ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA POR José Benedito Marcomini E APROVADA PELA COMISSÃO JULGADORA EM 18/12/2008

ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

"Fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H"

Autor: José Benedito Marcomini

Orientador: Prof. Dr. Itamar Ferreira

06/2009

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS

"Fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H"

Autor: José Benedito Marcomini
Orientador: Dr. Itamar Ferreira

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais

Dissertação de mestrado acadêmico apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2008
S.P. – Brasil

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

M333f

Marcomini, José Benedito
Fragilização da Martensita Revenida no Aço SAE 5160H / José Benedito Marcomini. --Campinas, SP: [s.n.], 2008.

Orientador: Itamar Ferreira.
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Martensita. 2. Aço. 3. Têmpera. I. Ferreira,Itamar. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Tempered Martensite Embrittlement in SAE 5160H Steel
Palavras-chave em Inglês: Martensite, Steel, Quenching
Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação
Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica
Banca examinadora: Rezende Gomes dos Santos, Alessandro Teixeira Neto
Data da defesa: 18/12/2008
Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS

Dissertação de Mestrado Acadêmico

"Fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H"

Autor: José Benedito Marcomini
Orientador: Dr. Itamar Ferreira

Prof. Dr. Itamar Ferreira, Presidente
Instituição: Faculdade de Engenharia Mecânica – UNICAMP

Prof. Dr.Rezende Gomes dos Santos
Instituição: Faculdade de Engenharia Mecânica – UNICAMP

Prof. Dr. Alessandro Teixeira Neto
Instituição: Embraer / São José dos Campos

Campinas, 18 de dezembro de 2008.

Dedicatória:

Dedico este trabalho a minha esposa Silvia Helena e aos meus pais, João Baptista e Neusa de Lurdes. Os últimos me deram a vida e a primeira me devolveu a ela. Agradeço o carinho, o amor, a dedicação, a compreensão e o incentivo.

Dedico também ao meu filho Douglas Vinícius para que sirva de exemplo e incentivo aos seus estudos.

Agradecimentos

Em primeiro lugar agradeço a Deus Espírito Santo pela realização deste sonho. Aproveito também para prestar homenagem a diversas pessoas sem as quais esse trabalho não seria possível:

Ao Dr. Itamar Ferreira pela confiança, paciência e orientação deste trabalho.

À Bardella SA Indústrias Mecânicas, na pessoa do seu presidente, Engº. José Roberto Mendes da Silva, pelo apoio e incentivo durante todo o período deste trabalho.

Ao Engº. Plisio Machado Toledo Jr., Chefe do Departamento de Engenharia de Soldagem da Bardella SA Indústrias Mecânicas, e ao Engº. Paulo Cesar Medina, Gerente Comercial da Divisão de Aços da Bardella SA Indústrias Mecânicas, pela amizade, apoio e incentivo.

Ao Departamento de Usinagem Leve da Bardella SA Indústrias Mecânicas, pela usinagem dos corpos-de-prova de impacto.

Aos amigos Srs. Renato Luiz Teixeira e Renato Fermino Silva, futuros engenheiros, analistas do Laboratório Metalúrgico da Bardella SA Indústrias Mecânicas, sem os quais não seria possível a realização deste trabalho.

Ao químico Jucemar Miravo da Silva, técnico do Laboratório Metalúrgico da Bardella SA Indústrias Mecânicas.

Aos Srs. Joel de Oliveira Gambôa e Marcio Silva Trindade, técnicos do Laboratório Metalúrgico da Bardella SA Indústrias Mecânicas.

À Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo, na pessoa do Eng. Marcos de Sá Fortes Macedo, Gerente da Garantia da Qualidade, por ter permitido a utilização dos laboratórios de seu departamento para realização das análises de difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura.

A Srta. Marissa Montalban, química responsável pelo GQ-11 da Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo, pelas análises de difração de raios-x.

Ao amigo, MSc. Gilberto Ranalli, pelo incentivo, amizade e por ter tornado possível as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e EDS, nos laboratórios da Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo e que foram cruciais no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Engº José Frade de Sousa, Gerente do Departamento de Qualidade Assegurada e ao Engº Moacir Marques Pereira, Gerente de Desenvolvimento Organizacional, pelo apoio e incentivo.

Aos Srs. Celso Tescari e Engº Cláudio Paulino, Chefes do Departamento de Vendas da Divisão de Aços, da Bardella SA Indústrias Mecânicas, pelo apoio e incentivo, e a todos os colaboradores deste departamento.

Aos colegas Engenheiros Ricardo Modesto Zuppo, Ivan Alexandre Cotrick Gomes, Denis Ferezim, Eric Escatolin e Diovani Nunes Pacheco e ao Srs. Valmir Rezende de Lima e Rogério Borges pelo incentivo e amizade.

Ao Dr. Mauro A. F. de Oliveira do Departamento de Engenharia de Produtos Forjados, da Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo pela amizade, incentivo e troca de informações durante todos estes anos de amizade.

Aos meus irmãos, João Luis, Paulo Francisco e Luciano Miguel, pela amizade, incentivo e apoio durante todos estes anos.

Ao amigo, Filipe Marafon de Paoli, futuro engenheiro, pela amizade, apoio e incentivo.

Ao amigo Paulo Sales de Alcântara do departamento de vendas da Aços Salgueiro, pela amizade e incentivo.

Aos Engenheiros Flavio José Antiqueira, Luis Cláudio Pípoli, João Roberto dos Santos, Edison Henrique Delboni, ao MSc. Luis Fernando Camacho e ao Projetista Paulo Sérgio Grossi pela confiança e incentivo durante mais de trinta anos de amizade.

Aos meus antigos mestres: Prof. Ulysses Ribeiro (in memorian), Profa. Nabhia A. R. Micelli, Prof. Dr. Edson de Oliveira, Prof. Dr. José Alberto Rodrigues Jordão, Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues, Prof. Dr. José Augusto Marcondes Agnelli, Prof. Dr. José Pedro Rino, Prof. Dr. Rinaldo Gregório Filho, Prof. Dr. Thomas Toshimi Ishikawa, Prof. Dr. Joaquim de Cintra

Cylos, Prof. Dr. Ideonor Novaes da Conceição, Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno e a todos os mestres que contribuíram em minha formação e me ensinaram a beleza da ciência.

Ao amigo Engº Mauricio Trombini da Villares Metals pelo apoio e incentivo.

Aos Profs. Drs. Paulo Roberto Cetlin e Sérgio Tonini Button pela paciência em responder minhas consultas.

A todos que direta ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

"A física e a matemática
são linguagens que traduzem para inteligência humana, o que a inteligência divina criou".

Resumo

MARCOMINI, José Benedito, Fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008. p. 145. Dissertação (Mestrado).

Este trabalho tem como objetivo caracterizar e analisar o fenômeno da fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H, por meio de ensaios metalográficos, mecânicos, microscopia eletrônica de varredura e difratometria de raios-x. Corpos-de-prova do aço supracitado, laminado, foram austenitizados em duas temperaturas: 800ºC e 1050ºC, temperados em óleo a 80ºC, para obtenção de austenita retida e posteriormente, revenidos em 280ºC, 350ºC e 420ºC. Foram caracterizadas a microestrutura, as propriedades mecânicas e o micromecanismo de fratura em amostras nas condições laminado, temperado e temperado e revenido. Foi detectada a fragilização a 350ºC, temperatura na qual foi observada menor energia no ensaio de impacto, para ambas as temperaturas de austenitização, 800ºC e 1050ºC, em concordância com a literatura, porém com um micromecanismo de fratura misto: intergranular e alveolar, para a temperatura de austenitização de 1050ºC e micromecanismo intergranular para a temperatura de austenitização de 800ºC, como mostram as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi estudada, também a decomposição da austenita retida por análise de difração de raios-x nas amostras, nas varias condições cujos resultados mostram concordância com o previsto na literatura. Foi feita a análise por espectro de energia dispersiva (EDS acoplado ao MEV), com o intuito de verificar a influência de elementos como S e P neste fenômeno, porém, não foi detectada a presença destes elementos na superfície de fratura, por este método. Foi observado que existe uma concorrência de mecanismos para a fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H e que o fenômeno apresenta-se com maior intensidade para temperatura de austenitização mais alta.

Palavras chave

Fragilização, martensita revenida, aço SAE 5160

Abstract

MARCOMINI, José Benedito, Tempered martensite embrittlement in SAE 5160 H steel, Campinas, Faculty of Mechanical Engineering, State University of Campinas, 2008. p. 145. Dissertation (Master of Science).

The purpose of this work is the characterization and analysis of tempered martensite embrittlement phenomena in SAE 5160 steel using metallographic and mechanical tests, scanning electron microscopy and X-Ray diffraction. The rolled SAE 5160 H steel samples were austenitized in two temperatures: 800ºC and 1050ºC, quenched in oil at 80ºC, to obtain retained austenite and tempered in three different temperatures: 280ºC, 350ºC and 420ºC. Mechanical properties, microstructure and fracture mechanism were analyzed in samples in the conditions: as rolled, quenched and quenched and tempered. The 350ºC tempered martensite embrittlement was detected by impact tests according to the references with an intergranular and dimples fracture mechanism for surface fracture of samples austenitized at 1050ºC and intergranular fracture mechanism for fracture surface of samples austenitized at 800ºC, as showed by scanning electron microscopy (SEM) analysis. The retained austenite decomposition was studied by X-Ray diffraction in all conditions samples and the behavior is in accordance with references. The X–Ray energy dispersive spectrum (EDS) was performed to study the influence of impurities like S and P in this phenomenon but no impurities were detected in fracture surface, by this method. It was observed that some mechanisms contribute to tempered martensite embrittlement in 5160H steel and the effects of this phenomenon are enhanced for higher austenitizing temperature.

Key words

Embrittlement, martensite, Steel SAE 5160.

Sumário

Lista de figuras xiv

Lista de tabelas xx

Nomenclatura xxi

Abreviações xxii

Capítulo 1

Introdução 1

1.1 Objetivos 7

Capítulo 2

Revisão da literatura

2.1 Casos recentes 9

2.2 Metalurgia física 11

2.2.1 Transformação martensítica 11

2.2.2 Considerações sobre o revenimento 14

2.2.3 Fragilidade ao revenido 16

2.2.4 Fragilização da martensita revenida (FMR) 17

Capítulo 3

Materiais e métodos

3.1 Material 50

3.2 Tratamento térmico 50

3.3Análise metalográfica 53

3.4 Ensaios

3.4.1 Ensaio de dureza e tração 53

3.4.2 Ensaio de impacto 54

3.5 Difratometria de raios-x 54

3.6 Análise em MEV 54

Capítulo 4

Resultados e Discussão

4.1 Análise metalográfica 55

4.2 Ensaios

4.2.1 Ensaio de dureza 62

4.2.2 Ensaio de tração 64

4.2.3 Ensaio de impacto 70

4.3 Difratometria de raios-x 75

4.4 Análise MEV e EDS 78

Capítulo 5

Conclusões e sugestões para próximos trabalhos

5.1 Conclusões 103

5.2 Sugestões para próximos trabalhos 104

Referências bibliográficas 106

ANEXOS

Anexo I Fundamentação teórica da análise química do carbono 110

Anexo II Fotos dos equipamentos do laboratório 113

Anexo III Curva de aquecimento do forno “mufla” 118

Anexo IV Espectro característico da análise de EDS 119

Anexo V Diagrama de transformação em resfriamento contínuo, para o aço SAE 5160 120

Anexo VI Rugosímetro 121

Anexo VII Dimensões dos corpos de prova de tração e impacto. 122

Lista de Figuras

1.1 Microestrutura do aço do casco do Titanic em comparação a um aço SAE 1018 atual 2

1.2 Resultados dos ensaios mecânicos comparativos entre o aço do Titanic e um aço ASTM A 36 3

1.3 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto retirado do casco do Titanic 4

1.4 Superfície de fratura ampliada. À direita, observa-se uma partícula de MnS fraturada e padrão de rios, mostrando a propagação da fratura.Temperatura de ensaio: 0ºC 4

1.5 Navios Liberty fraturados 6

2.1 Peças estudadas: a) Prisioneiros b) Parafuso 9

2.2 Fractografias da superfície de fratura dos corpos de prova do ensaio de tração realizado nos prisioneiros 10

2.3 Fractografias da superfície de fratura de um parafuso com falha 10

2.4 Variação de Ms e Mf com o teor de carbono (Reed-Hill-1982-pg. 613) 13

2.5 Variação da austenita retida com o teor de carbono (Reed-Hill-1982-pg. 613) 13

2.6 Variação da energia de ativação do segundo estágio, em função do teor de carbono 14

2.7 Amostras austenitizadas a 850ºC e revenidas em 350ºC apresentando micromecanismo misto : “dimples” e intergranular 17

2.8 Amostras austenitizadas em 1000ºC e revenidas em 350ºC, apresentando maior percentagem de micromecanismo intergranular de fratura 19

2.9 Amostras austenitizadas em 1100ºC e revenidas em 350º apresentando micromecanismo de fratura intergranular 20

2.10 Variação da energia de impacto com relação ao tempo e temperatura de revenimento 22

2.11 “Intralath cementite” no aço Fe-4Mo-0,2C, temperado e revenido em 295ºC. Imagem de campo escuro em microscópio eletrônico de transmissão (MET) 24

2.12 Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço Fe-4Mo-0,2C, temperado. 24

2.13 Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço Fe-4Mo-0,2C, temperado e revenido em 190ºC por 1 hora. 25

2.14 Fractografias do aço Fe-4Mo-0,2C, apresentando a superfície de fratura do ensaio de impacto a –106ºC . 25

2.15 Análise de MET para o aço Fe-1V-0,2C, temperado. (a) Imagem em campo escuro da austenita retida. 26

2.16 Aço Fe-1V-0,2C . (a) e (b) Imagem de MET para a cementita em campo escuro e campo claro após têmpera e revenimento em 290ºC por 1 hora. 27

2.17 Resultados do ensaio de impacto para o aço Fe-1V-0,2C 27

2.18 (a) Micrografia de MET do aço Fe-Mn-Si-C temperado e revenido em 245ºC por 15 minutos apresentando martensita revenida e carbonetos épsilon (ε). 28

2.19 (a) Micrografia de MET do aço Fe-Mn-Si-C temperado e revenido em 355ºC por 4 horas apresentando cementita. 28

2.20 Resultada de ensaio de impacto para aço Fe-Mn-Si-C 29

2.21 Matriz martensítica e morfologia dos carbonetos no aço SAE 5160 com Alto P. 31

2.22 Resultados do ensaio de impacto 32

2.23 Fractografia do SAE 5160 no estado temperado 32

2.24 SAE 5160 no estado temperado e revenido em 200ºC 33

2.25 SAE 5160 no estado temperado e revenido em 300ºC 33

2.26 SAE 5160 no estado temperado e revenido em 500ºC 34

2.27 Porcentagem de fratura intergranular como função da temperatura para o 52100 36

2.28 Relação entre o teor de carbono e fósforo, e a ocorrência de fratura 36

2.29 Resultado do ensaio de impacto do aço SAE 5160 38

2.30 Resultados do ensaio de fadiga do aço SAE 5160 38

2.31 Fractografia da superfície de fratura do ensaio de fadiga do aço SAE 5160 39

2.32 Influência da temperatura de austenitização e revenido sobre os valores de dureza 40

2.33 Influência das temperaturas de austenitização e revenido sobre os valores da redução de área e tenacidade à fratura 41

2.34 Influência das temperaturas de austenitização e revenido sobre a fração volumétrica da austenita retida 41

2.35 Micromecanismos de fratura do aço 300M 42

2.36 Estado de tensões na ponta da trinca 44

2.37 (a) Porcentagem de Fratura Intergranular X Temperaturas de Revenido
(b) Tamanho da trinca à frente do entalhe (μm) X Temperaturas de Revenido 44

2.38 Fractografias de uma amostra do aço ABNT 4340 na condição como recebida 46

2.39 Tratamento dado às imagens digitais: (a) na determinação do tamanho de grão pelo método de Henry 46

2.40 Influência da temperatura de revenido nas propriedades mecânicas e micromecanismos de fratura 47

2.41 Variação da energia absorvida no ensaio de impacto (E), em função da temperatura 48

3.1 Esquema dos tratamentos térmicos 51

3.2 Fotografia dos corpos de prova tratados e lixados 52

4.1 Micrografia da amostra BL, bruto laminado, sem tratamento térmico 55

4.2 Micrografia da amostra C, aquecida a 1050ºC, durante 1hora e 15 min, temperada em óleo a 80ºC. Sem revenimento 56

4.3 Amostra C. Tamanho de grão austenítico, ASTM 4, aquecida a 1050ºC durante 1h e 15min, temperada em óleo a 80 ºC, sem revenimento 56

4.4 Micrografia da amostra C1, aquecida a 800 ºC, temperada em óleo a 80ºC, sem revenimento 57

4.5 Amostra C1. Tamanho de grão austenítico 57

4.6 Amostra C2, aquecida a 1050ºC por 1 h e 15 min, temperada em óleo a 80ºC, revenida a 280ºC 58

4.7 Amostra C3, aquecida a 1050ºC por 1h e 15 min, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 350ºC 58

4.8 Amostra C4, aquecida a 1050ºC durante 1h e 15 min, temperado em óleo a 80ºC, revenido em 420ºC 59

4.9 Amostra C6, aquecida a 800ºC, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 350ºC 59

4.10 Amostra C7, aquecida a 800ºC, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 420ºC 60

4.11 Resultados dos ensaios de dureza em função da condição de tratamento 62

4.12 Resultados dos ensaios de dureza em função da temperatura de revenimento 63

4.13 Limite de resistência à tração em função da condição 65

4.14 Limite de escoamento em função da condição 66

4.15 Alongamento em função da condição 66

4.16 Limite de resistência em função da temperatura de revenimento 67

4.17 Limite de escoamento em função da temperatura de revenimento 68

4.18 Alongamento em função da temperatura de revenimento 69

4.19 Aspecto da fratura do corpo-de-prova de tração C3- aquecido à 1050ºC e revenido a 350ºC 70

4.20 Energia absorvida no impacto em função da condição 71

4.21 Energia absorvida no ensaio de impacto em função da temperatura de revenimento 72

4.22 Aspecto da fratura dos corpos-de-prova de impacto 73

4.23 Aspecto da fratura dos corpos-de-prova de impacto 74

4.24 Decomposição da austenita retida em função da temperatura de revenimento 77

4.25 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto BL, bruto laminado, sem tratamento térmico 78

4.26 Análise de EDS do corpo-de-prova BL, bruto laminado, sem tratamento térmico 79

4.27 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C, aquecido a 1050ºC e temperado, sem revenimento 80

4.28 Análise de EDS do corpo-de-prova C, austenitizado em 1050ºC 82

4.29 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C1, austenitizado em 800ºC, sem revenimento 83

4.30 Análise de EDS do corpo-de-prova C1,austenitizado em 800ºC 84

4.31 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C2, aquecido a 1050ºC, temperado, e revenido a 280ºC. 85

4.32 Análise de EDS da amostra C2, aquecido a 1050ºC, temperado, e revenido a 280ºC 87

4.33 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C3, aquecido a 1050ºC, temperado, e revenido em 350ºC 88

4.34 Análise de EDS da amostra C3, aquecida a 1050ºC, temperada, e revenida em 350ºC. Microssonda focada na região de micromecanismo intergranular 90

4.35 Evolução da decomposição da austenita retida 90

4.36 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C4, aquecido a 1050ºC, temperado, e revenido em 420ºC 91

4.37 Análise de EDS da amostra C4, aquecida a 1050ºC, temperada, e revenida em 420ºC 92

4.38 Comparação entre os micromecanismos de fratura em função da temperatura 93

4.39 Superfície de fratura corpo-de-prova de impacto C5, aquecido a 800ºC, temperado, revenido em 280ºC 94

4.40 Microestrutura do corpo-de-prova de impacto, C5 95

4.41 Análise de EDS da amostra C5, aquecida a 800ºC, temperada, revenida em 280ºC 96

4.42 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C6, aquecido a 800ºC, temperado e revenido em 350ºC 96

4.43 Análise de EDS da amostra C6, aquecida a 800ºC, temperada e revenida em 350ºC 97

4.44 Microestrutura do corpo-de-prova C6 98

4.45 Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C7, aquecido a 800ºC, temperado, revenido em 420ºC. 98

4.46 Análise de EDS da amostra C7, aquecida a 800ºC, temperada, revenida em 420ºC 99

4.47 Resumo das propriedades mecânicas 100

4.48 Resumo dos resultados do trabalho 101

I.1 Equipamento para análise de carbono por combustão gasométrica 111

II.1 Forno tipo “Mufla” 113

II.2 Banco metalográfico 114

II.3 Máquina de ensaios Wolpert e realização dos ensaios de tração 115

II.4 Máquina de impacto 116

II.5 Durômetro e balança analítica 116

II.6 Vidraria para análise química via úmida 117

III.1 Curva de aquecimento do forno 118

IV.1 Espectro característico EDS 119

IV.2 Espectro característico de emissão de raios-x 119

V.1 Diagrama TRC para o aço SAE 5160 120

VI1 Rugosímetro 121

VII.1 Corpo-de-prova de tração 122

VII.2 Corpo-de-prova de impacto 122

Lista de tabelas

1.1 Comparação entre as composições químicas do material do casco do Titanic resgatado em1991,1996 e um aço AISI 1018 atual 5

2.1 Composição química do aço AISI 4340 utilizado em Eliaz et al 17

2.2 Composição química dos aços experimentais utilizados em Lee et al 21

2.3 Composição química dos aços utilizados em Bhadeshia & Edmonds 23

2.4 Composição química dos aços utilizados: SAE 5160 com diferentes teores de fósforo 30

2.5 Composição química dos aços utilizados em Merlano et al 38

2.6 Composição química do aço 300M 40

2.7 Composição química do aço ABNT 4340 em Idehara et al 45

2.8 Composição do aço 34NiCrMoV125 48

3.1 Composição química do aço SAE 5160H 50

3.2 Condições das amostras estudadas 52

3.3 Resumo dos ensaios realizados 53

4.1 Resultado da análise de microinclusões 60

4.2 Resultados da análise metalográfica 61

4.3 Resultado do ensaio de dureza em função da condição 62

4.4 Resultados do ensaio de tração 64

4.5 Resultados do ensaio de impacto 70

4.6 Teor de austenita retida 76

Nomenclatura

Letras latinas

a - comprimento de trinca	[mm]
AL – alongamento	[%]
E – energia absorvida no impacto	[J]
E – módulo de elasticidade	[MPa]
G – energia livre de Gibbs	[J]
K – fator de intensidade de tensões	[MPa.m½]
K_{IC} - tenacidade à fratura em deformação plana	[MPa.m½]
LR – limite de resistência à tração	[MPa]
LE – limite de escoamento	[MPa]
Ms – Temperatura de início de transformação martensítica	[ºC]
Mf – Temperatura final de transformação martensítica	[ºC]
Q – energia de ativação	[kcal]
Ra – rugosity average – rugosidade média	[µm]
rp - raio da zona plástica	[m]
R – constante universal dos gases	[$kJ.mol^{-1}.K^{-1}$]
R – coeficiente de correlação	[adimensional]
RA – redução de área	[%]
t – tempo	[s]
T - temperatura	[K]
V - velocidade exponencial de transformação bainítica	[1/s]

.....

Letras gregas

γ_e – tensão superficial	[MPa]
ε – deformação	[%]
σ_N - tensão normal	[MPa]
σ - tensão normal	[MPa]
σ_t – limite de resistência à tração	[MPa]
σ_e – limite de escoamento	[MPa]
τ – tensão de cisalhamento	[MPa]
λ – comprimento de onda	[m]
θ – ângulo do feixe de raios-X	[radianos]
π - 3,1416	[adimensional]

Abreviações

EDS – X-ray energy dispersive spectrum – energia dispersiva de raios-X.
FMR – Fragilização da martensita revenida
MET – Microscópio eletrônico de transmissão
MEV – Microscópio eletrônico de varredura
TRIP – Transformation induced plasticity
TWIP –Twinning induced plasticity
TME – Tempered Martensite Embrittlement
TRC – Transformação em resfriamento continuo.

Capítulo 1

Introdução

A “Metalurgia Física”, como área do saber específica, tem pouco mais de um século de idade. Os primeiros registros de estudos metalúrgicos, porém, são os manuscritos de Pliny (23 – 79 D.C.). Agrícola, que era basicamente um metalurgista extrativo, escreveu “De Re Metallica” (“sobre os materiais metálicos”) em 1.556 [1].

Desde a primeira observação das microestruturas metálicas em meteoritos de ferro-níquel, como o meteorito Agram, analisado por Aloys Von Widmanstätten em 1.808, a metalurgia física tem sido a principal ferramenta de estudo dos fenômenos metalúrgicos [1]. Dentre esses fenômenos, um deles ainda não possui um modelo muito bem definido: a fragilização da martensita revenida. Este fenômeno pode causar falhas catastróficas por fratura frágil em peças temperadas e revenidas sob certas condições, que serão apresentadas no decorrer deste trabalho. A mecânica de fratura é outra ferramenta da ciência e engenharia de materiais que é indispensável neste tipo de estudo. O presente trabalho será baseado na técnica e nas teorias destas duas poderosas ferramentas: a mecânica de fratura e a metalurgia física.

Nos últimos cem anos ocorreram inúmeros casos de fratura de estruturas metálicas, principalmente em estruturas de aço soldadas, como pontes, reservatórios de óleo, navios, caldeiras etc. Como exemplo, pode-se citar os desastres com o navio “Titanic” em 1912, com os navios “Liberty” em 1940 (Fig.1.5) [2], com os navios “Merchand” entre 1942 e 1946, com os aviões “De Havilland” entre 1953 e 1954 e com um reservatório de estocagem de óleo cru no Canadá em 1980. A extensão deste problema é tão grande que, de 4694 navios “Liberty” construídos, 1289 apresentaram falhas estruturais, dos quais 233 catastróficas ocasionando a perda total do navio [3]. No caso do navio Titanic, o desastre foi agravado pela falta de conhecimento técnico-científico, tanto nas áreas de metalurgia como também de mecânica de fratura. O Titanic foi a maior máquina construída até aquela época, com 260 metros de

comprimento. Na época o evento contrariou a afirmação feita: “esse, nem Deus afunda.” Afundou em sua primeira viagem com 2228 passageiros a bordo, dos quais 1523 morreram. Do ponto de vista da metalurgia, até 1912 não se sabia exatamente qual a influência do enxofre como impureza do aço de toda estrutura do navio, na temperatura de transição frágil – dúctil. Alguns autores concluíram que a tragédia do Titanic foi causada pelo alto teor de enxofre e por um erro conceitual devido ao desconhecimento da mecânica de fratura, ao avaliar a temperatura de transição frágil-dutil. A avaliação foi feita por meio de ensaio de impacto, com corpo-de-prova de seção quadrada de 10 mm e foi tomada como verdadeira para as chapas de espessura muito maior, utilizadas na construção do navio. O aumento de espessura leva a uma mudança no estado de tensões, que passa de tensão plana para deformação plana e, além disso, altera a temperatura de transição frágil-dúctil [3]. Segundo o relatório do Dr. Tim Foecke, NIST - IR – 6118 [4], O RMS Titanic, afundou em 12 de abril de 1912, devido a diversos fatores metalúrgicos. Foi encontrado em 1985, porém as primeiras partes foram resgatadas somente em 1991. Foi feita uma comparação com o aço de partes do casco recuperado e um SAE 1018 atual. Foram feitas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da microestrutura dos dois materiais, conforme figura 1.1.

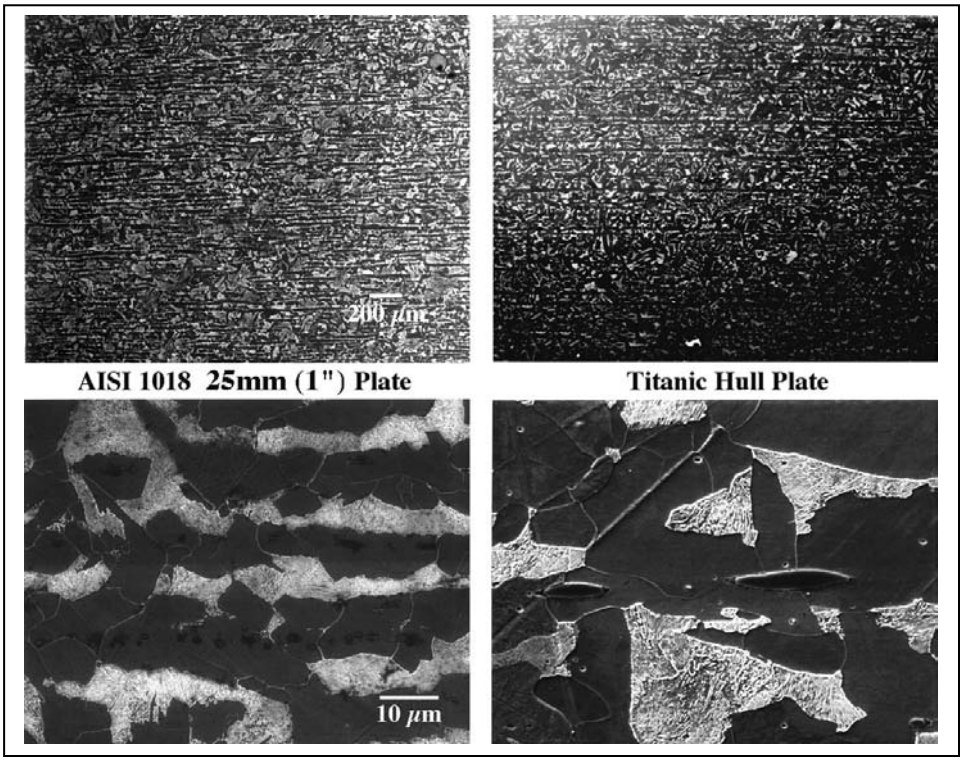


Figura 1.1- Microestrutura do aço do casco do Titanic em comparação a um aço SAE 1018 atual[4].

Os ensaios mecânicos foram realizados em comparação com um aço ASTM A 36, conforme figura 1.2.

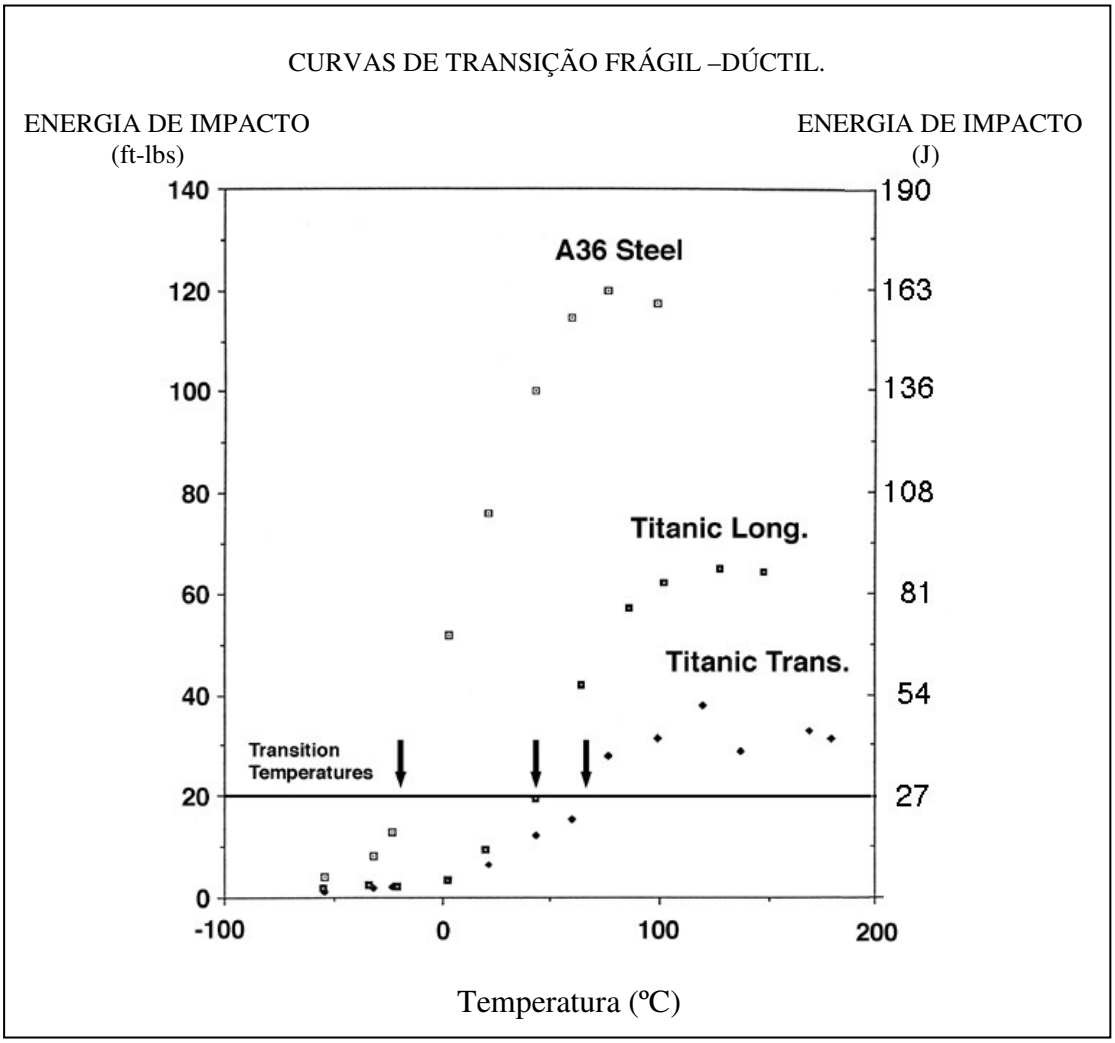


Figura 1.2 – Resultados dos ensaios mecânicos comparativos entre o aço do Titanic e um aço ASTM A 36 [4].

Foram realizadas análises de MEV da superfície de fratura do corpo-de-prova do ensaio de impacto, retirado do casco do Titanic. As fractografias mostram que o micromecanismo de fratura foi transgranular, cuja nucleação ocorreu, no caso das figuras 1.3, 1.4, em uma partícula de sulfeto de manganês (MnS). A partícula fraturou e nucleou a fratura que propagou pelo material.

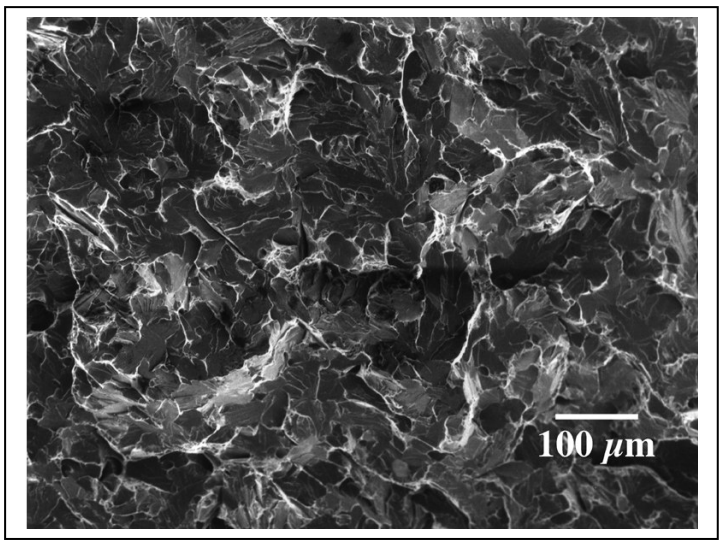


Figura 1.3 – Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto retirado do casco do Titanic [4].

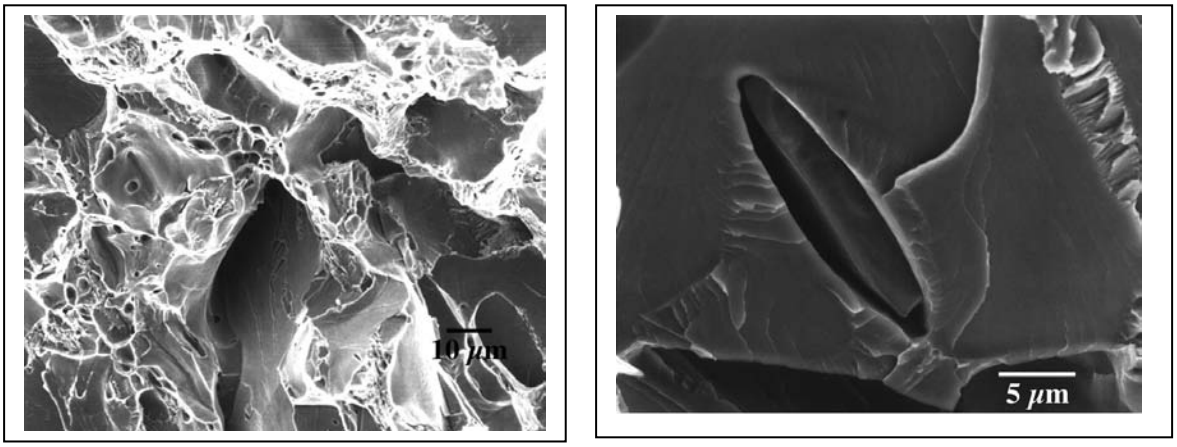


Figura 1.4- Superfície de fratura ampliada. À direita, observa-se uma partícula de MnS fraturada e padrão de rios, mostrando a propagação da fratura.Temperatura de ensaio: 0ºC [4].

A tabela 1.1, reproduzida a partir do relatório de Foecke [4], mostra a comparação entre as chapas resgatadas do Titanic em 1991, 1996 e um aço AISI 1018 atual.

Tabela 1.1 – Comparação entre as composições químicas do material do casco do Titanic resgatado em 1991,1996 e um aço AISI 1018 atual [4].

Elemento	1991 (CANMET) (%)	1996 (U.Mo.Rolla) (%)	1996 (Beth. Steel) (%)	AISI 1018 (ASM) (%)
Carbono	0,20	0,21	0,21	0,18-0,23
Enxofre	0,065	0,069	0,061	0,05máx.
Manganês	0,52	0,47	-	0,60-1,0
Fósforo	0,01	0,045	-	0,04máx.
Silício	0,025	0,017	-	-
Cobre	0,026	0,024	-	-
Nitrogênio	0,004	0,0035	-	0,026
Oxigênio	-	-	-	-
Terras raras	-	-	-	-
Razão Mn/S	8,0:1	6,8:1	-	12:1-20:1
Razão Mn/C	2,5:1	2:1	-	3:1-7:1

Foecke [4] concluiu que vários fatores influenciaram no afundamento do Titanic:

- Baixa tenacidade à fratura e alta temperatura de transição frágil-dúctil;
- Baixo teor de Mn, baixa razão Mn/C e granulação grosseira, que influenciam a tenacidade à fratura;
- A grande variação de propriedades nas mais de 2000 chapas utilizadas na construção do Titanic, dificultou a análise da real influência das partículas de MnS na fratura do navio;
- A influência dos rebites utilizados ainda seria objeto de uma investigação mais profunda.

Em 15 de abril de 2008, segundo o "The New York Times" os cientistas, Dr. Tim Foecke e Dra. Jennifer Hooper McCarty anunciaram que a rapidez do afundamento do Titanic foi devido à baixa qualidade dos rebites utilizados. Foram utilizados rebites de menor qualidade que fraturaram, descolando as chapas em diversos pontos e provocando a inundação de diversos compartimentos ao mesmo tempo. A análise destes rebites foi assunto da tese de doutorado da Dra. MacCarty [5].

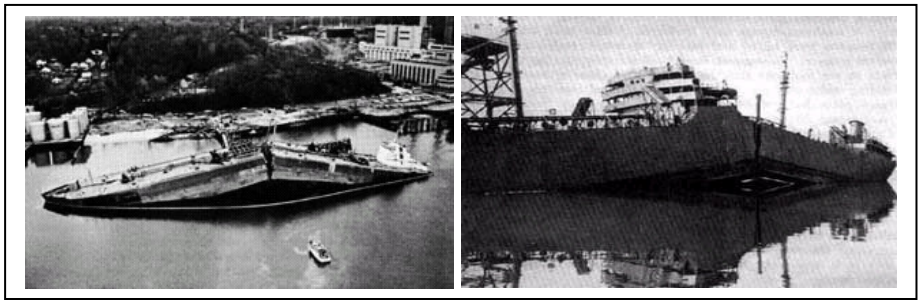


Figura 1.5 – Navios Liberty fraturados – Falha de soldagem [2].

Ainda assim, temos que considerar que as chapas da estrutura do navio apresentavam uma espessura muito maior do que as do corpo-de-prova e os engenheiros da época achavam que isso aumentaria a tenacidade à fratura do material, quando, na verdade ocorre o oposto, pois, com o aumento da espessura passa-se de um estado de tensão plana para um estado de deformação plana, ou seja, com o aumento da espessura há um aumento da triaxialidade das tensões. Inglis, em 1913 , modelou física e matematicamente o fenômeno da concentração de tensões em uma chapa infinita com um entalhe elíptico. Griffith publicou um artigo clássico sobre fratura de vidro em 1920, sendo que foi somente em meados da década de 40 que Irwin e Orowan modificaram a teoria de Griffith, válida para vidros, estendendo-a aos metais e, com isso, criando a teoria da "Mecânica de Fratura", teoria essa fundamental para o entendimento da tragédia do Titanic. Desse modo, além dos fatos apresentados no relatório de Foecke e das conclusões mais recentes sobre os rebites, a combinação dos altos teores de enxofre do aço, a baixa temperatura da água do mar, a alta taxa de deformação do choque com o "iceberg" e a grande espessura das chapas utilizadas na fabricação do navio, contribuíram muito para o afundamento do mesmo. No caso dos navios "Liberty", muitos deles "racharam" ao meio no próprio cais, sem a necessidade de um "iceberg".

Coincidentemente, Orowan, além de ter contribuído para o estudo da mecânica de fratura, também deu uma grande contribuição à metalurgia física quando desenvolveu a "Teoria das Discordâncias" em 1.934 [6].

Em 1954, a fratura de um rotor de turbina a vapor de um gerador de 165 MW operando a 3600 RPM, causando a destruição da usina de Ridgeland, Chicago e a explosão de um rotor produzido para a Arizona Public Service Co, deram um grande impulso ao estudo da fragilização por hidrogênio, levando, inclusive, ao desenvolvimento da desgaseificação do aço líquido, durante o processo de fabricação do mesmo [7].

A partir de meados da década de 40, paralelamente ao desenvolvimento da mecânica de fratura, houve um grande avanço na metalurgia física que levou a um melhor entendimento da teoria das discordâncias e fenômenos como: difusão, recristalização e os micromecanismos de fratura. Esse avanço foi intensificado, sobretudo, com o desenvolvimento do estudo das causas das falhas de componentes estruturais metálicos que passa pela caracterização e interpretação da superfície de fratura a "olho nu" e posteriormente pela fractografia em microscopia eletrônica de varredura (MEV) que revela os micromecanismos de fratura. Este conjunto de análises revela os eventos que antecederam a falha.

Há muitos anos o fenômeno da fragilização de aços pelo revenimento tem sido estudado, tendo como focos, a fragilização ao revenido e a fragilização da martensita revenida. O mecanismo deste segundo fenômeno ainda não está totalmente esclarecido. Com o presente trabalho, pretende-se contribuir para o melhor entendimento dos processos metalúrgicos envolvidos no fenômeno supracitado.

1.1 Objetivos

Dentre os vários tipos de fratura, existe a fratura que é causada pelo fenômeno da fragilização da martensita revenida (FMR) que causa uma diminuição na tenacidade à fratura de alguns aços, quando revenidos em certa faixa de temperatura. Diversos autores estudaram o tema, relacionando-o com o micromecanismo de fratura, temperatura de austenitização, decomposição térmica da austenita retida, nível de impurezas, etc.

Este trabalho teve como objetivo a caracterização e análise do fenômeno da fragilização da martensita revenida no aço SAE 5160H. Foram estudados os seguintes parâmetros:

1. Relação da temperatura de austenitização com a ocorrência e intensidade do fenômeno, baseado na dissolução de carbonetos e solubilização do carbono em temperaturas de austenitização mais altas, levando a uma maior quantidade de carbono disponível para a precipitação da cementita;

2. Relação deste fenômeno com a quantidade de austenita retida determinada por difração de raios-x, baseado na conclusão de alguns autores que a decomposição da austenita retida pode controlar o fenômeno da fragilização da martensita revenida;

3. Foi também estudado o micromecanismo de fratura relacionado a este fenômeno, através da análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Com este objetivo, foram utilizadas duas temperaturas de austenitização, 800ºC e 1050ºC. As amostras foram temperadas em óleo a 80ºC e revenidas em 280ºC, 350ºC e 420ºC. Foram realizadas as análises: química, metalográfica, análise de difração de raios-x e análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV), além de ensaios de tração, dureza e impacto, nas diversas condições de tratamento térmico.

A escolha do aço obedeceu aos seguintes critérios: relevância na aplicação, facilidade de obtenção de austenita retida e susceptibilidade à fragilização da martensita revenida. Este material é utilizado na fabricação de molas automotivas, assim como o aço SAE 6150. Devido ao "alto" teor de carbono do mesmo, existe uma maior facilidade de obtenção de austenita retida, uma vez que o carbono é um elemento estabilizador da fase austenítica. O baixo teor de elementos de liga faz com que o SAE 5160 apresente uma maior susceptibilidade à fragilização da martensita revenida. Os aços SAE 4140 e SAE4340 também podem apresentar o fenômeno porém, são menos susceptíveis. O SAE 4340, devido à presença de níquel em sua composição química, que aumenta a tenacidade e a tenacidade à fratura apresenta menor susceptibilidade dentre os três aços citados.

Capítulo 2

Revisão da Literatura

Diversos casos de fragilização da martensita revenida ocorrem ainda hoje e são objeto de investigação científica. Alguns autores relacionam a FMR com o micromecanismo de fratura intergranular, porém alguns trabalhos mostram o mesmo fenômeno associado a um micromecanismo misto de "dimples" e intergranular. Outros parâmetros estudados são: a influência de impurezas, temperatura de austenitização, temperatura de revenimento, quantidade de austenita retida, etc. A revisão da literatura foi feita, sendo contemplados, inclusive, estudos de casos recentes.

2.1. Casos recentes

Recentemente, foram apresentados dois casos de falha por fragilização da martensita revenida, no "8º Congresso Ibero Americano de Engenharia Mecânica", em outubro de 2007, no trabalho de Marcelo, A. L. et al [8].

Foram analisadas as falhas em dois tipos de peças: prisioneiros fraturados em serviço de aço AISI 4340, com rosca M24x3 e 230 mm de comprimento, que foram utilizados na fixação do rotor de uma turbina e parafusos também fraturados em serviço de aço AISI 5140, com rosca M10 e 30 mm de comprimento, que foram utilizados na fixação do cáliper de freio dianteiro veicular. A figura 2.1 apresenta as peças fraturadas.

a) b)

Figura 2.1- Peças estudadas: a) Prisioneiros b) Parafuso [8].

Foram realizados ensaios mecânicos e metalográficos, incluindo microscopia eletrônica de varredura (MEV), conforme figuras 2.2e 2.3.

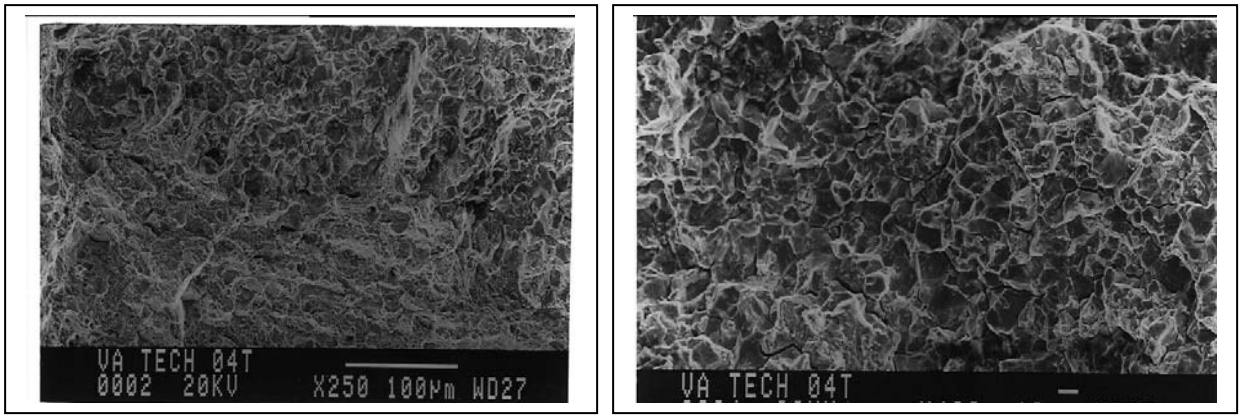


Figura 2.2- Fractografias da superfície de fratura dos corpos-de-prova do ensaio de tração realizado nos prisioneiros [8].

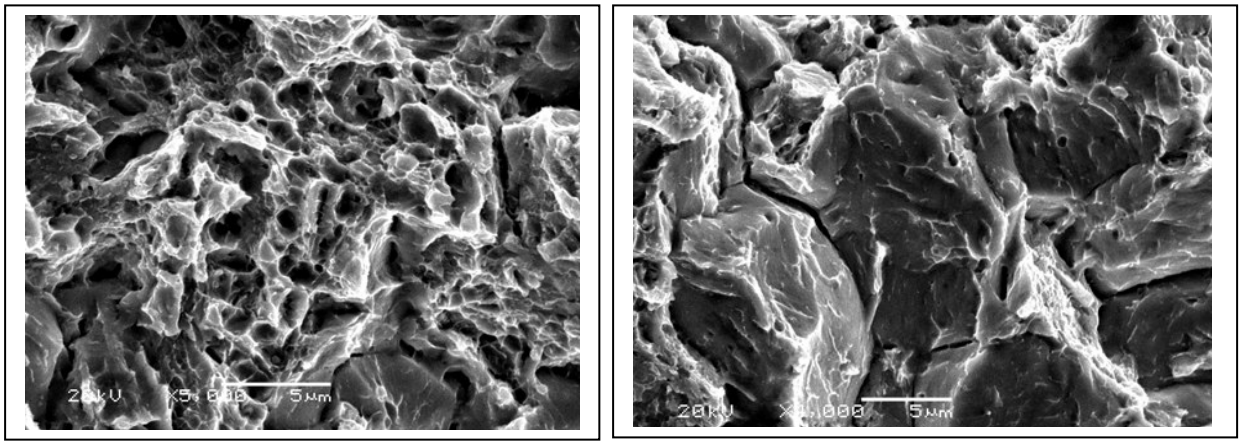


Figura 2.3 - Fractografias da superfície de fratura de um parafuso com falha [8].

Nesta análise de casos, os autores chegaram à seguinte conclusão:

"Tanto no caso dos prisioneiros como no caso dos parafusos, os altos níveis de dureza e resistência mecânica, associados à evidência de fragilização metalúrgica resultante da análise fratográfica, apontam para problemas de tratamento térmico, ou seja, a temperatura de revenido no aço dos prisioneiros e dos parafusos com falhas foi baixa o suficiente para causar o fenômeno da fragilização da martensita revenida."

2.2. Metalurgia física

2.2.1. Transformação martensítica

As propriedades dos aços para construção mecânica são requisitos essenciais para sua aplicação. Os requisitos mais exigidos destes aços são alta dureza, alta resistência mecânica e boa tenacidade à fratura. Um dos mecanismos para aumentar a resistência dos metais é o endurecimento por transformação martensítica. Nos aços, isto é obtido através do tratamento térmico de têmpera que consiste no resfriamento rápido de uma peça que foi submetida à temperatura de austenitização. Com este tratamento, induzimos o material a apresentar uma microestrutura propícia para o aumento da resistência mecânica. Esta microestrutura é a "Martensita". Desse modo, com o resfriamento rápido ocorre uma transformação de fase fora do equilíbrio termodinâmico, da austenita para a martensita.

Segundo Reed-Hill [9], a principal força motriz para a transformação martensítica é a variação de energia livre que ocorre quando um metal passa de uma fase estável em alta temperatura para uma fase estável em baixa temperatura.

A transformação martensítica ocorre através do cisalhamento de volumes discretos do material, havendo uma relação de orientação constante e bem definida entre o cristal original e o cristal transformado em planos específicos denominados "planos de hábito". O "plano de hábito" ou o plano no qual as plaquetas de martensita se formam é um plano não distorcido. A interface da martensita com a matriz apresenta um grande potencial de deslizamento por ser formado de um arranjo de linhas de discordância. A transformação martensítica ocorre à velocidade do som. Esse tipo de reação ocorre sem difusão, portanto, não há a necessidade de uma energia de ativação e depende apenas da temperatura. Existe uma temperatura de início de transformação martensítica (Ms) e uma temperatura final para a mesma (Mf).

A fase conhecida como austenita, dos aços, é uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) de átomos de ferro e com um teor de carbono diluído nos interstícios da mesma. Em uma transformação em condições próximas ao equilíbrio termodinâmico (resfriamento lento), a austenita, por nucleação e crescimento (difusão) seria transformada em ferrita, estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), precipitando o excesso de carbono na forma de carbonetos. Na transformação martensítica ocorre uma distorção, apresentando uma estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) supersaturada de carbono. Qualquer distorção pura, simples e homogênea, que transforma um reticulado em outro, por meio de uma contração ou expansão nos eixos

cristalográficos é chamada de distorção de Bain. As tensões provocadas pelo carbono em solução, além do rearranjo de curto alcance deste carbono que dificulta o deslocamento das linhas de discordância é que conferem a alta dureza e alta resistência mecânica a esta estrutura.

Uma das primeiras teorias desenvolvidas para explicar a transformação foi a de Bain que demonstrou que uma rede CFC é equivalente a uma rede TCC. Neste caso ocorreria uma compressão em um dos eixos e uma expansão em outro. Essa teoria, porém, não explica totalmente a transformação já que todos os planos sofreriam distorções e sabe-se que na reação martensítica alguns planos não são distorcidos (planos de hábito) para permitir certa coerência entre as redes cristalinas da martensita e da austenita. Outras teorias têm sido desenvolvidas para explicar esse fenômeno e entre elas, podemos citar a de **Wechsler, Lieberman e Read** que propõe que a transformação ocorre através de três deformações básicas:

a) Uma distorção de Bain transformando a estrutura CFC em TCC com todos os planos sendo deformados;
b) Uma deformação por cisalhamento que mantém a estrutura do cristal;
c) As deformações anteriores ocorrendo simultaneamente dão origem a um plano distorcido, porém os planos não distorcidos da fase austenítica e da fase martensítica ainda apresentam orientações diferentes;
d) Uma rotação do reticulado que permite que os planos não distorcidos fiquem com a mesma orientação, permitindo a coerência entre matriz e martensita.

Segundo Reed-Hill [9], as martensitas dos aços-carbono podem se formar a partir de duas reações, sendo uma a martensita na forma de ripas e a outra uma martensita lenticular que é internamente maclada. O fator principal que controla as frações volumétricas dessas duas formas é aparentemente a temperatura de transformação. Uma maior concentração de martensita lenticular maclada é favorecida por temperaturas de transformação em temperaturas mais baixas, enquanto que na forma de ripa é favorecida por temperaturas mais altas. Como já mencionado, as temperaturas de início e fim de transformação martensítica são designadas como Ms e Mf. Estas temperaturas são função do teor de carbono, como mostrado na figura 2.4. Com o aumento do teor de carbono ocorre uma diminuição na temperatura Ms. Maiores teores de carbono tendem a ter grandes frações volumétricas da componente maclada, e com teores mais baixos os componentes em ripas. A temperatura Mf não é claramente definida, o que significa que a

transformação martensítica nunca se completa, mesmo no zero absoluto. Desse modo, é esperado um teor de austenita retida em aços temperados, conforme a figura 2. 5.

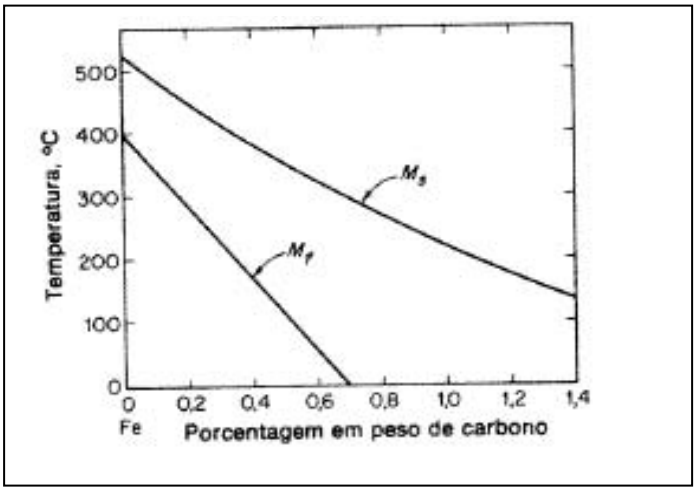


Figura 2.4 – Variação de Ms e Mf com o teor de carbono [9]

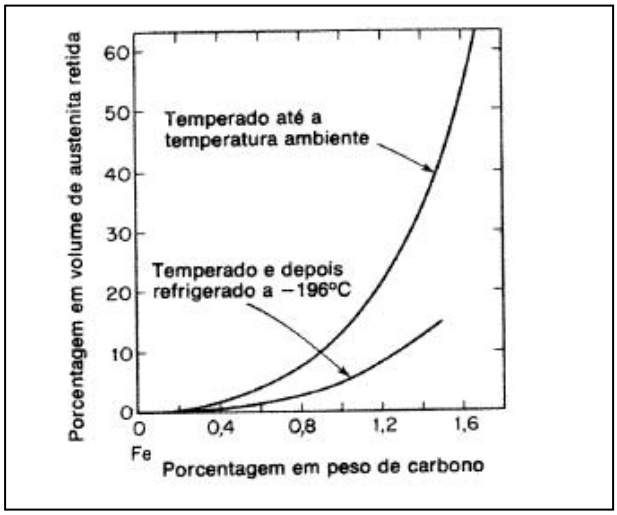


Figura 2.5 – Variação da austenita retida com o teor de carbono [9].

Os aços temperados apresentam microestrutura de martensita "bruta" com dureza excessiva, baixa tenacidade e baixa tenacidade à fratura. Para corrigir a dureza excessiva e melhorar as propriedades referentes à tenacidade, utiliza-se um tratamento térmico subseqüente à têmpera chamado de "revenimento". Eleva-se a temperatura abaixo da temperatura de austenitização, e esta é mantida durante um período de tempo e resfriado lentamente, em seguida. Este tratamento, para certos aços ligados, pode levar à fragilização do mesmo quando realizado em certas faixas de temperatura.

2.2.2. Considerações sobre o revenimento

É comum agrupar as reações que ocorrem durante o revenido em cinco categorias, chamadas de os cinco estágios do revenido [9].

No **primeiro estágio**, entre a temperatura ambiente e 200ºC, ocorre a precipitação do carboneto ε (**$Fe_{2,4}C$**) na martensita. Em conseqüência disto, o teor de carbono da martensita decresce resultando em uma estrutura bifásica de martensita de baixo carbono e carbonetos. Quando deste estágio, ocorre uma diminuição no volume do metal, fenômeno oposto do que ocorre na transformação austenita – martensita. O **segundo estágio** é caracterizado pela decomposição da austenita retida em bainita, entre 100ºC e 300ºC. A microestrutura da bainita que se forma nessas temperaturas baixas consiste em ferrita e carbonetos ε (**$Fe_{2,4}C$**).Neste estágio, volta a ocorrer o aumento de volume. Essa transformação segue uma lei de velocidade exponencial (V) da forma:

$$V = 1/t = A.e^{-Q/RT} \qquad (2.1)$$

A variável t é o tempo para formação de certa quantidade de bainita, Q é energia de ativação, A é uma constante, R é constante universal dos gases e T é a temperatura. A variação da energia de ativação para esta reação e a variação da energia de ativação para a difusão do carbono na austenita com o teor de carbono, está representada na figura 2.6, extraída de Reed-Hill [9], página 624.

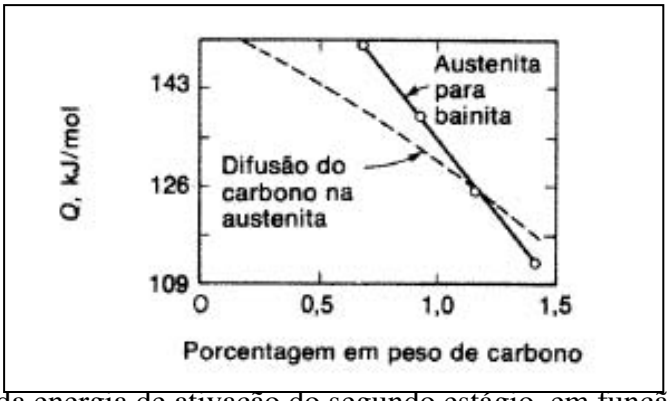


Figura 2.6- Variação da energia de ativação do segundo estágio, em função do teor de carbono [9].

Da figura 2.6, vem a interpretação de que a decomposição da austenita em bainita é controlada pela difusão do carbono na austenita.

Deve-se ressaltar que a martensita revenida, no primeiro estágio e a bainita possuem em comum, apenas o carboneto épsilon (**$Fe_{2,4}C$**) precipitado, uma vez que a matriz da primeira continua sendo tetragonal, com baixo teor de carbono e relação entre os eixos c/a , aproximadamente 1,014 e na segunda, a matriz é ferrítica, CCC, com a relação c/a=1.

No **terceiro estágio do revenido**, em aços cuja estrutura é essencialmente martensítica e com teor de carbono abaixo de 0,57%, entre 200ºC e 250ºC ocorre a precipitação de um carboneto em forma de bastão, que em torno de 400ºC se dissolve e dá lugar a um precipitado esferoidal de cementita.Entre 500ºC e 600ºC ocorre a recuperação de linhas de discordância nos contornos de ripas. Em temperaturas entre 600ºC e 700ºC ocorre a recristalização dos grãos de ferrita acicular. A estrutura resultante, neste estágio, para um aço carbono é de grãos de ferrita equiaxiais e cementita esferoidizada. Nesse estágio volta a ocorrer uma diminiuição do volume do metal.

A principal característica do **quarto estágio do revenido** é o crescimento das partículas esferoidais de carbonetos.

Para aços ligados, quando revenidos em temperaturas abaixo de 540ºC, pode ocorrer a precipitação de carbonetos coerentes, do tipo $(Fe,M)_3C$, onde M é um átomo substitucional . Esse fenômeno leva a um endurecimento secundário. Essa precipitação é conhecida como **quinto estágio do revenido.**

Segundo Bhadeshia [10], em aços com alto teor de carbono, carbonetos **ε** (**$Fe_{2,4}C$**) podem precipitar a partir de 50ºC. Em revenimentos na faixa de 200ºC a 300ºC, durante uma hora, ocorre a decomposição da austenita retida em ferrita e cementita (Fe_3C). Esse tratamento, em temperaturas mais elevadas, leva a um "crescimento" das partículas de cementita e ativação dos mecanismos de recuperação das linhas de discordância. Em aços contendo Cr (cromo) e Mo (molibdênio) o mecanismo de recuperação é menos pronunciada. A recuperação da estrutura de linhas de discordância e a migração das células de discordâncias (materiais com alta energia de falha de empilhamento) e dos contornos de martensita levam, não só a um crescimento das placas, bem como um aumento na desorientação cristalográfica.

Quando as temperaturas e tempos de revenimento são suficientes para permitir uma difusão de longo alcance de átomos substitucionais, pode ocorrer a precipitação de carbonetos de elementos de liga, como:

a) Aços contendo molibdênio precipitam carbonetos do tipo **M_2C**;

b) Para aços contendo cromo precipitam carbonetos do tipo $\mathbf{M_{23}C_6}$;

c) Outros tipos de carbonetos: $\mathbf{M_7C_3}$, $\mathbf{M_6C}$,$\mathbf{V_4C_3}$.

Os carbonetos de molibdênio, cromo, titânio, vanádio e nióbio são mais estáveis que o carboneto de ferro (Fe_3C), sendo os primeiros formados em detrimento deste último.

O revenimento de um aço AERMET 100 em 430ºC durante cinco horas leva a um mínimo de tenacidade à fratura (aproximadamente 100MPa.m½) devido à precipitação de uma cementita relativamente grosseira em um arranjo de Widmanstätten. Trata-se de um aço martensítico com 0,23% de carbono(C), 13,4% de cobalto (Co), 11,1% de níquel (Ni), 3,0% de cromo (Cr), 1,2% de molibdênio (Mo), 0,03% de manganês (Mn), 0,03% de silício (Si), 0,004% de alumínio (Al), 0,013% de titânio (Ti), 0,003% de fósforo(P) e 0,001% de enxofre(S). Um aumento na temperatura de revenimento para 470ºC leva à precipitação de uma fase coerente em forma de agulhas, rica em Mo, aumentando a tenacidade à fratura, pois a nucleação desta fase inibe a precipitação da cementita.

Alguns aços ligados podem apresentar-se fragilizados após o revenimento, devido, principalmente a dois fenômenos: fragilidade ao revenido e fragilização da martensita revenida.

2.2.3. Fragilidade ao revenido

Este fenômeno ocorre em aços ferríticos ligados quando resfriado lentamente ou quando tratados isotermicamente em faixas de temperatura entre 400ºC e 600ºC. Esse fenômeno é detectado, principalmente, pelo aumento na temperatura de transição frágil – dúctil, através de ensaio de impacto e está associada à falha intercristalina ao longo do contorno de grão austenítico prévio. Ocorre preferencialmente em aços ligados de pureza comercial, não se manifestando em aços de alta pureza.

A falha catastrófica de dois discos forjados, na estação nuclear de Hinkley Point, utilizados no rotor da turbina de vapor, em 1969, foi causada devido à fragilidade ao revenido. O fenômeno ocorreu devido ao resfriamento lento na faixa crítica de temperatura quando da fabricação dos discos. A combinação da fragilização ao revenido com a nucleação de trincas assistidas pelo meio, oriundas de condensação durante o processamento das peças, levou à fratura catastrófica.

A segregação de antimônio (Sb), estanho (Sn), fósforo(P) e arsênio (As) combinado ao efeito do cromo (Cr), manganês (Mn), níquel (Ni), titânio (Ti) e molibdênio (Mo) influenciam a fragilidade ao revenido. Em um aço AISI 3340M foi encontrada uma quantidade de antimônio na

superfície de fratura, cem (100) vezes maior do que no material como um todo, o que evidencia a influência deste elemento [3].

2.2.4. Fragilização da martensita revenida (FMR)

Alguns aços temperados e revenidos na faixa de 250ºC a 400ºC podem apresentar esse tipo de fragilização. Esse fenômeno é detectado pela redução da energia absorvida no ensaio de impacto à temperatura ambiente utilizando-se corpo-de-prova entalhado ou em temperatura de ensaio abaixo de 0ºC com corpos-de-prova não entalhados, e pelos baixos níveis de KIc.

A fragilização da martensita revenida está relacionada à fragilização intergranular causada pela combinação da segregação de impurezas (P, S, N, Sb e Sn) em contornos de grão, durante a austenitização e a precipitação da cementita em contorno de grão de austenita primária durante o revenimento. A presença de Mn e Si favorecem a fragilização. Materiais de alta pureza são menos suscetíveis à ocorrência do fenômeno. As temperaturas de austenitização bem como o crescimento de grão austenítico também influenciam o fenômeno.

Segundo N.Eliaz et al [11], em temperaturas abaixo de 250ºC a quantidade de carbonetos que precipitam em contorno de grão é insuficiente para causar a fragilização. Acima de 400ºC, os carbonetos se esferoidizam e ocupam uma fração volumétrica menor do contorno de grão. Conseqüentemente, o aço amolece e sua tenacidade aumenta. Estes carbonetos dificultam o deslocamento das linhas de discordância, proporcionando a formação de empilhamentos de discordâncias (“Pile up”) nos contornos de grão já fragilizados pela segregação de impurezas. Esses empilhamentos levam ao início de um micromecanismo de fratura intergranular.

A adição de Silício em teores de 1,5 a 2,0% pode inibir a cinética de fragilização da martensita revenida. No trabalho de N. Eliaz et al, foi utilizado um aço AISI 4340, em conformidade com a norma AMS 6415, conforme tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Composição química do aço AISI 4340 utilizado [11].

AÇO	C(%)	Ni (%)	Cr (%)	Mn (%)	Mo (%)	Si (%)	S(%)
AISI 4340	0,41	1,88	0,87	0,76	0,27	0,33	0,02
AMS6415	0,38 0,43	1,65 2,00	0,70 0,90	0,65 0,85	0,20 0,30	0,15 0,35	0,025 MÁX

Foram realizados tratamentos com o intuito de induzir a fragilização da martensita revenida. As temperaturas de austenitização utilizadas foram: 850ºC, 1000ºC, 1100ºC. O meio de têmpera utilizado foi óleo e a temperatura de revenimento, 350ºC. Os ensaios realizados foram: tração e impacto com o intuito de variar a taxa de deformação do ensaio. As fraturas foram

examinadas por estereomicroscopia e microscopia eletrônica de varredura. Micrografias foram feitas nas superfícies perpendiculares à superfície de fratura com ataque de nital a 3%. Foram cortadas lâminas do material, abaixo da superfície de fratura e aplicada a técnica de difração de raios-x com irradiação de Co com comprimento de onda de 1,79021 Angström, diferença de potencial de 40 kV, corrente de 28 mA, varredura de 45º a 135º e velocidade angular de varredura de 1º / min.

Para as amostras austenitizadas em 850ºC foi observada uma combinação de micromecanismos de fratura alveolar ("dimples") e intergranular (Fig.2.7). A trinca foi nucleada no entalhe e se propagou a 40º em relação à superfície. Foi revelada uma fina camada escura (oxidação). Nas amostras austenitizadas em 1000ºC, o micromecanismo de fratura observado foi predominantemente o intergranular e em proporções bem maiores que a anterior (Fig.2.8). Foi observada uma região oxidada, tanto na superfície de fratura quanto na circunferência do corpo-de-prova, o que indica que a trinca foi nucleada durante o tratamento térmico. "Dimples" foram encontrados na análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), localizados nas facetas dos grãos. Este fato pode estar relacionado com a segregação de impurezas em contorno de grão, antes da fratura. As amostras austenitizadas em 1100ºC apresentaram um micromecanismo de fratura intergranular predominante com algumas regiões indefinidas devido à oxidação excessiva (Fig.2.9). Os autores concluíram que o aumento da temperatura de austenitização leva a um aumento na predominância do micromecanismo de fratura intergranular, devido a:

a) O aumento da temperatura permite uma solubilização maior de impurezas e conseqüentemente, uma maior precipitação posterior em contorno de grão;
b) O aumento do tamanho de grão austenítico devido ao aumento de temperatura possibilita maior segregação de impurezas.

Segundo os autores, a técnica de difração de raios- x não se mostrou eficaz para identificação dos mecanismos de fragilização.

As figuras 2.7, 2.8 e 2.9 apresentam os micromecanismos de fratura das amostras austenitizadas em 850ºC, 1000ºC e 1100ºC, e revenidas em 350ºC. As letras a), b) e c), indicam aumentos crescentes, conforme escala e magnitude nas próprias figuras.

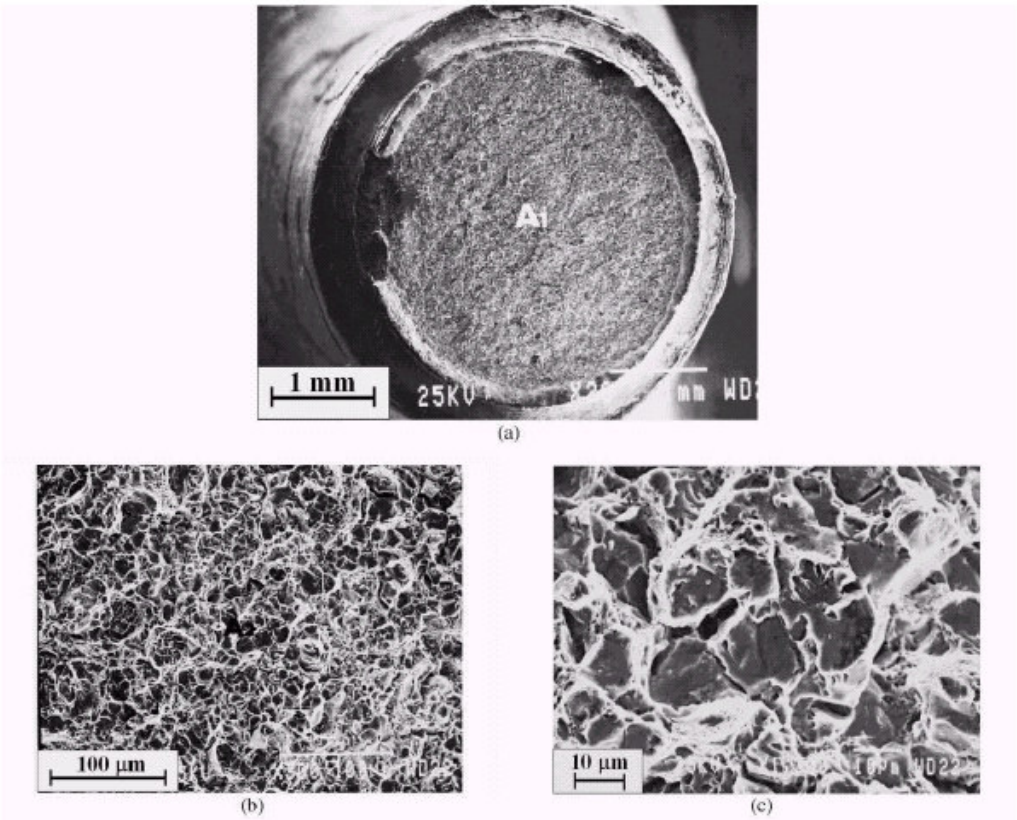


Figura 2.7- Amostras austenitizadas a 850ºC e revenidas em 350ºC apresentando micromecanismo misto: “dimples” (b) e intergranular (c) [11].

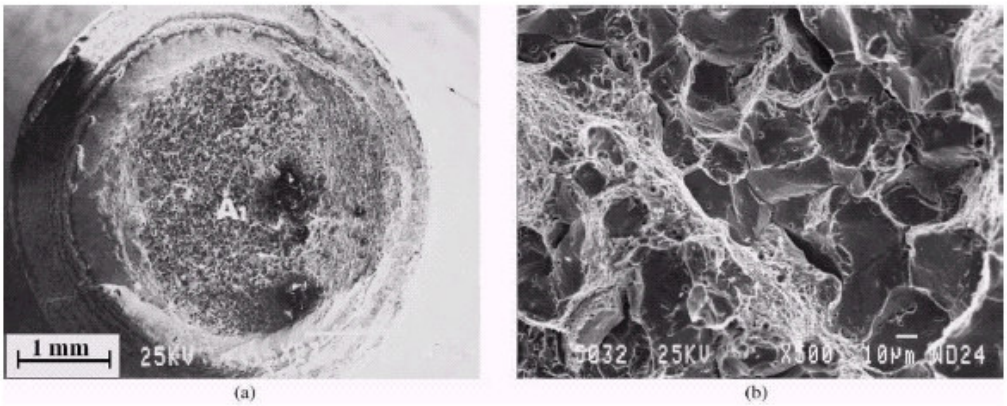


Figura 2.8 – Amostras austenitizadas em 1000ºC e revenidas em 350ºC, apresentando maior percentagem de micromecanismo intergranular de fratura [11].

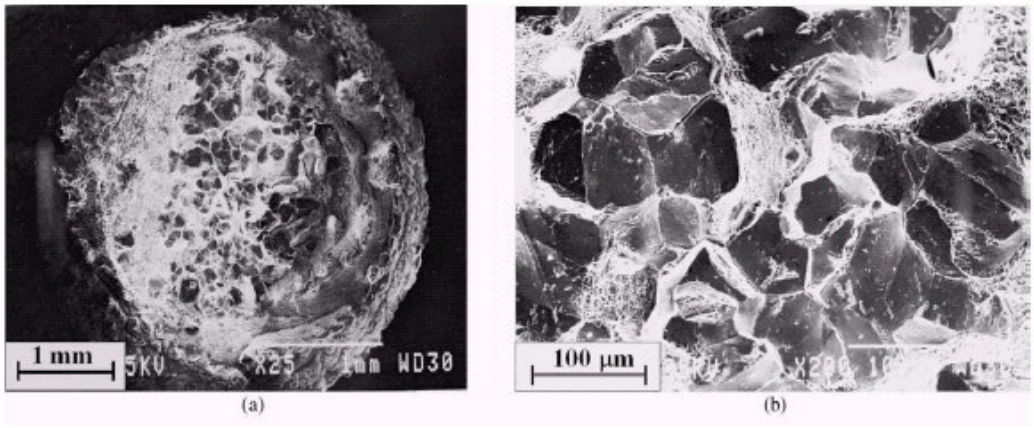


Figura 2.9 – Amostras austenitizadas em 1100ºC e revenidas em 350º apresentando micromecanismo de fratura intergranular [11].

Um trabalho similar foi realizado por Lee et al [12] no qual foi investigado o micromecanismo de fratura no fenômeno da fragilização da martensita revenida. Estes autores, como os outros entendem que a faixa de temperatura de revenimento na qual pode ocorrer o fenômeno é de 250ºC a 400ºC. Segundo o referido trabalho, em termos de análise de fratura, o micromecanismo de fratura da martensita revenida fragilizada pode ser:

a) **Intergranular:** Quando a temperatura de ensaio está abaixo da temperatura de transição frágil – dúctil e está associada a carbonetos grosseiros e impurezas em contorno de grão austenítico;

b) **Transgranular:** Quando o ensaio é realizado em temperaturas próximas à temperatura de transição frágil – dúctil e está associada a carbonetos grosseiros nos contornos de "ripas" de martensita, seguido da decomposição da austenita retida. Os autores não citam qual tipo de fratura transgranular ocorre.

Os autores sugerem que a tenacidade da matriz pode ser modificada por elementos de liga e afeta o micromecanismo de fratura. A microestrutura combinada à tenacidade determina a fratura **transgranular**, enquanto a segregação de impurezas leva à fratura **intergranular.** Neste trabalho, a fragilidade intergranular da martensita revenida foi analisada em termos de energia absorvida no impacto e micromecanismo de fratura, em amostras revenidas isotermicamente e ao mesmo tempo. Foram utilizados aços 4140 e 4340 (o autor não cita normas: SAE, AISI, etc). O

aço 4340 contém níquel que favorece a tenacidade da matriz. A composição química dos aços é apresentada na tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Composição química dos aços experimentais utilizados em Lee et al [12]

AÇO	C(%)	Si(%)	Mn(%)	Cr(%)	Mo(%)	Ni(%)	P(%)	S(%)
4140	0,41	0,25	0,72	1,07	0,18	-	0,013	0,025
4340	0,42	0,23	0,76	0,70	0,18	1,79	0,013	0,017

Os aços foram produzidos por fundição ao ar e forjamento a quente. O aço 4340 apresentou uma estrutura mais grosseira, provavelmente, devido à alta temperatura de fusão e forjamento. Os corpos de prova para o ensaio Charpy, com entalhe em V, foram usinados a partir dos forjados. As amostras foram austenitizadas em atmosfera de argônio, a 1.200ºC por 1 hora, temperadas em óleo e revenidas em banho de sal neutro na faixa de 200ºC a 450ºC variando o tempo entre 1 hora e 400 horas e resfriadas em água. A superfície de fratura foi examinada em um microscópio eletrônico de varredura (JEOL) operado com 25 kV. As fractografias foram realizadas nas vizinhanças do entalhe.

As durezas de ambos os aços foram similares e decresceram de 53 HRC para 43 HRC com o aumento da temperatura de revenimento. O aço 4340 apresentou uma susceptibilidade muito menor à fragilização da martensita revenida, apresentando um decréscimo mais lento de energia absorvida no impacto, com relação ao tempo e temperatura de revenimento (Fig.2.10). O micromecanismo de fratura pode ser influenciado pela adição de elementos de liga que aumentam a mobilidade das discordâncias melhorando a tenacidade da matriz, dificultando a fratura intergranular que está relacionada à formação do “Pile up” em contorno de grão. O aumento da tenacidade do aço 4340 devido ao efeito do níquel pode causar o relaxamento da tensão concentrada no contorno de grão, através de mecanismos como o “cross slip”. O níquel também dificulta a precipitação de carbonetos em contorno de grão durante o revenimento. Os autores concluíram que o aço 4140 é mais susceptível à fragilização da martensita revenida que o aço 4340. Essa resistência ao fenômeno, pelo aço 4340, deve-se a uma maior tenacidade da matriz, sendo necessária uma precipitação de carboneto mais intensa para a ativação do fenômeno de fratura intergranular e ao atraso na precipitação de carbonetos em quantidade suficiente, ambos causados pela adição de níquel.

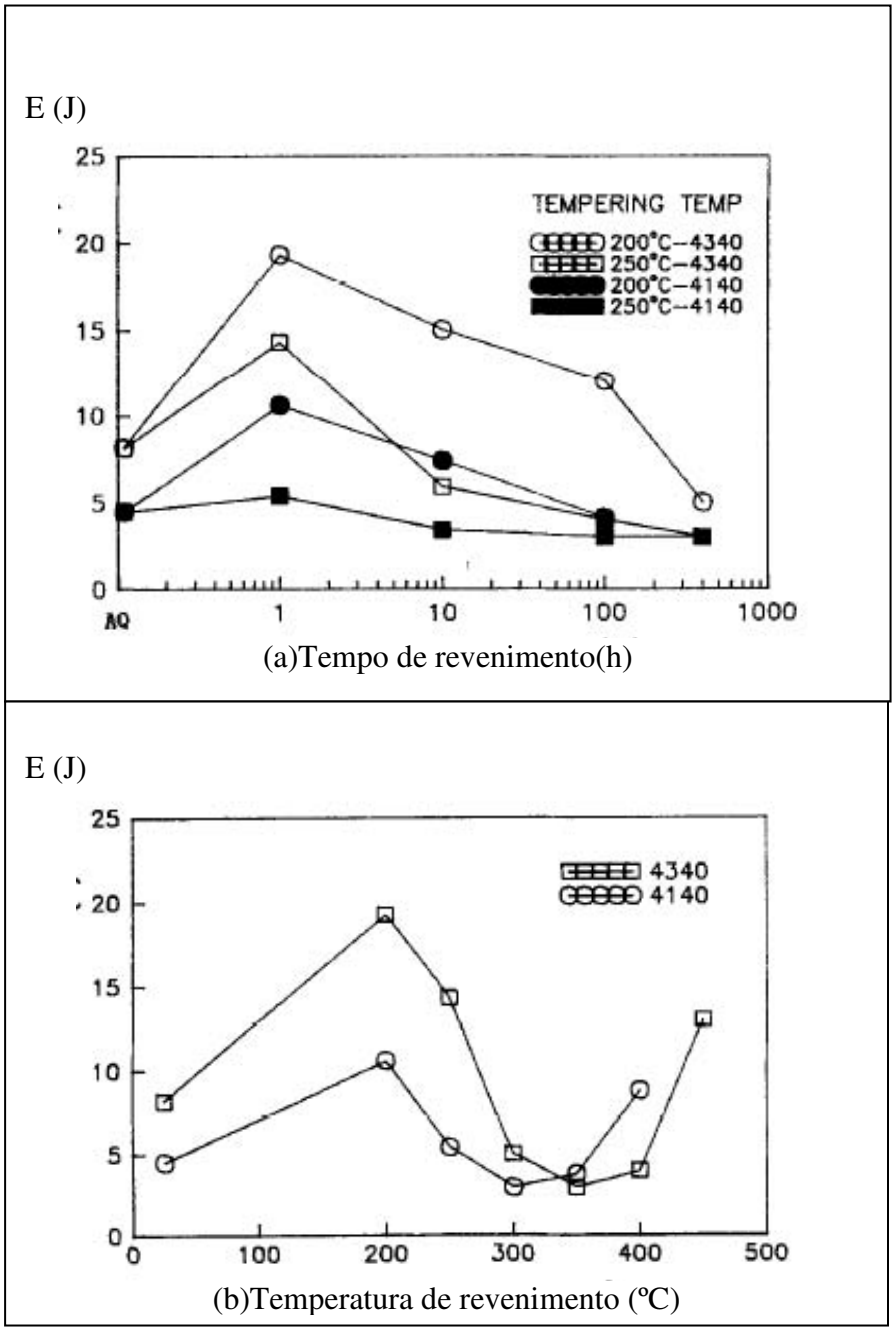


Figura 2.10- Variação da energia de impacto com relação ao tempo (a) e temperatura de revenimento (b) [12].

Nesta mesma linha de pesquisa encontramos trabalhos como o de Woei-Shyan Lee e Tzay – Tian Su [13] e Dongyu Liu et al [14] que obtiveram resultados semelhantes.

Seguindo outra linha de pesquisa, Juha Pietkäinen [15, 16] estudou o fenômeno sob o ponto de vista da instabilidade mecânica e para tanto, variou as taxas de deformação. De acordo

com este autor, a fragilidade da martensita revenida pode ser detectada se provocarmos uma instabilidade mecânica no material. Essa instabilidade é alcançada quando a velocidade de ensaio é incrementada. Nakashima e Libsch [17] observaram que para revenimentos em tempos reduzidos ocorre a precipitação de carbonetos de ferro globulares, inibindo a fragilização.

Em um dos trabalhos de Juha Pietkäinen [15] foi utilizado um aço 4140HP, devido a sua grande susceptibilidade à fragilização. A temperatura de austenitização utilizada foi de 1.128ºC durante 30 minutos, em banho de sal e temperado em água com 10% de polímero. Foram realizados revenimentos na faixa de 180ºC a 280ºC variando o tempo entre 1 s (simulador de soldagem) e 1 hora. Para variar as velocidades de ensaio foram feitos ensaios de tração e impacto. O autor concluiu que a fragilização da martensita revenida ocorreu para amostras revenidas em 280ºC por 1 hora e que para revenimentos em 1 segundo o fenômeno não se manifestou. A geometria do entalhe (U ou V) dos corpos de prova não apresentou influência nos resultados e a taxa de deformação (velocidade de ensaio) só influenciou as amostras revenidas a 280ºC por 1 segundo.

Em Bhadeshia & Edmonds [18], foram utilizados aços Fe-Mo-C e Fe-V-C, fabricados em forno por indução a vácuo em corridas de 20 kg. Os lingotes foram forjados e laminados a quente para perfil redondo de 10,00 mm de diâmetro e novamente forjados a quente para o diâmetro de 08,00mm de diâmetro. A composição química está na Tabela 2.4. Os corpos de prova foram austenitizados em 1080ºC por 10 minutos e temperados em água à temperatura ambiente.

Tabela 2.3- Composição química dos aços utilizados [18].

	C	Mn	Si	Mo	V	S	P
Fe–Mn–Si–C	0·43	3·00	2·02	—	—	0·002	0·002
Fe–V–C	0·25	—	—	—	1·08	0·012	0·004
Fe–4Mo–C	0·18	—	—	3·90	—	—	—
Fe–2Mo–C	0·20	—	—	2·0	—	—	—

Neste trabalho foram estudadas as modificações microestruturais e de propriedades mecânicas que acontecem com o revenimento de aços temperados. Os seguintes fenômenos foram estudados, em relação à sua influência na fragilização da martensita revenida (TME):

a) Decomposição da austenita retida;
b) Cementita mais grosseira no interior das “ripas” de martensita;
c) Transição de carbonetos épsilon **(ε)**-$Fe_{2,4}C$ para cementita - Fe_3C.

No caso dos aços Fe-Mo-C, o fenômeno que controlou a fragilização da martensita revenida foi o espessamento da cementita dentro da estrutura de "ripas" de martensita ("Intralath cementite"), conforme figura 2.11 e não a austenita retida presente (Fig.2.12 e Fig.2.13), pois não foi encontrada cementita precipitada em contorno de "ripas" (grão austenítico primário) e a austenita retida demonstrou uma estabilidade maior do que se esperava.

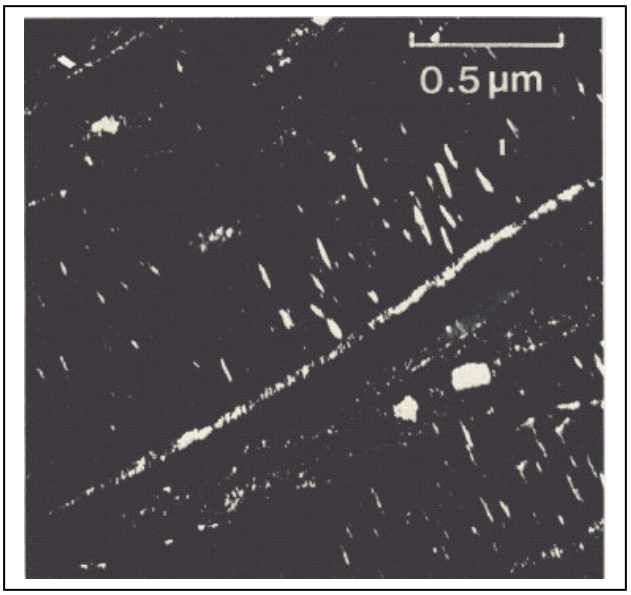


Figura 2.11– "Intralath cementite" no aço Fe-4Mo-0,2C, temperado e revenido em 295ºC. Imagem de campo escuro em microscópio eletrônico de transmissão (MET) [18].

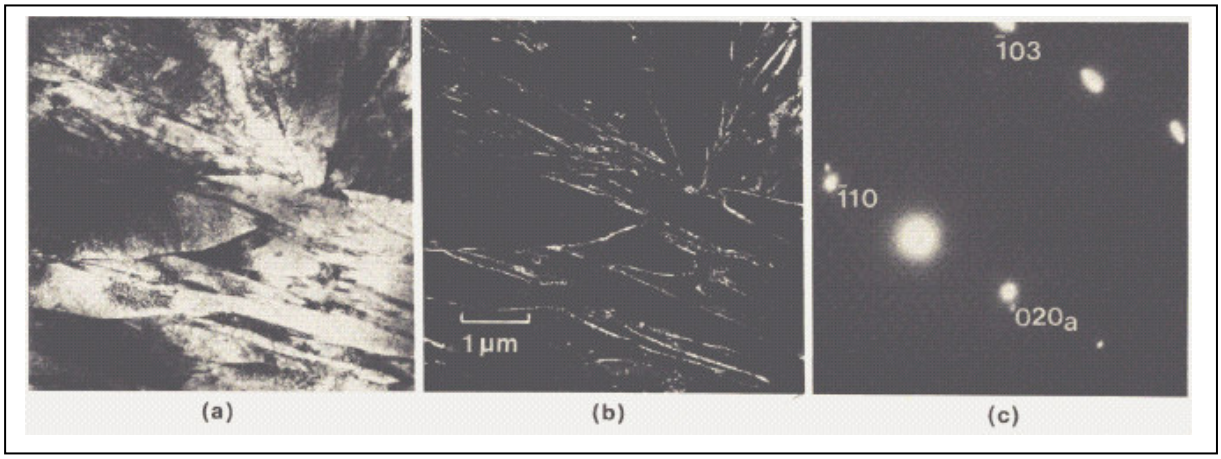


Figura 2.12- Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço Fe-4Mo-0,2C, temperado. (a)Imagem de campo claro (b) Austenita retida – Imagem de campo escuro (c) Padrão de difração apresentando os planos cristalinos [18].

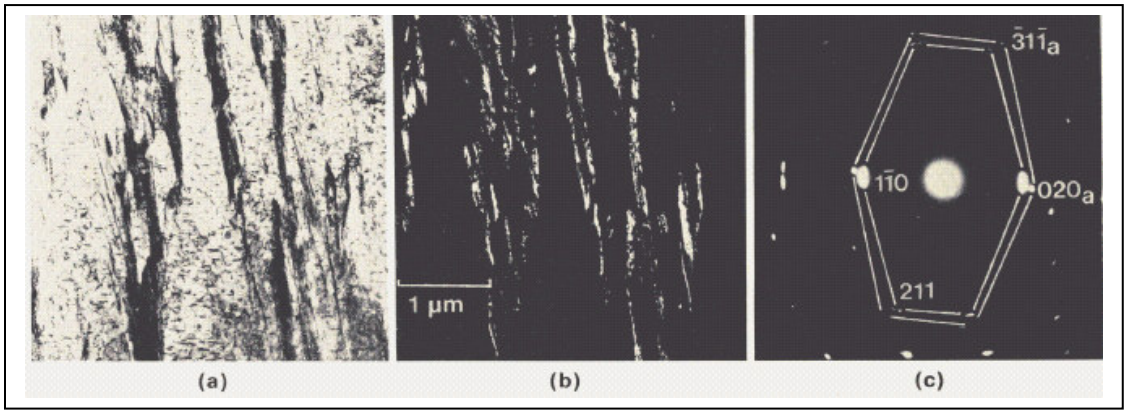


Figura 2.13 - Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço Fe-4Mo-0,2C, temperado e revenido em 190ºC por 1 hora. (a)Imagem de campo claro (b) Austenita retida – Imagem de campo escuro (c) Padrão de difração apresentando os planos cristalinos [18].

Para este tipo de aço, o micromecanismo encontrado foi o de clivagem para todas as temperaturas de revenimento, conforme figura 2.14.

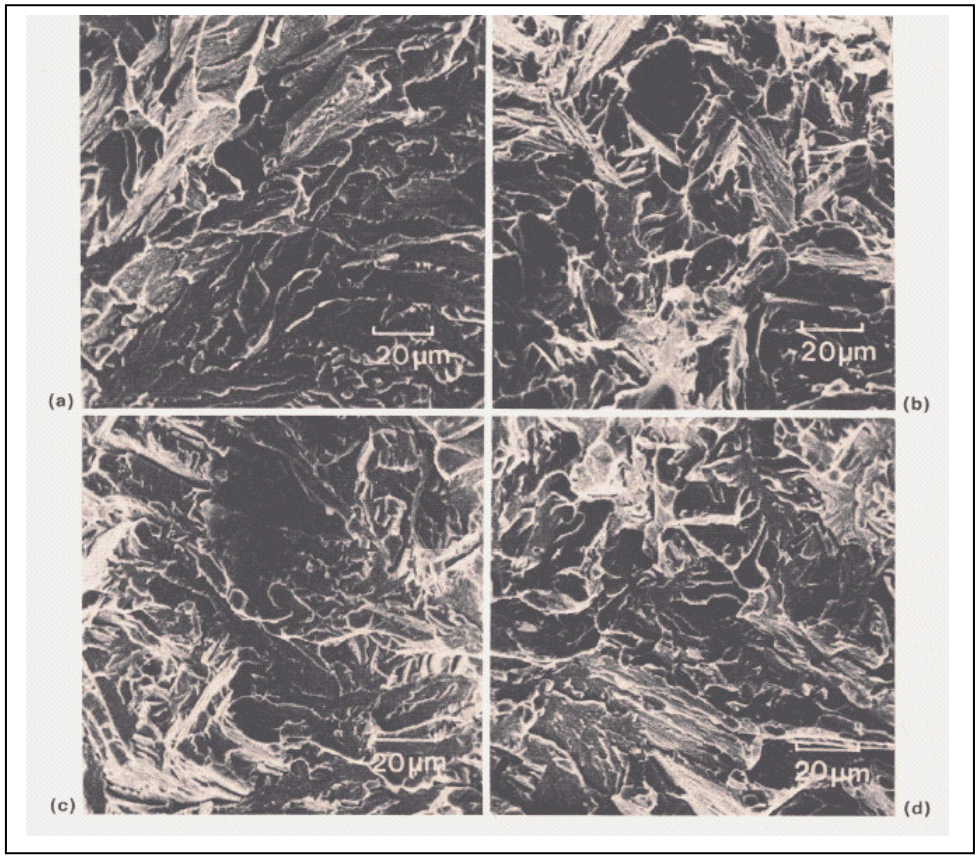


Figura 2.14 - Fractografias do aço Fe-4Mo-0,2C, apresentando a superfície de fratura do ensaio de impacto a –106ºC. (a) Temperado (b) Temperado e revenido em 190ºC (c) Temperado e revenido em 295ºC (d) Temperado e revenido em 420ºC [18].

Para as ligas de Fe-V-C, os resultados mostram a presença de, aproximadamente, 5% de austenita retida em contorno de ripas de martensita (“Interlath”) conforme análise de difração de raios-x. A figura 2.15 mostra a análise de MET para o aço Fe-1V-0,2C.

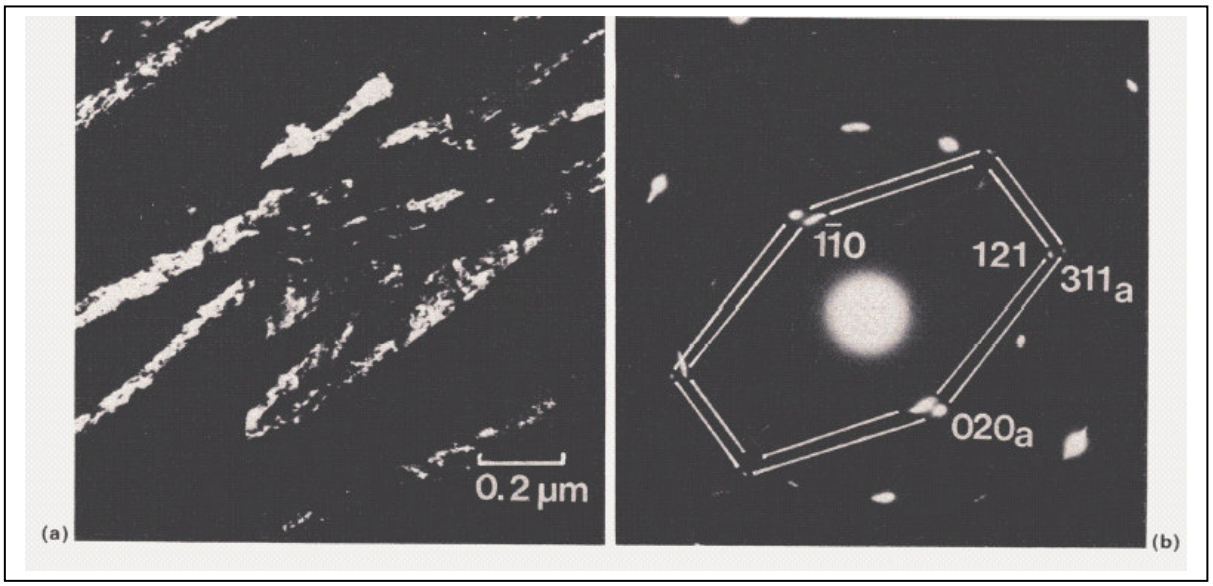


Figura 2.15- Análise de MET para o aço Fe-1V-0,2C , temperado. (a) Imagem em campo escuro da austenita retida. (b) Padrão de difração de elétrons, apresentando os planos atômicos [18].

Após revenimento em 290ºC, a análise de MET mostrou que a austenita retida se decompôs em cementita no contorno de ripas de martensita (“Interlath”), conforme figura 2.16 (a) e (b). Na amostra submetida ao revenimento em 350ºC é observada essa cementita “Interlath” mais grosseira [Fig. 2.16 – (c) e (e)], o que coincide com a queda na energia absorvida no ensaio de impacto com relação à temperatura de revenimento (Fig.2.17).

A figura 2.16 apresenta a relação entre os precipitados detectados por meio de microscópio eletrônico de transmissão (MET) e a fractografia analisada por microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A figura 2.17 apresenta os resultados de ensaio de impacto em função da temperatura de revenimento e temperatura de ensaio para o aço Fe – 1V – 0,2C.

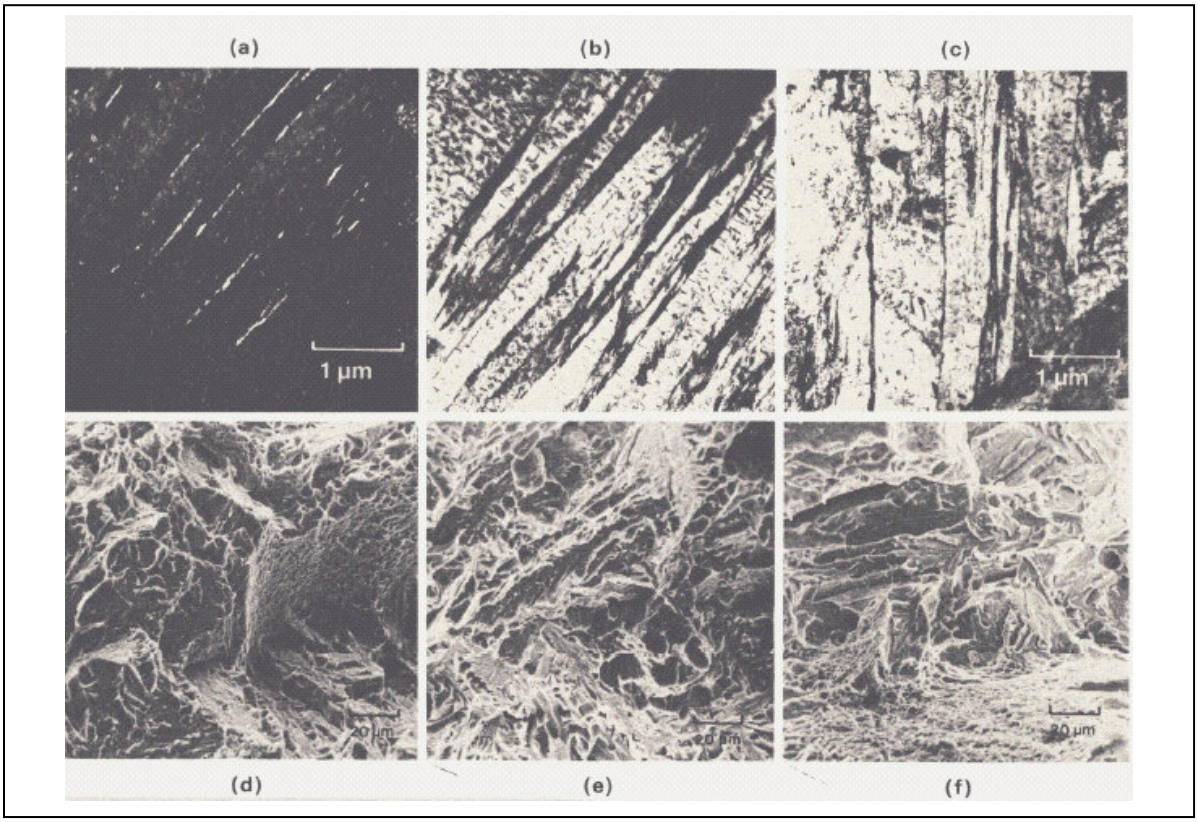


Figura 2.16 – Aço Fe-1V-0,2C . (a) e (b) Imagem de MET para a cementita em campo escuro e campo claro após têmpera e revenimento em 290ºC por 1 hora. (c) Imagem de campo claro após têmpera e revenimento em 350ºC por 1 hora. (d) a (f) Fractografias da superfície de fratura do ensaio de impacto em temperatura ambiente. (d) Temperado. (e) Temperado e revenido em 350ºC por 1 hora. (f) temperado e revenido em 420ºC por 1 hora [18].

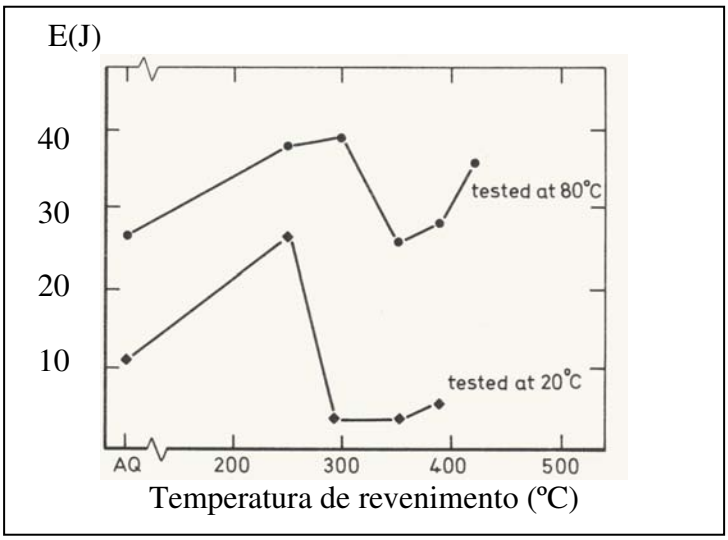


Figura 2.17 – Resultados do ensaio de impacto para o aço Fe-1V-0,2C [18].

A liga Fe-Mn-Si-C, no estado temperado e revenido em 245ºC por 15 minutos, apresenta martensita com carbonetos épsilon **(ε)**, identificados por microscopia eletrônica de transmissão, conforme figura 2.18. Após revenimento em 355ºC por 4 horas, os carbonetos épsilon **(ε)** foram substituídos por cementita (Fig.2.19), o que não causou nenhuma fragilização, como pode ser verificado na curva de ensaio de impacto conforme figura 2.20.

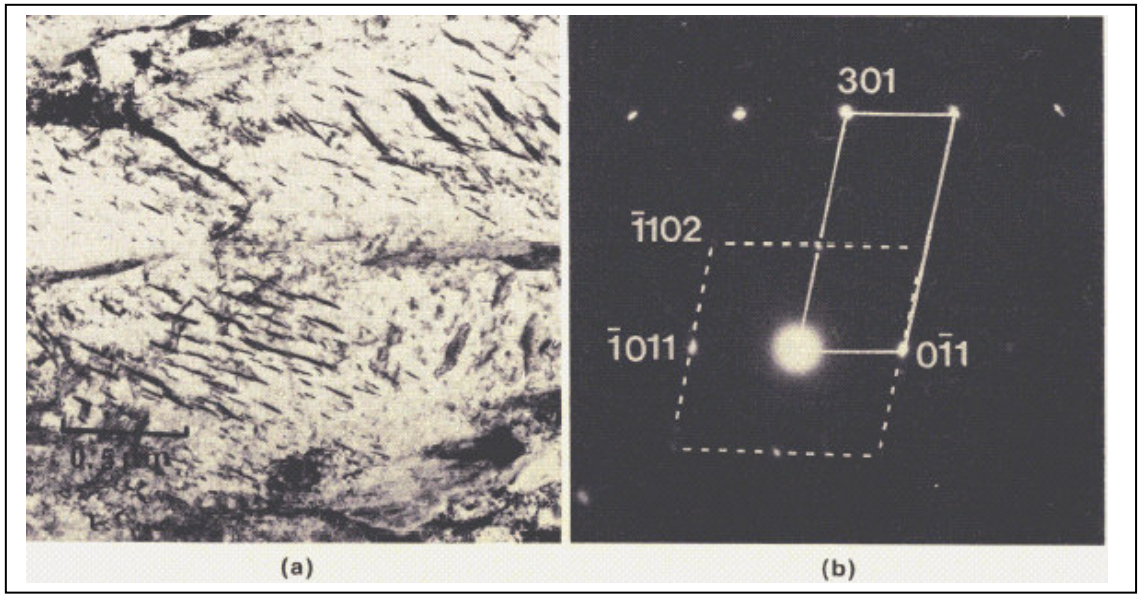


Figura 2.18 – (a) Micrografia de MET do aço Fe-Mn-Si-C temperado e revenido em 245ºC por 15 minutos apresentando martensita revenida e Carbonetos Épsilon **(ε)** - Aumento: 28K. (b) Padrão de difração de elétrons [18].

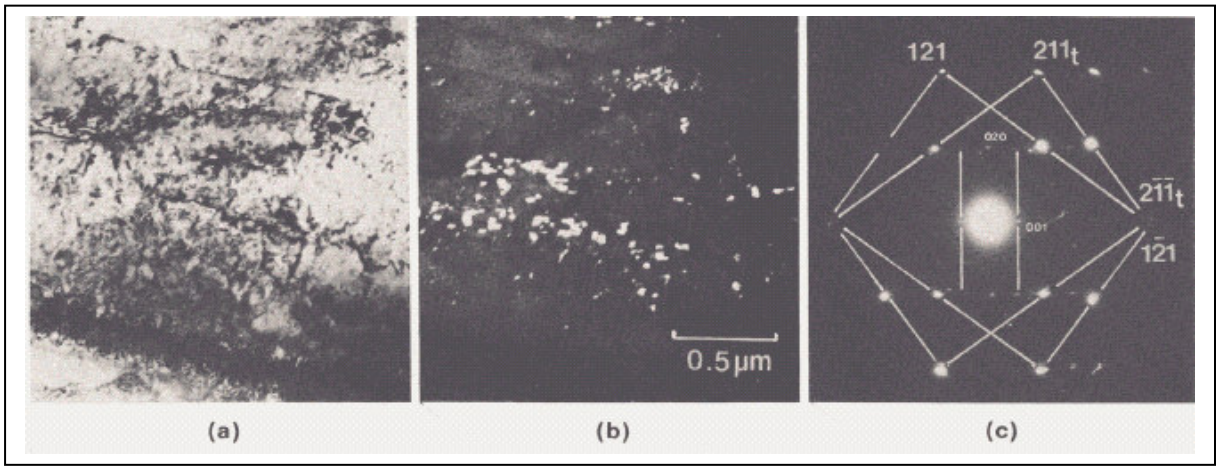


Figura 2.19 –(a) Micrografia de MET do aço Fe-Mn-Si-C temperado e revenido em 355ºC por 4 horas apresentando cementita. (b) Imagem em campo escuro da cementita. (c) Padrão de difração da cementita (figuras menores) [18].

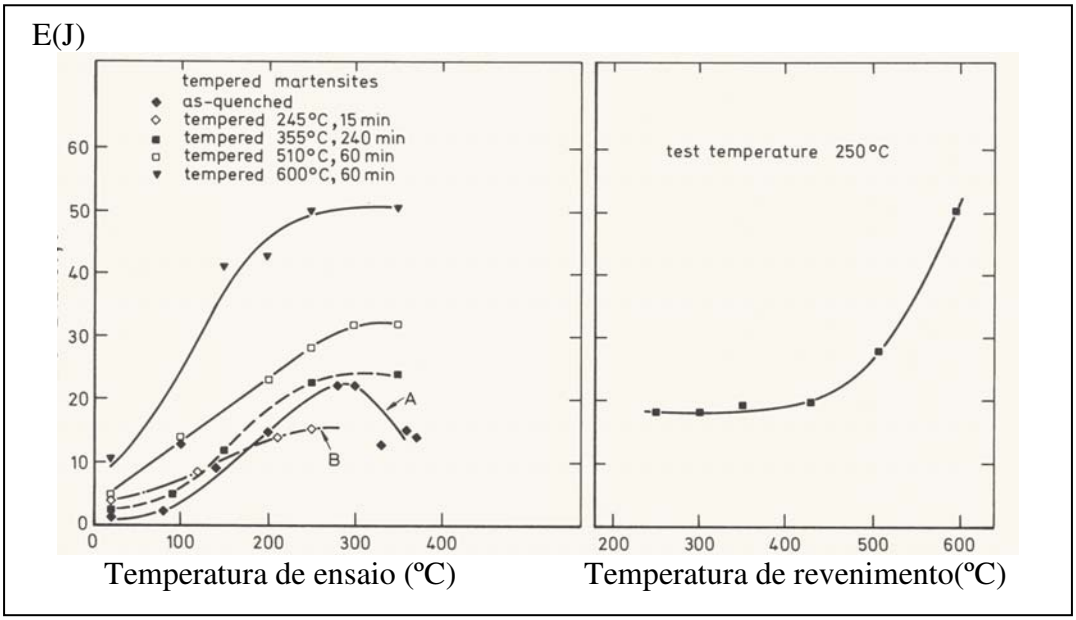


Figura 2.20 – Resultada de ensaio de impacto para aço Fe-Mn-Si-C [18].

Neste trabalho, os autores chegaram às seguintes conclusões:

1. Nas ligas de Fe-Mo-C, menos de 2% de austenita retida foi detectada, porém ocorreu a fragilização da martensita, devido à cementita grosseira dentro do "pacote de ripas" (Intralath cementite) de martensita;
2. No caso dos aços Fe-V-C, a quantidade de austenita retida chegou a aproximadamente 5% e neste caso, foi observado um espessamento da cementita em contorno de ripas de martensita (Interlath cementite) após o revenimento, coincidindo com a fragilização observada no ensaio de impacto. Portanto, neste caso, a decomposição da austenita retida em cementita, foi a causa da fragilização;
3. No experimento com as ligas de Fe-Mn-Si-C não foi detectada austenita retida, porém houve a ocorrência da transformação dos carbonetos épsilon **(ε)** em cementita, após o revenimento mas não ocorreu a fragilização. Desse modo, o fenômeno de transformação dos carbonetos épsilon em cementita não tem relação com o mecanismo de fragilização da martensita revenida.

Em Reguly et al [19], foram estudadas a influência da temperatura de austenitização e a quantidade de fósforo na fragilização causada pela têmpera.

Foi utilizado o aço SAE 5160 com dois teores de fósforo: 0,001% e 0,34% (conforme Tabela 2.5). O material foi fabricado em forno por indução a vácuo, forjado em 1200ºC, laminados em 1200ºC, em chapas de 16 mm de espessura e resfriado lentamente em vermiculite. Foram usinados corpos de prova para ensaio de impacto Charpy, com entalhe em V. Os corpos de prova foram austenitizados em temperaturas entre 830ºC e 1100ºC e temperados em óleo. Os corpos de prova austenitizados entre 830ºC e 920ºC tiveram um tempo de encharque de 30 minutos e os corpos-de-prova austenitizados entre 1000ºC e 1100ºC, tiveram um tempo de encharque de 1 hora. O revenimento foi realizado nas temperaturas de 100ºC, 150ºC, 200ºC, 300ºC, 400ºC e 500ºC.

Tabela 2.4- composição química dos aços utilizados: SAE 5160 com diferentes teores de fósforo [19].

Alloy	C	Mn	P	Si	Cr	Ni	Sn	Al	S	Mo	Cu	O (ppm)	N (ppm)
High-P	0.63	0.83	0.034	0.26	0.79	0.12	0.001	0.037	0.001	0.04	0.01	25	66
Low-P	0.61	0.85	0.001	0.25	0.80	0.13	0.001	0.027	0.001	0.04	0.01	27	62

O fósforo retarda a dissolução dos carbonetos durante a austenitização e a esferoidização dos mesmos, durante o revenimento, com baixas temperaturas de austenitização.

A figura 2.21 apresenta a morfologia de carbonetos no aço SAE 5160 com alto P, austenitizados em 830ºC e 1100ºC, temperados e revenidos em 500ºC.

As figuras seguintes apresentam resultados de ensaios e uma série de fractografias relacionando-as com teores de fósforo e temperaturas de revenimento.

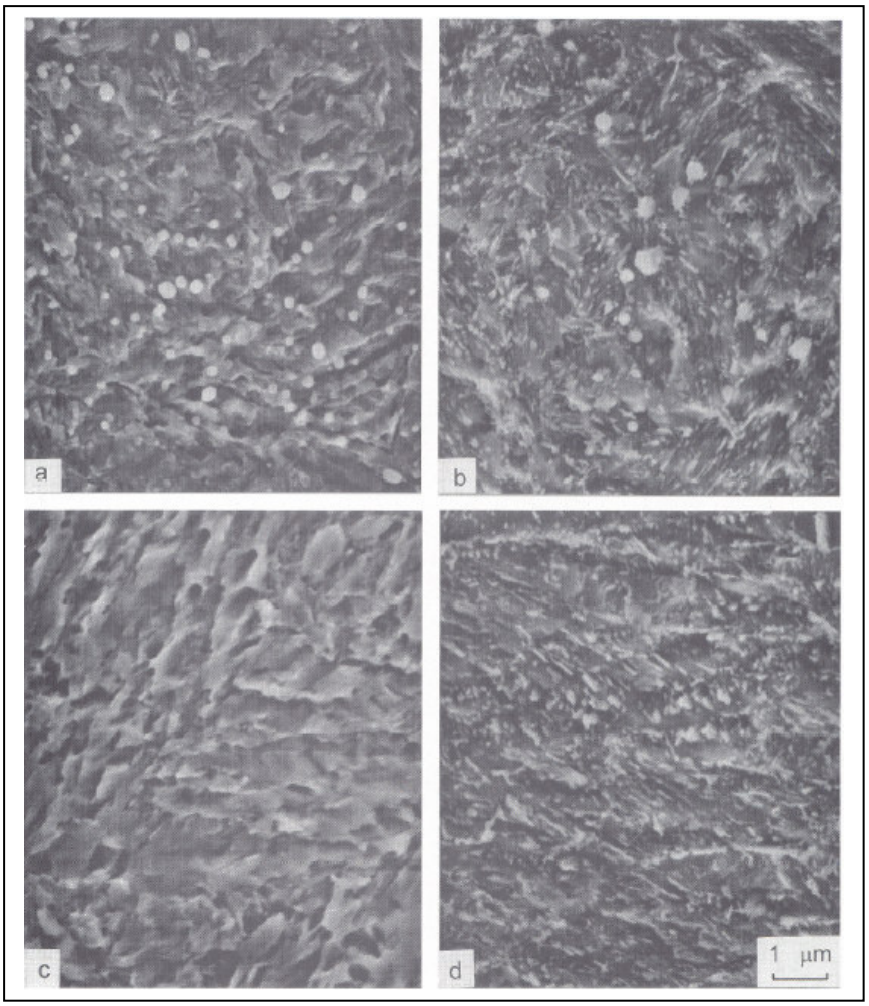


Figura 2.21- Matriz martensítica e morfologia dos carbonetos no aço SAE 5160 com Alto P. (a) e (b) austenitizados em 830ºC . (c) e (d) austenitizados em 1100ºC.(a) e (c) Temperado e (b) e (d) revenidos em 500ºC por 1 hora. Fonte: Ref.[19].

A figura 2.22 apresenta os resultados para os ensaios de impacto, de acordo com a temperatura de austenitização e de revenimento para os aços com alto P e baixo P.

As figuras 2.23, 2.24, 2.25 e 2.26, apresentam os respectivos micromecanismos de fratura, de acordo com a temperatura de austenitização, temperatura de revenimento e teor de fósforo.

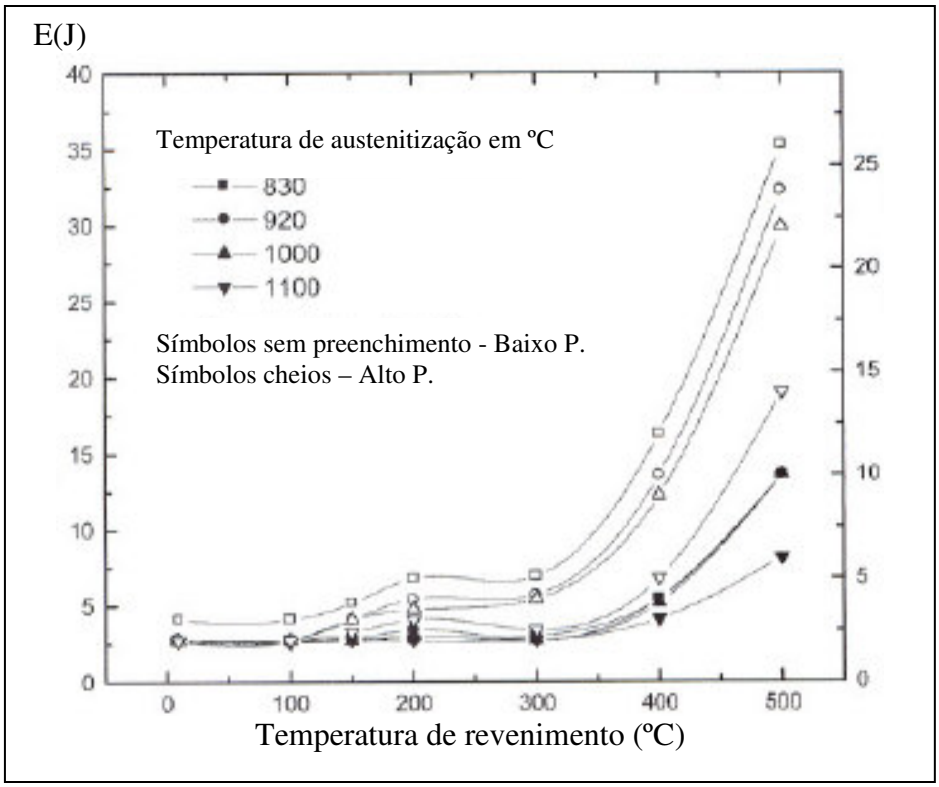


Figura 2.22– Resultados do ensaio de impacto [19].

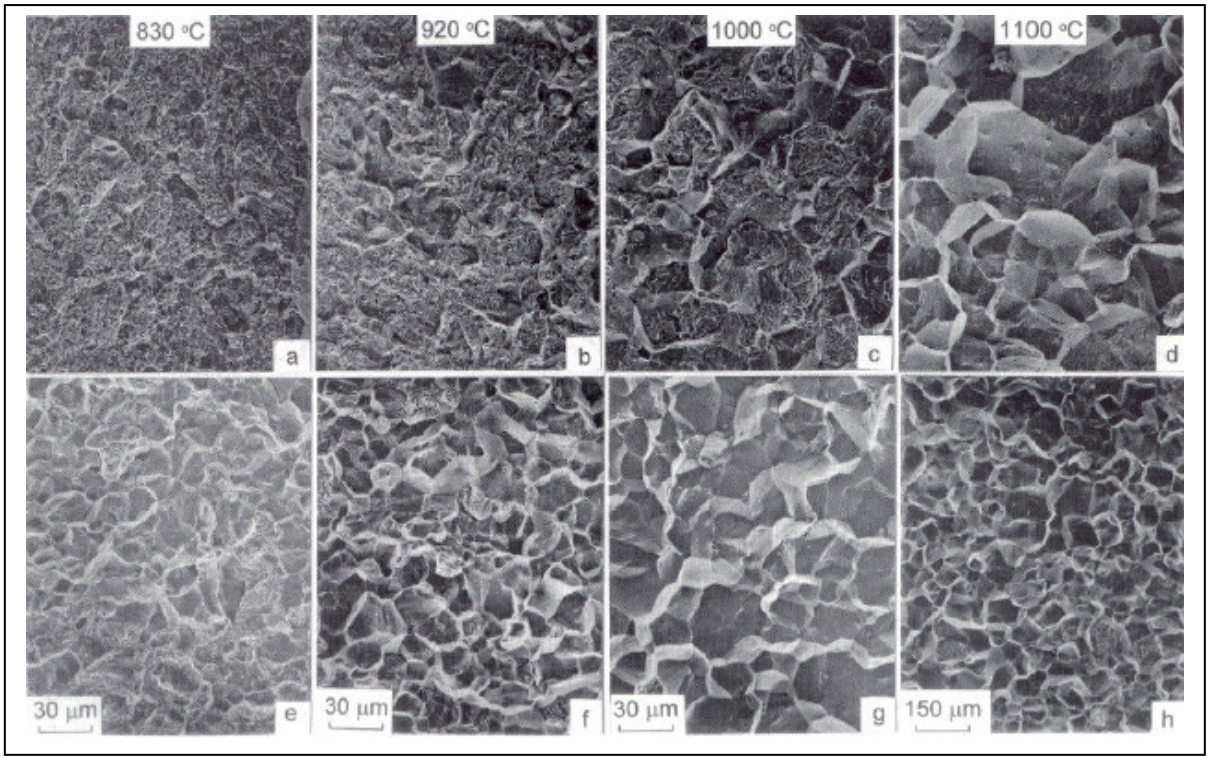


Figura 2.23– Fractografia do SAE 5160 no estado temperado:
(a) – (d) Aço com baixo P e (e) – (h) Aço com alto P [19].

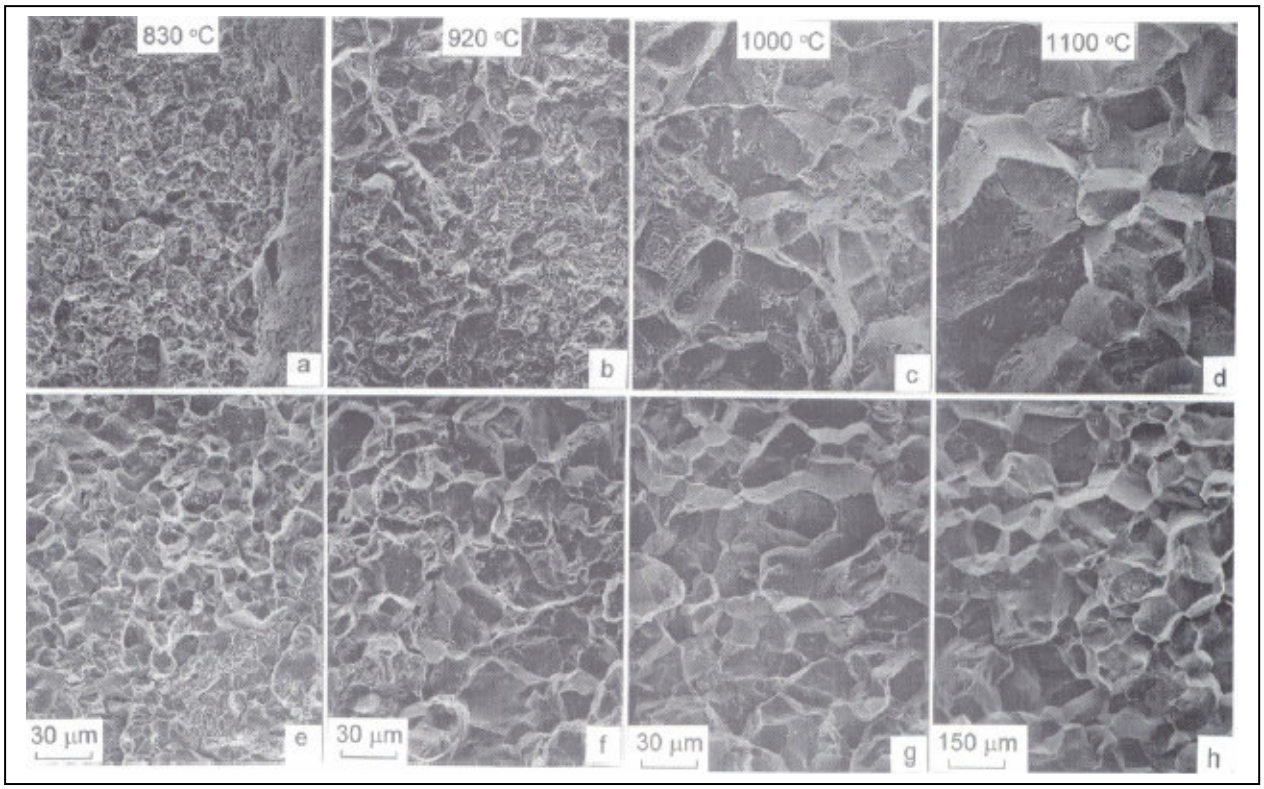


Figura 2.24 - SAE 5160 no estado temperado e revenido em 200ºC: (a) – (d) Aço com baixo P e (e) – (h) Aço com alto P [19].

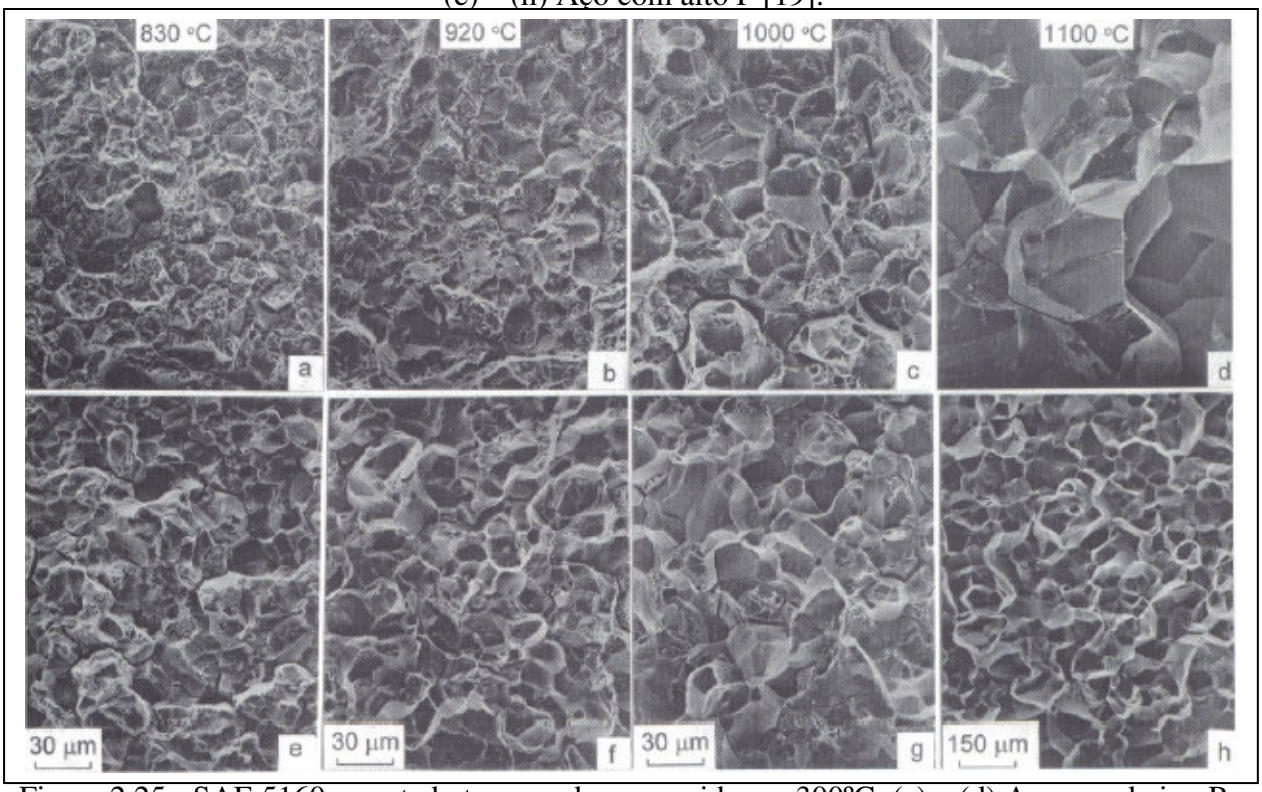


Figura 2.25 - SAE 5160 no estado temperado e revenido em 300ºC: (a) – (d) Aço com baixo P e (e) – (h) Aço com alto P [19].

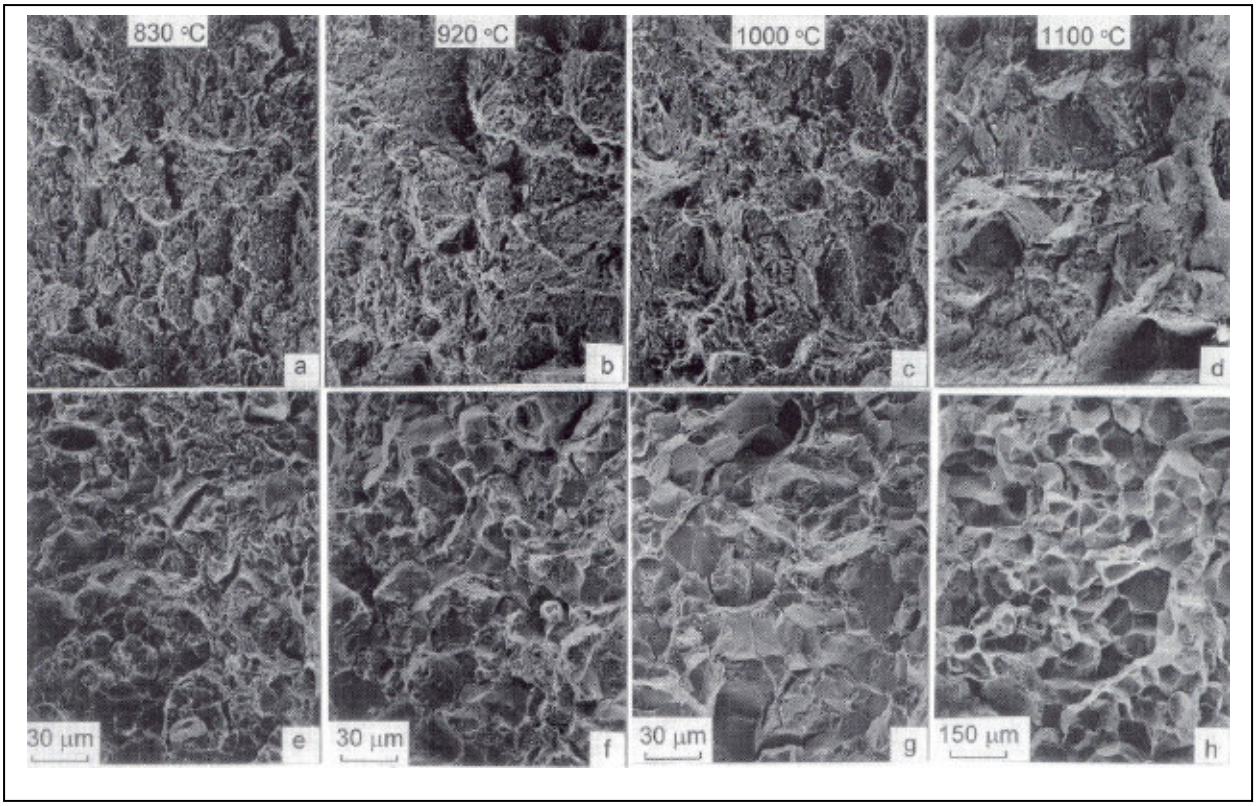


Figura 2.26- SAE 5160 no estado temperado e revenido em 500ºC: (a) – (d) Aço com baixo P e (e) – (h) Aço com alto P [19].

Reguly et al [19] chegaram às seguintes conclusões:

1. A fragilização pela têmpera e revenimento está associada ao micromecanismo de fratura intergranular, ao longo dos contornos de grão austeníticos que deram origem aos pacotes de ripas de martensita;
2. Altas temperaturas de austenitização levam a uma maior dissolução dos carbonetos e, portanto, aumentam a quantidade de carbono disponível para a formação de cementita nos contornos de grão austenítico durante a austenitização e a têmpera;
3. Com baixos teores de fósforo, e em baixas temperaturas de austenitização, a fragilização devido à têmpera, no aço SAE 5160, pode ser suprimida;
4. A fragilização ocorre no SAE 5160 com alto teor de fósforo, mesmo quando a austenitização é feita em baixas temperaturas, o que retém grande densidade de carbonetos esferoidizados;

5. Altas temperaturas de austenitização, que levam à dissolução de grande quantidade de carbonetos aumentam a susceptibilidade à fragilização, mesmo com baixos teores de fósforo. A estrutura grosseira formada em contorno do grão austenítico contribui para o aumento da segregação de fósforo.

Em Wise & Krauss [20] os autores estudaram, termodinamicamente, a nucleação e crescimento da cementita em contorno de grão austenítico e chegam à conclusão de que o cromo, manganês e molibdênio são solúveis na cementita e alteram a energia livre da mesma, de tal modo que a precipitação leva à diminuição da energia livre de Gibbs do sistema. O níquel, silício e fósforo são insolúveis na cementita. Todos eles promovem a precipitação da cementita. A base química utilizada foi o aço SAE 5160.

Segundo esse trabalho, o equilíbrio da formação da cementita é fortemente favorecido pelo cromo e fósforo. Isto significa que diminuindo o teor de cromo e phosphorus pode-se reduzir a precipitação de cementita, diminuindo a susceptibilidade à fragilização da martensita revenida. Em contrapartida o silício também pode retardar o crescimento da cementita por ter boa solubilidade na austenita, o que prejudica a difusão do carbono para dentro da mesma e diminui a quantidade disponível para a formação da cementita.

Em Hyde, R.S. [21], foram estudados os aços AISI 4340 e AISI 52100, relacionando o teor de carbono, fósforo, a precipitação de cementita e a quantidade de fratura intergranular. Os autores encontraram um pico de 85% de fratura intergranular para o aço AISI 52100, na temperatura de revenimento de 350ºC, ao passo que para o aço AISI 4340, para temperaturas de revenimento de até 250ºC, ocorre 95% de fratura intergranular, caindo para 80% na temperatura de 350ºC. A figura 2.27 apresenta a variação da porcentagem de fratura intergranular, em função da temperatura de revenimento para os aços estudados.

A figura 2.28 apresenta uma relação entre os teores de fósforo e carbono e sua influência na ocorrência do micromecanismo de fratura intergranular.

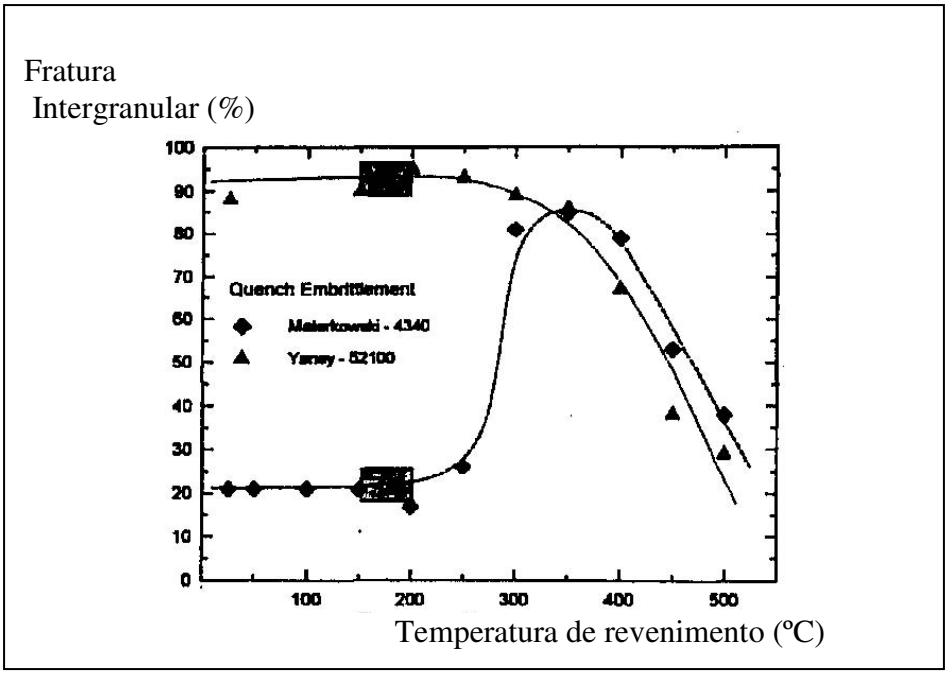


Figura 2.27 – Porcentagem de fratura intergranular como função da temperatura de revenimento para os aços AISI 52100 e AISI 4340. As áreas sombreadas indicam as temperaturas utilizadas usualmente para aços temperados de alta resistência [21].

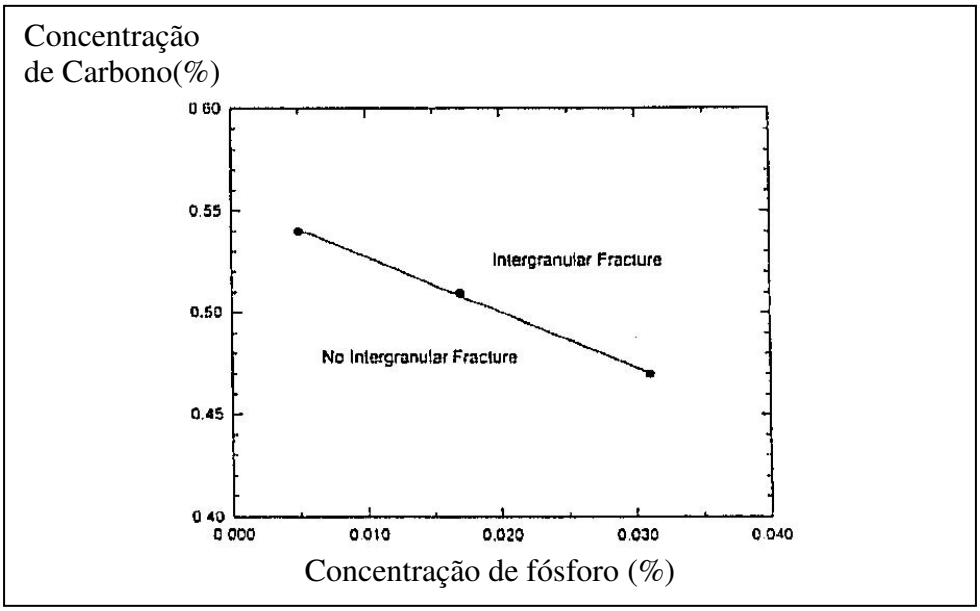


Figura 2.28 – Relação entre o teor de carbono e fósforo, e a ocorrência de fratura intergranular [21].

No trabalho de Merlano et al [22], Foram realizados diversos estudos com o aço AISI 5160 (Tabela 2.5) com relação à Fragilização da Martensita Revenida (TME) e a Fragilização Reversível ao Revenido (RTE), variando a temperatura de revenimento entre 200ºC e 600ºC e o teor de fósforo. A temperatura de austenitização foi de 830ºC. Os autores realizaram ensaios de impacto, tenacidade à fratura, e fadiga e fizeram algumas observações interessantes:

1. No ensaio de impacto, verifica-se que o efeito do decréscimo da energia absorvida em função do aumento da temperatura de revenimento é maior para os aços com alto teor de residuais e, o mesmo efeito, é independente da taxa de resfriamento (Fig.2.29);
2. No ensaio de fadiga, nota-se que o limite de resistência à fadiga se mantém constante em relação às temperaturas de revenimento entre 200ºC e 400ºC, quando começa a decrescer até 500ºC. Neste ponto o efeito é mais acentuado para os aços com alto residual. A partir daí começa ocorrer um aumento até 600ºC, que poderia estar relacionado à fragilidade ao revenido (Fig.2.30);
3. A fractografia da superfície de fratura das amostras submetidas ao ensaio de fadiga dos aços revenidos em 500ºC mostra uma região com micromecanismo coerente com a deformação plástica da propagação estável da trinca por fadiga, apresenta "dimples". Para as amostras revenidas em 350ºC, a superfície de fratura apresenta uma mescla entre os micromecanismos transgranular e intergranular, sendo que para os aços com maior teor de residual a fração de fratura intergranular é ligeiramente maior. Não há menção sobre o tipo de fratura transgranular, o que seria uma informação importante;
4. Para as amostras submetidas ao ensaio de impacto (Charpy com entalhe em V), o aço com maior teor de elementos residuais apresentou micromecanismo de fratura misto: "dimples" e intergranular (Fig.2.31);
5. O aumento do teor de fósforo no aço, dentro dos limites permissíveis pela AISI, aumenta a susceptibilidade à fragilização da martensita revenida e à fragilidade ao revenido.

A tabela 2.5 mostra a composição química utilizada em Merlano et al [22]. As figuras 2.29 e 2.30 mostram respectivamente, a queda de tenacidade e a queda do limite de resistência à fadiga, em função da temperatura de revenimento.

Tabela 2.5 – Composição química dos aços utilizados [22].

ID.	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	Sn	Sb	As
High Res.	.62	1.00	.022	.027	.31	.80	.09	.02	.24	.007	.013	<.005	.002
Low Res.	.64	0.86	.010	.026	.26	.82	.08	.01	.16	.006	.010	<.005	.001

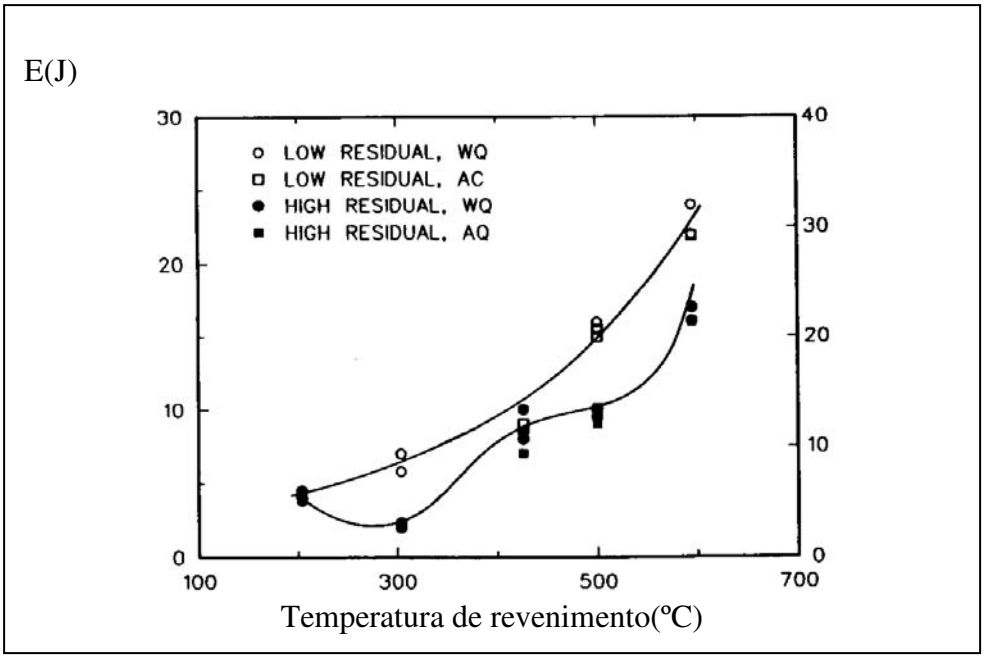


Figura 2.29 – Energia absorvida no ensaio de impacto, à temperatura ambiente, em função da temperatura de revenimento (ºC) [22].

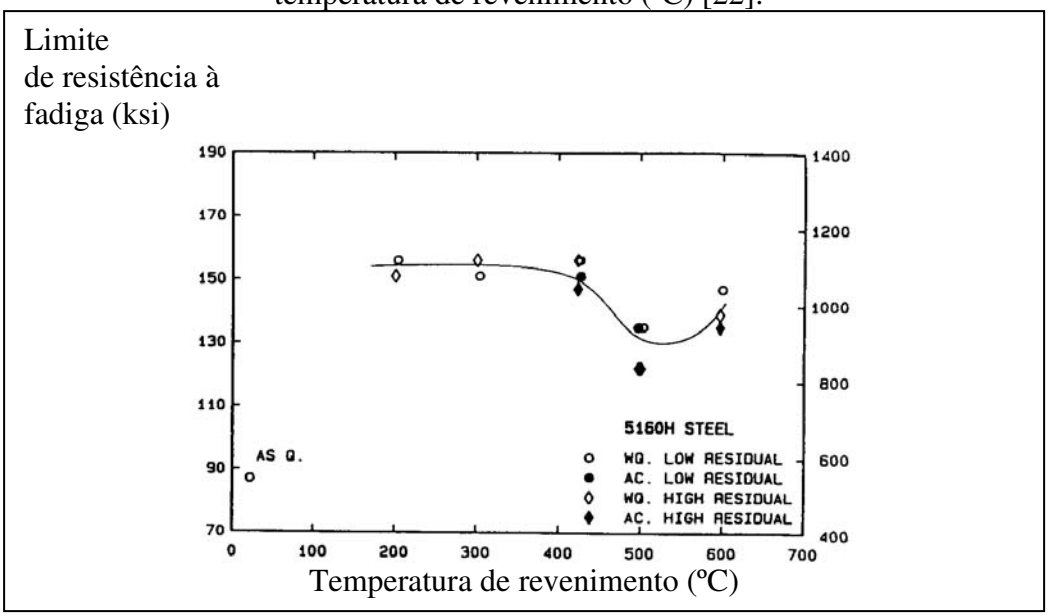


Fig.2.30 – Relação entre limite de resistência à fadiga e temperatura de revenimento [22].

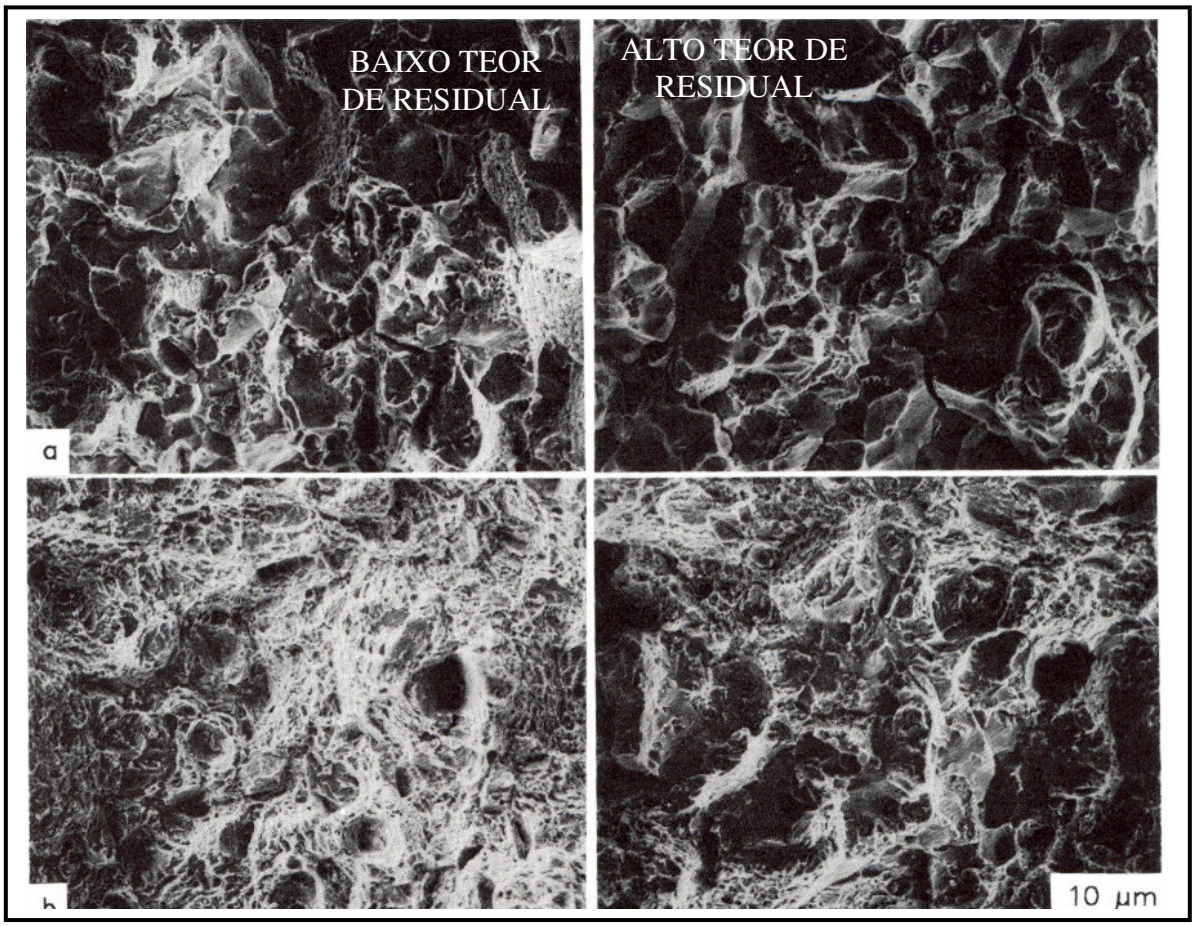


Figura 2.31 – Fractografia da superfície de fratura da amostra do ensaio de impacto: (a)Amostra com baixo e alto residual, revenido em 304ºC (b) Amostra com baixo e alto residual, revenido em 500ºC. Micromecanismo misto: "dimples" e intergranular [22].

Segundo Tokimatsu [23], os indicadores da fragilização da martensita revenida (**FMR**) ou **fragilização a 350ºC** são:

- Diminuição da tenacidade
- Aumento da temperatura de transição frágil-dúctil
- Ocorrência de fratura intergranular.

Em vários casos, a diminuição da energia absorvida no ensaio de impacto e o aumento da temperatura de transição frágil- dúctil, coincidem com a predominância do micromecanismo de fratura intergranular. Embora, historicamente, a fragilização da martensita revenida (FMR) tenha sido relacionada ao micromecanismo de fratura intergranular, outros mecanismos podem ocorrer, tais como: clivagem, quase-clivagem, "dimples" e modo misto. A fratura intergranular ocorre mais freqüentemente em aços com pureza comercial, ao passo que em aços de alta pureza, a fratura transgranular tem sido mais freqüentemente observada.

Durante certo período, atribuiu-se a FMR apenas à segregação de impurezas em contornos de grão. Após diversos estudos, chegou-se à conclusão que o fenômeno não pode ser controlado essencialmente pela segregação de impurezas.

Neste trabalho foram temperadas amostras do aço 300M, em duas temperaturas de austenitização: 1143K (870ºC) e 1373K (1100ºC). Posteriormente, as amostras foram revenidas em quatro diferentes temperaturas: 473K (200ºC), 603K (330ºC), 703K (430ºC) e 823K (550ºC).

A composição química do aço está na tabela 2.6, abaixo:

Tabela 2.6 – Composição química do aço 300M [23].

C(%)	Si(%)	Mn(%)	P(%)	S(%)	Cr(%)	Mo(%)	Ni(%)	V(%)
0,41	**1,70**	**0,78**	**0,005**	**0,001**	**0,79**	**0,39**	**1,79**	**0,08**
N(ppm)	Ti(ppm)	Cu(%)						
23	**40**	**0,06**						

Os resultados obtidos neste trabalho estão nas figuras 2.32, 2.33, 2.34 e 2.35. A figura 2.32 apresenta a variação das propriedades mecânicas em função da temperatura de revenimento.

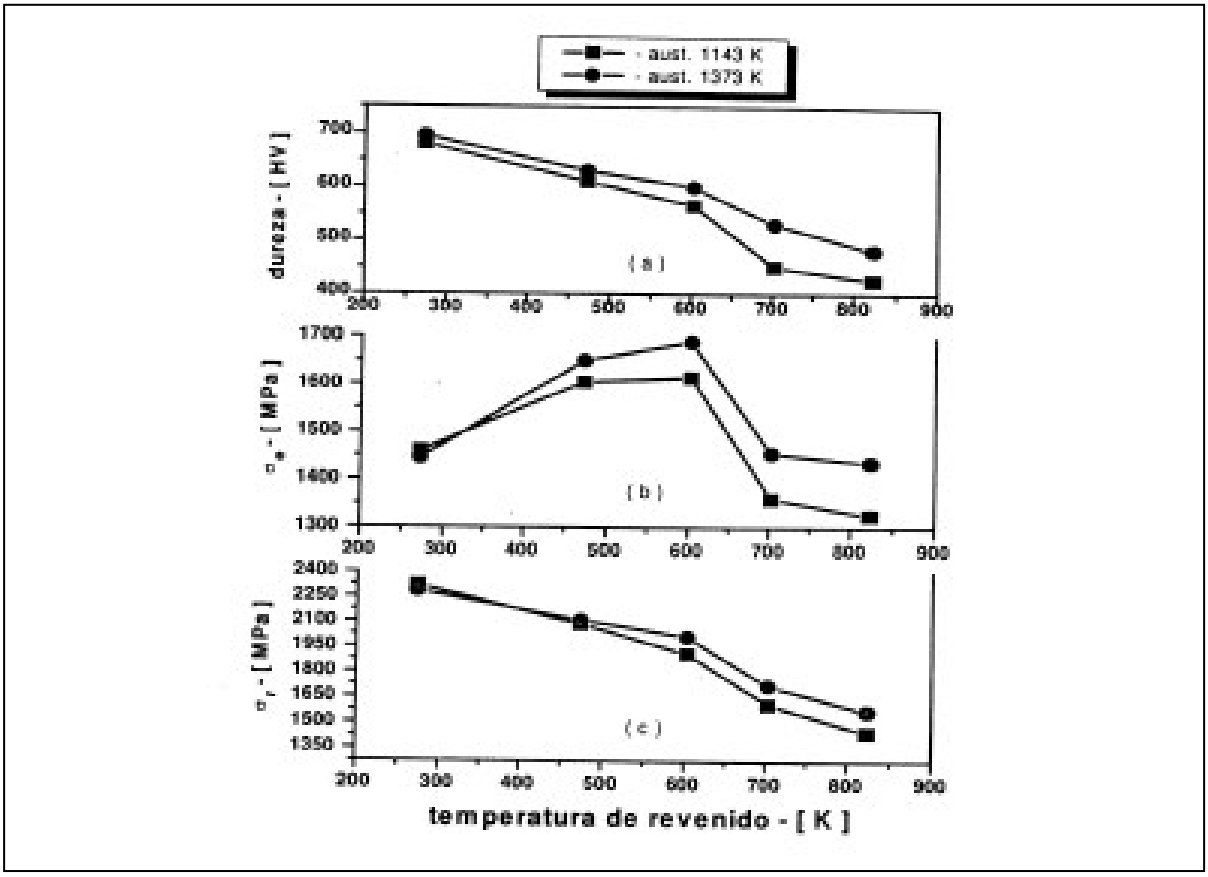


Figura 2.32 – Influência da temperatura de austenitização e revenido sobre os valores de dureza (HV), limite de escoamento (σe) e limite de resistência à tração (σr) [23].

A figura 2.33 apresenta a variação de redução de área e tenacidade à fratura, em função da temperatura de austenitização e de revenimento.

A figura 2.34 apresenta a variação da quantidade de austenita retida em função da temperatura de revenimento.

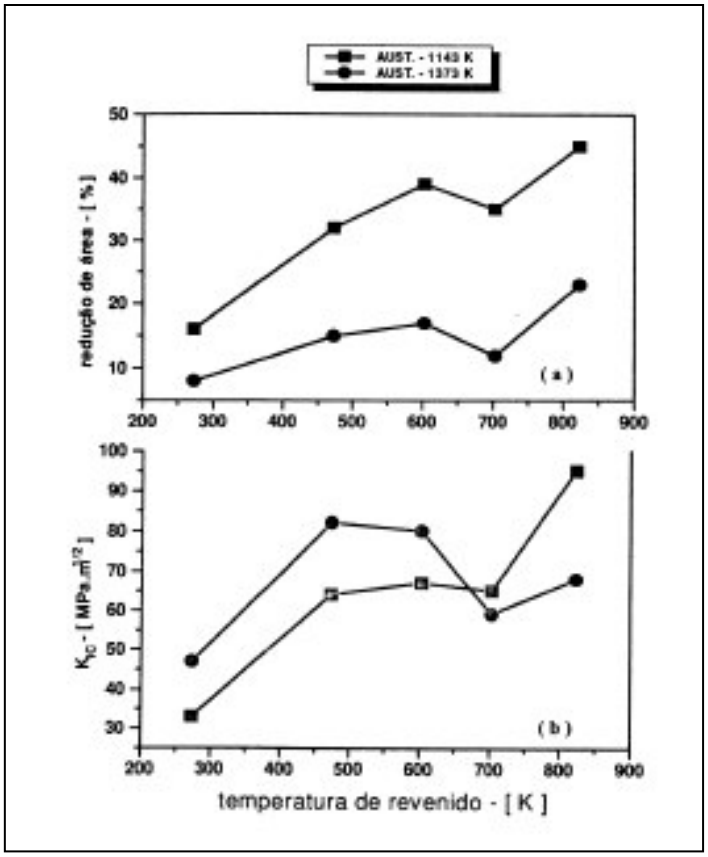


Figura 2.33 - Influência das temperaturas de austenitização e revenido sobre os valores da redução de área e tenacidade à fratura [23].

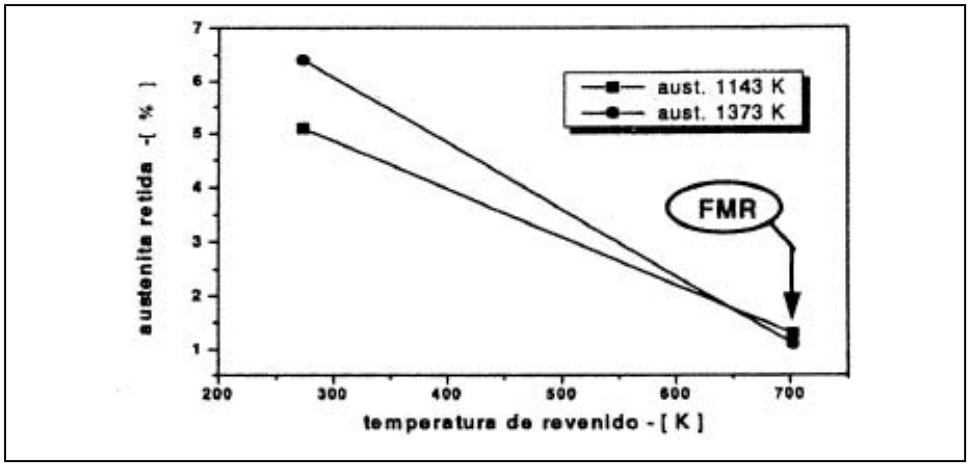


Figura 2.34 – Influência das temperaturas de austenitização e revenido sobre a fração volumétrica da austenita retida [23].

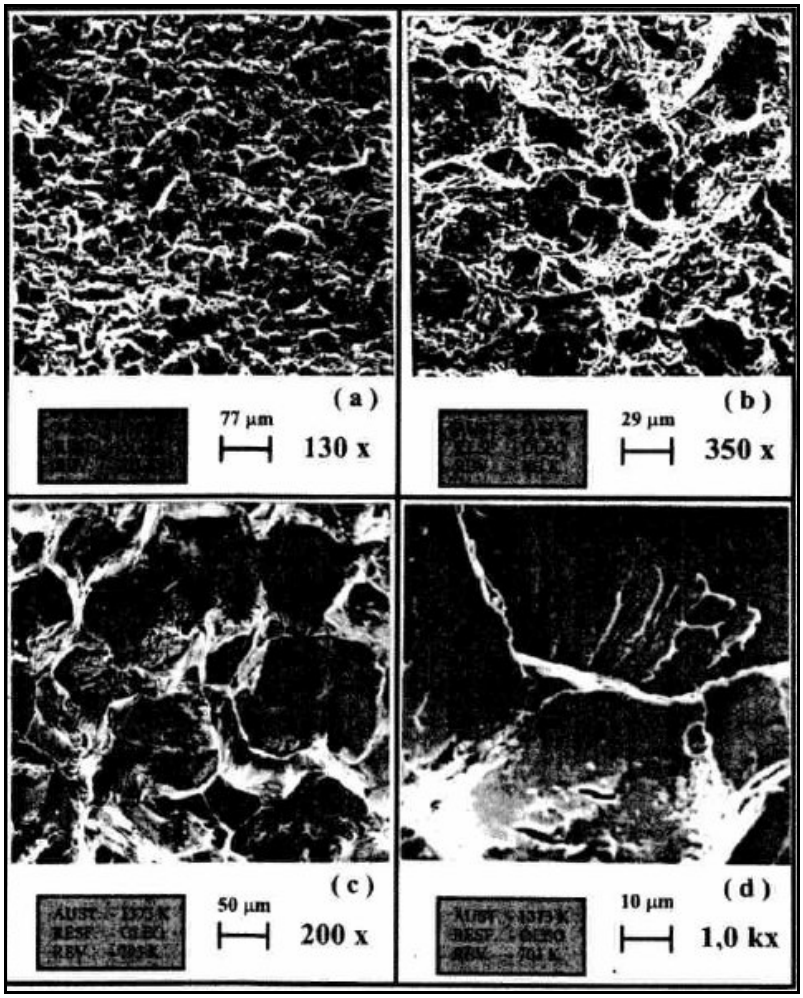


Figura 2.35 – Micromecanismos de fratura: (a) e (b) Austenitizado em 870ºC e revenido em 430ºC: modo misto de fratura- microcavidades e facetas de clivagem. (c) e (d) Austenitizado em 1100ºC e revenido em 430ºC: fratura intergranular [23].

Tokimatsu et al [23] chegaram às seguintes conclusões:

1. O mecanismo que conduz à FMR é demasiadamente complexo, não podendo ser atribuído a um único fator com a precipitação de cementita intra-ripa, ou a decomposição de austenita retida ou segregação de impurezas, porém, o grau de influência de cada mecanismo depende da condição de tratamento térmico;
2. O modo de fratura foi transgranular, para o aço austenitizado a 870ºC e intergranular para o aço austenitizado a 1100ºC;
3. A elevação da temperatura de austenitização aumentou a quantidade de austenita retida;

4. Para o aço austenitizado a 870ºC, a fratura transgranular ocorreu de maneira mista: clivagem e “dimples”.

Em Koike et al [24], os autores fazem menção ao fato já conhecido sobre o surgimento de um estado triaxial de tensões na ponta de uma trinca e o alívio deste estado pela formação da zona plástica no mesmo ponto:

“*Ainda que no início do século XX, o problema de um componente entalhado tenha sido equacionado, ele foi entendido parcialmente. Tinha-se em mente que o único efeito associado com a presença de um entalhe era o da concentração de tensões. Sendo assim, era importante analisar com maior acuracidade quais eram os efeitos provocados por um entalhe. A mudança produzida pela introdução de um entalhe possui importantes conseqüências no processo de fratura, Dieter. Tanto a nucleação, como as propagações de trincas são favorecidas por altas tensões de tração, Reed-Hill. Um entalhe, além de produzir concentrações de tensões, introduz alterações no estado de tensões, Dieter . Um concentrador de tensões como uma trinca (entalhe agudo), produz um pico local de tensão na raiz da trinca. No entanto, se existir ductilidade suficiente do material, quando a tensão local exceder o limite de escoamento do material ocorrerá um escoamento plástico na ponta do entalhe. O escoamento plástico tira energia existente na ponta trinca e alivia as altas tensões, limitando o pico de tensões ao nível do limite de escoamento do material. Por outro lado, a concentração continua a aumentar até que ocorra a fratura, se não ocorrer escoamento localizado Tokimatsu. Uma ductilidade adequada é um fator de importância na engenharia, pois permite ao material redistribuir tensões localizadas. É difícil atingir altas tensões quando o metal se deforma facilmente (escoamento plástico), Tokimatsu . É importante ressaltar que a ductilidade não é uma propriedade absoluta do metal. Dentre os diversos aspectos que podem afetá-la encontra-se o estado de tensões. O efeito maior de um entalhe não é a introdução de um concentrador de tensões, mas a produção de um estado triaxial de tensões na raiz do entalhe, Dieter. O estado de tensão triaxial de um entalhe resulta numa espécie de endurecimento por entalhe, porque introduz uma forte restrição ao escoamento plástico, Dieter. Qualquer sistema capaz de produzir uma combinação de grandes tensões de tração e pequenas tensões de cisalhamento favorece a ocorrência de uma fratura de caráter frágil, ou seja, precedida de pouca deformação plástica. Segundo a ASTM – Metals Handbook (1), a ductilidade não é uma propriedade absoluta e sim uma propriedade de um estado do material.”*

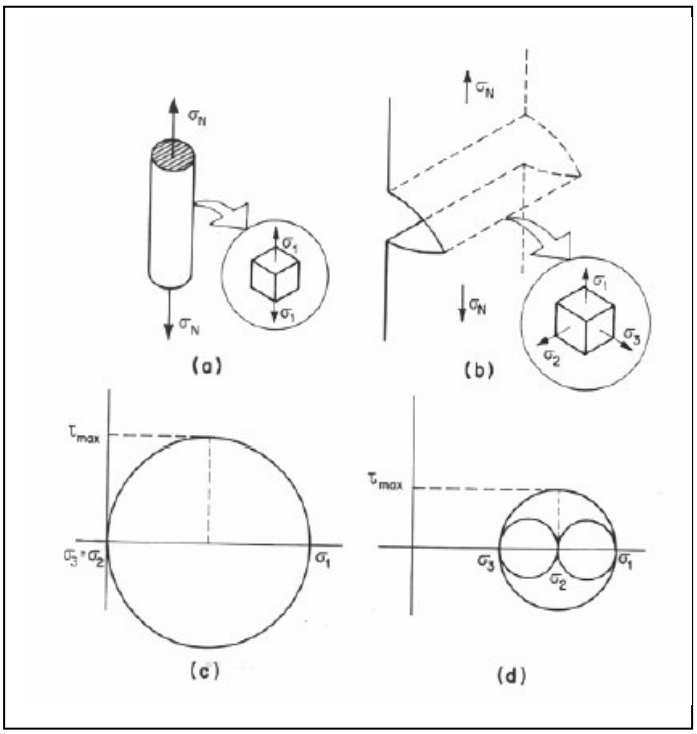
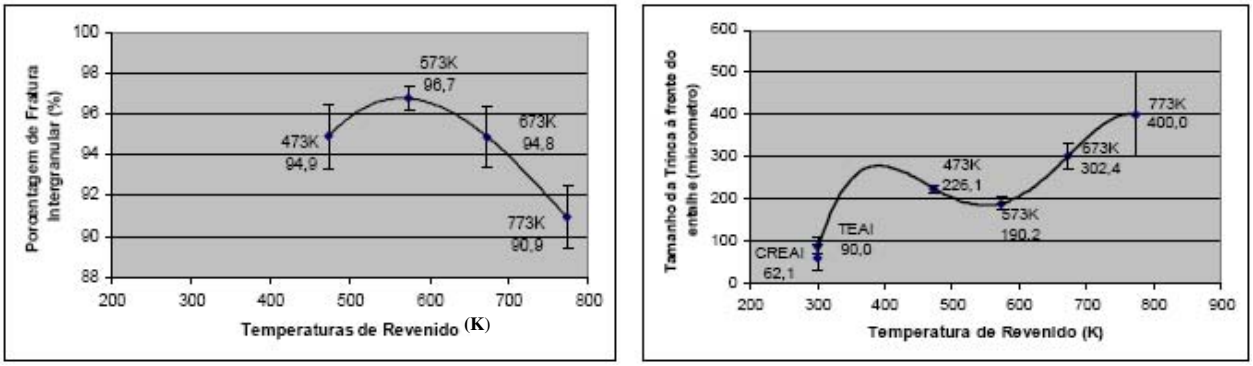


Figura 2.36- Estado de tensões na ponta da trinca. (a) Estado uniaxial (b) Estado triaxial de tensões (c) Circulo de Mohr para o estado uniaxial (d) Círculo de Mohr para o estado triaxial de tensões [24].

No trabalho de Koike [24] foram feitos tratamentos de têmpera e revenimento com um aço ABNT 4340. A temperatura de austenitização utilizada foi 870ºC, o meio de têmpera utilizado foi óleo com agitação. Foram realizados revenimentos em várias temperaturas.

A figura 2.37 apresenta parâmetros como a porcentagem de fratura intergranular, com a temperatura de revenimento, e tamanho da trinca na ponta do entalhe pela temperatura de revenimento.



(a) (b)

Figura 2.37 - (a) Porcentagem de fratura intergranular X temperaturas de revenido (b) Tamanho da trinca à frente do entalhe (µm) X Temperaturas de revenido [24].

A principal conclusão deste trabalho do ponto de vista da análise da fractografia foi:

"Análise da superfície de fratura com o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV): Na fratura a frente do entalhe foi composta de microcavidades, em todas as condições. Foram monitorados os comprimentos de avanço da trinca por microcavidades, observando um comportamento semelhante à selha a 550K, tal fato pode ser correlacionado com volume de material ensaiado (tamanho da zona plástica) e a temperatura de revenido. Após o mecanismo de microcavidades ocorre uma mudança no modo de fratura à frente da trinca, devido ao novo estado de tensões (trinca aguda), promovendo uma mudança no modo de fratura onde passa a apresentar fratura mista: de microcavidade e clivagem na condição como-recebida e por microcavidades e fratura intergranular nas condições de revenido. Observou-se que na condição de ocorrência da selha (revenido 550K) de FMR, apresentou um aumento da quantidade de fratura intergranular (este aumento da fratura pode ser confirmado analisando visualmente as fotos de cada condição). Indicando que o mecanismo de fragilização que atua se localiza nos contornos de grãos, para um aço ABNT 4340, submetido à austenitização a 1143K e revenido a 550K." Quando o autor se refere à microcavidades, é o micromecanismo de fratura por "dimples".

Em Idehara et al [25], também foi estudado um aço ABNT 4340, com a composição química abaixo:

Tabela 2.7 – Composição química do aço ABNT 4340 [25].

AÇO	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Mo%	Ni%	Cu%	Al%
4340	0,43	0,18	0,76	0,027	0,007	0,74	0,33	1,66	0,19	0,017

Os corpos de prova foram austenitizados a 870º C e revenidos em diversas temperaturas. Os resultados obtidos estão nas figuras 2.38, 2.39 e 2.40.

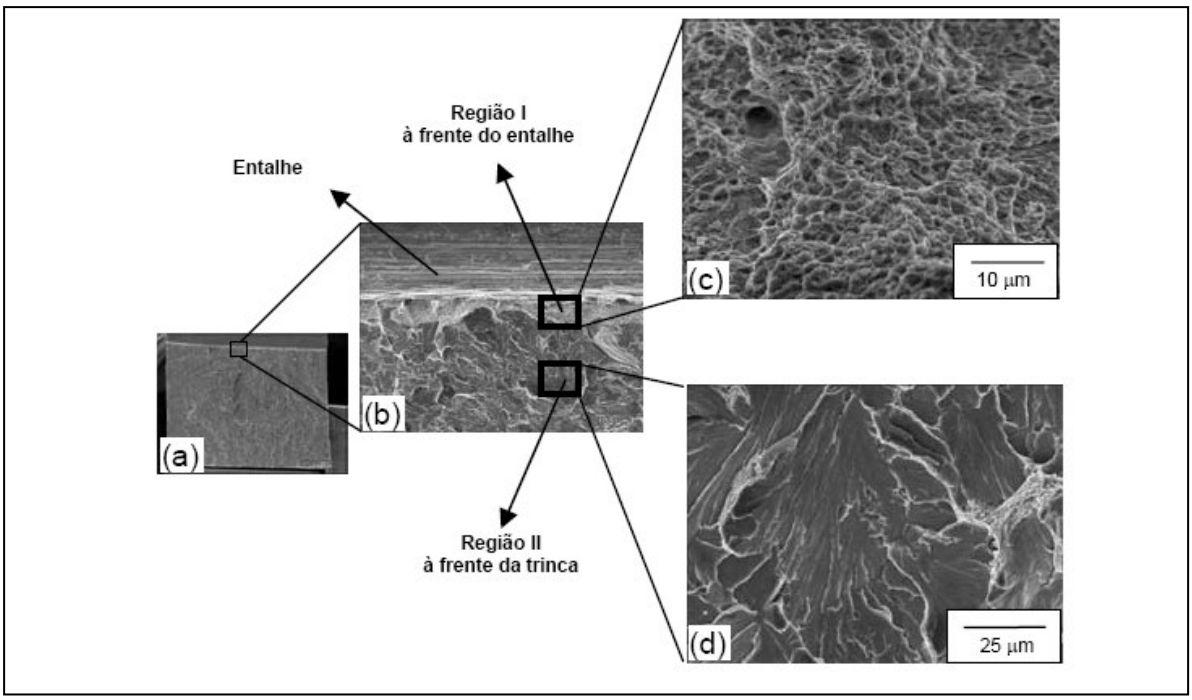


Figura 2.38 - Fratografias de uma amostra do aço ABNT 4340 na condição como recebida: (a) vista geral da superfície de fratura; (b) detalhamento das regiões analisadas; (c) fratura por "dimples" e (d) fratura por clivagem [25].

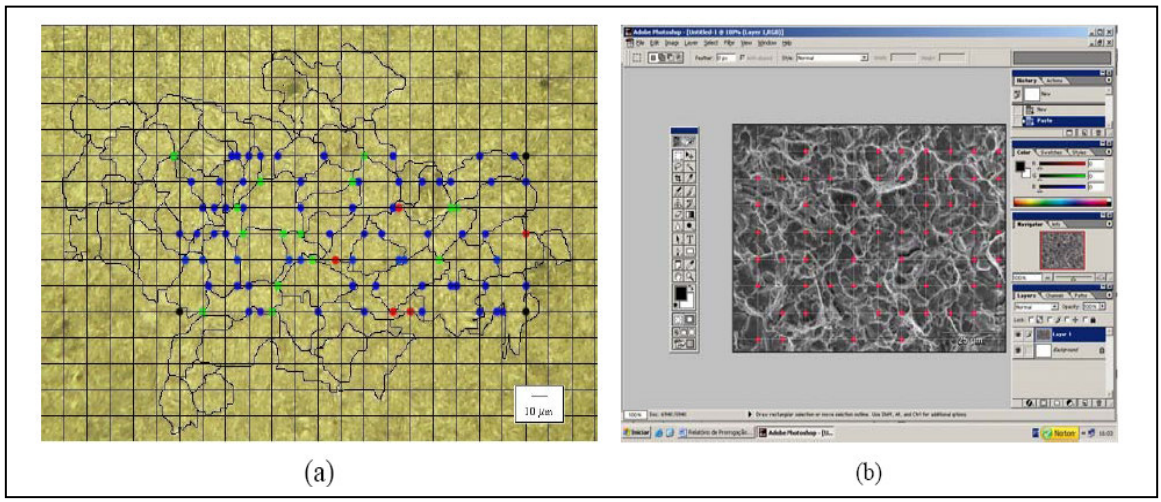


Figura 2.39 - Tratamento dado as imagens digitais: (a) na determinação do tamanho de grão pelo método de Henry (bola vermelha ½ - contorno de grão tangencia a linha teste, bola azul 1 – o contorno de grão corta a linha teste e bola verde 3/2 – a linha teste corta uma intersecção de três contornos de grão); (b) grade digital auxiliar para determinação porcentual dos micromecanismos de fratura [25].

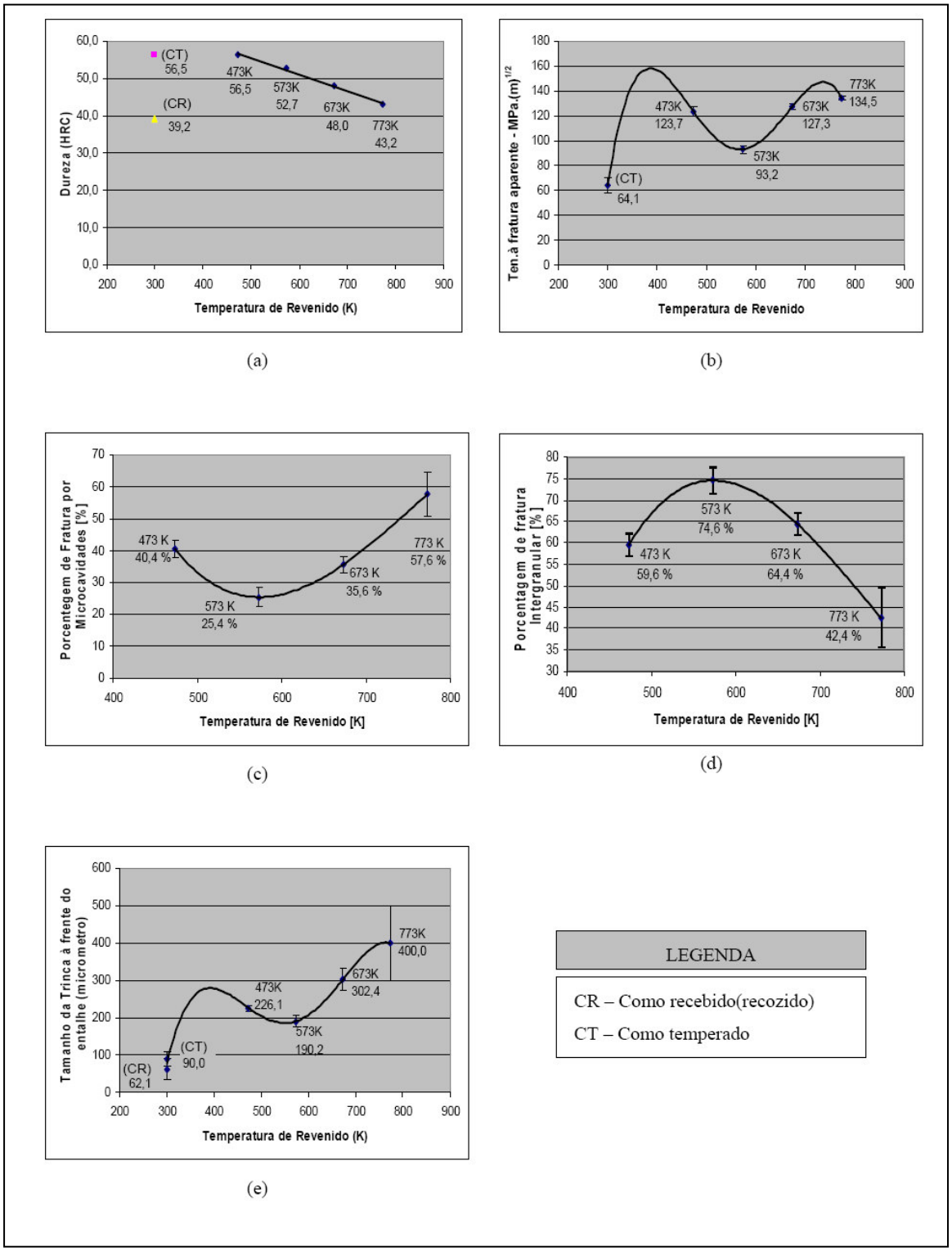


Figura 2.40 - Influência da temperatura de revenido nas propriedades mecânicas e micromecanismos de fratura: (a)Dureza; (b) Tenacidade a fratura aparente – KIDA; (c) % de fratura por microcavidades; (d) % de fratura intergranular e (d) tamanho da trinca "plástica" a frente da trinca [25].

Em Abdollah – Zadeh et al [26], foi estudado o aço 34NiCrMoV125, cuja composição está na tabela 2.8.

Tabela 2.8 – Composição química do aço 34NiCrMoV125 [26]

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	P	S	N_2, ppm	O_2, ppm	H_2, ppm
0.361	0.264	0.567	3.08	1.34	0.496	0.149	0.006	0.004	60	18	0.54

O estudo relaciona tamanho de grão austenítico com propriedades mecânicas e micromecanismos de fratura. As amostras foram austenitizadas em 870ºC e 950ºC e revenidas em temperaturas entre 200ºC e 650ºC.

A figura 2.41 apresenta a variação da energia absorvida no impacto, em função da temperatura de revenimento para dois tamanhos de grão austenítico.

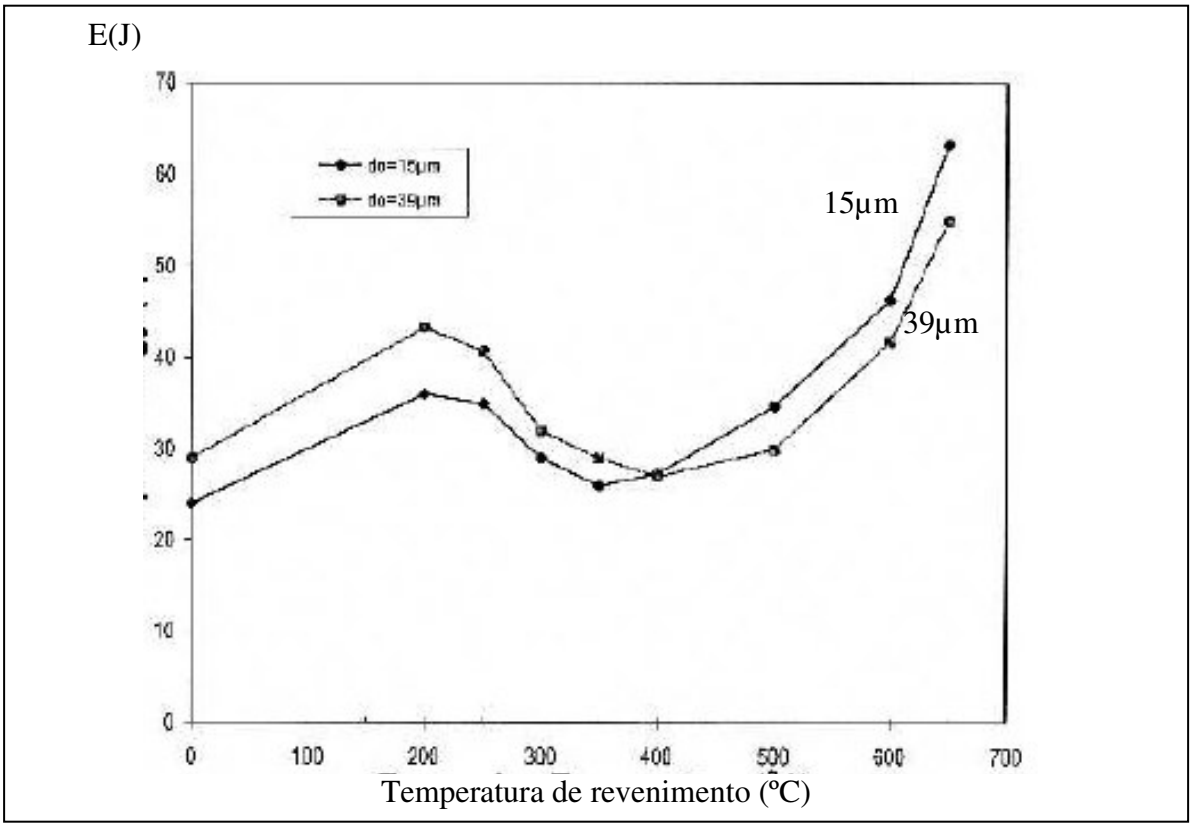


Figura 2.41 – Variação da energia absorvida no ensaio de impacto (E), em função da temperatura de revenimento, para dois tamanhos de grão austenítico [26].

Os autores chegaram às seguintes conclusões:

- O mecanismo de fragilização predominante para o fenômeno da FMR, para a faixa de temperatura de revenimento entre 250ºC e 400ºC foi, hipoteticamente, a decomposição da austenita retida em contorno de grão, em cementita;
- A amostra austenitizado em temperatura mais alta, com tamanho de grão maior (39µm), obteve maior energia absorvida no impacto;
- O micromecanismo de fratura encontrado, para as temperaturas de revenimento entre 250ºC e 400ºC, foi intergranular e quase – clivagem.

Capítulo 3

Materiais e Métodos

3.1. Material

Foi utilizado um aço SAE 5160H, fabricado pela Gerdau Açominas, produzido por alto-forno, com tecnologia de panela e desgaseificação a vácuo. Após o lingotamento convencional o material foi laminado para uma barra de secção quadrada com lado de 100 mm. O material é de qualidade especial, conforme protocolo técnico 12/94[27], com controle de ultra-som e ensaio de partícula magnética. A barra de secção quadrada, com lado de 100mm, foi re-laminada pela BARDELLA SA INDÚSTRIAS MECÂNICAS em barras de perfil cilíndrico com diâmetro de (38,1 +/- 0,7) mm. A composição química especificada para material está na tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição química do aço SAE 5160H.

	C(%)	Mn (%)	Si (%)	Cr (%)	P(%)	S(%)
Norma SAE J 1268	**0,55 -0,65**	**0,65 – 1,10**	**0,15 – 0,35**	**0,60 – 1,00**	**0,030máx.**	**0,040máx.**
Detectado	**0,59**	**0,82**	**0,23**	**0,80**	**0,010**	**0,013**

3.2. Tratamento térmico

Devido à alta dureza deste material, os corpos de prova de tração e impacto foram usinados, conforme norma ASTM A 370 [28], antes dos tratamentos, no estado bruto laminado.

Foram feitas análises no material no estado bruto laminado e, posteriormente os corpos-de-prova foram temperados e revenidos. Para os tratamentos térmicos, foi utilizado um forno tipo Mufla (fig.II.1 – Anexo II)

O diagrama TRC para este tipo de aço foi analisado e as temperaturas Ms e Mf foram calculadas conforme abaixo.

$$Ms(^{o}C) = 539 - 412C - 30{,}4Mn - 17{,}7Ni - 12{,}1Cr - 7{,}5Mo \text{ (exatidão de +/-13}^{o}\text{C)} \quad (3.1)$$

$$Mf(^{o}C) = Ms - 215 \text{ (exatidão de +/- 15}^{o}\text{C)} \quad (3.2)$$

Para a composição química detectada, da tabela 3.1, e utilizando-se as equações (3.1) e (3.2), de Atkins [29], obteve-se Ms de 275ºC e Mf de 60ºC.

A partir desse cálculo e de testes preliminares, ficou estabelecido que a têmpera poderia ser feita em óleo aquecido a 80ºC, fazendo com que a transformação martensítica tivesse início porém não fosse completada. Esse procedimento garantiria a presença de austenita retida. Em Sandor, T.L. [30] o óleo foi mantido à temperatura de 50ºC, pois a M_f calculada foi 31ºC, para o aço SAE 5160.

Uma parte dos corpos-de-prova foi aquecida a 800ºC e mantida nesta temperatura durante uma (1) hora e quinze (15) minutos. Outra parte dos corpos-de-prova foi aquecida a 1050ºC e mantida nesta temperatura por uma (1) hora e quinze (15) minutos. O meio de têmpera utilizado foi óleo mantido à temperatura de 80ºC. Após o processo de têmpera, foram retiradas amostras para metalografia, difração de raios-x, ensaios de dureza, tração e impacto. O controle da temperatura do meio foi feito por termômetro de imersão, conforme figura II.4 - Anexo II. A figura 3.1 mostra o esquema dos tratamentos térmicos utilizados neste trabalho. O aquecimento foi realizado em forno tipo "mufla", conforme figura II.1 - Anexo II.

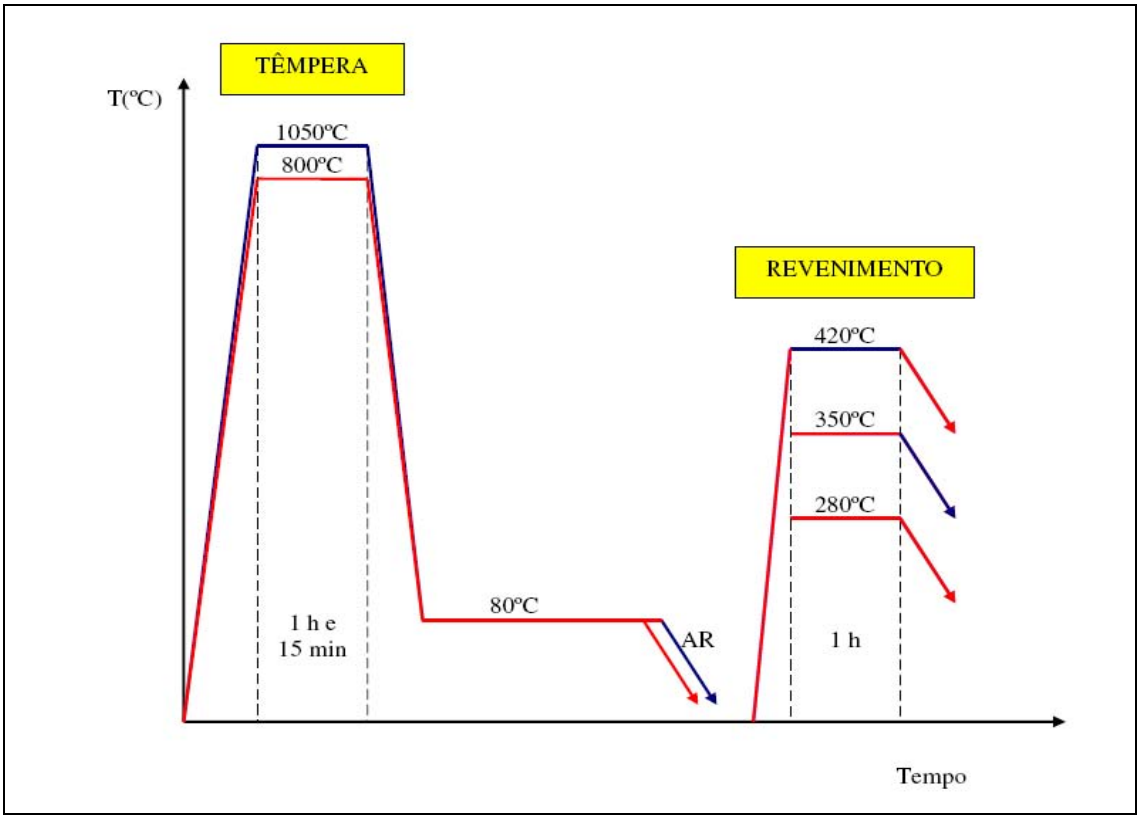


Figura 3.1- Esquema dos tratamentos térmicos utilizados neste trabalho.

As peças temperadas com temperatura de austenitização de 800ºC e 1050ºC foram submetidas a três (03) temperaturas diferentes de revenimento: 280ºC, 350ºC e 420ºC. Foram estudadas, então, as condições conforme tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Condições das amostras estudadas.

CONDIÇÃO	TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO (ºC)	TEMPERATURA DE REVENIMENTO (ºC)
BL	**-**	**-**
C	**1050**	**-**
C1	**800**	**-**
C2	**1050**	**280**
C3	**1050**	**350**
C4	**1050**	**420**
C5	**800**	**280**
C6	**800**	**350**
C7	**800**	**420**

Os corpos-de-prova foram usinados com sobremetal de 0,3mm para posterior lixamento com o intuito de eliminar a superfície de tratamento térmico, uma possível descarbonetação, bem como para evitar a dispersão de resultados, conforme prevê a norma ASTM E 8 [31].

A rugosidade (Ra), medida em um equipamento Mitutoyo Surfacetest-211, foi de 1,00µm a 1,30µm. A figura VI.1 do anexo VI mostra o rugosímetro utilizado. A figura 3.2 mostra os corpos-de-prova após o acabamento com a seqüência de lixas: 80-180-120-220-320-400-600.

Foi realizado ensaio de líquido penetrante para detecção de trincas de tratamento térmico. Três peças foram descartadas.

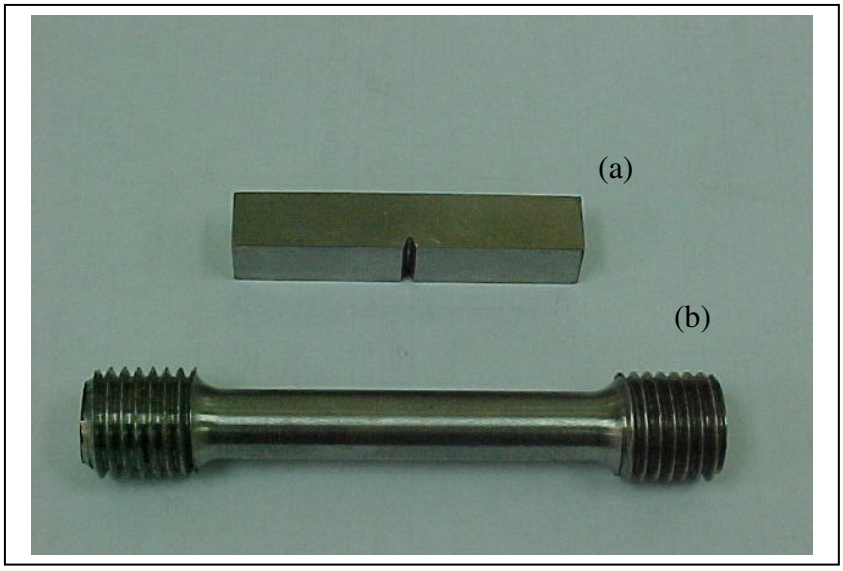


Figura 3.2 - Fotografia dos corpos de prova utilizados: (a) Impacto – Charpy. (b) Tração

A tabela 3.3 apresenta o resumo das condições estudadas e os ensaios realizados e o número de corpos-de-prova.

Tabela 3.3 – Resumo dos ensaios realizados.

CONDIÇÃO	ANÁLISE QUÍMICA	DUREZA E TRAÇÃO	IMPACTO E MEV	DIFRAÇÃO DE RAIOS - X
BL	**01 CP**	**02 CP**	**03 CP**	**-**
C	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02 CP**
C1	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02 CP**
C2	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02CP**
C3	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02CP**
C4	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02 CP**
C5	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02 CP**
C6	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02 CP**
C7	**-**	**02 CP**	**03 CP**	**02CP**

3.3 Análise metalográfica

Foram realizadas análises metalográficas para tamanho de grão austenítico, conforme ASTM E 112 [32], microinclusões, conforme ASTM E 45 [33] e microesturura, em todas as condições da tabela 3.3. As análises foram realizadas em banco metalográfico Olympus, modelo BX60MF, conforme figura do anexo II. A seqüência de polimento utilizada foi: lixamento em lixas 80, 120, 180, 220, 320, 400, 600, 1000 e polimento em pasta de diamante com 0,3µm. O ataque utilizado foi Nital 3% seguido de imersão em Picral 2% com posterior ataque de solução de tiossulfato de sódio com metabissulfito de potássio, para revelação da estrutura e Picral 2% para revelação do tamanho de grão austenítico.

As amostras para a análise metalográfica foram retiradas dos próprios corpos de prova submetidos aos testes de impacto, de uma região não afetada pela fratura.

3.4 Ensaios

3.4.1 Ensaio de dureza e tração

Foram realizados ensaios de tração conforme ASTM A 370, rev. A, 2007 [28], em todas as condições metalúrgicas utilizadas neste trabalho. A máquina universal de ensaios utilizada foi uma Wolpert com capacidade para 60 ton, informatizada com o software “Panantec ATMI”, homologado pela Petrobras, conforme figura II.2 do anexo II. O durômetro utilizado foi um

Wolpert. A medida de dureza seguiu a norma ASTM A 370. As dimensões dos corpos de prova estão no anexo VII.

3.4.2 Ensaio de impacto

Os ensaios de impacto foram realizados em máquina Shimadzu, escala de 30 kgf.m, conforme ASTM E 23, ed. 07a 2007[35] em todas as condições metalúrgicas deste trabalho.

3.5 Difração de raios-x

Os ensaios de difração de raios-x, para determinar o teor de austenita retida, foram realizados na Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo, com um difratômetro de raios-X, marca Rigaku, modelo SI 10 Y2K.

3.6 Análise em MEV.

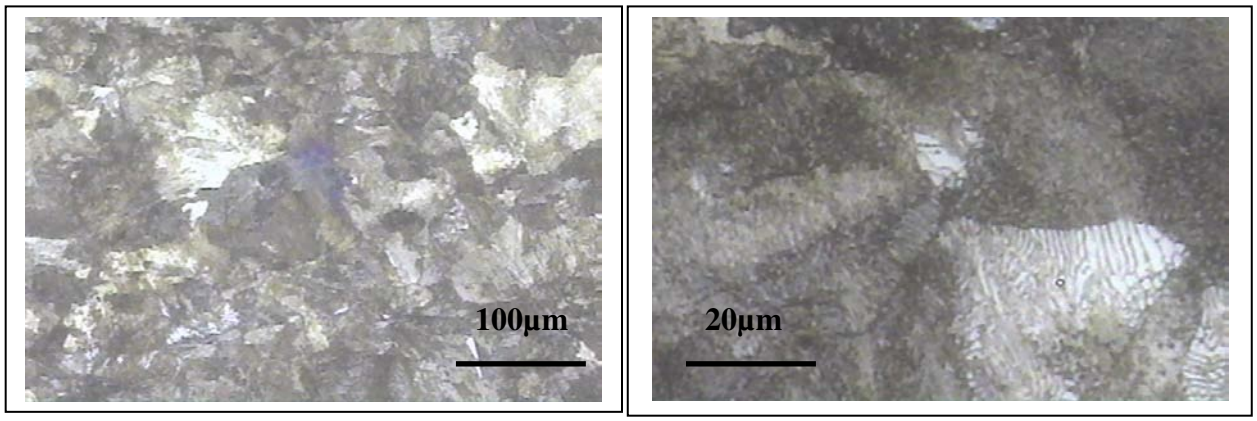
Os micromecanismos de fratura foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na superfície de fratura dos corpos de prova submetidos ao ensaio de impacto. O equipamento utilizado foi um Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV - Marca Leica, modelo Stereoscan 440 com Analisador EDS Marca OXFORD INSTRUMENTS INCA-Sight, nos laboratórios do departamento de Garantia da Qualidade da Thyssenkrupp Metalúrgica Campo Limpo. Foi realizada também uma análise através de EDS (Energy Dispersive x-ray Spectrometer), com o objetivo de detectar elementos segregados em contorno de grão.

Capítulo 4

Resultados e Discussão

4.1. Análise metalográfica

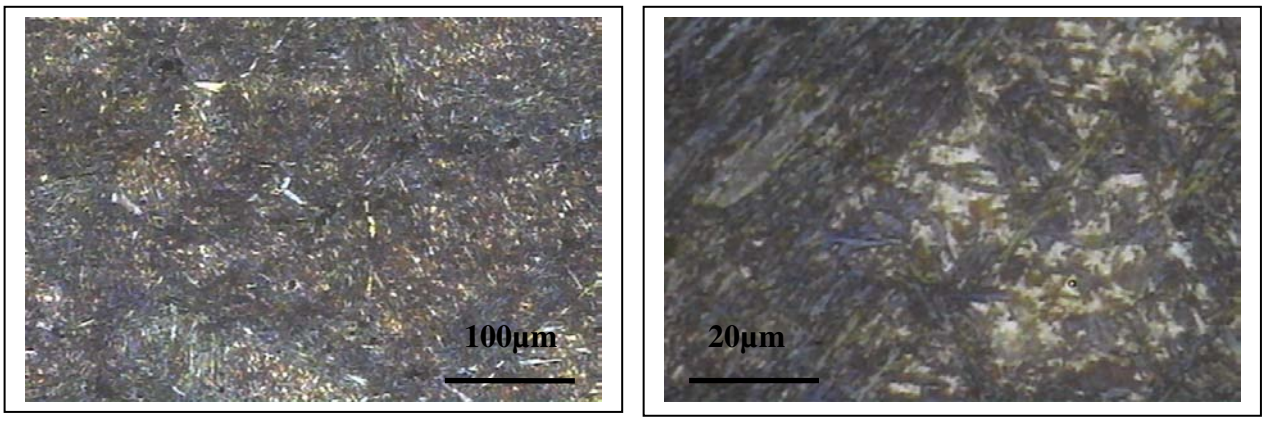
Foram analisadas as microestruturas e tamanho de grão austenítico nas diversas condições de tratamento. A seqüência de ataques com nital 3%, picral 2% seguido de solução de tiossulfato de sódio com metabissulfito de potássio, permitiu uma revelação com coloração diferente da que é obtida apenas com nital.



(a) (b)

Figura 4.1-Micrografia da amostra BL - Bruto laminado, sem tratamento térmico, apresentando (a) Microestrutura de ferrita, perlita e bainita, tamanho de grão ASTM 5. (b) Detalhe da microestrutura.

Conforme a figura 4.1, para o material no estado bruto laminado, cujo resfriamento ocorreu no leito de laminação, a microestrutura de ferrita e perlita grosseira era esperada.



(a) (b)

Figura 4.2 – Micrografia da amostra C, aquecida a 1050ºC, durante 1hora e 15 min, temperada em óleo a 80ºC. Sem revenimento. (a) Microestrutura essencialmente martensítica e austenita retida. (b) Detalhe da microestrutura.

Conforme o esperado, a figura 4.2 apresenta microestrutura de martensita bruta e austenita retida para amostra C, temperada, sem revenimento.

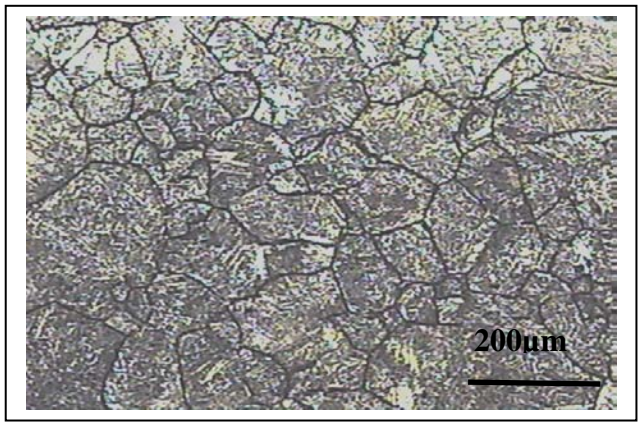
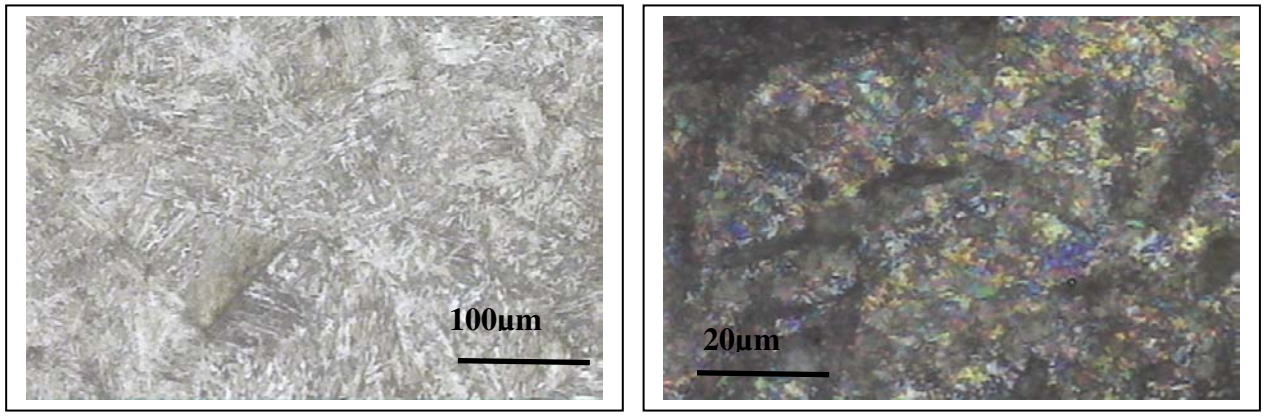


Figura 4.3 – Amostra C Tamanho de grão austenítico, ASTM 4 – Aquecida a 1050ºC durante 1h e 15min, temperada em óleo a 80 ºC, sem revenimento.

Devido à alta temperatura de austenitização, o tamanho de grão austenítico detectado na amostra austenitizada em 1050ºC, é típico de estrutura grosseira.



(a) (b)

Figura 4.4- Micrografia da amostra C1, aquecida a 800 ºC, temperada em óleo a 80ºC. Sem revenimento. (a) Microestrutura essencialmente martensítica, com austenita retida e pequena porcentagem de bainita. (b) Detalhe da microestrutura.

A microestrutura encontrada para a amostra C1, austenitizada em 800ºC, conforme figura 4.4, é similar àquela obtida para a amostra C austenitizada em 1050ºC.

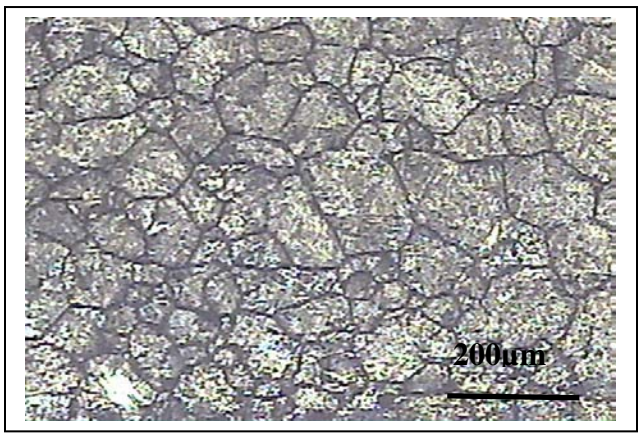
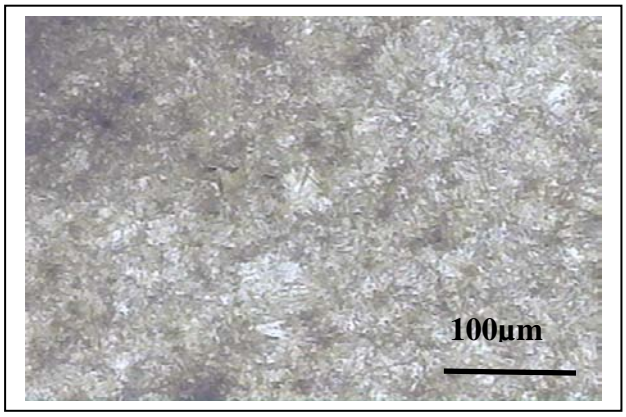
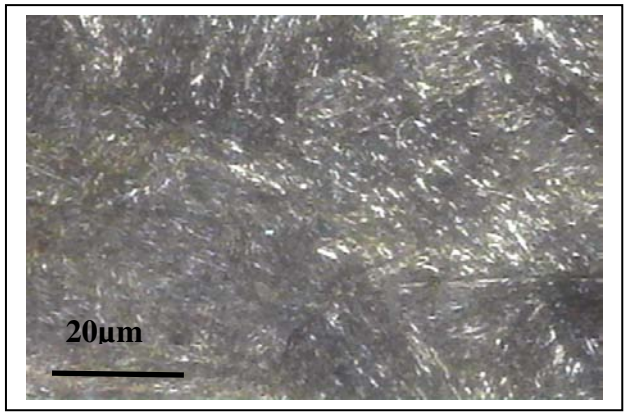


Figura 4.5 – Amostra C1. Tamanho de grão austenítico ASTM 5. Aquecida a 800ºC durante 1h e 15min, temperada em óleo a 80 ºC, sem revenimento.

A diferença entre o tamanho de grão austenítico de amostra C e C1, deve-se ao fato da diferença de temperatura de austenitização.

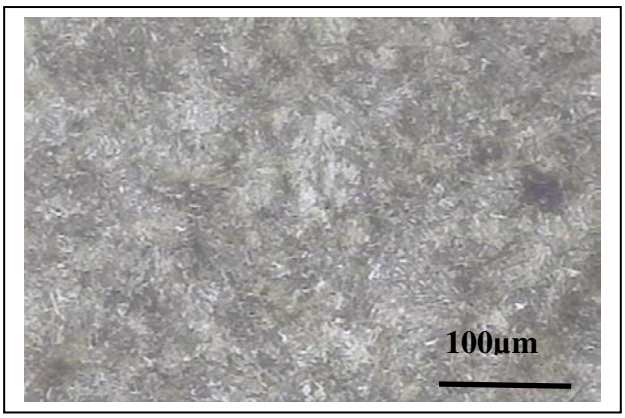


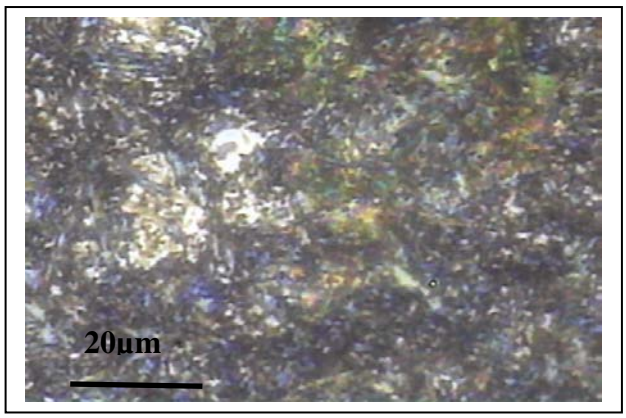


(a) (b)

Figura 4.6 – Amostra C2 – Aquecida a 1050ºC por 1 h e 15 min, temperada em óleo a 80ºC, revenida a 280ºC.(a) Microestrutura de martensita revenida, bainita e austenita retida. (b) Detalhe da microestrutura.

Conforme previsto pela teoria, no segundo estágio ocorre a decomposição da austenita em bainita, ou seja, ferrita com carbonetos épsilon (**$Fe_{2,4}C$**). Ainda permanece um teor de austenita retida, conforme pode ser observado nas figuras 4.6 e 4.7.

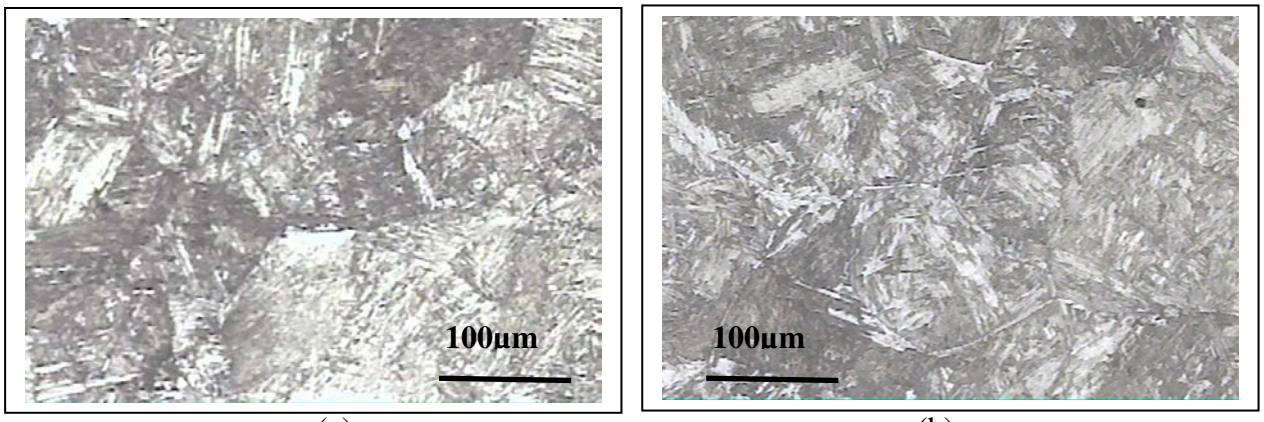




(a) (b)

Figura 4.7 – Amostra C3- Aquecida a 1050ºC por 1h e 15 min, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 350ºC. (a) Microestrutura constituída essencialmente de martensita revenida, mantendo ainda um teor de austenita retida. (b) Detalhe da microestrutura.

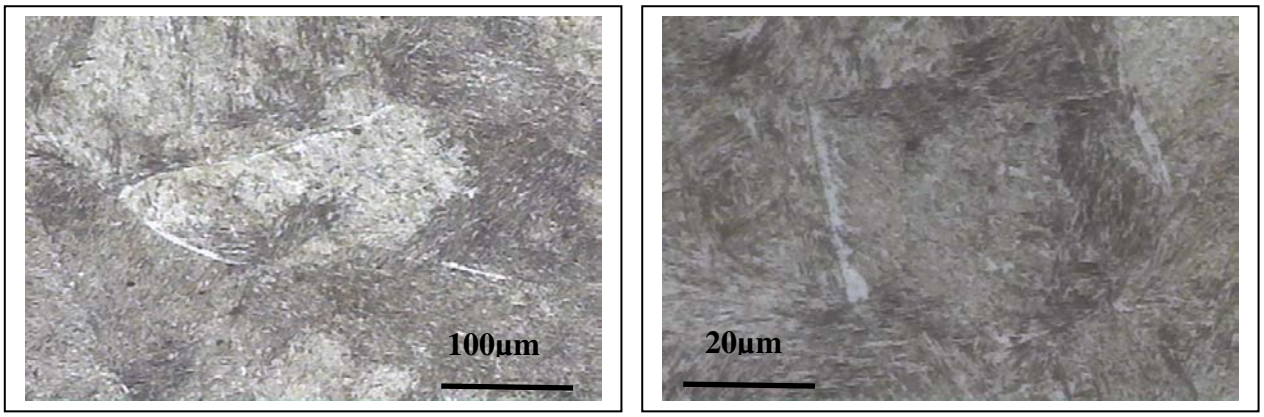
Na amostra C3 foram encontradas estruturas martensíticas de alto carbono, baixo carbono, e austenita retida, conforme figura 4.7.



(a) (b)

Figura 4.8 – (a) Amostra C4 – Aquecida a 1050ºC durante 1h e 15 min, temperado em óleo a 80ºC, revenido em 420ºC. Microestrutura constituída de martensita revenida, ainda apresentando pontos com austenita retida. (b) Amostra C5 – Aquecida a 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, revenido em 280ºC. Microestrutura de martensita revenida, bainita e austenita retida.

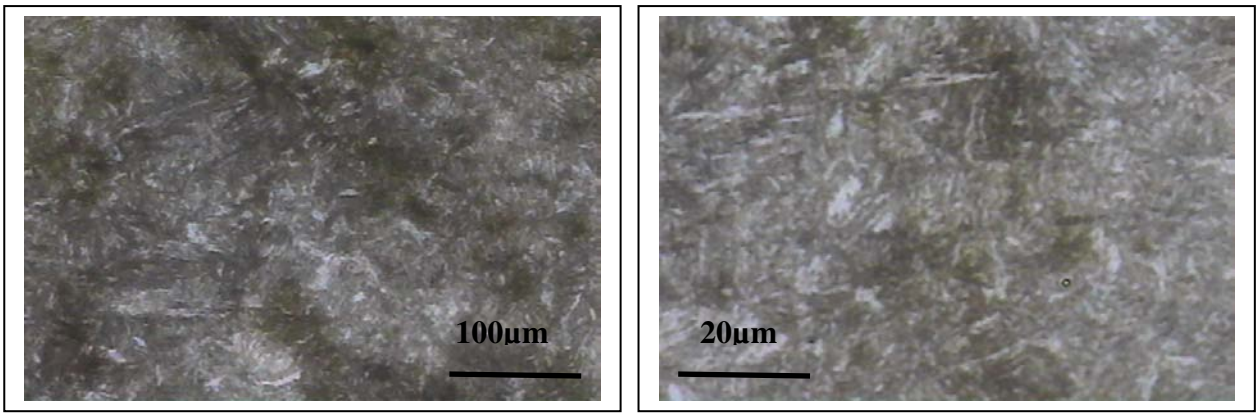
Na figura 4.8, além da microestrutura de martensita revenida e austenita retida, podem ser observados algumas estruturas que provavelmente são áreas macladas. A probabilidade de ocorrência de maclas durante a transformação martensítica é maior para estruturas cristalinas com menor simetria, como hexagonal compacta [37] e para maiores teores de carbono [9].



(a) (b)

Figura 4.9 – Amostra C6 – Aquecida a 800ºC, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 350ºC. (a) Microestrutura constituída de martensita revenida e austenita retida. (b) Detalhe da austenita retida em contorno de austenita prévia.

Na figura 4.9 observa-se uma microestrutura de martensita revenida e austenita retida, inclusive em contorno de grão de austenita prévia.



(a) (b)

Figura 4.10 – Amostra C7 – Aquecida a 800ºC, temperada em óleo a 80ºC, revenida em 420ºC. (a) Microestrutura constituída de martensita revenida e austenita retida (b) Detalhe da microestrutura.

A figura 4.10 apresenta a microestrutura da amostra austenitizada em 800ºC e revenida em 420ºC, alguns pontos de austenita retida ainda podem ser observados.

A análise de microinclusões foi executada em amostra do material bruto laminado e revelou nível máximo três (3), série fina e nível um (1), série grossa para os tipos AB e C e nível máximo dois (2), série fina, e nível um (1), série grossa, para o tipo D, conforme ASTM E 45.

A tabela 4.1 apresenta os resultados da análise de microinclusões.

Tabela 4.1- Resultados da análise de microinclusões

CONDIÇÃO	ANÁLISE DE MICROINCLUSÕES							
	SÉRIE FINA				SÉRIE GROSSA			
BL – sem tratamento	A (sulfetos)	B (alumina)	C (silicatos)	D (óxidos)	A (sulfetos)	B (alumina)	C (silicatos)	D (óxidos)
	3	2	2	2	1	1	-	1

Os níveis de microinclusão encontrados são típicos de materiais de qualidade especial.

A tabela 4.2 apresenta os resultados da análise metalográfica.

Tabela 4.2 – Resultados da análise metalográfica

CONDIÇÃO	TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO (ºC)	TEMPERATURA DE REVENIMENTO (ºC)	RESULTADO DA ANÁLISE METALOGRÁFICA
BL	**-**	**-**	Ferrita, perlita e bainita.
C	**1050**	**-**	Martensita bruta e austenita retida, tamanho de grão austenítico ASTM4.
C1	**800**	**-**	Martensita bruta e austenita retida, tamanho de grão austenítico ASTM5.
C2	**1050**	**280**	Martensita revenida, bainita e austenita retida
C3	**1050**	**350**	Martensita revenida com pontos de austenita retida
C4	**1050**	**420**	Martensita revenida com pontos de austenita retida
C5	**800**	**280**	Martensita revenida com pontos de austenita retida em contorno de grão.
C6	**800**	**350**	Martensita revenida com pontos de austenita retida em contorno de grão.
C7	**800**	**420**	Martensita revenida com pontos de austenita retida.

Conforme tabela 4.2, as microestruturas encontradas estão coerentes com o tratamento térmico planejado e realizado. Em algumas amostras foram encontradas austenita retida em contorno de grão de austenita prévia, em concordância com a literatura. Alguns autores identificaram o contorno de pacotes de ripas de martensita como sendo sítio preferencial de localização da austenita retida e, conseqüentemente, sítio preferencial de precipitação de carbonetos.

4.2 Ensaios

4.2.1 Ensaio de dureza

Foi medida a dureza das amostras retiradas dos corpos de prova de tração, cujos resultados médios encontram-se na tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Resultado do ensaio de dureza em função da condição

CONDIÇÃO	DUREZA (HRC)
BL-sem tratamento	**29**
C- Temperado 1050ºC	**62**
C1 -Temperado 800ºC	**62**
C2-Temp.1050ºC. Revenido a 280ºC	**54**
C3-Temp.1050ºC. Revenido a 350ºC	**59**
C4-Temp.1050ºC. Revenido a 420ºC	**40**
C5- Temp.800ºC. Revenido a 280 ºC	**51**
C6– Temp.800ºC. Revenido a 350ºC	**49**
C7– Temp.800ºC. Revenido a 420ºC	**45**

A figura 4.11 mostra o gráfico de dureza em função das condições de tratamentos térmicos.

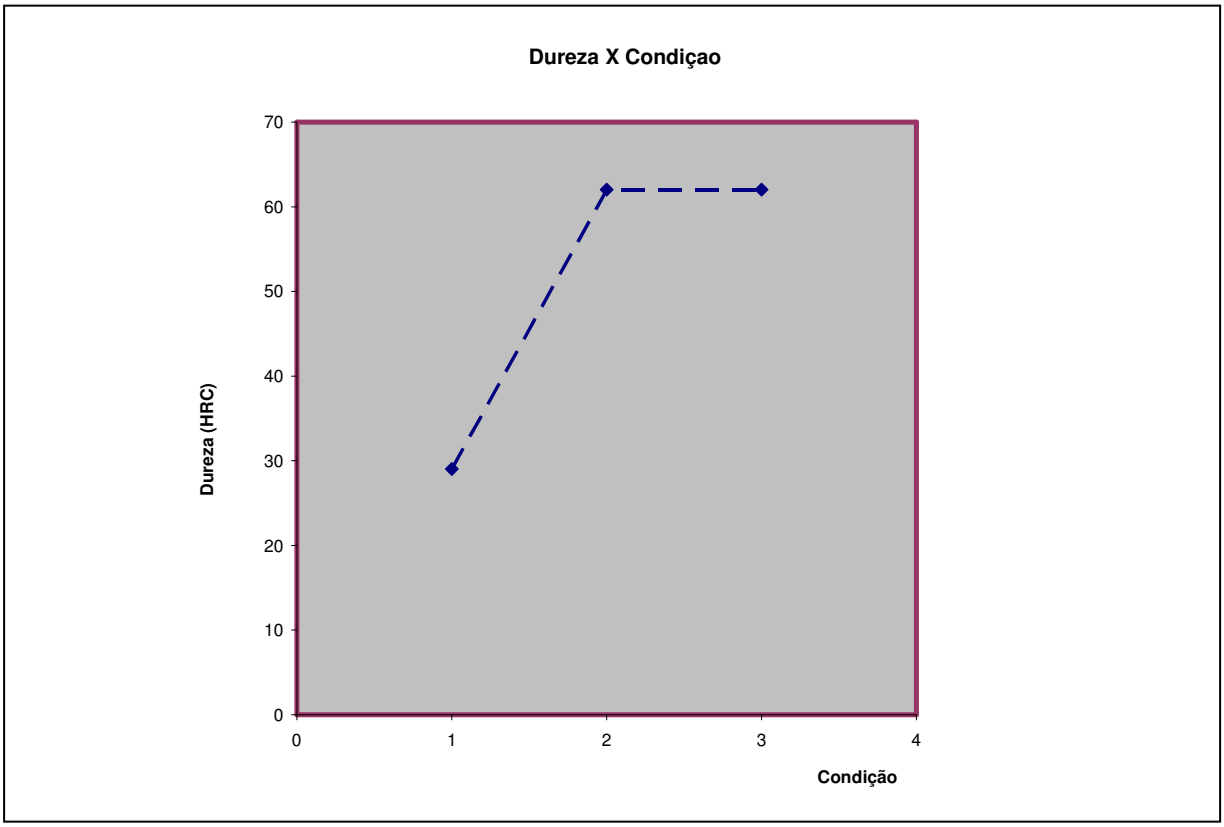


Figura 4.11 – Variação da dureza, em função da condição de tratamento térmico. 1- Bruto laminado (BL)-sem tratamento térmico. 2- Austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. 3- Austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

A figura 4.12 apresenta a variação da dureza (HRC) em função da temperatura de revenimento.

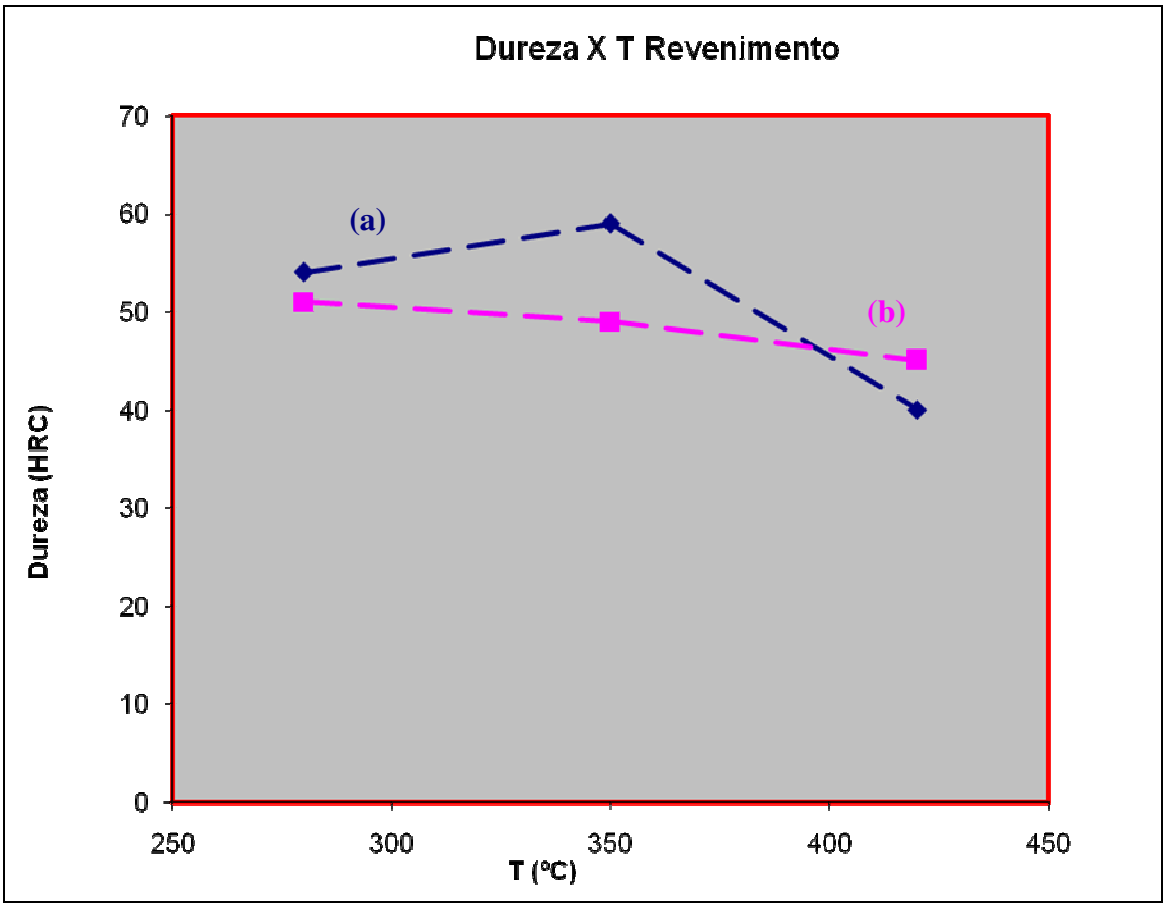


Figura 4.12– Variação de dureza em função da condição de tratamento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.(b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

A variação de dureza mostra um comportamento normal para as amostras austenitizadas em 800ºC e um comportamento um pouco diferente para a amostra austenitizada em 1050ºC e revenida em 350ºC, que apresenta um aumento da dureza. Conforme a literatura [9], com temperaturas mais altas de austenitização ocorre uma maior solubilização de carbono e impurezas, além de uma maior homogeneização, possibilitando uma maior precipitação. Este mecanismo pode ter elevado a dureza do material, porém não significa que tenha ocorrido o fenômeno da FMR.

4.2.2 Ensaio de tração

Foram ensaiados dois corpos de prova por condição, cujos resultados estão na tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Resultados do ensaio de tração.

AMOSTRA	LR (MPa)		LE (MPa)		AL (%)		RA (%)	
	Cp1	Cp2	Cp1	Cp2	Cp1	Cp2	Cp1	Cp2
BL-sem tratamento	**937**	**930**	**483**	**480**	**15**	**16**	**38**	**40**
C- Temperado 1050ºC	**2248**	**2285**	**1927**	**1944**	**0**	**0**	**0**	**0**
C1 -Temperado 800ºC	**2083**	**2054**	**1874**	**1848**	**0**	**0**	**0**	**0**
C2-Temp.1050ºC- Revenido a 280ºC	**1654**	*	**1286**	*	**9**	*	**36**	*
C3-Temp.1050ºC- Revenido a 350ºC	**1734**	**	**1432**	**	**1,3**	**	**3,7**	**
C4- Temp.1050ºC-Revenido a 420ºC	**1687**	**1680**	**1311**	**1300**	**5,9**	**6,5**	**15**	**17**
C5- Temp. 800ºC-Revenido a 280 ºC	**1953**	**1962**	**1497**	**1485**	**7,4**	**8**	**35**	**39**
C6 Temp. 800ºC-Revenido a 350ºC	**1800**	**1787**	**1420**	**1400**	**9**	**10**	**38**	**40**
C7– Temp. 800ºC-Revenido a 420ºC	**1378**	**1246**	**1000**	**998**	**11,7**	**13**	**45,6**	**53**

* Fraturou na rosca ** Fraturou antes de atingir o limite de escoamento

Foi calculada a média aritmética dos resultados e foram levantados os gráficos abaixo.

A alteração das propriedades mecânicas com os tratamentos de têmpera, em relação ao material bruto laminado (BL), é normal, pois parte-se de uma microestrutura essencialmente constituída de ferrita e perlita (Fig.4.1) para uma microestrutura composta essencialmente de martensita em formas de ripa e com alto teor de carbono (Fig.4.2).

A figura 4.13 apresenta a variação do limite de resistência à tração em função da condição de tratamento térmico.

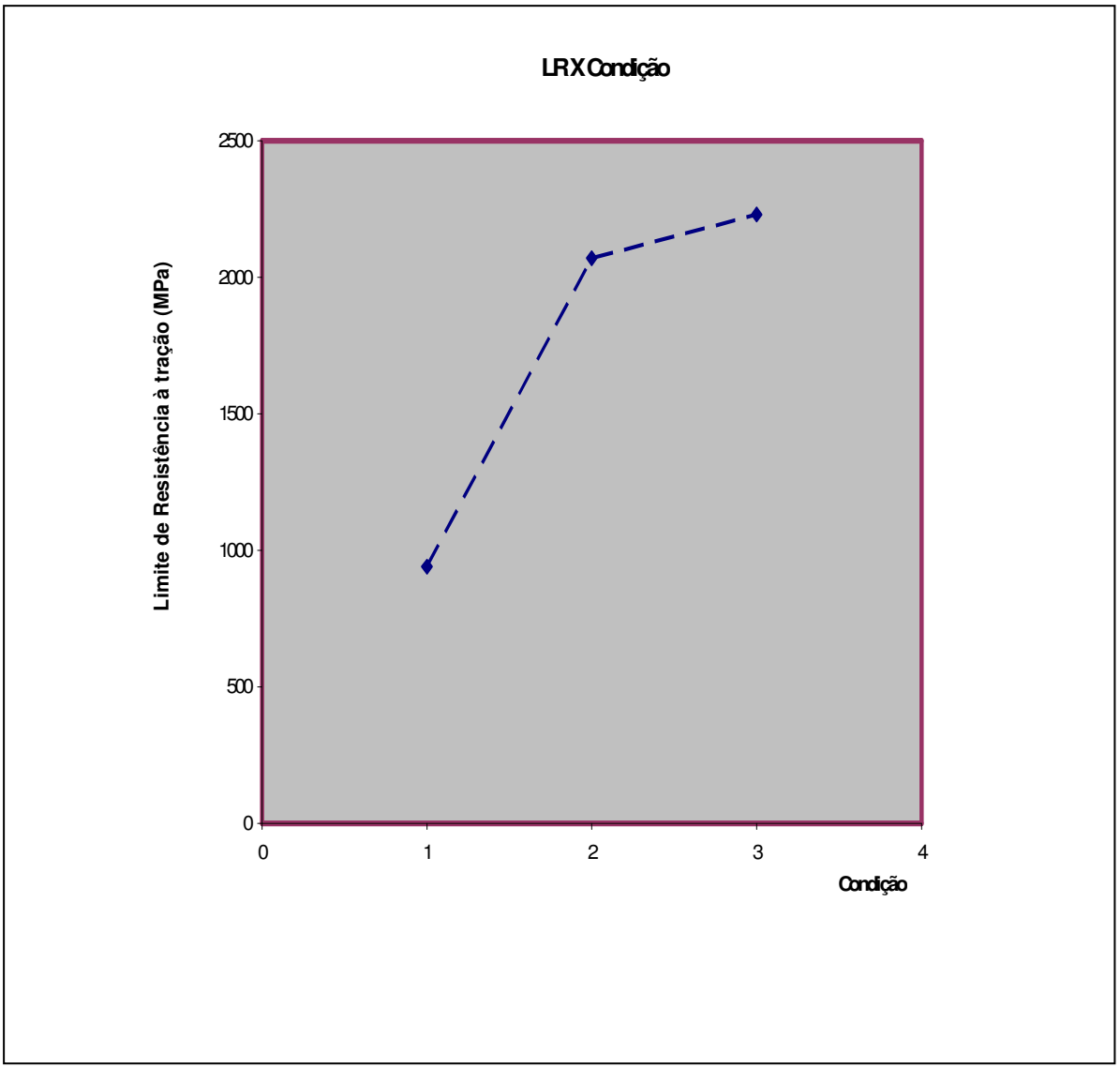


Figura 4.13 – Variação do limite de resistência à tração em função da condição de tratamento térmico. 1- Bruto laminado (BL)-sem tratamento térmico. 2- Austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. 3- Austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

A figura 4.14 apresenta a variação do limite de escoamento em função da condição de tratamento térmico e a figura 4.15 apresenta a variação de alongamento para as mesmas condições.

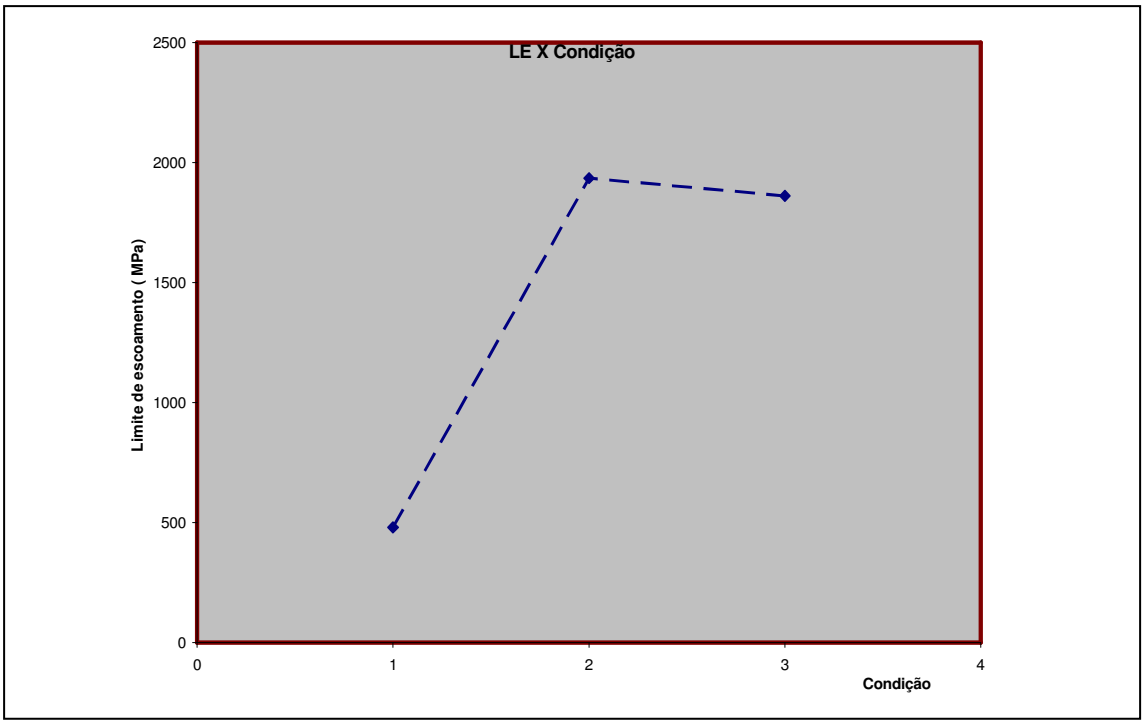


Figura 4.14 - Variação do limite de escoamento em função da condição de tratamento térmico. 1- Bruto laminado (BL)-sem tratamento térmico. 2- Austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. 3- Austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

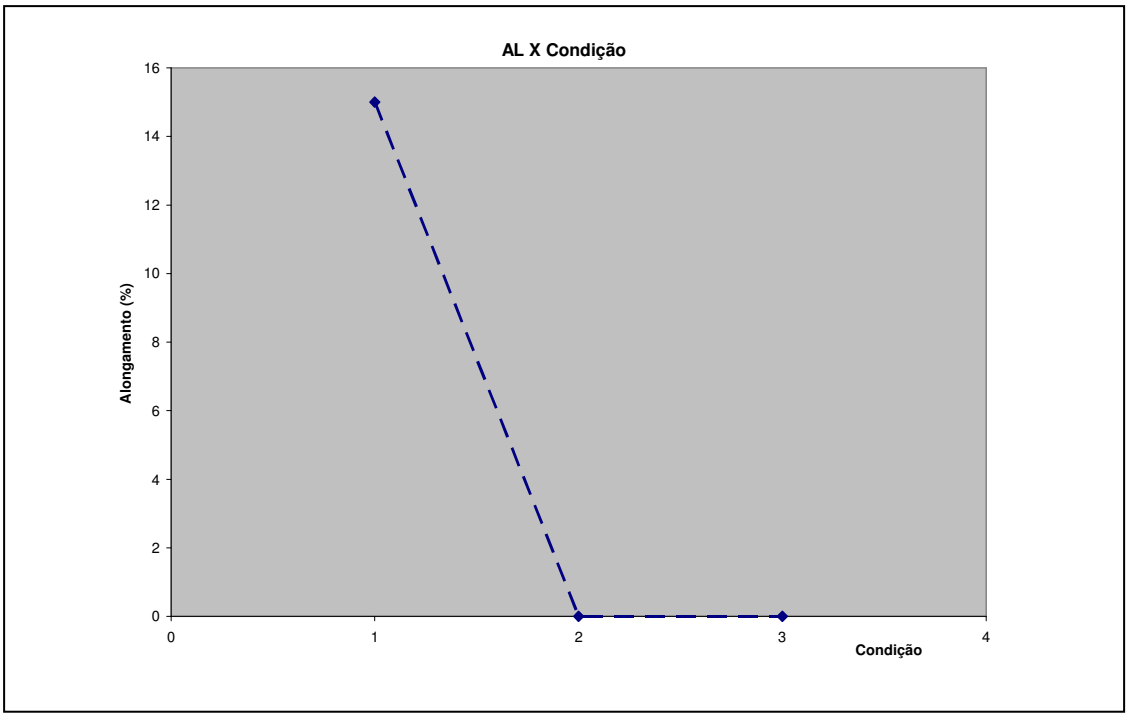


Figura 4.15 - Variação do alongamento em função da condição de tratamento térmico1- Bruto laminado (BL)-sem tratamento térmico. 2- Austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. 3- Austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

A figura 4.16 apresenta a variação do limite de resistência à tração para os corpos de prova austenitizados em 1050ºC e 800ºC, e revenidos em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

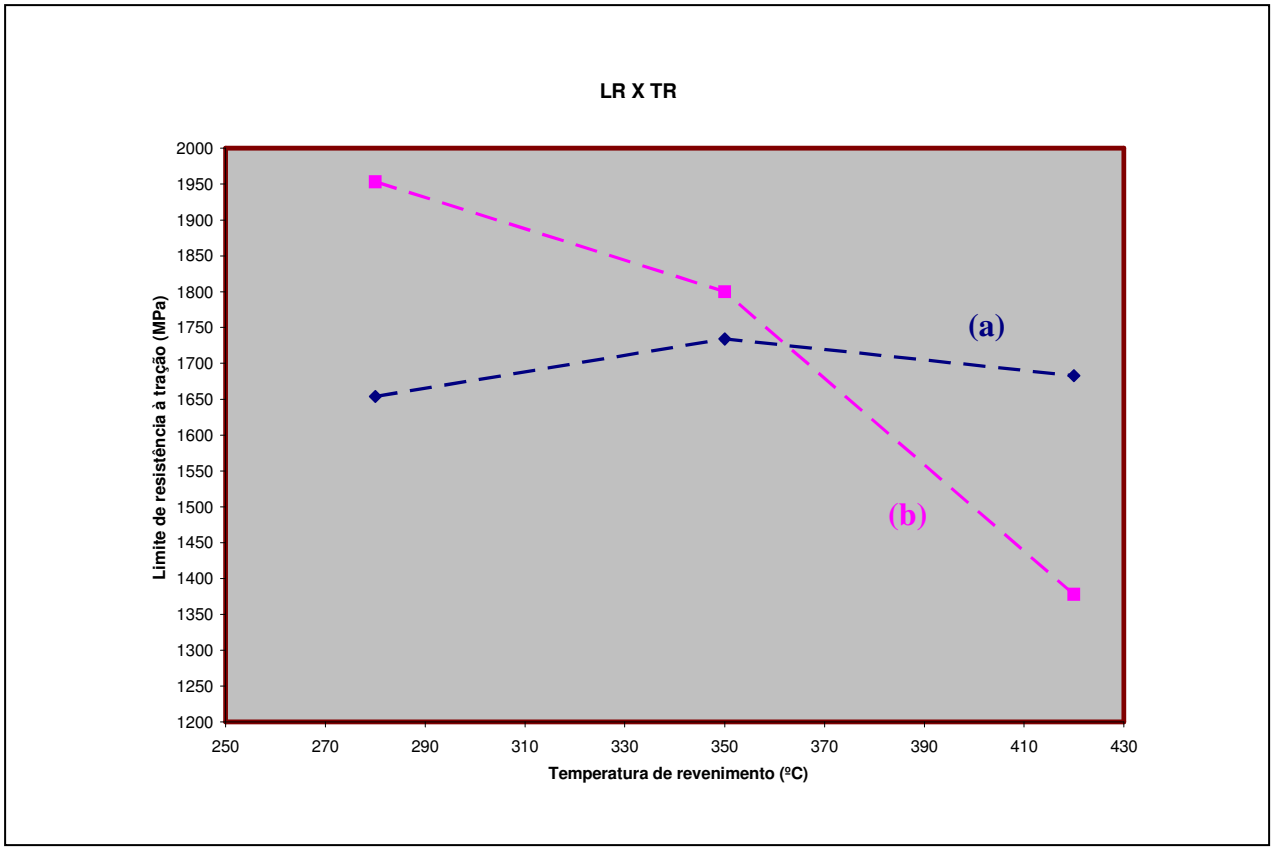


Figura 4.16 – Variação do limite de resistência à tração em função da condição de tratamento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC. (b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

.

A alta resistência à tração, em função destas temperaturas de revenimento, para os corpos-de-prova austenitizados, tanto em 1050ºC como em 800ºC, pode ser explicada pelo fato de ser um aço com alto teor de carbono e revenido em temperaturas relativamente baixas. Nota-se que, em concordância com a variação da dureza, o limite de resistência à tração, diminui com o aumento da temperatura de revenimento, para as amostras austenitizadas em 800ºC. Para as amostras austenitizadas em 1050ºC, o comportamento do limite de resistência à tração também é coerente com a variação de dureza apresentada anteriormente, apresentando um pequeno aumento para a amostra austenitizada em 1050ºC e revenida em 350ºC. Para as amostras revenidas em 280ºC, ambas as amostras, austenitizadas em 800ºC e 1050ºC, apresentam a austenita retida em contorno de ripas e a fragilização, hipoteticamente, ocorre por um

micromecanismo de fratura intergranular devido à decomposição térmica da mesma como também à instabilidade da austenita não decomposta. Deste modo, teoricamente, a amostra que apresentar maior resistência à fratura intergranular, deve apresentar maior limite de resistência à tração. Um menor tamanho de grão austenítico leva a um menor pacote de ripas de martensita. Seguindo este raciocínio, devido ao menor tamanho de grão austenítico (Fig.4.5) encontrado para o corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, em comparação com o corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, este primeiro apresentou maior limite de resistência à tração.

A figura 4.17 apresenta a variação do limite de escoamento em função da temperatura de revenimento.

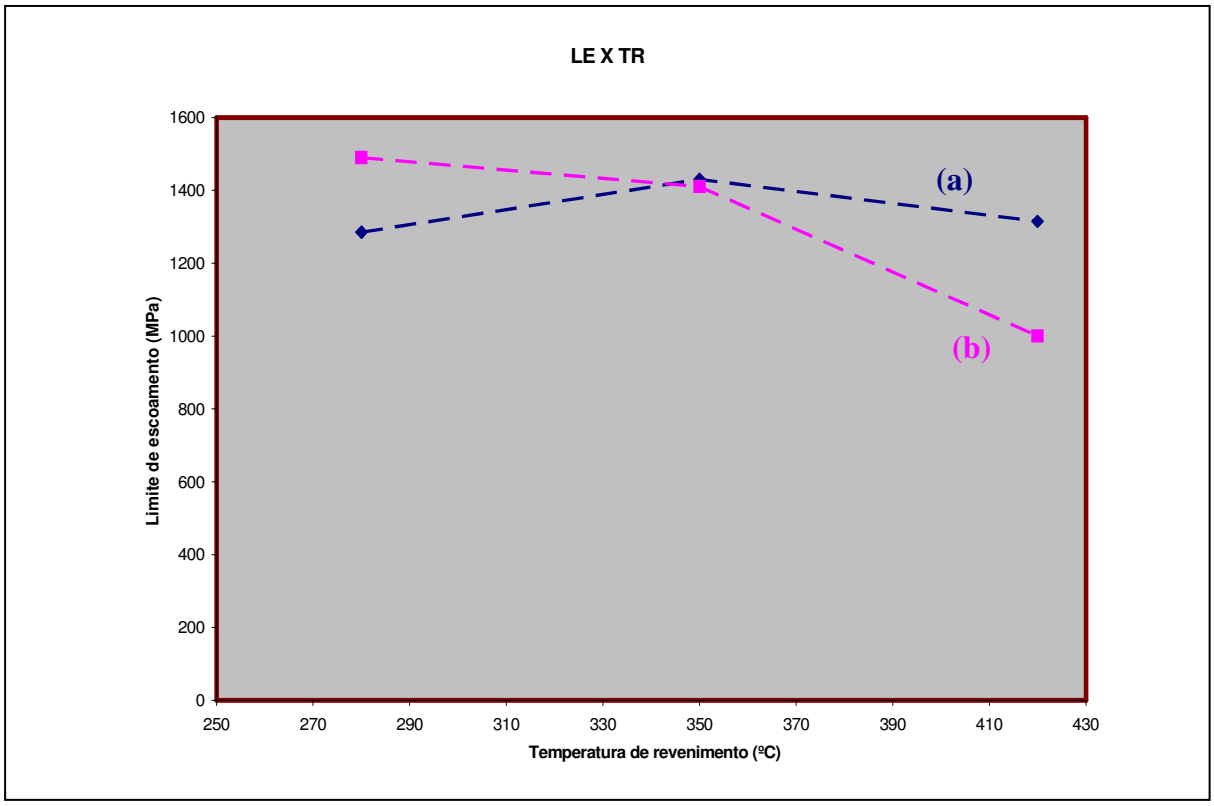


Figura 4.17 - Variação do limite de escoamento em função da condição de tratamento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC. (b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

Analisando o comportamento das propriedades mecânicas vemos vários indícios de fragilização. A dureza diminui continuamente com o aumento da temperatura de revenimento, para as amostras austenitizadas em 800ºC, devido à diminuição do teor de carbono nos interstícios da estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) da martensita e aos fenômenos

termicamente ativados, como “Clibing” e “Cross Slip”, que estão presentes na recuperação de defeitos, especialmente linhas de discordância. Ainda assim, existe um aumento da dureza e resistência mecânica quando do revenimento em 350ºC para as amostras austenitizadas em 1050ºC. Foram observados níveis elevados de resistência mecânica para a amostra austenitizada a 800ºC e revenida a 280ºC, em comparação à amostra austenitizada a 1050ºC e revenida na mesma temperatura. Ainda assim, não podemos inferir, a partir destes resultados, a ocorrência da FMR.

Em Tokimatsu e Ferreira [23], foi encontrado um valor em torno de 1700MPa para o limite de escoamento das amostras revenidas em 330ºC do aço 300M e o comportamento mecânico encontrado é semelhante ao encontrado neste trabalho.

A figura 4.18 apresenta a variação do alongamento em função da temperatura de austenitização e de revenimento.

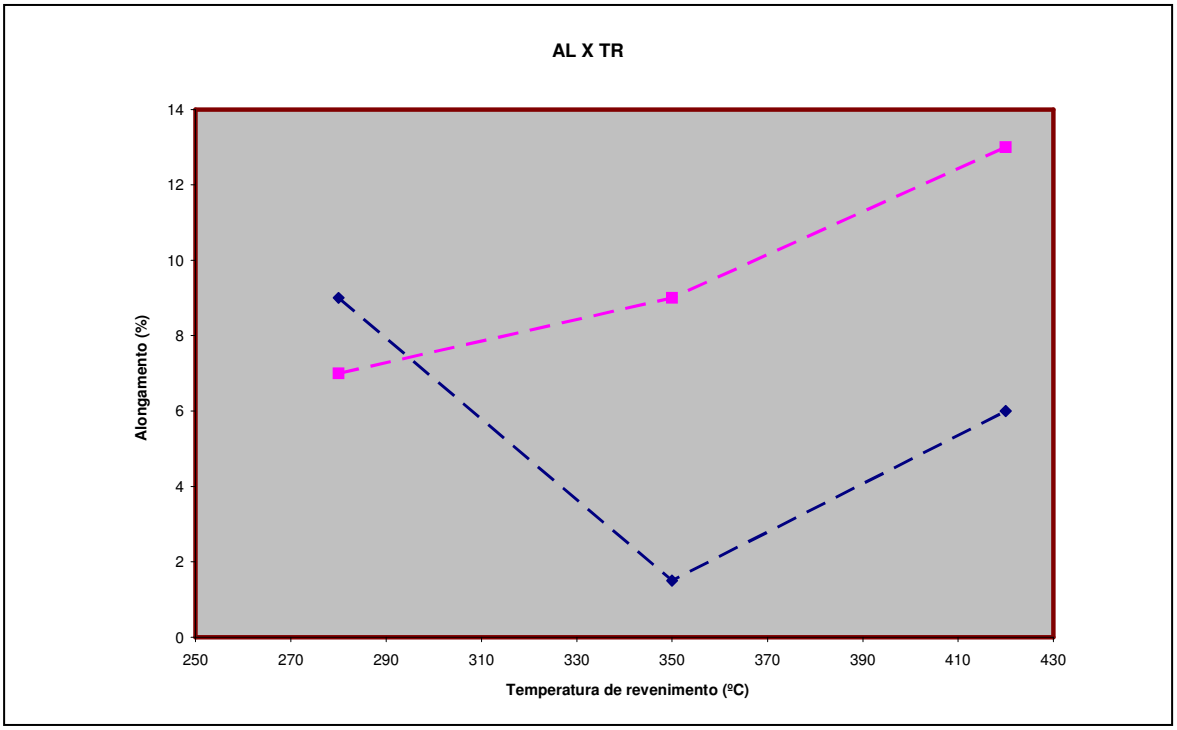


Figura 4.18 – Variação do alongamento em função da condição de tratamento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC. (b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

Na figura 4.18, a evolução do alongamento mostra que a ductilidade diminui com a temperatura de revenimento de 350ºC, para amostras austenitizadas em 1050ºC, quando deveria aumentar, devido ao amolecimento da matriz. Esta constatação pode ter relação com a FMR.

A figura 4.19 mostra o aspecto da fratura do corpo-de-prova de tração C3, aquecido a 1050ºC, temperado e revenido a 350ºC, que apresentou fragilização. O aspecto é de fratura frágil, praticamente isento de deformação plástica.

Figura 4.19 – Aspecto da fratura do corpo-de-prova de tração C3, aquecido à 1050ºC, temperado e revenido a 350ºC.

4.2.3 Ensaio de impacto

O ensaio de impacto é o ensaio no qual se detecta a fragilização da martensita revenida, através de uma das suas principais características que é a diminuição da energia absorvida [3,23,24 e 25].

A tabela 4.5 apresenta os resultados do ensaio de impacto através da energia absorvida média, em Joules, em função da temperatura de revenimento em graus Celsius.

Tabela 4.5 - Resultados do ensaio de impacto.

AMOSTRA	ENERGIA ABSORVIDA (J)
BL-sem tratamento	**20**
C- Temperado 1050ºC	**4**
C1- Temperado 800ºC	**6**
C2-Temp.1050ºC. Revenido a 280ºC	**11**
C3-Temp.1050ºC. Revenido a 350ºC	**4**
C4-Temp.1050ºC. Revenido a 420ºC	**22**
C5-Temp. 800ºC. Revenido a 280 ºC	**6**
C6- Temp. 800ºC. Revenido a 350ºC	**6**
C7–Temp. 800ºC. Revenido a 420ºC	**32**

Resistência mecânica e tenacidade são grandezas inversamente proporcionais. Desse modo, a curva da figura 4.20, abaixo, está coerente com as curvas das figuras 4.11 (dureza x condição), 4.13 (LR x Condição), 4.14 (LE x Condição) e 4.15 (Al x Condição), isto é, altos valores de resistência mecânica levam a baixa energia absorvida no ensaio de impacto.

A figura 4.20 apresenta a variação da energia absorvida no ensaio de impacto em função da condição de tratamento térmico.

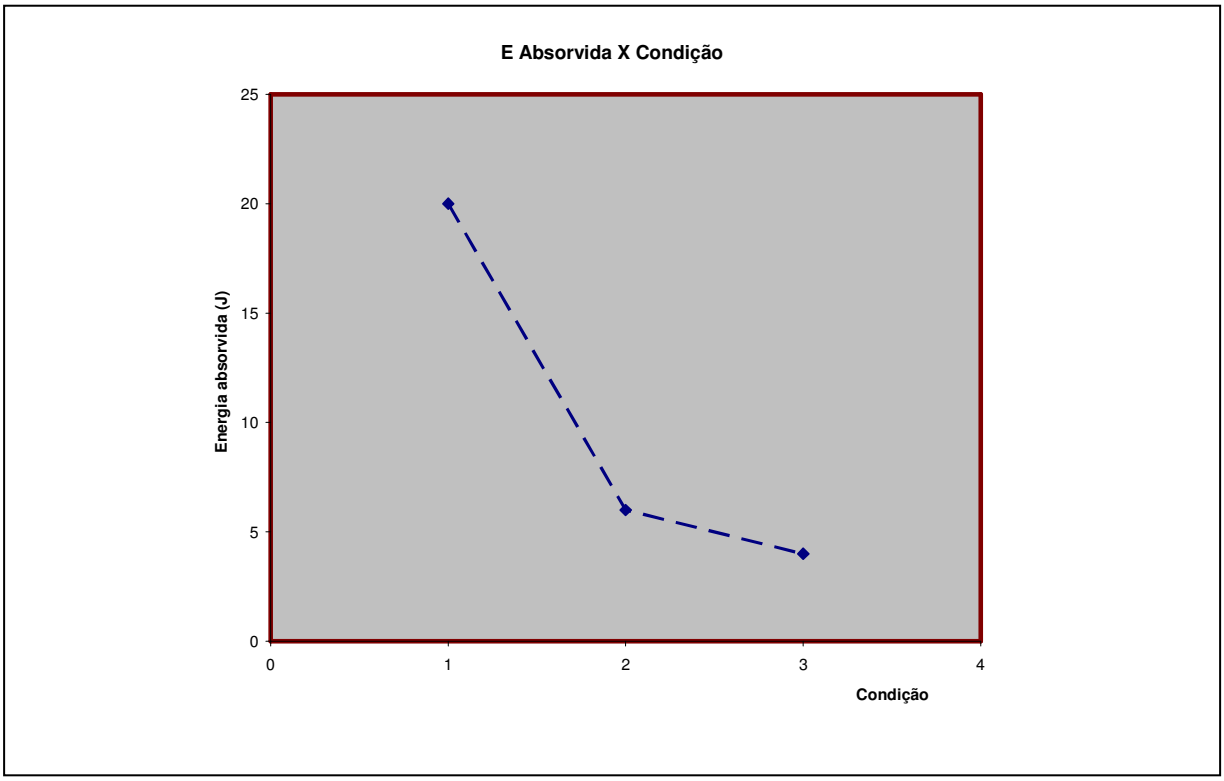


Figura 4.20 – Variação da energia absorvida no ensaio de impacto em função da condição de tratamento térmico. 1- Bruto laminado (BL)-sem tratamento térmico. 2- Austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. 3- Austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

A figura 4.21 apresenta a variação de energia absorvida no ensaio de impacto à temperatura ambiente, em função da temperatura de revenimento, para as duas temperaturas de austenitização, 1050ºC e 800ºC.

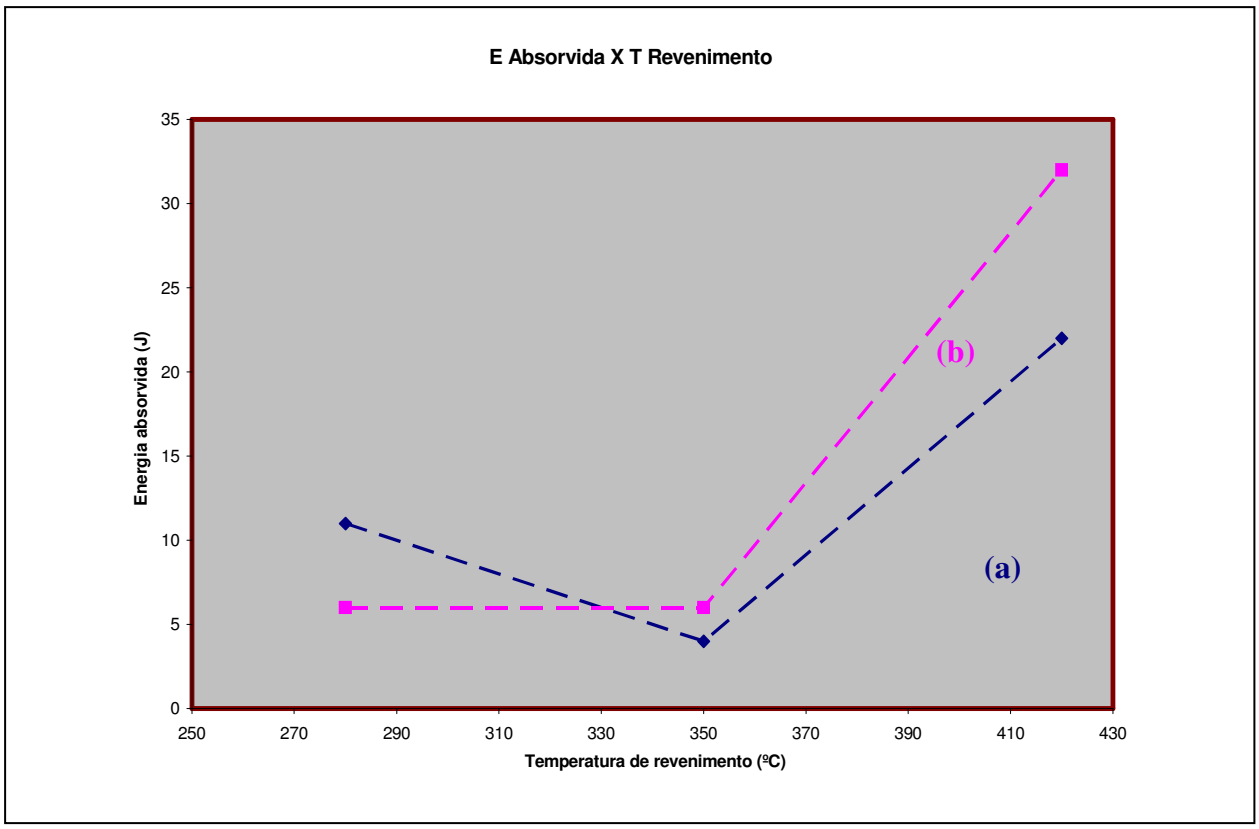


Figura 4.21 – Variação da energia absorvida no ensaio de impacto em função da condição de tratamento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC. (b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

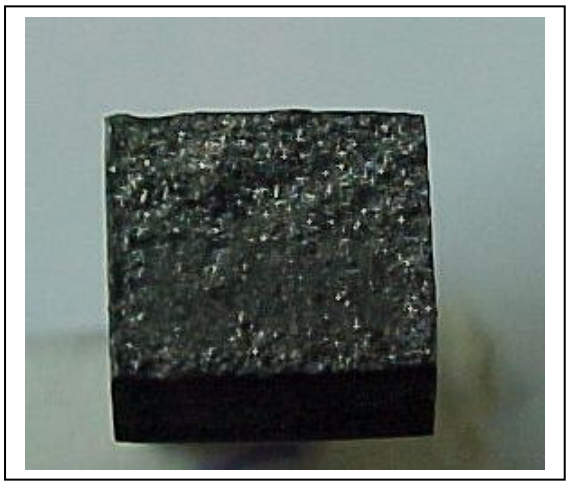
A tenacidade, como a ductilidade, deveria aumentar, com o aumento da temperatura de revenimento. O comportamento das amostras no ensaio de impacto não está em conformidade com este conceito.

Analisando as figuras 4.20 e 4.21, vemos que se trata de um material extremamente frágil. Ainda assim, consegue-se observar uma grande diminuição da energia absorvida no impacto, para as amostras revenidas em 350º, com temperatura de austenitização de 1050ºC. Para a amostra revenida em 280ºC, com temperatura de austenitização de 800ºC, nota-se um nível de energia absorvida menor do que a amostra revenida na mesma temperatura, porém, austenitizada em 1050ºC. Isto pode ser explicado devido ao maior tamanho de grão do corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC. Isto significa que a influência do tamanho de grão nesta temperatura, ainda é considerável, conforme Abdollah – Zadeh et al [26], figura 2.40. A variação da energia absorvida no impacto, em relação à condição de tratamento, está coerente, com a revisão da literatura [12, 18, 19, 23]. A curva da figura 4.21, corrobora a ocorrência da fragilização da

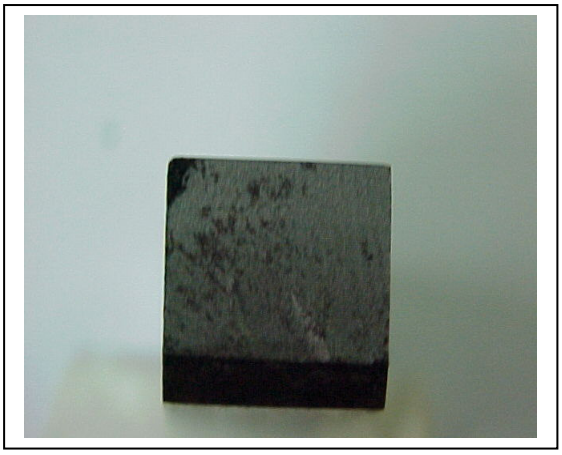
martensita revenida em 350ºC para as amostras austenitizadas em 1050ºC e em 800ºC, bem como a fragilização a 280ºC para a temperatura de austenitização de 800ºC.

As figuras 4.22 e 4.23 mostram a aparência da superfície de fratura dos corpos de prova de impacto. Esses corpos de prova foram confeccionados com entalhe em V, uma vez que segundo Juha Pietkäinen [15,16], a geometria do entalhe não influencia os resultados.

BL –sem tratamento(20J)



C–Temperado -1050ºC. S/revenimento(4J)

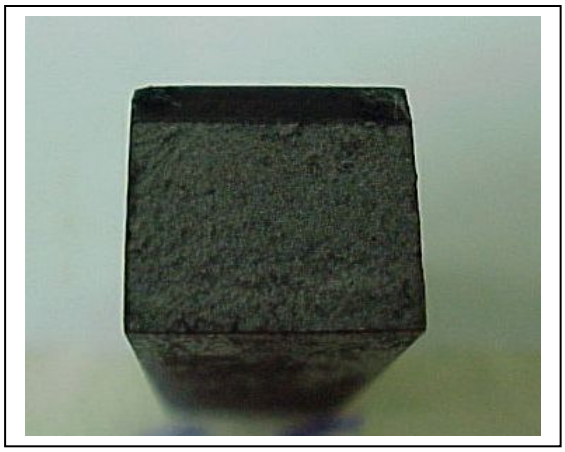


C1 –Temperado – 800ºC. S/revenimento (6J)

C2- Temp.1050ºC. Revenido a 280ºC (11J)

Figura 4.22 – Aspecto da fratura dos corpos de prova de impacto.

C3 - Temp.1050ºC. Revenido a 350ºC (4J) C4 - Temp.1050ºC. Revenido a 420ºC (22J)



C5- Temp. 800ºC. Revenido a 280 ºC (6J) C7- Temp. 800ºC. Revenido a 420ºC (32J)

Figura 4.23 – Aspecto da fratura dos corpos-de-prova de impacto.

O aspecto macroscópico da fratura dos corpos-de-prova de impacto mostra que a baixa energia absorvida para o material BL – bruto laminado, sem tratamento térmico, é representada pela quase isenção da área de cisalhamento ("shear lip") no mesmo, o que está coerente com a microestrutura grosseira e não homogênea do material bruto laminado. Devido à alta dureza das amostras temperadas, repletas de tensões internas excessivas, a superfície das fraturas dos mesmos, também não apresenta área de cisalhamento mensurável. A área de cisalhamento, medida conforme ASTM A 370, só começa a ser mensurável em C4, aproximadamente 20% e, em C7, aproximadamente 40%. Essas últimas foram revenidas a 420ºC. As amostras C4 e C7 apresentaram expansão lateral, conforme ASTM A 370, conseqüência da deformação plástica.

Em Lee et al [12], a energia de impacto encontrada para amostras revenidas a 350ºC foi aproximadamente 3 J, para ambos os aços estudados: SAE 4340 e SAE 4140. Bhadeshia &

Edmonds [18], ensaiando amostras do aço Fe-1V–0.2C, a 20ºC, revenidos a 300ºC, encontraram aproximadamente 5 J de energia absorvida no impacto. Para a liga Fe-Mn-Si-C, para temperaturas de revenimento entre 200 e 450ºC, com temperatura de ensaio de 250ºC, a energia absorvida foi em torno de 18 J. Em Reguly [19] e Merlano [22] que trabalharam com o aço SAE 5160, obtiveram energias absorvidas de, aproximadamente, 3 J para amostras revenidas em 300ºC.

4.3 Difratometria de raios-x.

Foi realizada análise da quantidade de austenita retida, por difratometria de raios-x, nos próprios corpos-de-prova de impacto.

Através do parâmetro de rede da estrutura austenítica e da Lei de Bragg ($n\lambda=2d\text{sen}\theta$), é possível determinar-se a quantidade de austenita retida em uma peça de aço temperado ou temperado e revenido.

O grau de estabilidade da austenita retida exerce grande influência sobre a tenacidade dos aços. Quando estável, pode ser considerada benéfica. Atualmente existe o efeito que alguns aços apresentam, conhecido como TRIP (Transformation Induced Plasticity), baseado no efeito do Si em reter carbono na austenita, quando do tratamento térmico de austêmpera, estabilizando a mesma. Esse fenômeno possibilita a obtenção de uma combinação de propriedades como alongamento total na faixa de 15 a 28% e limite de resistência na faixa de 1300 a 1400 MPa e excelente encruamento. Essa combinação de alta resistência, ductilidade e capacidade de encruamento está associada à transformação da austenita em martensita durante a deformação plástica (efeito TRIP) [35].

Quando a austenita retida é instável, pode levar à FMR, por duas principais formas [23]:

- Instabilidade térmica da austenita retida;
- Instabilidade mecânica da austenita retida [15,16].

Com o aumento da temperatura de revenimento, inicia-se um processo de decomposição térmica da austenita. O carbono se difunde, a partir da martensita, para o interior dos filmes da austenita retida [23]. A interface martensita/austenita fica com alto teor de carbono, aumentando a força motriz para a decomposição da austenita em ferrita e cementita. Essas regiões contendo alto teor de carbono funcionam como núcleos locais para eventuais precipitações de carbonetos, oriundos dos filmes de austenita retida.

A precipitação dos carbonetos provoca um endurecimento, dificultando o escoamento plástico da matriz. Estes carbonetos fragilizam o aço, pois facilitam a propagação de trincas ou tornam-se pontos de concentração de tensões onde trincas podem ser nucleadas.

Pela análise dos resultados, vemos que uma maior porcentagem volumétrica de austenita retida foi decomposta, na temperatura de revenimento cujos resultados de energia absorvida no impacto e ductilidade apresentam um decréscimo. Esse decréscimo da quantidade de austenita retida é melhor observado na figura 4.24, abaixo. Mesmo a amostra austenitizada a 800ºC e revenida em 280ºC, apresenta uma grande redução da fração volumétrica de austenita retida, em relação à amostra apenas temperada, sem revenimento. Isto significa que, possivelmente, a decomposição térmica da austenita retida, em cementita, foi a responsável pela manifestação da FMR.

Como em Tokimatsu e Ferreira (1995) [23], neste trabalho, os micromecanismos de fratura apresentados nas análises de MEV, foram analisados levando em consideração que a localização das partículas fragilizantes foi determinada pela austenita retida, cuja localização depende da temperatura de austenitização.

A tabela 4.6 apresenta os teores de austenita retida em função da condição da amostra

Tabela 4.6 – Variação da austenita retida em função da temperatura de austenitização e de revenimento.

AMOSTRA	**AUSTENITA RETIDA (%)**
BL-sem tratamento	**-**
C-Temperado 1050ºC	**7,0**
C1-Temperado 800ºC	**6,0**
C2-Temp. 1050ºC Revenido a 280ºC	**6,5**
C3-Temp. 1050ºC Revenido a 350ºC	**3,6**
C4-Temp. 1050ºC Revenido a 420ºC	**0,6**
C5-Temp. 800ºC Revenido a 280ºC	**4,0**
C6-Temp. 800ºC Revenido a 350ºC	**2,4**
C7-Temp. 800ºC Revenido a 420ºC	**0,8**

A figura 4.24 apresenta a variação da quantidade de austenita retida, em porcentagem, em função das temperaturas de austenitização e das temperaturas de revenimento.

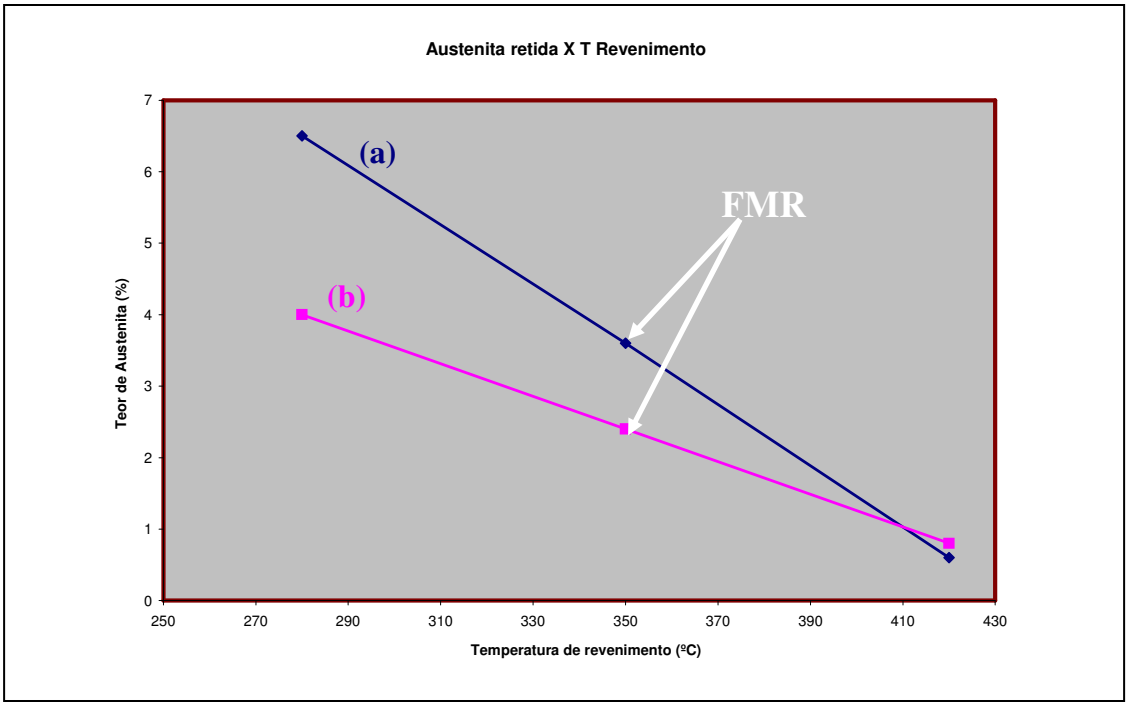


Figura 4.24 – Variação da austenita retida em função da temperatura de revenimento. (a) Corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC. (b) Corpo-de-prova austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

Bhadeshia & Edmonds [18] encontraram, no caso dos aços Fe-V-C, uma quantidade de austenita retida de aproximadamente 5% e neste caso, foi observado um espessamento da cementita em contorno de ripas de martensita (Interlath cementite) após o revenimento, coincidindo com a fragilização observada no ensaio de impacto. Portanto, neste caso, a decomposição da austenita retida em cementita, foi a causa da fragilização. Em Tokimatsu [23], foram encontradas frações volumétricas de austenita retida entre 5 e 7 %, que reduziram-se a 1%, após revenimento em 430ºC, para as duas temperaturas de austenitização: 870ºC e 1100ºC. Esta temperatura de revenimento foi a que apresentou menor tenacidade à fratura, portanto considerada pelos autores como o ponto de ocorrência da FMR.

4.4 Análise de MEV e EDS

As análises dos micromecanismos de fratura foram realizadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi utilizada, também a técnica de energia dispersiva de raios-x (EDS) com o objetivo de investigar a segregação de elementos como enxofre (S), fósforo (P), arsênio (As) ou antimônio (Sb), que em alguns trabalhos são apontados como responsáveis ou co-responsáveis pela FMR [12, 19, 20, 22].

A figura 4.25 apresenta a fractografia do corpo-de-prova de impacto bruto laminado (BL), sem tratamento térmico.

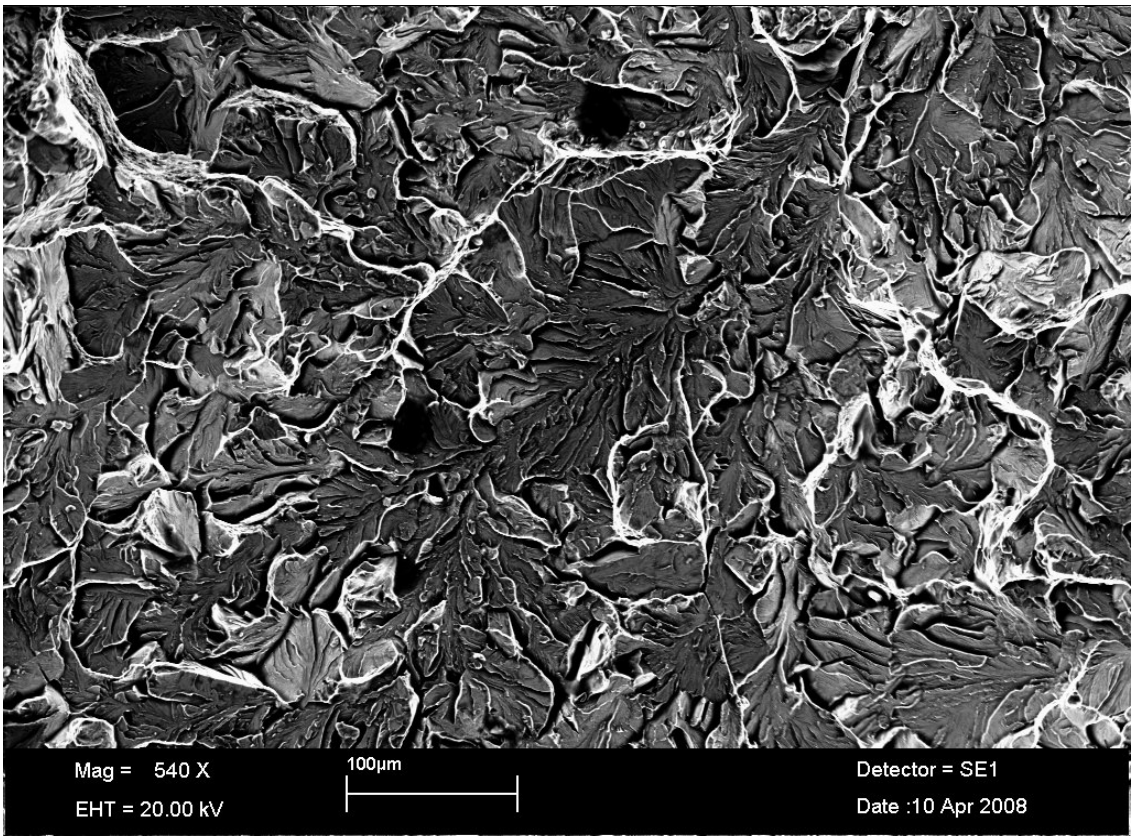


Figura 4.25 - Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto BL – bruto laminado, sem tratamento térmico. Fratura frágil, transgranular por quase clivagem.

A energia absorvida no ensaio de impacto das amostras sem tratamento térmico (20J), e a quase ausência de deformação plástica, mostram a fragilidade do material nesta condição. A fratura transgranular por quase – clivagem, neste caso, pode ser explicada pelo tamanho de grão grosseiro. Grãos grandes significam que o interior do grão é região de alta energia livre. Abrindo

uma superfície de fratura ao longo dessa região, o decréscimo de energia elástica seria maior que em qualquer outro ponto, satisfazendo a condição termodinâmica proposta por Griffith:

$$\frac{\partial G}{\partial a} \geq \frac{\partial G_C}{\partial a} \qquad \textbf{(4.1)}$$

"*Uma trinca se propagará quando o decréscimo da energia de deformação elástica é, pelo menos, igual à energia requerida para criar uma superfície de fratura*".

Atualmente, com as correções de Irwin e Orowan, esta condição pode ser reescrita como:

$$G = \frac{\pi \sigma^2 a}{E} > G_c = R = 2\gamma_e \qquad \textbf{(4.2)}$$

E, finalmente, interpretando em função do fator de intensidade de tensões (K) :

$$\boxed{K_I \geq K_{IC}} \qquad \textbf{(4.3)}$$

Desse modo, para o caso da figura 4.25, o caminho mais fácil para propagação da trinca foi através do grão. Em Idehara et al [25], foi encontrado micromecanismo de fratura semelhante para o aço ABNT 4340 laminado, sem tratamento térmico.

Foi feita uma varredura com analisador EDS Marca OXFORD INSTRUMENTS INCA-Sight, que demonstrou que não há segregação de nenhuma impureza como fósforo, enxofre ou antimônio nas várias regiões analisadas. Esse aço, apesar de ser considerado um aço de pureza comercial apresenta níveis bastante baixos de S e P.

A figura 4.26 apresenta a análise de EDS da amostra laminada, sem tratamento térmico (BL).

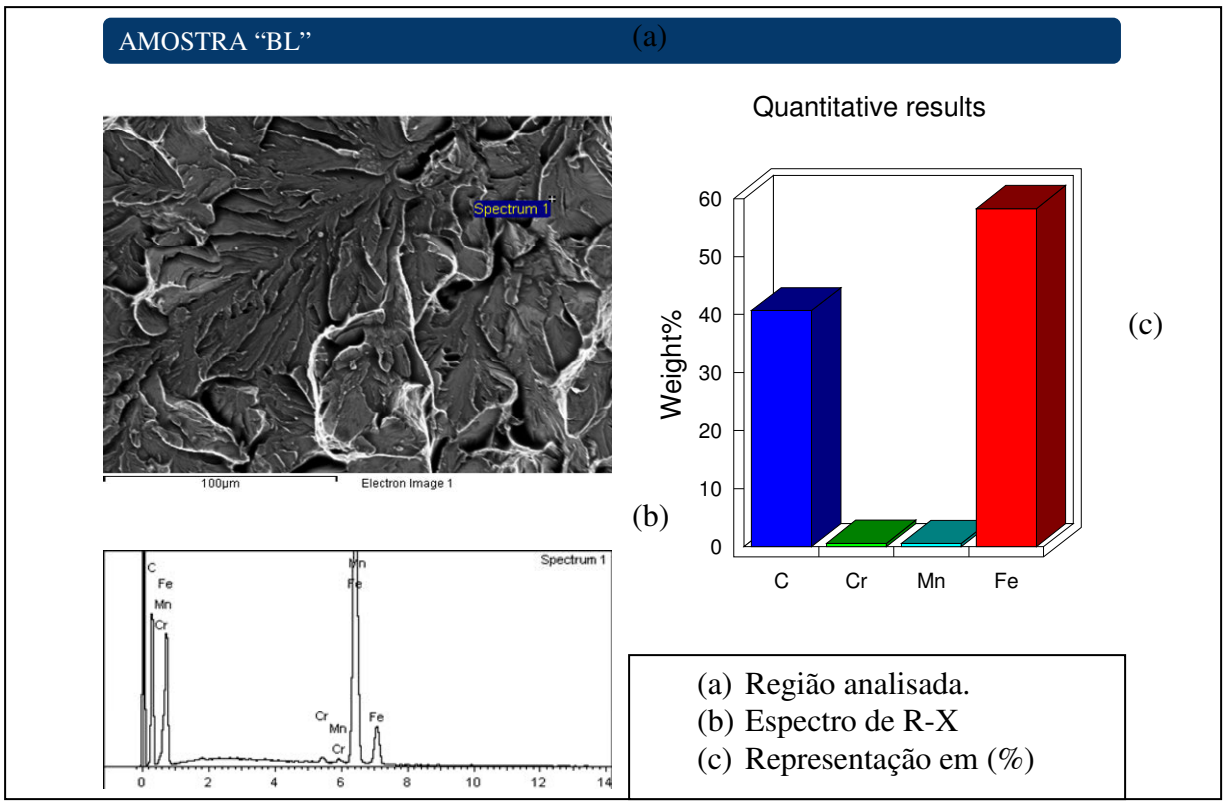


Figura 4.26 – Análise de EDS do corpo-de-prova BL, sem tratamento térmico. Não foram detectadas impurezas.

A figura 4.27 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova C, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

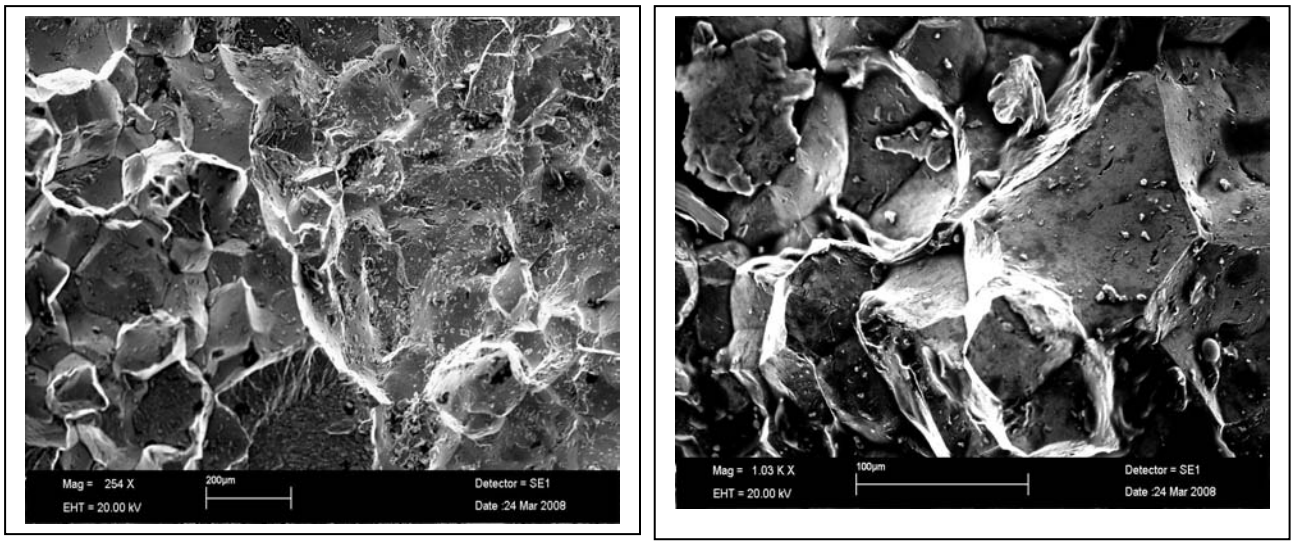


Figura 4.27 – Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC. Sem revenimento. Micromecanismo de fratura intergranular.

Em Lee et al [12] os autores sugerem que a tenacidade da matriz pode ser modificada por elementos de liga e afeta o micromecanismo de fratura. A microestrutura combinada à tenacidade da matriz determina a fratura **transgranular**, enquanto a segregação de impurezas leva à fratura **intergranular.** O micromecanismo de fratura pode ser influenciado pela adição de elementos de liga que aumentam a mobilidade das linhas de discordância melhorando a tenacidade da matriz, dificultando a fratura intergranular que está relacionada à formação do "Pile up" em contorno de grão. No caso do aço SAE 5160H a influência dos elementos de liga principais, Mn e Cr levam a um aumento da dureza e do limite de escoamento, sendo que o manganês é um átomo substitucional que tende a ficar próximo ao campo de tensões compressivas das linhas de discordâncias e o cromo, intersticial, tende a tomar posição junto ao campo de tensões de tração das mesmas. Desse modo formam–se as atmosferas de Cottrell que aumentam o limite de escoamento, resistência mecânica e dureza desse aço, levando a um comportamento frágil. Neste caso, a fratura frágil ocorreu por micromecanismo intergranular. Esse micromecanismo é coerente, levando-se em conta que a amostra ainda não foi revenida e, portanto a austenita retida em contorno de ripas de martensita ainda não foi decomposta termicamente. Desse modo, a fragilização ocorre pela transformação brusca da austenita retida em martensita bruta, quando da deformação pelo ensaio de impacto.

A figura 4.28 apresenta a análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

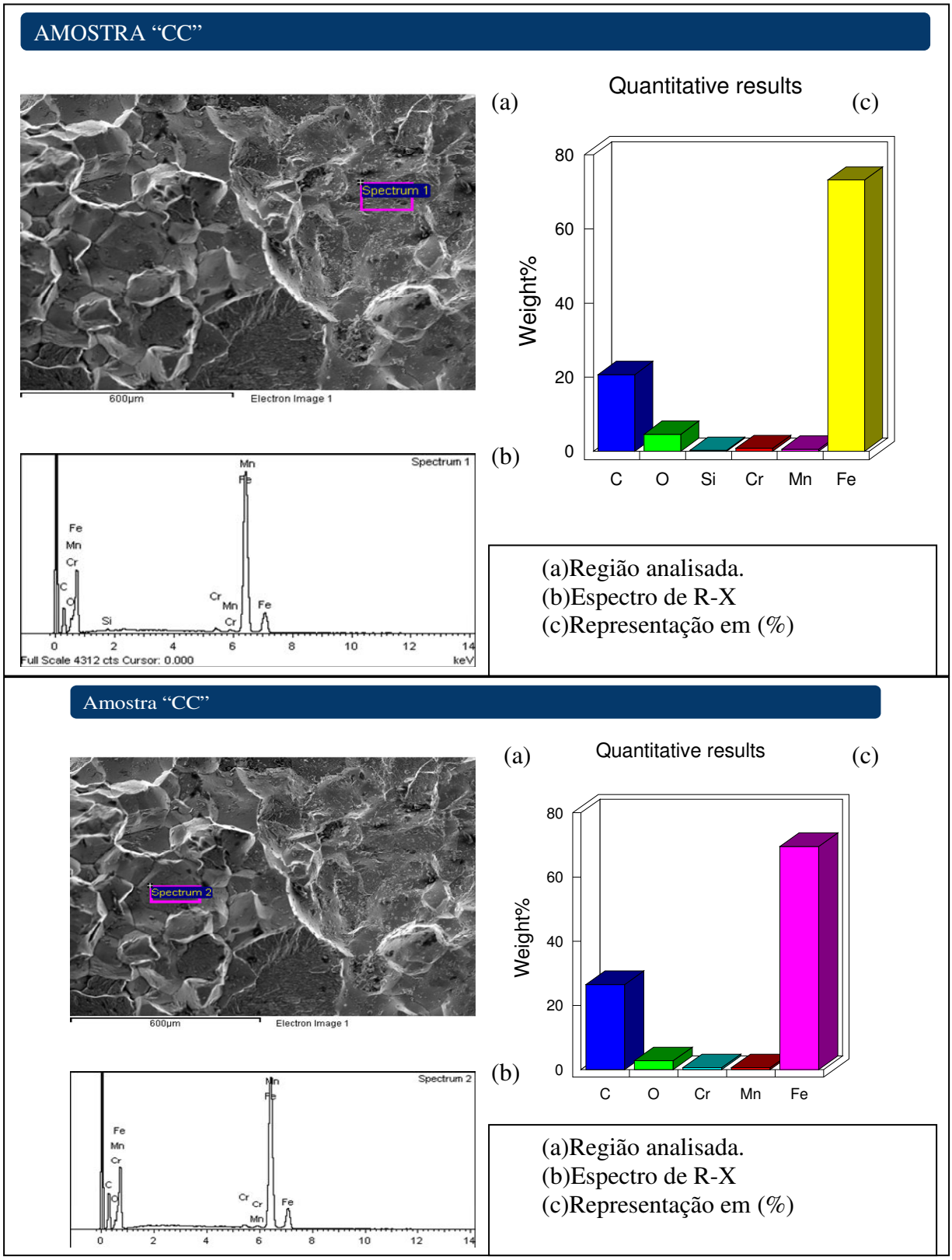


Figura 4.28 – Análise de EDS do corpo-de-prova C, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. Não foram detectadas impurezas. Duas regiões analisadas.

As duas análises mostram que não existe a ocorrência de segregação de P e S, porém observa-se uma quantidade de Si e O. O oxigênio é um elemento fragilizante, porém pode estar na forma de óxido globular, inclusão tipo D o que é normal, em níveis aceitáveis e o silício pode estar na forma de silicatos, inclusão tipo C.

Em Wise & Krauss [20], os autores chegaram à conclusão que o cromo, manganês e Molibdênio são solúveis na cementita e alteram a energia livre da mesma, de tal modo que a precipitação leva à diminuição da energia livre de Gibbs do sistema. A base química utilizada foi o aço SAE 5160.

O silício é insolúvel na cementita, porém, muito solúvel na austenita e prejudica a difusão do carbono para a formação da cementita. Neste caso, porém, o silício se apresenta em baixos teores e não deve ter tido grande influência na fragilização.

A figura 4.29 mostra a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C1, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

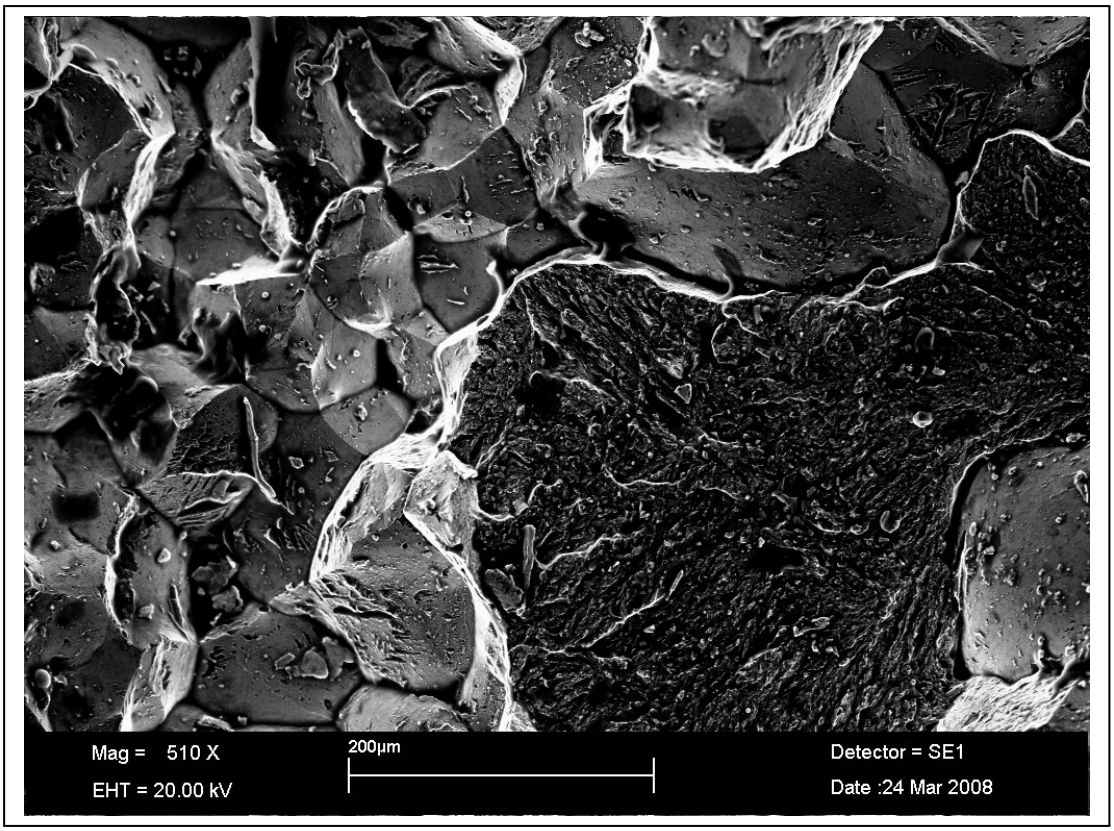


Figura 4.29 – Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C1, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. Micromecanismo de fratura intergranular.

A figura 4.30 apresenta a análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C1, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento.

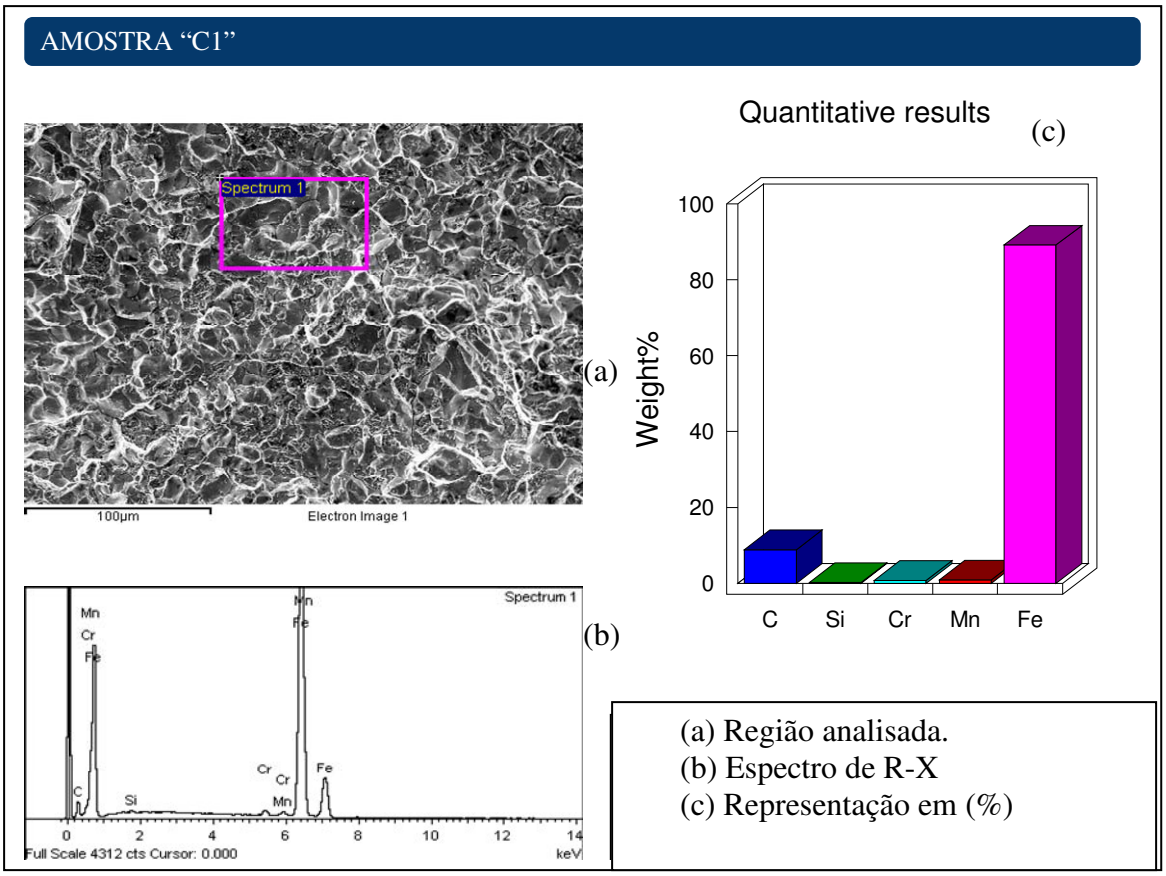


Figura 4.30 – Análise de EDS do corpo-de-prova de impacto, C1, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC, sem revenimento. Não foram detectadas impurezas.

Mais uma vez nota-se a influência da austenita retida em contorno de ripas de martensita, antes da decomposição térmica, no micromecanismo de fratura. A instabilidade mecânica da austenita retida levou ao micromecanismo de fratura intergranular.

Pela análise de EDS dos corpos-de-prova C, austenitizado em 1050ºC e C1, austenitizado em 800ºC, nota-se que o teor de carbono é maior na amostra austenitizada em 1050ºC (Fig. 4.28) do que na amostra austenitizada em 800ºC (Fig.4.30), o que pode ser um indício da ocorrência de maior solubilização de carbono com o aumento de temperatura de austenitização. A análise de EDS não detectou segregação de P ou S.

A figura 4.31 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C2, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC.

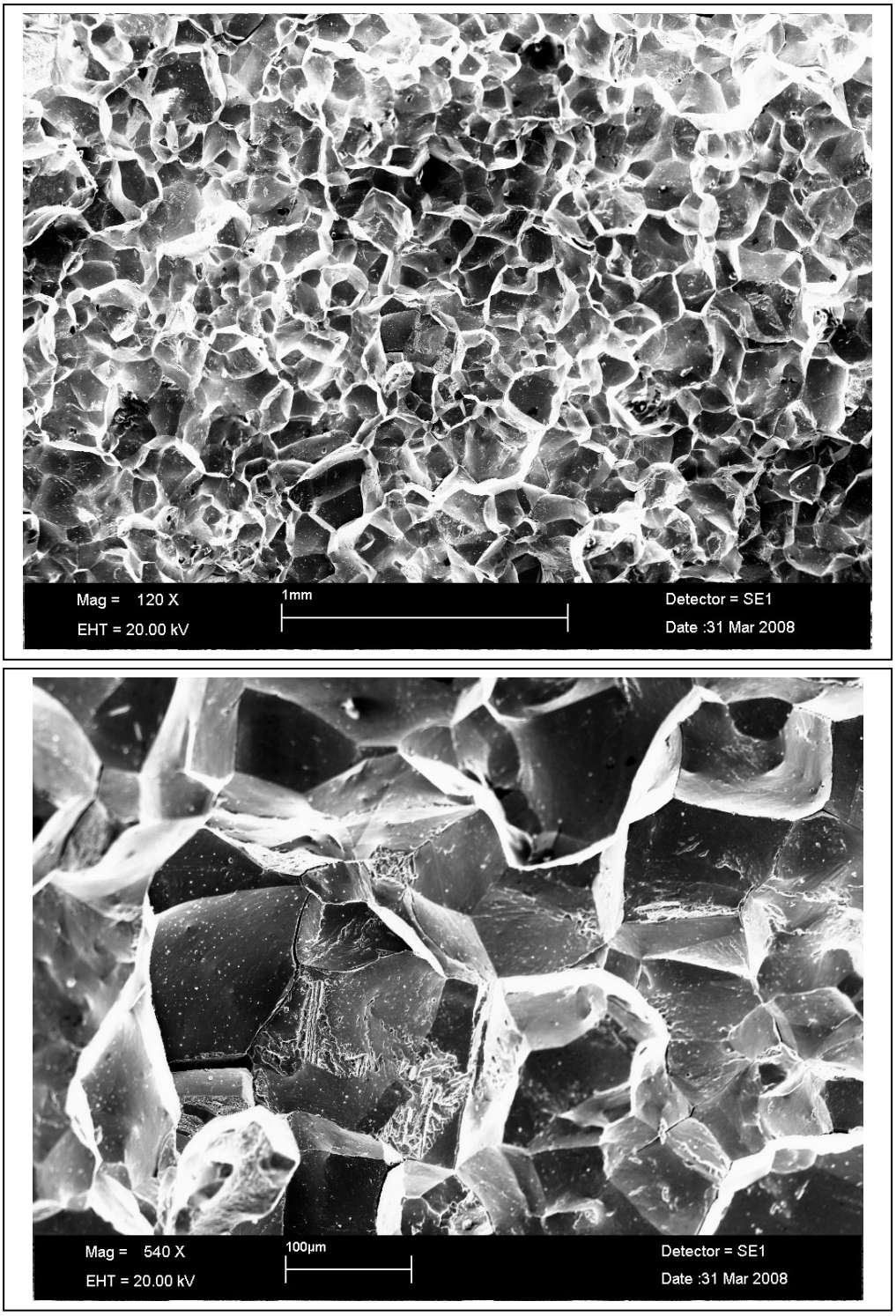


Figura 4.31 – Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C2, austenitizado em1050ºC, temperado em óleo a 80ºC, e revenido a 280ºC. Micromecanismo intergranular.

Um dos fatores que pode afetar o micromecanismo de fratura é a localização dos carbonetos precipitados. No presente trabalho a tendência é que a FMR tenha sido controlada pela decomposição da austenita retida. A distribuição da austenita retida é função da temperatura de austenitização [23]. Para temperaturas de austenitização mais baixas, a austenita se localiza nos sítios inter – ripas de martensita. Com o aumento da temperatura de austenitização, além dos filmes inter-ripa, também ocorre a austenita retida nos contornos de grão da austenita prévia [23].

Horn e Ritchie, que estudaram os aços SAE 4340 e 300M [36], propõem duas etapas para o mecanismo de FMR, devido à decomposição da austenita retida:

1. Decomposição térmica parcial dos filmes de austenita retida, levando a precipitação e crescimento de filmes frágeis de cementita inter-ripa;
2. Transformação da austenita remanescente em martensita não revenida por solicitação mecânica/deformação intensificando a fragilização nos mesmos sítios de precipitação dos filmes de cementita. Essa transformação está relacionada à instabilidade mecânica da austenita retida em função do empobrecimento de carbono.

Analisando os resultados da difratometria de raios – x e a superfície de fratura do corpo-de-prova C2 (Fig. 4.31), pode-se relacionar a fratura intergranular com o mecanismo proposto por Horn e Ritchie [36]:

1. Decomposição térmica parcial dos filmes de austenita retida, levando a precipitação e crescimento de filmes frágeis de cementita inter-ripa.
2. Transformação da austenita remanescente em martensita não revenida por solicitação mecânica/deformação intensificando a fragilização nos mesmos sítios de precipitação dos filmes de cementita. Essa transformação está relacionada à instabilidade mecânica da austenita retida em função do empobrecimento de carbono.

Neste caso, a maior influência para a fragilização foi a etapa 2, uma vez que a porcentagem de austenita retida teve uma redução de apenas 0,5%, após o revenimento em 280ºC, o que significa que houve pouca decomposição térmica.

A figura 4.32 apresenta a análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C2, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC.

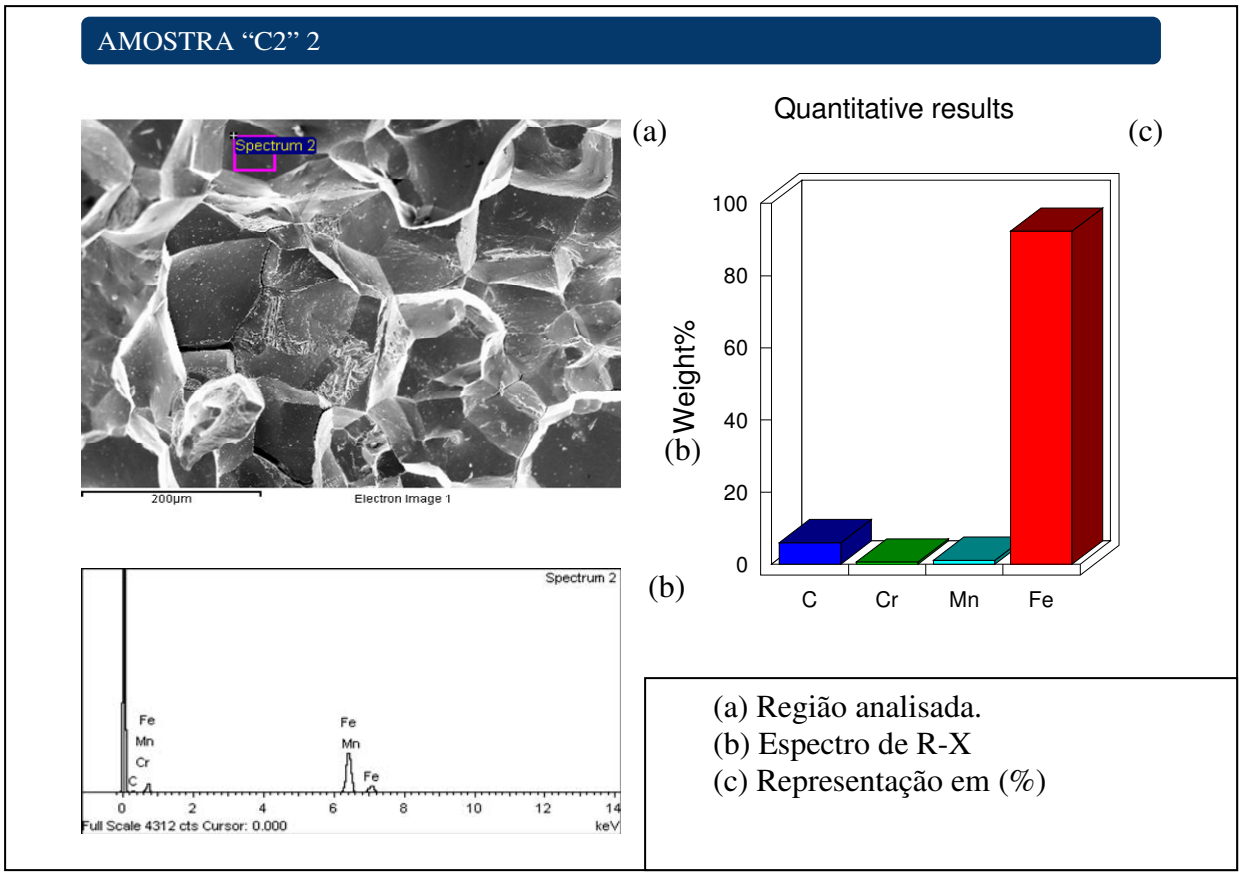


Figura 4.32 – Análise de EDS do corpo-de-prova de impacto, C2, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC. Não foram detectadas impurezas.

A figura 4.33 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C3, austenitizado em 1050º, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC.

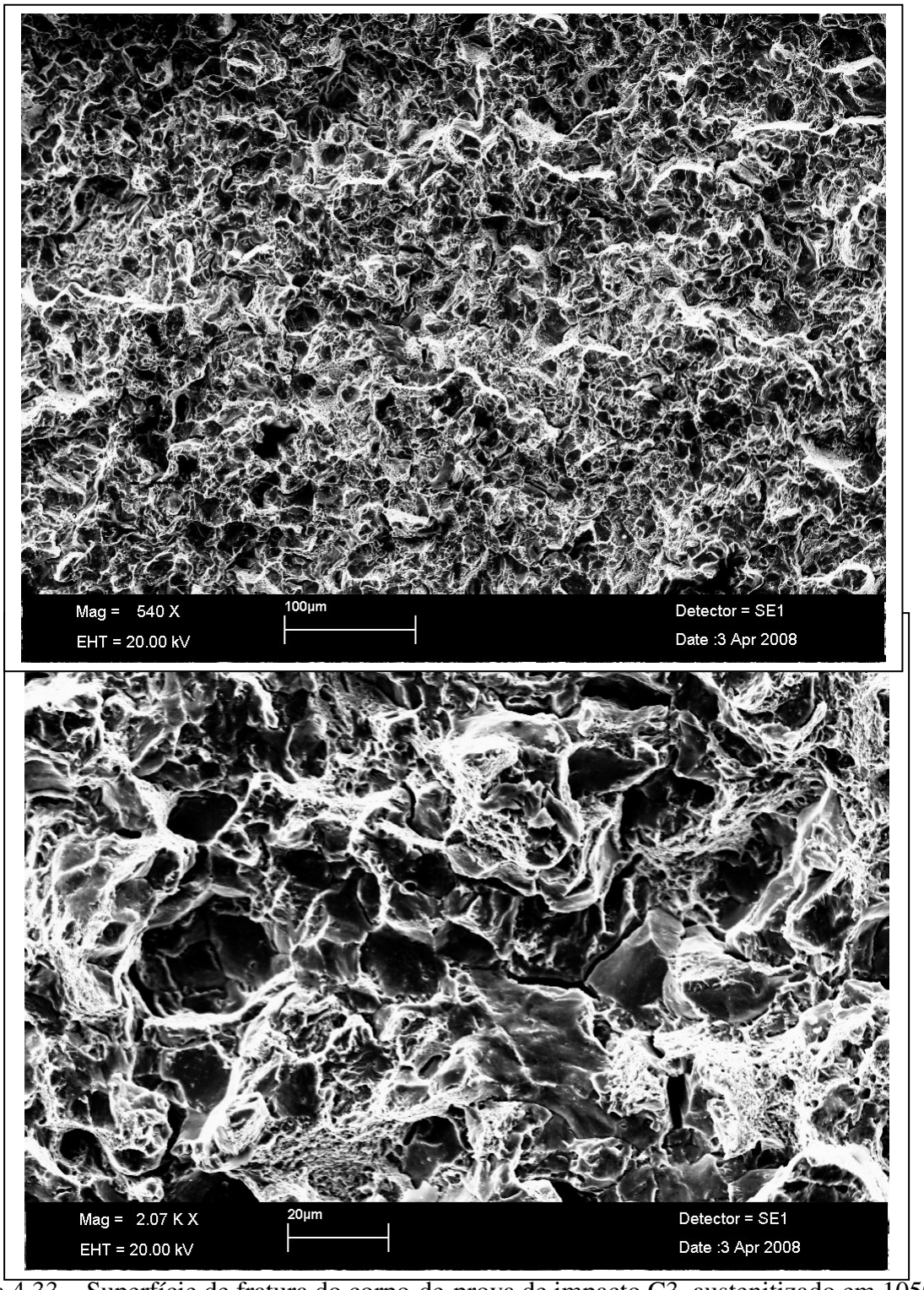


Figura 4.33 – Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C3, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. Fratura por "dimples" e intergranular.

Em Eliaz et al [11] foi encontrado o micromecanismo de fratura misto de “dimples” e intergranular para as amostras austenitizadas em 850ºC e em 1000ºC, ambas revenidas em 350ºC.

Em Merlano et al [22], também foi encontrado o mesmo mecanismo misto de fratura para as amostras de aço SAE 5160 revenidas em 304ºC e 500ºC.

Como já mencionado, o micromecanismo intergranular pode ser explicado pela austenita retida no contorno de grão da austenita primária [23,36], decomposta termicamente ou transformada mecanicamente em martensita bruta. Analisando a difratometria de raios-x, observa-se que a quantidade de austenita retida decresce, de 7,0% para 3,6%, uma redução de 3,4%, o que é considerável. Desse modo, para o mecanismo de fratura intergranular, hipoteticamente, houve uma concorrência entre a decomposição térmica e a transformação mecânica da austenita retida, contribuindo para a fratura. O micromecanismo de fratura por “dimples” pode ocorrer devido à precipitação de carbonetos intra-ripas de martensita. Alguns estudos demonstraram que com o aumento da temperatura de revenimento o carboneto épsilon e a cementita dissolvidos na matriz martensítica começam a precipitar como filmes alongados inter-ripa e como plaquetas e partículas globulares intra-ripa. A literatura mostra que a fragilização coincide com o desaparecimento dos carbonetos épsilon e conseqüente nucleação e crescimento da cementita [23]. Daí deduz-se a ocorrência da transformação do carboneto épsilon em cementita. Quando a fração volumétrica das partículas precipitadas aumenta, a distância crítica para o coalescimento das microcavidades diminui, levando a uma menor deformação plástica até o rompimento: fragilização. Este é um dos argumentos utilizados para explicar a FMR em alguns aços de médio carbono com micromecanismo de fratura transgranular, por “dimples”, [18, 23, 25].

No caso do corpo-de-prova de impacto, C3, austenitizado em 1050º, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC, houve a concorrência de três mecanismos principais: Decomposição térmica da austenita retida, transformação mecânica da austenita retida em martensita bruta, dando origem à fratura intergranular, e precipitação de carbonetos intra-ripa, dando origem à fratura transgranular por microcavidades (“dimples”).

A figura 4.34 apresenta a análise de EDS do corpo-de-prova C3, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. A decomposição térmica da austenita retida está representada novamente, abaixo, na figura 4.35, apresentando os micromecanismos de fratura para as amostras austenitizadas em 1050ºC e revenidas em 280ºC, 350ºC e 420ºC.

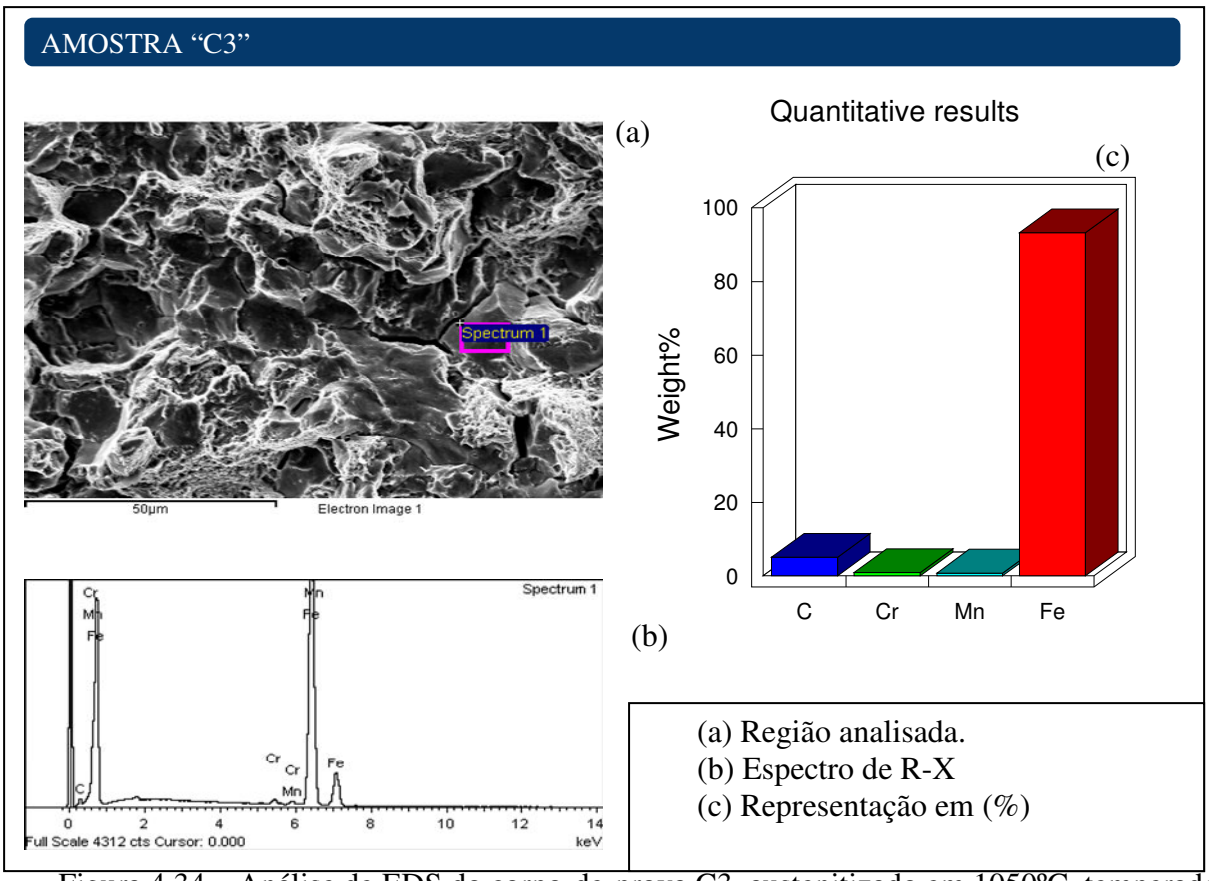


Figura 4.34 – Análise de EDS do corpo-de-prova C3, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. Não foram detectadas impurezas.

A análise de EDS da amostra C3, aquecida a 1050ºC, temperada e revenida em 350ºC mostra, além da ausência de segregação de impurezas, o teor de carbono semelhante ao da amostra C2, aquecida a 1050ºC, temperada e revenida em 280ºC. A presença de cromo, nas análises de EDS de todas as amostras, mostra que a martensita deste aço apresenta, em seus interstícios, além dos átomos de carbono, átomos de cromo.

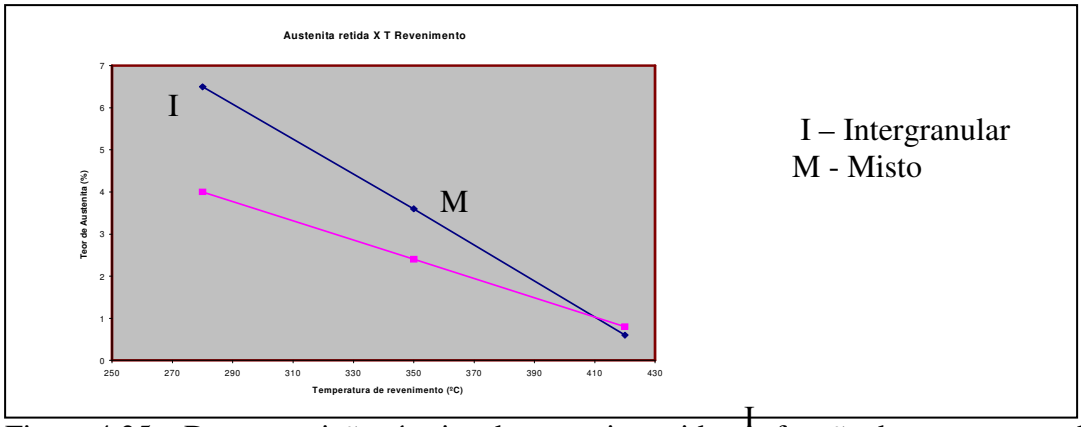


Figura 4.35 – Decomposição térmica da austenita retida em função da temperatura de revenimento, para as duas temperaturas de austenitização, indicando o mecanismo de fratura.

A figura 4.36 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C4, austenitizado em 1050ºC, temperada em óleo a 80ºC e revenida em 420ºC.

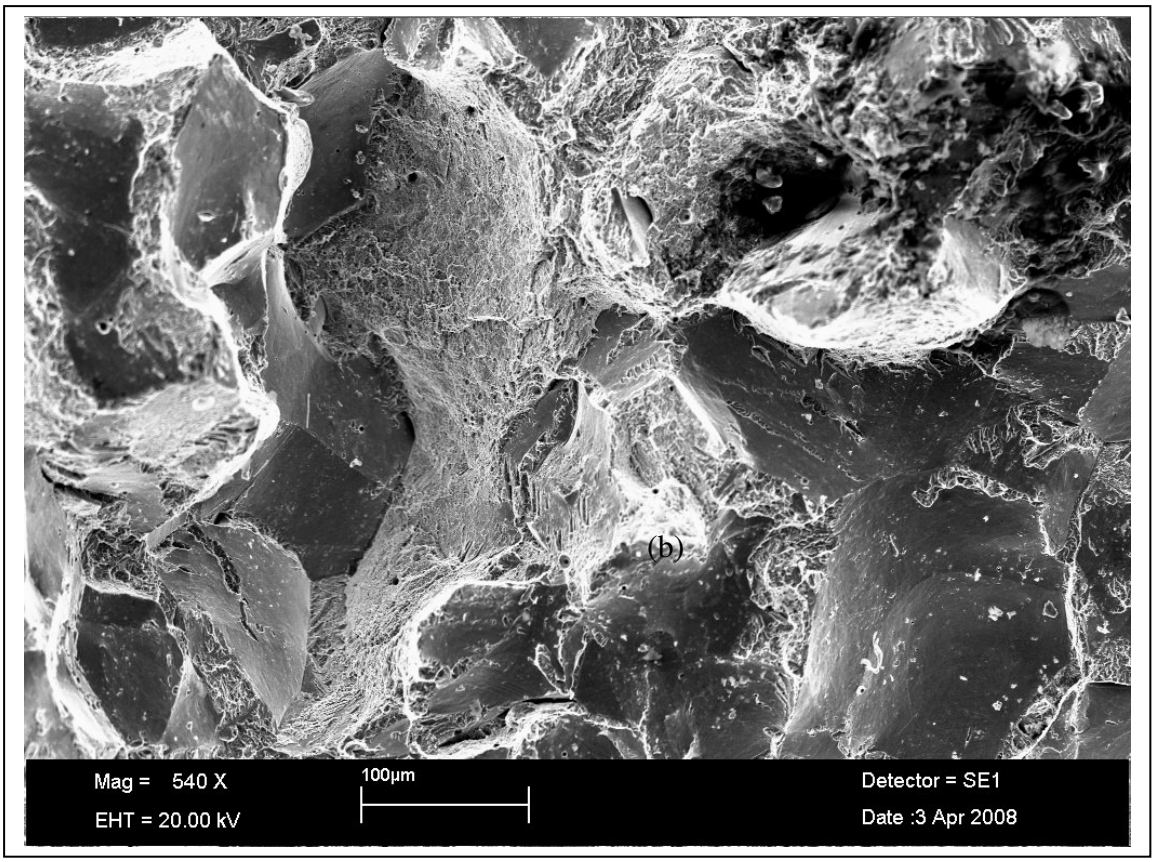


Figura 4.36 - Superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto, C4, austenitizado em 1050ºC, temperada em óleo a 80ºC e revenida em 420ºC. Micromecanismo de fratura intergranular.

O micromecanismo de fratura apresentado na amostra C4 pode ser explicado pela quantidade de austenita retida encontrada na difratometria de raios - x. Com o aumento de temperatura de revenimento, a austenita retida continuou a se decompor termicamente em filmes de cementita inter-ripas. A quantidade de austenita retida apresenta uma queda de 7,0% para 0,6%. Essa grande deposição de cementita em contorno de grão, aumenta mais ainda a energia neste sítio, tornando-o local termodinamicamente preferencial para precipitação de carbonetos, inibindo a precipitação intra- ripas. Como previsto pela teoria da metalurgia física, continua ocorrendo a precipitação de carbonetos, diminuindo a dureza da matriz martensítica. Nesta temperatura, os processos termicamente ativados de recuperação estática (“climb”, “Cross Slip”) têm início, eliminando uma parcela de linhas de discordância e diminuindo as tensões internas excessivas. Graças ao empobrecimento, de carbono, da matriz e ao processo de recuperação

estática, o material, apesar de ainda apresenta-se frágil, começa a demonstrar certa tenacidade, como observado na energia absorvida no ensaio de impacto, 22J. Neste corpo-de-prova de impacto, a fratura já apresenta certa quantidade de deformação plástica, “Shear Lip” de 20% (Fig.4.23).

A figura 4.37 apresenta a análise de EDS do corpo-de-prova C4, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 420ºC.

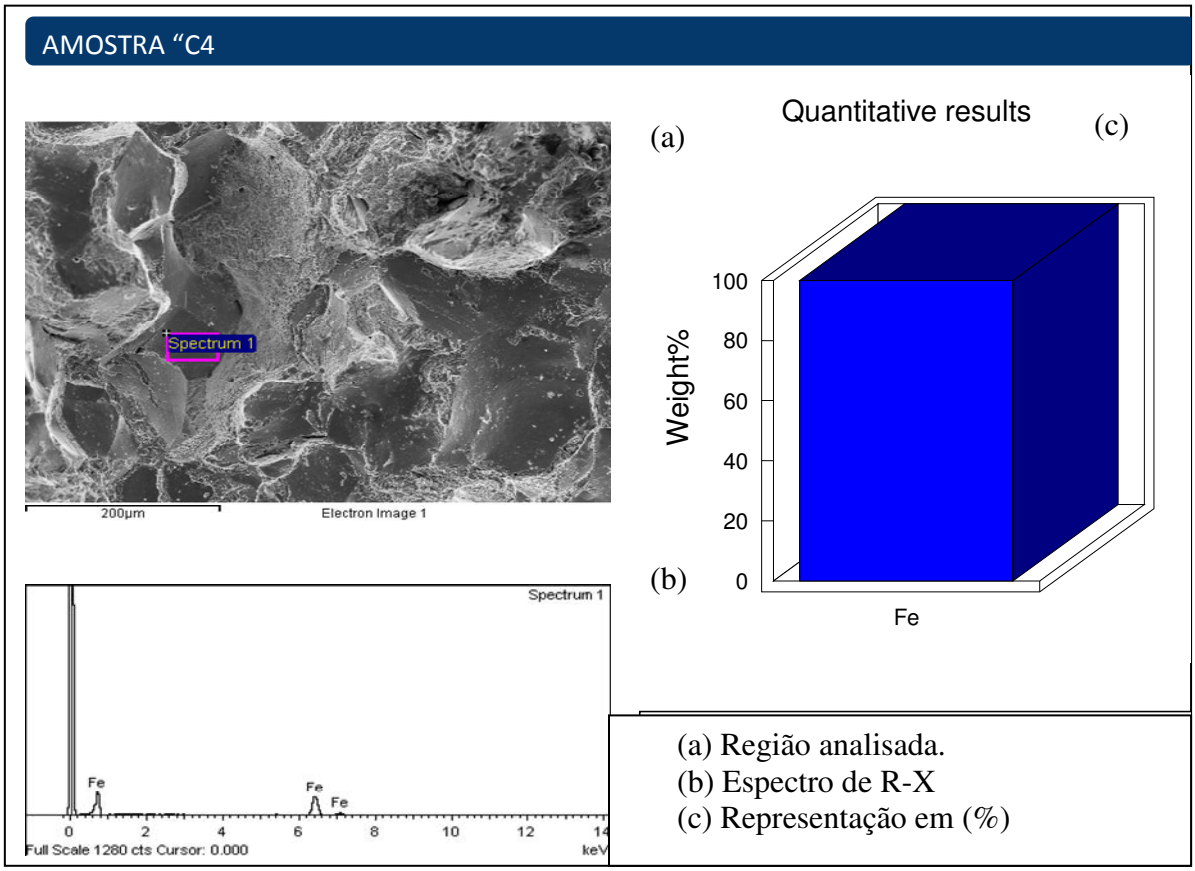


Figura 4.37 – Análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C4, austenitizado em 1050ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 420ºC. Não foram detectadas impurezas.

O espectro de energia dispersiva de Raios –X (EDS) detectou apenas o elemento ferro nesta posição. Muito provavelmente, trata-se de uma região ferrítica.

A figura 4.38 apresenta um comparativo entre a decomposição térmica da austenita retida, a evolução da energia absorvida no impacto e os micromecanismos de fratura para os corpos de prova austenitizados em 1050ºC.

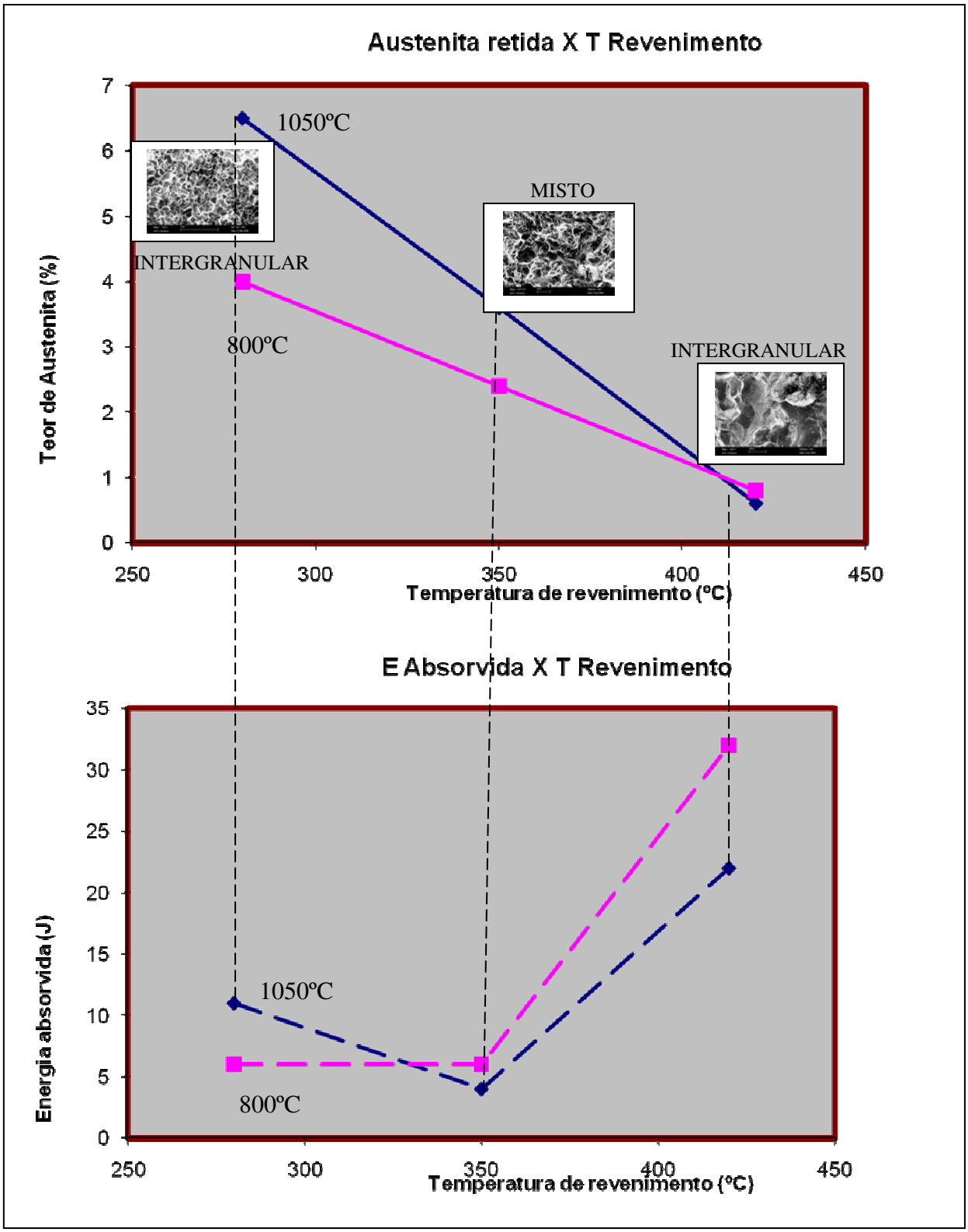


Figura 4.38 – Comparação entre a decomposição da austenita retida, a energia absorvida no impacto e o micromecanismo de fratura para os corpos de prova austenitizados em 1050ºC.

Analisando o quadro comparativo da figura 4.38, vemos que para os corpos de prova austenitizados em 1050ºC, quando revenidos em 280ºC, o micromecanismo de fratura é intergranular, com baixa quantidade de austenita retida decomposta, o que indica que o mecanismo predominante de fragilização é a transformação mecânica da austenita retida em martensita bruta, levando a baixíssimos valores de energia absorvida no impacto. O revenimento a 350ºC é o que desencadeia a mais intensa e característica fragilização da martensita revenida, apresentando a mais baixa energia absorvida no ensaio de impacto, uma grande parcela de austenita retida decomposta, apresentando, porém um mecanismo de fratura misto, intergranular e transgranular por microcavidades. Este fato indica que houve uma concorrência de mecanismos que causaram a fragilização: decomposição térmica da austenita retida, transformação mecânica da mesma, bem como a precipitação de carbonetos intra-ripas. Quando do revenimento a 420ºC, ainda ocorre a fragilização, com micromecanismo de fratura intergranular e, neste caso com predominância do mecanismo de decomposição térmica da austenita retida, porém com indícios da diminuição das tensões internas da martensita, devido à precipitação de carbonetos e aos fenômenos termicamente ativados de recuperação estática : aumento da energia absorvida no impacto e presença de uma fração de deformação plástica na fratura.

A figura 4.39 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C5, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC.

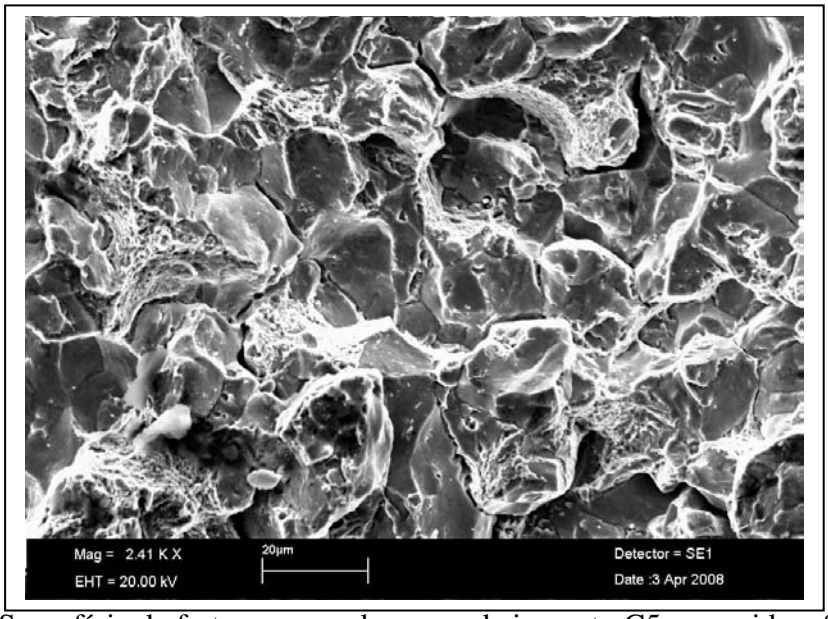


Figura 4.39 – Superfície de fratura corpo-de-prova de impacto C5, aquecido a 800ºC, temperado, revenido em 280ºC. Micromecanismo intergranular.

O micromecanismo de fratura apresentando pela amostra C5, austenitizada em 800ºC e revenida em 280ºC, aliado a uma maior parcela de austenita retida decomposta termicamente (de 6,0% para 4,0%), em relação aos corpos-de-prova austenitizados em 1050ºC, sugere que, dois mecanismos de fragilização ocorreram: decomposição térmica e transformação mecânica da austenita em contorno de ripas de martensita. Após extensivamente analisadas as amostras de metalografia do corpo-de-prova C5, foi encontrada uma região com austenita retida inter – ripas, não decomposta, conforme a figura 4.40.

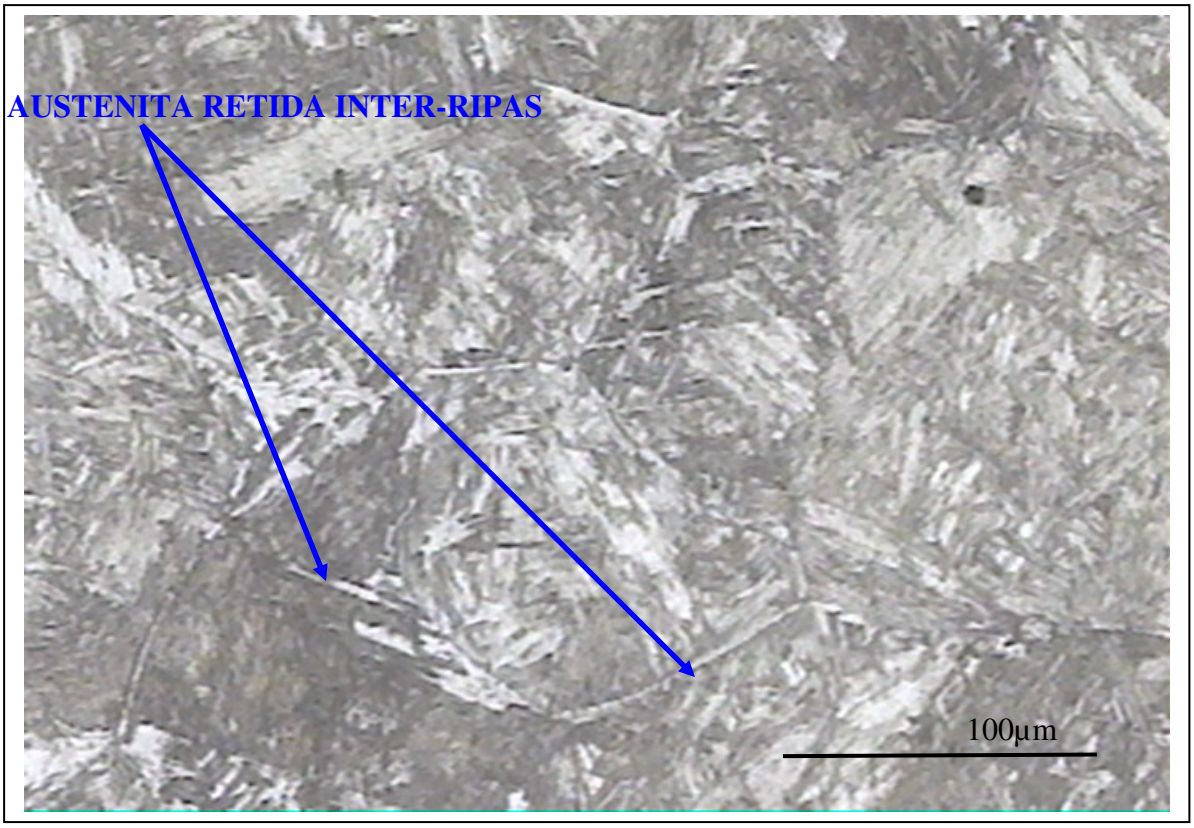


Figura 4.40 – Microestrutura do corpo-de-prova de impacto, C5, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC. Austenita retida inter-ripas, não decomposta termicamente.

A figura 4.41 apresenta a análise de EDS para o corpo-de-prova de impacto, C5, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC.

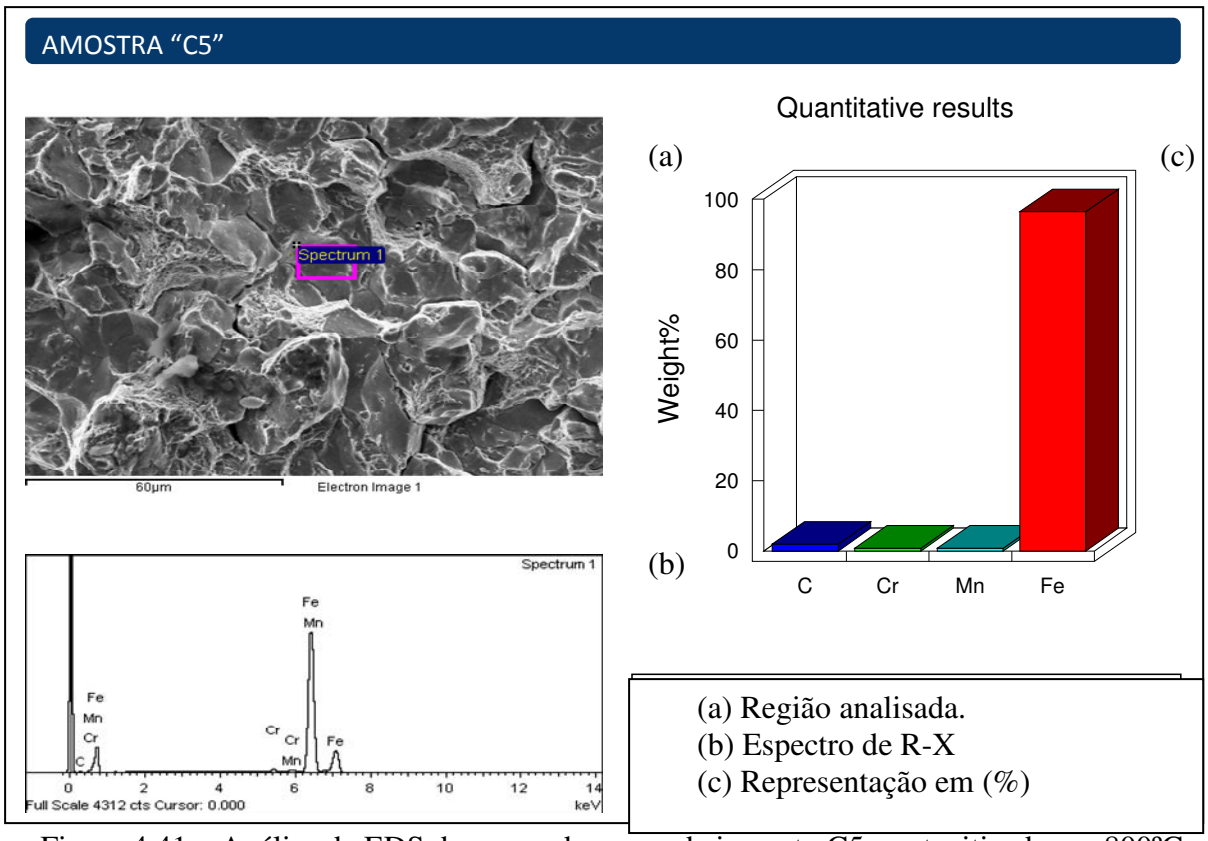


Figura 4.41 – Análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C5, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 280ºC. Não foram detectadas impurezas.

A figura 4.42 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova C6.

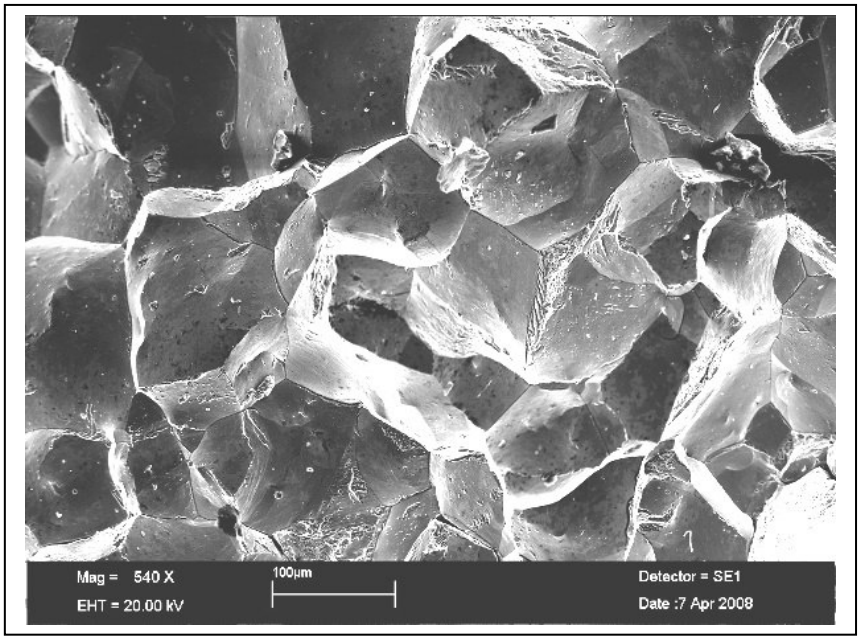


Figura 4.42 – Superfície de fratura do corpo-de-prova C6, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. Micromecanismo intergranular.

Conforme previsto pela teoria, o micromecanismo de fratura intergranular, aliado a uma parcela considerável de austenita decomposta termicamente, de 6,0% para 4,0%, sugere que o mecanismo de fragilização característico da FMR, a 350ºC, para o corpo-de-prova C6, é o mecanismo proposto por Horn e Ritchie [36] : Decomposição térmica parcial dos filmes de austenita retida, levando a precipitação e crescimento de filmes frágeis de cementita inter-ripa, transformação da austenita remanescente em martensita não revenida por solicitação mecânica/deformação intensificando a fragilização nos mesmos sítios de precipitação dos filmes de cementita.

Como a temperatura de austenitização foi mais baixa, em relação aos corpos-de-prova austenitizados em 1050ºC, a solubilização de carbono na austenita foi menor, não havendo carbono suficiente para promover a precipitação intra-ripas tão intensa quanto na amostra C3, austenitizada em 1050ºC e revenida na mesma temperatura, 350ºC.

A figura 4.43 apresenta a análise de EDS para o corpo-de-prova C6.

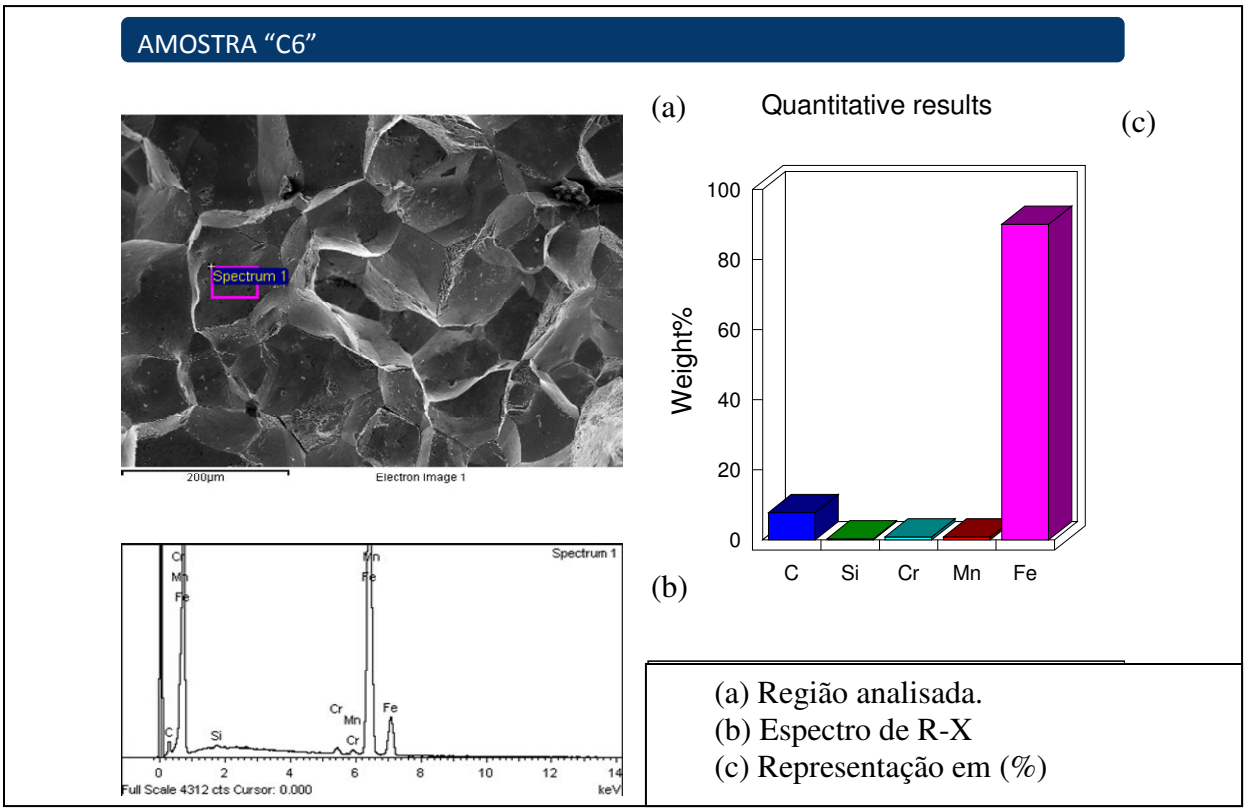


Figura 4.43- Análise de EDS do corpo-de-prova C6, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. Não foram detectadas impurezas.

Mais uma evidência que corrobora a participação da austenita retida não decomposta termicamente, no mecanismo de fragilização é a presença desta fase, encontrada na análise

metalográfica do corpo-de-prova C6, revenido em 350ºC, assim como em C5, revenido em 280ºC, conforme figura 4.44:

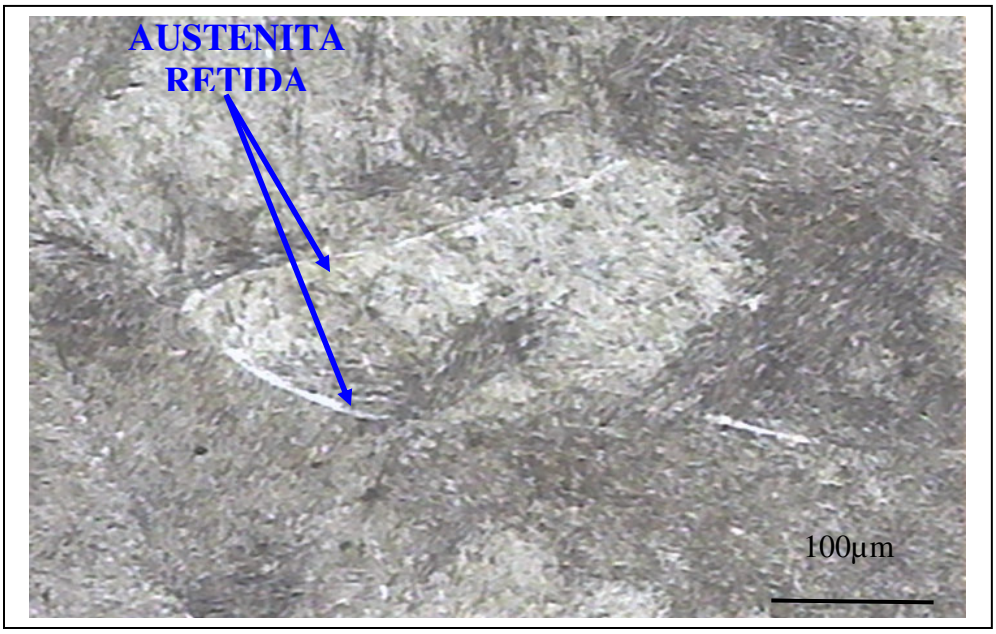


Figura 4.44 – Microestrutura do corpo-de-prova de impacto C6, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 350ºC. Austenita retida inter – ripas, não decomposta termicamente.

A figura 4.45 apresenta a superfície de fratura do corpo-de-prova de impacto C7, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 420ºC.

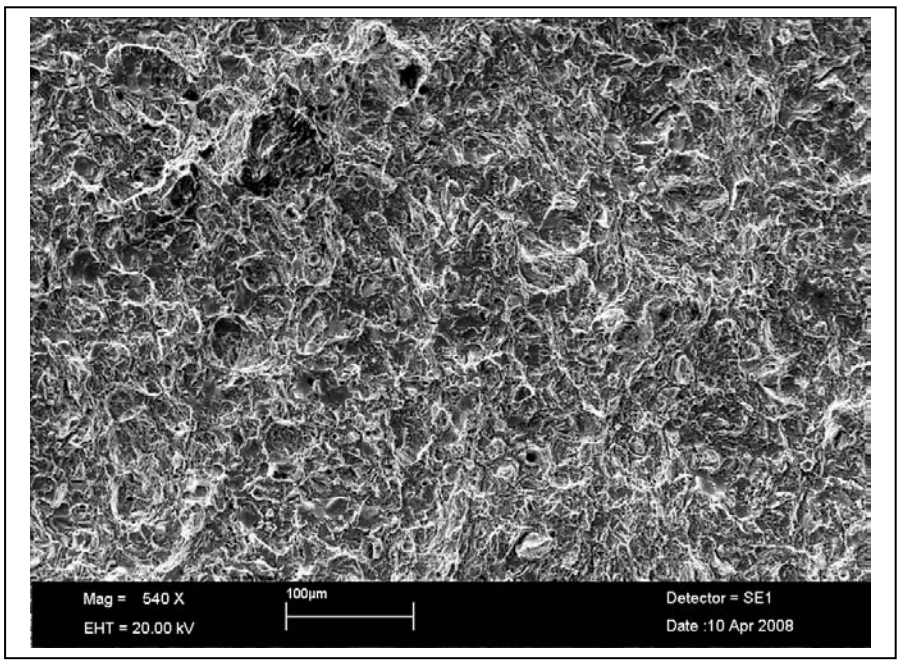


Figura 4.45 – Superfície de fratura do corpo-de-prova C7, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 420ºC. Micromecanismo alveolar.

O micromecanismo de fratura encontrado, conforme figura 4.45, aliado à grande quantidade de austenita retida decomposta termicamente, sugere que o mecanismo de fragilização predominante seja a decomposição térmica da austenita, não em filmes de cementita inter-ripas mas em carbonetos esféricos, alongados e em formas de plaquetas, intra-ripas. A literatura mostra que a fragilização coincide com o desaparecimento dos carbonetos épsilon e conseqüente nucleação e crescimento da cementita [23]. Esta transformação de carboneto épsilon para cementita, também pode ter ocorrido. Note que, devido à baixa temperatura de austenitização, não ocorre grande solubilização dos carbonetos e, portanto a precipitação a partir do carbono dissolvido na martensita é muito pequena, sendo o processo dominante, a precipitação destes carbonetos, quase que totalmente, a partir da decomposição térmica da austenita retida inter-ripas. Esse mecanismo explica o aumento da tenacidade, observado no ensaio de impacto (32J), bem como a maior quantidade de formação plástica na fratura, 40% de "Shear Lip".

A figura 4.46 apresenta a análise de EDS da amostra C7.

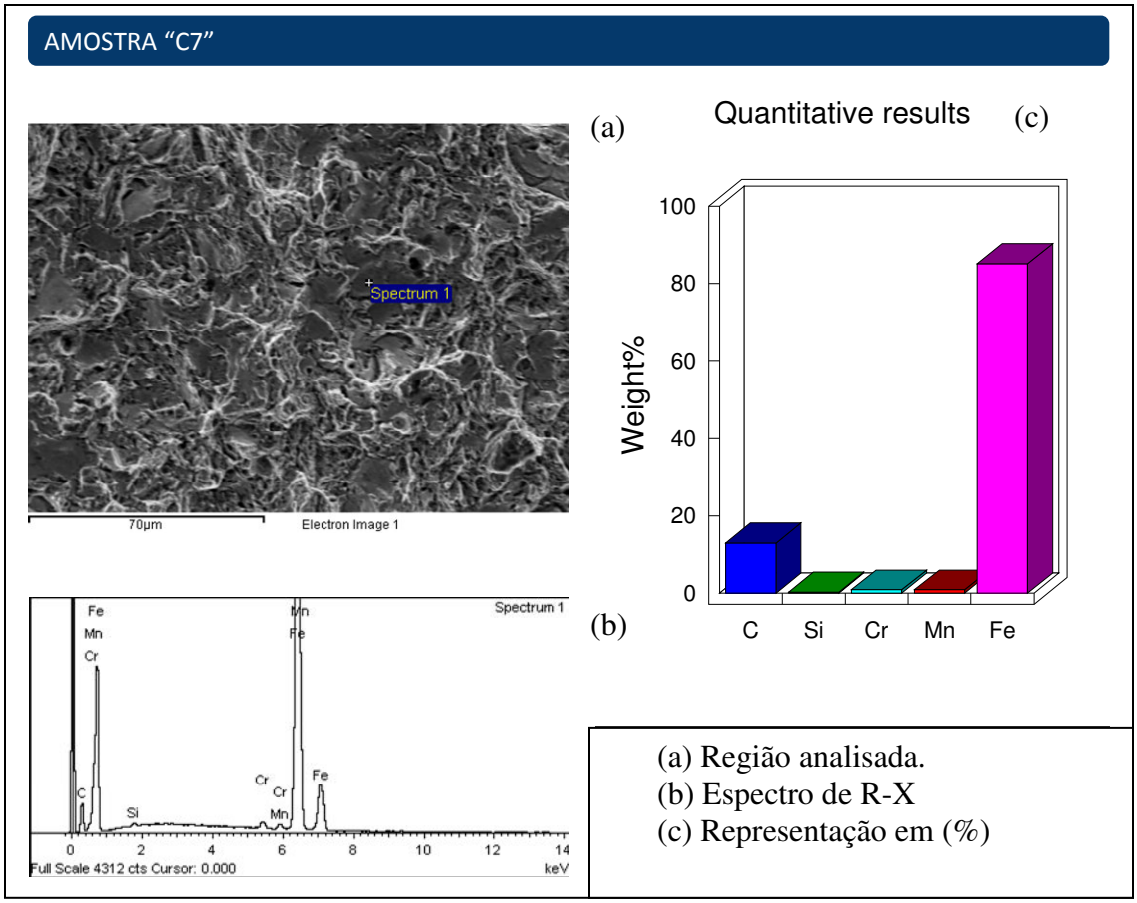


Figura 4.46 – Análise de EDS do corpo-de-prova de impacto C7, austenitizado em 800ºC, temperado em óleo a 80ºC e revenido em 420ºC. Não foram detectadas impurezas.

Como já mencionado, o empobrecimento da matriz martensítica, pela precipitação e pela recuperação estática, leva ao aumento da tenacidade. O material, nesta temperatura de revenimento, começa a apresentar um comportamento padrão, isto é, com o aumento da temperatura de revenimento ocorre a diminuição da dureza, aumento da energia absorvida no impacto e fratura dúctil.

De acordo com Reed-Hill (1982), no quarto estágio do revenimento ocorre o crescimento dos carbonetos precipitados, o que facilita a nucleação de trincas nas interfaces partícula/matriz, facilitando o micromecanismo de fratura por "dimples", neste caso, com deformação plástica suficiente para aumentar a energia absorvida no impacto, 32J, e para ocorrer o "Shear Lip" de 40%.

As curvas apresentadas na figura 4.47, apresentam um resumo da evolução das propriedades mecânicas.

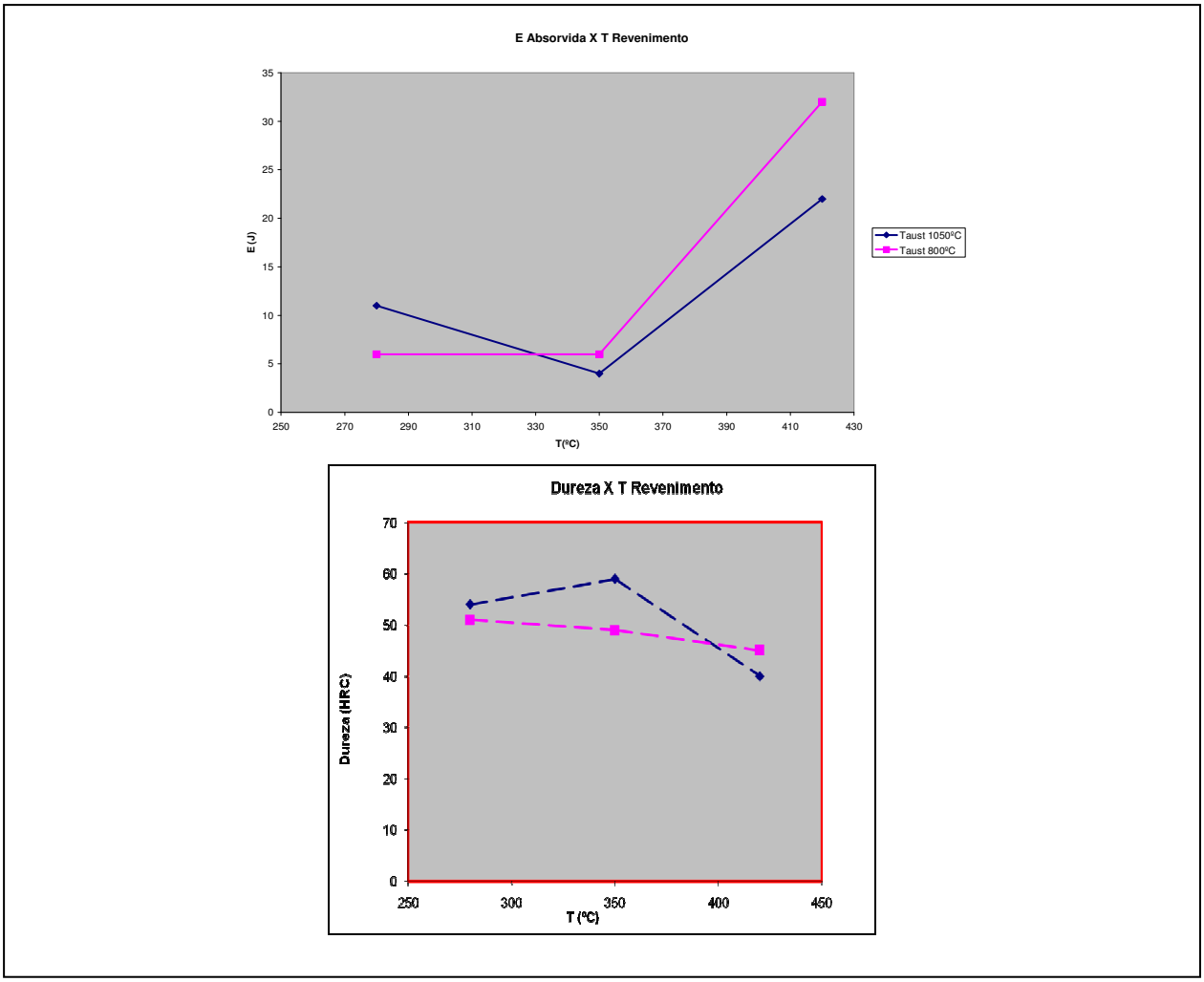


Figura 4.47 – Resumo da evolução das propriedades mecânicas

A figura 4.48 apresenta um resumo dos resultados encontrados neste trabalho.

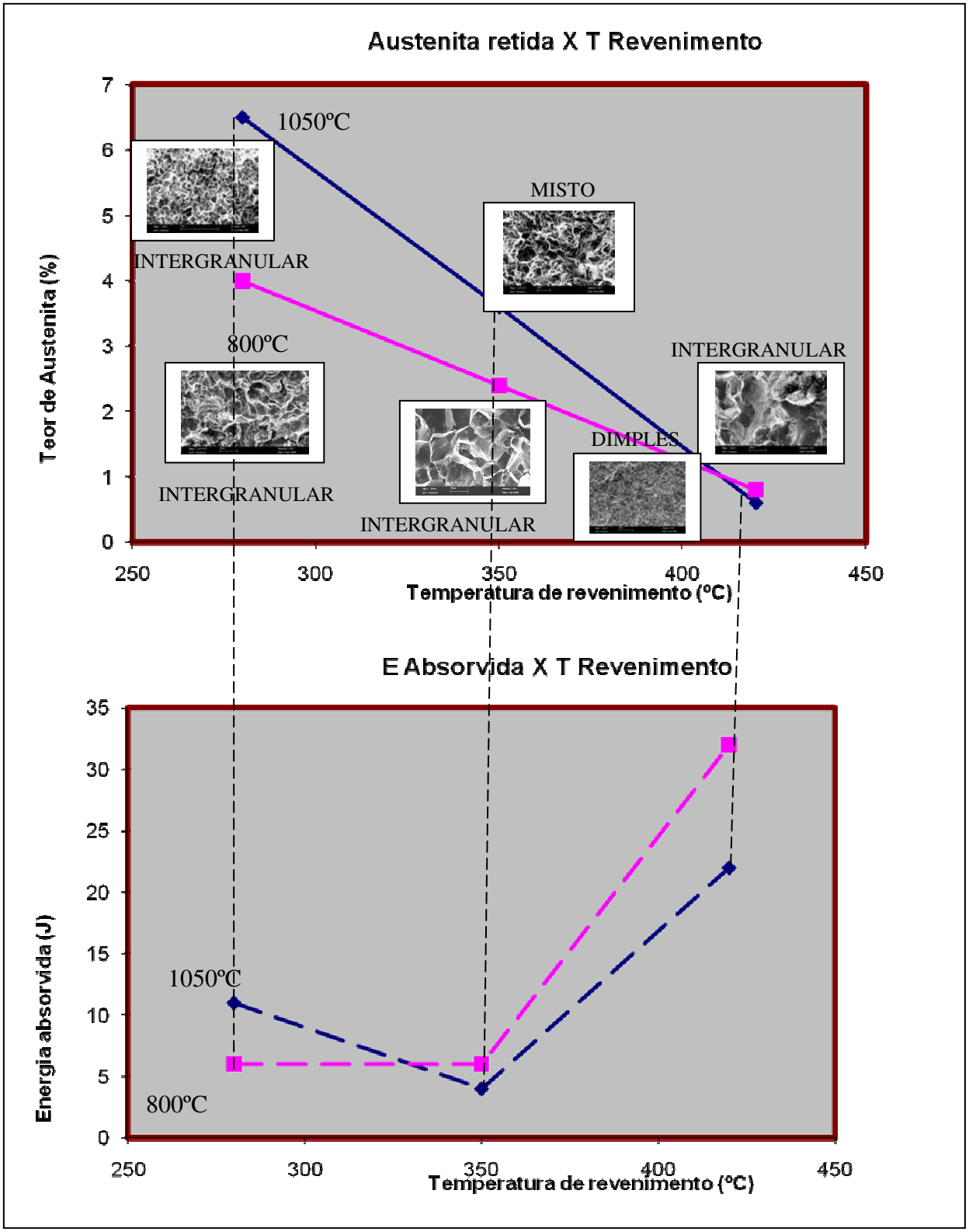


Figura 4.48 – Resumo dos principais resultados obtidos neste trabalho.

Analisando o quadro da figura 4.48, vemos que para a temperatura de revenimento de 280ºC, a decomposição térmica da austenita retida é muito pequena, desse modo, ainda existe a influência do tamanho de grão, conforme previsto por Abdollah – Zadeh et al [26]. O corpo-de-prova austenitizado em 1050ºC apresentou maior tamanho de grão e maior energia absorvida no ensaio de impacto, sendo ambos os micromecanismos de fratura intergranular.

A FMR manifestou-se com maior intensidade nos corpos de prova austenitizados em 1050ºC, além de apresentar um micromecanismo misto por intergranular e "dimples", quando da temperatura de revenimento de 350ºC, o que sugere ter ocorrido maior solubilização de carbonetos devido à temperatura de austenitização mais alta.

Para os corpos de prova revenidos em 420ºC, o que foi austenitizado em 800ºC apresentou micromecanismo de fratura por "dimples" e maior energia absorvida no impacto, em relação ao que foi austenitizado em 1050ºC. Isto sugere que a menor solubilização do carbono, quando da precipitação, leva a um maior amolecimento da matriz, facilitando, ainda a recuperação estática.

Capítulo 5

Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos

5.1 Conclusões

Com o aumento da temperatura de austenitização, a fragilização da martensita revenida, para o aço estudado, ocorre com mais intensidade, o que está coerente com a revisão da literatura, bem como com a teoria da metalurgia física. Sendo o carbono estabilizador da fase austenítica, quando em maior quantidade, solubilizado na mesma, pela temperatura de austenitização mais elevada, deve levar à ocorrência de maior quantidade de austenita retida e esta apresentando maior teor de carbono, o que proporciona decomposição térmica com menor energia de ativação, bem como instabilidade mecânica maior. Além disso, a teoria prevê que, com temperaturas de austenitização mais altas, ocorre maior solubilização de carbono, que conseqüentemente se mantém na martensita formada, podendo ocorrer precipitação do mesmo, quando do revenimento.

O micromecanismo de fratura apresentando pelas amostras revenidas em 280ºC sugere que dois mecanismos de fragilização ocorreram: decomposição térmica e transformação mecânica da austenita em contorno de ripas de martensita.

Para o aço SAE 5160 H, existe uma concorrência de mecanismos de ativação da FMR. Na amostra austenitizada em 1050ºC e revenida em 350ºC, o micromecanismo misto de fratura sugere a ocorrência da fragilização pela decomposição da austenita retida em filmes inter-ripas de cementita e transformação por solicitação mecânica, da austenita não decomposta termicamente (fratura intergranular), como também a ocorrência da precipitação de cementita e carbonetos de liga e, talvez, transformação do carboneto épsilon em cementita nas regiões intra-ripas (Fratura transgranular por “dimples”). Quando do revenimento a 420ºC, ainda ocorre a fragilização, com micromecanismo de fratura intergranular e, neste caso com predominância do mecanismo de decomposição térmica da austenita retida, porém com indícios da diminuição das tensões internas

da martensita, devido à precipitação de carbonetos (empobrecimento da matriz martensítica) e aos fenômenos termicamente ativados de recuperação estática: aumento da energia absorvida no impacto e presença de uma fração de deformação plástica na fratura.

Na fragilização da martensita revenida manifestada para o corpo-de-prova austenitizado em 800ºC e revenido em 350ºC, ocorreram duas etapas: Decomposição térmica parcial dos filmes de austenita retida, levando a precipitação e crescimento de filmes frágeis de cementita inter-ripas, transformação da austenita remanescente em martensita não revenida por solicitação mecânica/deformação, intensificando a fragilização nos mesmos sítios de precipitação dos filmes de cementita. Devido a mais baixa solubilização do carbono na austenitização, a precipitação de carbonetos intra-ripas não apresentou influência sobre o micromecanismo de fratura. Para os corpos-de-prova revenidos em 420ºC, o que foi austenitizado em 800ºC apresentou micromecanismo de fratura por "dimples" e maior energia absorvida no impacto, em relação ao que foi austenitizado em 1050ºC. Isto sugere que a menor solubilização do carbono, quando da precipitação, leva a um maior amolecimento da matriz, facilitando, ainda a recuperação estática.

As análises de EDS não detectaram a segregação de impurezas como P, S, As, Sb. Este fato indica que a técnica de EDS não foi adequada para o estudo proposto.

5.2. Sugestões para próximos trabalhos

A análise de EDS neste trabalho levantou algumas possibilidades. Poderia ser utilizada esta mesma técnica para analisar com mais detalhe cada possível precipitado encontrado. Este trabalho poderia ser aprofundado com estudo por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), analisando a estrutura dos precipitados existentes, confirmando a existência de filmes de cementita, presença de carbonetos alongados e em forma de plaqueta nas amostras que apresentaram micromecanismo de fratura por "dimples" ou mista. Fazendo uso, ainda do MET, estudar a possível ocorrência da decomposição do carboneto épsilon em cementita. Utilizar a técnica de difração de raios-x para determinar a quantidade de carbono na austenita retida, bem como na martensita formada.

No presente trabalho, foram utilizadas apenas três temperaturas de revenimento e duas temperaturas de austenitização, levando a poucos pontos nas curvas obtidas. Refazer os ensaios com maior número de temperaturas de austenitização e de revenimento, seria interessante.

Outra sugestão seria variar a temperatura de ensaio de impacto e analisar os resultados, bem como analisar o comportamento deste aço, após revenimento, quando submetido à fadiga e ensaios de tenacidade à fratura.

Seria interessante estudar o teor de carbono solubilizado na austenita retida e mesmo na martensita formada. Este estudo poderia ser realizado por meio de técnicas de difração ou energia dispersiva de raios-X, microscopia eletrônica de transmissão ou ainda espectroscopia anelástica que é uma técnica baseada no efeito Snoeke e que permite o estudo qualitativo e quantitativo de teores de solutos intersticiais.

Referências bibliográficas

1. Mel, R.F., **A brief history of science of metals**, AIME, New York, 1948.

2. American Society for Metals International. ASM Handbook, Volume 11 – **Failure Analysis and Prevention –** ASM International, 2002.

3. Hertzberg,R. W. , **Deformation and fracture mechanic of engineering materials,**4th Edition, John Wiley & Sons, 1996.

4. Foecke, T., NIST-IR-6118, U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE- National Institute of Standards and Technology, Materials Science and Engineering Laboratory, 1997.

5. http://www.nytimes.com/2008/04/15/science/15titanic.html - 18/04/2008.

6. Dieter, G. E., **Mechanical Metallurgy**, SI Metric Edition, MacGraw – Hill Book Company, 1986.

7. Silva, A. L. C. e Mei, P. R., **Aços e Ligas Especiais**, 2ª Ed., Eletrometal S/A Metais Sumaré, SP, 1988.

8. Marcelo, A.L.; Tokimatsu, R.C.; Junior, P.Z.; Utiyama, R.Z.; Ferreira, I.; **Fragilização da martensita revenida em parafusos: análise de dois casos,** anais do 8º Congresso Ibero Americano de Engenharia Mecânica, 23 a 25 de outubro de 2007.

9. Reed-Hill, R. E. **Princípios de Metalurgia Física,** Segunda edição **–** Guanabara Dois – 1982.

10. Bhadeshia, H. K. D. H., **Tempered martensite,** www.cam.ac.uk – 08/07/2006.

11. Eliaz, N. et al, **Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high – strength steels**, Engineering Failure Analysis, April, 2002, v9, p 167 – 184.

12. Lee, K. B., **On intergranular tempered martensite embrittlement,** Scripta Metallurgica et Materialia, abril, 15, 1995, v32, n8, p 1197 – 1201.

13. Lee, W. S. & Su, T. T., **Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high strength alloy steel under quenched and tempered conditions**, Journal of Materials Processing Technology, março, 15, 1999, v 87 , n 1-3, p 198 – 206.

14. Liu, D. G. et al, **Effect of tempering temperature and carbide free bainite on the mechanical characteristics of a high strength low alloy steel**, Materials Science & Engineering A, maio, 2004 , v 371, p 40 – 44.

15. Pietikainen, J., **Considerations about tempered martensite embrittlement**, Materials Science and Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, dezembro, 1999, v A 273 – 275, p 466 – 470.

16. Pietikainen, J., **Observations about tempered martensite embrittlement,** Scandinavian Journal of Metallurgy, fevereiro, 2005, v 34, n 1, p 1 – 6.

17. Nakashima, A., Libsch, J. F., **Fracture mechanism of tempered martensite embrittlement,** Transactions ASM, abril, 1961, v 53, p 753.

18. Bhadeshia, H. K. D. H. & Edmonds, D.V., **Tempered martensite embrittlement: Role of retained austenite and cementite,** Metal Science, June, 1979, p 325 – 334.

19. Reguly, A.; Strohaecker, T.R.; Krauss, G.; Matlock, D.K., **Quench Embrittlement of Hardened 5160 Steel as Function of Austenitizing Temperature,** Metallurgical and Materials Transactions A, Janeiro, 2004, v 35^{A}, p 153 – 162.

20. Wise, J.P. & Krauss, G., **A thermodynamic Approach to Eliminating Quench Embrittlement,** 41st MWSP Conf. Proc., ISS, 1999, v XXXVII, p 377 – 385.

21. Hyde, R.S.; Matlock, D.K.; Krauss, G., **Quench Embrittlement: Intergranular Fracture Due To Cementite and Phosphorus in Quenched Carbon and Alloy Steels**,40th MWSP Conf. Proc., ISS, 1998, p 921 – 928.

22. Merlano, N.; James, B.A.; Matlock, D.K.; **Effects of Tempering and Residual Element content on Mechanical Properties of 5160 Steel**, Speich Symposium Proceedings, 1992, p 101-109.

23. Tokimatsu, R. C.; Ferreira, I.; **A complexidade do mecanismo de fragilização da martensita revenida,** contribuição técnica apresentada no 50º Congresso Anual da ABM-01 a 04 de outubro de 1995.

24. Koike, A. T. et al, **A influência da microestrutura na tenacidade à fratura dinâmica aparente do aço ABNT 4140,** Anais do 17º CBCIMat – 15 a 19 de novembro de 2006.

25. Idehara, A. S. et al, **Influência da temperatura de revenido no micromecanismo de fratura e na tenacidade à fratura dinâmica aparente de um aço de ultra alta resistência mecânica,** anais do 8º Congresso Ibero Americano de Engenharia Mecânica, 23 a 25 de outubro de 2007.

26. Abdollah-Zadeh, A., Jafari-Pirlari, A., Barzegari, M., **Tempered Martensite Embrittlement in a 32NiCrMoV125 Steel,** Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 14(5), Outubro, 2005, p.569 - 573.

27. Protocolo Técnico para fornecimento de barras de aço - BARDELLA SA INDÚSTRIAS MECÂNICAS/GERDAU-AÇOMINAS LTDA. – 12/94- Rev. 21.- Abril/2007

28. American Society for Testing and Materials. ASTM A370, REV. A **Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.** West Conshohocken, 2007.

29. Atkins, **M. Atlas of continous cooling transformation diagrams for engineering steels**. ASM.Ohio, 1980.

30. Sandor, T. L.; **Uma metodologia para avaliação dos gradientes de tenacidade à fratura ao longo da camada cementada do aço SAE 5115,** Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, 2005.

31. American Society for Testing and Materials. ASTM E8-01. **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.** West Conshohocken, 2001. 22 p.

32. American Society for Testing and Materials. ASTM E112-96. . **Standard Test Methods for Determining Averange Grain Size**. West Conshohocken, 1996. 57 p.

33. American Society for Testing and Materials. ASTM E45-97. **Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel**. West Conshohocken, 1997. 48p.

34. American Society for Testing and Materials. ASTM E 23 REV A. **Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials,** West Conshohocken, 2007.

35. Santos, D. B.; Barbosa, R.; Duarte, D. M.; Oliveira, P. P.; Pereloma, E. V.; **Produção, Desempenho Mecânico e Caracterização Microestrutural do Aço Alto C-Si-Mn-Cr Laminado a Quente Apresentando Efeito TRIP,** Contribuição técnica ao 44º Seminário de Laminação - Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 16 a 19 de outubro de 2007, Campos do Jordão – SP, Brasil.

36. Horn, R.M. & Ritchie, R.O., **Mechanism of tempered martensite embrittlement in low alloy steel,** Metallurgical Transactions A, v.9, p1039-53, August, 1978.

37. Santos, R. G., **Transformações de Fases em Materiais Metálicos,** Editora da Unicamp, 2006.

ANEXOS

Anexo I Fundamentação teórica da análise química do carbono pelo método gasométrico por combustão direta (volumétrica).

Anexo II Fotos dos trabalhos e Equipamentos do laboratório da Bardella S.A. Indústrias Mecânicas.

Anexo III Curva de aquecimento do forno "mufla".

Anexo IV Espectro característico da análise de EDS

Anexo V Diagrama de transformação em resfriamento contínuo, para o aço SAE 5160

Anexo VI Rugosímetro

Anexo VII Dimensões dos corpos de prova de tração e impacto.

Anexo I - Fundamentação teórica da análise química do carbono pelo método gasométrico por combustão direta (volumétrica).

A análise química do carbono foi realizada através do método gasométrico por combustão direta (volumétrica). A análise química dos outros elementos foi realizada através de via úmida. Todas as análises foram realizadas conforme procedimento GI 13033-REV. 04 onde estão contempladas as normas para cada elemento:

1. NBR 5604 Determinação de carbono - método gasométrico por combustão direta.

2. NBR 6341 Determinação do manganês método do persulfato.

3. NBR 5607 Determinação de silício método de ácido-perclórico.

4. NBR 6340 Determinação do fósforo método alcalimétrico.

5. NBR 5610 Determinação de enxofre - método de evolução.

6. NBR 5615 Determinação de níquel - método da dimetilglioxima

7. NBR 6642 Preparação de amostras para análise química.

8. ASTM E 54 Chemical analysis of special Brassesam Bronzes.

9. NBR NM 87 – Aço Carbono e ligados para construção mecânica – designação e composição química.

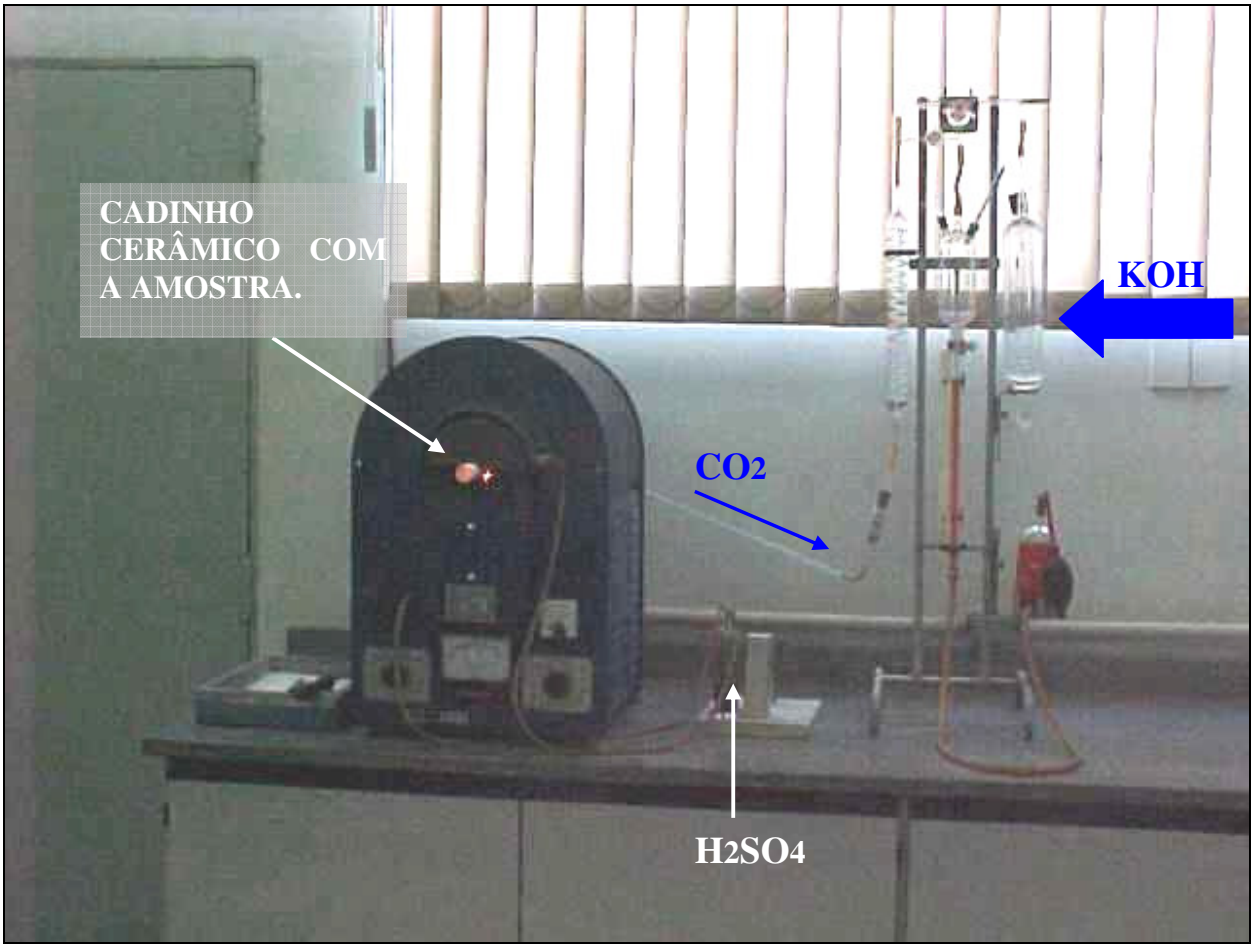


Figura I.1 – Equipamento para análise de carbono por combustão gasométrica.

A análise volumétrica do teor de carbono de um aço é feita a partir da retirada de amostra em forma de "cavacos" da região do meio-raio da secção redonda de barras, ou equivalente para secções quadradas. Essa amostra é colocada em um cadinho de porcelana e levada ao forno. Oxigênio é injetado dentro do cadinho, após passar pelo ácido sulfúrico concentrado que, por ser higroscópico, retira o vapor d'água existente no gás. O O2 passa pela amostra que libera, principalmente, carbono e enxofre, que reagem com o oxigênio e formam CO2 e SO2. Esses gases passam por um filtro de dióxido de manganês (MnO2) que retém o enxofre. O CO2 segue para uma solução de hidróxido de potássio (KOH) que reage com o mesmo e forma o carbonato de potássio (KCO3). O volume de gás carbônico absorvido é medido e utilizado para o cálculo do teor de carbono, conforme a equação abaixo:

EQUAÇÃO (1)

$$V0 = V(B0 - w)/ 760(1 + \alpha t)$$

V0 : Volume reduzido de CO_2("a seco")

V : Volume absorvido de CO_2

B0 : Pressão atmosférica (Barômetro) em mmHg.

W : Pressão de vapor da água.

α : Coeficiente de dilatação dos gases (α= 1/ 273)

t : Temperatura do líquido em ºC.

Podemos reescrever a equação(1) :

$$V0 = V(B0 - w)273/ 760(273 + t)$$

Mas, a água é retida no ácido sulfúrico, então podemos desprezar o w:

$$V0 = V(B0)273/ 760(273 + t)$$

Onde V0 é o teor de carbono, em porcentagem.

Anexo II - Fotos dos trabalhos e Equipamentos do laboratório da Bardella S.A. Indústrias Mecânicas.

Figura II.1 - Forno tipo “Mufla”

Figura II.2- Banco metalográfico.

Figura II.3– Máquina de ensaios Wolpert e realização dos ensaios de tração.

Figura II.4 – Máquina para ensaio de impacto e termopar de contato.

Figura II.5 – Durômetro e balança analítica.

Figura II.6 – Vidraria para análise química via úmida.

Anexo III - Curva de aquecimento do forno “mufla”

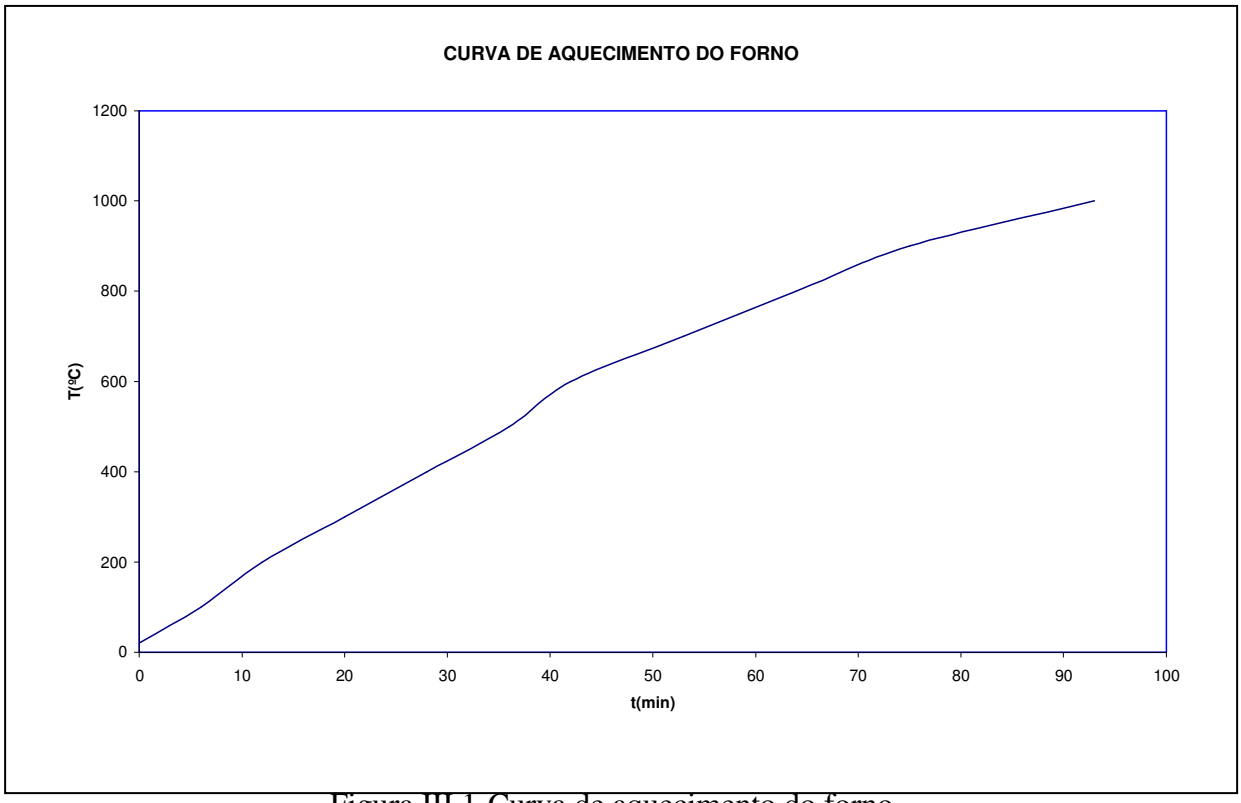


Figura III.1-Curva de aquecimento do forno.

Anexo IV - Espectro característico da análise de EDS

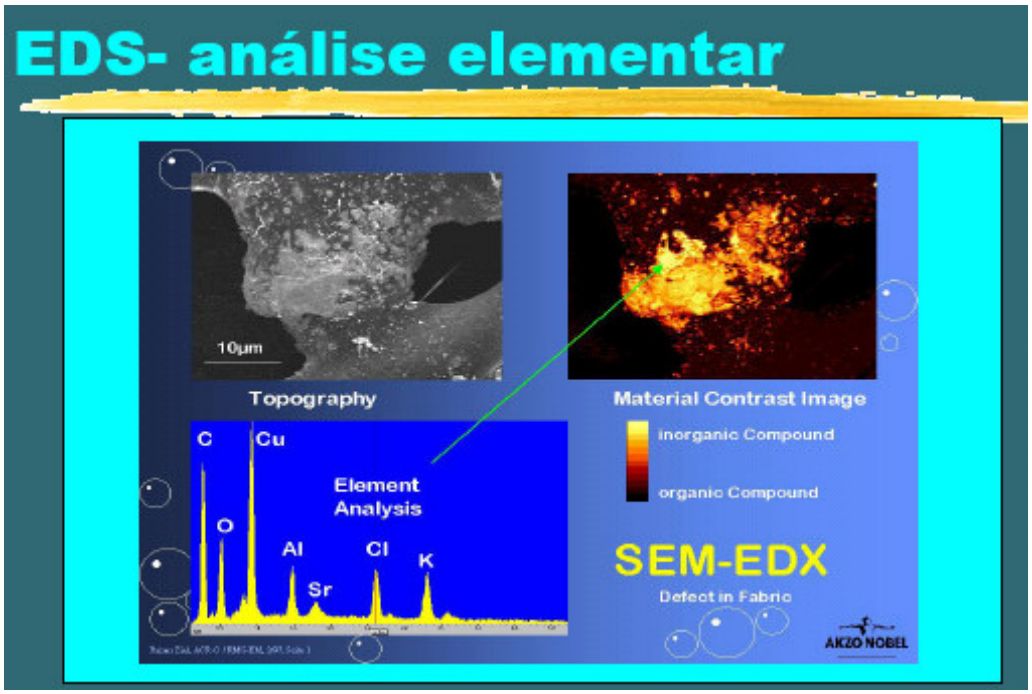


Figura IV.1- Espectro característico de EDS.

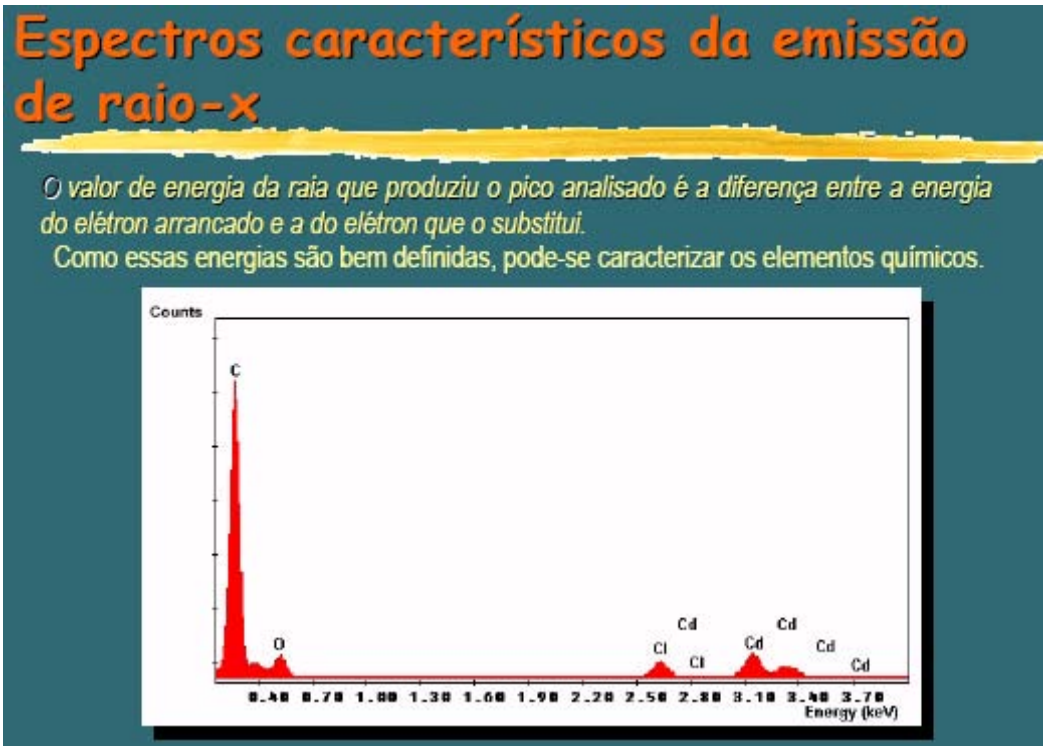


Figura IV.2- Espectro característico de raios-x.

Anexo V Diagrama de transformação em resfriamento contínuo, para o aço SAE 5160

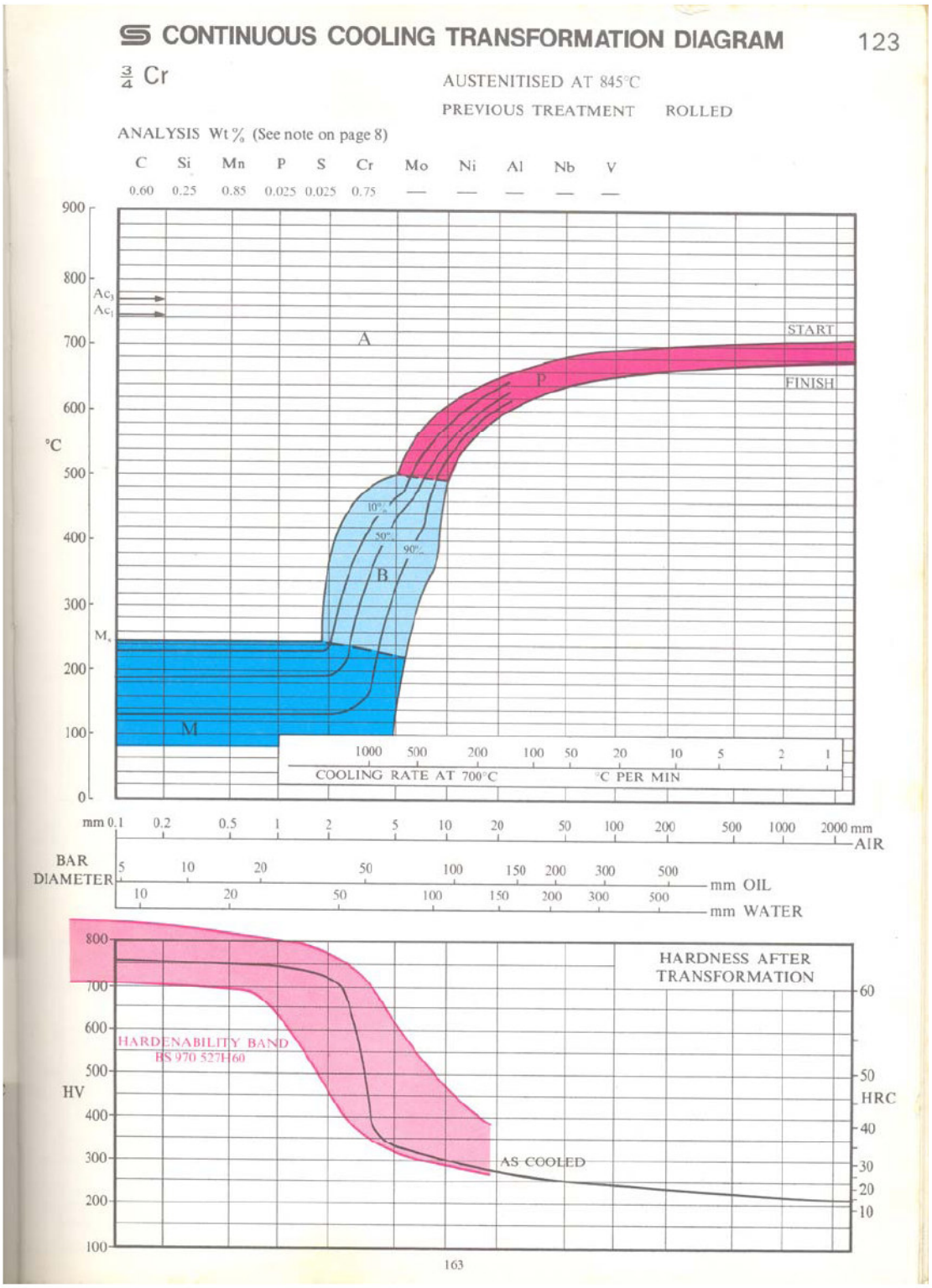
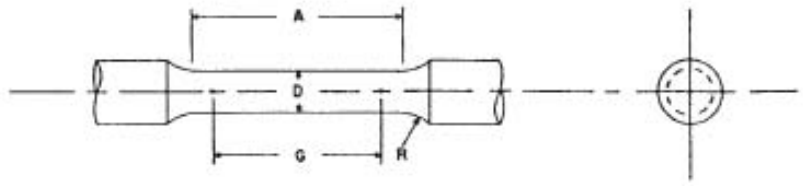


Figura V.1 – Diagrama TRC para o aço SAE5160. Fonte: Ref.[27].

Anexo VI Rugosímetro

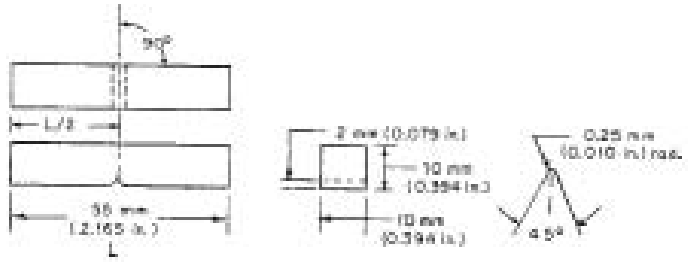
Figura VI.1 – Rugosímetro Mitutoyo Surfacetest - 211.

Anexo VII Dimensões dos corpos-de-prova



G – 50,0mm +/- 0,10
D – 12,5mm +/- 0,25
A – 60,0mm

Figura VII.1 **-** Dimensões do corpo-de-prova de tração conforme norma ASTM A 370



NOTE 1—Permissible variations shall be as follows:

Notch length to edge	90 ±2°
Adjacent sides shall be at	90° ± 10 min
Cross-section dimensions	±0.075 mm (±0.003 in.)
Length of specimen (L)	+ 0, − 2.5 mm (+ 0, − 0.100 in.)
Centering of notch (L/2)	±1 mm (±0.039 in.)
Angle of notch	±1°
Radius of notch	±0.025 mm (±0.001 in.)
Notch depth	±0.025 mm (±0.001 in.)
Finish requirements	2 µm (63 µin.) on notched surface an opposite face; 4 µm (125 µin.) on other two surfaces

Figura –VII.2 – Dimensões do corpo-de-prova de impacto – Charpy, conforme ASTM A 370.