7	0,98	1,05	1,40	2,10	8,40	9,10	3,50	4,00	1,75	2,25	0	0
M10 médio C	0,84	0,94	0	0	7,75	8,50	3,75	4,50	1,80	2,20	0	0
M10 alto C	0,95	1,05	0	0	7,75	8,50	3,75	4,50	1,80	2,20	0	0
M35	0,80	0,90	5,50	6,50	4,50	5,50	3,75	4,50	1,75	2,25	7,75	8,75
M43	1,15	1,25	2,25	3,00	7,50	8,50	3,50	4,25	1,50	1,75	7,75	8,75
AÇOS RÁPIDOS AO TUNGSTÊNIO												
T1	0,65	0,80	17,25	18,75	0	0	3,75	4,50	0,90	1,30	0	0
T5	0,75	0,85	17,50	19,00	0,50	1,25	3,75	5,00	1,80	2,40	7,00	9,50
T8	0,75	0,85	13,25	14,75	0,40	1,00	3,75	5,00	1,80	2,40	4,25	4,75
T15	1,50	1,60	12,00	13,00	0	1,00	3,75	5,00	4,50	5,25	4,75	5,25
OUTROS AÇOS RÁPIDOS												
R1	1,20	1,35	9,75	11,25	3,30	4,00	3,75	5,00	3,00	3,50	10,00	11,25

2.4 - A Microestrutura do M2

A característica básica da microestrutura de qualquer aço rápido, e também do aço rápido M2, é a presença de grande quantidade de carbonetos primários^C e secundários^D[7,8], os quais são essenciais para a resistência ao desgaste. Assim, justifica-se o uso de altos teores de elementos de liga nas composições comerciais destes aços por serem eles, em sua maioria, fortes formadores de carbonetos. Em geral, os efeitos destes elementos manifestam-se na quantidade, na natureza e no tamanho dos carbonetos formados.^[7]

Após os tratamentos térmicos (têmpera e revenimento), que proporcionam ao aço rápido M2 suas características finais de uso, a microestrutura é formada pela presença de 7 a 13% em volume de carbonetos complexos e por uma matriz de martensita revenida. De modo geral o aço rápido no estado recozido possui cerca de 25 a 30% de carbonetos em volume^[9, 10].

Estes carbonetos constituídos principalmente pelos tipos MC e M₆C, após têmpera e revenimento, (onde M representa os constituintes metálicos), têm a função de promover a proteção da matriz contra o desgaste abrasivo e de fixar o contorno de grão austenítico, impedindo o crescimento de grão durante os tratamentos térmicos^[7].

^C São chamados de carbonetos primários aqueles que precipitam a partir do líquido durante a solidificação, incluindo os que precipitam antes e durante a reação eutética.

^D Carbonetos secundários são aqueles que precipitam por reações no estado sólido, a partir da austenita ou da martensita, durante o recozimento^[7] ou no aquecimento devido ao trabalho a quente^[8].

2.4.1 - Os Carbonetos no Aço Rápido M2

Normalmente os carbonetos são designados M_xC_y , onde M representa os átomos metálicos (tungstênio, molibdênio, cromo, vanádio e ferro) e C os átomos de carbono.

Os carbonetos mais importantes que podem ocorrer nos aços rápidos M2 são os seguintes:

M_6C São carbonetos complexos de estrutura cúbica de face centrada, extremamente resistentes à abrasão, ricos em tungstênio e/ou molibdênio. Sua composição está compreendida entre Fe_4M_2C e Fe_3M_3C ^[11], onde M representa os átomos de tungstênio e/ou molibdênio, podendo ter ainda em solução sólida em seu reticulado átomos de cromo, vanádio e cobalto ^[12].

$M_{23}C_6$ e M_7C_3 São carbonetos ricos em cromo do tipo $Cr_{23}C_6$ e Cr_7C_3 ^[13], com estrutura cúbica de face centrada ^[14]. Alguns átomos de cromo podem ser substituídos por átomos de ferro. Tungstênio e molibdênio são citados como estabilizadores desta substituição ^[15,16,17].

M_2C São carbonetos ricos em molibdênio e/ou tungstênio do tipo $(Mo, W)_2C$, com estrutura hexagonal compacta ^[18,14]. Apresentam também em sua estrutura átomos de vanádio, cromo, ferro e tungstênio ^[19]. Ocorrem principalmente na estrutura bruta de fusão e são instáveis. No material deformado, os carbonetos M_2C só ocorrem em pequenas quantidades e em alguns aços particulares, como, por exemplo o ABNT M7 ^[19] e o AISI M50 ^[18]. Assim, pode ocorrer, durante o processamento a quente, uma decomposição dos carbonetos M_2C do eutético em M_6C e MC . A presença de silício ^[20,21] e de nitrogênio ^[20,19] estabiliza o M_6C e o MC às custas do M_2C .

MC e M_4C_3 São carbonetos ricos em vanádio, com estrutura cúbica de face centrada, resistentes à dissolução e com composição entre V_4C_3 e VC ^[10]. Ao contrário dos carbonetos M_6C , praticamente não dissolvem ferro e cobalto, embora dissolvam molibdênio e tungstênio ^[12].

Dependendo da composição química e do tratamento térmico, outras fases são possíveis. Por exemplo, as fases intermetálicas e os carbonitretos^[19].

2.4.1.1 - Composição dos Carbonetos

A composição química dos carbonetos existentes nos aços rápidos pode variar conforme o teor dos elementos de liga no aço. A tabela II.2 mostra a composição dos principais carbonetos segundo alguns pesquisadores:

Tabela II.2 Composição dos carbonetos primários em átomo porcento.

Carboneto	Fe	C	W	Mo	Cr	V	Co
M₆C	47,7 ⁽¹⁾	bal.	16,3 ⁽¹⁾	20,8 ⁽¹⁾	5,1 ⁽¹⁾	5,4 ⁽¹⁾	0
	40,7 ⁽²⁾⁽³⁾	bal.	14,5 ⁽²⁾⁽³⁾	23,1 ⁽²⁾⁽³⁾	5,6 ⁽²⁾⁽³⁾	4,7 ⁽²⁾⁽³⁾	7,5 ⁽²⁾⁽³⁾
MC	7,4 ⁽¹⁾	bal.	6,6 ⁽¹⁾	11,9 ⁽¹⁾	6,4 ⁽¹⁾	67,7 ⁽¹⁾	0
	4,2 ⁽²⁾	bal.	8,8 ⁽²⁾	19,4 ⁽²⁾	7,6 ⁽²⁾	59,3 ⁽²⁾	0,7 ⁽²⁾
	2,8 ⁽³⁾	bal.	8,7 ⁽³⁾	19,0 ⁽³⁾	7,7 ⁽³⁾	61,6 ⁽³⁾	0,2 ⁽³⁾

Obs: ⁽¹⁾ - referência^[22] - aço M2.
⁽²⁾ - referência^[23] - aço ASP 60^E.
⁽³⁾ - referência^[22] - aço ASP 60^E.

E

ASP 60	C	Fe	W	Mo	Cr	V	Co	Si	Mn
peso %	2,26	62,4	6,7	7,0	4,2	6,4	10,3	0,41	0,30
át. %	10,4	61,6	2,0	4,0	4,5	6,9	9,7	0,81	0,30

Stiller^[23] nos mostra através da figura 2.1 o espectro EDX de uma análise feita por microssonda dos carbonetos primários MC e M₆C. Notam-se as diferenças dos teores dos diversos elementos que compõem os dois carbonetos, predominando vanádio no MC e molibdênio, tungstênio e ferro no M₆C.

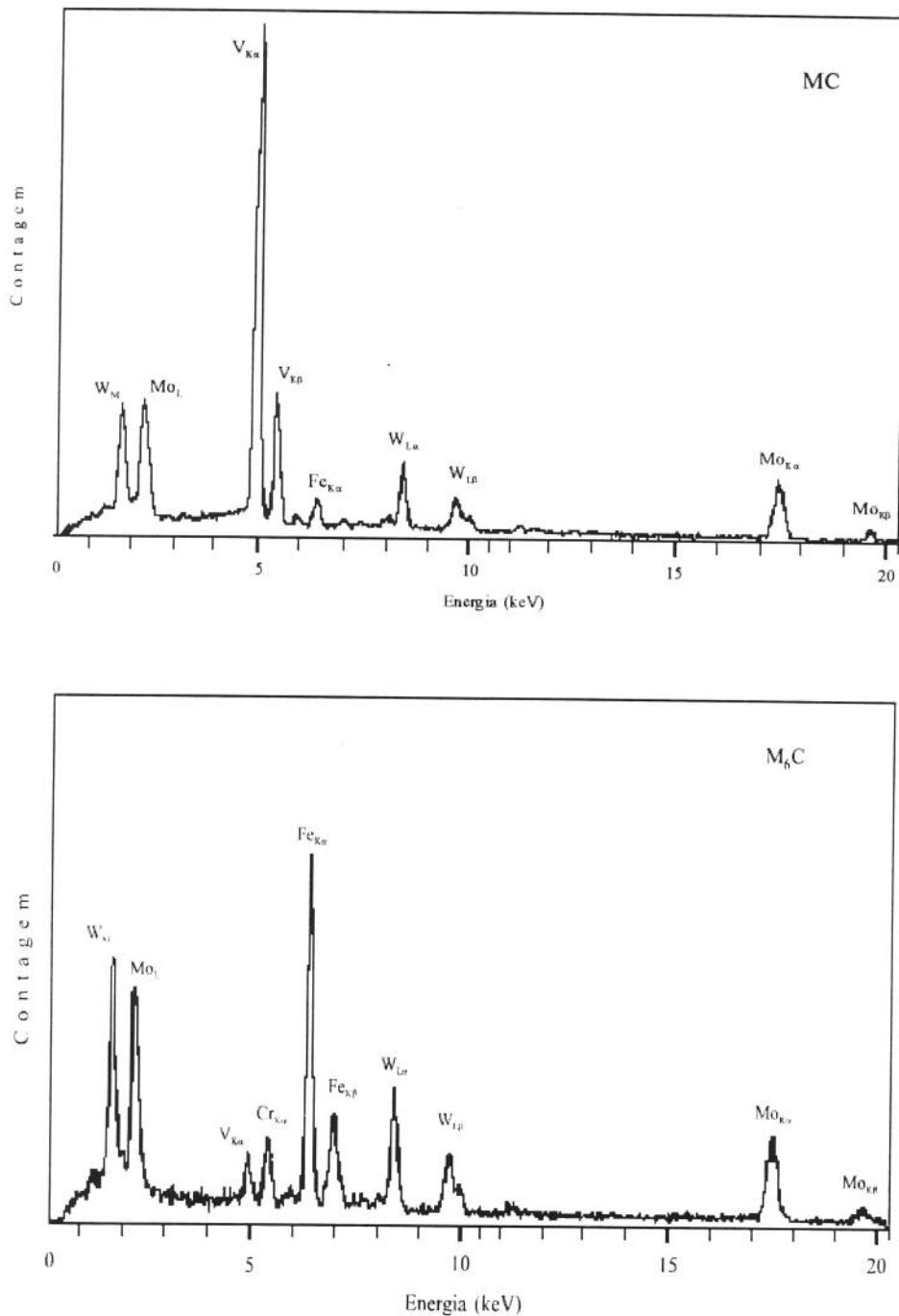


Figura 2.1 Espectro EDX característico para os carbonetos primários MC e M₆C^[23].

2.4.2 - Dureza

Leckie-Ewing^[24] verificou a microdureza de algumas fases existentes no M2, as quais são descritas a seguir na tabela II.3. A figura 2.2 apresenta as durezas relativas de algumas fases segundo Brandis e colaboradores^[25].

Tabela II. 3 Durezas de algumas fases do M2 no estado temperado e revenido^[24].

	HRC(eq.)	HV - 25g
Matriz	65 - 67	832 - 900
MC	83,5 - 85,0	2700 - 2990
M₆C	73,5 - 77,0	1495 - 1812

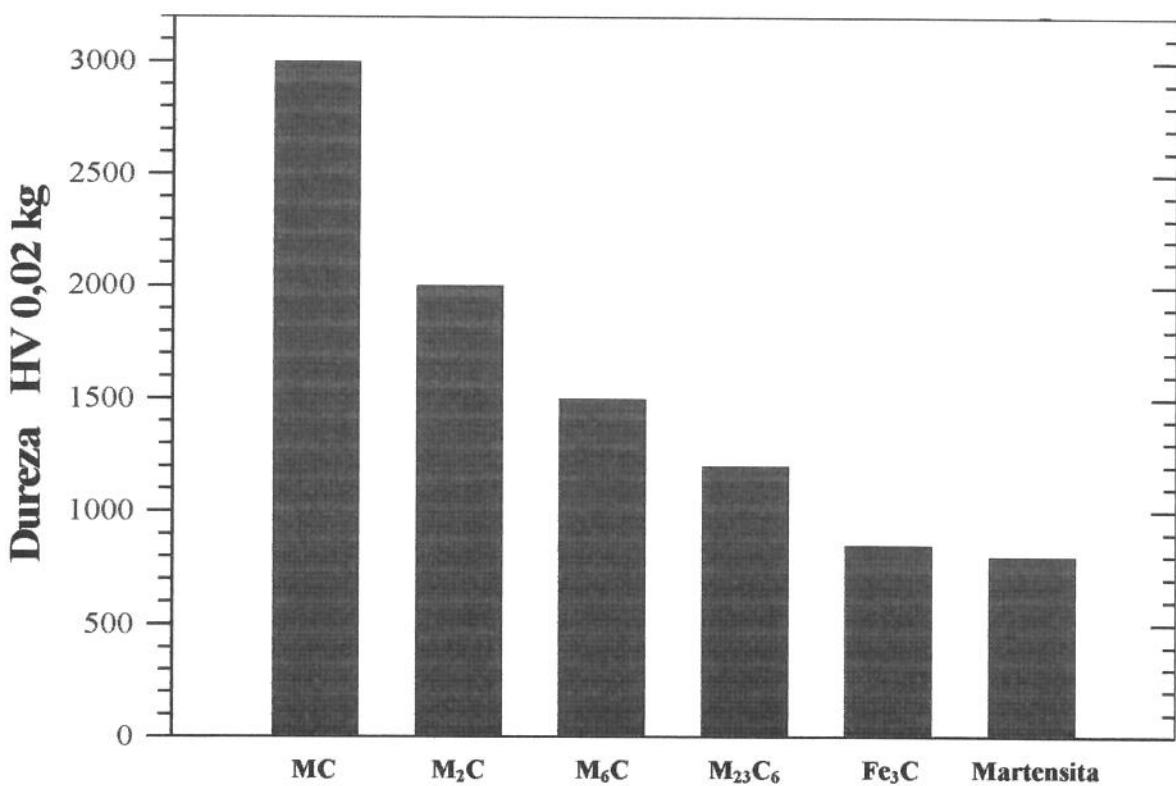


Figura 2.2 - Dureza relativa das fases encontradas nos aços rápidos^[25].

2.4.3 - Estado Recozido e Estado Temperado

O aço rápido M2 no estado recozido é constituído por, aproximadamente, 28 % em volume de carbonetos complexos do tipo MC, M₆C e M₂₃C₆ distribuídos numa matriz ferrítica. Após austenitização a 1220 °C e têmpera em óleo, apresenta cerca de 9 % em volume de carbonetos do tipo MC e M₆C em uma matriz martensítica^[10]. O carboneto do tipo M₂₃C₆ solubiliza-se a partir de 900 °C e se dissolve completamente na matriz acima de 1090 °C segundo Blickwede^[26], ou acima de 1150 °C, segundo Kayser e Cohen^[10].

Os teores em porcentagem volumétrica dos carbonetos existentes no estado recozido e no estado temperado, em função da temperatura de austenitização, para o M2, estão sintetizados na figura 2.3.

Diversos autores verificaram que, para vários aços rápidos, inclusive o M2, a composição química da matriz martensítica independe, dentro de uma certa faixa, do volume de carbonetos presentes. A tabela II.4^[10] mostra a composição das matrizes de alguns aços rápidos no estado recozido e no estado austenitizado a 1204 °C e temperado em óleo. Os teores dos elementos de liga variam entre 0,4 a 0,6 % C, 3,9 a 5,1 % Cr, 0,9 a 1,9 % V, 7,3 a 10,3 % W para os aços ao tungstênio e 5,4 a 6,7 % de tungstênio mais molibdênio para os aços ao molibdênio.

Apesar da grande variação na composição química nominal dos aços rápidos, as matrizes austeno-martensíticas têm quase a mesma composição como resultado da austenitização em temperaturas da ordem de 1200 °C. Esta similaridade na composição explica as características geralmente semelhantes de endurecimento e revenimento destes aços rápidos^[10]. Estes aços têm o mesmo tipo de reação de formação de carbonetos durante o revenimento, e esta reação de carbonetos geralmente está estreitamente relacionada ao endurecimento secundário e à dureza ao rubro destes aços^[27].

Kayser e Cohen^[10], a partir dessas constatações, formularam o conceito de aço-matriz (matrix steel), que são aços com composições idênticas às matrizes dos aços rápidos temperados, obtendo-se, desse modo, aços com a mesma resistência mecânica dos aços rápidos mas com dutilidade e tenacidade muito superior.

A tabela II.5 mostra a composição da matriz martensítica, em átomos porcento para o aço rápido M2 e o ASP 60 segundo Wang Rong^[22], Stiller^[23] e Fischmeister^[28].

Tabela II. 4 Composição das matrizes em função do tratamento térmico para alguns aços (porcentagem em peso)^[10].

aço	COMPOSIÇÃO DA MATRIZ							
		C	Fe	W	Mo	Cr	V	Co
T1	R	bal.	95,3	1,5	0,1	2,8	0,2	0
	T	0,5	85,3	8,6	0,2	4,4	1,0	0
T2	R	bal.	95,1	1,8	0,1	2,6	0,3	0
	T	0,5	85,3	8,0	0,2	4,3	1,7	0
T4	R	bal.	89,0	1,1	0,1	3,2	0,3	6,2
	T	0,4	79,5	8,3	0,5	1,7	1,1	5,6
T15	R	0,2	91,4	1,5	0,1	4,1	0,1	2,6
	T	0,4	81,2	7,3	0,2	5,1	1,4	4,3
M1	R	bal.	96,9	0,2	0,3	2,4	0,2	0
	T	0,6	89,1	0,9	4,7	3,8	0,9	0
M2	R	bal.	95,5	0,3	0,7	3,3	0,2	0
	T	0,5	89,0	2,0	3,0	1,6	1,0	0
M4	R	bal.	95,3	1,0	0,4	3,3	0	0
	T	0,5	86,1	3,5	3,2	4,7	1,9	0
M10	R	bal.	95,5	0	1,0	2,9	0,4	0
	T	0,5	88,8	0	5,4	4,2	1,1	0
T = temperado R = revenido								

Tabela II. 5 Composição da matriz martensítica antes do revenimento, em átomos porcento.

aço	C	Fe	W	Mo	Cr	V	Co	Si
1	2,9	Bal.	1,2	2,1	4,6	1,1	0	0
2	3,8	86,0	1,1	2,1	4,6	1,3	0	0,7
3	3,4	76,2	0,8	1,7	4,6	1,1	11,8	0
4	3,4	75,1	0,8	1,7	4,6	1,1	11,7	1,2

- Obs:
- aço 1 - referência^[28] - M2
 - aço 2 - referência^[22] - M2
 - aço 3 - referência^[23] - ASP 60
 - aço 4 - referência^[22] - ASP 60

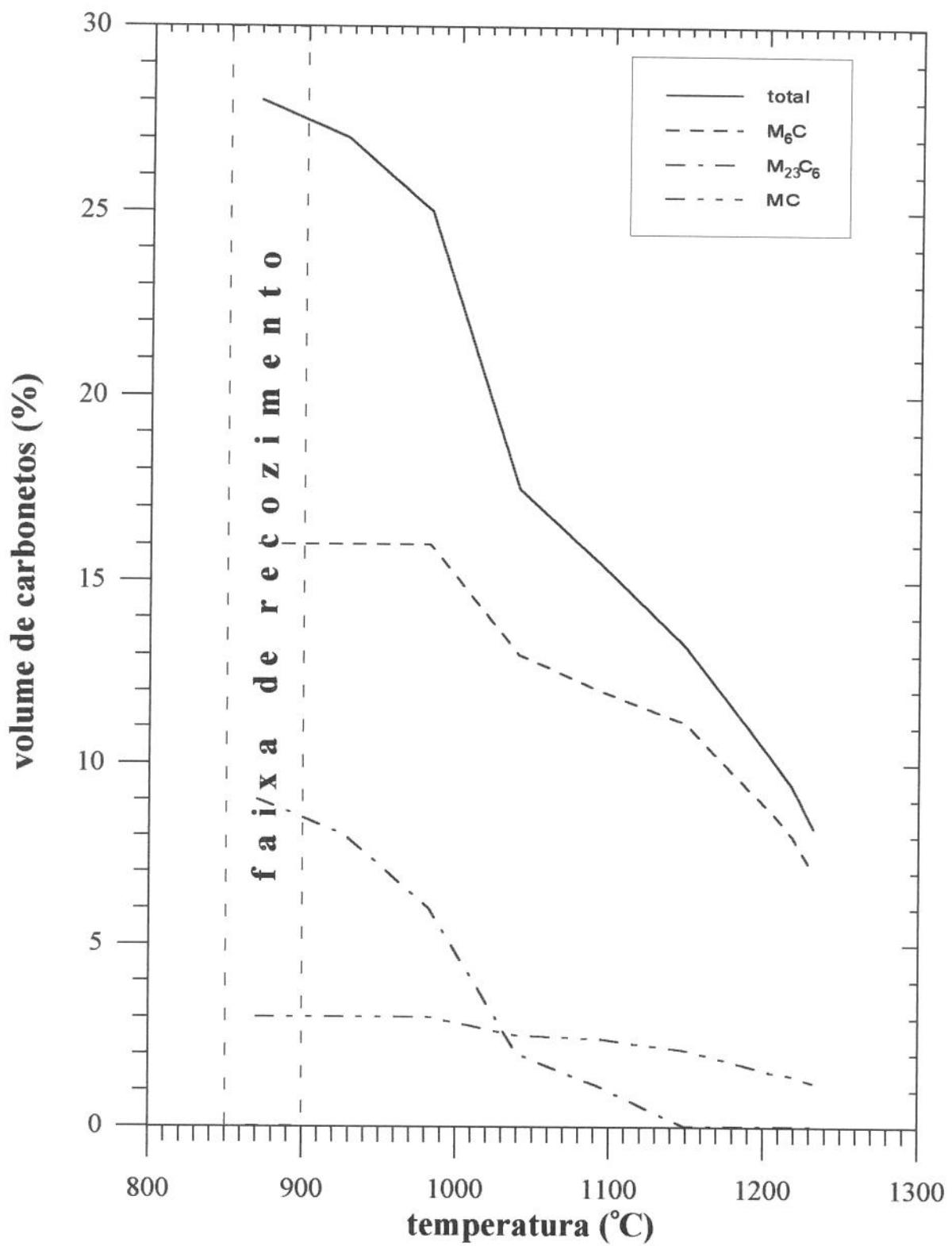


Figura 2.3 Porcentagem volumétrica de carbonetos em função da temperatura^[10].

2.4.4 - Diagrama de Fases e Resfriamento

A representação bidimensional do diagrama de fases do M2 é extremamente complexa, pois, mesmo não considerando os elementos químicos presentes em pequenas quantidades como o manganês, silício, fósforo e outros, o M2 forma um sistema com seis componentes principais, dificultando a interpretação da estrutura e a obtenção de diagramas que representem integralmente o sistema envolvido.

Para os aços rápidos ao molibdênio ou tungstênio-molibdênio é normalmente utilizado o diagrama obtido por Horn e Brandis^[29]. Ver figura 2.4.

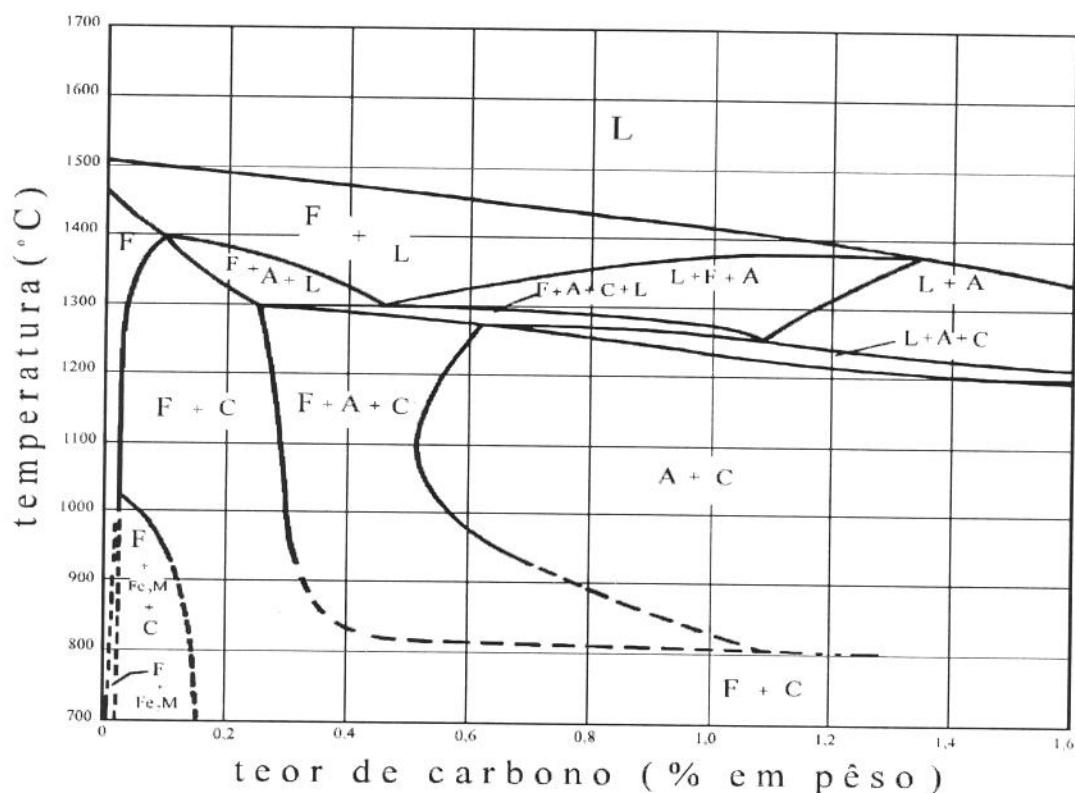
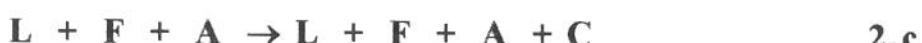


Figura 2.4 **Diagrama de fases pseudo-binário para o aço rápido M2** ^[29].

Se as condições de equilíbrio prevalecerem durante a solidificação, a sequência de transformações durante o resfriamento, para um aço com o teor de carbono entre 0,80 a 0,85 % em peso, deve ocorrer na seguinte ordem:



reação peritética $L + F \rightarrow A$



reação eutética $L \rightarrow A + C$



reação eutetóide $F \rightarrow A + C$



onde: L = líquido

A = austenita

F = ferrita

C = carbonetos.

A morfologia da estrutura e a ocorrência ou não da sequência de reações anteriormente descritas durante a solidificação do M2 depende da composição química e da taxa de resfriamento. Pode-se observar as diferenças morfológicas da estrutura através das figuras 2.5 e 2.6 para velocidades de resfriamento de 2,0 °C/s (120 °C/min.) e 0,1 °C/s (6 °C/min.) respectivamente, em aços austenitizados a 1155 °C^[30].

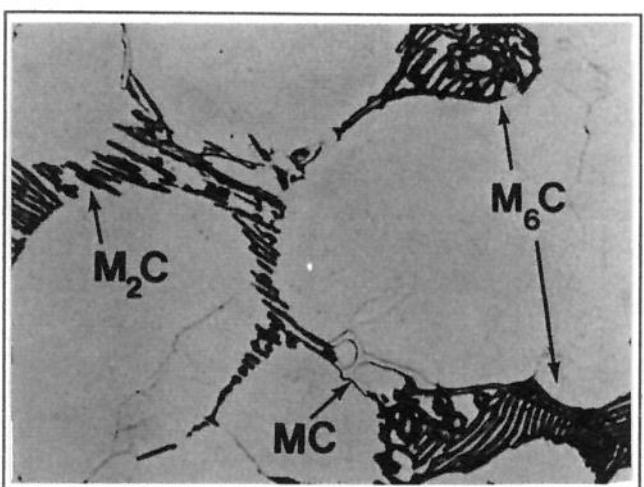
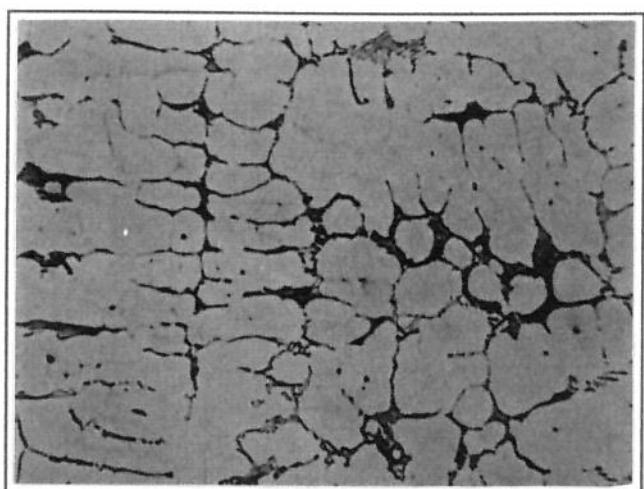
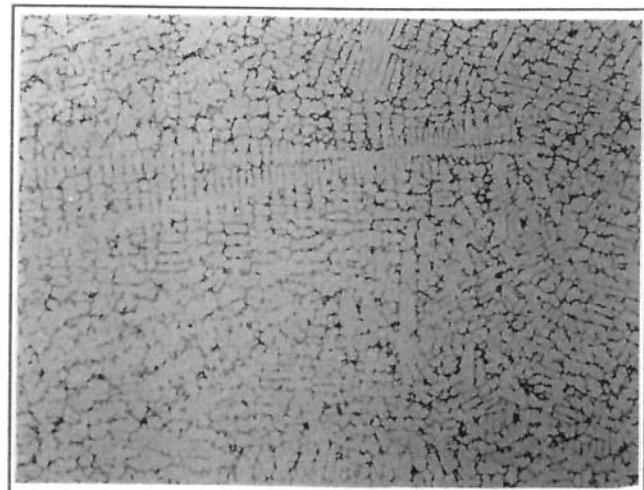


Figura 2.5 - Aspectos morfológicos da estrutura do M2 resfriado a 120 °C/min. a) 25 X b) 150 X c) 600 X

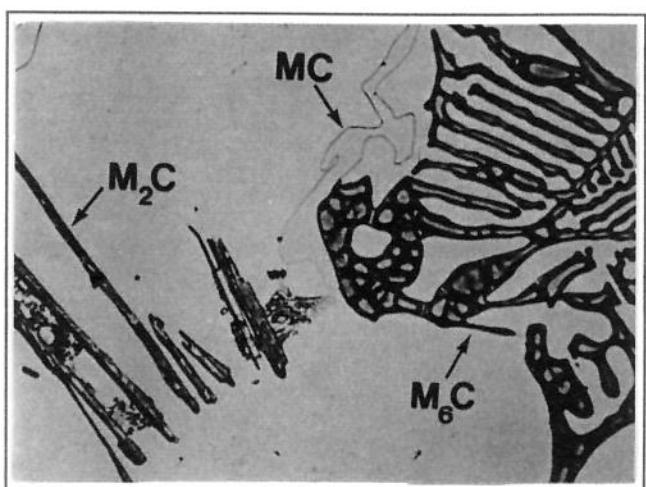
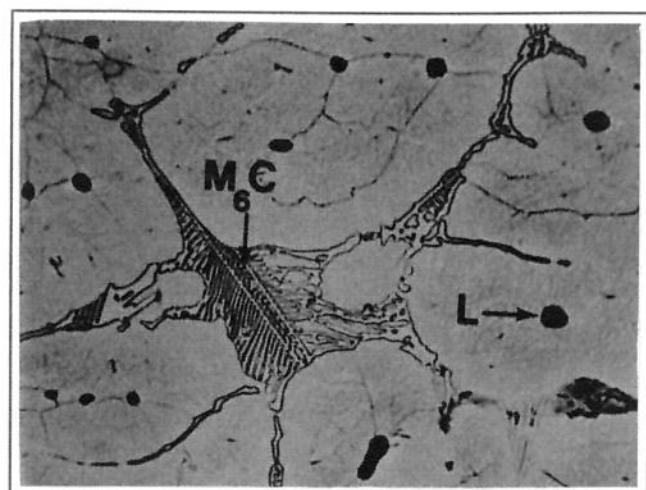
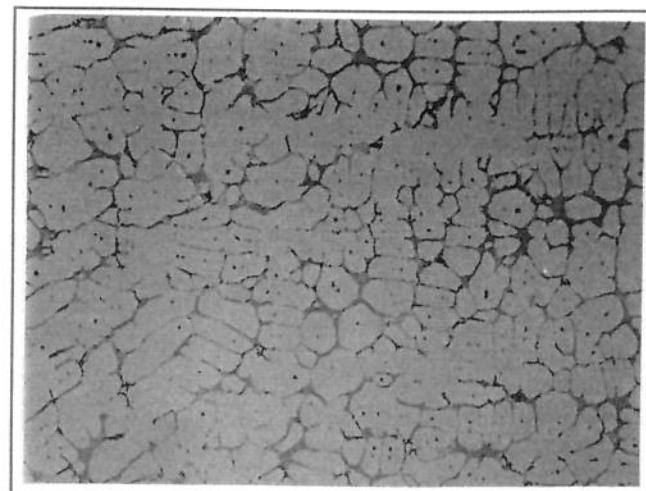


Figura 2.6 - Aspectos morfológicos da estrutura do M2 resfriado a 6 °C/min.a) 25X b) 150X c) 600X

A solidificação tem início com a formação da ferrita, que contém grande quantidade de tungstênio, molibdênio, vanádio e cromo. O carbono segraga para o líquido, formando austenita pela reação peritética (reação 2.b). A segregação do carbono torna-se menos pronunciada durante o resfriamento subsequente devido à maior solubilidade na austenita, aumentando ao mesmo tempo a segregação dos estabilizadores da ferrita.

A solidificação termina por uma reação eutética onde o líquido residual se decompõe em austenita e carbonetos^[31,32,33, 34].

Barkalow^[35] e Galda^[36] verificaram que a adição de carbono deprime as linhas liquidus e solidus e estreita o intervalo de temperatura entre a linha liquidus e a da reação peritética, de modo que acima de 1,39 % de carbono a solidificação se inicia pela formação direta da austenita.

A reação eutética é influenciada pela taxa de resfriamento e pelo teor de carbono. Segundo Fredriksson e Brising para um aço rápido M2 com teor de carbono na faixa de 0,89 % e taxa de resfriamento igual a 6 °C/min. o carboneto M₂C é o único a precipitar, porém para médias taxas de resfriamento (10 °C/min.) ou mais altas, o carboneto MC é o primeiro a se formar para qualquer teor de carbono. No entanto o MC forma uma estrutura eutética irregular com uma baixa fração volumétrica de austenita. Uma estrutura eutética regular se forma apenas com o aparecimento de M₂C ou M₆C em temperaturas 10 a 20 °C mais baixa daquela em que se formou o MC. Nas ligas completamente solidificadas o eutético M₂C ou M₆C predomina independentemente da taxa de resfriamento^[37].

O carboneto M₂C é metaestável em altas temperaturas e normalmente se decompõe em MC e M₆C durante o aquecimento e a laminação após o processo de solidificação. O processo de decomposição pode ser descrito pela seguinte reação:



Kuo^[32] verificou que, nas velocidades usuais de resfriamento (resfriamento ao ar), a reação peritética raramente se completa e a ferrita se decompõe, segundo uma reação eutetóide, em austenita e carbonetos. Estes carbonetos são normalmente do tipo M₆C^[37].

McLaughlin^[38] observou que a ferrita delta pode se decompor antes do término da solidificação e a austenita formada dissolve os carbonetos da reação eutetóide. Esses carbonetos são reprecipitados preferencialmente nos contornos de grãos.

Por meio de análise térmica e observações metalográficas, Barkalow^[35] detectou três principais reações durante a solidificação do M2 em condições de não equilíbrio:

- 1-) Líquido → Ferrita δ iniciando-se a 1435 °C,
- 2-) Líquido + Ferrita δ → Austenita (reação peritética) iniciando-se a 1330 °C e
- 3-) Líquido → Austenita + M₆C + MC (reação eutética) a 1240 °C.

Nas velocidades de resfriamento usuais da indústria (em lingoteiras), a reação peritética intermediária não se completa e a microestrutura resultante consiste de dendritas de austenita com núcleo de ferrita e contornadas por uma rede contínua de carbonetos eutéticos precipitados a partir do líquido interdendrítico segundo a reação 3 acima.

O aumento no teor de vanádio deprime a reação peritética, podendo suprimir por completo a reação eutética para teores acima de 3,7 % de vanádio^[39].

O aumento no teor de tungstênio e molibdênio deprime fortemente a reação peritética, podendo a mesma ocorrer em temperaturas abaixo da temperatura de formação do MC em materiais altamente ligados (6 % tungstênio e molibdênio acima de 7 %)^[36]. O tungstênio e o molibdênio também elevam a temperatura da reação eutética de precipitação de carbonetos do tipo M₆C^[40,36].

2.4.5 - Heterogeneidade da microestrutura do M2

Através das figuras 2.5 e 2.6 pode-se verificar as diferenças de morfologia e de distribuição dos carbonetos no aço rápido M2.

A estrutura bruta de fusão é muito diferente daquela encontrada na condição normal de uso para a produção de ferramentas. É nessa estrutura bruta de fusão, invariavelmente contendo o eutético, que é uma característica da liga, que reside a maior parte dos problemas encontrados.

A heterogeneidade da estrutura leva a um comportamento também heterogêneo da liga tanto em retrabalho como em sua aplicação final. Assim, diversas técnicas têm sido desenvolvidas para melhorar a homogeneidade, não apenas no produto final como também já na estrutura bruta de fusão.

O aumento da velocidade de resfriamento e a diminuição da temperatura de vazamento diminuem o tamanho das células eutéticas, reduzem a segregação e o tamanho de grão^[41, 42]. O controle do tamanho do lingote, o uso de inoculantes, a agitação por métodos magnéticos e mecânicos, etc., são técnicas encontradas na literatura. Porém, muitos desses métodos têm custo elevado e tecnicamente são impraticáveis comercialmente^[41].

Hoyle^[31], pesquisando o aço rápido 18-4-1 (T1), constatou que um resfriamento lento na faixa de 1300 °C a 1350 °C elimina totalmente o eutético na estrutura bruta de fusão. Este tratamento foi denominado pelo autor de pré-esferoidização.

A pronunciada heterogeneidade das partes central e topo do lingote está relacionada com os mecanismos de solidificação e a segregação das partes do líquido que solidificam por último e é a causa da formação das estruturas bandeadas que aparecem após o trabalho a quente.

O arranjo final dos carbonetos no produto é essencialmente influenciado por três fatores:

- 1 - o tamanho do grão primário,
- 2 - o tamanho dos carbonetos segregados na solidificação e,
- 3 - a quantidade de deformação.^[43].

Segundo Doronin^[42], o grau de heterogeneidade nos aços rápidos só pode ser controlado por deformação a quente. Conforme aumenta o grau de deformação diminui a heterogeneidade dos carbonetos.

Referências Bibliográficas

- 3 Payson, P.. The Metallurgy of Tool Steels. Chapter 7, High Speed Steels. Wiley, New York, 1962, p. 183 - 224.
- 4 Hoyle, G.. High Speed Steels. Butterworths, London, 1988, Chapter 1, p. 1- 5.
- 5 Metals Handbook. Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys. 10th edition, Metals Park , ASM, V. 1, 1990, p. 757 - 779.
- 6 ABNT NBR 6189/82. Aço Ferramenta. Out.1982, 16 p..
- 7 Hoyle, G.. High Speed Steels. Butterworths, London, 1988, Chapter 7, "Properties - Microstructure", p. 109 - 122.
- 8 Karagoz, S.; Fishmeister, H. F.. Niobium-alloyed High-Speed Steel by Powder Metallurgy. Metallurgical Transactions A, V. 19, N. 66, Jun. 1988, p. 1395.
- 9 Hoyle, G.. High Speed Steels. Butterworths, London, 1988, Chapter 4, "Heat Treatment", p. 52 - 74.
- 10 Kayser, F.; Cohen, M.. Carbides in High-Speed Steel - Their Nature and Quantity. Metal Progress, V. 61, N. 6, Jun. 1952, p. 79 - 87.
- 11 Goldschmidt, H. J.. The Structure of Carbides in Alloy Steels. Part II - Carbide Formation in High-Speed Steels. Journal of The Iron and Steel Institute, V. 170, N. 3, Mar. 1952, p. 189 - 204.
- 12 Fischer, A.; Kohlaas, E.. Observations on the Microstructures of High-Speed Tool Steels. Practical Metallography, V. 12, 1975, p. 393.
- 13 Hoyle, G.. Recent Developments in High-Speed Steels. Metallurgical Review, V. 9, 1964, p. 49.

-
- 14 Goldschmidt, H. J.. The Structure of Carbides in Alloy Steels. Part I - General Survey. Journal of The Iron and Steel Institute, V. 160, N. 4, Dec. 1948, p. 345 - 362.
- 15 Goldschmidt, H. J.. Interstitial Alloys. Butterworth & Co. Ltd. UK, London, 1967, p. 1-631.
- 16 Jones, T. K.; Mukherjee, T.. Identification of Carbides in as-cast 18-4-1 High-Speed Steels. Technical Note. Journal of The Iron and Steel Institute, V. 208, Jan. 1970, p. 90.
- 17 Hume-Rothery, W.. Estrutura das Ligas de Ferro. Ed. Edgard Blücher Ltda. Brasil, São Paulo. 1968, p. 214.
- 18 Bridge, J. E. Jr.; Maniar, G. N.; Philip, T. V.. Carbides in M-50 High-Speed Steel. Metallurgical Transactions A, ASM, EUA, V. 2, Aug. 1971, p. 2209.
- 19 Steven, G.; Hauser, J. J.; Neumeyer, T. A.; Capenos, J. M.. Effect of Nitrogen on The Fine Structure of High-Speed Steels. Transactions of The ASM, ASM, V. 62, 1969, p. 181.
- 20 Schlatter, R.; Stepanic, J.. Silicon Additions Improve High-Speed Steels. Metal Progress, Jun. 1976, p. 56.
- 21 Mukherjee, T.; Dyson, D. J.. Effect of Silicon Additions on the Precipitation Sequence in Tool Steels. Technical Note, Journal of the Iron and Steel Institute. Iron and Steel Institute, V. 210, N. 3, Mar. 1972, p. 203.
- 22 Wang Rong; Andrén, H. -O.; Wisell, H.; Dunlop, G. L.. The Role of Alloy Composition in The Precipitation Behaviour of High-Speed Steels. Acta Metall. Mater. Pergamon Press, V. 40, N. 7, 1992, p. 1727.
- 23 Stiller, K.; Svensson, L-E.; Howell, P. R.; Wang Rong; Andrén, H-O.; Dunlop, G. L.. High Resolution Microanalytical Study of Precipitation in a Powder Metallurgical

-
- High-Speed Steel. *Acta Metall. Mater.* Pergamon Press, V. 32, N. 9, Sep. 1984, p. 1457.
- 24 Leckie-Ewing, P.. A Study of The Microhardness of The Major Carbides in Some High-Speed Steels. *Transactions of ASM*, V. 44, 1952, p. 348.
- 25 Brandis, H.; Haberling, E.; Weigard, H. H.. Properties of High-Speed Tool Steel. 109 th. AIME Annual Meeting, Proceedings, The Metallurgical Society of AIME, USA, Las Vegas, 1980, p. 1.
- 26 Blickwede, D. J.; Cohen, M.. The Isolation of Carbides from High-Speed Steel. *Journal of Metals, Metals Transactions*, V. 185, Sep. 1949, p. 578.
- 27 Kuo, K.. Carbide Precipitation, Secondary Hardening, and Red Hardness of High-Speed Steel. *Journal of The Iron and Steel Institute*, V. 174, Jul. 1953, p. 223.
- 28 Fischmeister, H. F.; Karagóz, S.; Andrén, H. O.. An Atom-Probe Study of Secondary Hardening in High-Speed Steels. *Acta Metall. Pergamon Press*, V. 36, N. 4, 1988, p. 817.
- 29 Horn, E.; Brandis, H., apud Rademacher, L.; Müller-Stock, H. W.. The Microstructure and Certain Characteristic Properties of HSTS Produced By Melting and by Powder Metallurgical Techniques, Illustrated by the Steel S6-5-2. *Practical Metallography*, Stuttgart, V. 14, N. 4, Apr. 1977, p. 181.
- 30 Jernkontoret. A Guide to The Solidification of Steels. Jernkontoret, Stockholm, 1977. p. 133-137.
- 31 Hoyle, G.; Ineson, E.. Modification of The Cast Structure of High-Speed Steel. *Journal of The Iron and Steel Institute*, Iron and Steel Institute, V. 193, N. 3, Nov. 1959, p. 254.

-
- 32 Kuo, K.. Metallography of Delta-Ferrite. Part II - Formation of Delta-Eutectoid in 18-4-1 High-Speed Steels. Journal of The Iron and Steel Institute. Iron and Steel Institute, V. 181, N. 2, Oct. 1955, p. 128.
- 33 Hoyle, G.. High Speed Steels. Butterworths, London, 1988, Chapter 2, "Constitution", p. 6 - 24.
- 34 Fredriksson, H.; Hillert, M.; Nica, M.. The Decomposition of The M₂C Carbide in High-Speed Steel. Scandinavian Journal of Metallurgy, V. 8, N. 3, 1979, p. 115.
- 35 Barkalow, R. H.; Kraft, R. W.; Goldstein, J. I.. Solidification of M2 High-Speed Steel. Metallurgical Transactions A, V. 3, Apr. 1972, p. 919.
- 36 Galda, E. J.; Kraft, R. W.. The Effects of Mo and W on Solidification of High-Speed Steels. Metallurgical Transactions A, V. 5, Aug. 1974, p. 1727.
- 37 Fredriksson, H.; Brising, S.. The Formation of Carbides During Solidification of High-Speed Steels. Scandinavian Journal of Metallurgy, V. 5, N. 6, 1976, p. 268.
- 38 McLaughlin, J.; Kraft, R. W.; Goldstein, J. I.. Characterization of the Solidification Structure Within the Dendritic Core of M2 High-Speed Steel. Metallurgical Transactions A, ASM, V. 8A, N. 11, Nov. 1977, p. 1787.
- 39 Brandis, H.; Wiebking, K.. Effect of Changes in The Alloy Content of Steel S 6-5-2 on its Solidification and Melting Characteristics. "Tradução n. 8845 por Henry Bratcher de" DEW Technische Berichte, V. 11, N. 3, 1971, p. 139.
- 40 Riedl, R.; Karagöz, S.; Fischmeister, H.; Jeglitsch, F.. Developments in High-Speed Tool Steels. Steel Research, V. 58, N. 8, Aug. 1987, p. 339.
- 41 Kirk, F. A.; Child, H. C.; Lowe, E. M.; Wilkins, T. J.. High-Speed Steel Technology: The Manufacturers' Viewpoint. Journal of The Iron and Steel Institute, The Iron and Steel Institute, Aug. 1971, p. 606.

-
- 42 Doronin, V. M.; Vinogradov, Y. V.. Effect of Composition and Degree of Deformation on The Carbide Heterogeneity of High-Speed Steels. Metals Science and Heat Treatment, V. 11, N. 7/8, Jul. 1969, p. 521.
- 43 Bernart, E.; Dlouhy, V.. Possibilities of Influencing The As-Cast Structure of High-Speed Steels. "Tradução n. 7497 por Henry Butcher de "Hutník""", V. 18, N. 4, 1968, p. 165.

Capítulo 3

Revisão Bibliográfica -Laminação a Quente do Aço ABNT M2

3.1 - Introdução

A conformação mecânica a quente de um material é governada por duas características principais, que são sua resistência ao escoamento plástico e sua dutilidade. A resistência à deformação plástica determina o dimensionamento do equipamento necessário às operações de conformação e a dutilidade determina a deformação máxima possível sem que ocorra fratura [44,45].

A trabalhabilidade a quente está relacionada à capacidade de um metal ou liga ser deformado em altas temperaturas (acima de 0,6 Tm, onde Tm é a temperatura de fusão em graus Kelvin) e sob altas velocidades de deformação (10^{-1} a 10^3 s^{-1}) [45].

3.2 - Métodos para Estudar a Trabalhabilidade a Quente

O método mais confiável para se avaliar a trabalhabilidade a quente é o processo a que o material é submetido durante sua fabricação, onde as variáveis inerentes ao material (composição, tamanho, forma, microestrutura inicial, etc.) e as variáveis inerentes ao processo (velocidade de deformação, sistema de tensões, temperatura, etc.) são simultaneamente avaliadas, através da relação entre tensão e deformação [45].

Tradicionalmente, os métodos mais utilizados para avaliação da relação tensão versus deformação são os ensaios de tração, compressão, torção e a conformação experimental que, no nosso caso se trata da laminação experimental a quente.

3.3 - Tensão de escoamento na laminação

Segundo diversos autores [46,47,48] o método de Sims [49] para o cálculo da tensão de escoamento na laminação a quente é o que apresenta maior precisão e confiabilidade. Sims, partindo do método original de Orowan, assume que, para laminação a quente, o atrito é aderente através de todo o arco de contato entre os cilindros de laminação e o material que está sendo laminado, sob um estado de deformação plana homogênea. Embora desenvolvidas para laminação de materiais plástico-rígidos ideais, essas equações podem ser aplicadas para a laminação de materiais que endurecem por deformação usando-se um valor médio da tensão de escoamento nos passes.

Sims desenvolveu duas equações que descrevem a distribuição de pressões entre a área de contato dos cilindros e o material:

$$\frac{s^+}{k} = \frac{\pi}{4} \cdot \ln\left(\frac{h}{h_f}\right) + \frac{\pi}{4} + \sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \operatorname{arctg}\left(\sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \theta\right) \quad \text{Equação 3.a}$$

$$\frac{s^-}{k} = \frac{\pi}{4} \cdot \ln\left(\frac{h}{h_i}\right) + \frac{\pi}{4} + \sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \operatorname{arctg}\left(\sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \alpha\right) - \sqrt{\frac{R}{h_f}} \operatorname{arctg}\left(\sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \theta\right) \quad \text{Equação 3.b}$$

onde,

s = pressão normal de laminação,

k = limite de escoamento do material em compressão plana,

h = espessura da chapa laminada,

h_i = espessura inicial da chapa,

h_f = espessura final da chapa,

R = raio do cilindro,

α = ângulo de contato entre o material e o cilindro no plano de entrada, em radianos.

θ = Coordenada angular que é zero no plano de saída, em radianos.

os índices +/- se referem às condições a partir do plano de saída e do plano de entrada da chapa nos cilindros de laminação respectivamente.

A equação 3.a descreve as pressões a partir do plano de saída (B-B) e a equação 3.b a partir do plano de entrada (A-A), e têm o mesmo valor no plano neutro (N-N). A figura 3.1 mostra as relações geométricas existentes na laminação.

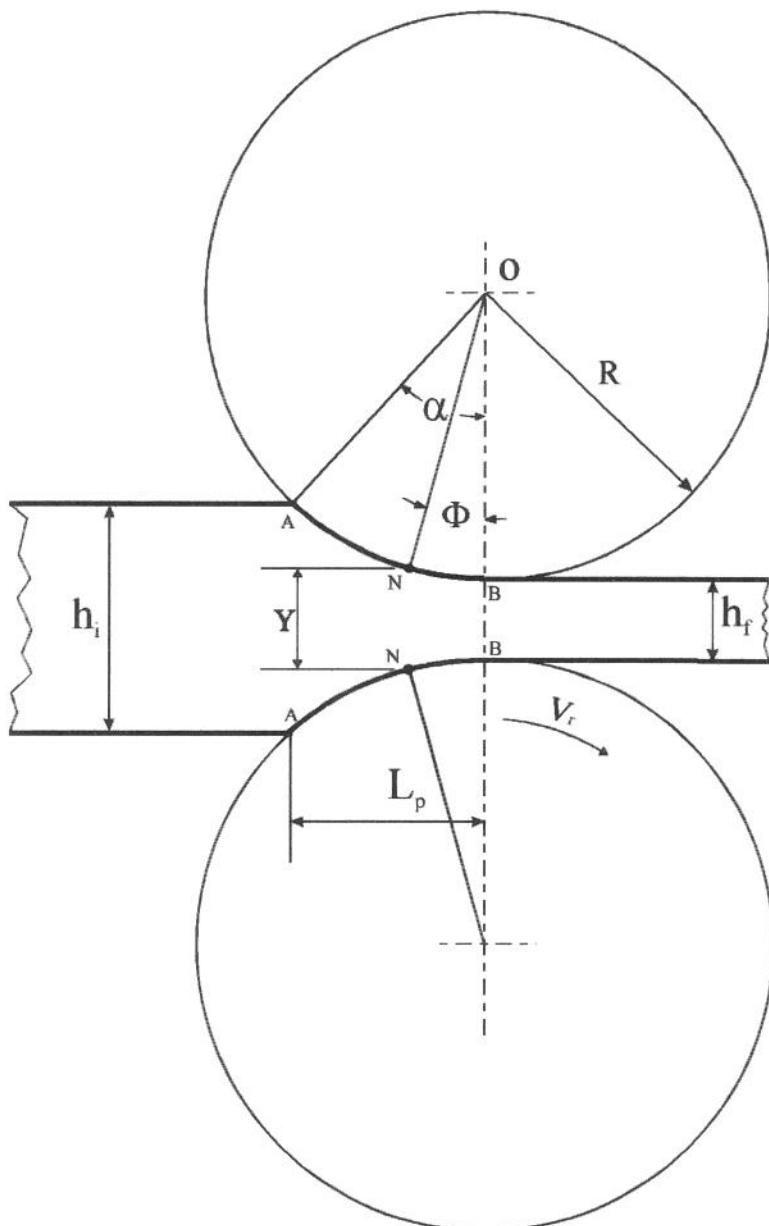


Figura 3.1 Relações geométricas na laminação

Assim, ainda segundo Sims temos;

$$\bar{\sigma} = F / \left[b \cdot Q \cdot \sqrt{R(h_i - h_f)} \right]$$

equação 3.c

onde,

$\bar{\sigma}$ = tensão média de escoamento na laminação,

F = força ou carga de laminação,

b = largura da chapa que está sendo laminada,

sendo Q, um parâmetro que considera a contribuição do atrito e da não homogeneidade da deformação, igual a;

$$Q = \sqrt{\frac{(1-r)}{r}} \cdot \left\{ \pi \cdot \operatorname{arctg} \left[\sqrt{\frac{r}{(1-r)}} \right] - \sqrt{\frac{R}{h_f}} \cdot \ln \left[\left(\frac{Y}{h_f} \right)^2 \cdot (1-r) \right] \right\} \cdot \frac{1}{2} - (\pi/4) \quad \text{equação 3.d}$$

O termo Y é a espessura da chapa no plano de intersecção na qual as pressões descritas pelas equações 3.a e 3.b são iguais e sua determinação pode ser obtida através das seguintes equações:

$$Y = R \cdot \Phi^2 + h_f$$

equação 3.e

onde,

$$\Phi = \operatorname{tg} \left\{ \left[\pi \cdot \sqrt{\frac{h_f}{R}} \cdot \ln(1-r) \right] \cdot \frac{1}{8} + \operatorname{arctg} \left[\sqrt{\frac{r}{(1-r)}} \right] \cdot \frac{1}{2} \right\} \cdot \left(\sqrt{\frac{h_f}{R}} \right)$$

equação 3.f

e,

$$r = \frac{(h_i - h_f)}{h_i}$$

equação 3.g

3.4 - Velocidade de Deformação

Existem diversas equações para se calcular a velocidade de deformação durante a laminação a quente. No caso da laminação a quente considera-se o atrito como aderente. Wusatowski^[50] cita alguns exemplos de cálculos usando diversas equações e mostra que a diferença nos valores obtidos aparece apenas na segunda casa decimal, principalmente quando a taxa de deformação calculada é a média efetiva.

Assim, usaremos para calcular a taxa média efetiva de deformação, sob atrito aderente, no estado plano de deformação a seguinte equação, proposta por Larke^[51],

$$\dot{\varepsilon} = v_r \sqrt{\frac{1}{R(h_i - h_f)}} \ln\left(\frac{h_i}{h_f}\right)$$

equação 3.h

onde,

v_r = velocidade periférica dos cilindros em mm/s

$\dot{\varepsilon}$ = velocidade de deformação em s^{-1} .

3.5 - Fenômenos que ocorrem durante a deformação a quente

A medida que se aumenta a temperatura durante a deformação, o efeito do encruamento é reduzido devido à recuperação dinâmica que promove aniquilação de discordâncias e rearranjo em sub-contornos de baixa energia. Além disso a recristalização dinâmica, que ocorre para deformações crescentes na austenita, elimina a subestrutura de discordâncias através da passagem de contornos de grande ângulo. A recuperação dinâmica dificulta a formação de trincas durante a deformação a quente, enquanto que, a recristalização dinâmica dificulta a propagação de trincas intergranulares. A presença de solutos no material dificulta a ocorrência de recuperação dinâmica, caso estes diminuam a energia de falha de empilhamento do material, inibindo assim a movimentação de discordâncias para outros planos onde possa ocorrer a aniquilação. Os solutos podem também dificultar a ocorrência de recristalização dinâmica por diminuírem a mobilidade dos contornos de grão e de discordâncias para os quais houve segregação^[52]. A presença de precipitados também pode dificultar a ocorrência de recuperação e recristalização, o que depende das dimensões e da distribuição dos mesmos. Desse modo, solutos e precipitados podem aumentar a temperatura mínima de trabalhabilidade a quente do material. Os solutos e precipitados também abaixam a temperatura máxima de trabalhabilidade a quente, pois diminuem a temperatura solidus facilitando a ocorrência de fase líquida.^[53,35].

Imbert e colaboradores^[54] realizaram, para os aços M2, H13 e A2, ensaios de torção a quente com velocidades de deformação entre 0,1 e 5 s⁻¹ e demonstraram que os efeitos da velocidade de deformação na dutilidade dependem do material e da deformação. Os autores observaram que o aço M2 apresentou baixa dutilidade a 900 °C, para qualquer velocidade de deformação, e atribuíram-na à elevada fração volumétrica de carbonetos que este aço apresenta nesta temperatura. Em temperaturas mais altas, parte destes carbonetos estava dissolvida, sendo então significativa a variação da velocidade de deformação sobre a dutilidade. Os mesmos autores observaram também que o aço M2, cuja fração volumétrica de carbonetos é a mais alta, é o mais resistente aos processos estáticos de amolecimento (enquanto que para os aços H13 e A2 os processos são similares).

Referências Bibliográficas:

- 44 Tegart, W. J. McG.. The Role of Ductility in Hot Working, Chapter 5, p. 133-177 of the “Ductility”. Seminar of The American Society for Metals, ASM, Metals Park, Ohio. Paxton, H. W.; Seminar Coordinator. 1968, p. 1-380.
- 45 Sellars, C. M.; Tegart, W. J. McG. Hot Workability. International Metallurgical Reviews, The Institute of Metals, V. 17, 1972, p. 1-24.
- 46 Hartley, P.; Sturgess, C. E. N.; Liu, C.; Rowe, G. W.. Experimental and Theoretical Studies of Workpiece Deformation, Stress, and Strain During Flat Rolling. International Materials Reviews, V. 34, N. 1, 1989, p. 19-34.
- 47 Stewartson, R.. Measurement and Analysis of Rolling Loads in a Large Hot Plate Mill. Proc. Inst. Mech. Eng., V. 168, 1954, p. 201-214.
- 48 Tselikov, A.. Stress and Strain in Metal Rolling. MIR Publishers, USSR, Moscow, 1967, p. 319-322.
- 49 Sims, R. B. The Calculation of Roll Forces and Torques in Hot Rolling Mills. Proc. Inst. Mech. Eng., V. 168, 1954, p. 191-200.
- 50 Wusatowski, Z.. Fundamentals of Rolling. Pergamon Press, 1969, p. 221 e 222.
- 51 Larke, E. C.. The Rolling of Strip, Sheet and Plate. Science Paperbacks and Chapman and Hall Ltd. 1957, p. 304.
- 52 McQueen, H. J.; Jonas, J. J.. Recent Advances in Hot Working: Fundamental Dynamic Softening Mechanisms. Journal Applied Metalworking, American Society for Metals, V. 3, N. 3, Jul. 1984, p. 233-241.
- 53 McQueen, H. J.; Jonas, J. J.. Role of The Dynamic and Static Softening Mechanisms in Multistage Hot Working. Journal Applied Metalworking, ASM, V. 3, N. 4, Jan. 1985, p. 410-420.
- 54 Imbert, C.; Ryan, N. D.; McQueen, H. J.. Hot Workability of Three Grades of Tool Steel. Metallurgical Transactions A, V. 15A, Oct. 1984, p. 1855-1864.

Capítulo 4

Procedimento Experimental

4.1 - Introdução

A composição química em porcentagem em peso do aço rápido ABNT M2 utilizado nas experiências é mostrado na Tabela IV. 1. O aço foi produzido pela Villares em forno elétrico a arco, lingotado, recozido a 850 °C por 2 horas, laminado em barras de 1,20 m de comprimento por 70 mm de largura e 19,30 mm de espessura e recozido novamente a 850 °C por 2 horas. Após ambos os tratamentos térmicos de recozimento o material resfriou lentamente no forno à razão de 30 °C por hora, até 600 °C, e depois resfriou ao ar calmo^F.

Tabela IV. 1 Composição química do aço M2 utilizado^G.

elemento	C	Si	Mn	W	Mo	Cr	V	Co	P	S
% em peso	0,82	0,38	0,33	6,08	4,82	4,08	1,96	-	0,029	0,002

^F Informações obtidas a partir do catálogo da Aços Villares S.A., intitulado “Aços para Ferramentas”, subtítulo “Aços Rápidos”.

^G Análise extraída do Certificado de Expedição da Aços Villares S.A.

4.1.1 - Corpos de Prova “A”

Os corpos de prova “A” foram preparados para se avaliar as condições iniciais do material conforme adquirido e também para se avaliar o ciclo térmico de solubilização. As barras foram entregues em duas remessas e ambas foram analisadas. Foram extraídos três corpos de prova de cada barra, um de cada extremidade e um do meio, com as dimensões aproximadas de 20 x 20 x 19,3 mm, sendo preparados para análise sua superfície longitudinal interna, conforme Figura 4. 1.

As análises efetuadas foram; dureza Brinell (material como recebido) e Vickers (material solubilizado), microscopia ótica, microscopia eletrônica por varredura, análise das fases existentes com microssonda e por difração de raio-X e quantificação dos carbonetos.

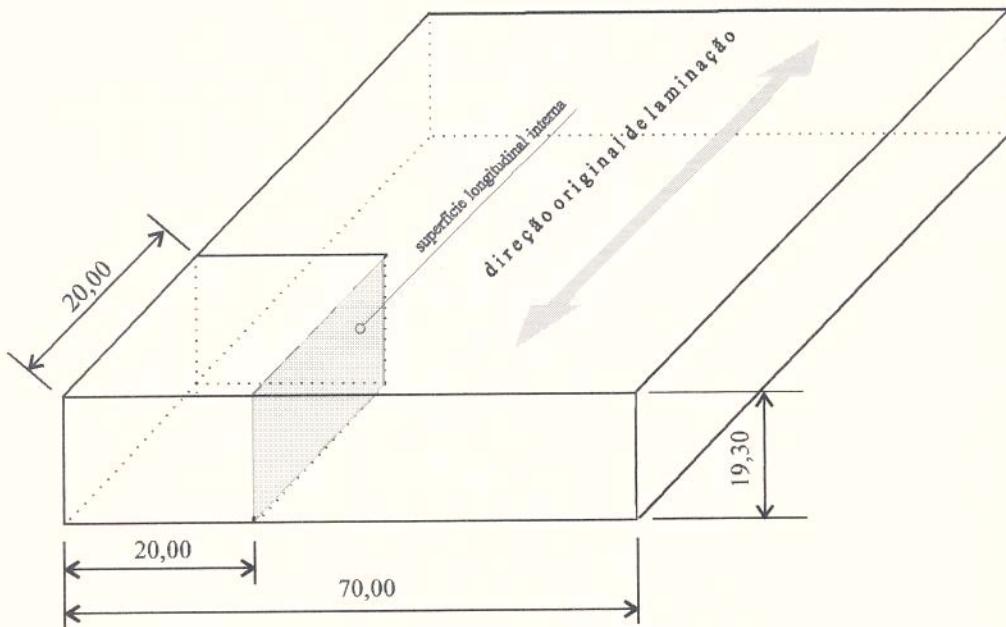


Figura 4. 1 Corpos de prova tipo “A” . Dimensões em mm.

4.2 - Preparação dos Corpos de Prova para Laminação

Os corpos de prova para laminação foram preparados de modo a se manter nas experiências o sentido de laminação coincidente com seu comprimento e com o da barra original. Os corpos de prova foram também chanfrados em uma de suas extremidades de modo a facilitar o “agarramento” inicial pelos cilindros de laminação.

4.2.1 - Corpos de Prova “B”

Os corpos de prova “B” foram extraídos da barra descrita acima, mantendo-se a largura e a espessura originais, com comprimento de 75 mm cada um, conforme Figura 4. 2.

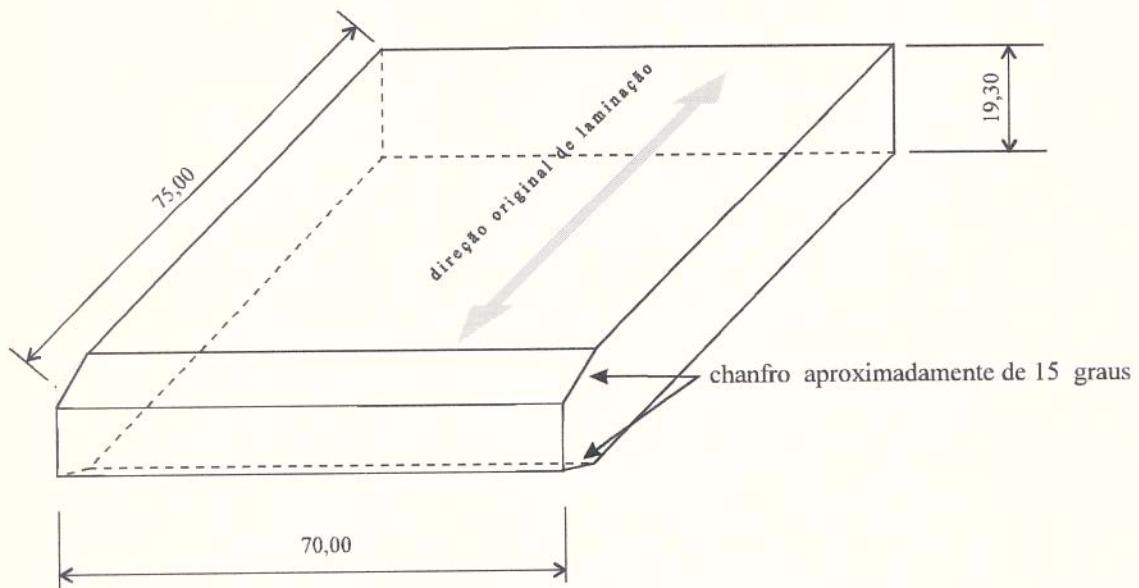


Figura 4. 2 Corpos de prova tipo “B”. Dimensões em mm.

4.2.2 - Corpos de Prova “C”

Os corpos de prova “C” foram também extraídos da barra original com as seguintes dimensões; largura 33 a 34 mm, espessura variando de 5,5 a 8 mm e comprimento igual a 36 mm, conforme Figura 4. 3.

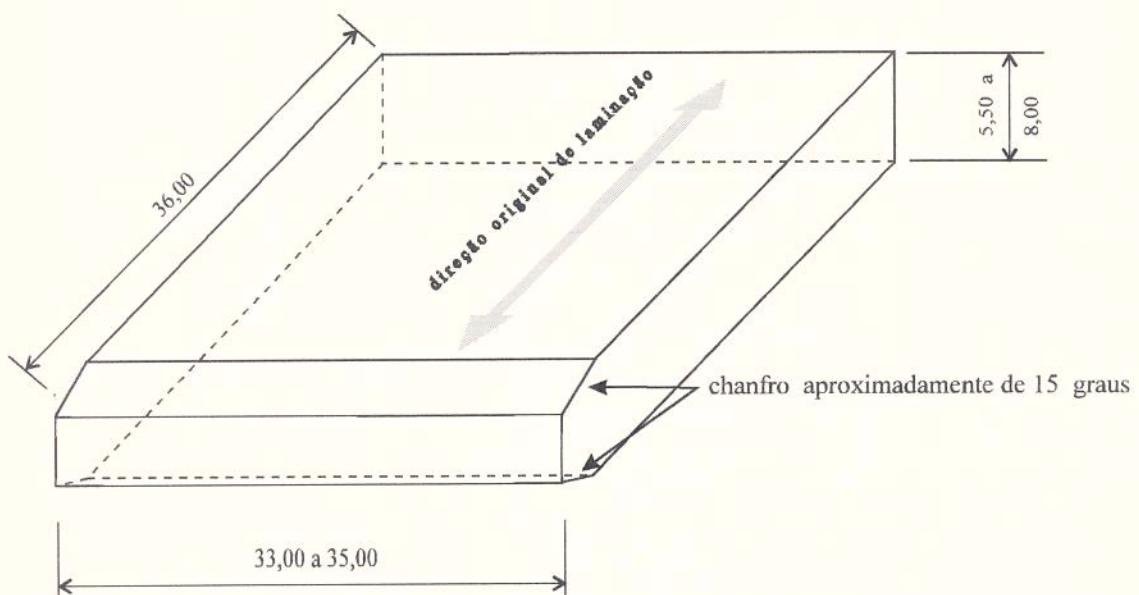


Figura 4. 3 Corpos de prova tipo “C”. Dimensões em mm.

4.3 - Análises efetuadas

As amostras para as análises foram extraídas da região mediana dos corpos de prova no sentido longitudinal e as avaliações sempre foram feitas na região central das mesmas (Figura 4. 4).

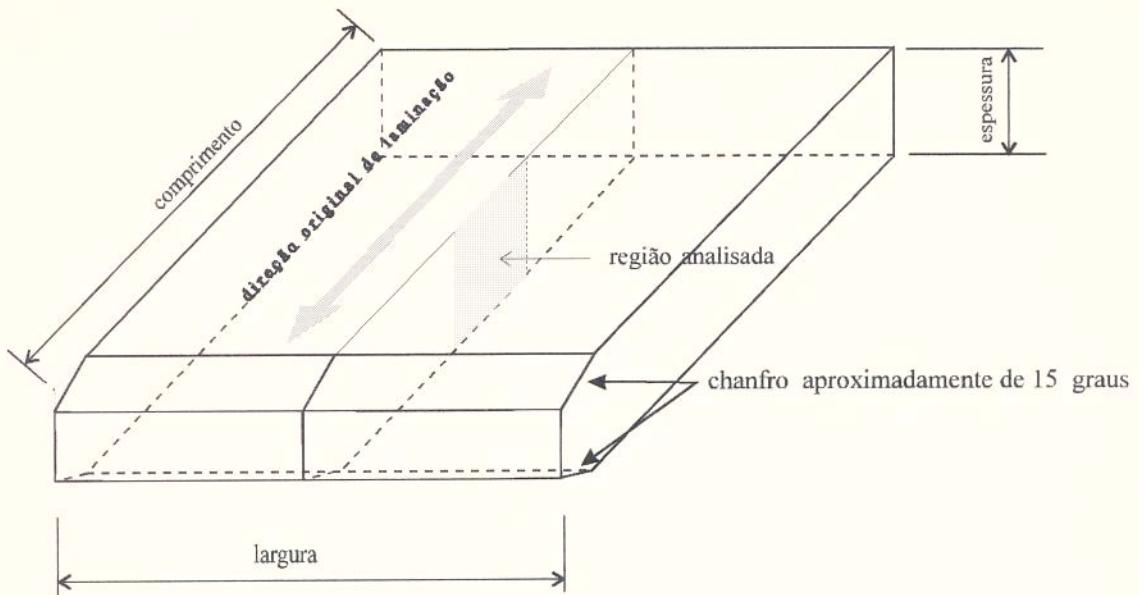


Figura 4. 4 Posição de retirada das amostras dos corpos de prova

4.3.1 Medidas de dureza

Todos os corpos de prova foram submetidos a medidas de dureza. Os corpos de prova para dureza foram lixados com lixas 120, 240, 320, 400, 600 e 1200.

Antes das laminações foram feitas medidas de durezas na escala Brinell, usando-se esfera de aço com 2,5 mm de diâmetro, carga de 10 kg em um durômetro marca Heckert-WPM, VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig, modelo 308/63. Estas medidas de dureza foram realizadas nos corpos de prova tipo “A”, ou seja, em três regiões da barra original (extremidades e meio), efetuando pelo menos cinco medidas em cada local e em cada sentido (longitudinal e transversal ao sentido de laminação original).

Após as laminações e a cada tratamento térmico foram feitas medidas de durezas na escala Vickers, com penetrador de diamante e carga de 50 kg. Foram realizados pelo menos cinco impressões de dureza para cada localização e avaliados sempre o centro do corpo de prova.

4.3.2 - Metalografia

Foram usadas a metalografia ótica e a eletrônica de varredura para a avaliação dos resultados através de um Banco Metalográfico Carl Zeiss - Neophot 32 e de um microscópio eletrônico de varredura Cambridge, modelo Stereoscan S4-10, com sistema de micro-análise por energia dispersiva marca LINK modelo 290. As observações foram realizadas tanto no material recozido (como entregue), quanto no material laminado ou submetido a qualquer tratamento térmico. Todos os corpos de prova foram lixados com lixas 120, 320, 400, 600 e 1200, polidos com pasta de diamante de granulometria de 6, 3, 1 e 0,25 µm e atacados com um reativo com glicerol para evidenciar os carbonetos e contornos. As observações sempre foram feitas no sentido longitudinal às laminações, próximas à mediatriz da largura da chapa sendo avaliada toda a seção do corpo de prova.

4.3.2.1 Reagentes para Metalografia

O reagente “1” foi utilizado principalmente para evidenciar os carbonetos de forma geral e está descrito no Metals Handbook^[55]. Seus componentes são:

- 10 ml de ácido nítrico (concentrado),
- 10 ml de ácido acético (concentrado),
- 15 ml de ácido clorídrico (concentrado) e
- 2 a 5 gotas de glicerol.

O ataque com reagente “1” foi realizado à temperatura ambiente, dentro de uma capela e a solução descartada após uso. O tempo de ataque variou de 15 segundos a 1 minuto.

O reagente “2” foi Nital a 5 %. O tempo de ataque variou de alguns segundos até alguns minutos.

O reagente “3” foi preparado através de uma solução aquosa a 4 % de hidróxido de sódio saturada com permanganato de potássio.

O reagente “4” foi executado através de um polimento eletrolítico em ácido

crômico a 1 %, sendo o catodo de aço inoxidável.

Foi usado também Nital a 10 % (reagente “5”) que é uma variação do reagente “2”. Este reagente foi utilizado para revelar detalhes da estrutura deformada e da recristalizada nas amostras laminadas. O tempo de ataque variou de alguns segundos até alguns minutos.

4.3.3 - Análise com Microssonda

A microssonda acoplada ao microscópio eletrônico de varredura foi uma ferramenta valiosa na identificação dos carbonetos. Foram avaliados os teores dos elementos de liga na matriz das amostras “como recebida” e “solubilizadas”.

4.3.4 - Difração de Raio-X

Foi usado difração de raios-x no auxílio à identificação das fases das amostras. Foi utilizado um Gerador de Raio-X marca Philips, modelo PW 1140/00/60, usando radiação de Fe K α , ajustado para 40 kV e 20 mA para as amostras “como recebida” e as “solubilizadas” e um difratômetro marca Rigaku modelo D/máx 2000, usando radiação Cu K α , corrente de 30 mA, tensão de 40 kV, Spinner, detetor de cintilação de NaI(Tl) e monocromador de grafite no detetor para as amostras laminadas em nossas experiências. Ambos os equipamentos pertencentes ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN. As amostras avaliadas foram as mesmas usadas para a microssonda, aumentando-se desse modo a precisão e a certeza do cruzamento das informações coletadas.

4.3.5 Quantificação dos Carbonetos

Os procedimentos descritos a seguir foram usados para identificar os diversos tipos de carbonetos por metalografia e foram executados conforme descrito no trabalho de Blickwede & Cohen^[26].

Todos os três tipos de carbonetos são bem evidenciados com Nital a 5 %

(ataque “2”). Este reagente permitiu a avaliação da quantidade total de carbonetos.

Após repolimento, o carboneto M_6C pode ser evidenciado isoladamente através de uma solução aquosa a 4 % de hidróxido de sódio saturada com permanganato de potássio (reagente “3”). As partículas de M_6C são delineadas e escurecidas na cor marrom dentro de um intervalo de 4 a 5 segundos de ataque. Os carbonetos VC/V_4C_3 e $Cr_{23}C_6/Cr_7C_3$ não são evidenciados.

Após repolir mais uma vez, os carbonetos VC/V_4C_3 são escurecidos seletivamente através do reagente “4” em 3 a 4 segundos sob uma tensão de 3 Volts, os carbonetos VC/V_4C_3 ficam cinza ou pretos. Os carbonetos M_6C e $Cr_{23}C_6/Cr_7C_3$ não são evidenciados. A fração volumétrica dos carbonetos $Cr_{23}C_6/Cr_7C_3$ foi determinada por diferença.

A ferramenta utilizada para quantificar as fases foi um Sistema de Análise de Imagens, Quantimet 520, da Cambridge Instruments Ltd., acoplado a um microscópio ótico Neophot 30, pertencente ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP.

4.4 - Ciclos Experimentais

4.4.1 - Introdução

Como o aço rápido ABNT M2 apresenta uma menor condutividade térmica comparativamente aos aços de baixo teor de liga, fez-se necessário, efetuar um pré-aquecimento a 750 °C, para se evitar o aparecimento de trincas térmicas.

Um outro fator que exigiu cuidado, foi o tempo de permanência na temperatura, pois este material é bastante propenso à descarbonetação superficial e à oxidação dos elementos de liga, principalmente o molibdênio. Os ciclos térmicos detalhados estão descritos a seguir.

4.4.2 - Ciclo Térmico de Solubilização

Foram realizados quatro ensaios para se avaliar a solubilização dos carbonetos em função de quatro temperaturas que praticamente abrangem todo o campo das temperaturas de tratamentos termo-mecânicos destes aços. Os corpos de prova utilizados foram os do tipo “A”.

Assim foi realizado para as quatro amostras um pré-aquecimento a 750 °C, por 20 minutos, sendo que depois uma amostra foi aquecida a 1200 °C, outra a 1100 °C, outra a 1000 °C e outra a 900 °C, deixando-as nestas temperaturas por 15 minutos, após o que foi feito um resfriamento rápido em água para “congelar” a estrutura. Foi inserido um termopar tipo Cromel-Alumel de 3 mm de diâmetro em cada amostra para o acompanhamento da temperatura da mesma. Ver diagrama esquemático do ciclo na Figura 4. 5.

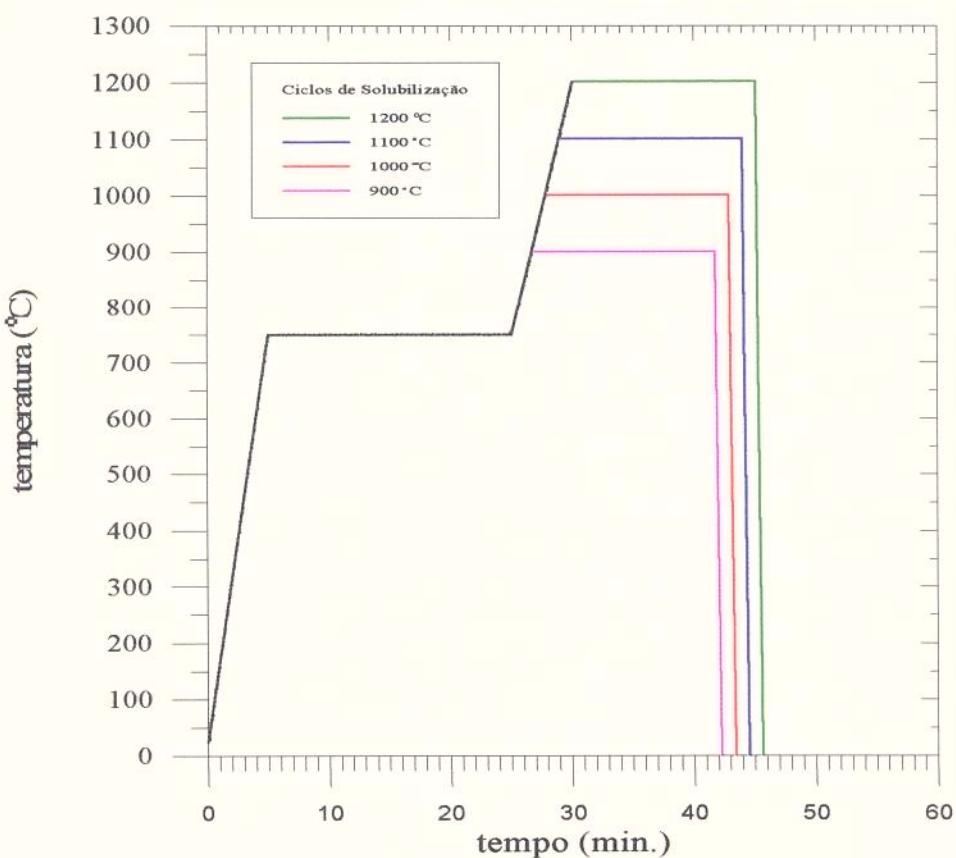


Figura 4. 5 Diagrama esquemático do ciclo térmico de solubilização.

O forno utilizado foi um tipo mufla fabricado pela Brasimet para 1350 °C com resistor de carboneto de silício.

As amostras foram então cortadas, lixadas, polidas, atacadas e analisadas por metalografia ótica, eletrônica de varredura, microssonda, difração de raios-X e dureza.

4.4.3 - Ciclos Termo-mecânicos

Nestes ciclos foram utilizados os seguintes equipamentos:

1. um laminador FENN, modelo 5" MILL, de 50 toneladas, com cilindros de laminação de 66,7 mm de raio e mesa de 203 mm em configuração "duo", dotado de duas células de carga com capacidade total para 100.000 lbf.
2. termopar Cromel-Alumel inserido na amostra e laminado com a mesma.
3. um registrador marca Yokogawa, modelo LR4220 com quatro canais.

A velocidade de laminação usada foi de 30 m/min., selecionada, após alguns testes preliminares. Com velocidades menores o tempo de contato entre o corpo de prova e os cilindros de laminação era grande o suficiente para que a temperatura do material diminuisse muito, aumentando sua resistência à deformação e fazendo com que o laminador travasse.

4.4.3.1 - Ciclo Básico

Este ciclo foi realizado para se avaliar a carga e a tensão de escoamento em função da deformação com corpos de prova tipo "C".

Foram, então, laminados 16 corpos de prova de acordo com o seguinte esquema; quatro laminados a 1180 °C, quatro a 1100 °C, quatro a 1000 °C e quatro a 900 °C e para cada temperatura de laminação foram utilizadas quatro níveis de deformações

verdadeiras, 10, 20, 30 e 40 %, sendo que cada deformação foi efetuada em um único passe.

Os corpos de prova, com um termopar do tipo Cromel-Alumel de 1,5 mm de diâmetro e bainha de inconel inserido numa das extremidades, foram colocados no forno Brasimet já aquecido a 1250 °C e ai deixados até sua temperatura atingir 1220 °C, o que ocorria em 5 minutos. Então eram retirados imediatamente do forno (sem encharque) e assim que a temperatura caia até a prevista eram laminados com as deformações programadas. No caso destes corpos de prova não houve necessidade de um pré-aquecimento intermediário devido às suas pequenas dimensões. O encharque não foi executado para se evitar o risco de crescimento excessivo de grãos. Como todas as amostras foram aquecidas na mesma temperatura inicialmente, o tamanho de grão antes da laminação era o mesmo para todas as amostras, não introduzindo, desse modo, mais uma variável (indesejada neste caso) no nosso modelo. Um diagrama esquemático é mostrado através da Figura 4. 6.

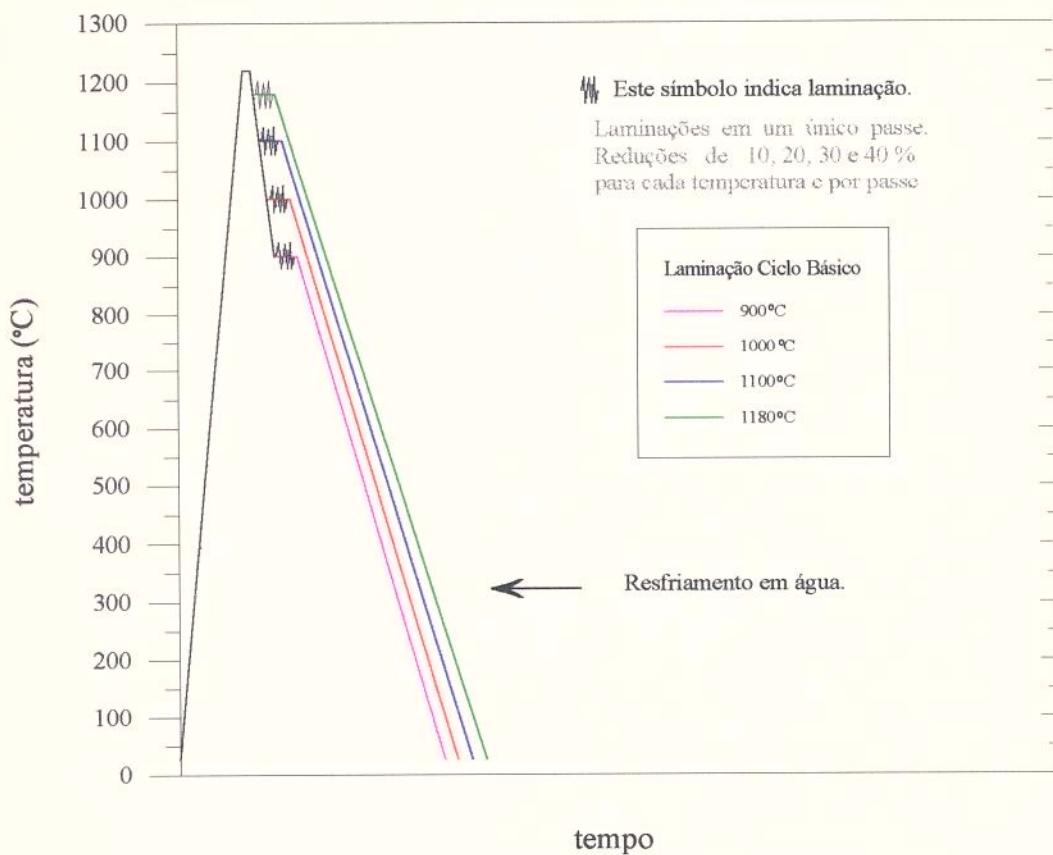


Figura 4. 6 Diagrama Esquemático do Ciclo Básico para corpos de prova do tipo ‘C’.

Os corpos de prova foram então cortados no sentido longitudinal de laminação para a retirada das amostras, as quais foram lixadas, polidas, atacadas e analisadas por microscopia ótica, eletrônica e difração de Raio-X.

4.4.3.2 - Ciclo Geral

O ciclo geral visou determinar a carga e a tensão de escoamento em função da temperatura para laminações com deformações constantes de 10 % em cada passe, iniciando-se o primeiro passe a 1180 °C e efetuando-se as laminações subsequentes a cada queda de 30 °C até 790 °C. Foram usados os corpos de prova do tipo “B”.

Os corpos de prova foram pré-aquecidos a 750 °C por 30 minutos em um forno túnel fabricado pela EDG, sendo em seguida transferidos para o forno Brasimet ajustado para 1230 °C. O tempo de encharque foi de 10 minutos, após o que os corpos de prova foram retirados do forno e neles foi inserido um termopar em um furo lateral previamente feito e protegido contra oxidação, realizando-se o primeiro passe assim que a temperatura atingia 1180 °C.

Após ensaio, foram retiradas amostras dos corpos de prova, as quais foram analisadas por microscopia ótica e eletrônica. A partir dos dados de força de laminação foram construídas as curvas das tensões de escoamento em função da temperatura para reduções constantes de 10 %.

Um esquema do ciclo é mostrado na Figura 4. 7.

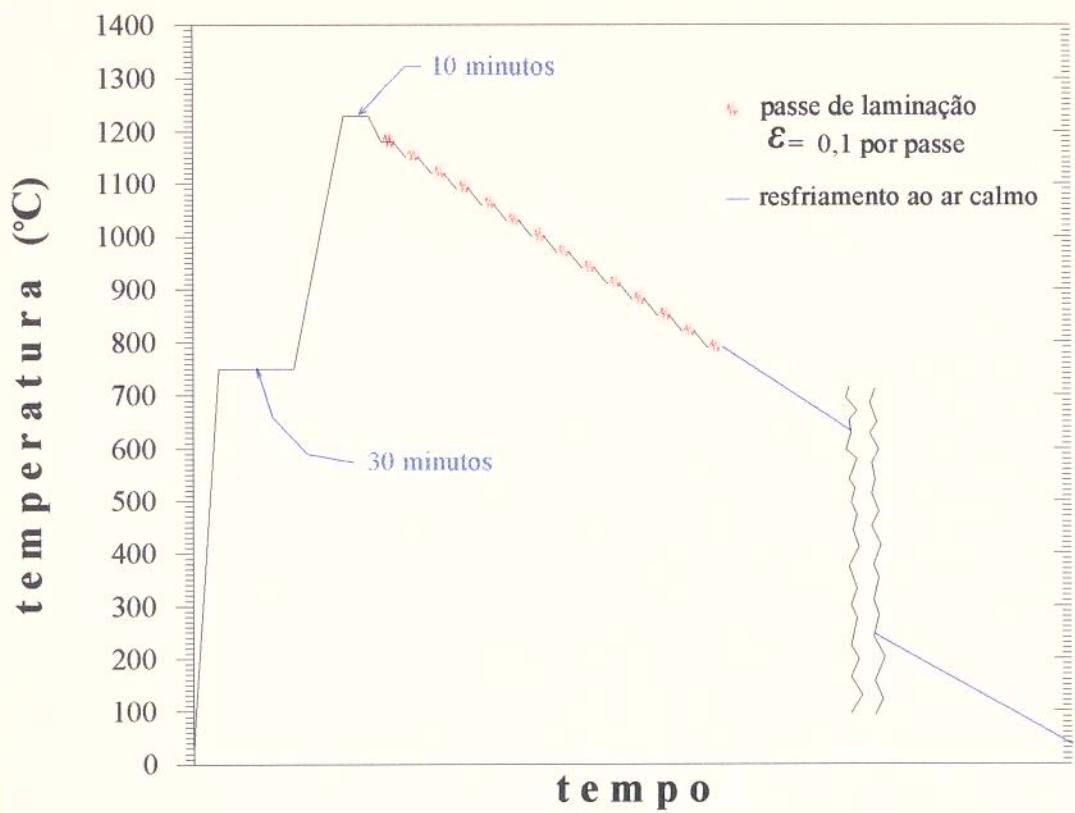


Figura 4.7 Diagrama esquemático do Ciclo Geral.

Referências Bibliográficas

- 55 Metals Handbook , vol. 8, 8 th Edition, ASM, Metals Park, 1973, p. 94 - 97.

Capítulo 5

Resultados e Discussões

5.1 - Introdução

São apresentados no item 5.2 os resultados das análises do material como recebido que incluem: dureza, microscopia ótica e eletrônica, microssonda, difração de raio-x e quantificação dos carbonetos. Estas análises visam caracterizar o material conforme foi recebido sem qualquer interferência de tratamento térmico ou mecânico.

Como nosso objetivo era laminar o material em várias temperaturas com diferentes graus de deformação, foi necessário caracterizar o material no momento anterior a laminação. Para tanto fizemos os tratamentos térmicos de solubilização, que consistiu em aquecer os corpos de prova até a temperatura de laminação e resfriá-los rapidamente em água, “congelando” a estrutura. Para caracterizá-los executamos os mesmos ensaios utilizados para o material como recebido e os resultados são apresentados e discutidos também no item 5.2.

Na próxima etapa, chamada de Ciclo Básico, foram laminados 16 corpos de prova em quatro temperaturas diferentes ($900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1180\text{ }^{\circ}\text{C}$) com quatro graus de deformação verdadeira (10, 20, 30 e 40%). O objetivo principal desta etapa era verificar como a tensão de escoamento variava com a temperatura e a deformação aplicada. As análises utilizadas foram microscopia ótica e eletrônica, difração de raio-x e quantificação dos carbonetos e os resultados encontram-se no item 5.3.

A última etapa, chamada de Ciclo Geral, visou simular uma laminação industrial sugerida pela ACESITA, na qual foram executadas laminações a intervalos de $30\text{ }^{\circ}\text{C}$, começando em $1180\text{ }^{\circ}\text{C}$, com reduções constantes interpasses de 10% até aproximadamente $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. Aqui também se observou o comportamento da tensão de escoamento com a deformação e a temperatura, e foram feitas metalografias após o término do ciclo. Estes dados encontram-se no item 5.4 deste capítulo.

5.2 Material como Recebido e Ciclo Térmico de Solubilização Corpos de Prova Tipo “A”

As medidas de dureza, realizadas conforme o descrito no capítulo 4, apresentaram valores dentro do esperado para o aço rápido ABNT M2 recozido (Tabela V. 1).

Foram extraídos três corpos de prova de cada uma das duas barras recebidas, um de cada extremidade e um do meio, e executadas cinco medidas de dureza em cada corpo de prova, perfazendo um total de 30 medidas de dureza.

Para os corpos de prova solubilizados as medidas de dureza foram efetuadas na escala Vickers, pois os níveis de dureza para o aço rápido M2 solubilizado e resfriado em água são muito elevados, não sendo, assim, possível avaliar as durezas na escala Brinell, por limitação da mesma. A carga utilizada na escala Vickers para esta etapa de solubilização foi de 98,1 N.

A Tabela V. 2 e a Figura 5. 1 mostram sinteticamente as durezas dos corpos de prova obtidas após tratamento térmico de solubilização e resfriamento rápido em água à temperatura ambiente, conforme descrito anteriormente no item 4.7.2. Pode-se notar que as durezas aumentam com a elevação da temperatura de solubilização. Isto deve-se principalmente à crescente dissolução dos carbonetos na matriz austenítica à medida que se aumenta a temperatura de solubilização, formando no resfriamento uma martensita com maior teor de carbono e consequentemente aumentando sua tetragonalidade e sua dureza^[56].

Existe também uma contribuição para o aumento da dureza devida à dissolução dos outros elementos de liga (endurecimento por solução sólida substitucional). Porém, a contribuição do carbono é a mais significativa para o aumento da dureza^[56].

Tabela V. 1 Valores das medidas de dureza do material como recebido.

D u r e z a			
especificada		medida	
HB	HV convertida	HB (1839 N) média	HV convertida média
212-241 ^[5]	222-253	234±8	246

Tabela V. 2 Dureza dos corpos de prova após solubilização e resfriamento.

Temperatura de solubilização	D u r e z a		
	m é d i a (Vickers 98,1N)	desvio padrão	HRC (convertida)
900 °C	571	5	54
1000 °C	636	6	57
1100 °C	738	6	62
1200 °C	802	6	64

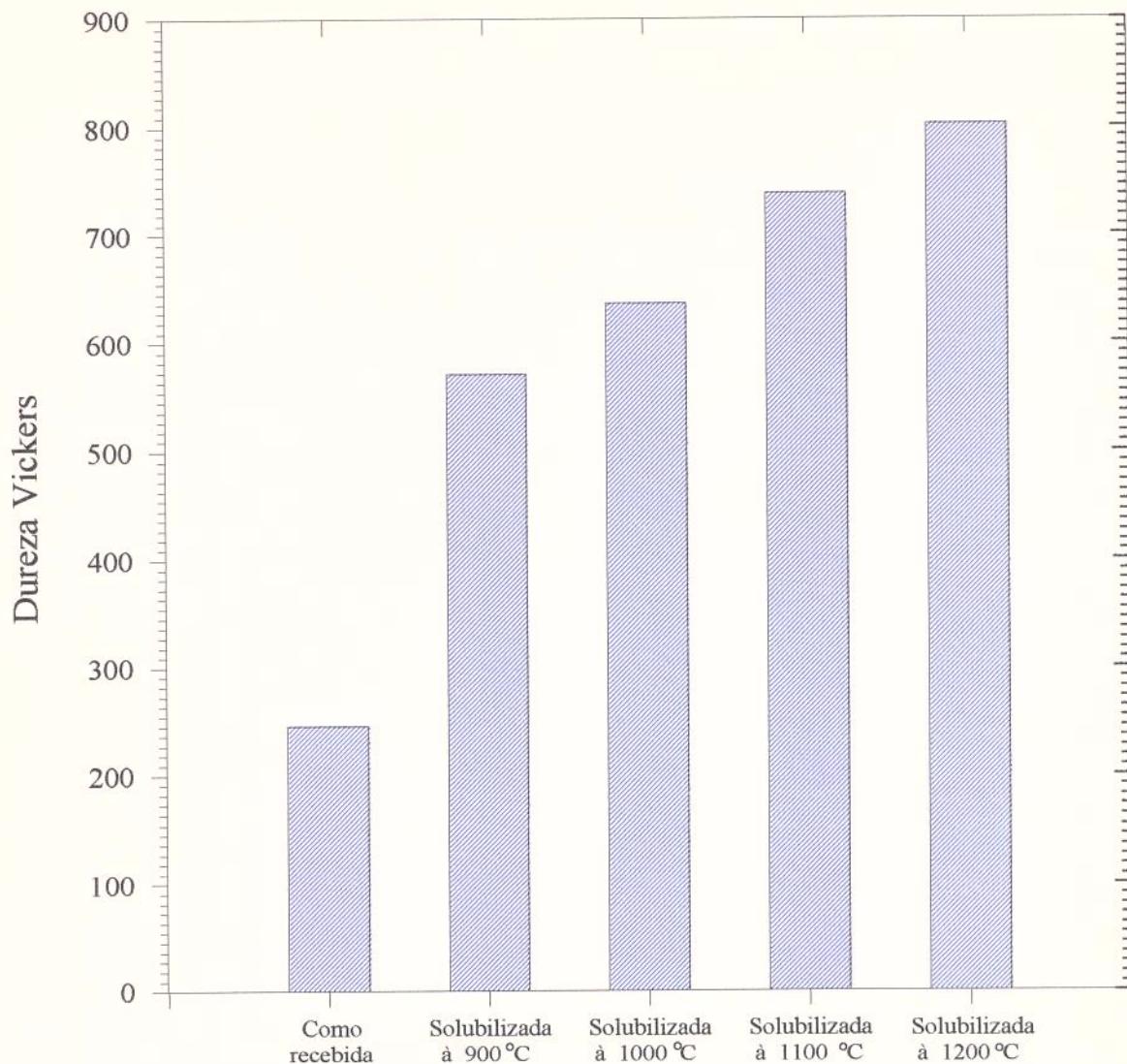


Figura 5. 1 Dureza Vickers da amostra como recebida e das amostras solubilizadas.

Ao usar o reativo “l”, as análises por microscopia eletrônica feitas com o corpo de prova como recebido revelaram uma microestrutura constituída de carbonetos razoavelmente bem distribuídos numa matriz ferrítica. Observou-se também algumas formações de grandes aglomerados de carbonetos claros envolvendo carbonetos escuros (Figura 5. 2, seção longitudinal, posição mediana e núcleo da amostra).

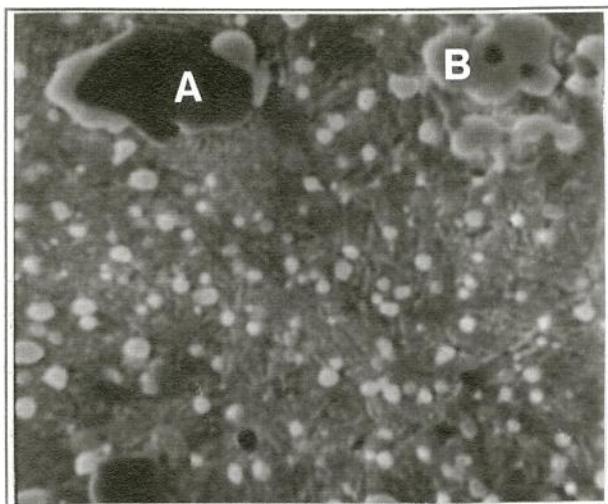
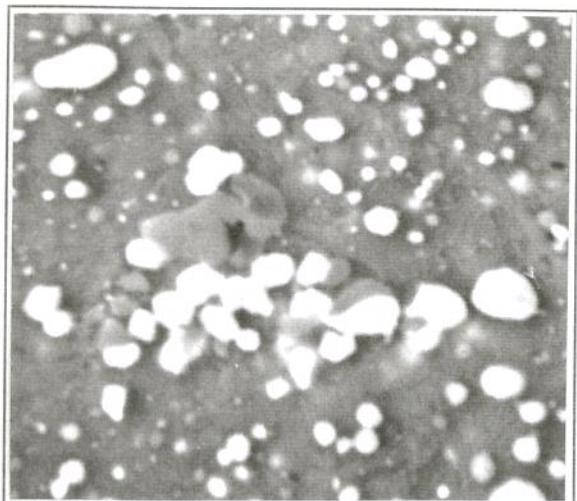


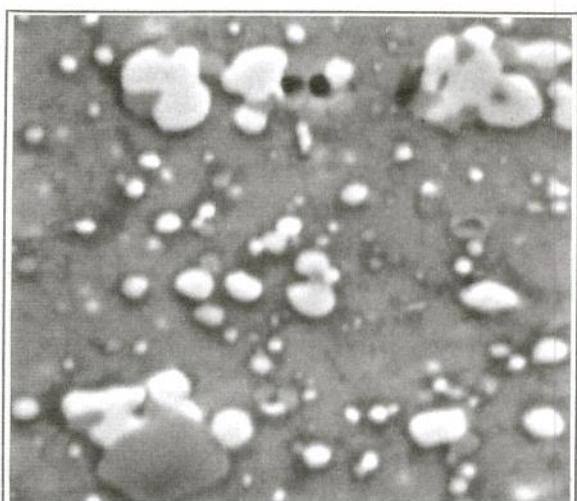
Figura 5. 2 Microestrutura do material como recebido. Ataque: reativo “1”. Matriz ferrítica com carbonetos A=VC/V₄C₃, B=M₆C e Cr₂₃C₆/Cr₇C₃. Aumento 5600 X. MEV.

A microestrutura das amostras solubilizadas é basicamente formada de carbonetos claros e escuros da mesma forma que o material como recebido, notando porém que, os carbonetos diminuem de quantidade e de tamanho à medida que se eleva a temperatura de solubilização e que a matriz é martensítica, pois a dureza aumentou de 250 HV (matriz ferrítica) para a amostra como recebida para a faixa de 570 a 800 HV para as amostras solubilizadas (Figura 5. 3a - d).

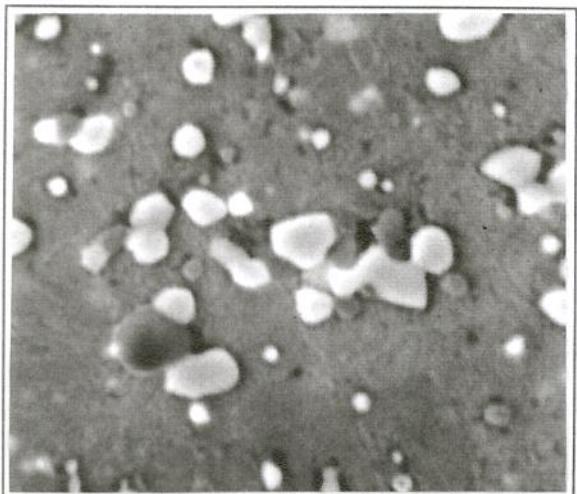
A amostra solubilizada a 1200 °C apresenta uma estrutura composta de grãos nitidamente definidos. Esses grãos podem ter sido delineados por carbonetos que foram solubilizados durante a elevação da temperatura e o encharque e que depois reprecipitaram nos contornos dos antigos grãos austeníticos ao se resfriar a amostra. A estrutura aglomerada permanece ainda com cerca de 2 µm de diâmetro. A diferença de tamanho entre os aglomerados e os carbonetos menores é distintamente grande, como pode ser observado na Figura 5. 3d.



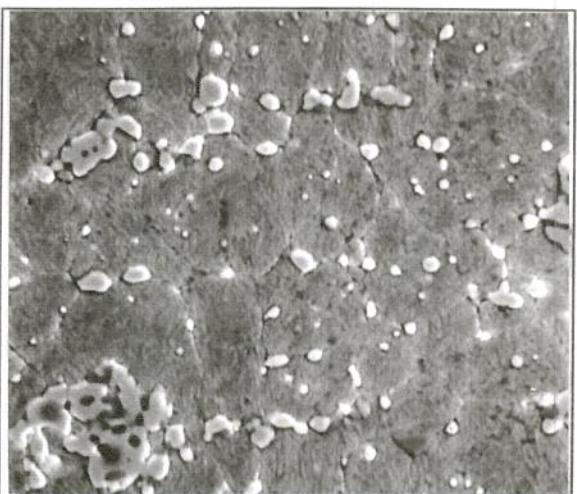
a) 900 °C



b) 1000 °C



c) 1100 °C



d) 1200 °C

Figura 5.3 Metalografias dos Corpos de Prova Solubilizados à 900 °C, 1000 °C, 1100 °C e 1200 °C e resfriados em água. MEV. Ataque: reativo “1”. Aumento 5000 X.

As análises com microssonda revelaram que os grandes carbonetos claros eram constituídos principalmente de tungstênio, molibdênio e ferro; os carbonetos escuros grandes principalmente de vanádio e a matriz principalmente de ferro. Os espectros da microssonda (obtidos e da literatura) podem ser vistos na Figura 5.4, onde notam-se os picos referentes aos elementos de liga e suas quantidades relativas. Os picos dos elementos analisados foram, a

começar da esquerda do espectro; tungstênio M, molibdênio L, titânio K α , vanádio K α , cromo K α ou vanádio K β , ferro K α , ferro K β , tungstênio L α e L β . Foram analisados pela microssonda, para cada fase, 12 campos. Observa-se uma boa concordância entre os valores obtidos e os fornecidos pela literatura.

Os carbonetos claros pequenos, cujos diâmetros eram menores do que o do feixe da microssonda (1 a 2 μm) foram determinadas como sendo carbonetos de tungstênio-molibdênio e carbonetos de cromo. Os carbonetos escuros pequenos mostraram serem mais ricos em vanádio. Apesar do feixe da microssonda ser maior do que o diâmetro dessas fases, percebeu-se um aumento do teor do elemento de liga específico ao se caminhar com o mesmo da matriz imediatamente vizinha para a fase em análise.

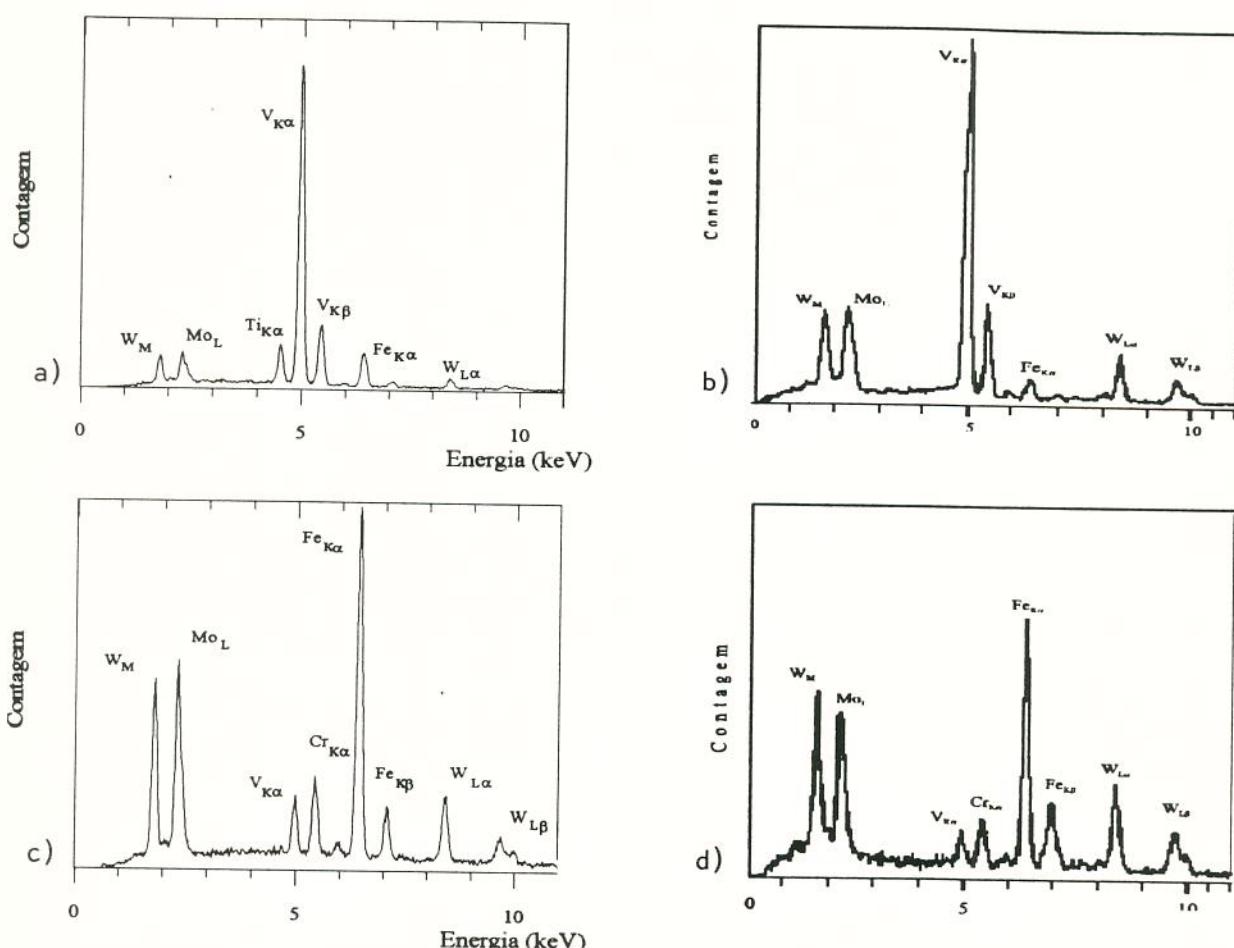


Figura 5. 4 Espectros EDX da microssonda, a) carbonetos escuros grandes - medido, b) carbonetos escuros grandes - literatura [23], c) carbonetos claros grandes - medido e d) carbonetos claros grandes - literatura [23].

Para todas as amostras (como recebida e solubilizadas), os espectros dos precipitados (carbonetos) apresentaram-se iguais, indicando que a composição dos carbonetos não variava com a temperatura (Figura 5. 4). A Figura 5. 5 mostra o espectro EDX das matrizes das amostras “como recebida” e solubilizadas a 900, 1000, 1100 e 1200°C.

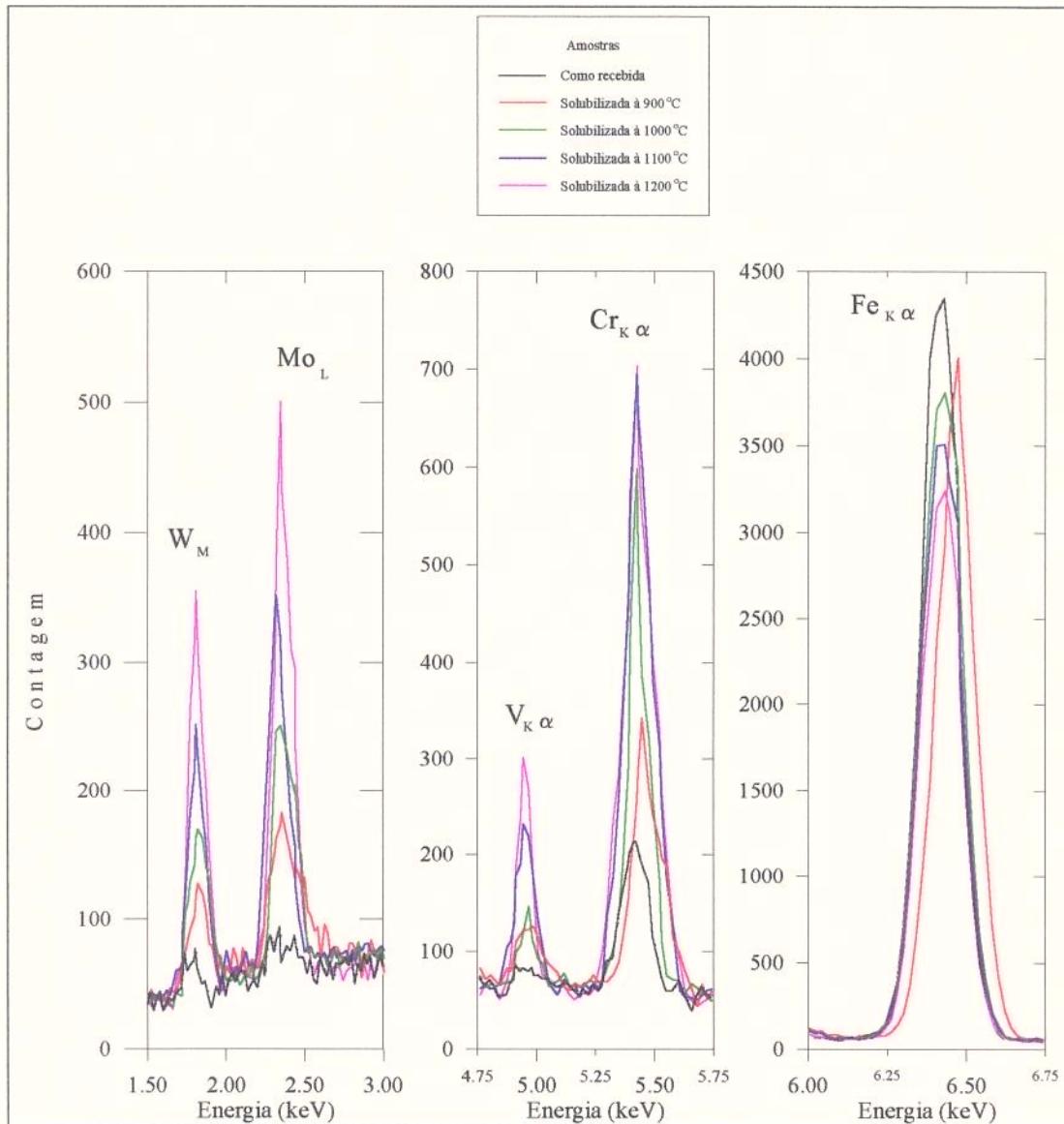


Figura 5. 5 Espectro EDX da microssonda, relativo à matriz das amostras “como recebida” e “solubilizadas”.

As análises feitas com a microssonda sobre a matriz dos corpos de prova revelaram um aumento relativo progressivo do teor dos elementos de liga (W, Mo, Cr e V) devido a dissolução dos carbonetos à medida em que se aumentava a temperatura de tratamento.

As análises por difração de raios-X (anexo I) mostraram que os carbonetos existentes de tungstênio-molibdênio eram do tipo M_6C , os carbonetos de vanádio eram do tipo V_4C_3 e os de cromo eram do tipo $Cr_{23}C_6$ e/ou Cr_7C_3 confirmado a microscopia eletrônica.

Para a análise por difração de raios-X é necessário associar no difratograma os picos, as distâncias interplanares e as fases correspondentes (anexo I). Uma determinada distância interplanar pode estar associada a uma ou a várias fases, dificultando sobremaneira a identificação das mesmas. A Tabela V. 3 mostra as intensidades relativas com que uma fase aparece em uma determinada distância interplanar (pico), ou seja, ao se fazer o ensaio de difração por raios-x de uma fase isolada, ao maior pico é atribuído o valor de 100 % e a intensidade (altura) dos demais são avaliadas em relação a este.

Os dados da Tabela V. 3 foram extraídos do banco de dados que acompanha o programa (software) que controla o difratômetro do IPEN.

A Tabela V. 4 mostra a ocorrência das fases nas distâncias interplanares para os corpos de prova “como recebido” e solubilizados a 900, 1000, 1100 e 1200 °C. Nota-se (anexo I.2-5) que houve uma diminuição geral na intensidade dos picos dos carbonetos com relação aos picos do ferro à medida que se aumentou a temperatura de solubilização, indicando que os carbonetos estavam sendo progressivamente dissolvidos. O que está de acordo com os resultados das análises efetuadas através da microssonda e da microscopia eletrônica de varredura.

A distância interplanar 1,841 Å é uma superposição dos picos de ferro γ (austenita retida), M_6C e Cr_7C_3 . Como se observou que os picos isolados dos carbonetos M_6C e Cr_7C_3 diminuíram relativamente se comparados ao pico do ferro tcc (martensita) quando se elevava a temperatura de solubilização, e também como se observou que o pico 1,841 Å aumentava relativamente nas mesmas condições, conclui-se que este aumento só podia ser devido à elevação do teor de austenita retida. Isto acontece porque com a elevação da

temperatura ocorre a dissolução dos carbonetos, aumentando o teor de carbono na matriz, o que reduz as temperaturas de início (M_I) e fim (M_F) de formação da martensita (Figura 5. 6), favorecendo o aumento da austenita retida.

Tabela V. 3 Intensidade dos picos das fases na difração de Raio-x

distância interplanar Å	Intensidade das fases (%)						
	F a s e s						
	M_6C	VC	V_4C_3	$Cr_{23}C_6$	Cr_7C_3	ferro α/tcc	ferro γ
2,760	80	0	0	0	0	0	0
2,536	80	0	0	0	0	0	0
2,401	0	0	100	0	0	0	0
2,375	0	0	0	50	0	0	0
2,345	0	0	0	0	20	0	0
2,258	80	0	0	0	0	0	0
2,250	80	0	0	0	0	0	0
2,170	0	0	0	50	0	0	0
2,134	100	0	0	0	70	0	20
2,087	0	0	100	0	0	0	0
2,030	0	0	0	0	13	100	0
1,955	80	0	0	0	70	0	0
1,875	0	0	0	50	0	0	0
1,841	40	0	0	0	60	0	100
1,548	60	0	0	0	0	0	0
1,477	0	0	50	0	0	0	0
1,438	0	40	0	70	0	0	10
1,350	80	0	0	0	80	0	0
1,303	100	100	0	0	0	0	0
1,277	60	0	0	0	0	0	0
1,256	0	0	0	100	0	0	0

Obs.: M = Tungstênio e/ou Molibdênio e/ou Ferro.

Tabela V. 4 Ocorrência das fases nas distâncias interplanares para as amostras “Como recebida”, solubilizadas a 900, 1000, 1100 e 1200 °C.

distância interplanar Å	F a s e s				
	Como recebida	Solubilizada a 900 °C	Solubilizada a 1000 °C	Solubilizada a 1100 °C	Solubilizada a 1200 °C
2,401	V ₄ C ₃				
2,345	Cr ₇ C ₃	Cr ₇ C ₃	0	0	0
2,258	M ₆ C				
2,030	ferro α/tcc				
1,841	ferro γ M ₆ C/ Cr ₇ C ₃	ferro γ M ₆ C/ Cr ₇ C ₃	ferro γ M ₆ C/ Cr ₇ C ₃	ferro γ M ₆ C/ Cr ₇ C ₃	ferro γ M ₆ C/ Cr ₇ C ₃
1,256	Cr ₂₃ C ₆	Cr ₂₃ C ₆	Cr ₂₃ C ₆	0	0

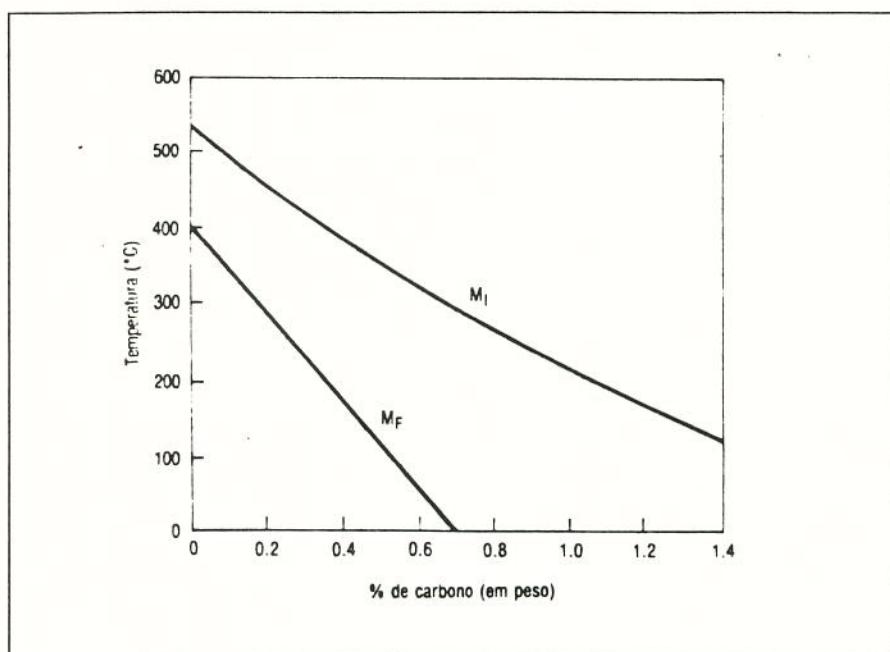


Figura 5. 6 Efeito do teor de carbono nas temperaturas de início (M_I) e fim (M_F) da transformação austenita → martensita^[57].

A austenita retida não foi vista através da análise metalográfica, ficando sua identificação apenas pela difração de raio-x.

Assim, a partir das Tabela V. 3, Tabela V. 4 e dos difratogramas das amostras como recebida e solubilizadas, concluímos que: a) o carboneto V_4C_3 estava presente em todas as amostras, b) o M_6C estava presente em todas as amostras, c) o VC poderia estar presente ou não, pois picos coincidiam com ferro ou M_6C , d) $Cr_{23}C_6$ existia apenas na amostra recozida e nas solubilizadas a 900 e 1000 °C, e) Cr_7C_3 existia na amostra recozida e na solubilizada a 900 °C, porém não nas aquecidas em temperaturas maiores de 1000 °C.

A quantificação dos carbonetos das amostras como recebida e solubilizadas foi feita através do Quantimet (Tabela V. 5), que avaliou quantidades próximas daquelas mencionadas na literatura (Figura 5. 7 e 2.3). Para identificar os carbonetos foram utilizados os mesmos reagentes químicos e o mesmo procedimento mencionado no trabalho de Blickwede e Cohen^[27] (item 4.3.5). Os ataques diferenciadores podem ser vistos na Figura 5. 8.

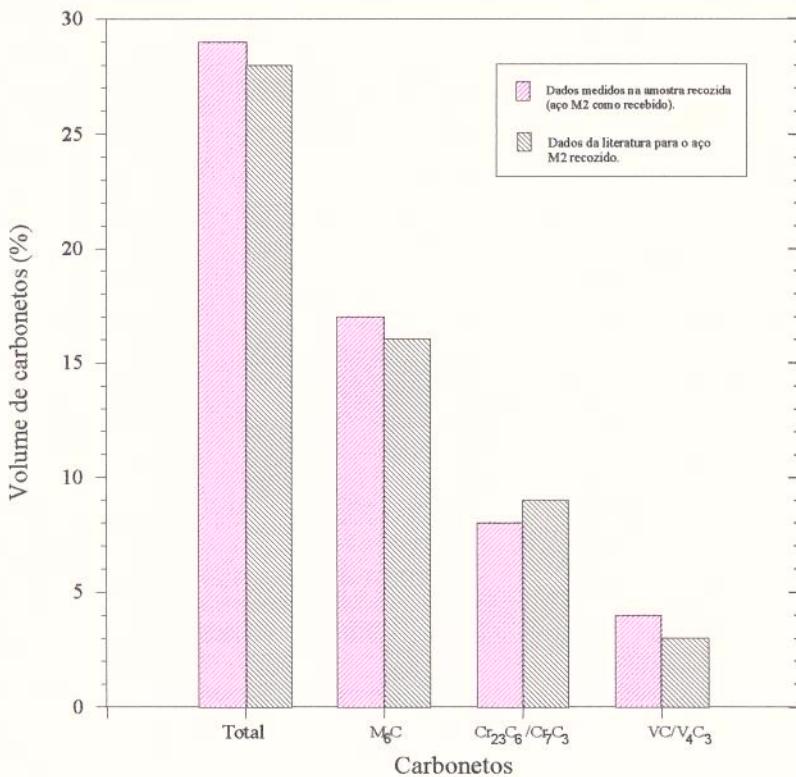


Figura 5. 7 Resultados da análise de quantificação dos carbonetos para a amostra como recebida recozida comparados com os dados da literatura.

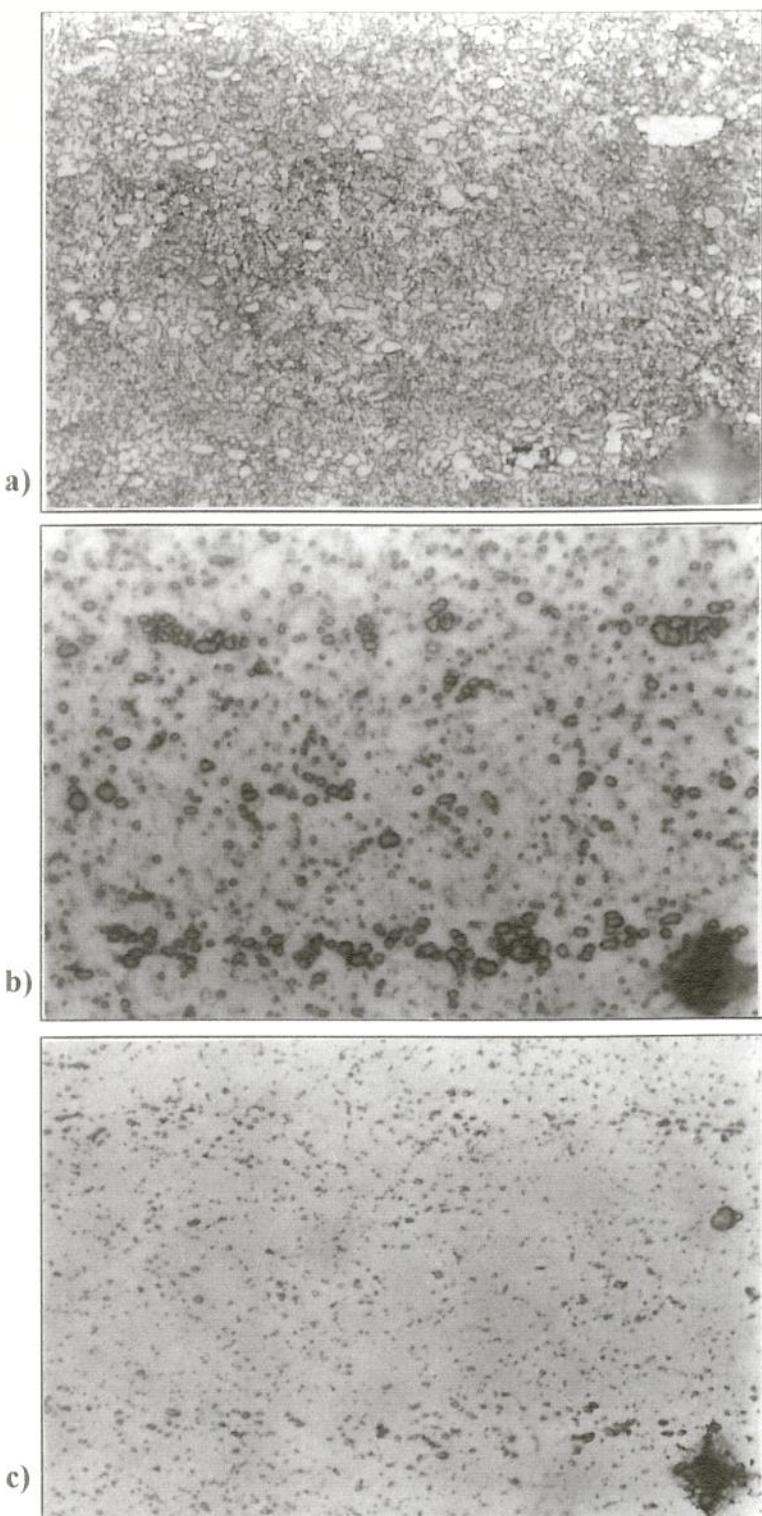


Figura 5.8

Ataques usados no Quantimet, a) ataque “2”, identifica todos os carbonetos, b) ataque “3”, identifica os carbonetos M_6C e c) ataque “4” , identifica os carbonetos VC/V_4C_3 . Os carbonetos $Cr_{23}C_6/Cr_7C_3$ são obtidos por diferença. Amostra como recebida. Aumento: 1000 x.

A quantificação das fases, revelou uma ligeira queda no teor porcentual total dos carbonetos da amostra solubilizada à 900 °C em relação à quantidade encontrada na avaliação do material como recebido. Essa queda foi de 1,0 %, sendo devida, aos carbonetos de cromo ($\text{Cr}_{23}\text{C}_6/\text{Cr}_7\text{C}_3$), uma vez que as quantidades encontradas de carbonetos tungstênio-molibdênio e de vanádio não se alteraram significativamente.

Para a amostra solubilizada à 1000 °C houve uma diminuição geral na fração volumétrica dos carbonetos e uma diminuição mais acentuada ainda para a solubilizada à 1100 °C.

E finalmente, para o corpo de prova solubilizado à 1200 °C, as análises revelaram que os carbonetos de cromo ($\text{Cr}_{23}\text{C}_6/\text{Cr}_7\text{C}_3$), dissolveram-se completamente na matriz, o que já tinha sido previsto pela difração de raio-x.

A Figura 5. 9 mostra os resultados da análise de quantificação dos carbonetos, juntamente com os fornecidos pela literatura, apresentando uma boa concordância entre ambos, o que indica que a técnica empregada neste trabalho apresentou resultados confiáveis.

Tabela V. 5 Quantificação dos Carbonetos. Amostras “Como Recebida” e “Solubilizadas”.

Amostras	Resultados do Quantimet (em volume porcento)			
	$\text{Cr}_{23}\text{C}_6/\text{Cr}_7\text{C}_3$	$\text{VC/V}_4\text{C}_3$	M_6C	Total
Como Recebida	8,0	4,0	17,0	29,0
900 °C	7,0	4,0	17,0	28,0
1000 °C	5,0	3,5	15,5	24,0
1100 °C	1,5	3,0	13,0	17,5
1200 °C	0	2,5	8,5	11,0

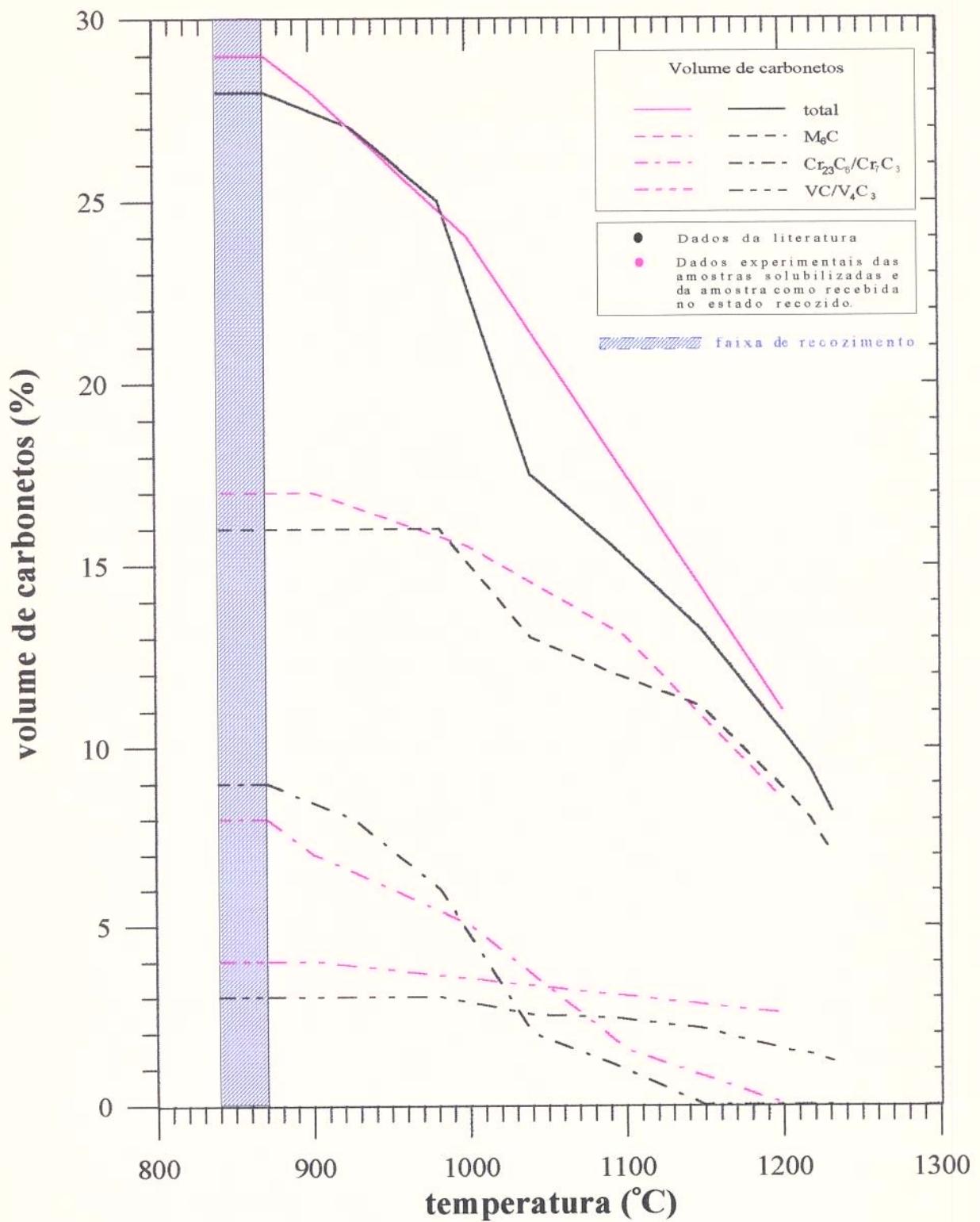


Figura 5.9 Porcentagem volumétrica de carbonetos em função da temperatura das amostras “como recebida” e “solubilizadas”. Análises feitas através do Quantimet.

5.3 Ciclo Básico - Corpos de Prova Tipo “C”

Na Tabela V. 6 são apresentados os valores das tensões de escoamento obtidos através do modelo de Sims para cada amostra laminada. São apresentados também outros dados referentes aos ensaios e aos corpos de prova. A partir dos dados da Tabela V. 6 foram construídos os gráficos mostrados nas Figuras 5.8 a 5.11, onde são mostradas, individualmente, as curvas tensão de escoamento versus deformação verdadeira, para as quatro temperaturas de ensaio, juntamente com as metalografias correspondentes a cada ensaio.

A metalografia foi efetuada em todos os corpos de prova. Usou-se a seção longitudinal central dos corpos de prova e atacou-se com Nital 10 % (reagente “5”). A microscopia eletrônica de varredura foi importante principalmente para diferenciar os carbonetos VC/V₄C₃ (carboneto de vanádio) dos demais, porém a microscopia ótica diferenciou melhor as fases reveladas pelo ataque efetuado. Por exemplo, pudemos perceber as diferenças entre os grãos recristalizados e os não-recristalizados.

As equações das curvas tensão de escoamento versus deformação verdadeira ajustadas pelos polinômios de segundo grau são relacionadas abaixo e também podem ser visualizadas em cada gráfico para cada temperatura de ensaio. Assim, são as seguintes as equações obtidas (σ = tensão de escoamento em MPa e ε = deformação verdadeira, $\ln(h_i/h_f)$):

para 900 °C

$$\overline{\sigma} = 486 + 427*\varepsilon - 840*\varepsilon^2,$$

para 1000 °C

$$\overline{\sigma} = 392 + 362*\varepsilon - 744*\varepsilon^2,$$

para 1100 °C

$$\overline{\sigma} = 259 + 357*\varepsilon - 631*\varepsilon^2 \text{ e}$$

para 1180 °C

$$\overline{\sigma} = 207 + 216*\varepsilon - 396*\varepsilon^2.$$

Tabela V. 6 Dados obtidos dos ensaios de laminação para o ciclo básico.

c. p.	T. lam. °C	T. pico °C	ΔT* °C	hi mm	hf mm	R mm	def. verd. $\ln(h_i/h_f) \cdot 100$	vel . def. s ⁻¹	tensão MPa
A1	900	905	5	8	7,4	66,7	8	6	514
A2	898	918	20	8	6,73	66,7	17	9	538
A3	899	947	48	8	5,74	66,7	33	13	534
A4	900	970	70	8	5	66,7	47	17	503
B1	998	1005	7	8	7,36	66,7	8	6	416
B2	1000	1023	23	8	6,7	66,7	18	9	436
B3	995	1027	32	8	5,86	66,7	31	13	430
B4	994	1036	42	8	5,2	66,7	43	16	410
B4-1	998	1053	55	8	4,78	66,7	52	18	381
C1	1097	1106	9	8	7,26	66,7	10	7	286
C2	1098	1113	15	8	6,5	66,7	21	10	310
C3	1095	1126	31	8	5,84	66,7	32	13	305
C4	1097	1130	33	8	4,9	66,7	49	17	283
E1	1175	1179	4	8	7,2	66,7	11	7	225
E2	1178	1188	10	8	6,42	66,7	22	10	239
E3	1180	1197	17	8	5,74	66,7	33	13	231
E4	1168	1195	27	8	4,94	66,7	48	17	222
E4-1	1185	1213	28	8	4,48	66,7	58	19	198

* ΔT = Temperatura de pico - Temperatura de laminação

Um fenômeno interessante que ocorreu em cada ensaio e que também foi registrado na Tabela V. 1 é que durante as laminações a temperatura do corpo de prova subiu de algumas unidades até algumas dezenas de graus. Foi efetuado um gráfico com as curvas da variação da temperatura (ΔT) em função da deformação verdadeira para cada temperatura de ensaio, o qual pode ser visto através da Figura 5. 10. Notou-se que à medida em que se reduzia a temperatura de laminação, maior era a elevação da temperatura da amostra e esta elevação também era mais pronunciada para maiores reduções aplicadas num único passe.

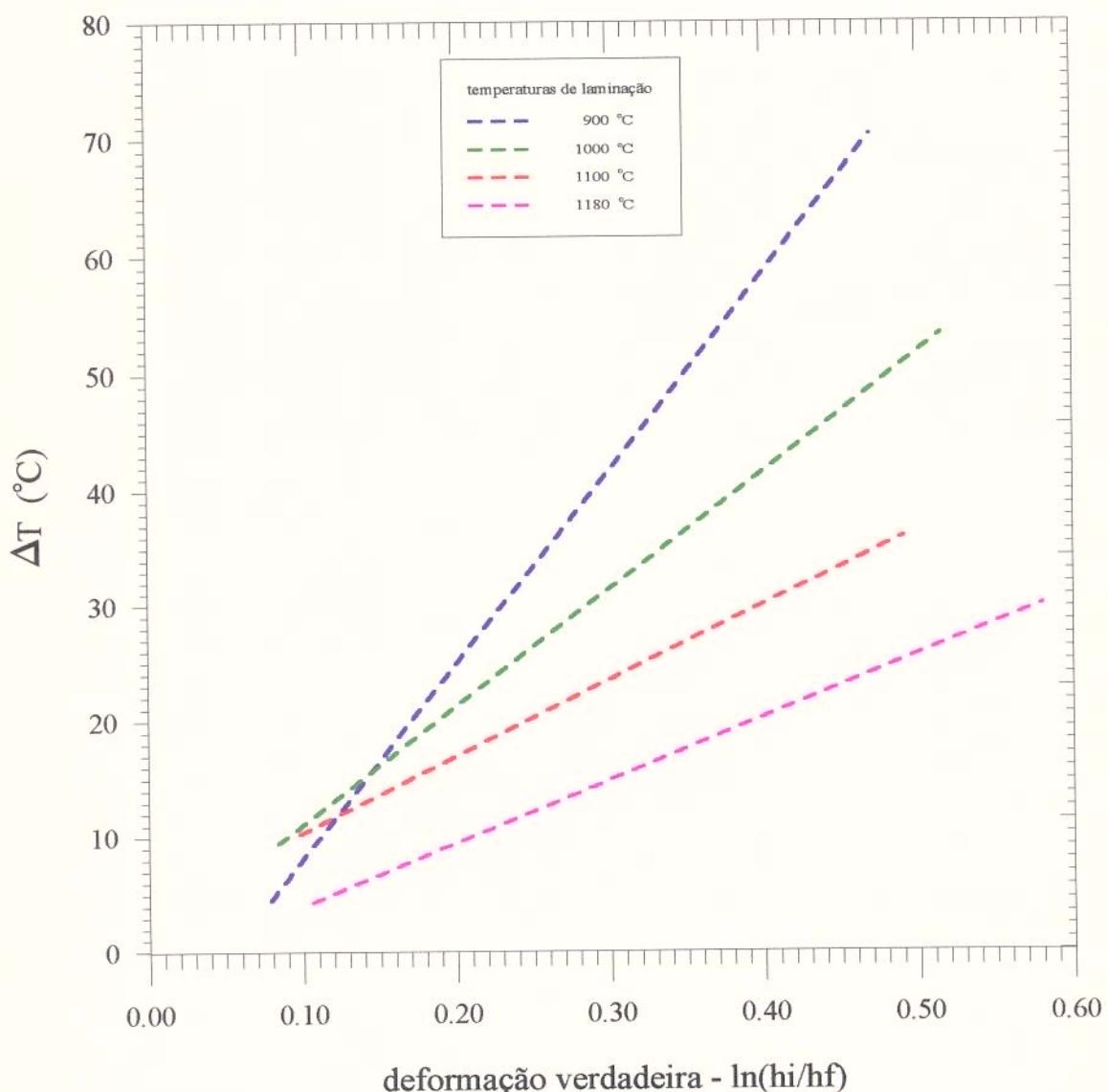


Figura 5. 10 Variação da temperatura de laminação versus deformação.
 ΔT = Temperatura de pico - Temperatura de laminação.

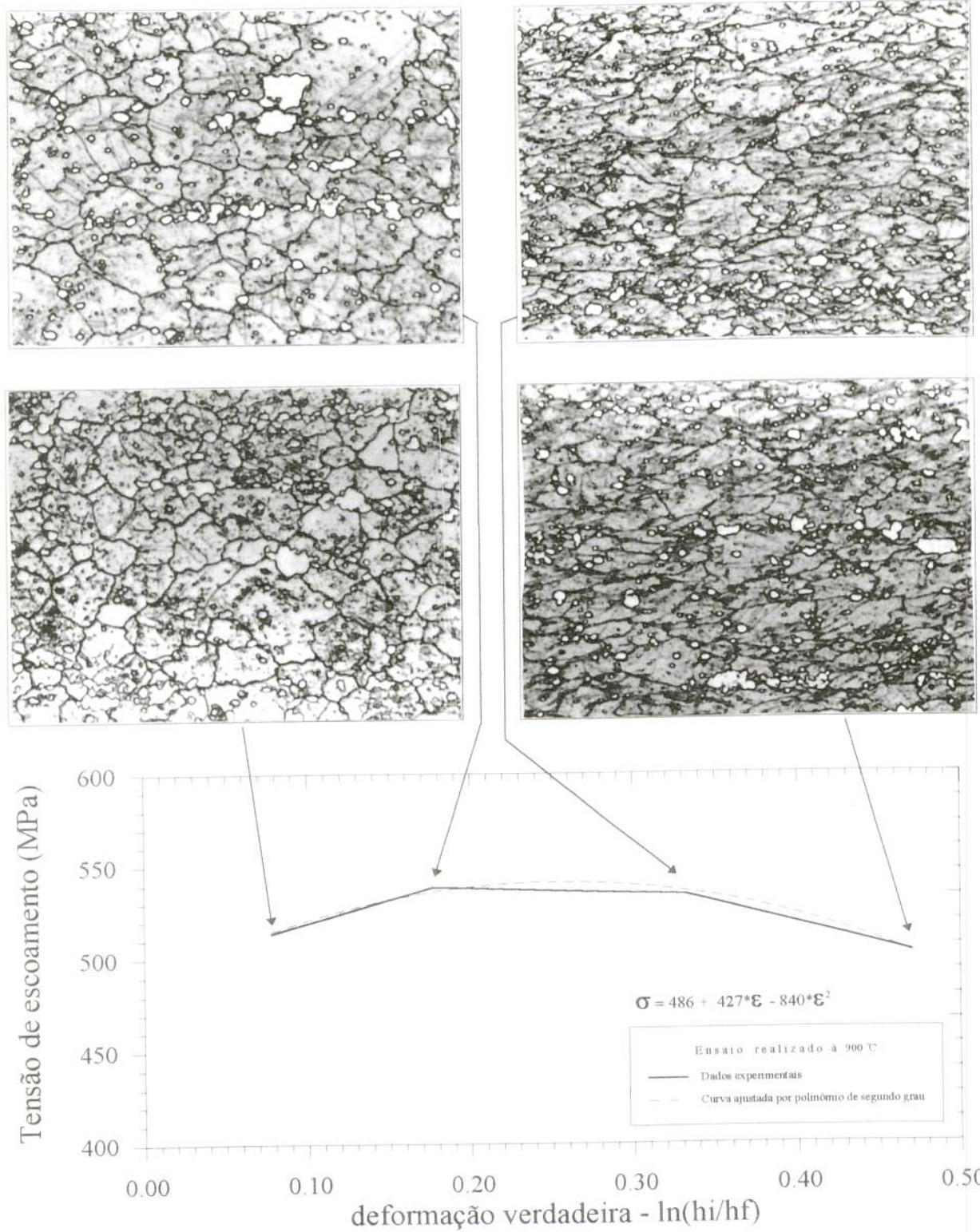


Figura 5.11 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 900 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.

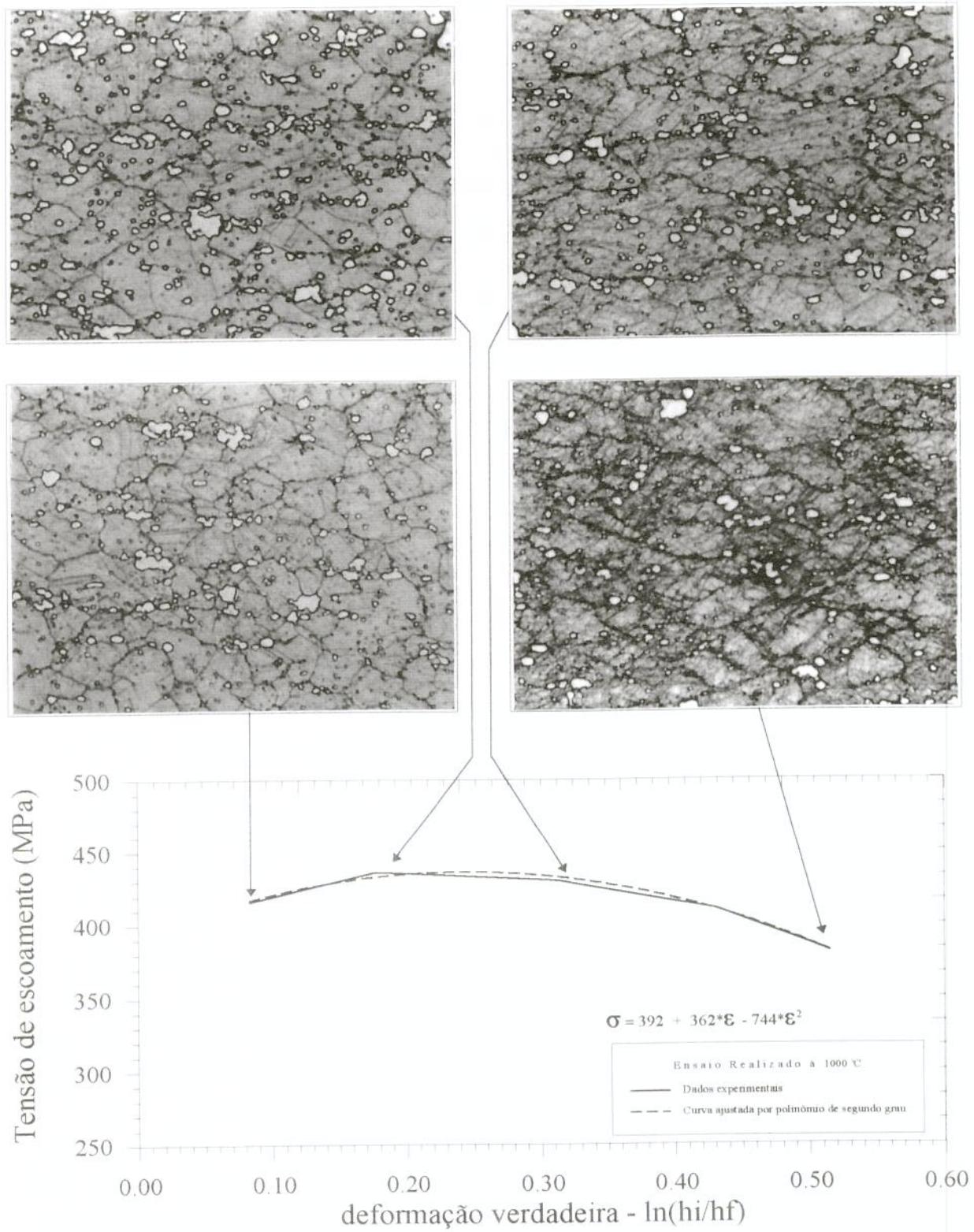


Figura 5.12 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1000 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.

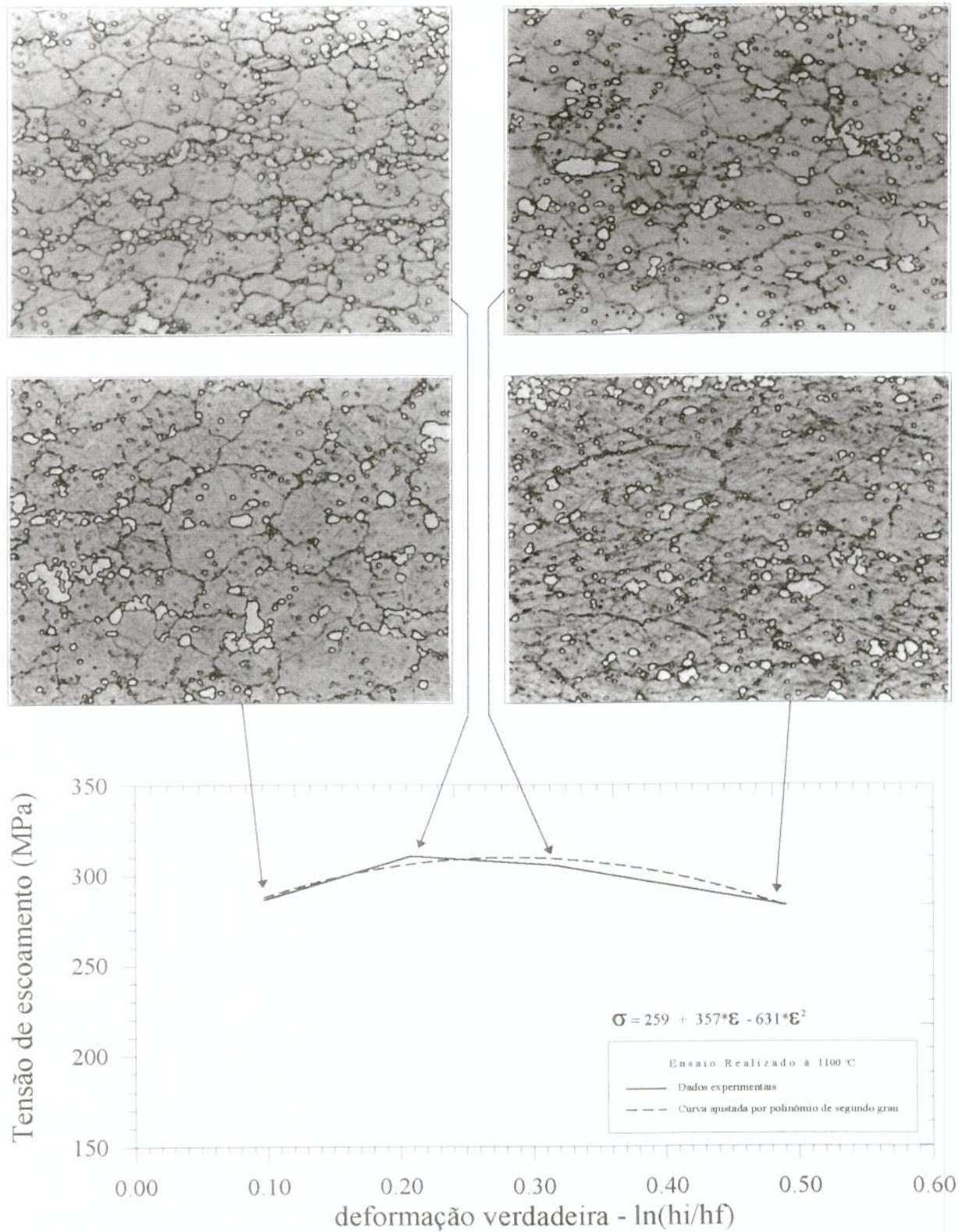


Figura 5.13 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1100 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.

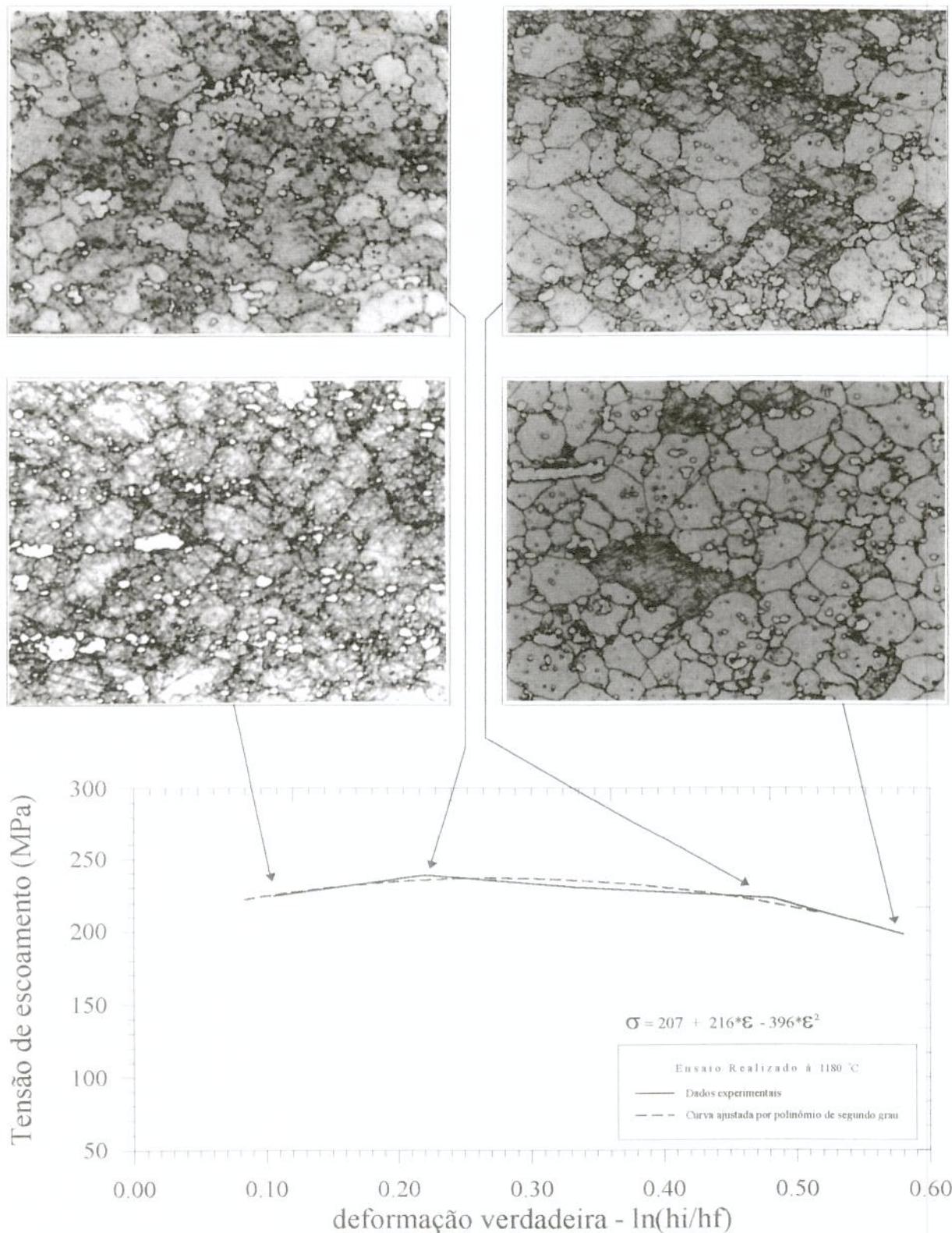


Figura 5.14 Gráfico tensão de escoamento versus deformação verdadeira para o ensaio realizado a 1180 °C. Ataque: Nital 10 %. Aumento: 600 x.

As análises metalográficas efetuadas através do microscópio ótico mostram que para as amostras laminadas a 900 °C, os ensaios efetuados com deformações de 10 % e 20 % , não apresentaram grãos nitidamente deformados comparados com os ensaios realizados com 30 % e 40 % de deformação, onde a deformação dos grãos é evidente. Observou-se, principalmente para a amostra com 40 % de deformação, um aumento das linhas de deformação e um achatamento (empanquecamento) dos grãos paralelos à direção de laminação. Não ocorreram também, variações no tamanho de grão das amostras, permanecendo praticamente constante para todas as deformações ensaiadas, como havia sido planejado.

Os aspectos das curvas, para cada temperatura de ensaio, mostraram-se bastante semelhantes, onde a tensão de escoamento sobe até aproximadamente 25 % de deformação, atinge um máximo e depois decresce com o aumento da mesma.

O aumento da tensão de escoamento é provocado pelo encruamento da estrutura que é acompanhado apenas pela recuperação dinâmica até o ponto máximo da curva e a partir deste ponto tem início a recristalização dinâmica, ocorrendo os dois processos (recuperação e recristalização dinâmicas) simultaneamente^[57,58,59].

Além disso, Sellars e colaboradores^[45] mostraram que para ligas de ferro com estrutura austenítica o processo de amolecimento se dá por recuperação dinâmica para baixas deformações (até o ponto máximo da curva tensão-deformação), por recristalização dinâmica para altos graus de deformação e que os processos estáticos (quando ocorrem) são: recuperação bastante limitada seguida por recristalização.

Outros fatores que contribuem para a ocorrência de recristalização dinâmica são a ausência de precipitação induzida pela deformação, como mostraram nossas análises, e a presença de solutos que retardam a recristalização estática^[60].

Pelo trabalho de Djaic e colaboradores^[61] concluímos que não ocorreu recristalização estática em nossas amostras, primeiro porque para aços carbono o tempo para ocorrer 50% de amolecimento por recristalização estática foi de 3,5 s para os aços com 0,42 % de carbono e 22 s para os com 0,68 % de carbono e esse tempo aumenta com o aumento do

teor de carbono e de elementos de liga e também porque o resfriamento das nossas amostras foi imediato (1 a 2 segundos no máximo) após a laminação.

Observamos que o tamanho de grão para todas as amostras de todos os ensaios não se alterou. Nos ensaios realizados a 1180 °C, observou-se que ocorreu recristalização para todas as deformações praticadas, e que a fração volumétrica de grãos recristalizados aumentou à medida que se elevou o nível de deformação aplicada. Para as amostras ensaiadas até 1100 °C observou-se que à medida que a deformação aumenta, aumentam as quantidades de linhas de deformação e o achatamento dos grãos, o que demonstra que não houve recristalização.

Na Figura 5. 15 são vistas as curvas de tensão de escoamento versus deformação verdadeira para as 4 temperaturas empregadas. Observa-se que, para uma mesma deformação, à medida em que se aumentou a temperatura de laminação houve uma redução na tensão de escoamento do material, o que era esperado.

As curvas têm o aspecto semelhante às obtidas por P. Cook (mencionadas em Tselikov^[48]) para o aço rápido T1^G como pode ser visto na Figura 5. 15. Os valores das tensões de escoamento versus deformação para o aço rápido T1 foram obtidos através de ensaios de compressão a quente e são menores do que aqueles obtidos em nossos ensaios, pois as composições químicas do T1 e do M2 são diferentes (além dos ensaios em si serem diferentes). As diferenças, na tensão de escoamento, entre os dados obtidos neste trabalho e os encontrados por Cook^[48] tornam-se menores à medida que a temperatura do ensaio cresce.

Nota-se também que, a velocidade de deformação não era constante durante o ensaio deste trabalho. Isto ocorre porque à medida que se aumenta a deformação, a velocidade de deformação na laminação também aumenta, uma vez que, foi mantida constante a

^G Composição do M2 e do T1 em peso porcento

designação	C		W		Mo		Cr		V	
	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.
M2	0,78	0,88	5,50	6,75	4,50	5,50	3,75	4,50	1,75	2,20
T1	0,65	0,80	17,25	18,75	0	0	3,75	4,50	0,90	1,30

velocidade de rotação dos cilindros de laminação. Pode-se observar isto pela equação proposta por Larke [54] para calcular a taxa média efetiva de deformação, sob atrito aderente, no estado plano de deformação;

$$\dot{\varepsilon} = v_r \sqrt{\frac{1}{R(h_i - h_f)}} \ln \left(\frac{h_i}{h_f} \right)$$

onde,

V_r = velocidade periférica dos cilindros em mm/s

$\dot{\varepsilon}$ = velocidade de deformação em s^{-1} .

R = Raio dos cilindros em mm

h_i = espessura inicial da chapa em mm

h_f = espessura final da chapa em mm

Para se manter a velocidade de deformação constante teríamos que variar a velocidade dos cilindros o que certamente introduziria outros problemas, como por exemplo, trabalhar com velocidades de laminações baixas o suficiente para aumentar o tempo de contato entre os cilindros e os corpos de prova, resultando em uma queda brusca da temperatura do material. Isto provocaria uma perda de controle da temperatura, um dos parâmetros mais importantes dos ensaios, e consequentemente variações nas tensões de escoamento e na estrutura do material, fugindo assim dos objetivos do trabalho.

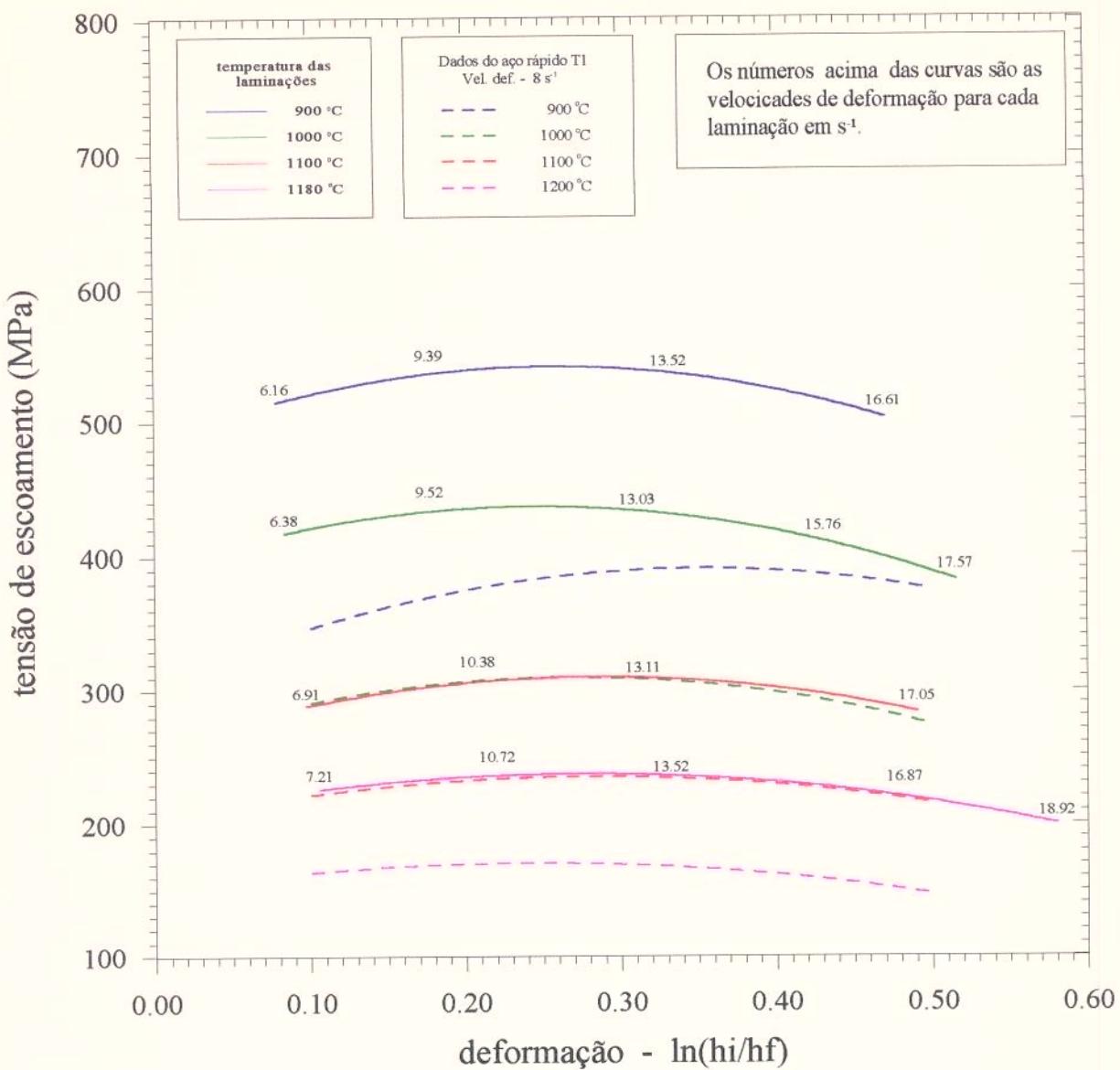


Figura 5.15 Gráfico das tensões de escoamento versus deformação para as quatro temperaturas de ensaio deste trabalho comparado com os resultados do ensaio de compressão para o aço T1, realizado por Cook^[48].

As análises feitas por difração de raio-X (anexo II) revelaram basicamente as mesmas fases encontradas nas amostras como recebida e solubilizadas. Ocorreram, porém, algumas variações (em relação as amostras como recebida e solubilizadas) descritas a seguir (Tabela V. 7):

Tabela V. 7 Ocorrência das fases para as amostras laminadas a 900, 1000, 1100 e 1180 °C.

deformações verdadeiras	Carbonetos nas amostras laminadas a:			
	900 °C	1000 °C	1100 °C	1180 °C
10 %	1, 2, 3 e 4	1, 2, 3 e 4	1, 2 e 3	1 e 3
20 %	1, 2, 3 e 4	1, 2, 3 e 4	1, 2 e 3	1 e 3
30 %	1, 2, 3 e 4	1, 2, 3 e 4	1, 2 e 3	1 e 3
40 %	1, 2, 3 e 4	1, 2, 3 e 4	1, 2 e 3	1 e 3

Obs. 1 = V_4C_3 a $d = 2,401 \text{ \AA}$
 2 = Cr_7C_3 a $d = 2,345 \text{ \AA}$
 3 = M_6C a $d = 2,258 \text{ \AA}$
 4 = $Cr_{23}C_6$ a $d = 1,256 \text{ \AA}$

- 1) O pico relativo ao sinal 100 % de intensidade da austenita ($1,841 \text{ \AA}$) não apareceu nos difratogramas das amostras laminadas. A austenita retida, que apareceu nas amostras “como recebida” e “solubilizadas”, pode ter sido transformada em martensita (nas amostras laminadas) pela deformação aplicada ou porque tinha menos carbono na matriz.
- 2) Para uma mesma temperatura de laminação não houve variação quanto ao tipo de fase formada.
- 3) Os picos referentes aos carbonetos Cr_7C_3 foram observados nas amostras laminadas de 900 a 1100 °C, mas não nas amostras laminadas a 1180 °C. Isto ocorreu porque o tempo de permanência de todas as amostras em altas temperaturas foi pequeno (5 minutos até atingirem a temperatura de 1220 °C e 1 a 3 segundos para a retirada do forno e início do resfriamento) e não foi suficiente para dissolver todos os carbonetos,

diferentemente do que ocorreu com as amostras solubilizadas (os carbonetos Cr₇C₃ não apareceram acima de 1000°C). O tempo nessa temperatura (1220 °C) foi o suficiente para que o núcleo atingisse a temperatura estabelecida, objetivando assim igualar o tamanho de grão nas amostras.

Comparamos os dados da Tabela V. 4 com os da Tabela V. 7 e tivemos a impressão de que houve precipitação de carboneto Cr₇C₃ induzida por deformação nas amostras laminadas nas temperaturas de 1000 e 1100 °C, porém não pudemos fazer esta afirmação pois, as amostras solubilizadas sofreram tratamento térmico diferente das laminadas (Figuras 4.4 e 4.5).

4. De maneira semelhante ao que ocorreu com as amostras “como recebida” e “solubilizadas”:
 - a) os picos dos carbonetos VC mostraram-se superpostos com picos de outros carbonetos, não se podendo afirmar com certeza se os mesmos (os carbonetos VC) existiam ou não nas amostras laminadas.
 - b) os carbonetos Cr₂₃C₆ apareceram nas amostras laminadas a 900 e 1000 °C e não ocorreram nas laminadas a 1100 e 1180 °C.
 - c) os carbonetos V₄C₃ e M₆C e o ferro α/tcc apareceram em todas as amostras laminadas.

Os difratogramas das amostras laminadas a 900 °C apresentaram picos na faixa de 3,0375 a 4,1545 Å (Tabela V. 8), os quais não apareceram para as amostras laminadas nas demais temperaturas. Desse modo, na temperatura de 900 °C as deformações favoreceram a precipitação de fases que não ocorreram em temperaturas maiores como o FeW₃C e o M₂C. De qualquer maneira pela intensidade dos picos o volume das mesmas deveria ser muito pequeno.

Tabela V. 8 Intensidade dos picos das fases (complemento da Tabela V.3), apenas para as amostras laminadas a 900 °C e deformadas a 10, 20, 30 e 40 %.

distância interplanar Å	Intensidade das fases (%)						
	Fases						
	M ₆ C	VC	V ₄ C ₃	Cr ₂₃ C ₆	Cr ₇ C ₃	FeW ₃ C	M ₂ C
4,1545	0	0	0	0	0	0	100
3,9174	0	0	0	0	0	5	0
3,3397	0	0	0	0	0	5	0
3,0671	20	0	0	1	0	0	0
3,0375	0	0	0	0	2	0	0

Observou-se nos difratogramas que, à medida que se aumentava a temperatura e a deformação, os picos tornaram-se mais largos nas bases. Isto ocorre quando se tensiona a estrutura, e quanto mais tensionada a estrutura mais “espalhado” aparece o pico.

Para uma mesma temperatura de laminação as deformações não provocaram variações significativas na fração volumétrica dos carbonetos (Tabela V. 9). As variações apresentadas referem-se certamente ao erro experimental inerente às medidas

A Figura 5. 16 mostra um gráfico com as curvas obtidas da fração volumétrica média em função da temperatura para as amostras laminadas e para as solubilizadas.

Tabela V. 9 Fração volumétrica dos carbonetos nas amostras laminadas.

Amostras laminadas		Resultados do Quantimet (em volume porcento)			
temperatura	ε	$\text{Cr}_{23}\text{C}_6/\text{Cr}_7\text{C}_3$	$\text{VC}/\text{V}_4\text{C}_3$	M_6C	Total
900 °C	10 %	4,6	4,3	15,1	24,0
	20%	4,7	4,1	14,8	23,6
	30%	4,2	3,8	14,9	22,9
	40%	4,5	3,8	15,2	23,5
	média	4,5	4,0	15,0	23,5
1000 °C	10 %	3,8	3,9	14,7	22,4
	20 %	3,9	3,8	14,3	22,0
	30 %	3,8	3,6	14,4	21,8
	40 %	3,7	3,9	14,6	22,2
	média	3,8	3,8	14,5	22,1
1100 °C	10 %	2,3	3,2	13,7	19,2
	20 %	2,3	3,3	13,8	19,4
	30 %	2,5	3,6	14,1	20,2
	40 %	2,5	3,5	14,0	20,0
	média	2,4	3,4	13,9	19,7
1180 °C	10 %	0	3,2	13,1	16,3
	20 %	0	3,1	13,2	16,3
	30 %	0	2,9	12,8	15,7
	40 %	0	2,8	12,9	15,7
	média	0	3,0	13,0	16,0

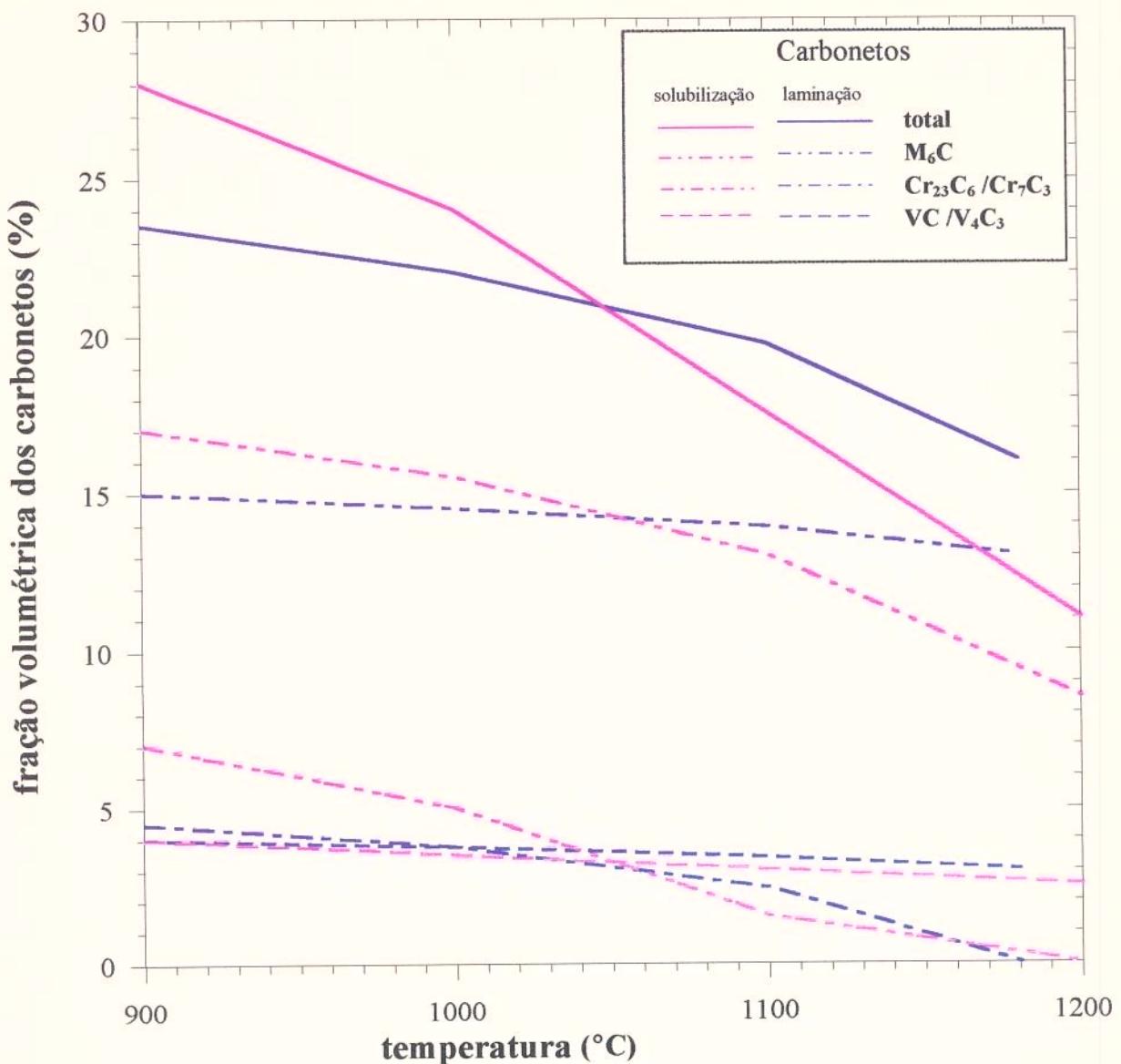


Figura 5.16 Fração volumétrica dos carbonetos nas amostras solubilizadas e nas laminadas.

Observa-se que para temperaturas de 900 a 1000 °C a fração volumétrica era maior nas amostras solubilizadas. Isto ocorreu porque nas amostras laminadas a temperatura foi elevada, embora rapidamente, até 1220 °C para homogeneização da granulação austenítica, e só depois laminadas nas temperaturas indicadas. Isto provocou uma maior dissolução dos carbonetos.

Já as amostras laminadas a 1100 e 1180 °C apresentaram uma maior fração volumétrica de carbonetos que as amostras solubilizadas, porque estes últimos ficaram um tempo maior na temperatura indicada (15 minutos para as amostras solubilizadas e alguns segundos para as laminadas).

Na realidade a dissolução dos carbonetos é uma função de duas variáveis: tempo e temperatura, e em vista disso, para cada temperatura utilizada, a contribuição destas variáveis no processo de dissolução dos carbonetos teve intensidades diferentes levando a resultados, as vezes, opostos.

5.4 . Ciclo Geral

Os corpos de prova utilizados foram os do tipo “B”. Esta laminação simulou uma laminação industrial do M2.

Na Figura 5. 17 são mostradas as curvas das tensões de escoamento em função da temperatura para as 3 laminações com deformações verdadeiras entre passos de 10 %. Foi calculada e traçada uma curva média ajustada por uma reta a qual pode ser vista também na Figura 5. 17. A equação da curva média ajustada tem a seguinte forma:

$$\bar{\sigma} = 2435 - 1,98 \cdot T$$

onde,

T = temperatura em graus centígrados.

$\bar{\sigma}$ = tensão média de escoamento em MPa.

A Figura 5. 18 mostra a estrutura bastante deformada da laminação 3, onde as linhas de deformação contornam os carbonetos e em conjunto com estes tendem a formar vazios no alinhamento dos mesmos.

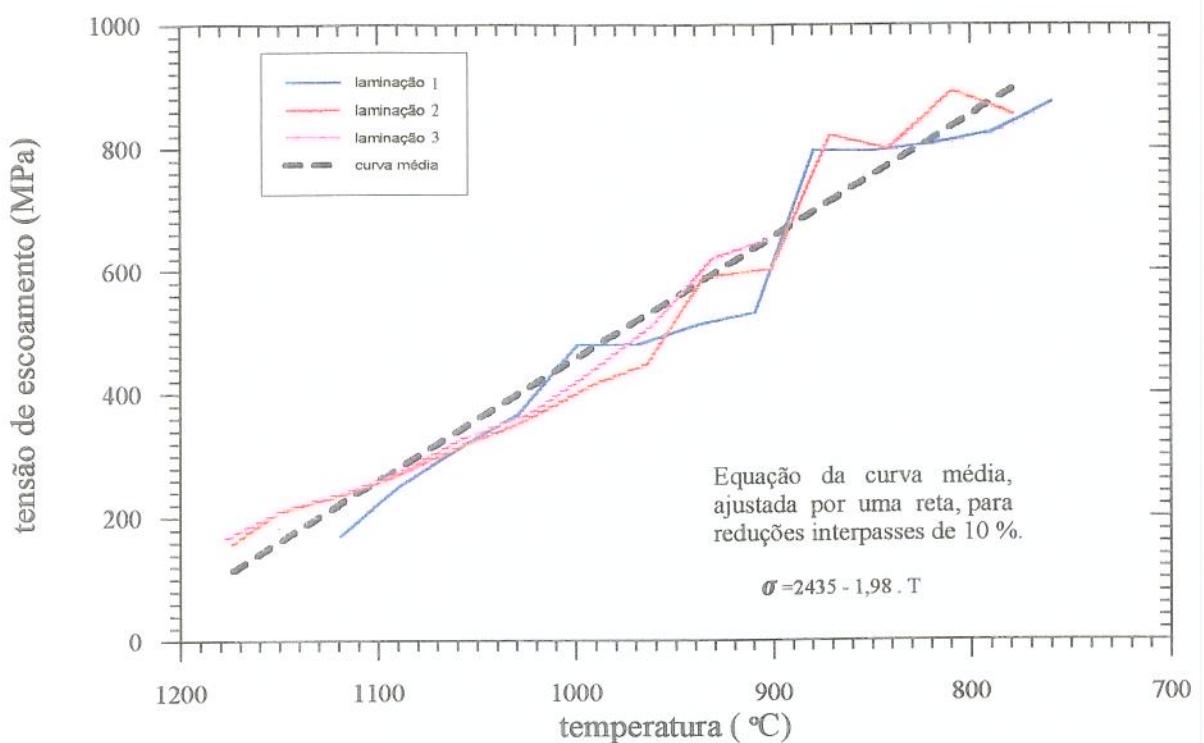


Figura 5.17 Gráfico das tensões de escoamento para as 3 laminações.

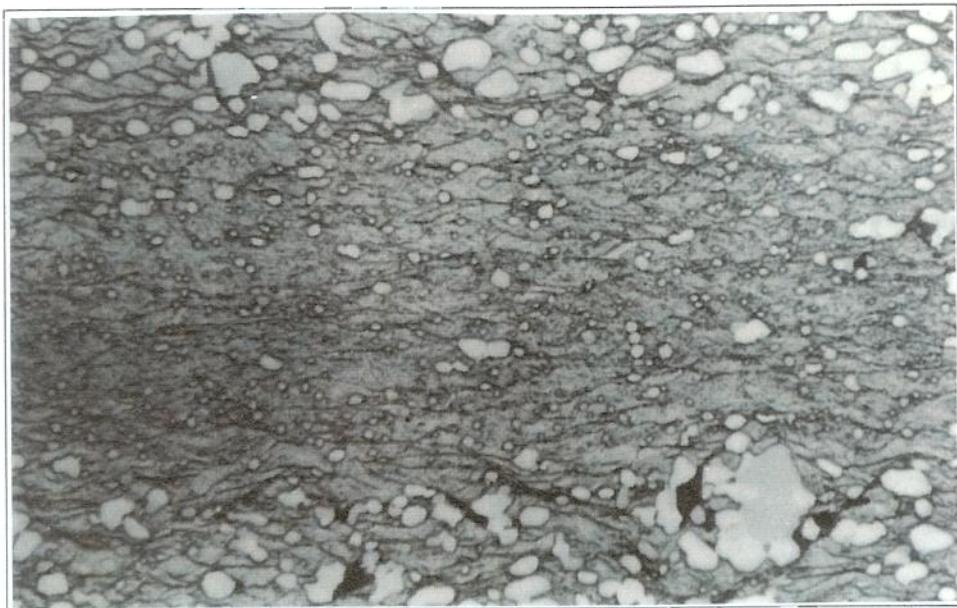


Figura 5.18 Microestrutura do corpo de prova da laminação 3. Ataque "1". Aumento: 2000x.

As principais observações retiradas deste ciclo foram:

- a tensão de escoamento aumentou com a queda da temperatura, o que era esperado.
- durante estas laminações não foram observadas trincas de borda por toda a lateral das amostras. Elas apresentaram um acabamento superficial bom e as trincas que surgiram no topo das amostras podem ter sido devidas a insuficiência do chanframento da extremidade a ser mordida pelos cilindros.

Referências Bibliográficas:

- 56 Bain, E. C.; Paxton, H. W.. "Alloying Element in Steel". ASM, second edition, 1966, p. 31-37, 128.
- 57 Dieter, G. E.. "Mechanical Metallurgy". Second Edition, McGraw-Hill, 1961, p. 531-583.
- 58 Reed-Hill, R. E.. "Physical Metallurgy Principles". Second Edition, D. Van Nostrand Company, Cincinnati, New York, 1973, p. 267-325,723.
- 59 Jonas, J. J.; Sellars, C. M.; Tegart, W. J. McG.. "Strength and Structure Under Hot-Working Conditions". Metallurgical Reviews, The Institute of Metals, London. V. 14, 1969, p. 1-24.
- 60 Laasraoui, A.; Jonas, J. J.. Prediction of Steel Flow Stresses at High Temperatures and Strain Rates. Metallurgical Transactions A, V. 22A, Jul. 1991, p. 1545-1558.
- 61 Djaic, R. A. P.; Jonas, J. J.. Static Recrystallization on Austenite Between Intervals of Hot Working. Journal of Iron and Steel Institute, V. 210, Apr. 1972, p. 256-261.

Capítulo 6

Conclusões

1) Em relação às amostras de aço M2 solubilizadas entre 900 e 1200 °C, conclui-se que:

- Os carbonetos de vanádio (V_4C_3) foram os que apresentaram a menor taxa de dissolução. Os carbonetos de cromo (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e os de tungstênio/molibdênio (M_6C) apresentaram taxas de dissolução similares e maiores que os de vanádio.
- Observou-se uma pequena fração volumétrica de austenita retida em amostras solubilizadas a 1100 e 1200 °C.
- Os carbonetos de cromo (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) apareceram em amostras solubilizadas a 900 e 1000 °C mas não em temperaturas de 1100 a 1200 °C.
- Os carbonetos V_4C_3 e M_6C apareceram em todas as amostras solubilizadas.

2) Em relação ao aço M2 laminado entre 900 e 1180 °C para deformações verdadeiras de 10 a 40 %, conclui-se que:

- Para uma mesma temperatura de laminação a quantidade de deformação aplicada não influenciou no tipo, na forma ou na fração volumétrica dos carbonetos.
- Os carbonetos encontrados após laminação a 900 °C foram M_6C , V_4C_3 , Cr_7C_3 , $Cr_{23}C_6$, além de traços de FeW_3C e M_2C .
- Após laminação a 1000 °C foram identificados os carbonetos de M_6C , V_4C_3 , Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$, sendo que a partir de 1100 °C o $Cr_{23}C_6$ desaparecia e a 1180 °C somente os M_6C e V_4C_3 eram encontrados.

- Não se observou austenita retida nas amostras laminadas, pois o pico correspondente a mesma não apareceu nos difratogramas.
- À medida que se reduzia a temperatura de laminação, maior era a elevação da temperatura da amostra devido ao calor gerado pela deformação aplicada. A elevação da temperatura da amostra também era mais pronunciada para maiores reduções aplicadas num único passe.
- As equações obtidas da tensão de escoamento versus deformação verdadeira constituem um dado que não existia na literatura e que será de grande utilidade para a laminação industrial deste aço, visto que com a tensão de escoamento, pode-se calcular a força necessária para laminar o aço em diferentes temperaturas e para deformações verdadeiras de 10 a 40 %, o que normalmente ocorre na prática industrial de laminação destes aços.
- A tensão de escoamento cresceu à medida que se elevou a deformação de 10 para 20 % em todas as temperaturas ensaiadas. Com o aumento da deformação de 20 para 30 ou 40 % a tensão de escoamento se reduziu, devido à recuperação em todas as amostras. Estes dados são coerentes com os obtidos para compressão a quente em aço T1 por outros pesquisadores.
- A recristalização deste aço só ocorreu em elevadas temperaturas (1180°C) e para deformações verdadeiras acima de 20 %.

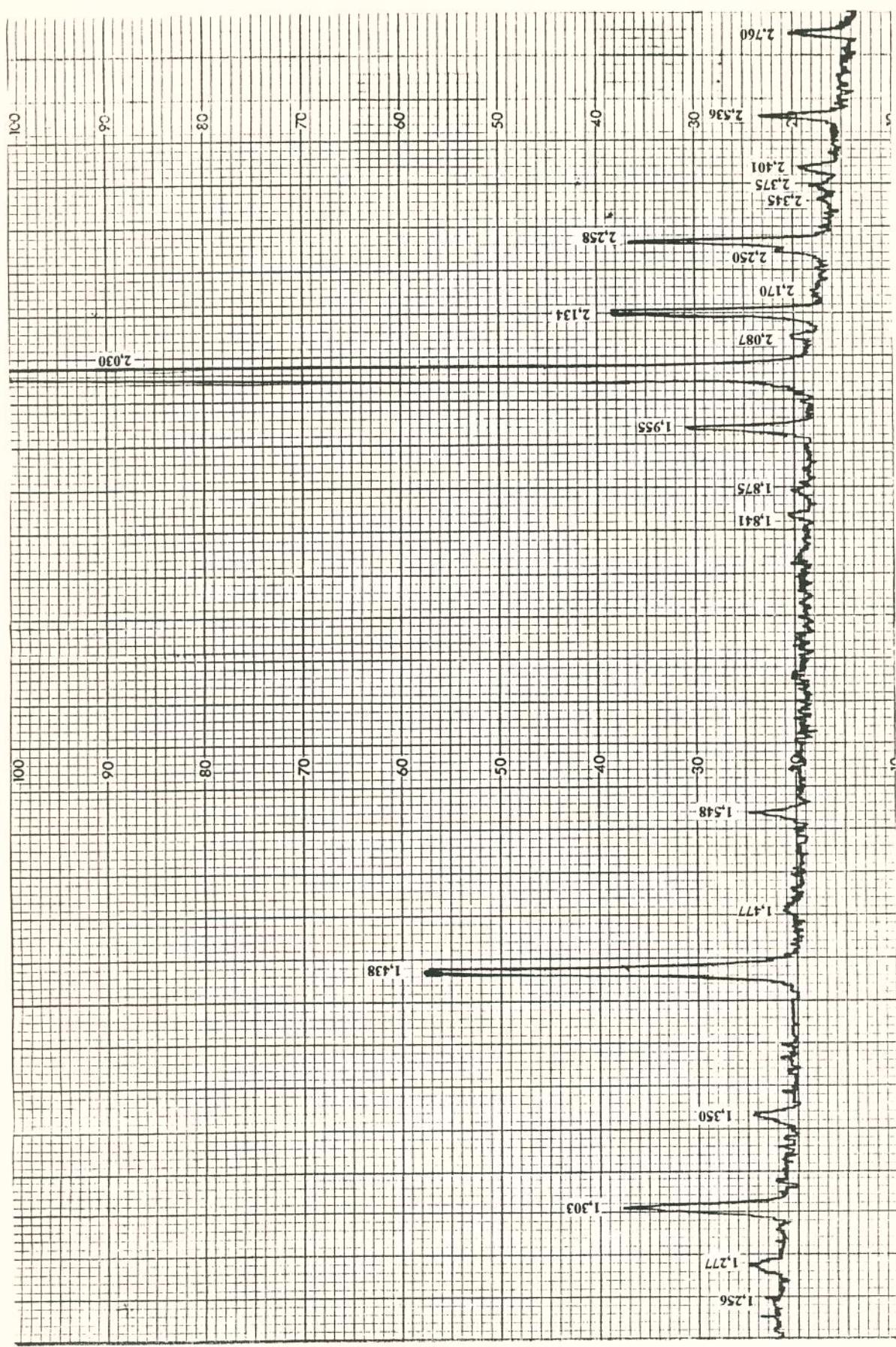
3) Em relação ao aço M2 laminado entre 800 e 1180°C para deformações verdadeiras de 10 %, conclui-se que:

- A equação obtida que correlaciona tensão de escoamento em função da temperatura, será de grande utilidade às empresas que laminam o M2, pois os mesmos poderão prever a força necessária para laminar o aço nas diferentes temperaturas e com isso ajustar seu programa de laminação, para que não ocorram danos no equipamento ou na chapa que está sendo laminada.

Sugestões Para Trabalhos Futuros

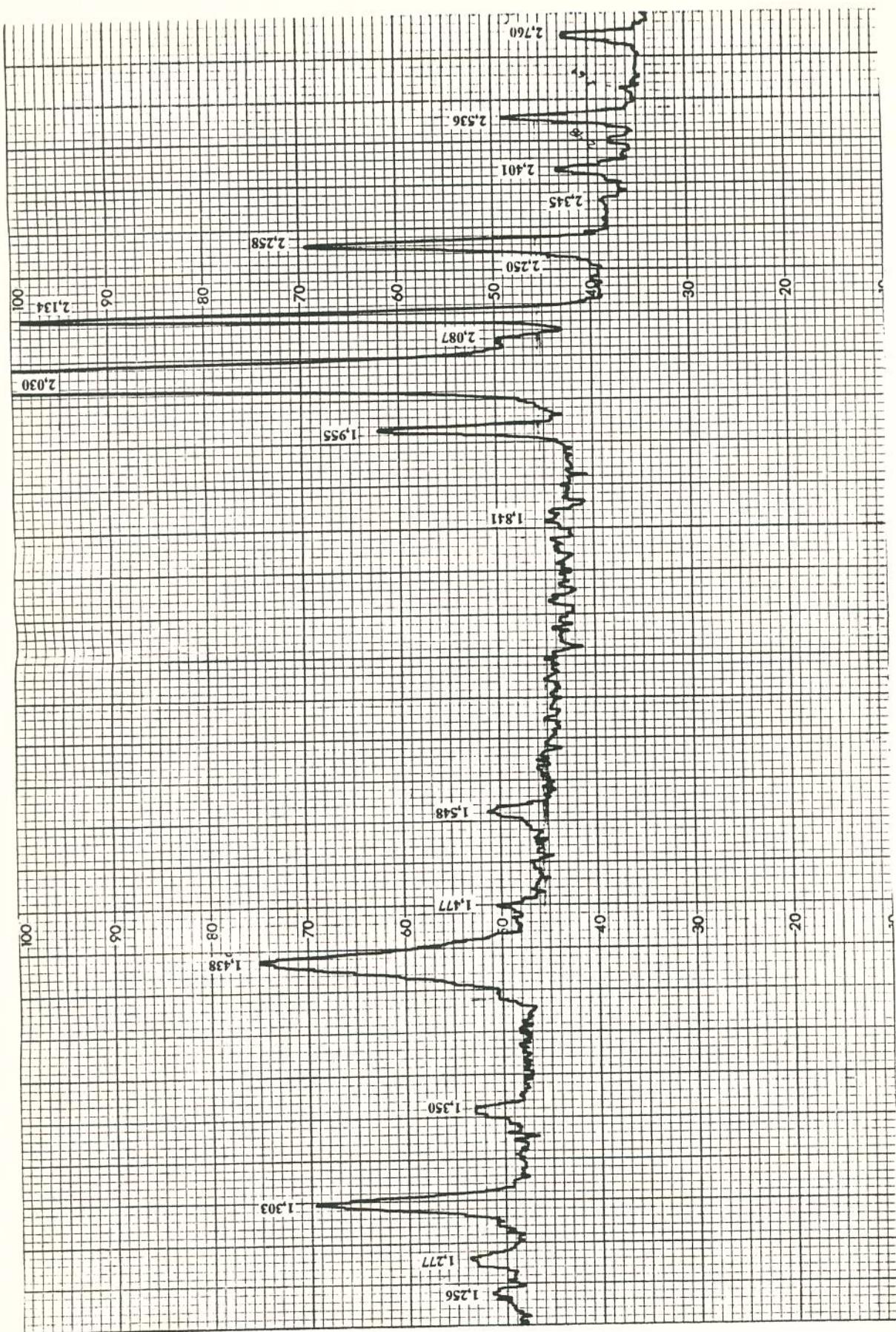
- Complementar os ensaios com velocidades de deformação constantes na laminação experimental, correlacionando tensão de escoamento, deformação verdadeira e velocidade de deformação.
- Verificar a correlação entre os dados experimentais e os obtidos em laminadores industriais.
- Correlacionar os dados da laminação experimental com os obtidos através de outros métodos, por exemplo, por torção e compressão a quente.
- Verificar, através de técnicas especiais (p. ex. microscopia eletrônica de transmissão), os núcleos de recuperação e recristalização.

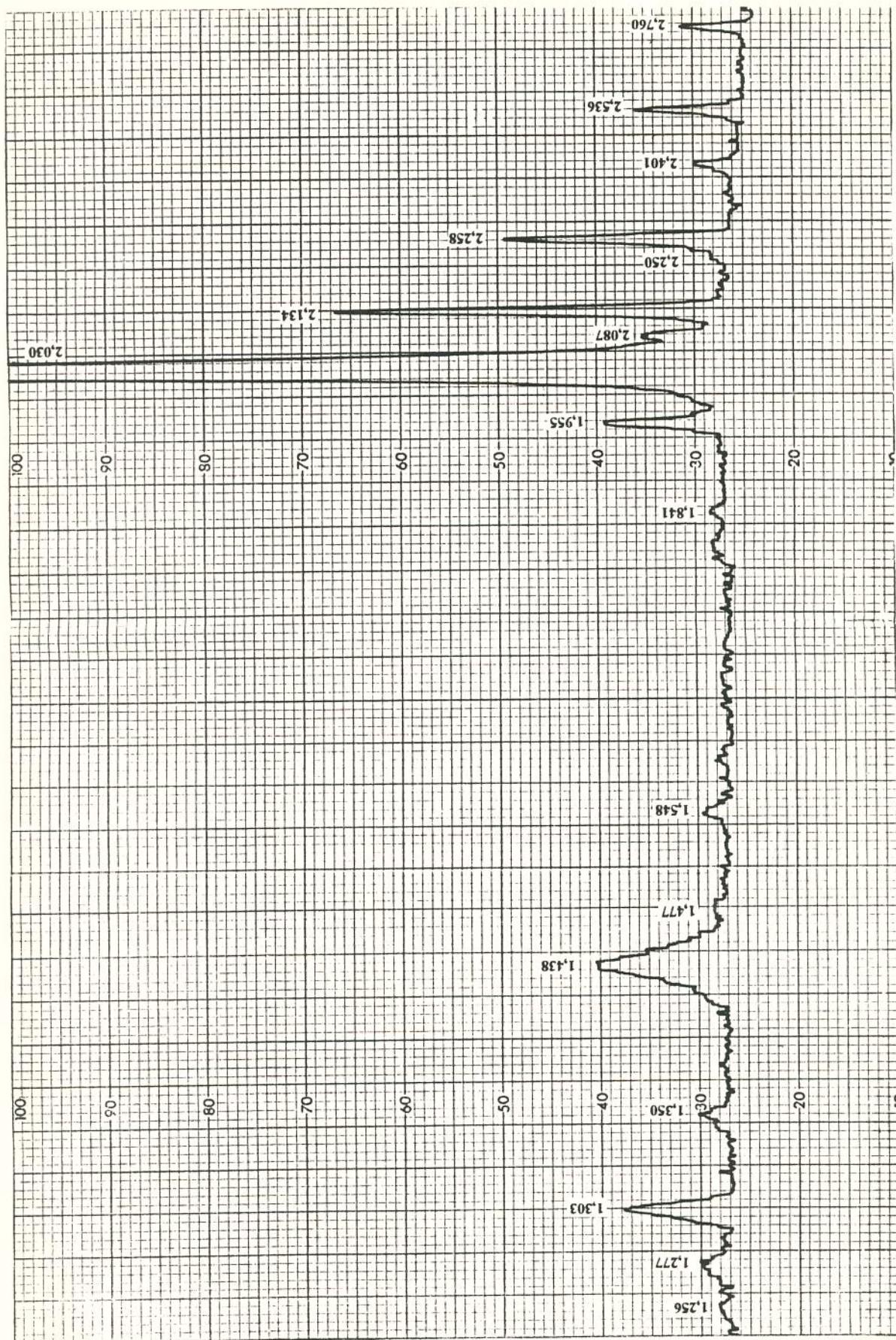
A N E X O I



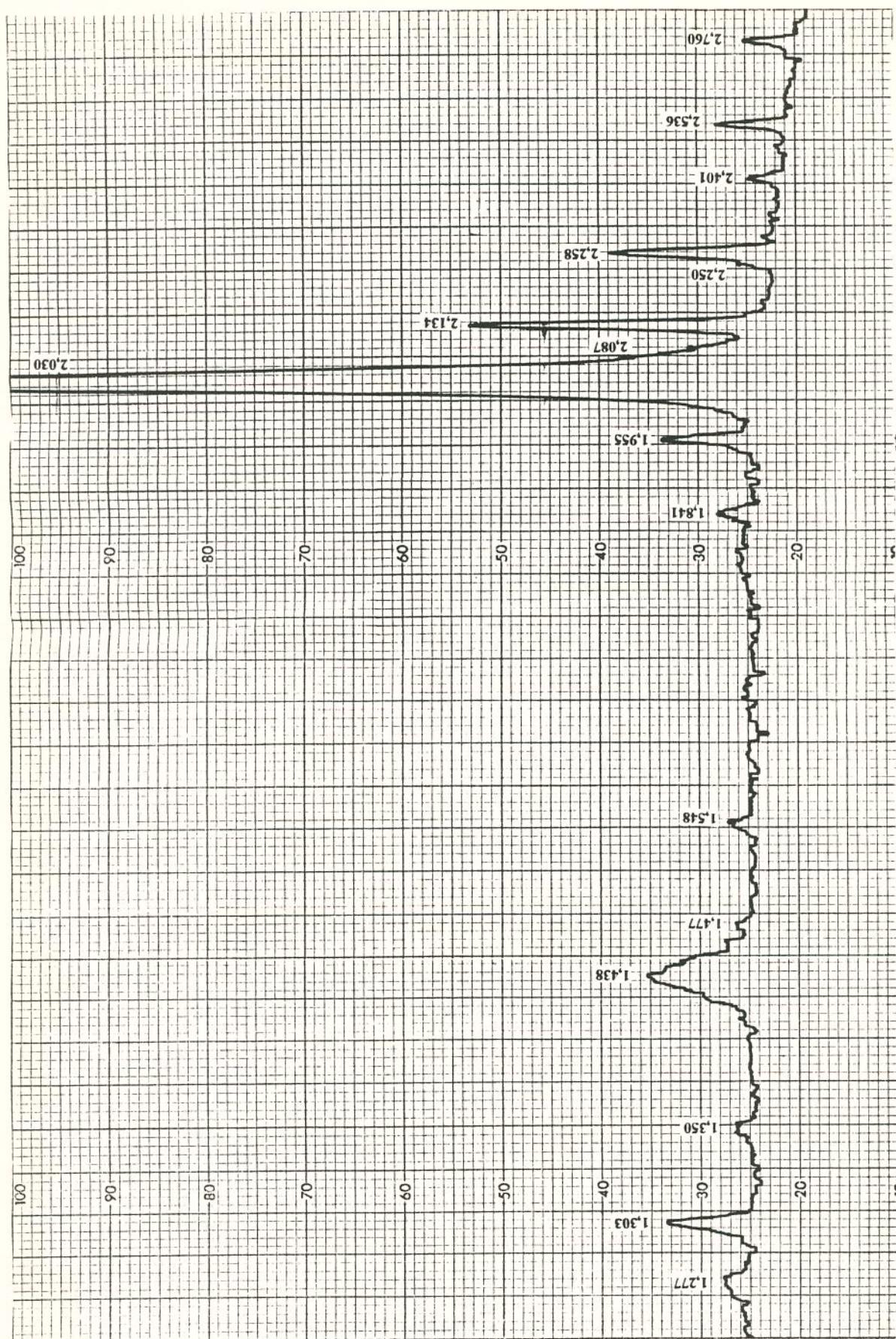
Anexo I.1 - Amostra como recebida

Anexo I.2 - Amostra solubilizada a 900 °C

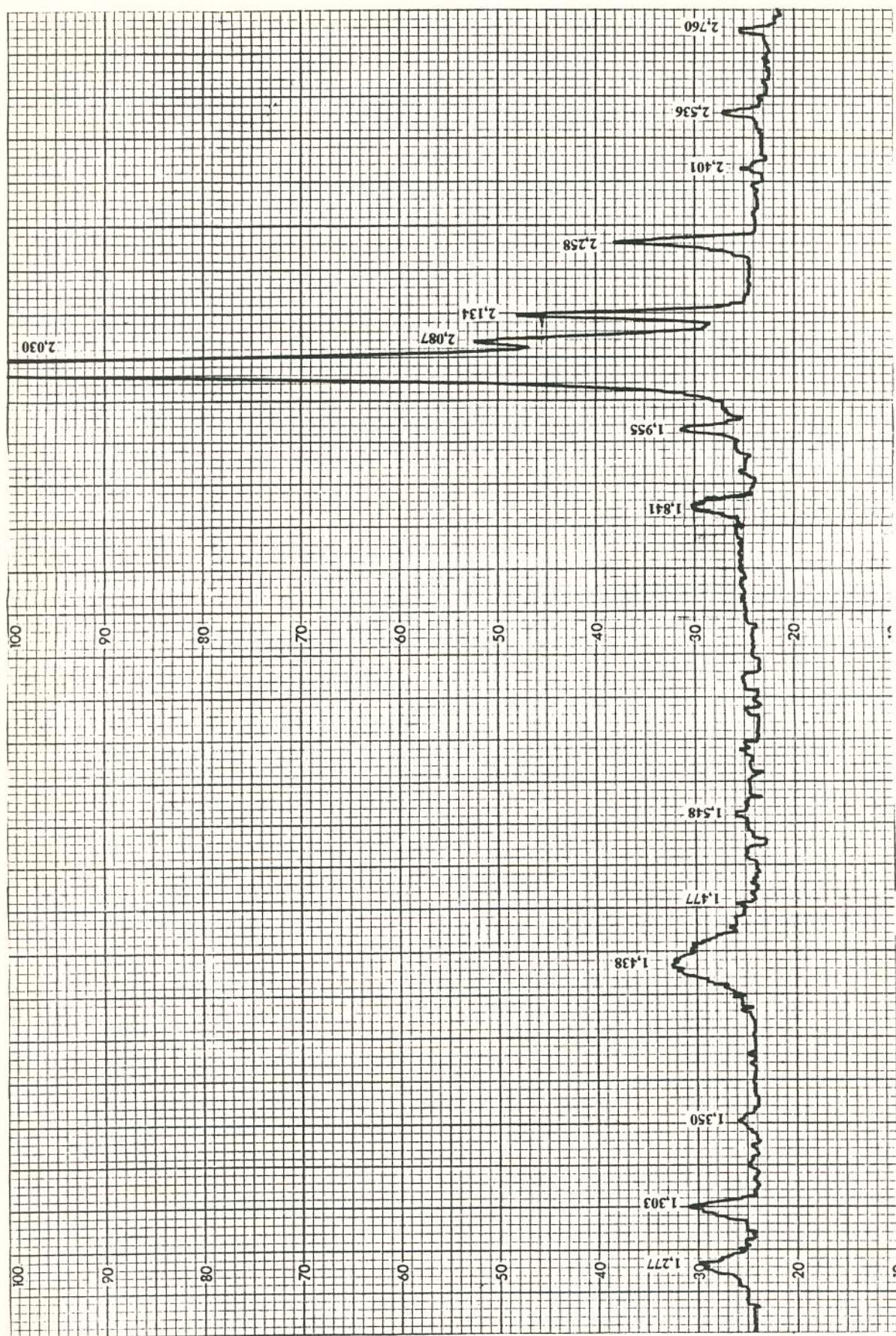




Anexo I.3 - Amostra solubilizada a 1000 °C



Anexo I.4 - Amostra solubilizada a 1100 °C



Anexo I.5 - Amostra solubilizada a 1200 °C

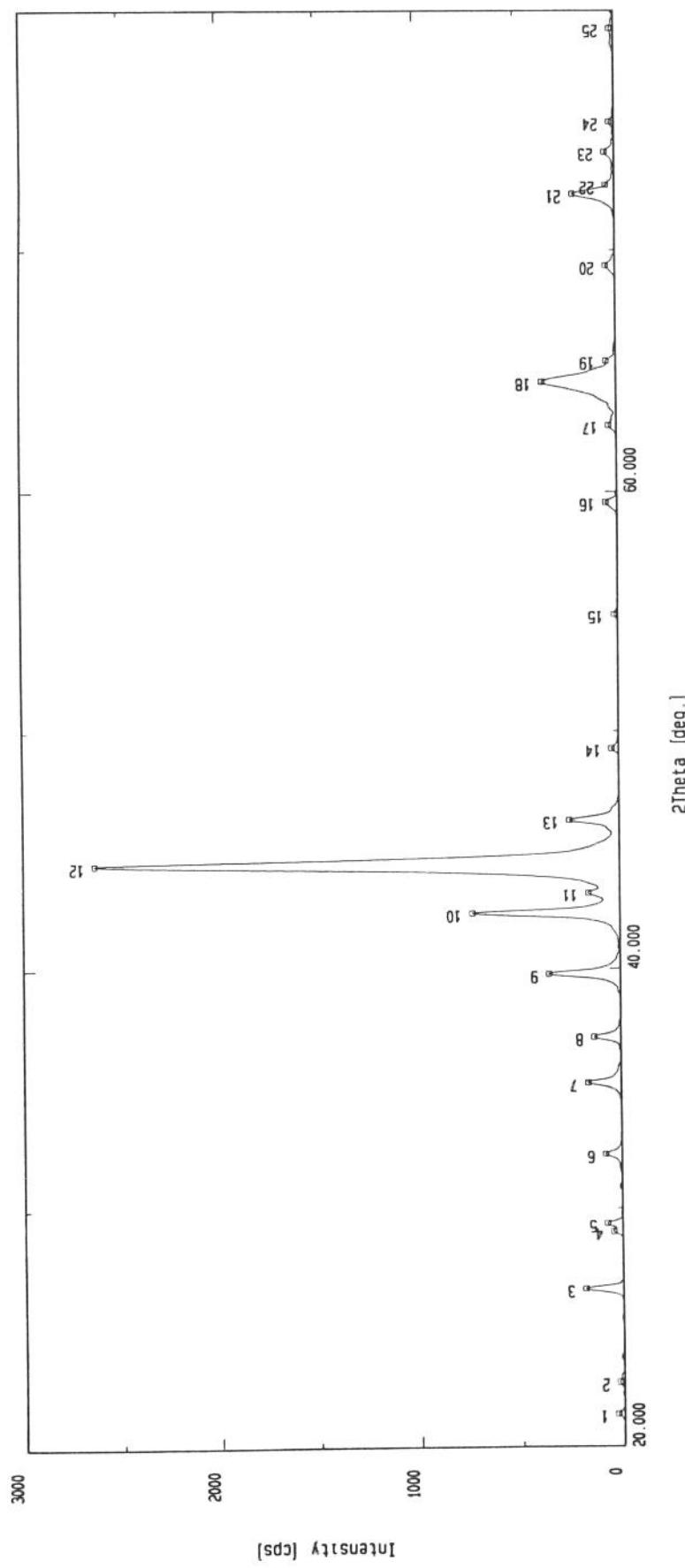
A N E X O II

Peak search

```

Sample : ac0 A1           [Smoothing] mode : Automatic Savitzkey-Golay's Points : 39
File   : .0146            [B.G. elimination] mode : Sonneveld-Visscher's method Max. width of peak : 2.00
Comment : Fernando/UNICAMP ]                                     Min. height of peak : 1.000
Date   : 10-Aug-95 16:12  [Ka2 elimination] Intensity ratio : 0.500
Operator: dmax            [Peak search]          Typical width : 0.37
                                         Minimum height : 38.788

```



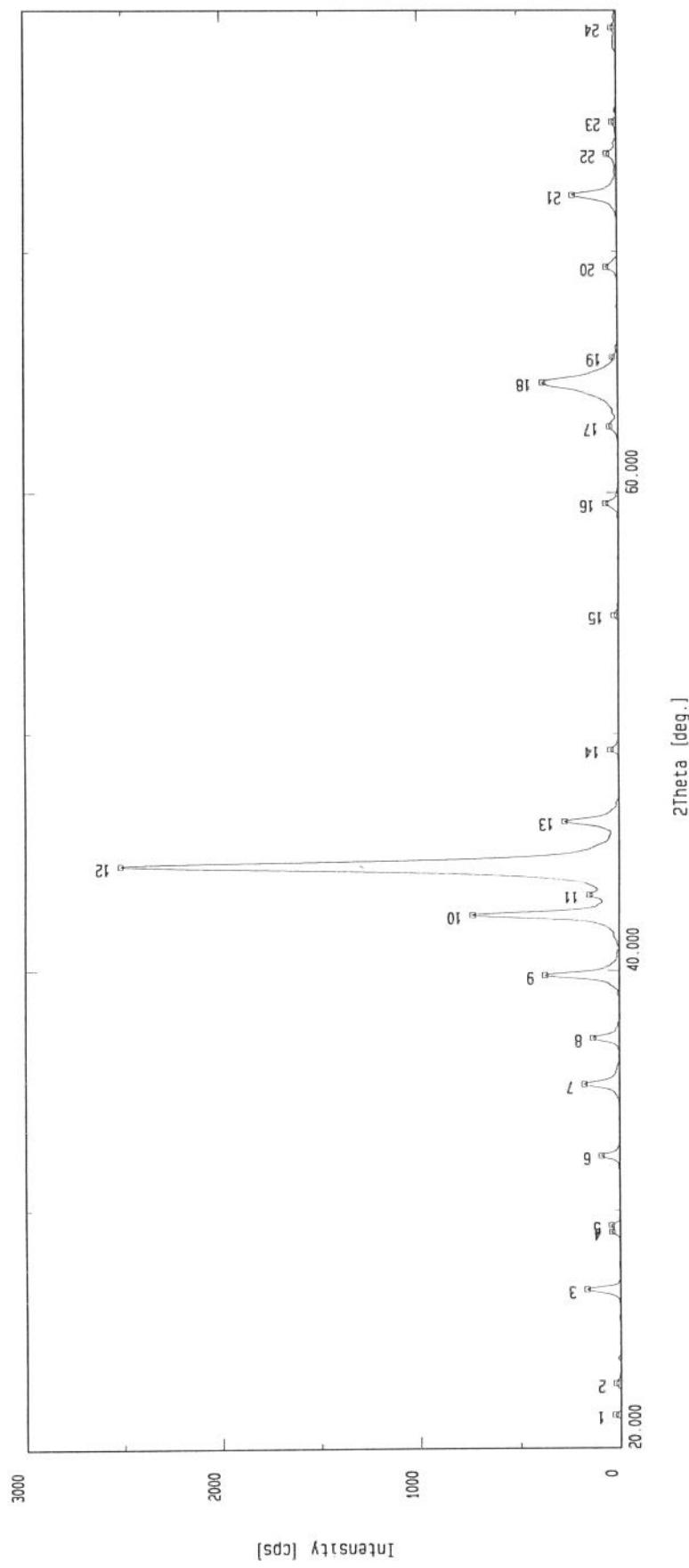
Peak search											
Sample Date	: ac0 A1 : 10-Aug-95 16: 12	File Operator	: .0146 : dmax	Comment	: Fernando/UNICAMP						
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	21.350	*****	4.1583	32	1	1					
2	22.670	*****	3.9191	24	1	2					
3	26.650	0.294	3.3422	189	7	3					
4	29.040	0.224	3.0723	46	2	4					
5	29.380	0.259	3.0375	76	3	5					
6	32.260	0.318	2.7726	84	3	6					
7	35.250	0.306	2.5440	167	6	8					
8	37.160	0.318	2.4175	135	5	9					
9	39.790	0.318	2.2635	357	14	10					
10	42.330	0.306	2.1334	731	28	11					
11	43.220	0.294	2.0915	158	6	12					
12	44.430	0.388	2.0373	2636	100	13					
13	46.290	0.329	1.9597	250	9	14					
14	49.270	*****	1.8479	36	1	15					
15	54.870	*****	1.6718	20	1	16					
16	59.550	0.447	1.5511	59	2	17					
17	62.730	0.353	1.4799	41	2	18					
18	64.540	0.529	1.4427	371	14	19					
19	65.420	0.224	1.4254	52	2	20					
20	69.360	0.365	1.3538	50	2	21					
21	72.320	0.376	1.3055	213	8	22					
22	72.680	*****	1.2999	46	2	23					
23	74.060	0.376	1.2790	51	2	24					
24	75.320	*****	1.2607	27	1	25					
25	79.240	*****	1.2079	23	1	26					
26	81.870	0.565	1.1756	551	21						

Peak search

```

Sample : aco A2           [Smoothing      Points : 37
File   : Am2Al203.0146    [B.G. elimination] mode : Automatic Savitzky-Golay's
Comment: Fernando/UNICAMP  ] mode : Sonneveld-Visser's method
Date   : 10-Aug-95 17:18  [Ka2 elimination] Max. width of peak : 2.00
Operator: dmax            [Peak search]       Min. height of peak : 1.000
                                         Intensity ratio : 0.500
                                         Typical width : 0.36
                                         Minimum height : 39.150

```



Peak Search

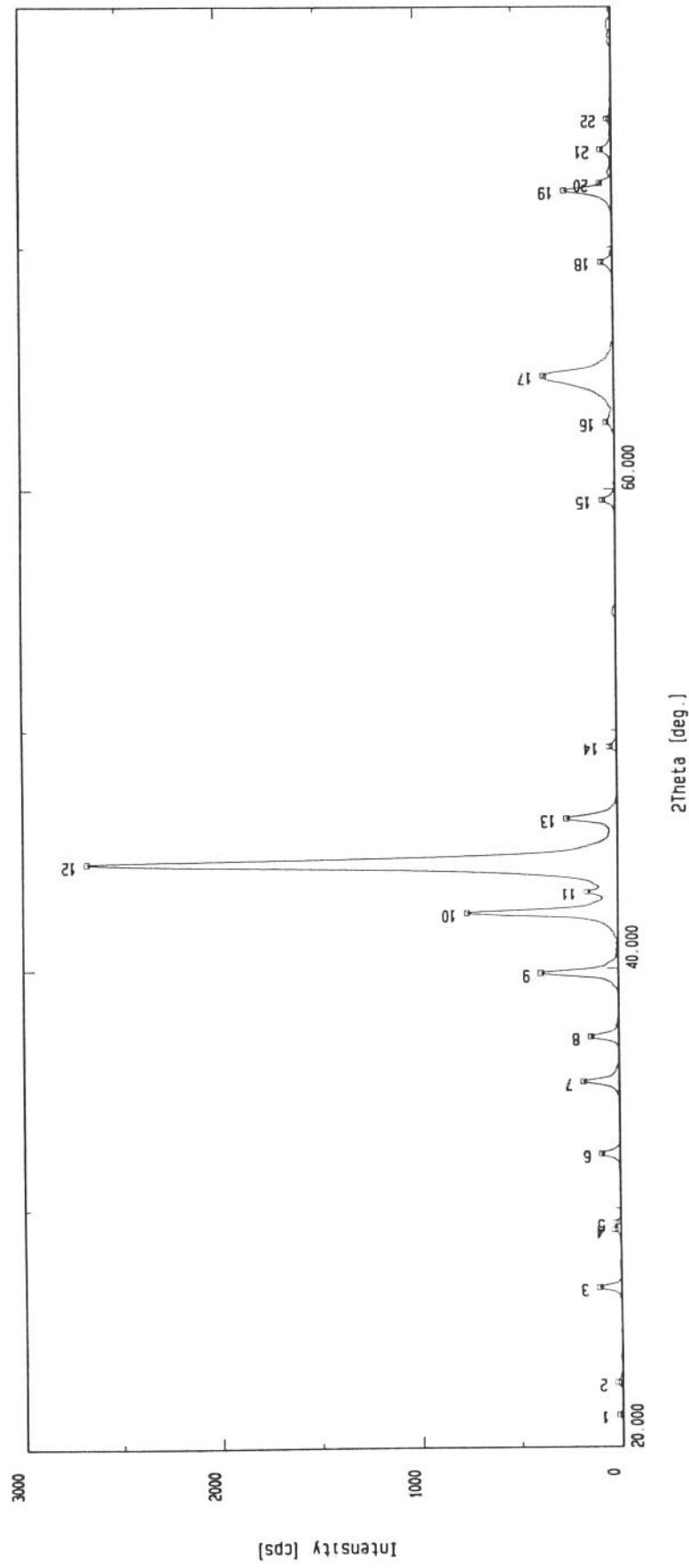
Sample : ac0 A2 File : Am2A1203.0146
 Date : 10-Aug-95 17:18 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	21.370	*****	4.1545	30	1	1					
2	22.680	*****	3.9174	26	1	2					
3	26.670	0.294	3.3397	168	7	3					
4	29.090	0.224	3.0671	43	2	4					
5	29.380	0.224	3.0375	45	2	5					
6	32.280	0.294	2.7709	93	4	6					
7	35.270	0.306	2.5426	177	7	7					
8	37.190	0.329	2.4156	134	5	8					
9	39.810	0.294	2.2625	372	15	9					
10	42.340	0.318	2.1329	734	29	10					
11	43.230	0.294	2.0911	150	6	11					
12	44.460	0.400	2.0360	2516	100	12					
13	46.310	0.306	1.9589	274	11	13					
14	49.290	0.306	1.8472	43	2	14					
15	54.890	*****	1.6713	24	1	15					
16	59.550	0.329	1.5511	66	3	16					
17	62.770	0.459	1.4791	46	2	17					
18	64.590	0.506	1.4417	380	15	18					
19	65.640	*****	1.4212	29	1	19					
20	69.360	0.318	1.3538	59	2	20					
21	72.320	0.341	1.3055	225	9	21					
22	74.030	0.318	1.2795	52	2	22					
23	75.330	*****	1.2606	25	1	23					
24	79.270	*****	1.2075	27	1	24					

Peak search

Sample	: aco A3	[Smoothing] mode :	Automatic	Savitzkey-Golay's	Points
File	: Am2A1203_0146	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visser's method	Max. width of peak	: 2.00
Comment	: Fernando/UNICAMP]			Min. height of peak	: 1.000
Date	: 10-Aug-95 18:24	[Ka2 elimination]		Intensity ratio	: 0.500
Operator	: dmax	[Peak search]		Typical width	: 0.37
					Minimum height	: 38.049

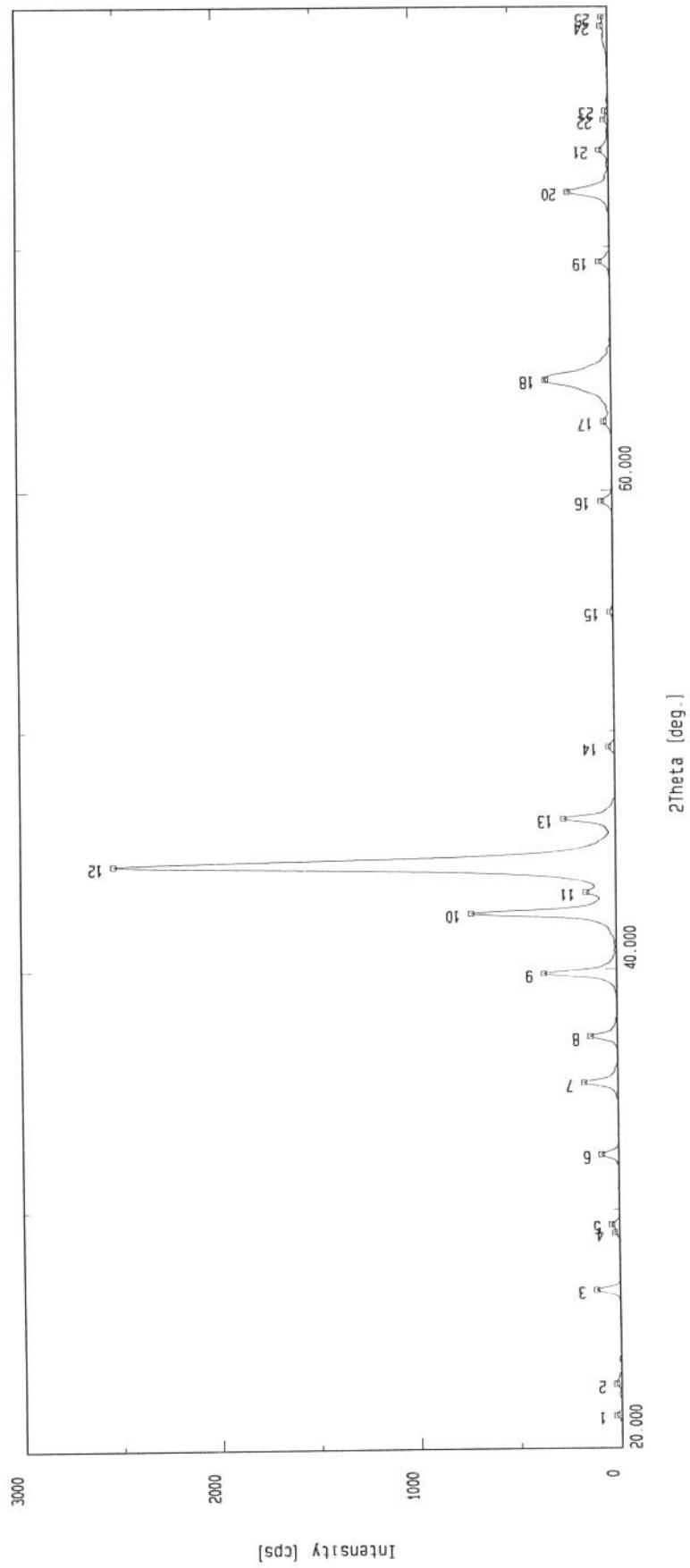


Peak search

Sample Date	: aco A3 : 10-Aug-95 18:24	File Operator	: AM2A1203.0146 : dmax	Comment	: Fernando/UNICAMP						
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀
1	21.360	*****	4.1564	18	1						
2	22.700	*****	3.9140	25	1						
3	26.680	0.294	3.3385	110	4						
4	29.090	*****	3.0671	34	1						
5	29.390	*****	3.0365	26	1						
6	32.290	0.294	2.7701	92	3						
7	35.280	0.294	2.5419	179	7						
8	37.190	0.306	2.4156	141	5						
9	39.830	0.306	2.2614	386	14						
10	42.350	0.306	2.1320	758	28						
11	43.240	0.259	2.0906	153	6						
12	44.470	0.400	2.0356	2672	100						
13	46.310	0.306	1.9589	253	9						
14	49.310	*****	1.8465	38	1						
15	59.540	0.318	1.5514	65	2						
16	62.740	0.271	1.4797	44	2						
17	64.670	0.576	1.4401	352	13						
18	69.400	0.306	1.3531	60	2						
19	72.340	0.306	1.3052	239	9						
20	72.650	*****	1.3003	63	2						
21	74.040	0.341	1.2793	58	2						
22	75.340	*****	1.2605	24	1						

Peak search

Sample	: aco A4	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points	: 39
File	: .0147	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visser's method	Max. width of peak	: 2.00
Comment	: Fernando/UNICAMP				Min. height of peak	: 1.000
Date	: 11-Aug-95 11:07	[Ka2 elimination] Intensity ratio			: 0.500
Operator	: dmax	[Peak Search] Typical width			: 0.37
					Minimum height	: 37.149

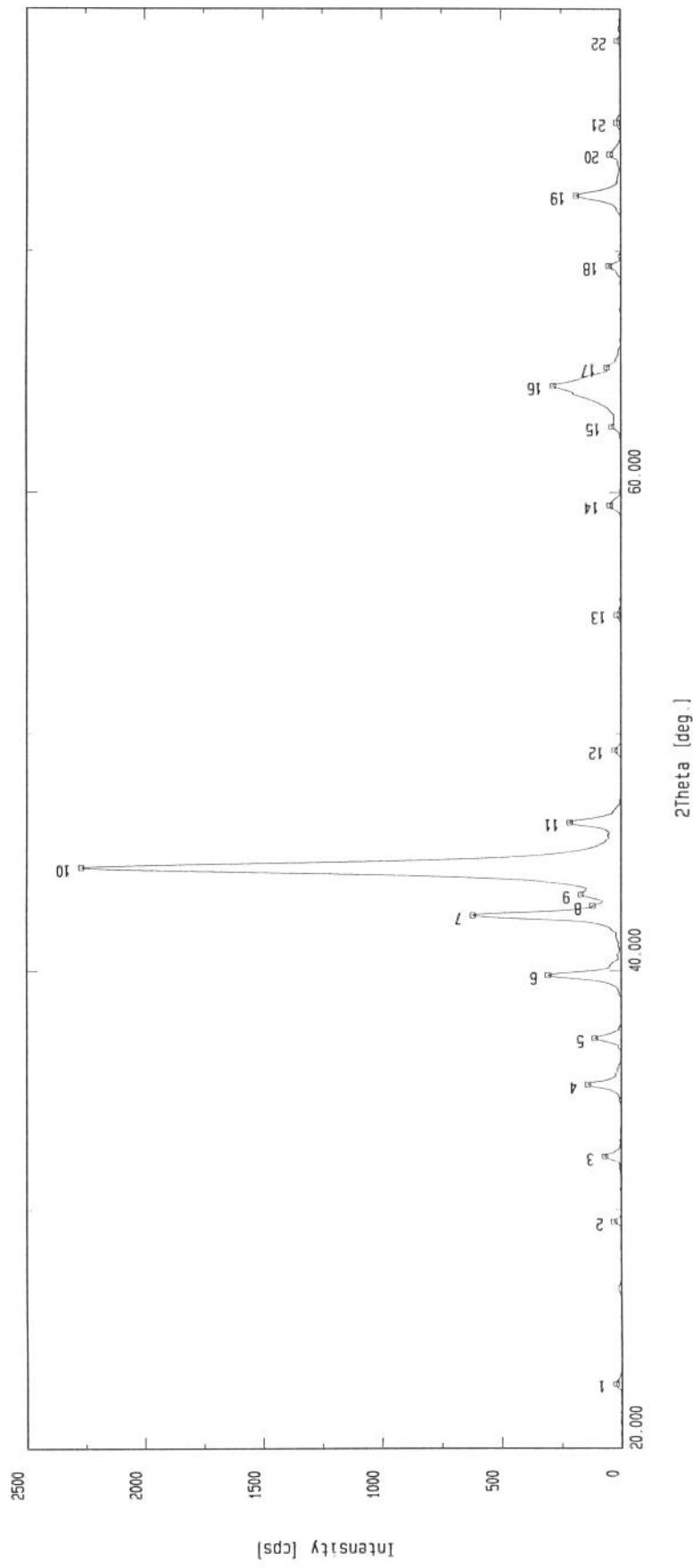


Peak search

Sample Date	: ac0 A4 : 11-Aug-95 11: 07	File Operator	: .0147 : dmax	Comment	: Fernando/UNICAMP				
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity I/I0
1	21.350	*****	4.1583	27	1				
2	22.540	*****	3.9242	27	1				
3	26.630	0.306	3.3446	120	5				
4	29.050	*****	3.0713	26	1				
5	29.370	0.259	3.0385	41	2				
6	32.270	0.294	2.7718	88	3				
7	35.260	0.306	2.5433	170	7				
8	37.170	0.318	2.4169	135	5				
9	39.810	0.306	2.2625	365	14				
10	42.340	0.318	2.1329	725	29				
11	43.220	0.271	2.0915	152	6				
12	44.440	0.412	2.0369	2528	100				
13	46.310	0.306	1.9589	260	10				
14	49.320	*****	1.8462	32	1				
15	54.910	*****	1.6707	17	1				
16	59.530	0.341	1.5516	59	2				
17	62.800	0.400	1.4784	40	2				
18	64.520	0.600	1.4431	329	13				
19	69.370	0.306	1.3536	56	2				
20	72.300	0.376	1.3058	209	8				
21	74.020	0.376	1.2796	50	2				
22	75.260	*****	1.2616	27	1				
23	75.630	*****	1.2553	17	1				
24	79.170	0.235	1.2088	37	1				
25	79.550	*****	1.2040	33	1				

Peak search

Sample :	ACO B1	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzky-Golay's	Points	
File :	0162	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visscher's method	Max. width of peak :	2.00
Comment :	Fernando/UNICAMP				Min. height of peak :	1.000
Date :	15-Aug-95 17:05	[Ka2 elimination			Intensity ratio :	0.500
Operator :	dmax	[Peak search			Typical width :	0.43
]			Minimum height :	37.171

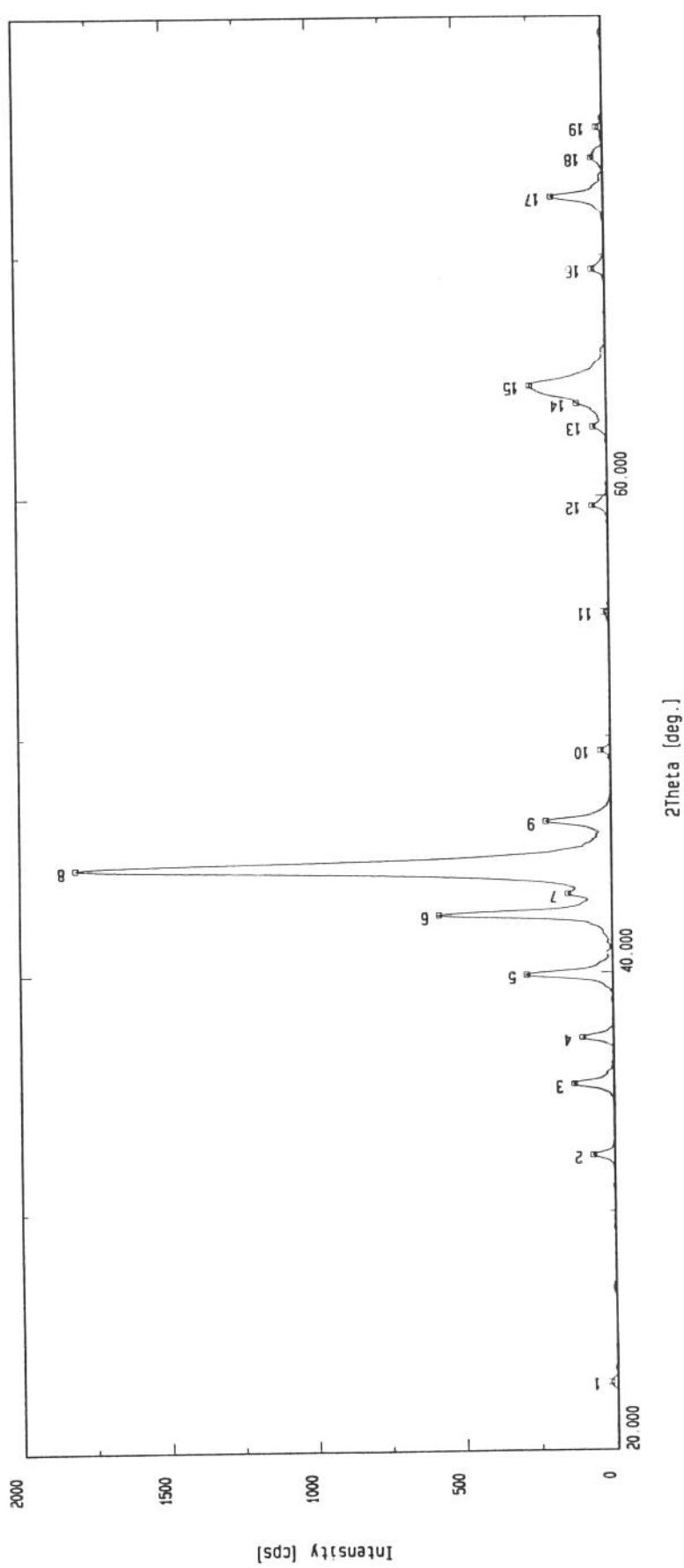


Peak search

Sample	ACO B1	File	.0162	Comment	: fernando/UNICAMP						
Date	15-Aug-95 17: 05	Operator	: dmax								
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀
1	22.580	*****	3.9174	26	1						
2	29.510	*****	3.0244	32	1						
3	32.290	0.376	2.7701	70	3						
4	35.270	0.353	2.5426	140	6						
5	37.190	0.365	2.4156	111	5						
6	39.820	0.353	2.2619	305	13						
7	42.340	0.353	2.1329	618	27						
8	42.750	*****	2.1134	120	5						
9	43.240	0.318	2.0906	169	7						
10	44.400	0.482	2.0386	2269	100						
11	46.300	0.376	1.9593	214	9						
12	49.320	*****	1.8462	28	1						
13	54.890	*****	1.6713	19	1						
14	59.470	0.553	1.5530	48	2						
15	62.740	0.294	1.4797	41	2						
16	64.450	0.365	1.4445	284	13						
17	65.210	*****	1.4295	60	3						
18	69.380	0.318	1.3534	52	2						
19	72.280	0.400	1.3061	187	8						
20	73.990	0.376	1.2801	46	2						
21	75.290	*****	1.2612	18	1						
22	78.660	*****	1.2154	15	1						

Peak search

Sample :	ACO B2	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points
File :	AM2A1203.0162	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visser's method	Max. width of peak
Comment :	Fernando/UNICAMP] [Ka2 elimination] min. height of peak	1.000	2.00
Date :	15-Aug-95 17:36] [Peak search] intensity ratio	0.500	
Operator :	dmax]] typical width	0.43	
] minimum height	36.255	



Peak search

Sample : ACO 82
 Date : 15-Aug-95 17: 36

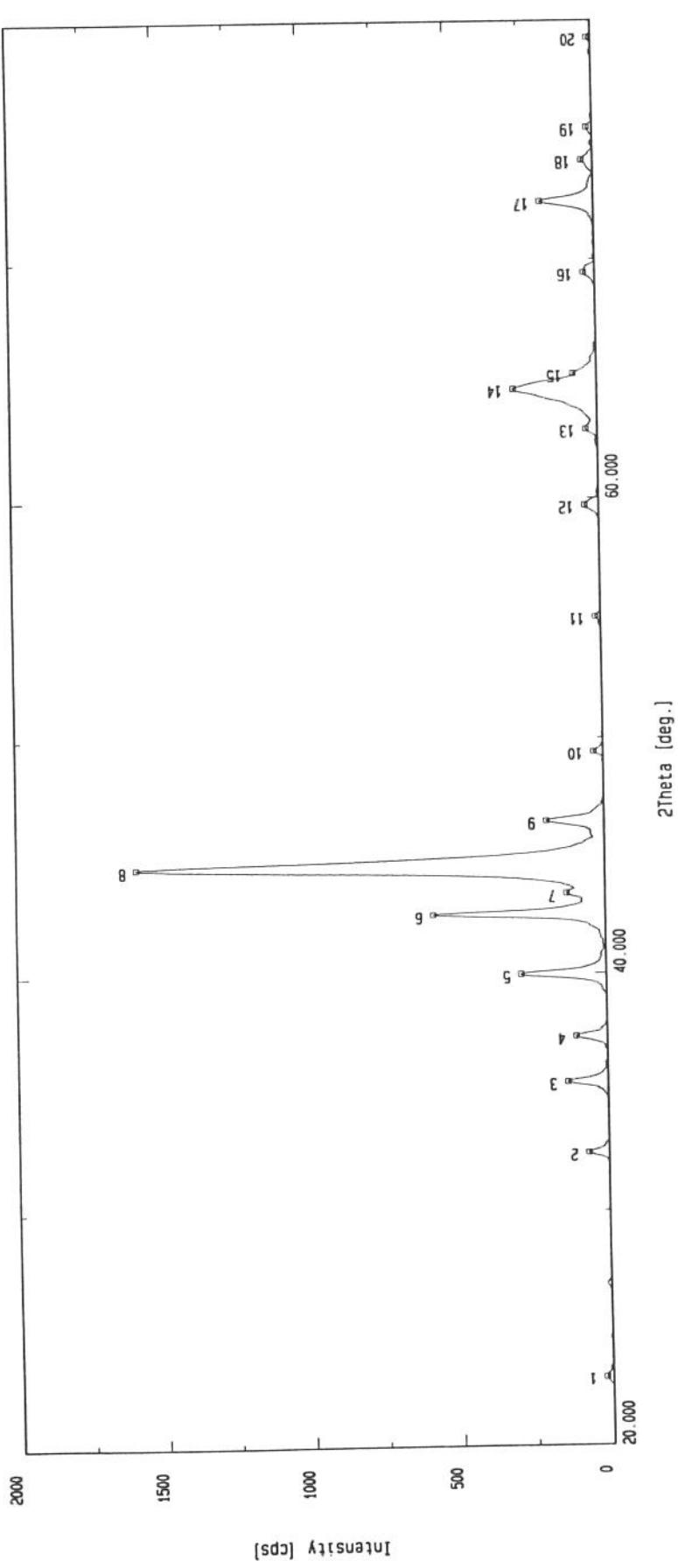
File : Am2A1203.0162
 Operator : dmax

Comment : fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.800	*****	3.8970	24	1						
2	32.400	0.341	2.7609	72	4						
3	35.380	0.376	2.5349	132	7						
4	37.300	0.353	2.4087	103	6						
5	39.920	0.353	2.2565	285	16						
6	42.450	0.353	2.1277	574	32						
7	43.360	0.282	2.0851	145	8						
8	44.500	0.506	2.0343	1810	100						
9	46.410	0.341	1.9549	217	12						
10	49.390	*****	1.8437	34	2						
11	55.130	*****	1.6646	19	1						
12	59.580	0.306	1.5504	53	3						
13	62.870	0.305	1.4770	46	3						
14	63.810	*****	1.4574	100	6						
15	64.570	0.824	1.4421	254	14						
16	69.410	0.376	1.3529	43	2						
17	72.390	0.376	1.3044	175	10						
18	74.040	0.376	1.2793	40	2						
19	75.330	*****	1.2606	22	1						

Peak search

Sample :	ACO B3	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points :	43
File :	Am2A1203.0162	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visser's method	Max. width of peak :	2.00
Comment :	Fernando/UNICAMP				Min. height of peak :	1.000
Date :	15-Aug-95 18:07	[Ka2 elimination			Intensity ratio :	0.500
Operator :	dmax	[Peak Search			Typical width :	0.43
]			Minimum height :	35.324



Peak Search

Sample : ACD B3
 Date : 15-Aug-95 18:07

File : Am2A1203.0162

Comment : fernando/UNICAMP

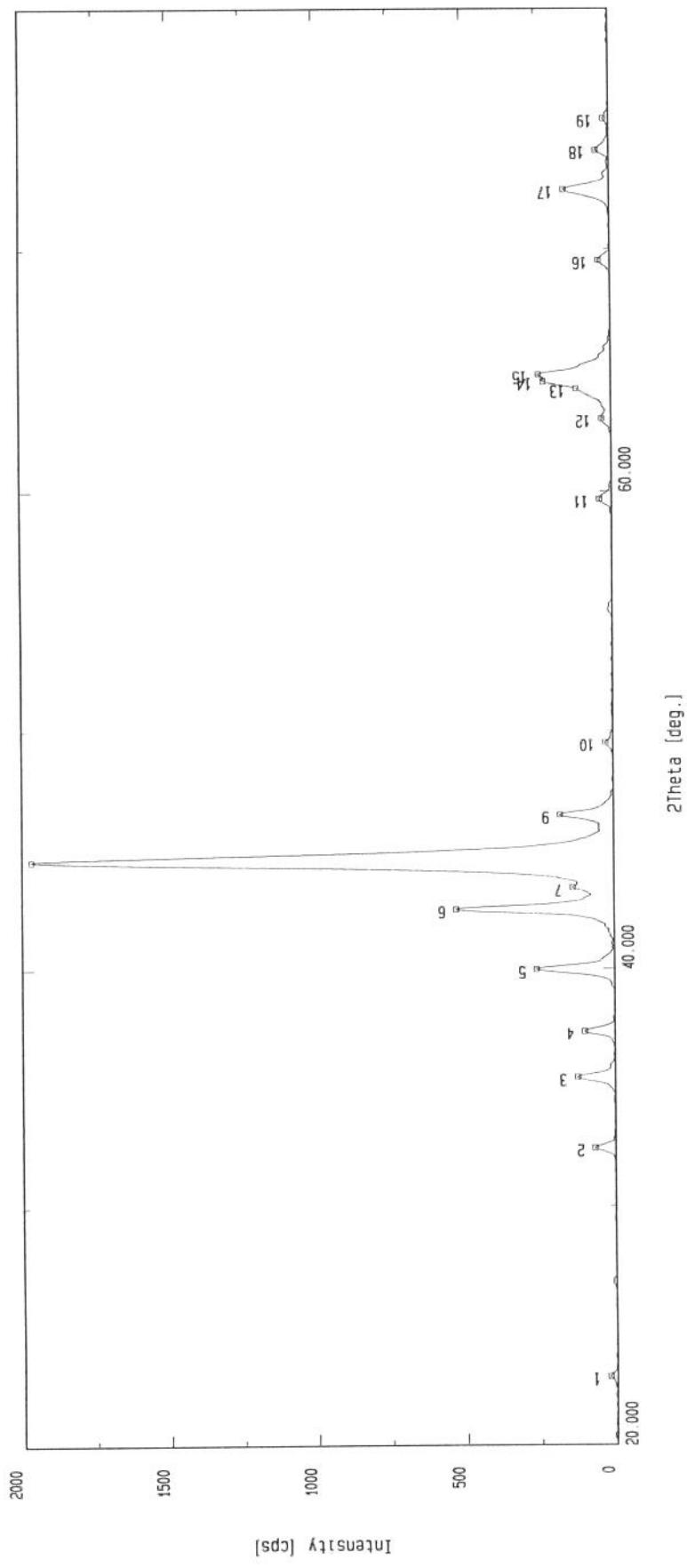
peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.860	*****	3.8870	23	1	2	32.430	0.318	2.7585	69	4
2	32.430	0.318	2.7585	69	4	3	35.440	0.341	2.5308	134	8
3	35.440	0.341	2.5308	134	8	4	37.360	0.365	2.4050	104	7
5	39.980	0.353	2.2532	285	18	6	42.500	0.341	2.1253	578	36
7	43.400	0.271	2.0833	129	8	8	44.570	0.494	2.0313	1589	100
9	46.470	0.400	1.9525	194	12	10	49.430	*****	1.8423	33	2
11	55.070	*****	1.6662	19	1	12	59.700	0.506	1.5476	48	3
13	62.900	0.435	1.4763	40	3	14	64.600	0.647	1.4415	280	18
15	65.240	*****	1.4289	80	5	16	69.460	0.624	1.3521	40	2
17	72.430	0.400	1.3038	181	11	18	74.150	0.341	1.2777	40	3
19	75.480	*****	1.2585	21	1	20	79.260	*****	1.2077	15	1

Peak search

```

Sample : ACO_B4           ] mode : Automatic Savitzkey-Golay's Points : 45
File   : Am2A1203_0162     ] mode : Sonneveld-Visser's method Max. width of peak : 2.00
Comment: fernando/UNICAMP
Date   : 15-Aug-95 18:37   ] mode : Sonneveld-Visser's method Min. height of peak : 1.000
Operator: dmax            ] Ka2 elimination Intensity ratio : 0.500
                           ] Peak search Typical width : 0.44
                           ] Peak search Minimum height : 36.700

```



Peak Search

Sample : ACD 84
 Date : 15-Aug-95 18: 37

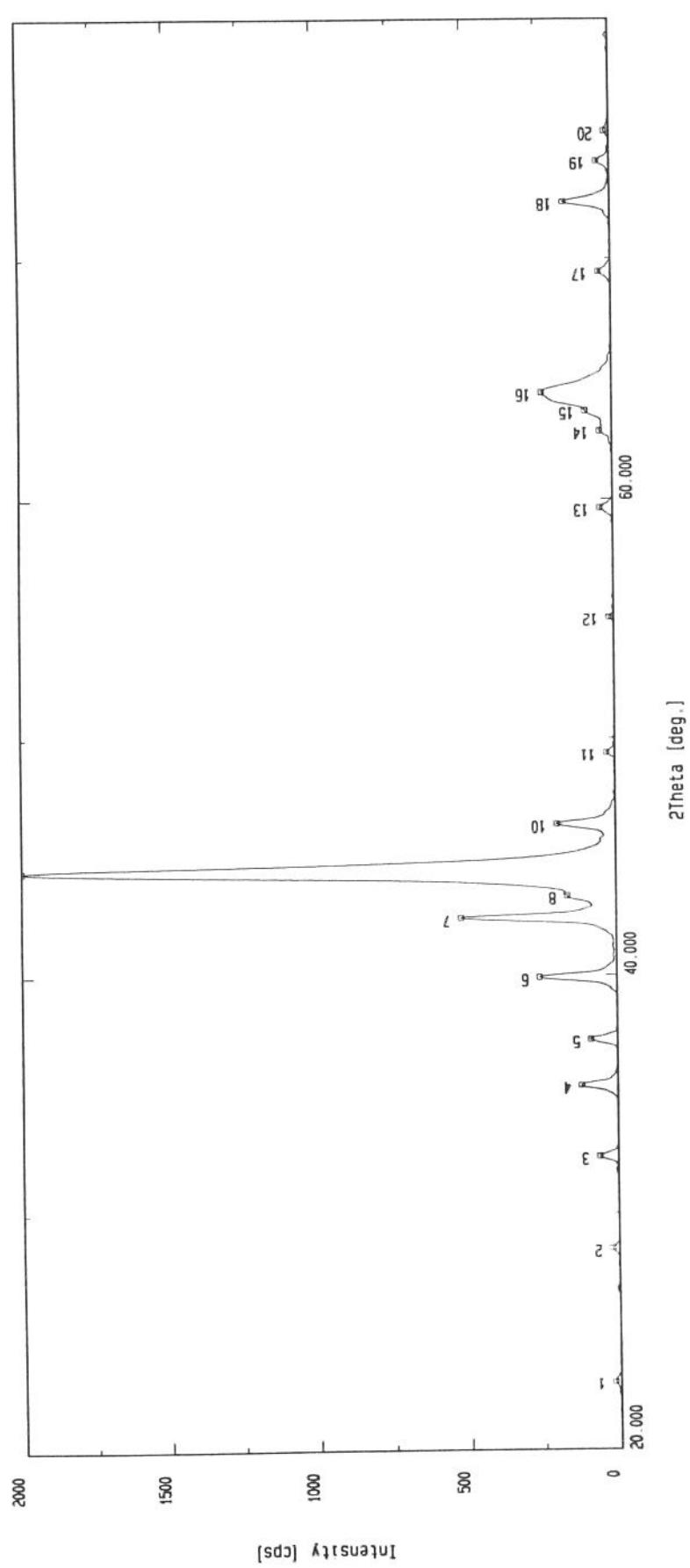
File : Am2A1203.0162
 Operator : dmax

Comment : fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.850	*****	3.8886	24	1						
2	32.450	0 . 365	2 . 7568	70	4						
3	35.430	0 . 365	2 . 5315	126	6						
4	37.370	0 . 365	2 . 4044	102	5						
5	39.980	0 . 388	2 . 2532	262	13						
6	42.510	0 . 365	2 . 1248	529	27						
7	43.440	0 . 271	2 . 0814	139	7						
8	44.580	0 . 518	2 . 0308	1967	100						
9	46.470	0 . 376	1 . 9525	180	9						
10	49.490	*****	1 . 8402	27	1						
11	59.560	0 . 529	1 . 5485	43	2						
12	62.960	*****	1 . 4751	33	2						
13	64.190	0 . 259	1 . 4497	118	6						
14	64.480	0 . 282	1 . 4439	228	12						
15	64.770	0 . 318	1 . 4381	243	12						
16	69.530	0 . 553	1 . 3509	40	2						
17	72.480	0 . 494	1 . 3030	154	8						
18	74.110	0 . 388	1 . 2783	46	2						
19	75.420	*****	1 . 2593	20	1						

Peak search

Sample	: aco C1	[Smoothing]	mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points	: 47
File	: .0181	[B.G.	elimination]	Sonneveld-Visser's method	Max. width of peak	: 2.00
Comment	: Fernando/UNICAMP				Min. height of peak	: 1.000	
Date	: 21-Aug-95 17:30	[Ka2 elimination]		Intensity ratio	: 0.500	
Operator	: dmax	[Peak search]		Typical width	: 0.45	

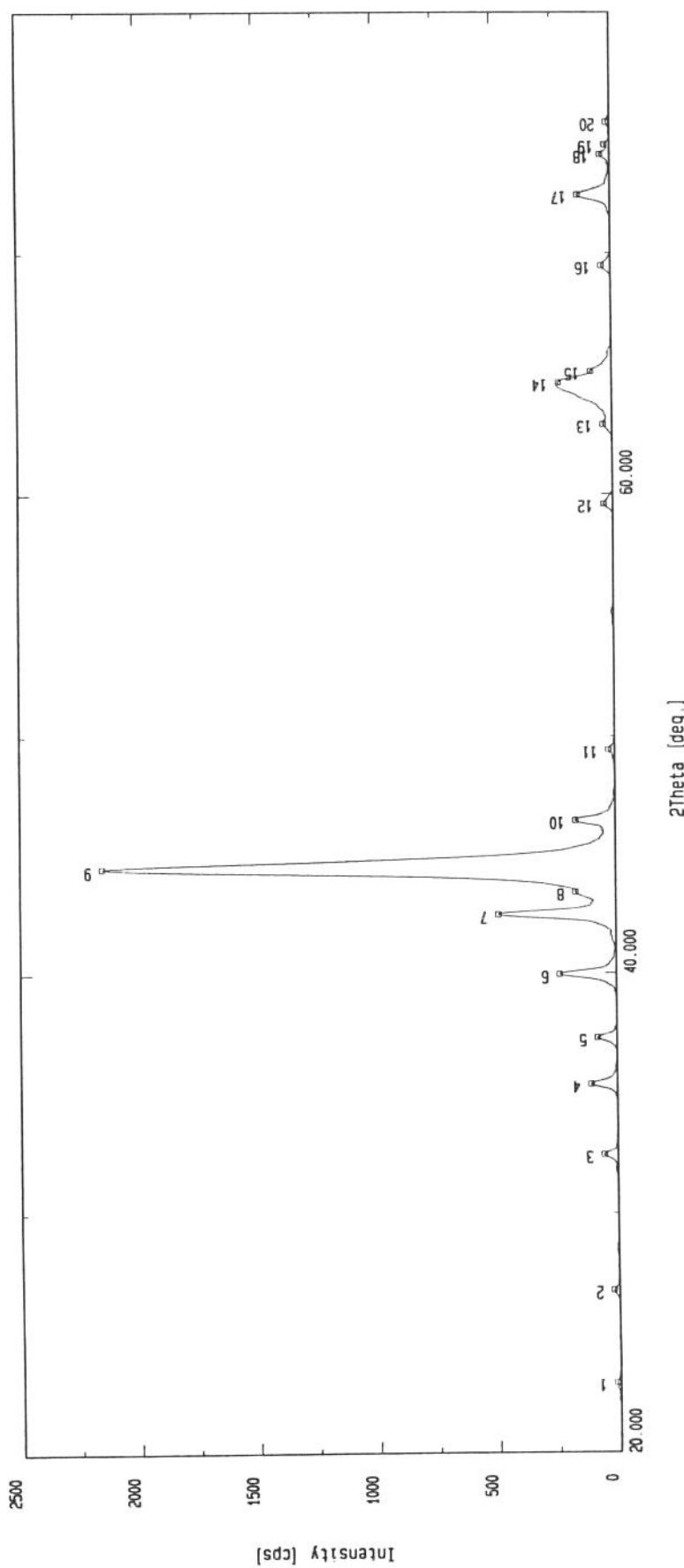


Peak search

Sample	aco C1	File	.0181 <th>Comment</th> <td>Fernando/UNICAMP</td>	Comment	Fernando/UNICAMP						
Date	21-Aug-95 17:30	Operator	dmax								
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.800	*****	3.8970	21	1	1					
2	28.480	*****	3.1314	24	1	2					
3	32.400	0.3655	2.7609	62	3	3					
4	35.380	0.353	2.5349	122	6	6					
5	37.290	0.388	2.4094	90	4	4					
6	39.920	0.353	2.2565	259	13	13					
7	42.440	0.353	2.1281	521	26	26					
8	43.400	0.294	2.0833	165	8	8					
9	44.440	0.518	2.0369	199	100	100					
10	46.410	0.388	1.9549	196	10	10					
11	49.390	*****	1.8437	29	1	1					
12	55.010	*****	1.6679	18	1	1					
13	59.620	0.412	1.5495	44	2	2					
14	62.830	0.329	1.4778	43	2	2					
15	63.660	*****	1.4605	90	5	5					
16	64.420	0.953	1.4451	235	12	12					
17	69.440	0.376	1.3524	43	2	2					
18	72.350	0.400	1.3050	158	8	8					
19	74.090	0.376	1.2786	46	2	2					
20	75.310	*****	1.2609	18	1	1					

Peak search

```
Sample : aco C2           [Smoothing]          Points : 49
File   : AM2A1203.01B1     [B.G. elimination]    Max. width of peak : 2.00
Comment : Fernando/UNICAMP  [mode]            Min. height of peak : 1.000
          :                   Sonneveld-Visser's method
          :                   Intensity ratio : 0.500
Date   : 21-Aug-95 18:01   [Ka2 elimination]    Typical width : 0.48
          :                   Peak search        Minimum height : 34.998
Operator : dmax
```



Peak search

Sample : ac0 C2
 Date : 21-Aug-95 18:01

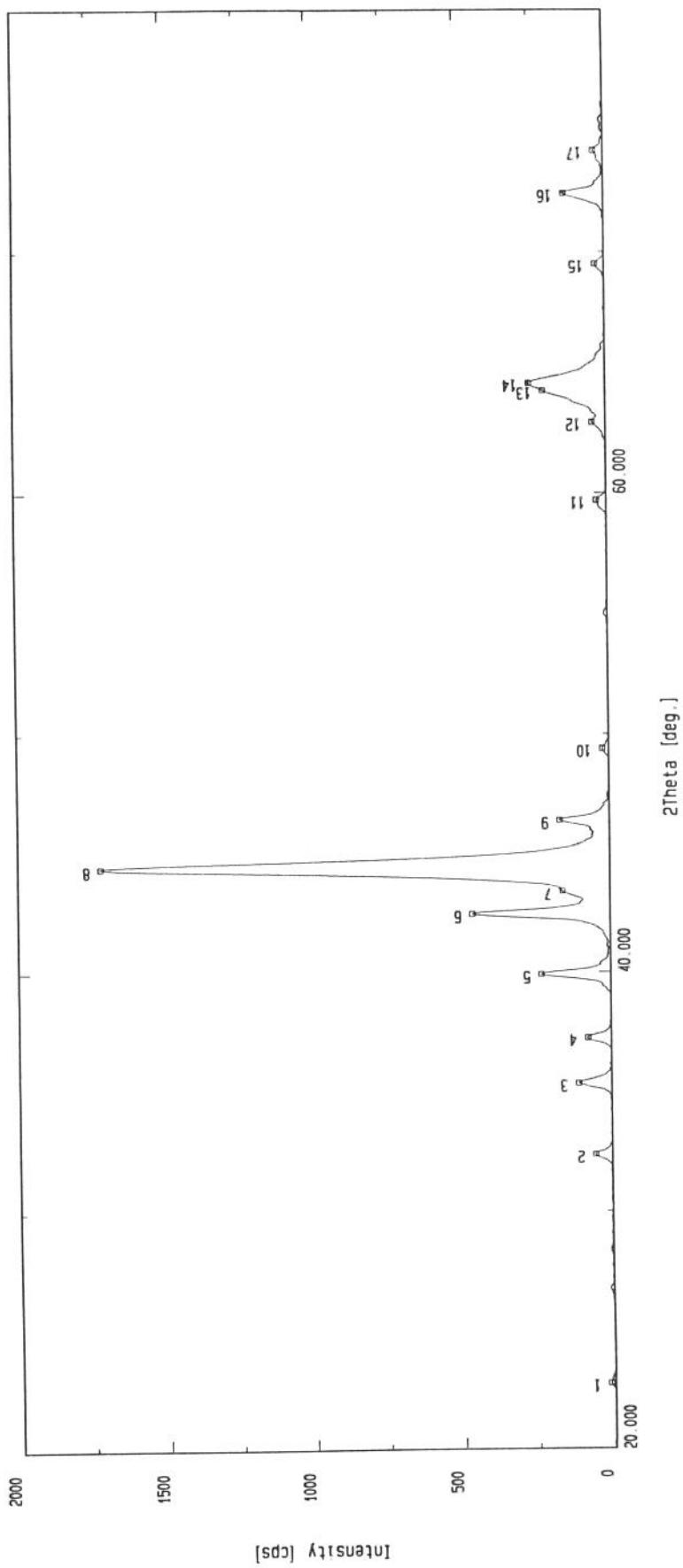
File : Am2A1203.0181
 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.850	*****	3.8886	18	1						
2	26.770	*****	3.3274	24	1						
3	32.450	0.365	2.7568	58	3						
4	35.400	0.376	2.5335	109	5						
5	37.340	0.353	2.4062	82	4						
6	39.960	0.388	2.2543	237	11						
7	42.480	0.388	2.1262	489	23						
8	43.450	*****	2.0810	169	8						
9	44.470	0.529	2.0356	2154	100						
10	46.430	0.376	1.9541	167	8						
11	49.400	*****	1.8434	28	1						
12	59.590	0.435	1.5502	39	2						
13	62.880	0.365	1.4767	39	2						
14	64.610	0.741	1.4413	223	10						
15	65.090	*****	1.4318	89	4						
16	69.480	0.435	1.3517	41	2						
17	72.410	0.482	1.3041	137	6						
18	74.080	0.329	1.2787	44	2						
19	74.490	*****	1.2727	23	1						
20	75.420	*****	1.2593	16	1						

Peak Search

Sample	: aco C3	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points	
File	: Am2A1203.0181	[B.G. elimination] mode :	Sonneveldt-Visser's method	Max. width of peak :	2.00
Comment	: Fernando/UNICAMP				Min. height of peak :	1.000
Date	: 21-Aug-95 18:32	[Ka2 elimination			Intensity ratio :	0.500
Operator	: dmax	[Peak search			Typical width :	0.50
]			Minimum height :	33.513



Peak Search

Sample : ac0 C3
 Date : 21-Aug-95 18:32

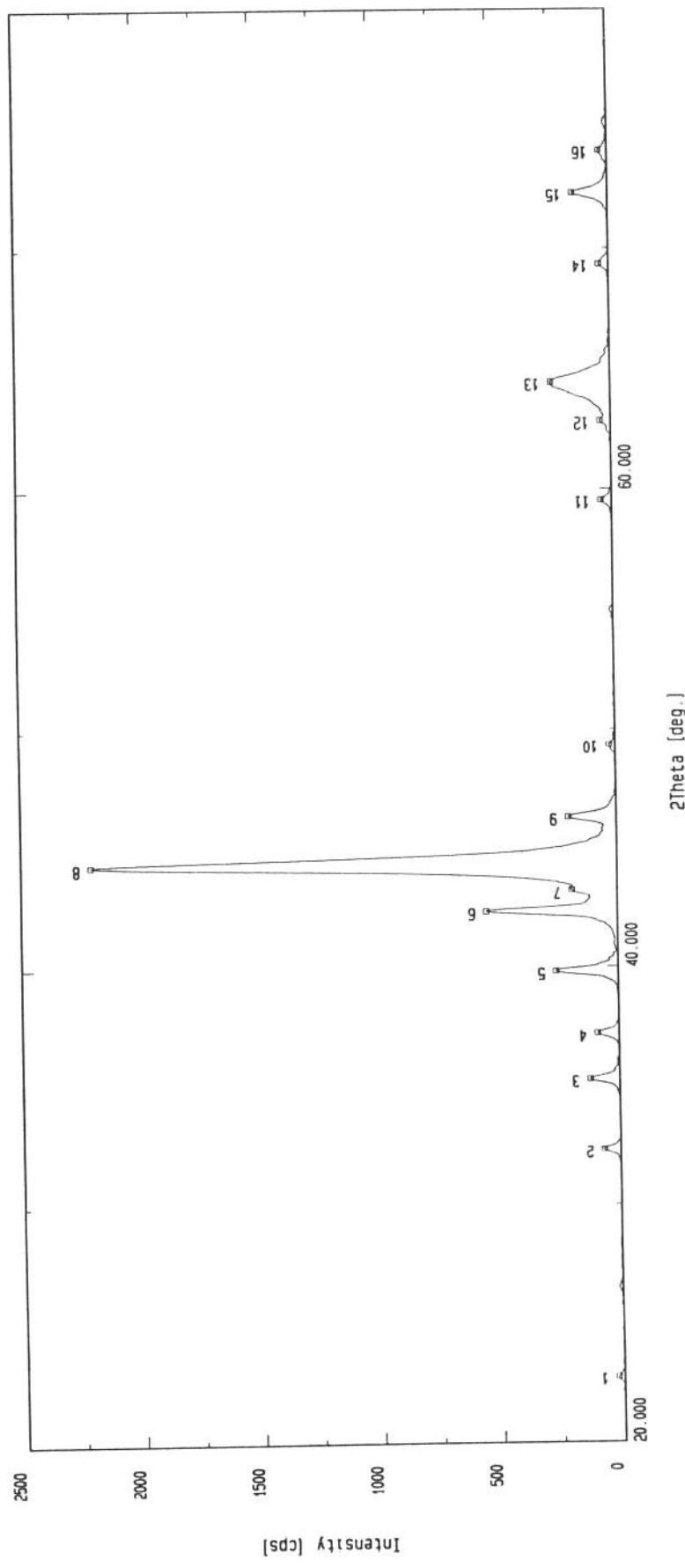
File : Am2A1203.0181
 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.730	*****	3.9089	16	1						
2	32.390	0.412	2.7618	56	3						
3	35.370	0.424	2.5356	110	6						
4	37.280	0.412	2.4100	79	5						
5	39.910	0.388	2.2570	231	13						
6	42.440	0.388	2.1281	460	27						
7	43.390	0.294	2.0837	158	9						
8	44.430	0.576	2.0373	1720	100						
9	46.400	0.365	1.9553	165	10						
10	49.390	*****	1.8437	22	1						
11	59.690	*****	1.5478	35	2						
12	62.900	0.353	1.4763	46	3						
13	64.200	0.259	1.4495	208	12						
14	64.520	0.553	1.4431	255	15						
15	69.490	*****	1.3515	32	2						
16	72.400	0.435	1.3042	134	8						
17	74.140	*****	1.2779	34	2						

Peak search

Sample : aco C4	[Smoothing] mode :	Automatic Savitzkey-Golay's	Points : 47
File : Am2A1203 0181	[B.G. elimination] mode :	Sonneveld-Visscher's method	Max. width of peak : 2.00
Comment : Fernando/UNICAMP	[Ka2 elimination] mode :	Min. height of peak : 1.000	
Date : 21-Aug-95 19:02	[Peak search]	Intensity ratio : 0.500	
Operator : dmax		Typical width : 0.46	
		Minimum height : 37.347	

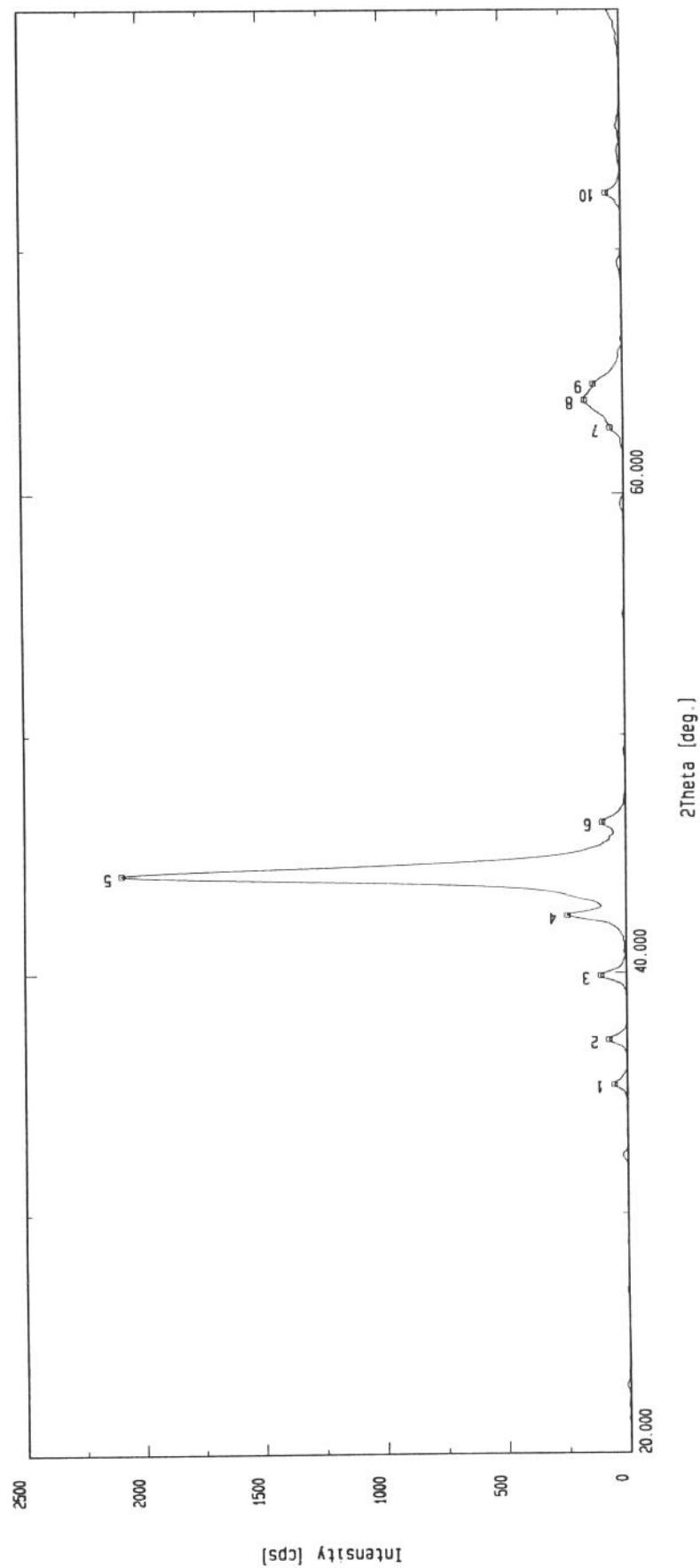


Peak Search

Sample	aco C4	Date	21-Aug-95 19: 02	File	Am2A1203.0181	Comment	Fernando/UNICAMP				
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I ₀
1	22.720	*****	3.9105	26	1						
2	32.300	0.353	2.7693	69	3						
3	35.280	0.365	2.5419	123	6						
4	37.190	0.365	2.4156	90	4						
5	39.830	0.353	2.2614	259	12						
6	42.360	0.365	2.1320	545	25						
7	43.270	0.259	2.0892	188	9						
8	44.350	0.506	2.0408	2207	100						
9	46.310	0.400	1.9589	201	9						
10	49.360	*****	1.8448	28	1						
11	59.540	0.353	1.5514	48	2						
12	62.800	0.294	1.4784	46	2						
13	64.420	0.718	1.4451	247	11						
14	69.330	0.565	1.3543	42	2						
15	72.300	0.424	1.3058	148	7						
16	74.090	*****	1.2786	38	2						

Peak search

```
Sample : aco D1          [Smoothing]      ] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 57
File   : aco D1.0184     [B.G. elimination] ] mode : Sonneveld-Visser's method Max. width of peak : 2.00
Comment: Fernando/UNICAMP ]               Min. height of peak : 1.000
Date   : 22-Aug-95 16:22  [Ka2 elimination] Intensity ratio : 0.500
Operator: dmax          [Peak Search]       Typical width : 0.57
                                         Minimum height : 29.104
```



Peak Search

Sample : ac0 D1
 Date : 22-Aug-95 16:22

File	: ac0 D1.0184
Operator	: dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

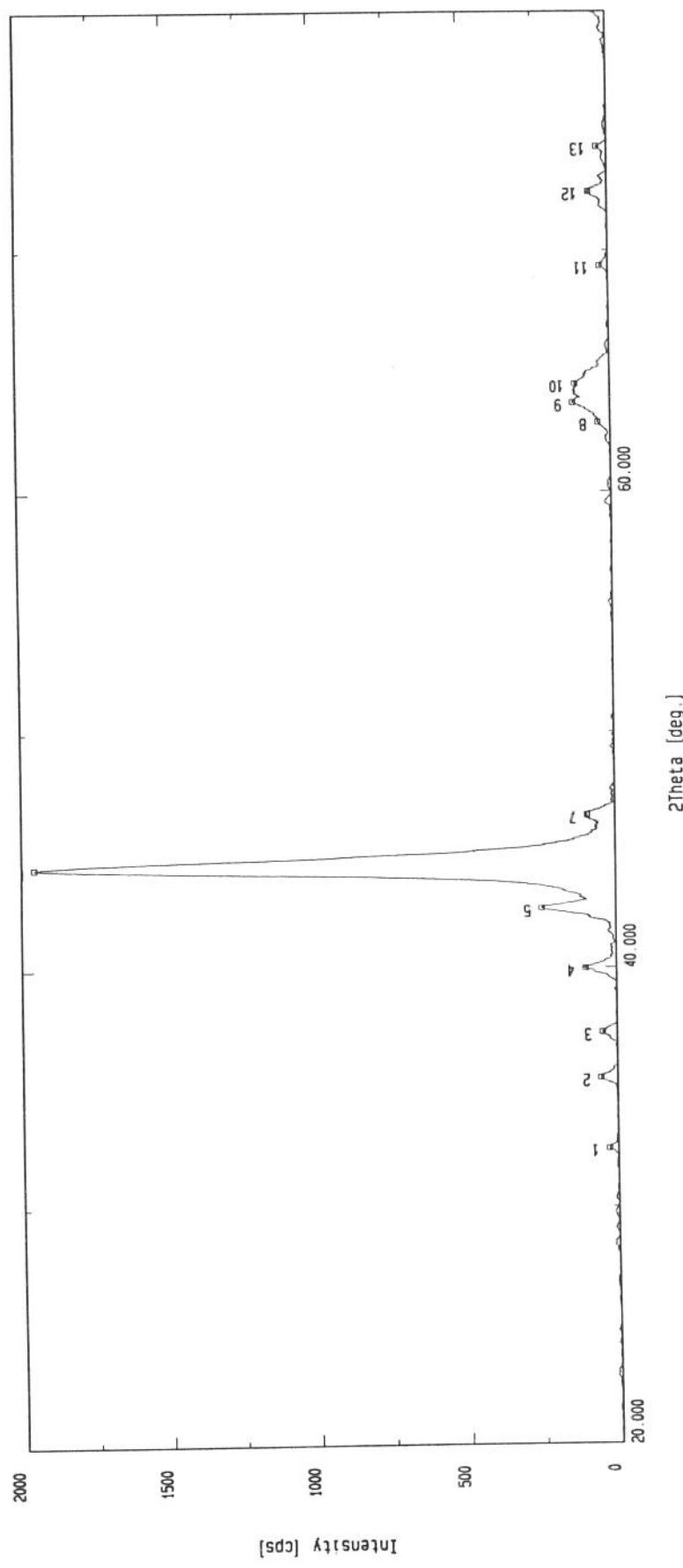
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	35.350	0.435	2.5370	55	3						
2	37.230	0.471	2.4131	75	4						
3	39.890	0.482	2.2581	107	5						
4	42.410	0.447	2.1296	242	12						
5	44.210	0.635	2.0470	2088	100						
6	46.380	0.494	1.9561	98	5						
7	52.710	0.318	1.4803	55	3						
8	63.830	0.976	1.4570	159	8						
9	64.490	0.471	1.4437	123	6						
10	72.350	0.447	1.3050	63	3						

Peak search

```

Sample : aco D2          [Smoothing] ] mode : Automatic Savitzkey-Golay's Points : 59
File   : aco D2.0184    [B.G. elimination] mode : Sonneveld-Visser's method Max. width of peak : 2.00
Comment : Fernando/UNICAMP ] mode : Sonneveld-Visser's method Min. height of peak : 1.000
Date   : 22-Aug-95 16:29 [Ka2 elimination] Intensity ratio : 0.500
Operator: dmax          [Peak search] ] Typical width : 0.60
                                         Minimum height : 31.358

```



Peak Search

Sample : ac0 D2
 Date : 22-Aug-95 16:29

File : ac0 D2.0184
 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

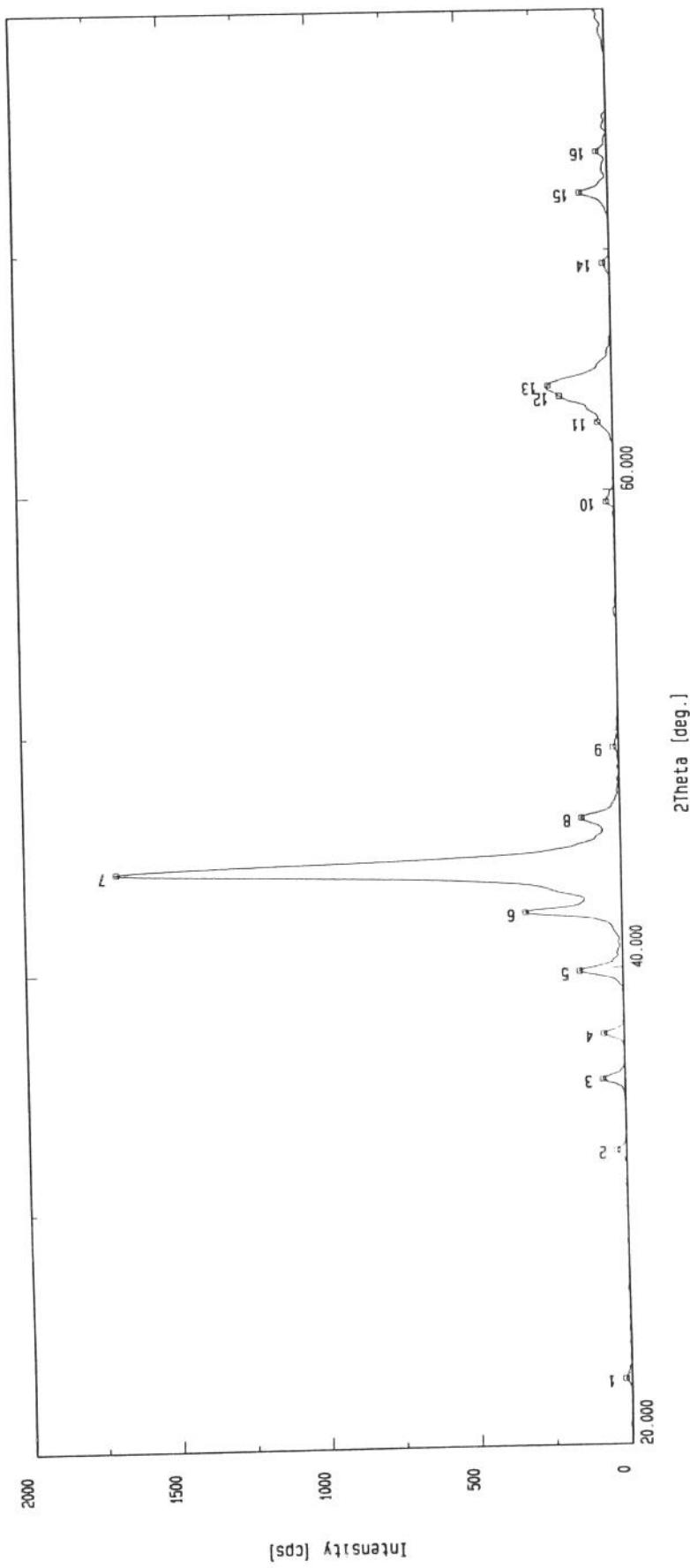
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	32.440	*****	2.7576	31	2						
2	35.410	0.435	2.5328	57	3						
3	37.330	0.541	2.4069	50	3						
4	39.980	0.471	2.2532	104	5						
5	42.520	0.459	2.1243	247	13						
6	44.330	0.612	2.0417	1957	100						
7	46.480	0.518	1.9521	94	5						
8	52.830	0.318	1.4778	43	2						
9	63.660	0.376	1.4605	126	6						
10	64.460	0.365	1.4443	117	6						
11	69.340	*****	1.3541	30	2						
12	72.440	0.482	1.3036	64	3						
13	74.280	0.365	1.2758	35	2						

Peak search

```

Sample : aco D3           [Smoothing]      Points : 55
File   : aco D3.0185     [B.G. elimination]  Max. width of peak : 2.00
Comment : Fernando/UNICAMP [ mode : Savitzky-Golay's
          Date   : 22-Aug-95 17:48  ] mode : Sonneveld-Visser's method
          Operator : dmax        Min. height of peak : 1.000
                                         Intensity ratio : 0.500
                                         Typical width   : 0.54
                                         Minimum height  : 32.897

```



Peak Search

Sample : aco 03
 Date : 22-Aug-95 17:48

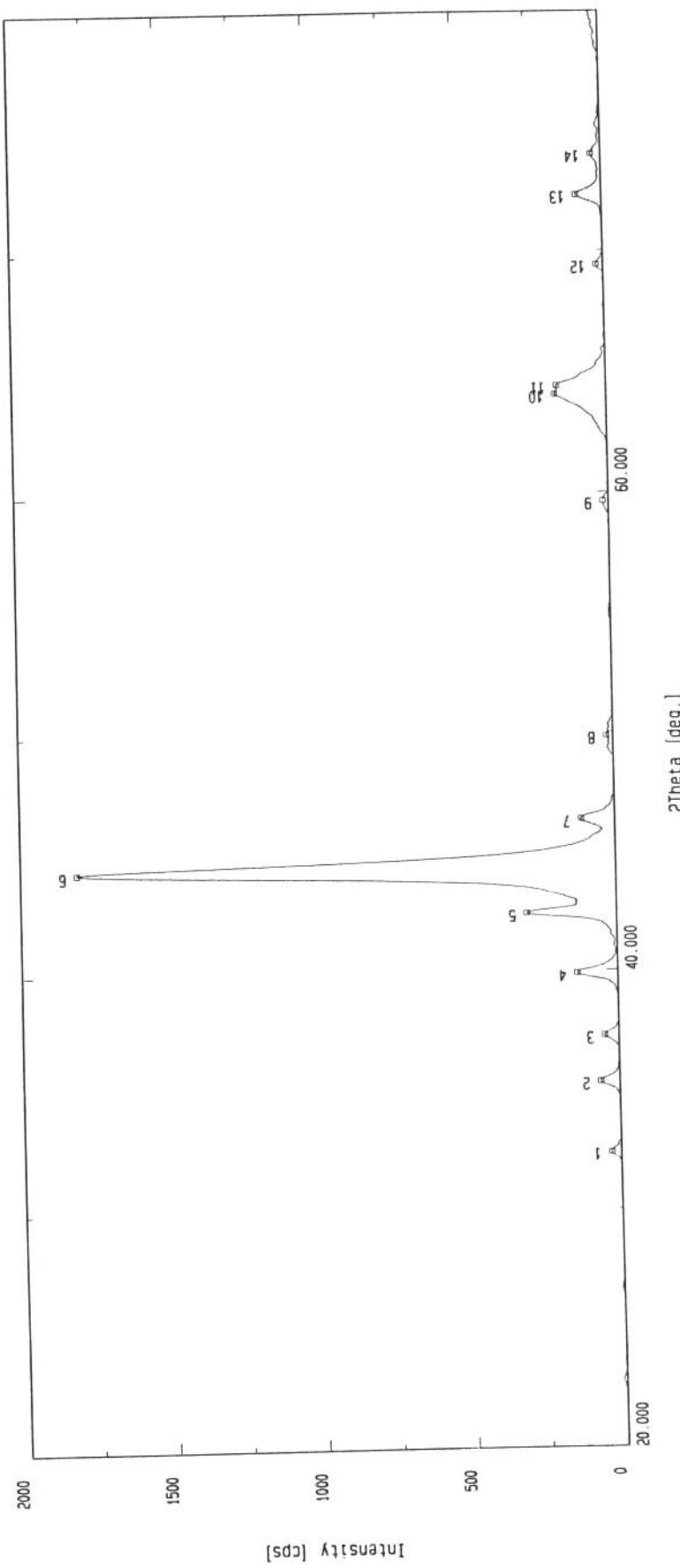
File : aco 03.0185
 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	22.720	*****	3.9105	22	1						
2	32.380	*****	2.7626	32	2						
3	35.350	0.447	2.5370	73	4						
4	37.240	0.424	2.4125	68	4						
5	39.880	0.424	2.2586	144	9						
6	42.410	0.424	2.1296	319	19						
7	44.310	0.583	2.0426	1688	100						
8	46.380	0.494	1.9561	128	8						
9	49.310	*****	1.8465	20	1						
10	59.500	*****	1.5523	28	2						
11	62.810	0.412	1.4782	50	3						
12	63.890	0.329	1.4558	174	10						
13	64.340	0.765	1.4467	212	13						
14	69.420	*****	1.3527	24	1						
15	72.330	0.412	1.3053	95	6						
16	74.040	0.388	1.2793	37	2						

Peak search

Sample :	aco D4	[Smoothing]	Automatic Savitzky-Golay's Points
File :	aco D4.0185	[B.G. elimination] mode	Sonneveld-Visser's method
Comment :	Fernando/UNICAMP	mode	Max. width of peak : 2.00
Date :	22-Aug-95 18:28	[Ka2 elimination]	Min. height of peak : 1.000
Operator :	dmax	[Peak search]	Intensity ratio : 0.500
			Typical width : 0.57
			Minimum height : 32.447



Peak search

Sample : ac0 D4
 Date : 22-Aug-95 18:28

File : ac0 D4.0185
 Operator : dmax

Comment : Fernando/UNICAMP

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I0
1	32.380	0.447	2.7626	33	2						
2	35.350	0.482	2.5370	65	4						
3	37.280	0.459	2.4100	48	3						
4	39.900	0.471	2.2576	136	8						
5	42.430	0.435	2.1286	300	17						
6	44.320	0.624	2.0421	1810	100						
7	46.370	0.529	1.9565	114	6						
8	49.850	*****	1.8278	23	1						
9	59.620	*****	1.5495	20	1						
10	64.070	0.553	1.4522	173	10						
11	64.420	0.412	1.4451	166	9						
12	69.380	*****	1.3534	24	1						
13	72.340	0.565	1.3052	88	5						
14	74.060	0.588	1.2790	35	2						