

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR RUI'S CAMARGO
TOKIMATSU E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 10 / 03 / 95.
[Assinatura]
ORIENTADOR

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

**INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS E PROCEDIMENTOS
DE ENSAIO, NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UM AÇO DE ULTRA-
ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA.**

N^o de Publicação
FEM 04 / 95

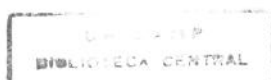
autor : Ruís Camargo Tokimatsu

orientador : Prof. Dr. Itamar Ferreira

Tese apresentada à Comissão de Pós-Graduação da
Faculdade de Engenharia Mecânica-UNICAMP, como
parte dos requisitos necessários para obtenção do título de
DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA

Campinas, S.P. - Brasil

março de 1995



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA CENTRAL - UNICAMP

Tokimatsu, Ruís Camargo

T573i Influência de parâmetros microestruturais e procedimentos de ensaio, no comportamento mecânico de um aço de ultra-alta resistência e baixa liga / Ruís Camargo Tokimatsu. - - Campinas, SP : [s.n.], 1995.

Orientador : Itamar Ferreira.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Propriedade mecânica dos metais. 2. Aço-Tratamento térmico. 3. Aço-Fratura. 4. Aço de alta resistência. I. Ferreira Itamar. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título

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

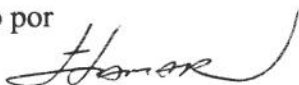
Tese de Doutorado

**Influência de Parâmetros Microestruturais e Procedimentos
de Ensaio, no Comportamento Mecânico de um Aço de
Ultra-Alta Resistência e Baixa Liga.**

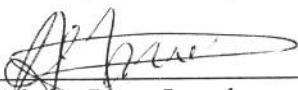
Autor : Ruís Camargo Tokimatsu

Orientador : Prof. Dr. Itamar Ferreira

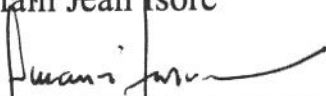
Aprovado por



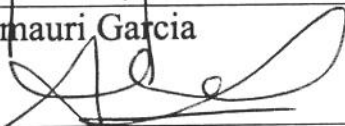
Prof. Dr. Itamar Ferreira , Presidente



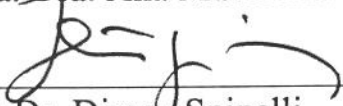
Prof. Dr. Alain Jean Isoré



Prof. Dr. Amauri Garcia



Prof. Dra. Ana Maria Martinez Nazar



Prof. Dr. Dirceu Spinelli

Campinas, 10 de março de 1995

Agradecimentos Pessoais

- Ao Prof. Dr. Itamar Ferreira, orientador e amigo, pela orientação segura e confiança em mim depositada.
- À Profa. Dra. Cecília Amélia Carvalho Zavaglia, do DEMA/FEM/UNICAMP, pela amizade, apoio, compreensão e incentivo.
- Ao Prof. Dr. Mauro Monteiro Garcia de Carvalho, Coordenador do Laboratório de Pesquisa em Dispositivos (LPD) do Instituto de Física - UNICAMP, por autorizar a utilização das dependências e equipamentos do laboratório. Ao José Lino Gonçalves, ao engenheiro Clóvis Eduardo Mazzotti de Oliveira e ao engenheiro João Hermis, técnicos especializados do LPD, pelo coleguismo e pelas enormes facilidades colocadas à minha disposição, durante a realização dos tratamentos térmicos.
- Ao Prof. Dr. Ricardo E. Medrano, responsável pelo Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto de Física - UNICAMP, por autorizar a utilização das dependências e equipamentos do laboratório. Ao técnico Paulo Eduardo Bonafé, pelo auxílio e colaboração.
- Ao Robson Luis Braga, engenheiro da TELEBRAS; ao Marco Antonio Trincha Pallini, engenheiro da Bosch; ao José Fernando Lorero e ao Ricardo Cury Ibrahin, colegas de pós-graduação; ao acadêmico Ronaldo Bruno dos Santos, aluno do DEM/FEIS/UNESP; ao Juno Galego e ao Daniel Yvan Martin Delforge, professores do DEM/FEIS/UNESP; pela preciosa colaboração em diferentes etapas deste trabalho.
- À Rita Helena Buzzo Jacon, metalógrafa do DEMA/FEM/UNICAMP, pelas facilidades propiciadas, e por conceder ampla liberdade de trabalho com os equipamentos de microscopia óptica e eletrônica.
- Ao Darci Alves Ribeiro e ao Marino Teixeira Caetano, técnicos do DEM/FEIS/UNESP, pela confecção de grande parte dos corpos de prova. Ao Antônio Laerte Struziato (grande Laerte) e José Luís Lisboa, técnicos do DEMA/FEM/UNICAMP, pela confecção de dispositivos especiais e outra parte dos corpos de prova.

- Ao Elias de Carvalho Silveira e à Mauricia Aparecida B. Homem, desenhistas da FEIS/UNESP, pela confecção de grande parte dos desenhos.
- À Rosemary Galana Gerlin, secretária do DEM/FEIS/UNESP, pela digitação inicial do trabalho. À Edileusa Alencar Oliveira, pelo espírito de colaboração.
- Ao Elias Amaral dos Santos, auxiliar acadêmico do DEM/FEIS/UNESP, pela digitação de grande parte do texto, e pelo valoroso apoio durante a fase de diagramação do trabalho.
- Aos funcionários das bibliotecas das várias unidades da UNICAMP e às funcionárias da biblioteca da FEIS/UNESP, pela competência , presteza, e empenho em localizar os artigos de interesse.
- À Denise Aparecida Villela e Ana Soares, funcionárias da CPG/UNICAMP, pela cordialidade, boa vontade , e esclarecimentos durante a tramitação de documentos.
- Aos colegas de pós-graduação Manassés da Costa Agra Mélo, Carlos Tomiyoshi, Ítalo Ataíde Notado, Marcos Morello, Adriana F. Bueno Braga , Miriam de Lóudes N. M. Mello, Mário Ynoue, Fernando de Azevedo Silva, Edson Roberto Cau , pela amizade compartilhada.
- Aos membros da banca examinadora, Prof Dr. Alain Jean Isoré, Prof. Dr. Amauri Garcia, Profa. Dra. Ana Maria Martinez Nazar, e Prof. Dr. Dirceu Spinelli, que me deram a honra de julgar este trabalho.

Agradecimentos Especiais

- À Ró, grande amiga, grande companheira e querida esposa, pelo apoio incondicional.
- À Tábata, à Talita, e à Thamy, minhas filhas, por se esforçarem para aceitar meu ritmo de trabalho.

Agradecimentos Institucionais

- Ao DEMA/FEM/ UNICAMP, pela acolhida e pelas condições de trabalho oferecidas.
- Ao DEM/FEIS/UNESP, pela oportunidade e facilidades concedidas.
- À Eletrometal, pela doação do material utilizado.
- À CAPES e ao CNPQ, pelo apoio financeiro.
- Ao Laboratório de Metrologia, do DEM/FEIS/UNESP.
- Ao Laboratório de Máquinas Operatrizes, do DEM/FEIS/UNESP.
- Ao Laboratório de Microscopia Óptica, do DEM/FEIS/UNESP.
- Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica, do DEMA/FEM/UNICAMP.
- Ao Laboratório de Metalografia, do DEMA/FEM/UNICAMP.
- Ao Centro de Tecnologia - CT / UNICAMP.
- Ao Núcleo de Apoio Computacional - NAC, do DEM/FEIS/UNESP.
- Ao Polo Computacional, da FEIS/UNESP.

À Ró, minha adorável esposa

à Tábata, à Talita, e à Thamy, minhas queridas
princesinhas

ao Ruis e à Innocência, meus grandes amigos,
meus pais.

TOKIMATSU, R. C. Influência de parâmetros microestruturais e procedimentos de ensaio, no comportamento mecânico de um aço de ultra-alta resistência e baixa liga. Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Campinas, S.P., 1995, 435p.

RESUMO

Os aços de ultra-alta resistência e baixa liga, estão bem estabelecidos tecnologicamente, e a despeito da versatilidade, baixo preço, e excelente resistência mecânica, esses aços possuem sérias limitações. O grande desafio tecnológico, no desenvolvimento dos aços de ultra-alta resistência, está em propiciar aumentos simultâneos de resistência e tenacidade. O aumento de tenacidade à fratura desses aços está diretamente ligado à eficácia do controle microestrutural. Nas últimas décadas, ocorreram drásticas mudanças nos conceitos metalúrgicos, o que possibilitou significativos avanços. Com o desenvolvimento da mecânica da fratura e com o aprimoramento das técnicas de caracterização microestrutural, a capacidade de análise melhorou expressivamente. Em decorrência, a relação entre microestrutura e tenacidade à fratura tem sido continuamente aperfeiçoada. Atualmente, é considerável o esforço de pesquisa direcionado para tentar melhorar a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência, sem reduzir a resistência mecânica. Este é exatamente o objetivo central do presente trabalho. Para tanto, utilizou-se duas variações de um aço de ultra-alta resistência mecânica, de qualidade aeronáutica, denominado 300M. Os tratamentos térmicos empregados foram caracterizados por distintas temperaturas de austenitização (1143 K e 1373 K) e revenido (473K, 603K, 703K e 823 K). O comportamento mecânico foi estabelecido através de ensaios de dureza (HV), tração convencional (σ_e , σ_r , $\phi\%$, n) e tenacidade à fratura (K_{IC} e CTODc). Informações complementares foram obtidas através de metalografia óptica, fractografia e difração de raio-x. Discute-se a influência de diferentes parâmetros microestruturais e de variáveis de ensaio no comportamento à fratura dos aços; considerando-se a influência de traços de titânio, temperatura de austenitização, temperatura de revenido, tamanho de grão, espessura do corpo de prova e "heat tinting". O titânio, encontrado em quantidades diferenciadas (40ppm e 150ppm) nos dois aços 300M, não exerceu qualquer efeito significativo sobre as propriedades mecânicas. Os precipitados ricos em titânio, apesar de estáveis termicamente, mostraram-se muito grosseiros. A austenitização a alta temperatura (1373 K), ao invés da austenitização convencional (1143 K), resultou em um aumento acentuado da tenacidade à fratura, para as condições como-temperado e, temperado e revenido (até 603 K). Com o revenido ao redor de 703 K, foi evidente uma selha-FMR(Fragilização da martensita revenida) profunda para o aço austenitizado a 1373 K, enquanto que a mesma foi apenas superficial para o aço austenitizado na temperatura convencional. Foi observado também que, na região da FMR, a temperatura de austenitização interfere no caminho de propagação da trinca. O mecanismo que conduz à FMR é demasiadamente complexo. Muito possivelmente, a FMR não pode ser atribuída a um único fator como a precipitação de cementita intra-ripa, decomposição da austenite retida ou segregação de impurezas. O fenômeno resulta de uma interação mútua entre esses fatores. Com a austenitização a 1373K a tenacidade à fratura aumentou, apesar do expressivo crescimento de grão. Contrariando a expectativa, apesar dos corpos de prova utilizados neste trabalho não obedecerem ao requisito de espessura mínima recomendado pela ASTM E-399/90, os valores obtidos de tenacidade à fratura mostraram-se muito próximos dos valores de K_{IC} encontrados na literatura. Acredita-se que a alta sensibilidade utilizada no ensaio permitiu detectar o início do crescimento de trinca sob condições de deformação plana ("pop-in"), e isto foi suficiente para compensar a espessura reduzida dos corpos de prova. Foi constatado que o "heat tinting" exerce uma grande influência sobre a tenacidade à fratura de corpos de prova na condição como-temperado.

Palavras chave : 1.Resistência mecânica. 2. Tenacidade à fratura. 3.Aços de alta resistência 4. Tratamentos térmicos. 5.Fragilização da martensita revenida. 6.Tamanho de grão.

TOKIMATSU, R. C. The effect of microstructural parameters and test procedures on the mechanical behaviour of an ultra-high strength and low alloy steel. Doctoral Thesis, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Campinas, S.P., 1995.

ABSTRACT

The ultra-high strength and low alloy steels are very established and independent of versatility, low price, and excellent strength, these steels have several limitations. The technological challenge, in terms of development of these steels, is to obtain high levels of both strength and toughness simultaneously. The increase of fracture toughness of these steels depends on the efficiency in controlling the microstructure. In the last decades remarkable advances have been made in improving these steels due to the drastic changes on the metallurgical concepts. The analysis capacity has increased in a very expressive way with the development of fracture mechanics and microstructural characterization techniques. As a result, the relationship between microstructure and fracture toughness has continuously improved. Nowadays, there is a significant research effort in terms of increasing the fracture toughness of the ultra-high strength steels without decreasing the strength. This is exactly the central objective of this work. For that, has been utilized two variation of an ultra-high strength aeronautical steel, named 300M. These steels were heat treated in two austenitizing temperature (1143K and 1373K) and four tempering temperature (473K, 603K, 703K, and 823K). The mechanical behaviour has been characterized by hardness (HV), tension (σ_{ys} , σ_{ut} , ϕ , and n), and fracture toughness (K_{IC} and $CTOD_C$) tests. Complementary informations were obtained by metallography, fractography, and x-ray diffraction. The effect of different microstructure parameters and test procedure on the mechanical behavior has been discussed in terms of the effect of titanium contents, austenitizing temperature, tempering temperature, grain size, specimen thickness, and heat tinting. The titanium, found in different quantities (40ppm and 150ppm) for each one 300M steel, did not effect significantly the mechanical properties; the precipitate particles rich in titanium are thermal stables and coarse. The high temperature austenitizing (1373K) showed a sharp increase in fracture toughness for the as-quenched and tempered (up to 603K) conditions. It was evident a sharp embrittlement for the 703K tempering temperature - tempered martensite embrittlement (TME) -, and it was not observed a sharp embrittlement for the specimens austenitized at 1143K for this tempering temperature. It was observed that in the TME region the austenitizing temperature effects the crack propagation path. The TME mechanism is very complex. Probably, the TME can not be due to only one factor as the intralath cementite precipitation, residual austenite decomposition, or impurities segregation. The TME phenomenon is a result of the interaction of these factors. There was an increase in the fracture toughness for the 1373K austenitizing temperature in spite of the increase in the grain size. In contrasting the expectancy, the fracture toughness values obtained in this work, using very thin specimens, were very closed to the K_{IC} found in the literature on ultra-high strength steels, in spite of the minimal thickness requirement of the ASTM E 399/90. It is believed that the high sensitivity used in the tests make possible to detect the crack growth onset in plane strain conditions (pop-in), and this was sufficient to compensate the very thin specimen thickness. It was observed that the heat tinting has a big effect on the fracture toughness for the as-quenched condition.

Key words: 1. Strength. 2. Fracture toughness. 3. High strength steels. 4. Heat treatments. 5. Tempered martensite embrittlement. 6. Grain size.

Lista de símbolos

Letras romanas

A	- designa uma das variações do aço 300M
A	- quantidade de elemento químico em solução
AB	- composto químico
A _o	- área média da seção reta da parte útil do corpo de prova antes da aplicação de carga
A _f	- área da menor seção do corpo de prova após a ruptura
A _{C3}	- limite superior da zona crítica
A _{cm}	- solubilidade máxima do carbono no ferro gama
A _T	- quantidade total de elemento químico
a	- comprimento da trinca
a _o	- comprimento inicial da trinca
a _f	- comprimento da pré-trinca de fadiga
B	- boro
B	- designa uma das variações do aço 300M
B	- espessura do corpo de prova
B	- quantidade de elemento químico em solução
B _s	- extensão da fratura oblíqua
B _F	- extensão da fratura plana
B _O	- espessura do corpo de prova correspondente à máxima tenacidade à fratura
B _{min}	- espessura mínima do corpo de prova para prevalecer a condição de deformação plana
B _T	- quantidade total de elemento químico
b	- vetor de Burgers da discordância
C	- carbono
C	- constante
Cu	- cobre
Cr	- cromo
COD	- deslocamento de abertura da trinca (Crack Opening Displacement)
CTOD	- deslocamento de abertura da ponta da trinca (Crack Opening Tip Displacement)
CTODc	- parâmetro de tenacidade à fratura que caracteriza o crescimento instável da trinca no caso de fratura instável, ou quando ocorre “pop-in”
CTODu	- parâmetro de tenacidade à fratura que caracteriza o início do crescimento instável, precedido de crescimento estável de trinca
CTODi	- parâmetro de tenacidade à fratura que caracteriza o início de crescimento estável da trinca

CTOD _m	- parâmetro de tenacidade à fratura que caracteriza o início de crescimento da trinca relacionado com a máxima carga
CTOD _e	- componente elástica do CTOD
CTOD _p	- componente plástica do CTOD
D	- constante
d	- percurso do pulso ultra-sônico
d	- diâmetro do grão cristalino
d _C	- distância crítica
d _f	- diâmetro da menor seção do corpo de prova após a ruptura
E	- módulo de elasticidade
E _T	- energia de fratura crítica total
E _S	- fração de energia dissipada na fratura oblíqua
E _F	- fração de energia dissipada na fratura plana
f(a/W)	- fator de correção geométrico
Fe ₃ C	- carboneto de ferro ou cementita
G	- módulo de rigidez
G	- energia livre
ΔG	- energia de ativação
ΔG ^{QM}	- variação da energia química livre
ΔG ^{MEC}	- variação da energia mecânica livre
ΔG ^{TR}	- diferença entre as energias livres , na temperatura de têmpera
H	- dureza
J _{IC}	- tenacidade à fratura em condições elasto-plástica, sob carregamento monotônico
J _{ID}	- tenacidade à fratura em condições elasto-plástica, sob carregamento de impacto
K	- coeficiente de resistência
K	- fator de resistência do contorno de grão
K	- fator de intensificação de tensões
K _A	- tenacidade à fratura aparente
K _I	- fator de intensificação de tensões em modo I de abertura de trinca
K _C	- fator de intensificação de tensões crítico
K _{IC}	- tenacidade à fratura em condições de deformação plana, sob carregamento monotônico
K _{ID}	- tenacidade à fratura em condições de deformação plana, sob carregamento de impacto
K _Q	- candidato a K _{IC}
K _G	- tenacidade à fratura do contorno de grão

K_M - tenacidade à fratura da matriz
 K_{QC} - valor de K obtido a partir do CTODc
 K_{Qe} - valor de K obtido a partir do CTODE
 $K_{f_{min}}$ - fator de intensificação de tensões em fadiga mínimo
 $K_{f_{max}}$ - fator de intensificação de tensões em fadiga máximo
 ΔK - intervalo de variação do fator de intensificação de tensões
 K - taxa de aumento do fator de intensificação de tensões
 l - espaçamento entre partículas
 $\log$ - logaritmo de base 10
 M - comprimento do entalhe
 Mn - manganês
 Mo - molibdênio
 M_S - temperatura de início de formação da martensita
 M_f - temperatura de final de formação da martensita
 N - nitrogênio
 Ni - níquel
 Nb - nióbio
 NbC - carboneto de nióbio
 n - coeficiente de encruamento
 P - fósforo
 P - carga
 P_{min} - carga mínima
 P_{max} - carga máxima
 P_A - peso da amostra a seco
 P_H - peso da haste parcialmente mergulhada em água
 P_M - peso da amostra mais o peso da haste mergulhada em água
 P_Q - carga para início da fratura
 p, q - fração em massa
 r_p - fator de rotação plástica
 r_p - raio da zona plástica
 S - enxofre
 S - espaçamento entre os pontos de aplicação da carga
 Si - silício
 Sn - estanho
 S_p - espaçamento interlamelar da ferrita

s	- arco do “shear lip”
T	- temperatura
T ₀	- temperatura de intersecção das curvas de energia livre
Ti	- titânio
TiN	- nitreto de titânio
TiC	- carboneto de titânio
T _R	- temperatura de resfriamento na têmpera
t	- tempo
Δt	- intervalo de tempo
V	- vanádio
VC	- carbonitro de vanádio
VN	- nitreto de vanádio
V(C,N)	- carbonitreto de vanádio
V _p	- componente plástica do COD
V _L	- velocidade longitudinal
V _T	- velocidade transversal
$\bar{x}$	- diâmetro médio de partícula
Z	- distância do ponto de medição do COD até a superfície do corpo de prova
Zr	- zircônio
ZrN	- nitreto de zircônio
W	- largura do corpo de prova

Letras gregas

ϕ	- diâmetro
$\phi \%$	- coeficiente percentual de estricção
$\eta \%$	- porcentagem de fratura oblíqua
λ	- espaçamento entre partículas
ν	- coeficiente de Poisson
θ	- ângulo
α	- ferrita
ρ	- densidade
ρ	- raio de ponta do entalhe
ρ_0	- raio de ponta limite

ρ_{H_2O}	- densidade da água
γ	- fase gama; austenita
ϵ	- deformação em geral
ϵ	- deformação verdadeira
ϵ_f	- deformação de fratura nominal
ϵ_f^*	- deformação de fratura local
σ	- tensão em geral
σ	- tensão verdadeira
σ_e	- limite de escoamento
σ_r	- limite de resistência
σ_{ef}	- tensão efetiva de escoamento
σ_f	- tensão de fratura nominal
σ_f^*	- tensão de fratura local
σ_o, σ_i	- tensão de atrito
σ_o	- tensão de Peierls
σ_N	- tensão nominal
σ_s	- endurecimento por solução sólida
σ_D	- endurecimento por discordâncias
σ_G	- endurecimento pelo grão
σ_{SG}	- endurecimento pelo sub-grão
σ_P	- endurecimento por precipitação
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	- tensões principais
$\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$	- tensões normais
τ	- tensão de cisalhamento
τ_{max}	- tensão de cisalhamento máxima
τ_e	- tensão de escoamento
τ_i	- tensão de atrito
τ_{pic}	- tensão de cisalhamento à frente do empilhamento de discordâncias

Siglas e Abreviações

A	- austenita
AES	- Auger Eletron Spectroscopy (espectroscopia de eletron Auger)
AISI	- American Iron and Steel Institute
ARBL	- Alta Resistência e Baixa Liga
ASTM	- American Society for Testing Materials
AUST.	- austenitização
a.C.	- antes de Cristo
BS	- British Standards
CCC	- estrutura cúbica de corpo centrado
CFC	- estrutura cúbica de faces centradas
CHT	- com “heat tinting”
CPs	- corpos de prova
CP	- corpo de prova
CIA	- código de identificação da amostra
CALCTEN	- programa computacional que calcula os parâmetros de tenacidade à fratura
CT	- como-temperado
CCT	- curva de resfriamento contínuo
DCCG	- distribuição característica dos contornos de grão
F	- ferrita, fino
FVAR	- fração volumétrica de austenita retida
FMR	- fragilização da martensita revenida
FT	- faceta transversal
FL	- faceta longitudinal
FI	- faceta inclinada
frp	- fator de restrição plástica
G	- grosseiro
HV	- hard Vickers (dureza Vickers)
M	- martensita
MFLE	- Mecânica da Fratura Linear Elástica
MDEP	- Mecânica da Fratura Elasto-Plástica
MFD	- Mecânica da Fratura Dinâmica
MEV	- microscópio eletrônico de varredura
MET	- microscópio eletrônico de transmissão
NBR	- Norma Brasileira
NBS	- National Bureau of Standars
PA	- para análise

ppm	- parte por milhão
RA	- resfriado ao ar
REV	- revenido
ref	- referência
RESF.	- meio de resfriamento na têmpera
RF	- radio frequência
RE	- relação estequiométrica
RFG	- razão de forma do grão
RPEMM	- relação em peso entre elementos na massa metálica
SHT	- sem “heat tinting”
SAE	- Society of Automotive Engineers
t	- tonelada
TA	- temperatura ambiente
TR	- temperado e revenido
TI	- transformação isotérmica
TG	- tamanho de grão
TCC	- tetragonal de corpo centrado
TTT	- curva de resfriamento isotérmico (Temperatura - Tempo - Transformação)
TGPA	- tamanho de grão da austenita prévia
TMG	- tamanho médio de grão
TRIP	- Transformation - Induced Plasticity (plasticidade induzida por deformação)
VAR	- Vacuum Arc Remelted
VIM	- Vacuum Induction Melted

Termos em língua estrangeira

Knife edges	- dispositivo para fixação do “clip on gage”
clip on gage	- extensômetro de lâminas
heat tinting	- ataque térmico para marcar a superfície de fratura por fadiga
shear lip	- região de fratura oblíqua
pop-in	- fenômeno caracterizado por uma descontinuidade no diagrama carga-COD, decorrente do avanço mais rápido da trinca na região de maior triaxialidade de tensões
dimples	- processo de fratura caracterizado pela nucleação, crescimento, e coalescimento de microcavidades
void sheet	- lâminas de microcavidades

ÍNDICE

PARTE I - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1. - Falha Mecânica	3
1.2. - Mecânica da Fratura	5
1.2.1. - Origens da mecânica da fratura	6
1.2.2. - Campo de aplicação	7
1.3. - Avanços no Estudo da Fratura	11
1.4. - Aços - Aspectos Gerais	13
1.4.1. - Aços de ultra-alta resistência	17
1.4.2. - Melhora da tenacidade à fratura	19
1.5. - Objetivos	24
Referências Bibliográficas	25

PARTE II - MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

CAPÍTULO 2 - MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

2.1. - Materiais Utilizados	36
2.2.1. - Determinação do teor de nitrogênio	36
2.2. - Métodos Experimentais	38

2.2.1. - Confeção dos corpos de prova	38
2.2.2. - Tratamentos térmicos	42
2.2.3. - Ensaio de dureza	49
2.2.4. - Ensaio de tração	49
2.2.5. - Pré-trinca por fadiga	51
2.2.6. - Ensaio de tenacidade à fratura	56
2.2.7. - Método do pulso-eco ultra-sônico	61
2.2.8. - Microscopia óptica	68
2.2.9. - Microscopia eletrônica	68
2.2.10.- Difração de raio-x	69
Referências Bibliográficas	70

PARTE III - RESULTADOS

CAPÍTULO 3 - RESULTADOS

3.1. - Considerações Iniciais	70
3.2. - Ensaio Mecânicos	77
3.2.1. - Ensaio de dureza	77
3.2.2. - Ensaio de tração	78
3.3.3. - Ensaio de tenacidade à fratura	78
3.3. - Metalografia	94
3.4. - Fractografia	96
3.5. - Difração de Raio-x	96
3.5.1. - Tensões residuais	96
3.5.2. - Austenita retida	97
3.6. - Considerações Finais	98

PARTE IV - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES

CAPÍTULO 4 - A INFLUÊNCIA DE TRAÇOS DE TITÂNIO

4.1. - Considerações Iniciais	101
4.2. - Elementos Microligantes	104
4.2.1. - Os efeitos dos elementos microligantes nos aços	104
4.2.2. - Aspectos gerais - Microadições de titânio	109
4.3. - As Partículas de Titânio nos Dois Aços 300 M	112
4.3.1. - Características de precipitação/solubilização dos compostos	115
4.3.2. - Morfologia do Ti N	125
4.3.3. - O efeito sobre as propriedades mecânicas	134
4.4. - Conclusões	150
4.5. - Sugestões para Trabalhos Futuros	151
Referências Bibliográficas	151

CAPÍTULO 5 - A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO

5.1. - Considerações Iniciais	154
5.2. - Austenitização a Alta Temperatura	159
5.3. - Austenita Retida	162
5.3.1. - Fatores que controlam a quantidade de austenita retida	163
5.3.2. - Transformação da austenita retida	168
5.4. - Dissolução de Partículas	182
5.4.1. - O efeito do espaçamento entre partículas na tenacidade à fratura	186
5.5. - O Paradoxo da Tenacidade	190
5.6. - Conclusões	193

5.7. - Sugestões para Trabalhos Futuros	194
Referências Bibliográficas	195

CAPÍTULO 6 - A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE REVENIDO

6.1. - Considerações Iniciais	202
6.2. - Tipos de Fragilização pelo Revenido	214
6.3. - Micromecanismos de Fratura Associados com FMR	217
6.4. - Fatores que interferem no Caminho de Propagação de uma Trinca	220
6.4.1. - Temperatura de ensaio	220
6.4.2. - Tamanho da zona plástica	222
6.4.3. - Tamanho de grão	223
6.4.4. - “Design” do contorno do grão	224
6.5. - Causas da Fragilização da Martensita Revenida	229
6.5.1. - FMR associada com segregação de impurezas	231
6.5.2. - FMR associada com o carboneto de Ferro (Fe_3C)	242
6.5.2.1. - Carbonetos / FMR - intergranular	243
6.5.2.2. - Carbonetos / FMR - transgranular	246
6.5.3. - FMR associada com a austenita retida	251
6.5.3.1. - Instabilidade térmica da austenita retida	252
6.5.3.2. - Instabilidade mecânica da austenita retida	256
6.6. - A Complexidade do Mecanismo de FMR	260
6.6.1. - Alterações microestruturais	260
6.6.2. - Métodos para atenuar a FMR	274
6.7. - Conclusões	276
6.8 - Sugestões para Trabalhos Futuros	277
Referências Bibliográficas	278

CAPÍTULO 7 - A INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO

7.1. - Considerações Iniciais	289
7.2. - A Relação de Hall-Petch	290
7.3. - A Relação entre o Tamanho de Grão e a Tenacidade à Fratura (K_{IC}) do Aço 300M	305
7.4. - A Relevância do Tamanho de Grão segundo Raio de Ponta do Entalhe	318
7.5. - Uma Análise da Relação de Hall-Petch	334
7.6. - Conclusões	345
7.7. - Sugestões para Trabalhos Futuros	346
Referências Bibliográficas	347

CAPÍTULO 8 - A INFLUÊNCIA DA ESPESSURA DO CORPO DE PROVA

8.1. - Considerações Iniciais	354
8.2. - Efeitos de um Entalhe	355
8.3. - Influência da Espessura no Estado de Tensões	359
8.4. - A Influência da Espessura no Comportamento à Fratura	363
8.5. - A Influência da Espessura no Tamanho da Zona Plástica	365
8.6. - Influência da Espessura na Tenacidade à Fratura	370
8.7. - Critério para Definição da Espessura Mínima do Corpo de Prova	375
8.8. - Medidas de K_{IC} em Corpos de Prova de Espessura Reduzida	379
8.9 - Conclusões	407
8.10. - Sugestões para Trabalhos Futuros	408
Referências Bibliográficas	409

CAPÍTULO 9 - A INFLUÊNCIA DO “HEAT TINTING”

9.1. - Considerações Iniciais	415
9.2. - A Detecção do Problema	416
9.3. - Relaxação das Tensões Residuais	424
9.4. - Alterações Microestruturais	427
9.5. - Estabilização da Austenita Retida	429
9.6. - Conclusões	432
Referências Bibliográficas	433

CAPÍTULO 10 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

10.1. - Considerações Finais	436
------------------------------------	-----

PARTE I

INTRODUÇÃO

E

OBJETIVOS

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

- Falha Mecânica
- Mecânica da Fratura
- Estudo da Fratura
- Aços - Aspectos Gerais
- Objetivos
- Referências Bibliográficas

1.1. Falha Mecânica

A falha mecânica é um problema antigo e muito grave que está longe de ser completamente resolvido, apesar dos significativos avanços alcançados. As falhas, de maneira geral, são decorrentes dos seguintes fatores, que agem isoladamente ou de forma combinada [1, 2]:

- deficiência de projeto;
- seleção inadequada dos materiais;
- imperfeições no material;
- deficiências no processamento;
- erros de montagem;
- condições impróprias de operação;
- manutenção e inspeções inadequadas;
- ação agressiva do meio .

A análise de falha de um componente estrutural normalmente requer a identificação do tipo de falha [3]. A falha pode ocorrer devido à ação de um ou mais mecanismos de dano. Entretanto, existem quatro maneiras genéricas segundo as quais um componente mecânico pode deixar de cumprir as funções para as quais foi projetado [4,5]:

- danos superficiais;
- deformação elástica;
- deformação plástica;
- fratura.

Ainda que, evidentemente, qualquer tipo de falha seja indesejável, independente da sua origem, a fratura é o problema mais inquietante. As falhas estruturais decorrentes de fraturas têm provocado substanciais perdas materiais, paralização de

serviços essenciais e, muitas vezes, perdas de vidas humanas. Em decorrência, todos os anos são movidos processos litigiosos envolvendo bilhões de dólares. O “National Bureau of Standards” (NBS), em 1982, encomendou um estudo para avaliar os custos diretos e indiretos da fratura nos Estados Unidos. Este estudo, coordenado por Duga (citado na referência [6]), revelou, não inesperadamente, que os custos são realmente altos. Para o computo global foram considerados os custos diretos, associados com todas as espécies de acidentes oriundos da fratura, e os custos indiretos, decorrentes de estruturas superdimensionadas por causa da não uniformidade da qualidade dos materiais, inspeções efetuadas, reparos, e reposição de componentes devido à degradação em serviço. O custo total remonta algo em torno de 120 bilhões de dólares/ano. Note que esta é somente uma parcela do custo mundial. Com a nossa sociedade ficando cada vez mais complexa, como estes custos serão no futuro?

Um aspecto interessante do estudo do NBS são as estimativas sobre as possíveis reduções de custos. Foi sugerido que 35 bilhões de dólares/ano (30% do custo total) podem ser poupados se todo o conhecimento já adquirido for aplicado para melhorar o controle da fratura. Outros 28 bilhões de dólares/ano (23% do total) podem ser economizados com o resultado da aplicação de novos conhecimentos que se espera que sejam gerados no futuro.

A despeito das estimativas, é claro que a fratura é um problema sério, e muito mais pode ser feito do que é normalmente praticado. Considerando que a mecânica da fratura é relativamente uma novidade como uma disciplina de engenharia, sobretudo no Brasil, não é absolutamente surpresa que muitos projetistas, metalurgistas, inspetores de ensaios não-destrutivos, e outros profissionais correlacionados com a integridade estrutural, não empreguem a mecânica da fratura como uma ferramenta de engenharia, e nem tenham noção de como ela pode ser utilizada.

1.2. Mecânica da Fratura

A mecânica da fratura é uma aproximação fundamentada sobre algumas hipóteses simplificadoras, algumas conjecturas, e um volume considerável de informações experimentais. Ela exprime uma nova metodologia de projeto que contorna o dilema da tensão infinita na ponta de uma trinca, quando se aplica a teoria clássica da resistência dos materiais. Na essência, trata-se de uma ferramenta de análise quantitativa que permite prever o comportamento de uma estrutura trincada sob o efeito de tensões.

A engenharia da mecânica da fratura abrange várias áreas do conhecimento científico (Figura 1.1), mas está fundamentalmente alicerçada sobre a mecânica dos sólidos e ciência dos materiais. A mecânica dos sólidos é utilizada para descrever o campo de tensões e deformações à frente de uma trinca aguda. A ciência dos materiais permite relacionar o processo de fratura com aspectos relevantes da microestrutura dos materiais. O aumento do conhecimento neste campo tem possibilitado o desenvolvimento de materiais com maior resistência à fratura.

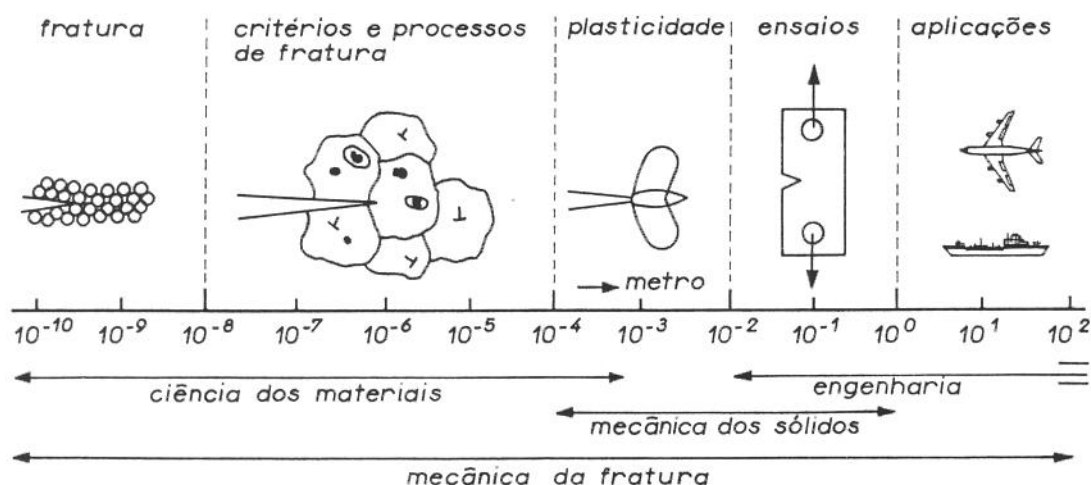


Figura 1.1. Áreas do conhecimento abrangidas pela mecânica da fratura [7].

1.2.1. Origens da Mecânica da Fratura

Um longo caminho foi trilhado até a mecânica da fratura se tornar uma ferramenta importante nos projetos de engenharia.

A origem da mecânica da fratura, como ela é entendida atualmente, sustenta-se sobre o trabalho de Griffith (estudo da fratura de vidros, em 1920) [8]. A idéia audaz introduzida por Griffith, foi supor que a resistência ao crescimento de uma trinca está relacionada com a quantidade de energia superficial necessária para formar uma nova superfície de trinca. Partindo dessa hipótese, Griffith formulou um balanço energético através da aplicação direta da segunda lei da termodinâmica. Com isso, ele estabeleceu um critério de fratura quantitativo que relaciona a resistência com o tamanho de trinca, para um sólido elástico ideal.

Ainda que subsequentes trabalhos tenham sido realizados, a fratura permaneceu durante algum tempo como curiosidade acadêmica [6]. Uma das razões pode ser atribuída à não aplicabilidade da teoria de Griffith aos metais. Neste tipo de material sempre ocorre alguma deformação plástica, de modo que, o critério fundamentado em um sólido elástico ideal é inadequado. A quantidade de energia necessária para causar a fratura de um metal é ordens de grandeza maior do que a correspondente energia superficial.

Indiferente, o problema da fratura permaneceu até a II Guerra Mundial quando sérios danos em navios, invólucros de mísseis e outras estruturas, trouxeram grande preocupação. É clássico o caso dos navios da série **Liberty**, construídos às pressas por solda elétrica, durante a guerra. Dos 4.694 navios construídos, 1.289 apresentaram fratura, sendo que 233 catastróficas, com perda total, dos quais 19 partiram-se ao meio [9]. A maioria das falhas ocorreu nos meses de inverno, tanto em navios em mares turbulentos quanto em navios sob baixa tensão - alguns fraturaram repentinamente apesar de ancorados no cais - de maneira aparentemente inexplicável [7]. O aspecto intrigante na fratura dos navios era o fato deles serem fabricados com chapas de aço dúctil, mas a fratura ocorria com limitado escoamento plástico.

Mais do que qualquer outro fator singular, o grande número de fraturas catastróficas ocorridas em navios, durante a II Guerra Mundial, deu um estímulo

mais intenso ao estudo da fratura, nos Estados Unidos e na Europa. Visto que, estas sérias e preocupantes fraturas poderiam colocar em risco todo o esforço de guerra dos aliados [10].

Os inúmeros acidentes ocorridos propiciaram um forte questionamento quanto à validade da metodologia de projeto até então empregada. Ainda que, o aspecto frágil da fratura dos navios pudesse ter imediatamente sugerido o uso da teoria de Griffith, outras aproximações foram tentadas primeiro. Entretanto, devido à impossibilidade de relacionarem resistência e tamanho de trinca, foram consideradas inadequadas.

No final da década de 40, o balanço energético de Griffith foi reavaliado por pesquisadores que estavam interessados no problema da fratura frágil de estruturas metálicas. Através da difração de raio-x ficou comprovado que mesmo em materiais metálicos que fraturaram de maneira frágil, ocorria deformação plástica sob a superfície de fratura. Este fato levou Irwin [11] e Orowan [12], independentemente, a concluir que a equação do balanço energético, para ser aplicada aos metais, precisava ser modificada.

Para consolidar os fundamentos da mecânica da fratura linear elástica duas contribuições foram importantes. A primeira, reformular o balanço energético de Griffith, de modo a torná-lo compatível com os metais. A segunda, definição da técnica para calcular a taxa de liberação de energia crítica (tenacidade à fratura). A partir de então, iniciou-se o processo de consolidação da mecânica da fratura como uma poderosa metodologia do projeto estrutural.

1.2.2. Campo de Aplicação

No início, o grande interesse pela mecânica da fratura foi devido à inabilidade da teoria de falha convencional em tratar o problema da fratura frágil de certos componentes estruturais. Entretanto, ao longo do tempo, com o contínuo desenvolvimento, seu campo de aplicação foi consideravelmente ampliado. Atualmente, ela possui várias ramificações (Figura 1.2), que tratam de diferentes aspectos da fratura dos materiais.

A mecânica da fratura ainda não está completamente estabelecida em todas as suas ramificações. Destas, a mecânica da fratura linear elástica é a que possui a fundamentação mais sólida. Todavia, sua utilização tem se consolidado em todos os segmentos, estando já disponível em volume considerável de informações. Muitas pesquisas têm sido realizadas para melhorar sua base conceitual, de modo a torná-la cada vez mais realista, como proposta de projeto. Seus conceitos, desde a sua formulação inicial, têm sido aceitos e utilizados pela indústria. Especialmente pelas indústrias aeroespacial e aeronáutica, onde geralmente os avanços não são divulgados.

O protótipo do bombardeiro supersônico B-1, desenvolvido mediante contrato da Força Aérea (USA) com a Rockwell International Corp., em 1970, foi a primeira aeronave militar que empregou a mecânica da fratura como ferramenta de detalhamento e desenvolvimento de projeto, e também nos ensaios de vários componentes da aeronave. O sucesso obtido com a mecânica da fratura assegurou seu uso em todos os subsequentes projetos de aeronaves militares [13].

Ainda que, a utilização da mecânica da fratura não esteja tão difundida, a tendência é que ela seja cada vez mais empregada no futuro. Nenhum componente estrutural está isento de uma condição defeituosa. Trincas, são defeitos latentes nos materiais, que acabam surgindo de uma maneira ou de outra. Consequentemente, todos os componentes estruturais são passíveis de serem tratados por essa metodologia. Sobretudo, devido aos novos ditames sociais, que apontam para necessidade do uso racional de energia e materiais, associado a uma alta confiabilidade estrutural.

A aplicação da mecânica da fratura para assegurar a integridade estrutural introduziu uma série de procedimentos para prevenir a falha de componentes. Estes procedimentos começam com o metal no estado líquido e são conduzidos através de todas as operações de manufatura, até a montagem do componente [13]. Na fase de projeto e análise, a configuração geométrica e o tamanho do componente, bem como os ensaios estruturais para verificar a confiabilidade do desempenho, são determinados com base na metodologia prescrita pela mecânica da fratura.

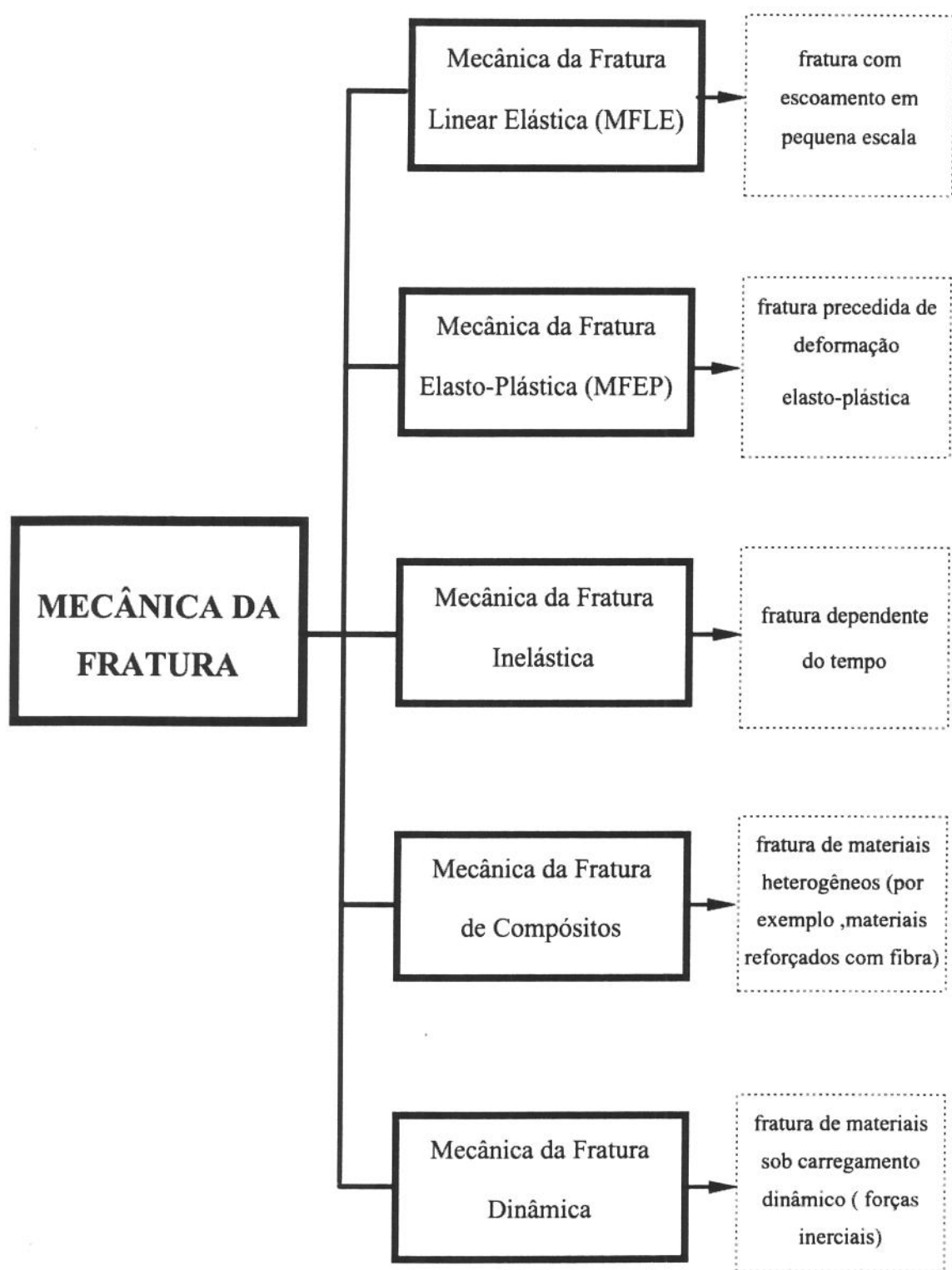


Figura 1.2. Ramificações da mecânica da fratura.

O critério de fratura estabelecido pela mecânica da fratura relaciona duas entidades distintas:

- campo de tensões à frente da trinca;
- propriedades de fratura do material.

O campo de tensões à frente da trinca é determinado pela mecânica dos sólidos através de diferentes métodos (analíticos, numéricos ou experimentais). As propriedades de fratura do material são determinadas através de ensaios laboratoriais. A propriedade intrínseca dos materiais, que expressa a resistência à propagação de trinca, é denominada de tenacidade à fratura. Este é o parâmetro fundamental para definir a condição crítica de fratura, em senso macroscópico. Cabe observar, entretanto, que existem diferentes parâmetros de tenacidade à fratura. Cada uma das ramificações da mecânica da fratura (Figura 1.2) possui um ou mais parâmetros de tenacidade à fratura. As condições de fratura (nível de deformação plástica, tipo de carregamento, e outros) determinam qual é o melhor parâmetro para caracterizá-la. A precisão em prever a condição crítica de fratura depende da seleção adequada do parâmetro de tenacidade à fratura.

Na sua forma mais básica a mecânica da fratura pode ser empregada para:

- determinar a máxima carga de operação segura, em função da localização e tamanho da trinca;
- determinar, para uma dada carga aplicada, o tamanho de trinca admissível.

Entretanto, a mecânica da fratura não se limita apenas em determinar a combinação crítica trinca/carga para fratura. Ela também pode ser utilizada para avaliar o crescimento de trinca, a partir de um tamanho benigno até a condição crítica. Esta é uma abordagem recente de projeto. Trata-se do reconhecimento de que a presença de uma trinca pode não comprometer o desempenho de uma estrutura de engenharia. Diferentemente da abordagem convencional. Uma das recomendações clássicas de projeto, fundamentada na prudência, reza que altas concentrações de tensões devem ser evitadas. De modo que, componentes trincados devem ser imediatamente reparados ou retirados de serviço. Esta abordagem tem sido razoavelmente eficaz na

prevenção da falha catastrófica. Entretanto, a necessidade de racionalizar os recursos, tem imposto a utilização mais efetiva dos materiais. Desta forma, o custo para reparar ou substituir um componente trincado deve ser contrabalançado com a possibilidade do componente continuar em serviço e poder acarretar numa falha. Este novo conceito de engenharia, conhecido como dano tolerado (damage tolerance), tem sido desenvolvido para fornecer um guia quantitativo desta proposta. Toda a estratégia consiste em não permitir que a trinca cresça até o tamanho crítico, durante a vida em serviço [6, 14, 15]. São três os fatores que têm fortalecido a aplicação do conceito do dano tolerado:

- a presença de uma trinca não necessariamente desqualifica um componente estrutural, ou seja, não significa que a vida útil do componente chegou ou está próxima do fim;
- a melhora da sensibilidade dos ensaios não-destrutivos tem possibilitado detectar defeitos cada vez menores, no interior dos materiais;
- o desenvolvimento de métodos quantitativos, de satisfatória acuracidade, que permitem estimar o tamanho de trinca tolerado de modo a garantir a integridade estrutural sob qualquer tipo de carregamento.

1.3. Avanços no Estudo da Fratura

As propriedades mecânicas dos materiais, especialmente as ligadas à deformação plástica e fratura, são fortemente dependentes da microestrutura. Desta forma, o tratamento destas propriedades pela mecânica do contínuo esbarra em limitações. É óbvio que na análise mecânica é preciso incorporar a influência da microestrutura do material. Os avanços na mecânica microestrutural possibilitaram um melhor entendimento sobre o comportamento mecânico dos materiais. Com o desenvolvimento da teoria das discordâncias, consideráveis avanços foram observados no entendimento do comportamento plástico dos metais. Entretanto, devido à maior complexidade, a teoria da mecânica microestrutural da fratura ainda não está satisfatoriamente desenvolvida [17-21]. Ainda não é possível estabelecer, de maneira plenamente satisfatória, a influência da

microestrutura sobre o processo de fratura. Tais dificuldades podem ser atribuídas a dois fatores:

- o grande número de parâmetros microestruturais que exercem influência;
- as dificuldades em descrever com precisão todos os aspectos relevantes da microestrutura.

O fenômeno da fratura é muito complexo e, normalmente, vários processos físicos operam simultaneamente, tais como: decoesão, movimentação local de discordâncias, maclação, difusão, variações químicas locais, e outros [22]. Além disso, as ferramentas utilizadas no estudo da fratura estão ainda muito fragmentadas.

A despeito das limitações, o campo científico concernente à fratura dos sólidos tem progredido constantemente, na mesma proporção em que vão surgindo novas técnicas experimentais [18-20]. Nas últimas décadas, os principais avanços no campo da fratura foram [23]:

- Melhor compreensão do efeito das tensões localizadas sobre o processo de iniciação e crescimento de trinca;
- Desenvolvimento de uma metodologia de projeto mais adequada para evitar o colapso estrutural. Foram desenvolvidos critérios de falha envolvendo modelos de distribuição de tensões localizadas e a tenacidade à fratura dos materiais;
- Melhor entendimento acerca da influência da microestrutura sobre a tenacidade à fratura e micromecanismos de fratura atuantes na ponta da trinca;
- Melhor entendimento do processo atomístico da fratura, considerando a estrutura cristalina, a composição química e a agressividade do meio sobre o processo de separação física dos materiais;
- Incorporação da microestrutura em modelos mecânicos.

Os avanços no campo da fratura têm progredido graças a programas de pesquisa envolvendo tanto procedimentos experimentais como teóricos. Os trabalhos teóricos têm sido desenvolvidos com grande atenção à formulação matemática do problema, e mais recentemente pela sua implementação computacional. Em particular, as

implementações computacionais têm propiciado notáveis contribuições. O complexo fenômeno da fratura, tratado dessa forma, tem sido descrito com suficiente detalhamento, a ponto de servir de referência para sugerir e interpretar trabalhos experimentais [23].

Um dos grandes avanços no campo da fratura deve-se à correlação entre aspectos macroscópicos do início de crescimento de trinca com modelos microscópicos de fratura local. Vários modelos microscópicos foram propostos, considerando a natureza microestrutural e o campo de tensões e deformações à frente de uma trinca [21, 24, 25]. Entretanto, devido à especificidade dos modelos de microfratura - um particular mecanismo de fratura para uma dada microestrutura - uma caracterização completa microscópica/macrocópica da fratura tem sido somente possível para casos simplificados [18, 21, 24, 25]. Existe ainda muita carência de informações experimentais, de modo a fornecer subsídios para formulação de modelos mais precisos. O significativo sucesso na avaliação da fratura, observado atualmente, se deve às teorias básicas da mecânica da fratura e menos efetivamente à teoria microscópica da fratura [18].

Esta situação tende a se modificar graças aos recentes avanços das técnicas de avaliação experimental [18-20, 26]. Alguns, entre os vários observados, podem ser constatados a partir dos seguintes fatos: melhorou a resolução espacial do MET e dos métodos topográficos por raio-x; surgiram novos métodos de utilização dos sinais do MEV; melhorou a sensibilidade e a resolução espacial de vários métodos micromecânicos; foram desenvolvidas técnicas para conduzir experimentos “in situ”. Todas estas técnicas, de certo modo, têm contribuído, ou irão contribuir, para diminuir a distância entre as preposições teóricas e as observações experimentais de interesse da fratura.

1.4. Aço - Aspectos Gerais

Os aços, desde os primórdios de nossa civilização, vêm se mantendo como materiais metálicos de maior relevância, tanto sob o aspecto da diversidade e volume de produtos quanto, pela gama de propriedades que atendem aos requisitos de boa parte

dos sistemas tecnológicos utilizados na engenharia [27]. A figura 1.3 mostra a evolução da produção de vários materiais, ao longo do século XX, nos E.U.A.

Enquanto que nos países industrializados observa-se a tendência de estabilização do consumo de materiais tradicionais, nos países em desenvolvimento, como o Brasil, o potencial de crescimento do mercado de materiais tradicionais é ainda muito grande [28]. O nível de desenvolvimento industrial atingido pelo Brasil, em combinação com a tendência atual de nacionalização e modernização de equipamentos e componentes, vem exigindo soluções para problemas que, embora não novos do ponto de vista da tecnologia mundial, têm-se constituído em desafios à capacidade das indústrias brasileiras [29]. É importante destacar que o grau de conhecimento científico, empregado no desenvolvimento de um material, tem efeito determinante no seu preço e a capacidade de produzi-lo é uma medida do grau de desenvolvimento tecnológico e independência de uma nação [28].

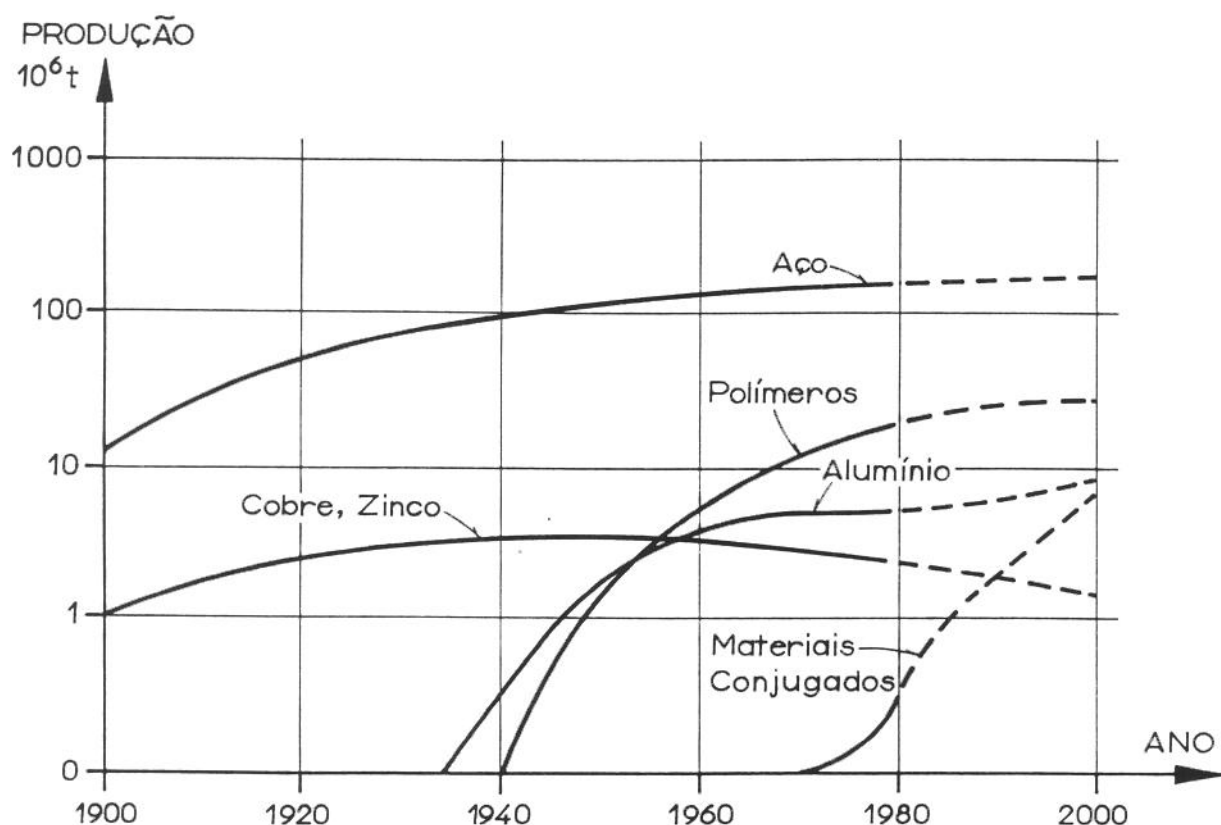


Figura 1.3- Evolução da produção de alguns materiais nos EUA [04].

Uma série de eventos, principalmente a II Guerra Mundial e as crises do petróleo, condicionaram o surto de desenvolvimento tecnológico que o mundo vem experimentando nas últimas décadas. Estes eventos foram determinantes no redirecionamento da moderna tecnologia.

As crises do petróleo, em 1973 e 1979, contribuíram significativamente para o aprimoramento dos sistemas de engenharia existentes. Muitos setores industriais, sobretudo aqueles de produção extensiva como o automobilístico, naval, construção civil, e outros, foram obrigados a se reorientarem no sentido de empregar materiais que fossem mais leves, mais resistentes, mais duráveis e, sobretudo, gastassem menos energia em sua produção [27].

O setor aeronáutico também passou por substanciais transformações. O custo do combustível passou a ser um fator bastante importante no custo de operação de uma aeronave. O combustível que, na década de 60, era responsável por 24% do custo total de operação de uma aeronave, passou em 80, a ser responsável por mais da metade do custo total, ou seja 54%. Consequentemente, todas as atenções se voltaram para redução de consumo de combustível em uma aeronave. Começaram a ser atacados os três fatores básicos que influenciam no consumo de combustível, ou seja, o arrasto (otimização aerodinâmica), o consumo específico (otimização da propulsão) e a massa total da aeronave. A redução do consumo de combustível (otimização da relação resistência/peso), está intimamente ligada à redução da massa de uma estrutura [30].

A necessidade de otimizar a relação resistência/peso, motivou, em vários setores industriais, o desenvolvimento de materiais mais leves, mais resistentes e que pudessem substituir os aços por apresentarem desempenho superior, associado à vantagens econômicas. Grande ênfase foi dada, então, aos metais leves, como o alumínio e o titânio bem como os materiais cerâmicos e compósitos. Assim, imaginou-se que a busca por novos materiais correspondesse a um processo inexorável de declínio do uso de aço que, aos poucos, estaria sendo substituído. Ou seja, os aços não mais teriam condições de liderar o emprego em tecnologias emergentes de ponta. A própria estagnação no nível de produção mundial de aço nessa última década, simultaneamente com a redução da capacidade siderúrgica de grandes produtores como o Japão, E.U.A. e Alemanha, seriam indícios da sua perda de competitividade contra outros materiais alternativos. Entretanto,

o que se tem observado nesses últimos anos é uma crescente retomada no uso de aços através de produtos melhor elaborados e com propriedades superiores [27].

A indústria do aço não está estagnada, muito pelo contrário, ela continuamente incorpora novas tecnologias para se tornar mais competitiva. Em muitos casos, não se trata propriamente de novos sistemas tecnológicos, mas sim, de maiores exigências para garantir melhores níveis de desempenho dos sistemas tecnológicos já existentes [32].

Há expectativa de que, na década de 90, ocorra uma melhora global da qualidade dos produtos de aciaria. Neste sentido, já se iniciaram mudanças importantes, que continuarão em todas as fases de processos de produção de ferro e aço[31].

Os níveis de desempenho dos aços têm melhorado sensivelmente, graças, sobretudo a ações concretas em dois campos. O primeiro está ligado à adoção de controle de garantia de qualidade, incluindo técnicas estatísticas, aprimoramento da instrumentação e controles computacionais de processos, tudo no sentido de redução de custos e melhoria da qualidade. Enquanto o segundo, está voltado ao desenvolvimento de aços mais elaborados para atender aos novos requisitos tecnológicos.

O resultado se reflete em aços mais limpos, mais homogêneos, com faixas mais estreitas de composição química. Estes avanços têm permitido a obtenção de aços com melhores propriedades e características mais adequadas às exigências de uso.

Alguns aços já atingiram um tal nível de aprimoramento que permitem que sejam considerados como novos aços ou, então, avançados. Esses novos aços concorrem agora com os outros tipos de novos materiais e, uma vez mais, passam a ter um papel de destaque nas necessidades tecnológicas emergentes [27]. Neste ponto, deve-se destacar que velho e novo nem sempre tem relação direta com tradicional e avançado. Por exemplo, um aço "maraging", que, após sofisticados tratamentos termodinâmicos, apresenta um limite de escoamento acima de 3GPa, é um material muito avançado, embora as ligas de ferro tenham cerca de cinco milênios de história. Por outro lado, a simples combinação de dois ou três compostos exóticos não necessariamente conduz a um material avançado [28].

1.4.1. Aços de ultra-alta resistência

Tem-se discutido uma possível classificação dos novos aços, tendo em vista critérios baseados em propriedades físicas, características estruturais e comportamento mecânico. A proposta de classificação abrange, entre outros, os aços de ultra-alta resistência [33,34].

Aços estruturais com resistência muito elevada, são frequentemente referenciados como sendo aços de ultra-alta resistência. A designação "ultra-alta resistência" é arbitrária porque não é de aceitação universal, entretanto, o uso deste termo tem-se se acentuado. Porém, com o contínuo desenvolvimento dos aços estruturais com alta e muito alta resistência, a faixa de resistência para a qual o termo se adequa tem sido gradualmente alterada [35]. Atualmente, recebem esta designação os aços estruturais que apresentam um limite de escoamento de no mínimo 1380 MPa, por meio de tratamento térmico e/ou mecânico. Deste modo, mais de 100 tipos de aços liga podem receber esta designação [36].

Nos últimos 20 anos muita atenção tem sido dada ao desenvolvimento dos aços de ultra-alta resistência. A necessidade do uso de aços em aplicações críticas, tais como as da indústria aeronáutica, aeroespacial e material bélico, tem ampliado a utilização dos aços de ultra-alta resistência [37]. Estes últimos são utilizados em componentes críticos de aeronaves, como por exemplo em trens de pouso, bem como em certos vasos de pressão, estrutura de mísseis [35], tubos de foguetes [29], e outros. Os aços de ultra-alta resistência, podem ser enquadrados dentro das seguintes categorias [37]:

- aços de baixa liga (AISI 4340 e 300M);
- aços de alta liga com endurecimento secundário (AISI HY 180, AF 1410, HP 9-4-20 e HP 9-4-30);
- aços endurecidos por precipitação (AISI 15-5PH e PH 13-8);
- aços maraging (AISI C250).

Nas aplicações críticas, a principal consideração diz respeito à performance do material, mas o custo e a viabilidade econômica são também importantes, o que torna os aços de baixa liga uma opção atraente. Os aços de ultra-alta resistência e baixa liga são de médio teor de carbono (0,25-0,50 % C) e contém quantidades variáveis de cromo, molibdênio, níquel, silício e vanádio (Tabela 1.1).

Tabela 1.1. Composição química (% em peso) de aços de baixa liga e ultra-alta resistência, normalmente utilizados na fabricação de componentes de aeronaves [37].

AÇO	C	Si	Mn	P,S*	Cr	Mo	Ni	V
4340	0,38 - 0,43	0,20 - 0,35	0,60 - 0,90	0,010	0,70 - 0,90	0,20 - 0,30	1,65 - 2,00	-----
300M	0,40 - 0,45	1,45 - 1,80	0,60 - 0,90	0,010	0,70 - 0,95	0,30 - 0,50	1,65 - 2,00	0,05 - 0,10
D6AC	0,42 - 0,48	0,15 - 0,30	0,60 - 0,90	0,015	0,90 - 1,20	0,90 - 1,10	0,40 - 0,70	0,07 - 0,15
4330-Si	0,27 - 0,33	0,40 - 0,70	0,60 - 0,80	0,015	1,00 - 1,35	0,35 - 0,55	1,85 - 2,25	-----
4330-V	0,28 - 0,33	0,15 - 0,35	0,65 - 1,00	0,015	0,75 - 1,00	0,35 - 0,50	1,65 - 2,00	0,05 - 0,10
HY-TUF	0,23 - 0,28	1,30 - 1,70	1,20 - 1,50	0,015	0,20 - 0,40	0,35 - 0,45	1,65 - 2,00	-----

* teor máximo

Os tratamentos de têmpera e revenido são normalmente utilizados para propiciar a melhor combinação de resistência mecânica e tenacidade à fratura aos aços de ultra-alta resistência e baixa liga.

O aço 4340 foi desenvolvido por volta de 1950 e começou a ser usado comercialmente a partir de 1955 [37]. O aço de denominação comercial 300M é basicamente uma modificação de aço 4340, pela maior adição de silício, mas possui quantidades ligeiramente maiores de carbono e molibdênio e contém também vanádio [35]. Sua composição química foi formulada pela International Nickel Company no início dos anos 50, procurando, com maior teor de silício e pequeno aumento nos teores de molibdênio e carbono, obter um material que aliasse resistência e dureza, à boa tenacidade

[38]. Começou a ser extensivamente empregado em componentes de trens de pouso de aeronaves por volta de 1966 [37]. Em 1979 foram iniciados os primeiros contatos com empresas americanas (U.S.A.) para viabilizar a fabricação de aços de qualidade aeronáutica no Brasil [39].

Muitas das propriedades do aço 300M são similares às do aço 4340, exceto que o aumento do teor de silício permite um aumento da temperabilidade, um aumento de resistência por solução sólida e melhora a resistência ao amolecimento a altas temperaturas, o que permite um grande alívio de tensões (revenido acima de 473K). A fragilização é deslocada para temperaturas mais altas. Entretanto, este aço é particularmente propenso à descarbonetação por causa do aumento do teor de silício e molibdênio. Durante o tratamento térmico, cuidados devem ser tomados para evitar a descarbonetação, ou a camada descarbonetada deve ser removida após o processamento [35].

Vários componentes de engenharia fabricados com aço 300M são extensivamente utilizados na indústria aeronáutica e aeroespacial. Durante o uso, as solicitações em serviço podem nuclear trincas, e a propagação destas, pode levar a estrutura à falha catastrófica. Para minimizar este problema é interessante que esse aço estrutural, apresente alta tenacidade à fratura (alta resistência à propagação de trinca) [40].

Se o principal requisito de seleção é a resistência, aços de baixa liga devem ser utilizados preferencialmente do que os outros aços de ultra-alta resistência. Entretanto, os aços de baixa liga de uso comercial normalmente têm seu uso limitado devido aos baixos valores de tenacidade à fratura [37].

1.4.2. Melhora da Tenacidade à Fratura

O projeto de ligas, atualmente, recorre a todo um aparato científico, embora, ainda seja uma mistura de ciência aplicada e arte, com a arte sendo gradualmente substituída pela ciência. Nas últimas décadas, ocorreram drásticas mudanças nos conceitos metalúrgicos, o que possibilitou significativos avanços.

Instrumentos de alta resolução capazes de analisar a composição química sob uma escala microestrutural e outros capazes de caracterizar aspectos microestruturais, são agora amplamente utilizados. Estes equipamentos têm permitido melhorar o conhecimento científico acerca dos materiais e, deste modo, têm sido responsáveis em guiar a nova era do projeto de ligas. Entretanto, avanços em outras áreas também contribuíram significativamente para o desenvolvimento das ligas. O desenvolvimento da teoria da mecânica da fratura capacitou cientistas e engenheiros a formularem relações importantes entre tenacidade à fratura e parâmetros microestruturais. Aplicações da teoria das discordâncias, termodinâmica, química das ligas, e micromecanismos de deformação e fratura, foram os principais fatores que aceleraram os avanços no projeto de ligas [41].

A máxima resistência obtida em um aço temperado e revenido, até 1940, era da ordem de 1230 MPa. Posteriormente, o melhor entendimento da cinética de transformação, e a adição adequada de elementos de liga possibilitou, através de tratamentos térmicos convencionais, o surgimento de aços com limite de resistência da ordem de 2200 MPa [42]. Atualmente, é possível se obter aços com resistência muito elevada, da ordem de 3000 MPa [43].

Os materiais de alta resistência mecânica são frequentemente selecionados para “converter a redução de peso em dinheiro”. Entretanto, para que os aços tenham alta performance é necessário otimizar a combinação de propriedades mecânicas. Assim, a alta resistência deve estar associada a uma tenacidade adequada. Porém, aumentos de resistência, via de regra, conduzem à uma diminuição da tenacidade à fratura. A Figura 1.4, ilustra este fenômeno de caráter ambíguo. O grande desafio tecnológico, no desenvolvimento dos aços de ultra-alta resistência, está em propiciar aumentos simultâneos de resistência e tenacidade .

Antes do advento da mecânica da fratura, a tenacidade dos aços não podia ser medida quantitativamente e, deste modo, não se dispunha de um método para estabelecer uma relação significativa entre microestrutura e tenacidade. Como consequência, o processo para melhora da tenacidade, nesse período, foi lento.

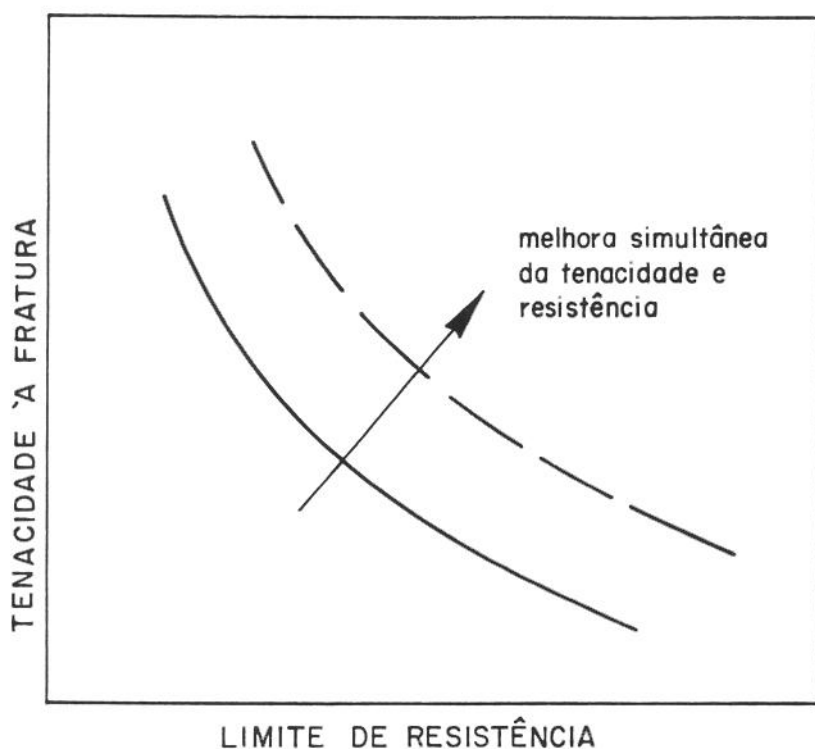


Figura 1.4 - Curva esquemática mostrando a relação inversa entre tenacidade à fratura e resistência mecânica [44].

Com o desenvolvimento da mecânica da fratura e com o aprimoramento das técnicas de caracterização microestrutural, a capacidade de análise melhorou expressivamente. Isto trouxe um estímulo mais intenso para o desenvolvimento dos aços de ultra-alta resistência. Em decorrência, a relação entre microestrutura e tenacidade à fratura tem sido continuamente aperfeiçoada. O aumento de resolução na definição microestrutural tem possibilitado esclarecer melhor o mérito dos microconstituintes - traços de impurezas, bainita, martensita, austenita retida, partículas de segunda fase e outros - sobre a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência.

O aumento de tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência está diretamente ligado à eficácia do controle microestrutural. De modo que, quando se comprova o efeito prejudicial de uma determinada microestrutura, deve-se recorrer a métodos alternativos com o propósito de se eliminar, minimizar ou conceber outra estrutura.

Atualmente, é considerável o esforço de pesquisa direcionado para melhorar a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência sem reduzir a resistência mecânica. As pesquisas, neste sentido, têm recorrido basicamente a três métodos de controle microestrutural. A Figura 1.5, sumariza os métodos empregados.

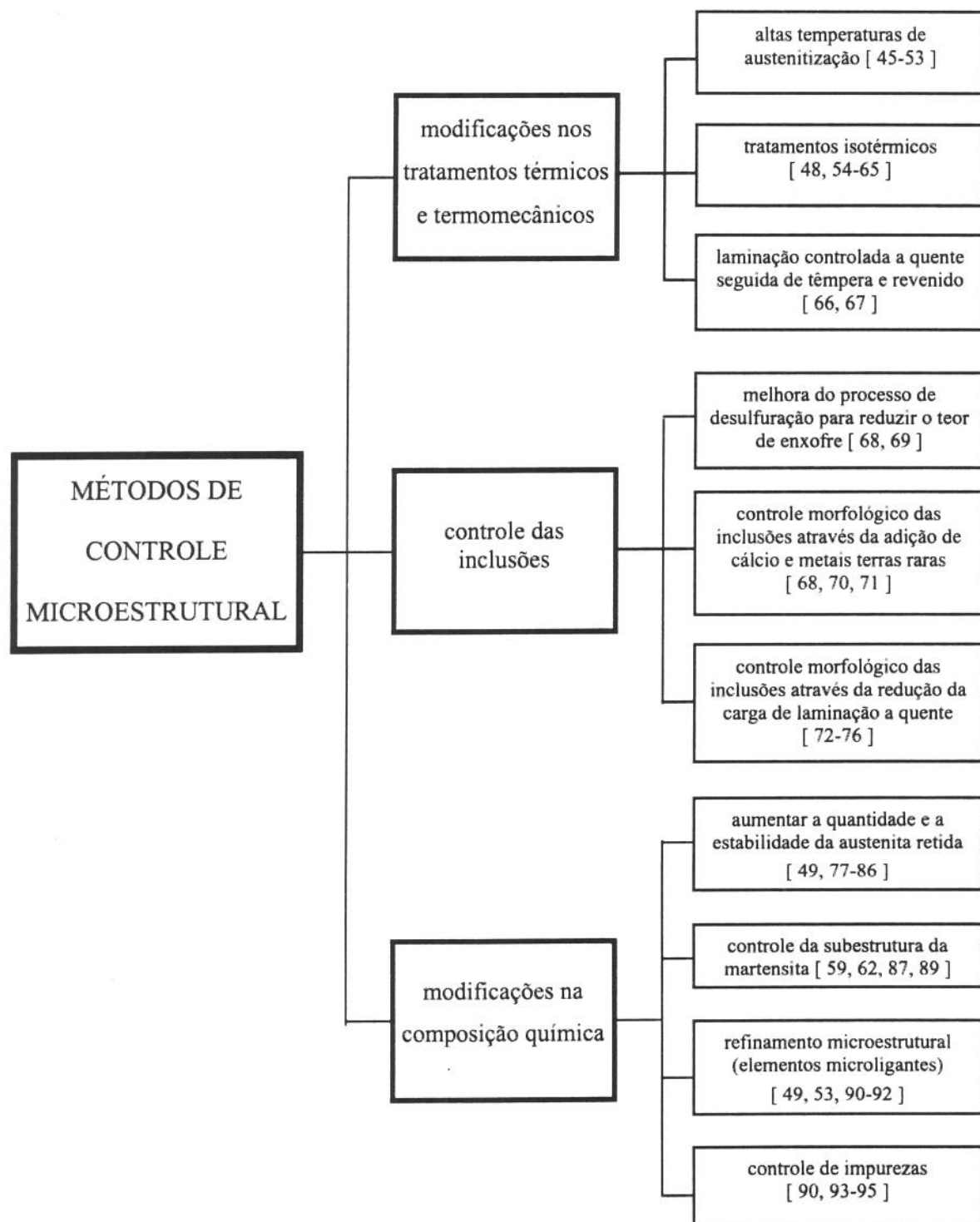


Figura 1.5. Métodos de controle microestrutural para melhora da tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência mecânica.

1.5. Objetivos

Existe atualmente um grande interesse em estudar métodos que possibilitem aumentos de tenacidade à fratura sem redução da resistência mecânica. Este é exatamente o objetivo central do presente trabalho. Neste sentido, estudar-se-á a influência de variáveis microestruturais e externas, na resistência mecânica e tenacidade à fratura do aço 300M, compreendendo:

- A influência de traços de titânio (40 e 150 ppm);
- A influência da temperatura de austenitização (1143 K e 1373 K);
- A influência da temperatura de revenido (423 K a 823 K);
- A influência do tamanho de grão;
- A influência da espessura do corpo de prova;
- A influência do “heat tinting”.

Referências Bibliográficas

- [1] ASM- Metals Handbook - Fundamental Sources of Failures, in: Failure Analysis and Prevention; v.10, 8ª ed.; Metals Park, Ohio, 1975, p.1-9.
- [2] MADAYAG, A.T. Causes and Recognition of Fatigue Failures. in: Metal Fatigue: Theory and Design, John Wiley & Sons, 1969, p.1-13.
- [3] ASM-Metals Handbook - General Practice in Failures Analysis. in: Failure and Prevention, v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.10-30.
- [4] ASM-Metals Handbook - Identification of Types of Failures. in: Failure analysis and Prevention, v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.57-61.
- [5] DIETER, G.E. Em que se constitui uma falha mecânica, in: Metalurgia Mecânica, 2ª ed. Trad. A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.8-10.
- [6] KANNINEN, M.F. & PAPELAR, C.H. Current Fracture Mechanics and its applications, in: Advanced Fracture Mechanics, New York, Oxford University, 1985, p.4-30.
- [7] BROEK, D. A crack in a structure, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4ª ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986., p.6-8.
- [8] GRIFFITH, A. A. The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical Transactions of the Royal Society, 221 A, p.163-98, 1920.
- [9] TELLES, P.C.S. Efeito da Temperatura no Comportamento Mecânico dos Materiais, in: Materiais para Equipamentos e Processos, 3ª ed., Rio de Janeiro, Interferência, 1986, p.31-50.
- [10] ASM-Metals Handbook - Toughness and Fracture Mechanics, in: Failure Analysis and Prevention: v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.30-44.
- [11] IRWIN, G.R. Fracture Dynamics, Fracturing of Metals. American Society for Metals, Cleveland, p.147-66, 1948.

- [12] OROWAN, E. Fracture and Strength of Solids. Reports on Progress in Physics, XII, p.185, 1948.
- [13] JONES, D.L. Pratical applications of fracture mechanics part one: Basic concepts. Metal Progress, p.26-9, Feb. 1982.
- [14] JONES, D.L. Part two: Applicatins, Metal Progress, p.65-8, March 1982.
- [15] OSGOOD, C.C. Fracture mechanics comes of age - Part one: Materials under stress. Machine Design, p.153-6, Feb. , 1987.
- [16] OSGOOD, C.C. Fracture mechanics comes of age - Part two: Putting the methods to word. Machine Design, p.123-7, March , 1987.
- [17] SCHWALBE, K.H. On the influence of microstructure on crack propagation mechanisms and fracture toughness of metallic materials. Engng Fracture Mech., v.9, p.795-832, 1977.
- [18] ____ Microestructural and Microscopic Aspects of Fracture. Mater. Sci. Engng, v.94, p.17-30, 1987.
- [19] ____ Novel Experimental Techniques for the Study of Fracture Micromecanisms. Mater. Sci. Engng, v.94, p.31-59, 1987.
- [20] BANERJI, K. Quantitative fractography : A modern perspective, Metall. Trans. A, v.19A, p.961-71, 1988.
- [21] ASM-Metals Handbook - Micro-Fracture mechanics, in : Mechanical Testing, v.8, 9^a ed., Metals Park, Ohio, 1985, p.465-8.
- [22] VITEK, V. Executive Summery. Materials Science and Engineering, v.94, p.7-8, 1987.
- [23] ____ Mechanics e Micromechanics of fracture. Materials Science and Engineering, v.94, p.9-16, 1987.
- [24] BATES, R.C. Mechanics and mechanisms of fracture. Metallurgical Treatises - Met. Soc. AIME, p.551-70, 1981.

- [25] RITCHIE, R.O. & THOMPSON, A.W. On macroscopic and microscopic analyses for crack instiation and crack growth toughness in ductile alloys. Metall. Trans. A, v.15A, p.233-48, Feb. 1985.
- [26] GERBERICH, W.W. & DAVIDSON, D.L. Fracture: measurement of localized deformation by novel techniques. Metallurgical Society of AIME, Warrendale, P.A., 1985.
- [27] MONTEIRO, S.N. Aços para necessidades emergentes. Metalurgia - ABM, v.46, nº 386, p.55-9, janeiro 1990.
- [28] PADILHA, A.F. Materiais, Ciências dos Materiais e Engenharia de Materiais. Metalurgia-ABM, v.46, nº 391, p.454-7, agosto/ setembro 1990.
- [29] SUAREZ, J.C.M. Materiais Metálicos para Indústria Bélica. Metalurgia-ABM, vol.46, nº 386, janeiro, 1990.
- [30] PAGNANO, C.A.G. Materiais Metálicos para a Indústria Aeroespacial. Metalurgia-ABM, vol.46, nº 386, janeiro, 1990.
- [31] ORTON, J.P. Advanced Materials & Processes, da ASM International, vol.137, nº1, janeiro/1990, tradução e adaptação de Miguel Siegel. Metalurgia - ABM, vol. 46, nº 391, agosto/setembro, 1990.
- [32] ADVANCED MATERIALS & PROCESSOS - vol. 135, nº 1, janeiro, 1989, Tradução e Adaptação de Miguel Siegel. Metalurgia-ABM, v. 45, nº 382, setembro 1989.
- [33] MONTEIRO, S.N. Recentes avanços na tecnologia dos aços: Seu impacto na utilização dos aços nacionais, p.225, Anais do II Encontro de Tecnologia e Utilização dos Aços Nacionais, pub. AB/COPPE, R.J., maio 1987.
- [34] MONTEIRO, S.N. Caracterização, perspectivas e oportunidades para novos metais e ligas especiais, p.115, Seminário sobre Tendências e Perspectivas na Área dos Novos Materiais, pub. ABM, São Paulo, julho 1987.
- [35] ASM-Metals Handbook - Ultrahigh-Strength Steels, in : Properties and Selection : Irons and Steels, v. 1; 9ª ed., Metals Park, Ohio, 1978, p. 421-43.

- [36] BRADY, G.S., CLAUSER, M.R. : Materials Handbook, Ultrahigh-strength steels, in : Materials, their properties and uses 12^a. ed., 1986, p. 842-3.
- [37] TOMITA, Y. Development of fracture toughness of ultrahigh strength low alloy steels for aircraft and aerospace applications. Materials Science and Technology, v. 7, p. 481-9, June 1991.
- [38] SUAREZ, J.C.M. et al. Influência da temperatura de revenido na tenacidade de um aço 300M. Metalurgia-ABM, v.40, n° 319, p.305-9, junho 1984.
- [39] ALEIXO, C. Fabricação de aço4340 com qualidade aeronáutica. Metalurgia-ABM, v. 39, n°. 302, p. 10-2, janeiro 1983.
- [40] SPINELLI, D., CALVO W.P., SPINELLI, I.M.M. Efeito microestrutural no comportamento da propagação de trincas por fadiga em um aço de alta resistência. Anais do 8º CBECIMAT, UNICAMP, Campinas, p. 69-72, 1988.
- [41] ZACKAY, V.F., PARKER, E.R. The changing role of metastable austenite in the design of alloys. Annual Review of Materials Science, v. 6, p. 139-55, 1976.
- [42] VICTOR, O.B.S. et al. Contribuição ao estudo da cinética das reações de envelhecimento em aços martensíticos endurecidos por inter-metálicos. Anais do 7º CBECIMAT, UFSC, Florianópolis-SC, p. 265-8, 1986.
- [43] ASM-Metals Handbook - Maraging Steels, in : Properties and Selection : Irons and Steels, v. 1, 8^a ed., Metals Park, Ohio, 1978, p.445-52.
- [44] HERTZBERG, R.W., Some Useful Generalities, in : Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, 3^a ed., John Wiley & Sons., 1989, p. 353-7.
- [45] ZACKAY, V.F., PARKER, E.R. & WOOD, W.E. Influence of some microstructural features on the fracture toughness of high strength steels - Poc of the 3th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, v.1, Cambridge,England, Aug. 1973, p.175-9.
- [46] LAI, G.Y. et al. The effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. Metall. Trans. A, v.5. p.1663-70, July 1974.

- [47] YOUNGBLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A, v. 8A, p. 1439-48, Sept. 1977.
- [48] PARKER, E.R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology, and mechanical properties of alloy steels. Metall. Trans. A, v.8A, p. 1025-42, July 1977.
- [49] CARLSON, M.F., NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C steels. Metall. Trans. A, v.10A, p. 1273-84, Sept. 1979.
- [50] CALDEIRA, R.B. Efeito de tratamentos térmicos na tenacidade à fratura de um aço de altíssima resistência mecânica, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 1983.
- [51] LEE, S., MAJNO, L., ASARO, R.J. Correlation of microstructure and fracture toughness in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.16A, p.1633-48, Sept. 1985.
- [52] WEI-DI CAO & XIAO-PING LU. Interpretation of the effects of high austenitizing temperature on toughness behavior in a low alloy, high strength steel. Metall. Trans. A, v.18A, p. 1569-85, Sept. 1987.
- [53] LEE, S., LEE, D.Y. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and tempered martensite embrittlement in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.20A, p.1089-103, June 1989.
- [54] ERICSSON, C.E. et al. Isothermal studies of bainitic and martensitic transformations in some low alloy steels. Metall. Trans. A, v.7A, p. 1800-03, Nov. 1976.
- [55] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Improvement in lower temperature mechanical properties of 0,40 pct C-Ni-Cr-Mo ultraligh strength steel with the second phase lower bainite. Metall. Trans. A, v.14A, p. 485-92, March 1983.
- [56] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Heat treatment for improvement in lower temperature mechanical properties of 0,40 pct C-Cr-Mo ultraligh strength steel. Metall. Trans. A, v.14A, p. 2387-93, Nov. 1983.

- [57] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Modified heat treatment for lower temperature improvement of the mechanical properties of two ultrahigh strength low alloy steels. Metall. Trans. A, v.16A, p. 83-91, Jan. 1985.
- [58] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Mechanical properties of 0,40 Pct C-Ni-Cr-Mo high strength steel having a mixed structure of martensite and bainite. Metall. Trans. A, v.16A, p. 73-82, Jan. 1985.
- [59] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Effect of microstructure on strength and toughness of heat - treated low alloy structural steels. Metall. Trans. A, v.17A, p. 1203-9, July 1986.
- [60] PIRES ALTOÉ, M.V. Mistura bainita/martensita em aço 300-M - Propriedades mecânicas e microestrutura, Dissertação de Mestrado, UFSCar, São Carlos, 1986.
- [61] TOMITA, Y. Improved lower temperature fracture toughness of ultrahigh strength 4340 steel through modified heat treatment. Metall. Trans. A, v.18A, p.1495-1501, Aug. 1987.
- [62] TOMITA, Y. Effect of microstructure on plane-strain fracture toughness of AISI 4340 steel. Metall. Trans. A, v.19A, p. 2513-21, Oct. 1988.
- [63] KHAN, S.A. & BHADSHIA, H.K.D.H. The bainite transformation in chemically heterogeneous 300M high-strength steel. Metall. Trans. A, v.21A, p. 859-75, April 1990.
- [64] LIU, S.K. & ZHANG, J. The influence of the Si and Mn concentrations on the kinetics of the bainite transformation in Fe-C-Si-Mn alloys. Metall. Trans. A, v.21A, p.1517-25, June 1990.
- [65] TOMITA, Y. Effect of microstructure on fracture toughness J_{IC} of heat treated 0,4-C-Cr-Mo-Ni structural low alloy steel. Materials Science and Technology., v.6, p. 349-55, April 1990.
- [66] TOMITA, Y. Low temperature mechanical properties of quenched and tempered 0,4-C-Ni-Cr-Mo steel after controlled rolling. Materials Science and Technology., v.4, p.613-20, July 1988.

- [67] TOMITA, Y. Low - temperature improvement of mechanical properties of AISI 4340 steel through high-temperature thermomechanical treatment. Metall. Trans. A, v.22A, p.1093-102, May 1991.
- [68] SPEICH, G.R. & SPITZIG, W.A. Effect of volume fraction and shape of sulfide inclusions on through - thickness ductility and impact energy of high-strength 4340 plate steels. Metall. Trans. A, v.13A, p. 2239-57, Dec. 1982.
- [69] TOMITA, Y. Low fracture toughness of desulphurised 0,4C-Cr-Mo-Ni ultrahigh strength steel and its improvement. Mater. Sci. Technol., v.7, p. 97-103, Feb. 1991.
- [70] SPITZIG, W.A. & SOBER, R.J. Influence of sulfide inclusions and pearlite content on the mechanical properties of hot-rolled carbon steels. Metall. Trans. A., v.12A, p. 281-91, Feb. 1981.
- [71] TOMITA, Y. Fracture toughness of calcium-modified ultrahigh-strength 4340 steel. Metall. Trans. A, v.21A, p. 2739-46, Oct. 1990.
- [72] TOMITA, Y. Effect of hot-rolling reduction on shape of sulfide inclusions and fracture toughness of AISI 4340 ultrahigh strength steel. Metall. Trans A, v.19A, p. 1555-61, June 1988.
- [73] TOMITA, Y. Improved mechanical properties of ultrahigh strength 0,4C-Cr-Mo-Ni steel through modification of sulphide inclusion shape and microstructural control. Mater. Sci. Technol., v.5, p 1084-89, Nov. 1989.
- [74] TOMITA, Y. Effects of sulphide inclusion shape on plane-strain fracture toughness (K_{IC}) of heat-treated structural low-alloy steels. J. Mater. Sci., v.25, p.950-6, 1990.
- [75] TOMITA, Y. Effects of decreased hot-rolling reduction treatment on fracture toughness of low-alloy structural steels. Metall. Trans. A, v.21A, p. 2555-63, Sept. 1990.
- [76] TOMITA, Y. Application of decreased hot-rolling reduction treatments for improved mechanical properties of quenched and highly-tempered low alloy structural steels. J. Mater. Sci., v.26, p. 35-42, 1991.

- [77] NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. Structure-property relations and the design of Fe-4Cr-C base structural steels for high strength and toughness. Metall. Trans. A, v.11A, p.441-57, March 1980.
- [78] SARIKAYA, M.; STEINBERG, B.G. & THOMAS, G. Optimization of Fe/Cr/C base structural steels for improved strength and toughness. Metall. Trans. A, v.13A, p. 2227-37, Dec. 1982.
- [79] BHADESHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. The bainite transformation in a silicon steel. Metall. Trans. A, v.10A, p. 895-907, July 1979.
- [80] SANDVIK, B.P.J. The bainite reaction in Fe-Si-C alloys: The primary stage. Metall. Trans. A, v.13A, p 777-87, May 1982.
- [81] BHADESHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. Bainite in silicon steels : new composition-property approach - Part 1. Met. Sci., v.17, p.411-19, Sept. 1983.
- [82] BHADESHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V.: Bainite in silicon steels: new composition - property approach - Part 2. Met. Sci., v. 17, p.420-5, Sept. 1983.
- [83] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Microstructural examination of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. Mater. Sci. Technol., v.3, p. 422-31, June 1987.
- [84] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Tensile deformation of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. Mater. Sci. Technol., v.3, p. 432-40, June 1987.
- [85] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Fracture toughness of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. Mater. Sci. Technol., v.3, p.441-9, June 1987.
- [86] GARRISON Jr., W.M. The effect of silicon and nickel additions on the sulfide spacing and fracture toughness of a 0,4 carbon low alloy steel. Metall. Trans. A, v. 17A, p. 669-78, April 1986.
- [87] YOKOTA, M.J. & LAI, G.Y. Toughness of lath vs plate martensites. Metall. Trans. A, v.6A, p.1832-35, Sept. 1975.

- [88] NAYLOR, J.P. & KRAHE, P.R. Cleavage planes in lath type bainite and martensite. Metall. Trans. A, v.6A, p.594-8, March 1975.
- [89] SWARR, T. & KRAUSS, G. The effect of structure on the deformation of as-quenched and tempered martensite in an Fe-0,2 Pct C alloy. Metall. Trans. A, v.7A, p.41-8, Jan. 1976.
- [90] MEYER, L; STRASSBURGER, C. & SCHNEIDER, C. Effect and present application of the microalloying elements Nb, V, Ti, Zr and B in HSLA steels - in: HSLA Steels Technology & Applications. Proceedings of International Conference, Philadelphia, American Society of Metals, p.29-44, [1984 ?].
- [91] EMENIKE, C.O.I. & BILLINGTON, J.C. Formation of precipitates in multiple microalloyed pipeline steels. Mater. Sci. Technol., v.5, p.566-574, June 1989.
- [92] SHYI-CHIN WANG - The effect of titanium and reheating temperature on the microstructure and strength of plain-carbon, vanadium- and niobium - microalloyed steels. J. Mater. Sci., v.25, p.187-93, 1990.
- [93] BANERJI, S.K.; McMAHON Jr, C.J. & FENG, H.C. Intergranular fracture in 4340 - type steels: effects of impurities and hydrogen. Metall. Trans. A, v.9A, p.237-47, Feb. 1978.
- [94] PIENAAR, G. Effects of vanadium on upper-nose temper embrittlement and other mechanical properties of Cr-Ni-Mo low-alloy steels, Mater. Sci. Technol., v.2, p.1051-61, Oct. 1986.
- [95] SAITO, N.; ABIKO, K. & KIMURA, H. Reduction of intergranular fracture in Fe-P alloys by the addition of nickel, Materials Science and Engineering A, v.102, p.169-74, 1988.

PARTE II

MATERIAIS E

MÉTODOS

EXPERIMENTAIS

CAPÍTULO 2

MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

- Materiais Utilizados
- Métodos Experimentais

2.1. Materiais Utilizados

Foram utilizadas duas variações do aço denominado 300M, de qualidade aeronáutica, fabricado em forno elétrico e refundido sob vácuo. O material foi gentilmente cedido pela Eletrometal S/A, na forma de barras laminadas de seção circular (ϕ 44mm e ϕ 62mm), no estado recozido. A composição química em peso (balanço com o Fe) está apresentada na tabela 2.1.

Tabela 2.1. Composição química das duas variações do aço 300M.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Cu	Ti
aço A	0,41	1,70	0,78	0,005	0,001	0,79	0,39	1,79	0,08	0,06	40 ppm
aço B	0,42	1,68	0,74	0,009	0,001	0,84	0,37	1,82	0,09	0,04	150 ppm

2.1.1 Determinação do Teor de Nitrogênio

A composição química dos aços, com excessão do nitrogênio, foi fornecida pela Eletrometal S.A.. Para se determinar o teor de nitrogênio foram retiradas das barras de aço, através de corte abrasivo, amostras em formato cubóide, com peso entre 0,3 a 0,6g. Estas amostras foram decapadas em soluções de ácidos clorídrico e fluorídrico. Posteriormente foram lavadas com água destilada e etanol (PA), sendo em seguida secas com jato de ar quente. O teor de nitrogênio das amostras foi determinado em um equipamento Leco TC-36, mod. T-84-100, sendo utilizado como gás de arrasto, hélio de alta pureza. Os valores obtidos estão mostrados nas tabelas 2.2 e 2.3.

Tabela 2.2. Teor de nitrogênio do aço A.

Amostra	Peso [g]	Nitrogênio [ppm]	Valor médio [ppm]
A1	0,3688	22	23 (1)*
A2	0,4412	24	
A3	0,4404	25	
A4	0,6049	23	
A5	0,5531	22	

* desvio padrão

Tabela 2.3. Teor de nitrogênio do aço B.

Amostra	Peso [g]	Nitrogênio [ppm]	Valor médio [ppm]
B1	0,4389	156	156 (6)*
B2	0,4263	146	
B3	0,4945	157	

* desvio padrão

2.2. Métodos Experimentais

2.2.1. Confecção dos corpos de prova

Os corpos de prova (CPs) para os ensaios de tração e tenacidade à fratura foram confeccionados a partir do material como recebido, tendo sido retirados das barras segundo a direcção de laminação, como mostra a figura 2.1.



Figura 2.1. Representação esquemática da orientação de retirada dos corpos de prova das barras de seção circular.

Devido à pequena quantidade de material disponível, para os propósitos pretendidos, a confecção dos corpos de prova foi cuidadosamente planejada. A preocupação foi garantir um número mínimo de corpos de prova para cumprir o programa de ensaios previamente definido. Foram estabelecidas trinta condições distintas de tratamento, de modo que, entre ensaios preliminares e definitivos foram utilizados aproximadamente 100 CPs de tração e 200 CPs de tenacidade à fratura. Para racionalizar a confecção dos corpos de prova, em virtude da geometria da barra e quantidade de material disponível, duas providências foram adotadas:

- otimização da operação de corte;
- adoção de corpos de prova de dimensões reduzidas.

Para otimizar a operação de corte, amostras foram retiradas das barras circulares através de corte abrasivo refrigerado. Foram utilizados discos abrasivos com reforço interno de nitreto de silício de 1,2mm de espessura. A outra providência foi adotar corpos de prova de tração e tenacidade à fratura de dimensões reduzidas, mas sempre observando as recomendações das normas.

a) Corpos de prova de tração

As amostras de aproximadamente 10x10x100mm, retiradas das barras, foram usinadas (torno universal) em corpos de prova cilíndricos de acordo com a NBR 6152/80. As dimensões nominais desses corpos de prova se encontram na figura 2.2.

Foram usinadas roscas nas cabeças dos corpos de prova para evitar a fixação direta na máquina. Pois, nas condições de baixa ductilidade é comum ocorrer ruptura da cabeça do CP durante o fechamento da garra hidráulica.

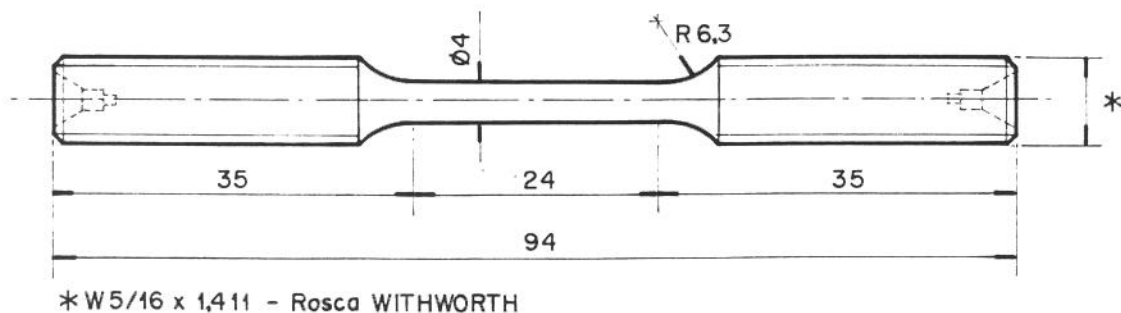


Figura 2.2. Dimensões (mm) dos corpos de prova para o ensaio de tração .

b) Corpos de prova de tenacidade à fratura

Numa primeira etapa, amostras próximas das dimensões finais foram retiradas das barras através de corte abrasivo. Posteriormente, essas amostras foram usinadas em retífica plana universal, de modo a se obter os corpos de prova para o ensaio de tenacidade à fratura, com as dimensões em conformidade com as normas BS5762/79 e ASTM E 1290/89. Os entalhes foram feitos mecanicamente por usinagem em torno universal com auxílio de um dispositivo especialmente confeccionado para este fim.

Os "Knife edges", para fixação do "clip on gage", foram confeccionados por usinagem em retífica plana universal, com auxílio de dispositivos. Após a realização dos tratamentos térmicos, os "Knifes edges" foram colados (Araldite) nos corpos de prova de tenacidade à fratura. No momento da colagem o posicionamento dos "Knifes edges" foi feito com auxílio de um gabarito que se encaixava no entalhe do CP, como mostra a figura 2.3. Durante todo o tempo até a secagem completa da cola os "Knifes edges" foram mantidos sob a pressão de fita plástica adesiva. Para melhorar a aderência, as superfícies a serem coladas foram levemente lixadas (movimentos circulares) e devidamente limpas com tetracloreto de carbono. O método se mostrou eficaz, a cola suportou bem a pressão do "clip on gage". Testes mostraram que mesmo após longos períodos sob ação do "clip on gage" a cola não apresentou qualquer deformação (deslocamento relativo dos "Knifes edges"). As dimensões finais dos corpos de prova de tenacidade à fratura se encontram na figura 2.4.

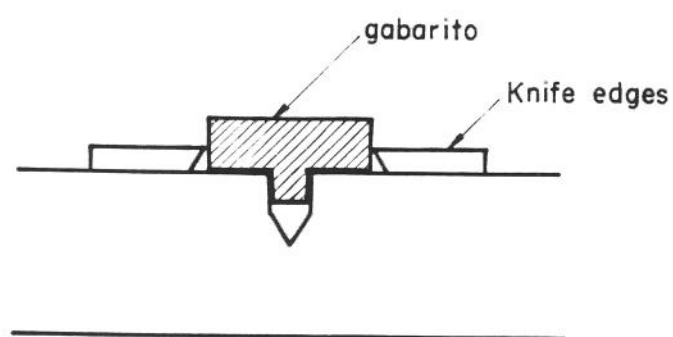


Figura 2.3. Representação esquemática da utilização do gabarito para auxiliar no posicionamento do "Knifes edges".

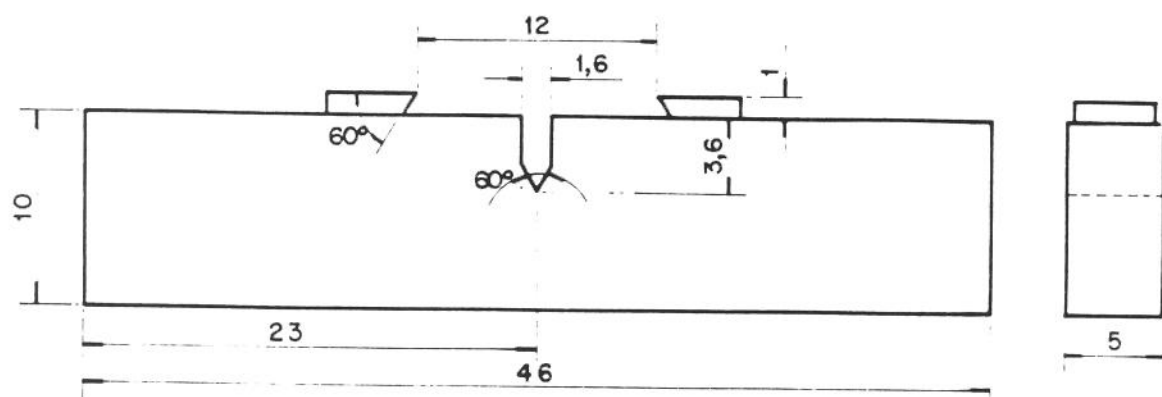


Figura 2.4. Dimensões (mm) dos corpos de prova de tenacidade à fratura .

2.2.2. Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados sob criteriosos requisitos de controle. Vários fornos foram analisados e diferentes métodos de proteção foram avaliados, até se definir as condições ótimas de operação. O tratamento térmico do aço 300M deve ser cercado de uma série de cuidados, sobretudo no caso de CPs de dimensões reduzidas sem sobremetal, porque este aço é muito susceptível à descarbonetação devido ao teor mais elevado de silício e molibdênio [1].

Os corpos de prova de tração e tenacidade à fratura foram tratados termicamente em fornos tubulares horizontais sob fluxo contínuo de argônio (atmosfera inerte) para garantir a integridade superficial dos corpos de prova (evitar descarbonetação e oxidação). Para que a proteção fosse o mais eficaz possível, toda vez que se iniciava a utilização do sistema, a câmara do forno era “lavada” com argônio durante 30 min. antes dos corpos de prova serem introduzidos.

Foram utilizados dois sistemas de aquecimento, essencialmente com a mesma configuração. Um para o tratamento de austenitização e outro para o tratamento de revenido. A figura 2.5 mostra esquematicamente a configuração do sistema de aquecimento utilizado nos tratamentos térmicos. Os corpos de prova foram submetidos a diferentes ciclos térmicos, resultando num total de 30 condições distintas de tratamento. A tabela 2.4 mostra no que consistiu cada uma das condições de tratamento, bem como os códigos utilizados para identificá-las.

• Tratamento de austenitização

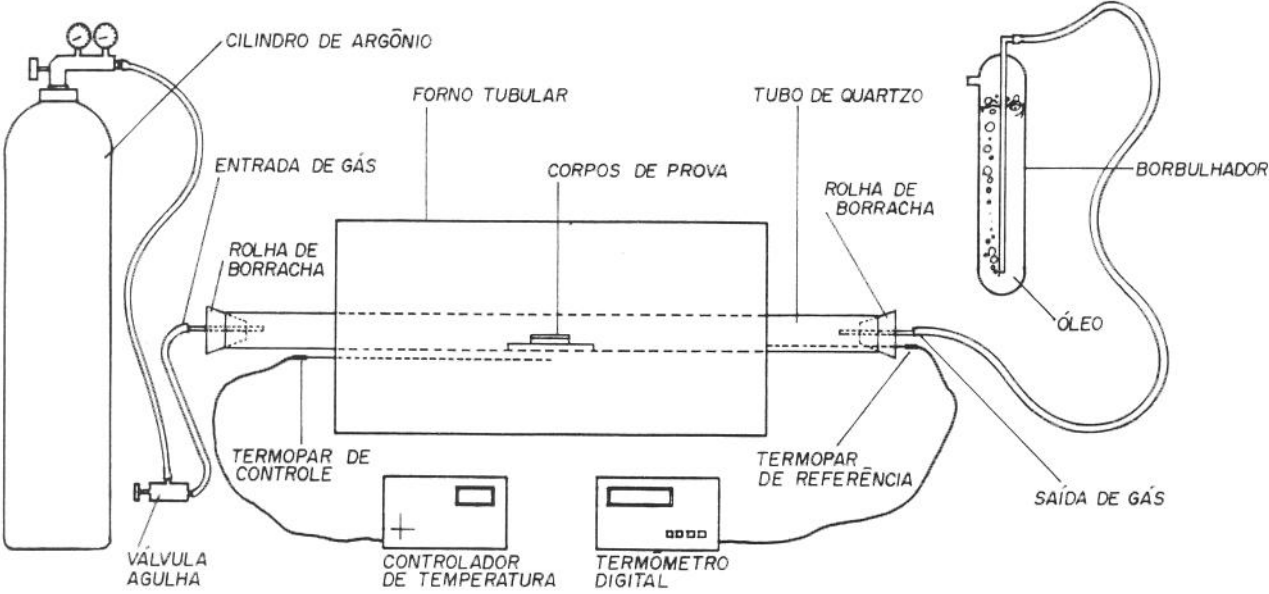
Os corpos de prova foram submetidos a duas temperaturas de austenitização , 1143K (temperatura convencional) e 1373K (alta temperatura) , durante 1 hora. As informações referentes às relações temperatura/tempo observadas durante a austenitização estão apresentadas na tabela 2.5 e figura 2.6.

- **Tratamento térmico de têmpera**

Depois de devidamente austenitizados os corpos de prova foram temperados em diferentes meios, óleo ou ar, visando obter diferentes taxas de resfriamento. As taxas médias de resfriamento bem como as curvas de resfriamento observadas durante a têmpera estão apresentadas na tabela 2.6 e figura 2.7, respectivamente. O monitoramento das curvas de resfriamento foi realizado por intermédio de um termopar cromel-alumel inserido no corpo de prova, e devidamente acoplado a um registrador de temperatura ECB-MOD. RB 103.

- **Tratamento térmico de revenido**

Imediatamente após a têmpera, tratamentos de duplo revenido, com duração de 1 + 1 hora, foram realizados nas temperaturas de 473K, 603K, 703K e 823K; sempre com resfriamento em óleo. As informações referentes às relações temperatura/tempo observadas durante os vários tratamentos de revenido estão apresentadas na tabela 2.7 e figura 2.8.



	SISTEMA / AUSTENITIZAÇÃO	SISTEMA / REVENIDO
FORNO	MARSHALL MOD. 1027	MARSHALL MOD. 1033
CONTROLADOR DE TEMPERATURA	ALFA 3162 - LPD	ALFA 3162 - LPD
TERMOMETRO DIGITAL	FLUKE 2100 A	OMEGA 2176 A
TERMOPAR	CROMEL - ALUMEL TIPO K	CROMEL - ALUMEL TIPO K
CONTROLE DE VAZÃO	REGULADOR DE PRESSÃO E VALVULA AGULHA	REGULADOR DE PRESSÃO E VALVULA AGULHA
PROTEÇÃO	ARGÔNIO	ARGÔNIO

Figura 2.5 Esquema do sistema de aquecimento utilizado nos tratamentos térmicos.

Tabela 2.4. Condições de tratamento térmico .

	Código de Identificação da Amostra (CIA)	temperatura de revenido [K]
AUST - 1153 K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	1*	como-temperado
	2	473
	3	603
	4	703
	5	823
AUST - 1373 K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	6*	como-temperado
	7	473
	8	603
	9	703
	10	823
AUST - 1373 K RESF. - AR AÇO - 300M\A	11*	como-temperado
	12	473
	13	603
	14	703
	15	823
AUST - 1153 K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	16*	como-temperado
	17	473
	18	603
	19	703
	20	823
AUST - 1373 K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	21*	como-temperado
	22	473
	23	603
	24	703
	25	823

* com e sem “heat tinting”

Tabela 2.5. Informações atinentes à relação temperatura/tempo observadas durante a austenitização.

temperatura de austenitização [K]	tempo médio para atingir a temperatura de austenitização [s] ([min.])	taxa média de aquecimento [K/s] ([K/min.])	tempo de permanência na temperatura de tratamento [hora]	gradiente de temperatura longitudinal na região de trabalho/forno [K]	variação da temperatura no tempo [K]
1143	1740 (29)	0,50 (30)	1	± 2	± 4
1373	1620 (27)	0,67 (40)	1	± 4	

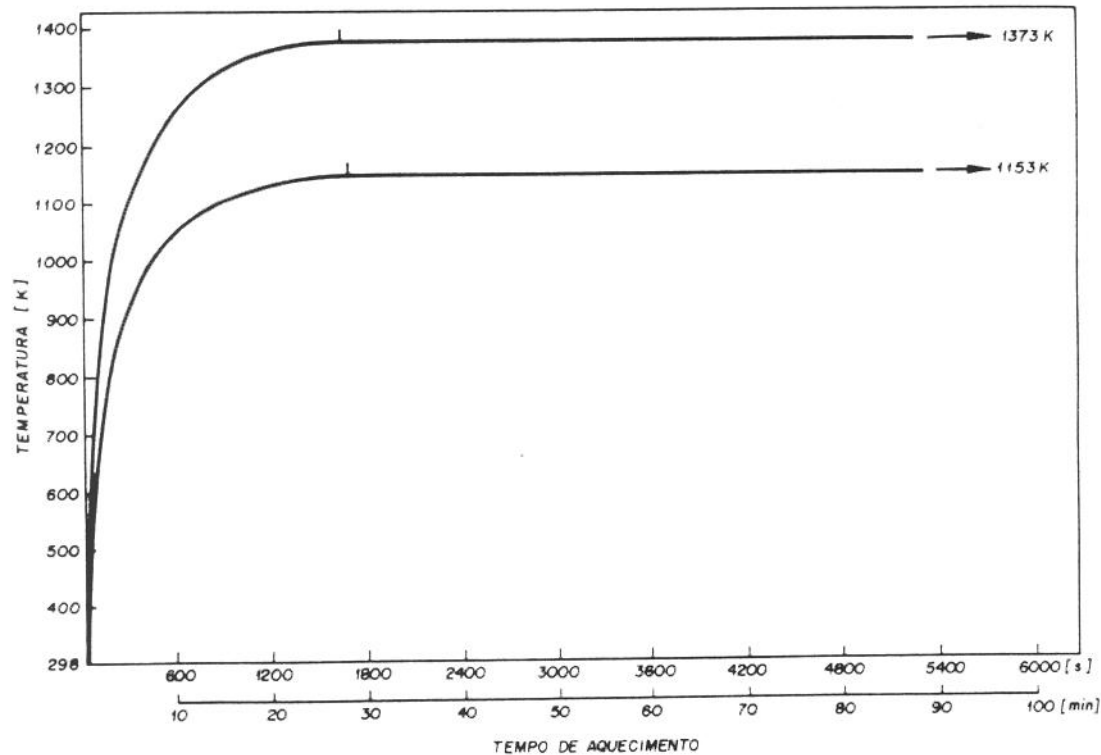


Figura 2.6 Curvas de aquecimento observadas durante a austenitização, a diferentes temperaturas.

Tabela 2.6. Taxas de resfriamento observadas durante a têmpera.

	TAXA MÉDIA DE RESFRIAMENTO - [K/s]		
	faixa de temperatura 1373 K → 673K	faixa de temperatura 1143 K → 673K	faixa de temperatura 673 K → 323K
resfriamento a partir de 1373 K, em óleo	61,0	————	4,8
resfriamento a partir de 1373 K, ao ar	6,0	————	0,3
resfriamento a partir de 1143 K, em óleo	————	52,0	5,0

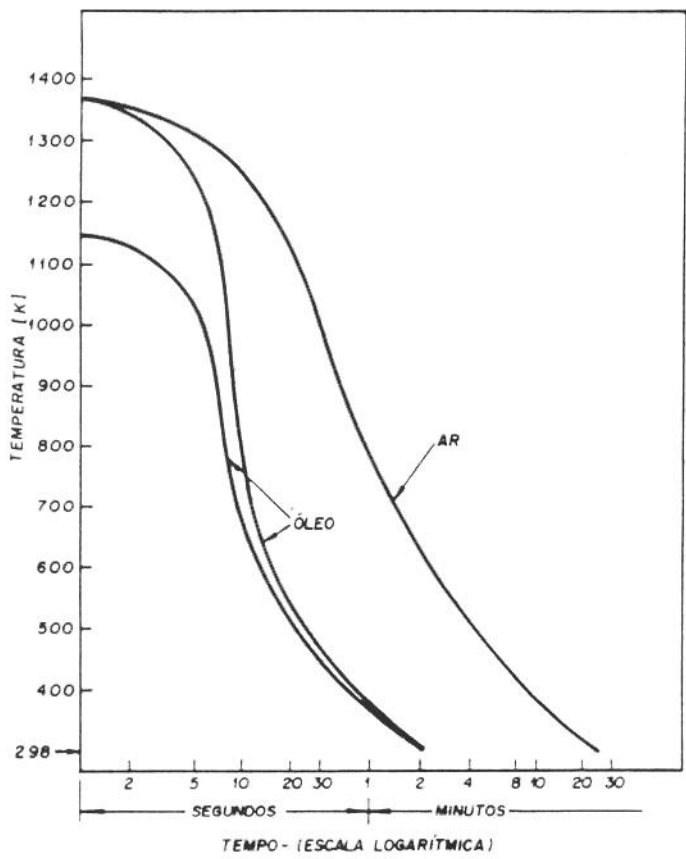


Figura 2.7. Curvas de resfriamento observadas durante a têmpera.

Tabela 2.7. Informações atinentes à relação temperatura/tempo observadas durante os vários tratamentos de revenido.

temperatura de revenido [K]	tempo médio para atingir a temperatura de austenitização [s] ([min.])	taxa média de aquecimento [K/s] ([K/min.])	tempo de permanência na temperatura de tratamento [hora]	gradiente de temperatura longitudinal na região de trabalho/forno [K]	variação da temperatura no tempo [K]
473	1680 (28)	0,10 (6)	1 + 1	± 0,5	± 4
603	1620 (27)	0,12 (10)	1 + 1	± 0,7	
703	1320 (22)	0,27 (17)	1 + 1	± 1,0	
823	1380 (23)	0,35 (21)	1 + 1	± 2,0	

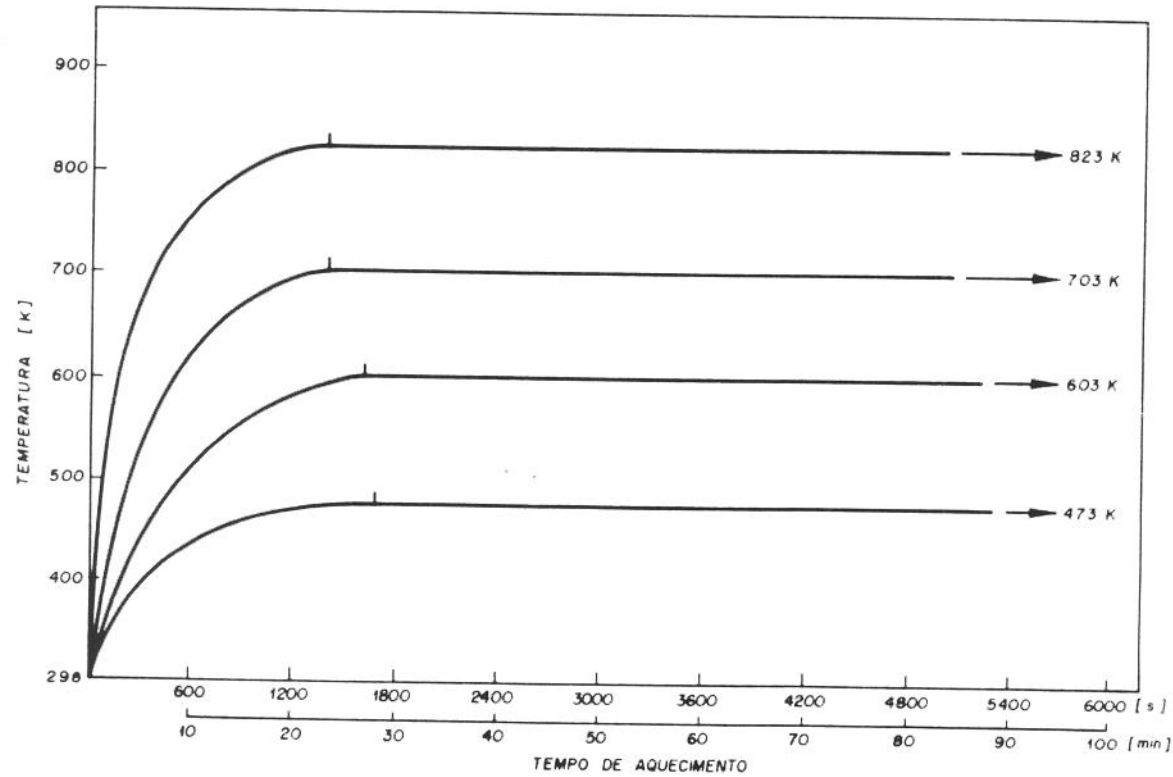


Figura 2.8. Curvas de aquecimento resultantes dos tratamentos de revenido a diferentes temperaturas.

2.2.3. Ensaio de dureza

As medidas de dureza foram efetuadas em um durômetro Heckert HPO 250, com carga nominal de 600N. A escala de dureza utilizada foi a Vickers, observando as recomendações da NBR 6672/81. Os valores de dureza foram obtidos pela média aritmética de no mínimo cinco medidas efetuadas sobre a superfície polida dos corpos de prova de tenacidade à fratura. Os valores de dureza foram importantes, entre outras coisas, para auxiliar na avaliação da eficácia dos tratamentos térmicos.

2.2.4. Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente em uma máquina MTS modelo 810, equipada com célula de carga com capacidade de 10 toneladas. Foram utilizados CPs cilíndricos com as dimensões mostradas na figura 2.2. Depois de tratados termicamente os corpos de prova foram polidos com lixa 600, de modo a melhorar o acabamento superficial. A carga foi aplicada monotonicamente a uma taxa de deformação da ordem de 1×10^{-2} mm/s. O diagrama carga x alongamento foi traçado diretamente em um registrador X-Y, com os seguintes fundos de escalas, 5.000 kgf e 1,5mm, para carga e alongamento, respectivamente. O alongamento foi medido através de um extensômetro MTS 632.136.20, fixado no comprimento útil dos corpos de prova por intermédio de elásticos, o que permitiu o monitoramento até a ruptura.

Foram realizados no mínimo dois ensaios para cada condição, sendo que as propriedades mecânicas representam uma média dos resultados.

As propriedades mecânicas de tração (σ_e , σ_r e $\phi\%$) foram determinadas segundo a NBR 6152/80. O limite de escoamento, σ_e , foi determinado a partir de uma deformação plástica de 0,2% e o limite de resistência, σ_r , a partir da carga máxima, ambos com base na área inicial. O coeficiente percentual de estricção, $\phi\%$, foi determinado com base na seguinte equação:

$$\varphi \% = \frac{(A_0 - A_f)}{A_0} \cdot 100 \quad (2.1)$$

onde

A₀ - área média da seção reta da parte útil do corpo de prova antes da aplicação da carga.;

A_f - área da menor seção do corpo de prova após ruptura.

A medida de df (diâmetro da menor seção do corpo de prova após ruptura) com instrumentos de contato, como paquímetro ou micrômetro, se mostraram inadequadas resultando em grandes erros. Assim, df, foi medido mais adequadamente em um projetor de perfil Carlzeiss Jena MP 320, com aumento de 25 vezes. Foram efetuadas pelo menos duas medidas em cada corpo de prova, em planos defasados de 90° ; onde, df, para cada CP correspondeu à média dessas medidas.

O coeficiente de encruamento, n , foi determinado com base na norma ASTM E 646/91. Os cálculos na definição dos valores do coeficiente de encruamento, para as diferentes condições de tratamento, foram executados por um programa computacional especialmente desenvolvido para este fim. A representação matemática da curva de escoamento foi a seguinte:

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (2.2)$$

onde:

σ - tensão verdadeira;

ε - deformação verdadeira;

K - coeficiente de resistência;

n - coeficiente de encruamento.

2.2.5. Pré-trinca por fadiga

Após a realização dos tratamentos térmicos, e antes do ensaio de tenacidade à fratura propriamente dito, gerou-se uma pré-trinca por fadiga na raiz do entalhe, de cada um dos corpos de prova, para garantir uma condição de trinca aguda. Os corpos de prova foram solicitados por flexão em uma máquina MTS modelo 810 (10t). Sendo que a variação da carga com o tempo foi senoidal.

Para exercer um controle mais efetivo sobre a propagação da pré-trinca por fadiga, as seguintes providências foram adotadas:

- as superfícies dos corpos de prova foram polidas para facilitar a observação da pré-trinca por fadiga;
- um estereomicroscópio Carlzeiss Jena Technival, foi acoplado junto à máquina MTS para facilitar a observação do crescimento da pré-trinca de fadiga, bem como permitir a medição preliminar de seu comprimento. Os aumentos utilizados foram na faixa de 25 a 40 vezes.

Para acelerar a nucleação e o crescimento da pré-trinca, de modo a otimizar o tempo para sua confecção, duas providências foram adotadas:

- dois estágios de propagação da trinca;
- duas frequências de carregamento.

Para acelerar (reduzir o tempo) a propagação da pré-trinca é interessante trabalhar com a maior frequência possível. Devido a fatores inerciais, quando se aumenta em demasia a frequência perde-se o controle dos níveis de carregamento. No caso, foi possível trabalhar com uma frequência de 9 Hz. Entretanto, para facilitar a observação da pré-trinca é interessante abaixar a frequência no momento de estimar-se o comprimento da pré-trinca (este problema também poderia ter sido resolvido com a utilização de uma luz estroboscópica). Nos momentos finais de crescimento da pré-trinca

também é interessante reduzir a frequência para se ter maior controle sobre o crescimento da pré-trinca por fadiga.

A outra providência para reduzir o tempo de confecção da pré-trinca foi a utilização de dois estágios de propagação de trinca. Estes dois estágios foram delimitados por riscos de referência, concebidos por intermédio de um paquímetro de altura com ponta para traçagem, como mostra a figura 2.9. Nos dois estágios, diferentes níveis de carregamento foram utilizados com o seguinte intuito:

1º estágio - acelerar a nucleação e a propagação da pré-trinca por intermédio de cargas mais elevadas ;

2º estágio - exercer controle mais eficaz sobre o crescimento da pré-trinca, através da redução do nível de carregamento, de modo a obedecer as recomendações de norma.

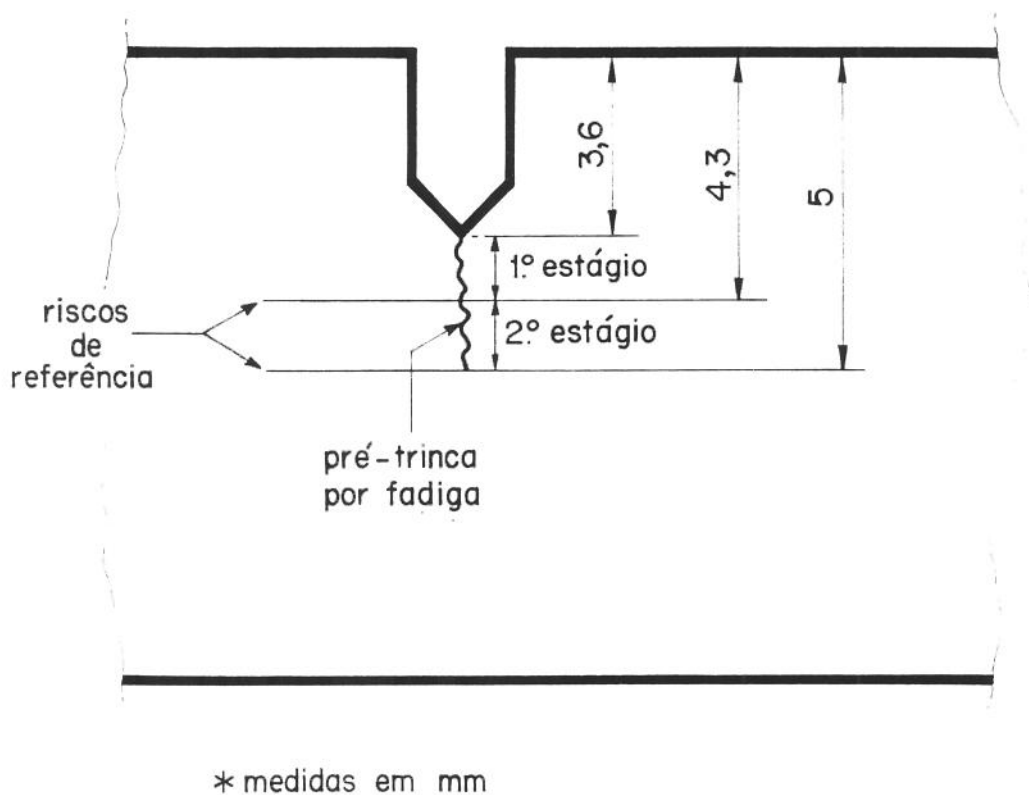


Figura 2.9. Representação esquemática dos dois estágios de crescimento da pré-trinca por fadiga sobre a superfície do corpo de prova de tenacidade à fratura.

Com a adoção dessas providências o tempo para confecção de cada pré-trinca consumiu de 20 a 35 minutos, dependendo da condição de tratamento térmico. As condições mais críticas para controle da pré-trinca, foram as como temperadas. Nestes casos, o nível de carregamento foi sempre menor, quando comparado com as demais condições.

As condições de carregamento para confecção das pré-trincas por fadiga foram definidas com base nas recomendações das normas ASTM E-1290/89 e E-399/90. Os valores das cargas e dos fatores de intensificação de tensão, para a obtenção da pré-trinca, encontram-se nas tabelas 2.8 e 2.9, respectivamente.

Várias possibilidades foram avaliadas até se definir um método que viabilizasse a medida da pré-trinca por fadiga. Inicialmente, tentou-se medir o comprimento da pré-trinca por fadiga pela extensão das estrias de fadiga. Entretanto, o exame da superfície de fratura em microscópio eletrônico de varredura (MEV) mostrou completa ausência de estrias de fadiga. Outro método tentado para evidenciar a pré-trinca foi através de uma tinta de baixa viscosidade, usada em ferramentaria. Novamente sem sucesso, pois a tinta não penetrou adequadamente por capilaridade, na cavidade da pré-trinca, como se esperava. Por fim, observando as normas ASTM E-1290/89 e E-813/89, tentou-se a técnica de marcação por oxidação ("heat tinting"). Colocou-se os corpos de prova pré-trincados num forno a 453K durante 15 minutos. No caso dos corpos de prova nas condições como-temperadas, a oxidação foi realizada de maneira mais branda, 423 K durante 10 minutos.

Entretanto, em ensaios preliminares observou-se uma pequena variação de dureza entre os corpos de prova submetidos e não-submetidos ao "heat tinting"; somente nas condições como-temperadas. Em decorrência, estabeleceu-se um programa de ensaios para avaliar se o "heat tinting" exerce influência significativa sobre a tenacidade à fratura dos Cps como-temperados. Este programa de ensaios consistiu de dois grupos de corpos de provas, compreendendo todas as condições como-temperadas, onde em um dos grupos todos os corpos de prova foram marcados por oxidação e no outro não.

Tabela 2.8. Valores das cargas utilizadas na obtenção da pré-trinca por fadiga, compreendendo todas as condições de tratamentos térmicos.

1 ^o ESTÁGIO				2 ^o ESTÁGIO			
P _{MIN} [N]	P _{MAX} [N]	P _{MIN} /P _{MAX}	FREQUÊNCIA [Hz]	P _{MIN} [N]	P _{MAX} [N]	P _{MIN} /P _{MAX}	FREQUÊNCIA [Hz]
90 a 280	1500 a 3000	0,06 a 0,09	1 ↔ 9	30 a 110	1200 a 1900	0,03 a 0,06	1 ↔ 9

Tabela 2.9. Valores dos fatores de intensificação de tensão durante a obtenção da pré-trinca por fadiga, compreendendo todas as condições de tratamentos térmicos.

Posição	1 ^o ESTÁGIO			2 ^o ESTÁGIO		
	Kf _{MIN} [MPa.m ^{1/2}]	Kf _{MAX} [MPa.m ^{1/2}]	ΔK [MPa.m ^{1/2}]	Kf _{MIN} [MPa.m ^{1/2}]	Kf _{MAX} [MPa.m ^{1/2}]	ΔK [MPa.m ^{1/2}]
Inicial	0,40 a 1,26	6,75 a 13,49	6,35 a 12,23	0,16 a 0,60	6,54 a 10,35	6,38 a 9,75
Final	0,49 a 1,53	8,17 a 16,34	7,68 a 14,81	0,20 a 0,74	8,05 a 12,74	7,85 a 12,00

A medida do comprimento da pré-trinca, nos CPs que não foram submetidos a marcação por oxidação (heat tinting), foi muito mais laboriosa e lenta. O ângulo de incidência da luz (microscópio) teve que ser adequadamente ajustado para permitir efetuar medidas com confiança.

O comprimento inicial da trinca, a_0 , usado nos modelos matemáticos, foi obtido após o ensaio de tenacidade pela ruptura completa do corpo de prova(ver figura 2.10). A medição sobre a superfície de fratura foi realizado em microscópio universal Carlzeiss, modelo UMM 300/100.

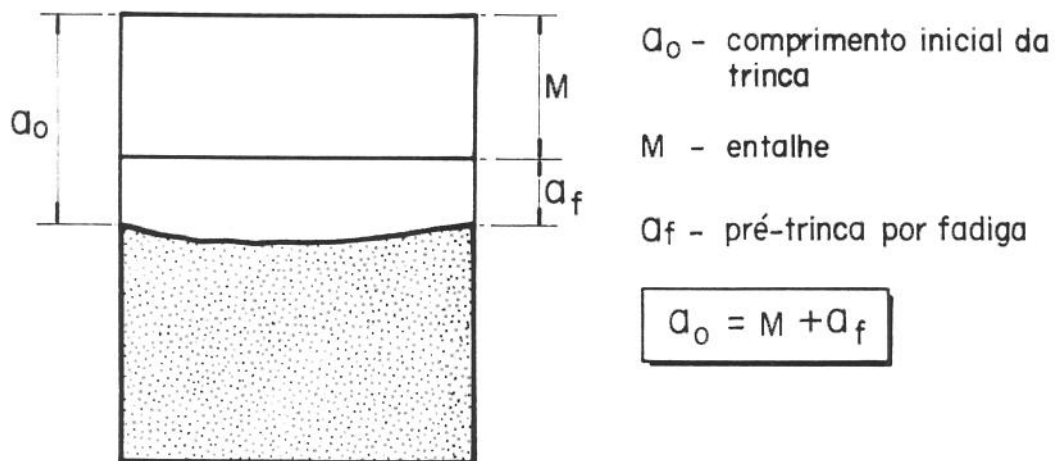


Figura 2.10 - Esquema da superfície de fratura do corpo de prova, após o ensaio de tenacidade à fratura.

2.2.6. Ensaio de tenacidade à fratura

Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados a temperatura ambiente em uma máquina MTS modelo 810 (10t), sob controle de deslocamento. A máquina foi programada com velocidade de deslocamento do atuador da ordem de 2×10^{-6} m/s. Todos os ensaios foram de flexão com o corpo de prova apoiado em três pontos. A taxa de aumento do fator de intensificação de tensão, $\dot{K}$, foi da ordem de $0,6 \text{ MPa.m}^{1/2}/\text{s}$ (BS 5762 e ASTM E-1290 recomendam $0,47 < \dot{K} < 2,52 \text{ MPa.m}^{1/2}/\text{s}$ e $0,55 < \dot{K} < 2,75 \text{ MPa.m}^{1/2}/\text{s}$, respectivamente). Tal medida foi realizada pela cronometragem do tempo entre posições definidas, como mostra a figura 2.11. O valor de $\dot{K}$ foi calculado através da seguinte equação :

$$\dot{K} = \frac{\Delta K}{\Delta t} \quad (2.3)$$

com:

$$\Delta K = K_i - K_{i-1} \quad \text{e} \quad \Delta t = t_i - t_{i-1}$$

onde:

K - fator de intensificação de tensão;

t - tempo cronometrado.

Foram realizados três ensaios para cada condição de tratamento térmico, sendo que os valores de tenacidade à fratura representam uma média dos resultados. Durante o ensaio de tenacidade à fratura o deslocamento de abertura da trinca (COD) foi plotado em função da carga aplicada em um registrador X-Y, como mostra a figura 2.12. O COD foi medido por um extensômetro ("clip on gage") MTS modelo 632.03C.20, acoplado ao corpo de prova.

Carga (P)	Tempo (t)
P_1	t_1
P_2	t_2
P_3	t_3

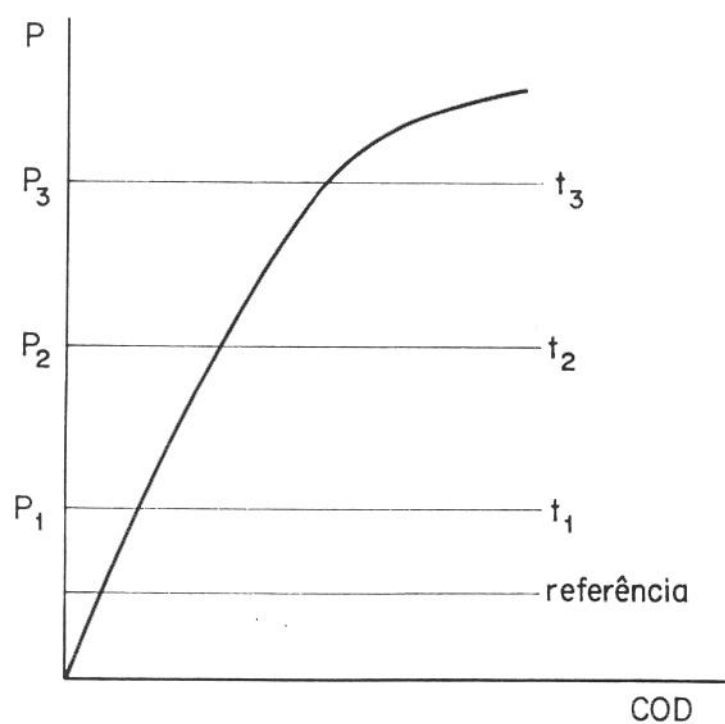


Figura 2.11 - Representação esquemática do procedimento utilizado na determinação da taxa de intensificação de tensão.

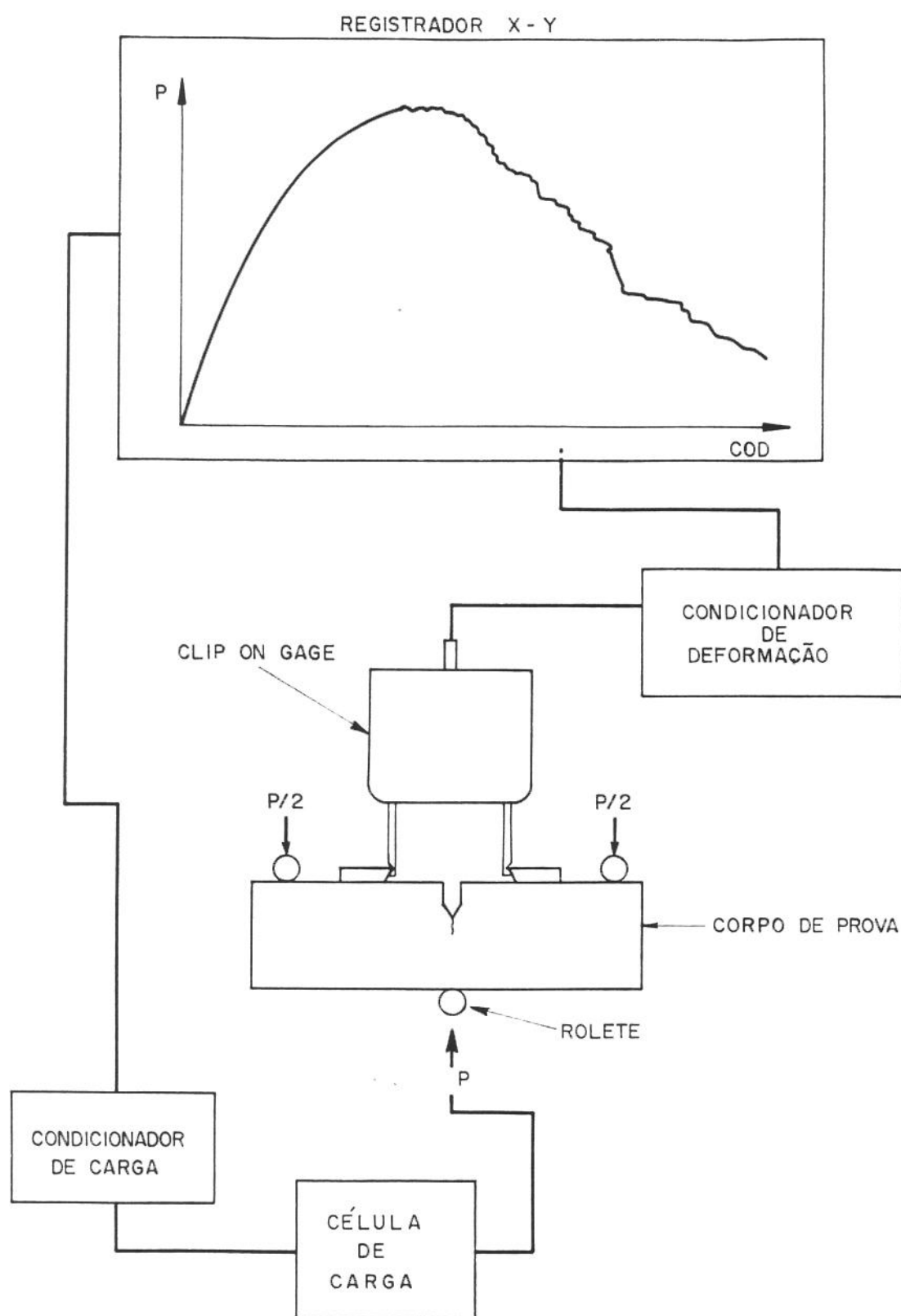


Figura 2.12. Representação esquemática do sistema utilizado para medir a tenacidade à fratura.

Sobre um mesmo diagrama carga x COD foram aplicados diferentes critérios, de modo que, diferentes parâmetros de tenacidade à fratura foram obtidos, particularmente $CTOD_C$ (deslocamento de abertura da ponta da trinca crítico) e K_{IC} (fator de intensificação de tensões crítico, em modo I de abertura de trinca).

O $CTOD_C$ foi calculado com base na eq.(2.4), observando as normas BS 5762/79 e ASTM E-1290/89.

$$CTOD_C = \frac{K^2(1 - \nu^2)}{2 \cdot \sigma_e \cdot E} + \frac{r_p(W - a_0)V_p}{r_p(W - a_0) + a_0 + Z} \quad (2.4)$$

com

$$K = \frac{P \cdot f(a/W)}{B \cdot W^{1/2}}$$

onde

- K - fator de intensificação de tensões ;
- ν - coeficiente de Poisson ;
- σ_e - limite de escoamento ;
- E - módulo de elasticidade ;
- r_p - fator de rotação plástica ;
- W - largura do corpo de prova ;
- a_0 - comprimento inicial da trinca ;
- B - espessura do corpo de prova ;
- Z - distância do ponto de medição do COD até a superfície do corpo de prova ;
- V_p - componente plástica do COD ;
- P - carga aplicada para o início da fratura ;
- $f(a/w)$ - fator de correção geométrico .

sendo que, a BS 5762/79 e a ASTM E-1290/89 estabelecem , para o caso de corpos de prova de flexão em três pontos - com $S = 4W$, onde S é o espaçamento entre os pontos de aplicação de carga -, respectivamente, os seguintes valores para r_p e $f(a/w)$:

$$r_p = 0,4$$

$$f(a/w) = 11,6(a_0/W)^{1/2} - 18,4(a_0/W)^{3/2} + 87,2(a_0/W)^{5/2} - 150,4(a_0/W)^{7/2} + 154,8(a_0/W)^{9/2} \quad (2.5a)$$

e

$$r_p = 0,44$$

$$f(a/W) = \frac{6.(a_0/W)^{1/2} [1,99 - a_0/W(1 - a_0/W)(2,15 - 3,93.a_0/W + 2,7(a_0/W)^2)]}{(1 + 2a_0/W)(1 - a_0/W)^{3/2}} \quad (2.5b)$$

Apesar das dimensões dos corpos de prova (no caso, $B = 5 \text{ mm}$), para algumas condições de processamento utilizados neste trabalho, não obedecerem às recomendações da norma ASTM E-399/90 ($B > 2,5 (K_{IC}/\sigma_e)^2$, este critério foi aplicado, sendo os cálculos efetuados através da eq.(2.6). Os valores foram analisados e comparados com os valores obtidos por outros pesquisadores, onde as recomendações ASTM E-399 foram observadas.

$$K_Q = \frac{P_Q S}{B.W^{3/2}} f(a/W) \quad (2.6)$$

onde

K_Q - fator de intensificação de tensões ;

P_Q - carga para início da fratura ;

S - espaçamento entre os pontos de aplicação da carga ;

sendo que, $f(a/W)$ é calculado através da eq.(2.5b) , quando $S = 4W$.

Todos os parâmetros de tenacidade à fratura foram calculados por intermédio de um programa computacional, especialmente desenvolvido, denominado CALCTEN. Esse programa é de caráter amplo e permite o cálculo dos seguintes

parâmetros: K_{IC} (Mecânica da Fratura Linear Elástica - MFLE); J_{IC} , $CTOD_c$, $CTOD_m$, $CTOD_u$ e $CTOD_i$ (Mecânica da Fratura Elasto-Plástica - MFEP); e J_{ID} e K_{ID} (Mecânica da Fratura Dinâmica - MFD); para diferentes geometrias de corpos de prova.

2.2.7. Método do pulso-eco ultra-sônico

As constantes elásticas tais como módulo de elasticidade (E), módulo de rigidez (G), coeficiente de Poisson (ν), são geralmente determinadas por medidas diretas em ensaios de tração ou torção. Entretanto, quando se deseja fazer medidas mais precisas ou quando estas medidas devem ser realizadas em direções específicas de uma amostra, empregam-se normalmente técnicas dinâmicas que utilizam medições de frequência ou tempo decorrido [2].

Neste trabalho as constantes elásticas (ν e E), utilizadas nos modelos matemáticos, foram determinadas pelo método do pulso-eco ultra-sônico. O método é considerado dinâmico porque a amostra do material é solicitada de forma vibracional por pulsos de ultra-som de frequência da ordem de vários MHz.

As medidas dinâmicas envolvem deslocamentos atômicos muito pequenos e baixas tensões em comparação com as medidas das constantes elásticas determinadas em ensaios monotônicos. Os cálculos são fundamentados na teoria clássica da elasticidade e pressupõem a veracidade de dois postulados:

- O material em análise é perfeitamente elástico, ou seja, as deformações estão relacionadas univocamente com as tensões aplicadas e vice-versa;
- Admite-se uma relação linear entre tensões e deformações.

O método do pulso-eco ultra-sônico substitui os procedimentos estabelecidos pelas normas ASTM E-111/88 (determinação do E) e ASTM E-132/86 (determinação do ν), com a vantagem de ser mais rápido, mais preciso e menos dispersivo, quando comparado com as medidas efetuadas com base no ensaio de tração.

A caracterização das propriedades do material, pela técnica ultrassônica, é feita a partir da densidade e velocidade de propagação do som no material, medidas independentemente.

• Medida da densidade

A densidade (ρ) foi medida com base no princípio estabelecido por Arquimedes (287-212 a C.). Segundo este princípio, todo corpo mergulhado total ou parcialmente em um fluido sofre a ação de uma força (empuxo), de direção vertical e sentido ascendente, cuja intensidade é igual ao peso do líquido deslocado.

Na determinação da densidade do aço 300M, utilizou-se uma balança analítica METTLER mod. H33AR para efetuar a pesagem de amostras a seco (ar) e a pesagem de amostras em água, como mostra esquematicamente a figura 2.13.

Assim, de acordo com o princípio de Arquimedes, a densidade do aço 300M, imerso em água, foi calculada através da seguinte expressão :

$$\rho = \frac{P_A}{P_A - (P_M - P_H)} \cdot \rho_{H_2O} \quad (2.7)$$

onde:

P_A - peso da amostra a seco;

P_M - peso da amostra mais o peso da haste, mergulhada em água;

P_H - peso da haste parcialmente mergulhada em água;

ρ_{H_2O} - densidade da água à temperatura em que foi realizada a medida.

O valor médio determinado, foi de $\rho = 7,76 \text{ g/cm}^3$, com um desvio padrão de 0,01 .

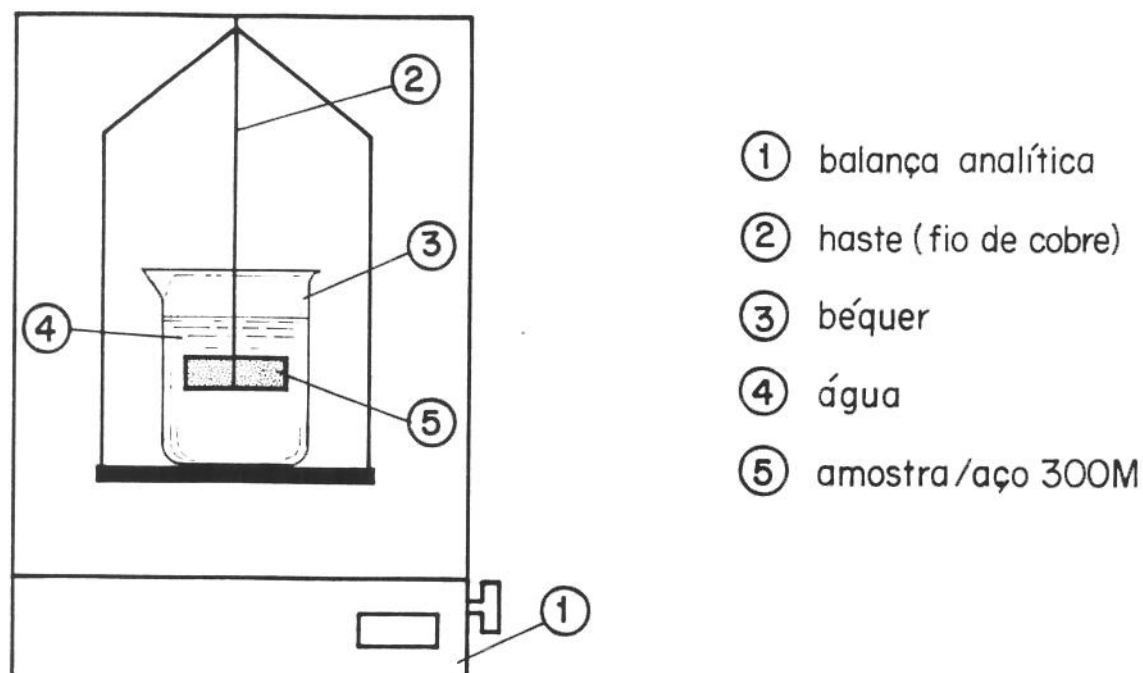


Figura 2.13. Representação esquemática do sistema utilizado para determinar a densidade do aço 300M, com base no princípio de Arquimedes.

• Determinação da velocidade do som

O método do pulso-eco permite avaliar ultra-sonicamente duas quantidades importantes nos materiais: as velocidades do som e a atenuação ultra-sônica [3-9], de forma bastante acurada. Neste trabalho somente as velocidades do som foram medidas.

O sistema de ultra-som utilizado era constituído de várias unidades, como mostra de maneira simplificada a figura 2.14. Esse método consiste em introduzir um pulso de ultra-som, de duração na ordem de micro-segundos, por intermédio de um transdutor eletro-mecânico (efeito piezoelétrico), numa mostra de faces planas e paralelas.

Para introduzir um pulso de ultra-som (pulso de onda elástica), um sinal do oscilador de pulso de rádio frequência (RF), operando com a frequência

fundamental do transdutor ou em uma de suas frequências harmônicas ímpares, é aplicado em uma das faces do transdutor piezoelétrico. O transdutor converte a energia elétrica das ondas de RF em ondas elásticas. O pulso elástico percorre a amostra com a velocidade do som do material até encontrar a outra face da amostra, onde ocorre reflexão. O pulso refletido alcança a primeira face e então o transdutor acusa sua chegada, transformando o pulso mecânico em pulso elétrico. O pulso elétrico de RF é detectado no receptor e observado na tela de um osciloscópio como o primeiro eco. Assim, cada vez que a onda é refletida na face do transdutor se induz um pulso de RF que gera um trem de ecos, sendo amortecidos exponencialmente até a extinção do pulso inicial. Determinando-se, então, o tempo entre dois ecos consecutivos, e conhecendo-se a distância entre as faces da amostra determina-se a velocidade do som. (Maiores informações sobre o método, podem ser encontradas nas referências [10-13]).

Para medir a velocidade do som, amostras do aço 300M foram usinadas em retífica plana, de modo que as faces fossem planas e paralelas. A espessura de cada amostra, que corresponde à metade do percurso dos pulsos ultra-sônicos, foi medida com precisão satisfatória por intermédio de um micrômetro.

Para converter o pulso elétrico em pulso mecânico e, vice-versa, foram utilizados dois transdutores de quartzo de 10mm de diâmetro, com frequência de ressonância de 10MHz, sendo:

- transdutor de quartzo: gerar ondas longitudinais, de corte-X;
- transdutor de quartzo: gerar ondas transversais de corte-Y.

Em todas as medidas o acoplamento acústico entre o transdutor e a amostra foi feita com **salol** (salicilato de finila). Os cristais de salol foram liquefeitos com jato de ar quente e , o processo de solidificação foi desencadeado com cristais dele próprio.

A medição do tempo de propagação do pulso foi realizada diretamente na tela do osciloscópio (figura 2.14). As velocidades de propagação de ondas,

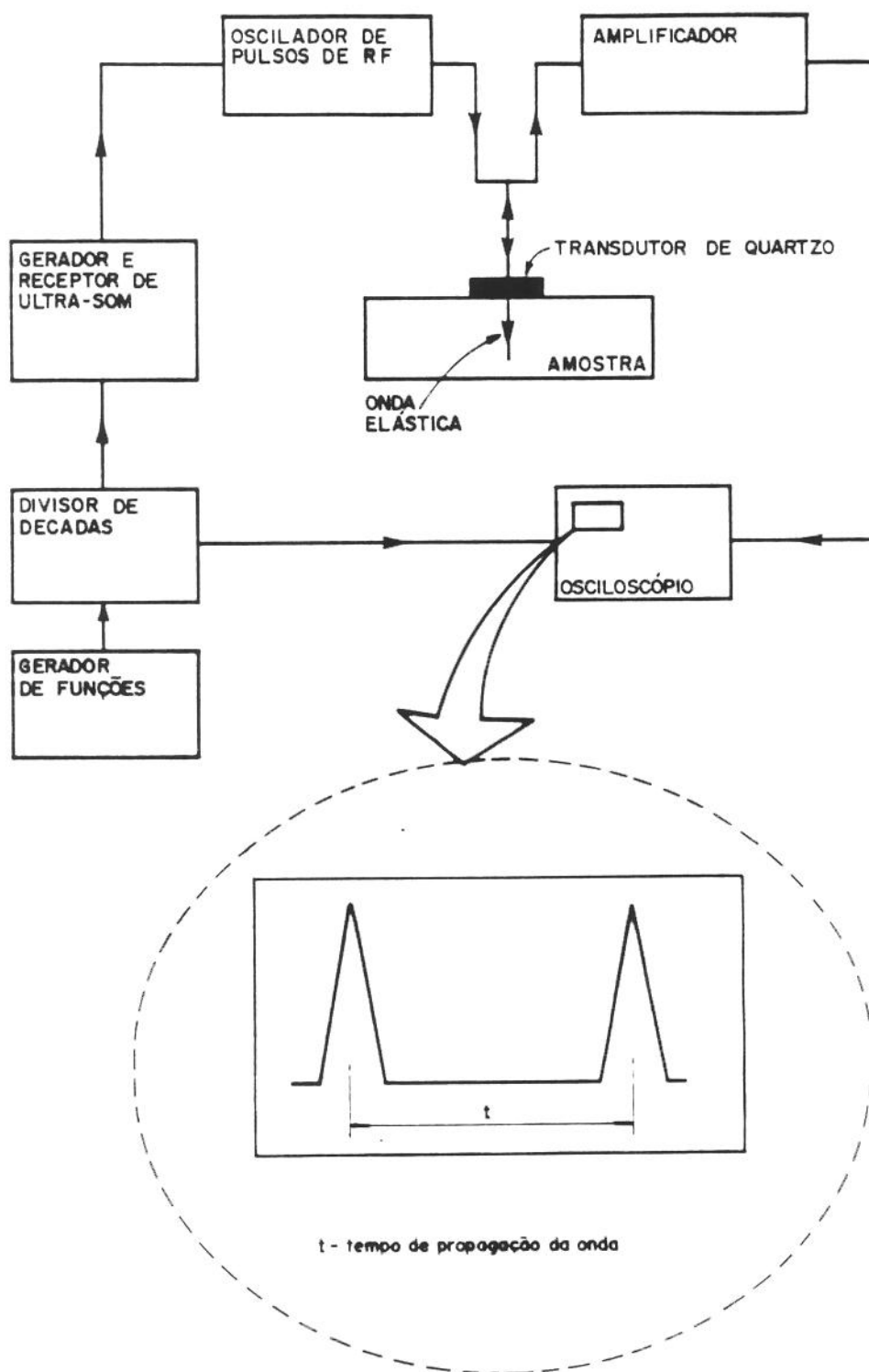


Figura 2.14 - Representação esquemática do equipamento de ultra-som utilizado.

tanto de modo longitudinal como de modo transversal, foram calculadas com base na seguinte equação:

$$V = \frac{2d}{t} \quad (2.8)$$

onde:

d - metade do percurso do pulso ultra-sônico (espessura da amostra);

t - tempo decorrido para um pulso ultra-sônico percorrer a amostra ao longo da espessura e retornar.

Os valores medidos das velocidades, estão apresentados na tabela 2.10. As constantes elásticas (E e ν), mostradas na tabela 2.11, foram calculadas a partir dos valores das velocidades longitudinal (V_L) e transversal (V_T) e da densidade do material (ρ), através das seguintes equações:

$$\nu = 1/2(V_L^2 - 2V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (2.9)$$

$$E = \rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (2.10)$$

Tabela 2.10.Valores das velocidades longitudinal (V_L) e transversal (V_T) do som no aço 300 M.

MATERIAL	VELOCIDADE DO SOM	
	V_L [m/s]	V_T [m/s]
AÇO 300M\A	6032 (11)	3250 (32)
AÇO 300M\B	5970 (57)	3312 (45)

Tabela 2.11 - Valores das constantes elásticas obtidas através do método do pulso eco ultra-sônico.

MATERIAL	CONSTANTES ELÁSTICAS	
	módulo de elasticidade (E) [GPa]	coeficiente de Poisson (ν)
AÇO 300M\A	212 (3)	0,295 (0,007)
AÇO 300M\B	217 (5)	0,278 (0,004)

2.2.8. Microscopia óptica

Amostras retiradas dos corpos de prova de tenacidade à fratura foram preparadas de acordo com a técnica metalográfica convencional. Posteriormente, as amostras foram observadas e fotografadas em microscópio NEOPHOT.

A análise metalográfica foi realizada com dois propósitos: revelar as diferentes microestruturas decorrentes dos tratamentos térmicos e medir o tamanho de grão da austenita prévia resultante das diferentes temperaturas de austenitização.

A microestrutura, para os propósitos pretendidos, foi facilmente revelada mediante ataque químico com nital 2%. Entretanto, a determinação do tamanho de grão da austenita prévia foi difícil e só foi possível após dispendioso trabalho. Segundo informações da literatura[14-18] foram adotados vários métodos e ataques químicos a base de ácido pícrico, o qual revela regiões ricas em fósforo. Os resultados obtidos com tais ataques químicos, para revelar contornos de grão austeníticos na matriz martensítica, não foram considerados satisfatórios. Provavelmente, devido ao rigoroso controle do teor de fósforo na composição química do aço 300M.

Para determinar o tamanho de grão optou-se por ataque profundo com nital 10%, seguido de leve polimento para melhorar o realce. O contraste dos contornos de grão sobre a matriz foi obtido por variação do foco no microscópio óptico (sub/sobrefocalização).

As medidas de tamanho de grão foram efetuadas com auxílio de uma ocular reticulada, adequada ao método de Heyn (interceptação linear), observando a NBR 6000/80. Em cada amostra foram discriminadas no mínimo 150 interseções.

2.2.9. Microscopia eletrônica

A superfície de fratura de corpos de prova de tração e tenacidade à fratura, compreendendo todas as condições de tratamentos térmicos, foram analisadas e

fotografadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Cambridge-Stereoscan S4-10, operado com 30 kV.

Os corpos de prova, imediatamente após a ruptura completa, foram protegidos com uma película de esmalte para evitar a formação de compostos de corrosão sobre as superfícies de fratura. Este revestimento foi facilmente dissolvido, usando acetona PA e um limpador ultra-sônico, justamente antes da análise fractográfica.

Aspectos macroscópicos e microscópicos da superfície de fratura dos CPs de tração foram analisados e, posteriormente correlacionados com as propriedades de tração.

No caso dos CPs de tenacidade à fratura, a análise consistiu na observação da superfície de fratura, tanto na região da pré-trinca por fadiga como na região de fratura resultante do carregamento monotônico, sobretudo na região de início de propagação de trinca. O objetivo dessa análise foi associar a ocorrência de um determinado micromecanismo de fratura com o valor de tenacidade à fratura e com a condição de tratamento térmico.

Análise por microsonda eletrônica foi também realizada em algumas áreas seleccionadas sobre a superfície dos CPs de tenacidade à fratura. O objetivo foi determinar a composição química de certas partículas encontradas sobre a superfície de fratura. A análise foi sempre qualitativa, identificando-se os elementos por sua radiação característica.

2.2.10. Difração de raio-x

A técnica de difração de raio-x foi utilizada para medir os níveis de tensões residuais e a quantidade de austenita retida, por intermédio de um equipamento Siemens D-5000.

• Medida das tensões residuais

Alguns fatos despertaram curiosidade (ver seção 2.2.5) a ponto de se estabelecer um pequeno programa de ensaios visando medir os níveis de tensões residuais (de origem térmica decorrentes dos tratamentos térmicos) de algumas amostras, sempre na condição como-temperada. O objetivo foi avaliar se a marcação por oxidação (heat-tinting) da pré-trinca de fadiga influi no estado de tensões residuais. Amostras submetidas e não submetidas ao "heat-tinting", todas na condição como-temperada, foram analisadas por difração de raio-x e os níveis das tensões residuais nas superfícies das amostras (profundidade $6\mu\text{m}$) foram medidos. A medição das tensões residuais, observando informações contidas na referência [19], foi feita com base nos seguintes parâmetros:

EQUIPAMENTO: Geometria do goniômetro: OMEGA

Comprimento de onda : $2,2938 \text{ \AA} < \text{CR} - \text{KA} >$

Potência : 1200 W

MATERIAL: Plano de referência : $<211>$

Posição do plano : 156 Grad.

Módulo de elasticidade : 210.000 MPa

Coefficiente de Poisson : $0,290$

Fator de anisotropia : $1,000$

SOFTWARE: Faixa de medição <2 Teta> : 152 ... 160 grad.

Tipo de varredura : contínua

Passo de varredura : 0,50 grad.

Tempo por passo : 3 seg.

Subtração de fundo de escala : Sim

Método de cálculo da tensão : Linear

Ângulo PHI : 0,00 grad.

Ângulos PSI : -40, -20, 0, 20, 40 grad.

• Medida da quantidade de austenita retida

A quantidade de austenita retida foi determinada para algumas das condições de tratamento térmico. Tal procedimento foi definido para avaliar se a taxa de resfriamento e da temperatura de austenitização influenciam de maneira significativa na quantidade de austenita retida. Outro aspecto analisado foi o processo de desestabilização térmica da austenita retida em função da temperatura de revenido. A medição da quantidade de austenita retida, observando as informações contidas na ref. [20], foi realizada com base nos seguintes parâmetros:

RADIAÇÃO : CROMO K-ALFA <2,2938 Å>

REGIÃO DE VARREDURA : T5...165 grad <2 Teta>

PASSO DE MEDIÇÃO : 0,040 grad, modo contínuo

TEMPO POR PASSO : 1 seg.

POTÊNCIA : 1200 W <Padrão>

FILTRO : Vanádio < antes do detetor, elimina KA2>

MÉTODO DE CÁLCULO : Software que utiliza sistemática SAE [20]

Referências Bibliográficas

- [1] ASM-Metals Handbook: Ultrahigh - Strength Steels, in: Properties and Selection: Irons and Steels, v.1, 9ª ed.; Metals Park, Ohio, 1978, p.421-43.
- [2] DIETER, G.E. Relações entre Tensão e Deformação para o Comportamento Elástico, in: Metalurgia Mecânica, 2- ed./// Trad. A.S.S.Silva, L.H.Almeida e P.E.V.Miranda, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.4-61.
- [3] PAPADAKIS, E.P. Ultrasonic attenuation and velocity in three transformation products in steel. J. Appl. Phys. v.35, nº 5, p.1474-82, May 1964.
- [4] McSKIMIN, H.J., Notes and references for the measurement of elastic moduli by means of ultrasonic waves. The Journal of the Acoustical Society of America, v.33, nº 5, p.606-15, May 1961.
- [5] LEDBETTER, H.M. et al. Elastic - Constant variability in stainless-steel 304. J. Appl. Phys., v.51, nº 1, p.305-9, January 1980.
- [6] AULD, B.A. Waves and vibrations in periodic piezoelectric composite materials. Mater. Sci. Eng., A122, p.65-70, 1989.
- [7] ALIPPI, A. Propagation of elastic waves in one-dimensional composites. Mater. Sci. Eng., A122, p.71-5, 1989.
- [8] GILMAN, J.I. et al. Method for monitoring the mechanical state of a material. Mater. Sci. Eng., A125, p.39-42, 1990.
- [9] McSKIMIN, H.J. Pulse superposition method for measuring ultrasonic wave velocities in solids. The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 33, nº 1, p.12-6, Jan. 1961.
- [10] FERNANDEZ LEON, J.A. Constantes elásticas, atenuação ultrasônica e efeito térmico anômalo nas terras raras: Gd, Tb, Ho, Er, Dissertação de Mestrado, IF/UNICAMP, 1975.

- [11] RAMIREZ, M.E.A. Contribuição magneto elástica as constantes elásticas do holmio, Tese de Doutorado, IF/UNICAMP, 1979.
- [12] GAMA, S. Transição de fases magnéticas e constantes elásticas do érbio monocristalino, Tese de Doutorado, IF/UNICAMP, 1983.
- [13] Elastic properties characterization of solid materials by means of ultrasonic technique, Prepared by Dr. Hideo Iwasaki, march 25, 1991.
- [14] BARRACLOUGH, D.R. Etching of Prior Austenite Boundaries in Martensite. Metallography, v.6, p. 465-72, 1973.
- [15] DREYER, G.A. et al. New etchant brings out grain boundaries in martensite steels. Metal Progress, p.116-7, [ca. 1970].
- [16] CRNKOVIC, O.R. et al. Delineamento de contornos de grãos austeníticos originais em aços temperados e revenidos. Metalurgia-ABM, v.39, nº312, p.607-9, novembro 1983.
- [17] COLOMBAROLI, W. & CASTRO, O.E., Métodos de determinação do tamanho do grão austenítico de um aço. Revista da Escola de Minas, p.87-97, [ca. 1960].
- [18] ABNT NBR 7555/82 , Aço - Determinação e visualização de grão austenítico (Método de Ensaio).
- [19] PRUMMER, R.A. Basic principles and applications of x-ray analysis of residual stresses. Kerntechnik, v.13, nº 2, p.68-77, 1971.
- [20] JATCZAK, C.F. Retained austenite and its measurement by x-ray diffraction. SAE Transactions, v.89, DOC 800426, p.1657-75, 1980.

Referências Complementares

- [21] ABNT NBR 6152/80, Materiais Metálicos - Determinação das propriedades mecânicas de tração.
- [22] BS 5762/79, Method for Crack Opening displacement (COD) testing.
- [23] ASTM E-1290/89, Standart test method for crack - Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement.
- [24] ASTM E-399/90, Standart test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials.
- [25] FERREIRA, I. Tenacidade a fratura, em condições elasto-plásticas, das ligas de alumínio de alta resistência do tipo Al-6Zn - 2Mg - XCu, Tese de Doutorado, FEC/UNICAMP, 1987.
- [26] ABNT NBR 6672/81, Materiais Metálicos - Determinação da Dureza Vickers.
- [27] ASTM E-646/91, Standart test method for tensile strain-hardening exponents (n-values) of metallic sheet materials.
- [28] ASTM E-813/90, Standart test method for J_{IC} , a measure of fracture toughness.
- [29] ASTM E-111/88, Standart test method for Young's modulus, tangent modulus, and chord modulus.
- [30] ASTM E-132/86, Standart test method for Poisson's ratio at room temperature.
- [31] ABNT NBR 6000/80, Materiais metálicos- Determinação do tamanho de grão (TG).
- [32] ASTM E-975/89, Standard practice for x-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation.
- [33] FERRAN, G. Análise por microsonda eletrônica. Revista Brasileira de Tecnologia, v.4, p.41-67, 1973.
- [34] MUNHOZ JR, D. Determinação de tensões residuais e austenita retida em aços cementados usando difração de raio-X, Dissertação de Mestrado, UFSCar, São Carlos, 1983.

PARTE III

RESULTADOS

CAPÍTULO 3

RESULTADOS

- Considerações Iniciais
- Ensaaios Mecânicos
- Metalografia
- Fractografia
- Difração de Raio-X
- Considerações Finais

3.1. Considerações Iniciais

Utilizou-se, neste trabalho, duas variações do aço 300M, de qualidade aeronáutica. A composição química está mostrada na Tabela 2.1.

Empregou-se distintos ciclos térmicos. As variáveis de controle foram a temperatura de austenitização (1143K e 1373K), o meio de têmpera (óleo e ar), e a temperatura de revenido (437K, 603K, 703K e 823K). As características dos ciclos de tratamento térmico estão apresentadas nas tabelas 2.4 a 2.7 e figuras 2.6 a 2.8.

Os diferentes ciclos térmicos produziram diferentes microestruturas, com consequente efeito sobre as características de fratura. O comportamento à fratura foi analisado com base nas informações obtidas a partir de ensaios mecânicos, análise metalográfica, fractografia e difração de raio-x. Os procedimentos adotados, nas várias técnicas, estão descritos no capítulo 2.

3.2. Ensaaios Mecânicos

Para avaliar a influência dos ciclos térmicos no comportamento mecânico, realizou-se vários tipos de ensaios, sempre a temperatura ambiente. Os resultados, na forma de tabelas e gráficos, expressam a variação das propriedades em função da temperatura de revenido, para as diferentes temperaturas de austenitização e meios de têmpera.

3.2.1. Ensaio de Dureza

A influência dos tratamentos térmicos nos valores de dureza, para os dois aços, está apresentada na Tabela 3.1 e Figura 3.1

3.2.2. Ensaio de Tração

As propriedades usuais de tração - tais como limite de resistência (σ_r), limite de escoamento (σ_e), redução de área ($\phi\%$) e coeficiente de encruamento (n) - foram determinadas através do ensaio clássico. Os resultados estão apresentados nas tabelas 3.2 a 3.5 e figuras 3.2 e 3.5.

3.2.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura

O parâmetro de tenacidade à fratura selecionado para caracterizar o comportamento à fratura dos aços 300M, nas várias condições de tratamento térmico, foi o deslocamento de abertura da ponta da trinca (CTOD - Crack Tip Opening Displacement)

As normas que regulamentam o ensaio CTOD, a BS 5762/79 e a ASTM E-1290/89, estabelecem quatro critérios (CTOD_C, CTOD_i, CTOD_U e CTOD_m) que podem ser utilizados para determinar o parâmetro de tenacidade à fratura. No presente trabalho, em virtude da característica das curvas carga-COD, o critério selecionado foi CTOD crítico (CTOD_C). Sobre cada diagrama carga x COD foi aplicado o critério do CTOD_C, regulamentado pelas duas normas. Elas se diferenciam basicamente em dois aspectos: fator de forma ($f(a/w)$) e fator de rotação plástica (r_p). Sendo que, para os corpos de prova empregados, esse último assume os seguintes valores 0,4 e 0,44, na BS 5762/79 e na ASTM E-1290/89, respectivamente. Entretanto, como a diferença observada entre os valores é insignificante, somente os valores obtidos a partir da ASTM E-1290/89 estão apresentados (Tabela 3.6 e Figura 3.6).

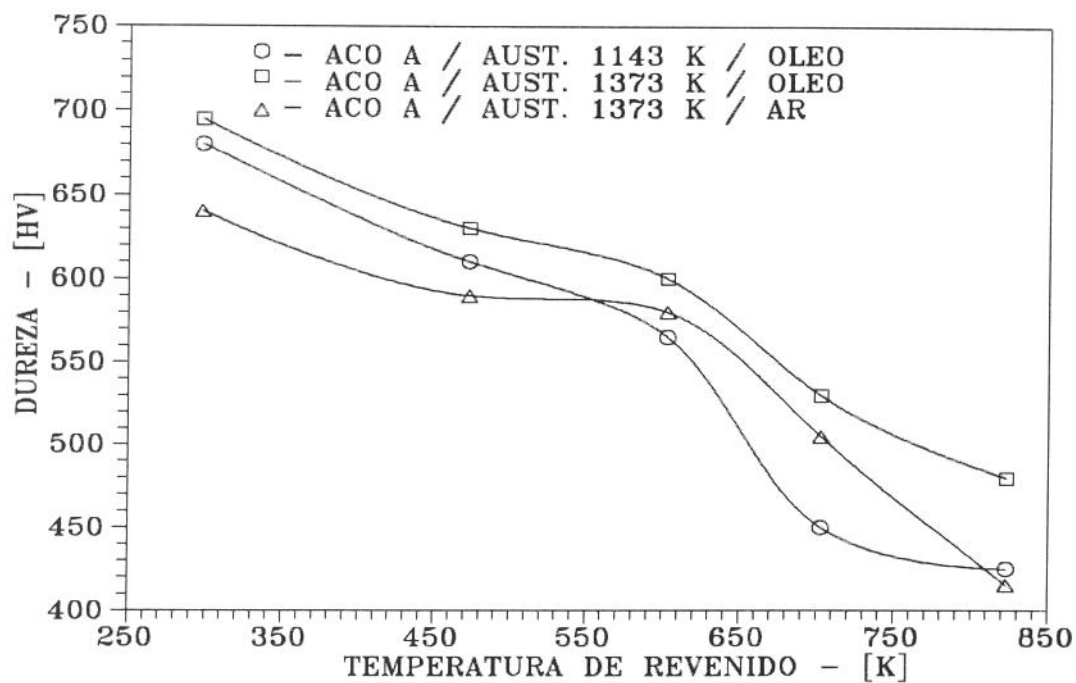
Vale ressaltar que, inicialmente, a opção preferencial pelo CTOD foi devido à quantidade de material disponível. As normas que regulamentam o ensaio CTOD são menos restritas em relação à espessura do corpo de prova. A utilização de corpos de prova de dimensões reduzidas foi imposto pela necessidade (veja seção 2.2.1.), e não por opção. Contudo, apesar do aço 300M e similares serem muito estudados, raramente os

valores de tenacidade à fratura estão expressos através do CTOD. Os resultados geralmente são apresentados em termo de K_{IC} . Este fato mostrou-se indesejável no momento de se efetuar comparações. Assim, foi uma decorrência natural a aplicação do critério regulamentado pela ASTM E-399/90, nos diagramas carga x COD, apesar das dimensões dos corpos de prova, para algumas condições de processamento, não obedecerem as recomendações dessa norma. Os resultados estão apresentados na tabela 3.7 e Figura 3.7. Surpreendentemente, não constatou-se quaisquer diferenças significativas, quando comparados os valores obtidos com os corpos de prova com dimensões em desacordo com as recomendações da norma, com os obtidos por outros pesquisadores, onde as recomendações da ASTM E-399 foram observadas. O assunto será discutido no capítulo 8.

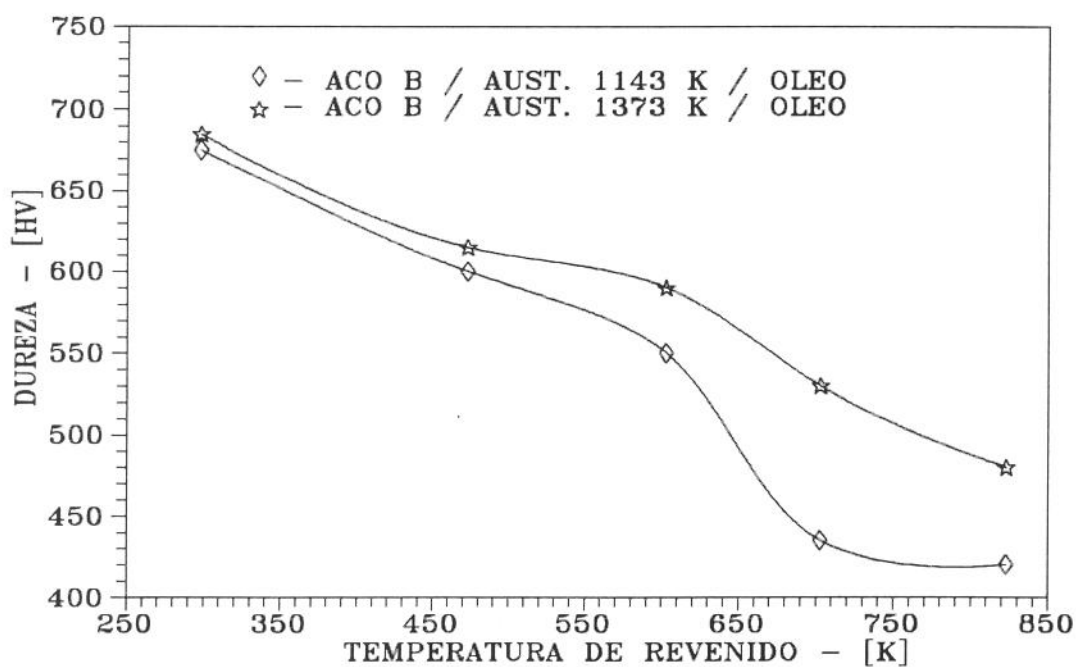
Tabela 3.1. Valores de dureza **Vickers**, resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A. ☆	Dureza [HV _{61/30}]	Desvio Padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	680	5,1
	473	02	610	5,9
	603	03	565	11,6
	703	04	450	3,0
	823	05	425	2,4
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	695	17,6
	473	07	630	1,5
	603	08	600	13,2
	703	09	530	8,5
	823	10	480	8,9
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	640	18,5
	473	12	590	20,2
	603	13	580	3,5
	703	14	505	10,5
	823	15	415	4,1
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	675	10,0
	473	17	600	10,7
	603	18	550	24,8
	703	19	435	3,5
	823	20	420	14,0
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	685	14,2
	473	22	615	9,4
	603	23	590	3,5
	703	24	530	1,2
	823	25	480	4,4

☆ C.I.A. - Código de Identificação da Amostra



(a)

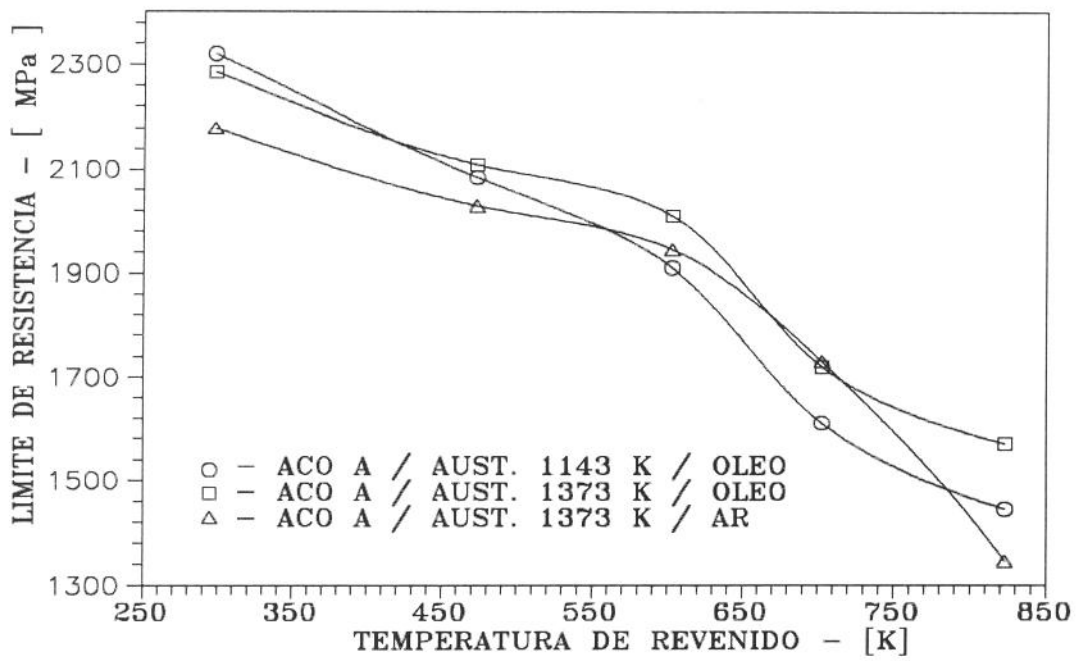


(b)

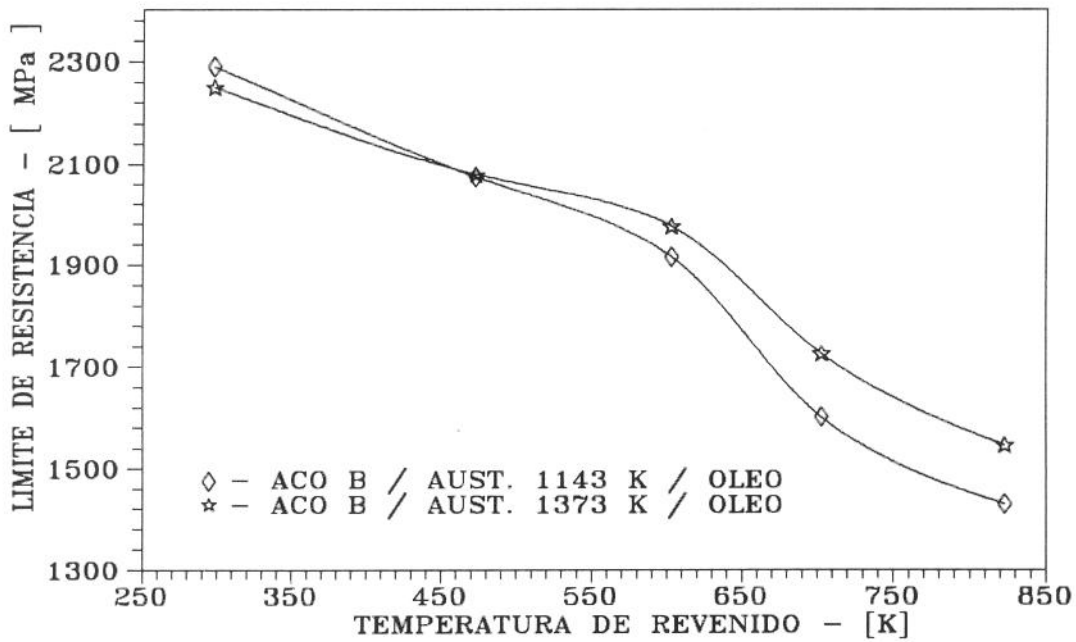
Figura 3.1. Influência das temperaturas de austenitização e revenido na dureza.

Tabela 3.2. Valores do limite de resistência em tração (σ_r), resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A.	σ_r [MPa]	Desvio padrão	σ_r [kgf/mm ²]	Desvio padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	2320	19,0	237	1,9
	473	02	2085	4,2	213	0,4
	603	03	1910	6,4	195	0,6
	703	04	1610	12,7	164	1,3
	823	05	1445	55,2	147	5,6
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	2285	28,5	233	2,9
	473	07	2110	5,7	215	0,6
	603	08	2010	12,7	205	1,3
	703	09	1720	1,4	175	0,1
	823	10	1570	16,3	160	1,7
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	2180	30,1	222	3,1
	473	12	2030	23,1	207	2,3
	603	13	1945	7,1	198	0,7
	703	14	1730	15,6	176	1,6
	823	15	1345	2,8	137	0,3
AUST- 1143K MEIO - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	2290	12,0	233	1,2
	473	17	2075	11,3	212	1,2
	603	18	1915	7,0	195	0,7
	703	19	1600	6,4	163	0,7
	823	20	1430	4,2	146	0,4
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	2250	28,3	230	2,9
	473	22	2080	4,2	212	0,4
	603	23	1975	20,5	201	2,1
	703	24	1725	12,0	176	1,2
	823	25	1545	21,2	157	2,2



(a)

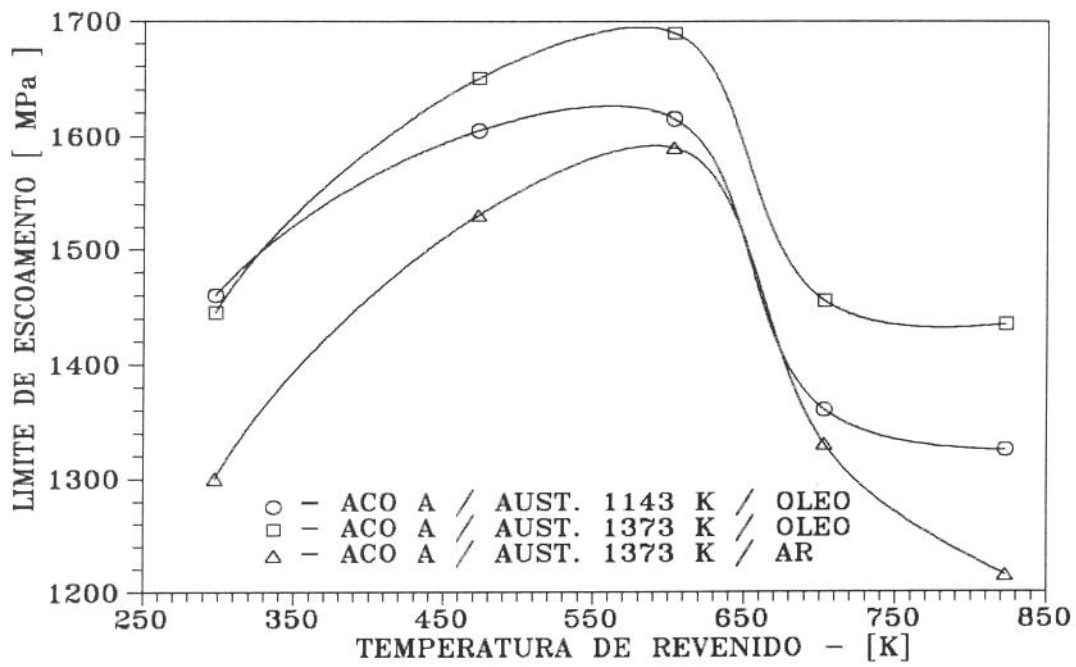


(b)

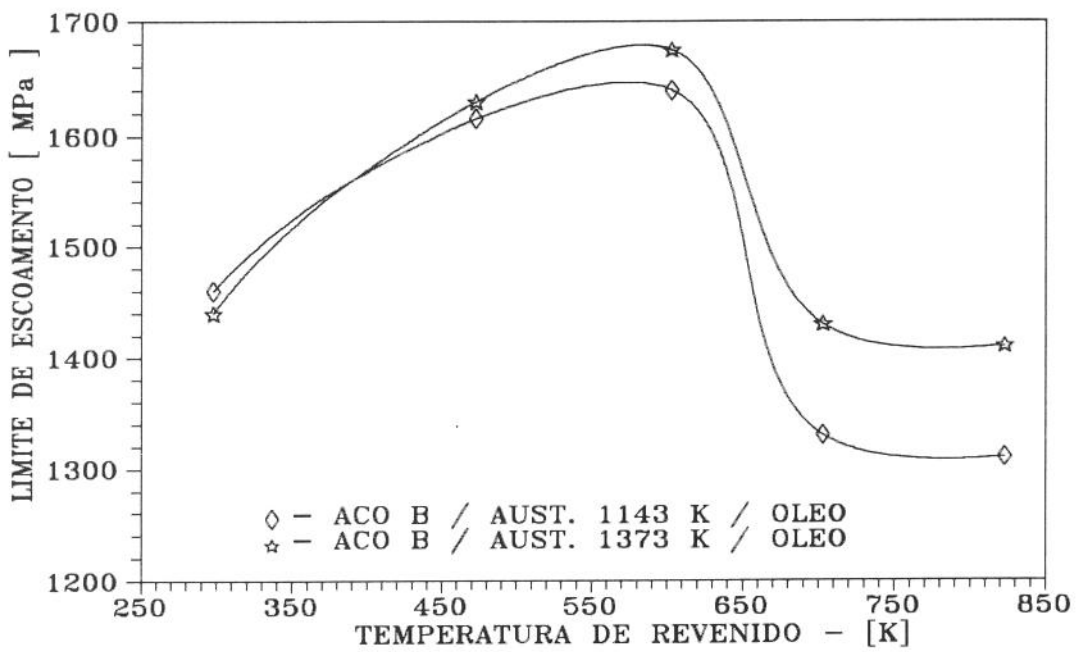
Figura 3.2. Influência das temperaturas de austenitização e revenido no σ_r .

Tabela 3.3. Valores do limite de escoamento em tração (σ_e), resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A.	σ_e [MPa]	Desvio padrão	σ_e [kgf/mm ²]	Desvio padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	1460	30,4	149	3,1
	473	02	1605	62,0	164	6,3
	603	03	1615	19,0	165	1,9
	703	04	1360	3,3	139	0,4
	823	05	1325	42,4	135	4,3
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	1445	21,2	147	2,2
	473	07	1650	25,5	169	2,6
	603	08	1690	17,0	172	1,7
	703	09	1455	17,0	148	1,7
	823	10	1435	14,1	146	1,4
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	1300	25,1	133	2,5
	473	12	1530	26,1	156	2,6
	603	13	1590	13,6	162	1,4
	703	14	1330	47,7	136	4,9
	823	15	1215	1,4	124	0,1
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	1460	17,7	149	1,8
	473	17	1615	9,2	165	0,9
	603	18	1640	11,3	167	1,1
	703	19	1330	6,4	136	0,7
	823	20	1310	10,0	134	1,0
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	1440	13,4	147	1,4
	473	22	1630	15,6	166	1,6
	603	23	1675	24,0	171	2,4
	703	24	1430	13,4	146	1,4
	823	25	1410	12,0	144	1,2



(a)

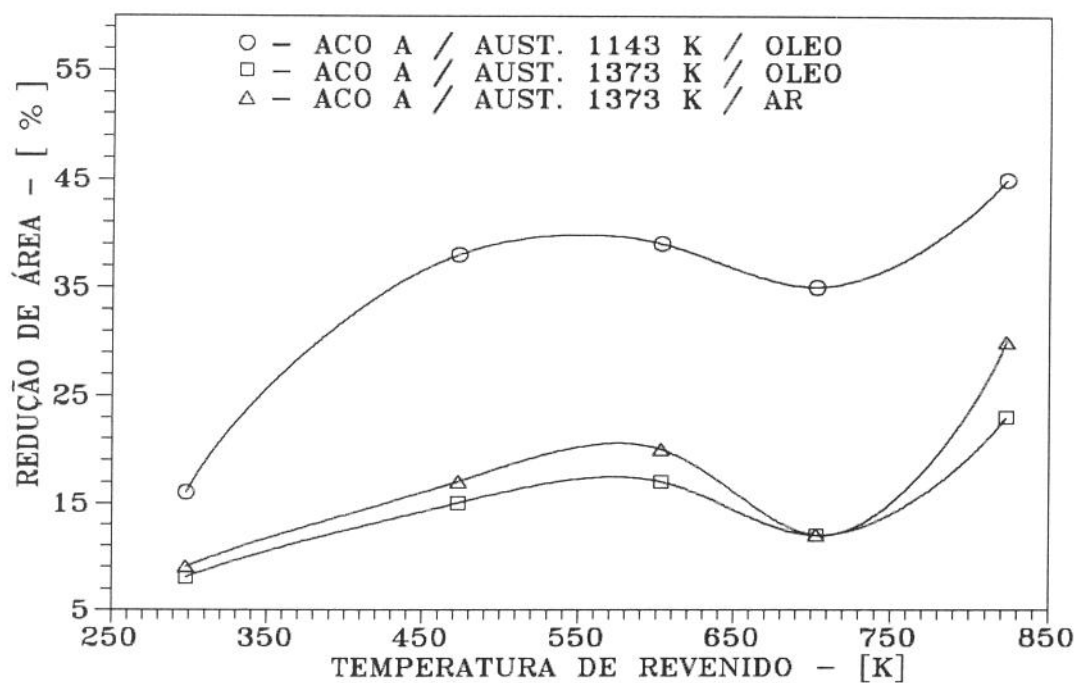


(b)

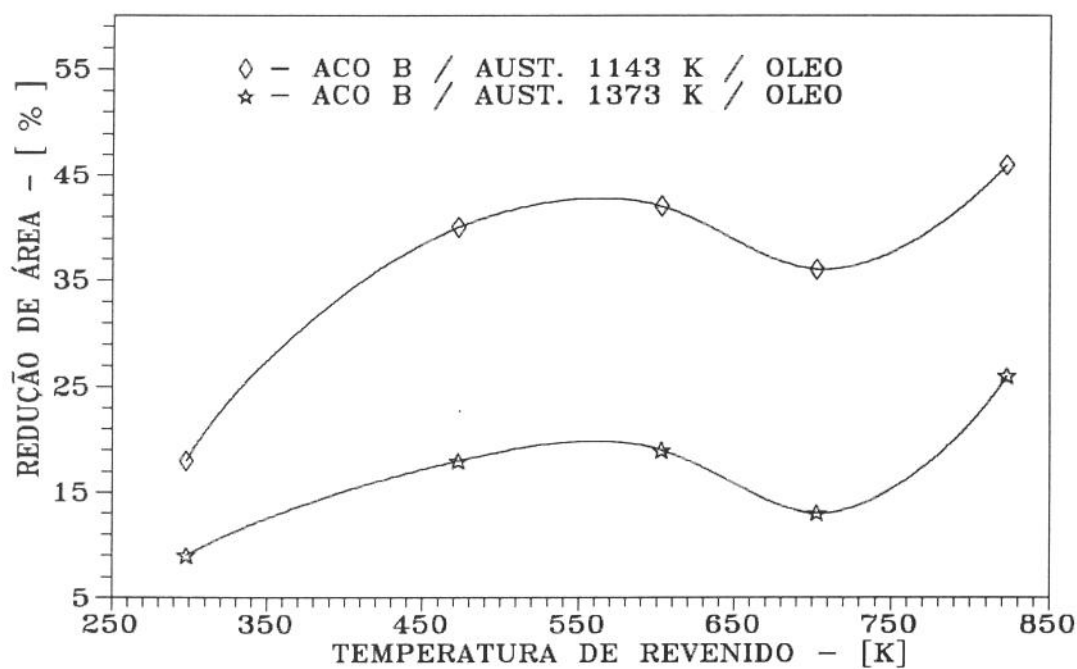
Figura 3.3. Influência das temperaturas de austenitização e revenido no σ_e .

Tabela 3.4. Valores da redução de área em tração ($\phi\%$), resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A.	ϕ [%]	Desvio Padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	16,0	2,4
	473	02	32,0	3,8
	603	03	39,0	2,1
	703	04	35,0	2,8
	823	05	45,0	3,1
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	8,0	1,0
	473	07	15,0	3,0
	603	08	17,0	1,9
	703	09	12,0	4,3
	823	10	23,0	4,3
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	9,0	1,8
	473	12	17,0	1,9
	603	13	20,0	2,8
	703	14	12,0	2,2
	823	15	30,0	3,3
AUST-1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	18,0	3,3
	473	17	40,0	3,1
	603	18	42,0	3,6
	703	19	36,0	3,8
	823	20	46,0	2,1
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	9,0	1,2
	473	22	18,0	2,9
	603	23	19,0	1,2
	703	24	13,0	1,1
	823	25	26,0	2,8



(a)

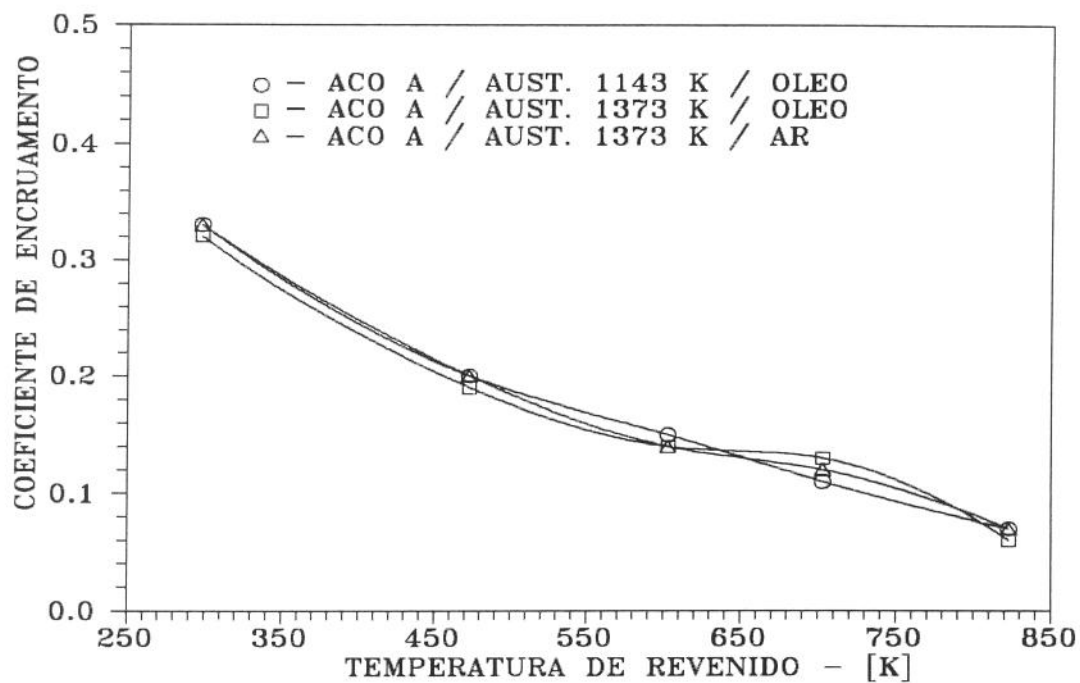


(b)

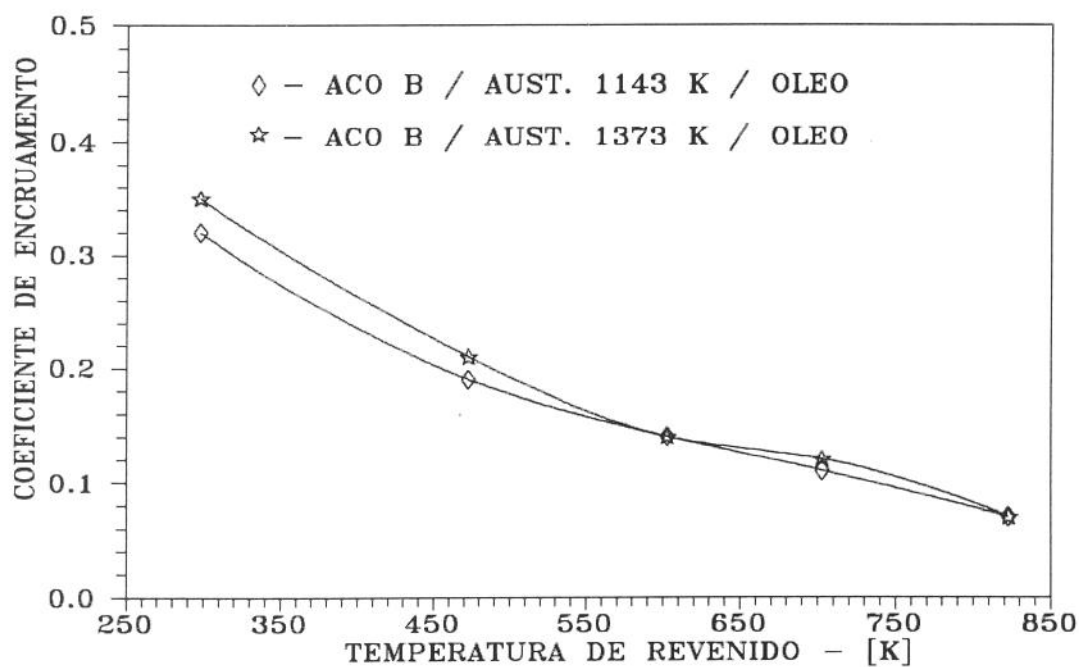
Figura 3.4. Influência das temperaturas de austenitização e revenido na $\phi\%$.

Tabela 3.5. Valores do coeficiente de encruamento (n), resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A.*	Coeficiente de encruamento	Desvio Padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	0,33	0,02
	473	02	0,20	0,01
	603	03	0,15	0,01
	703	04	0,11	< 0,01
	823	05	0,07	0,01
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	0,32	0,03
	473	07	0,19	0,03
	603	08	0,14	0,01
	703	09	0,13	0,02
	823	10	0,06	0,01
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	0,33	0,02
	473	12	0,20	0,02
	603	13	0,14	0,01
	703	14	0,12	0,02
	823	15	0,07	0,01
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	0,32	0,02
	473	17	0,19	0,02
	603	18	0,14	0,01
	703	19	0,11	< 0,01
	823	20	0,70	< 0,01
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	0,35	0,04
	473	22	0,21	0,01
	603	23	0,14	0,02
	703	24	0,12	< 0,01
	823	25	0,07	0,01



(a)

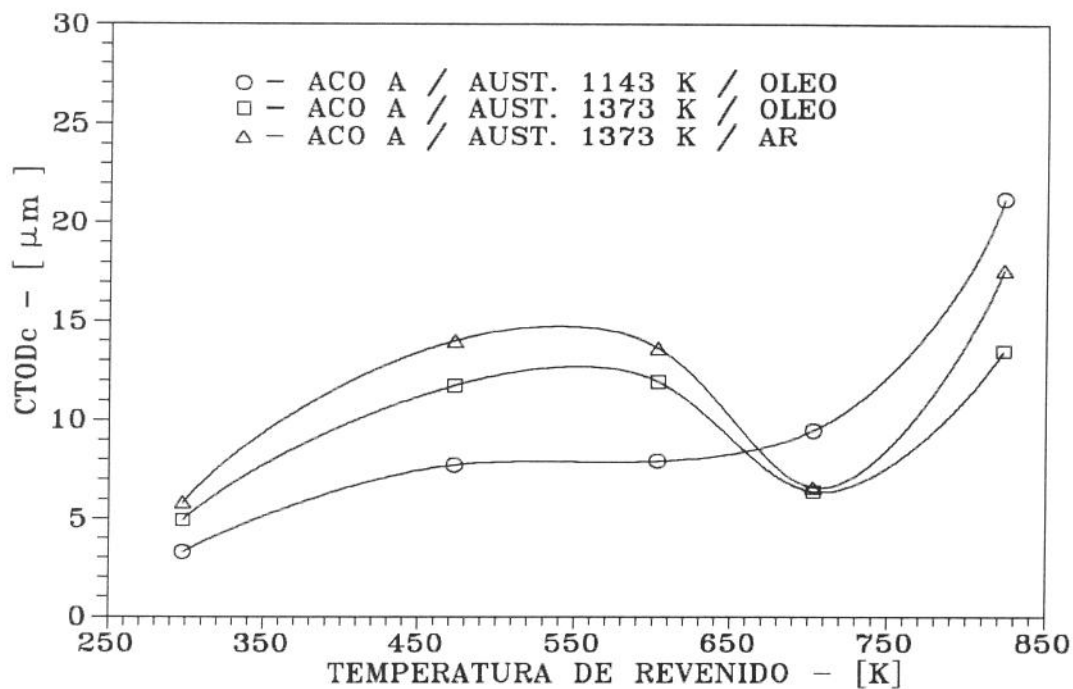


(b)

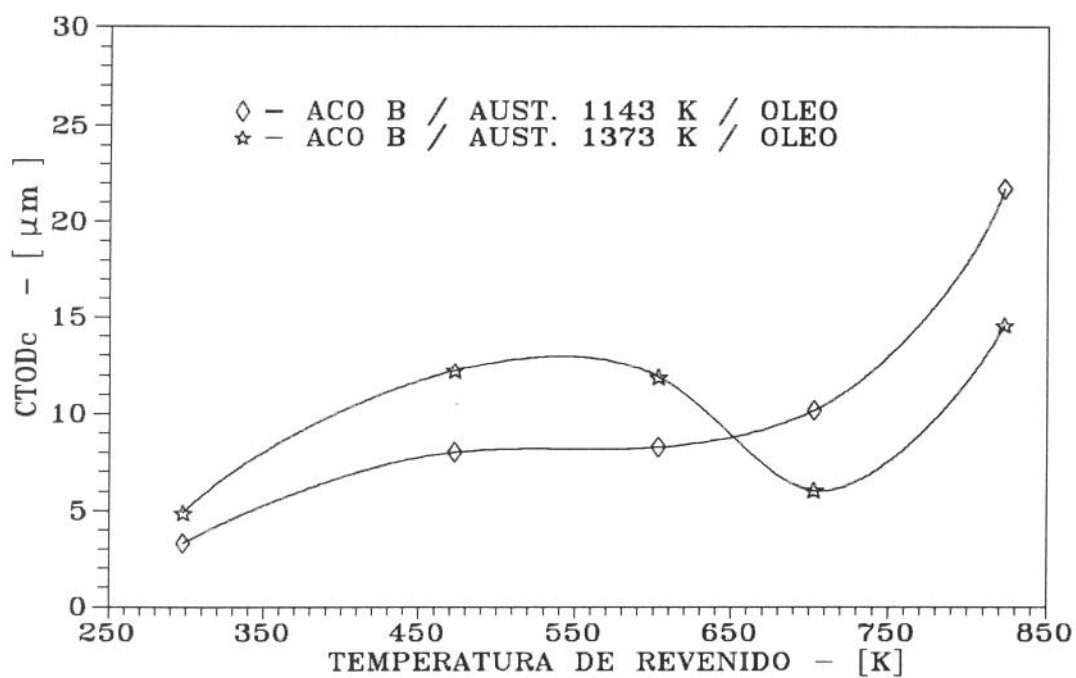
Figura 3.5. Influência das temperaturas de austenitização e revenido no n .

Tabela 3.6. Valores do CTOD_c resultantes das diferentes condições de tratamento térmico.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A.	CTOD _c [μm]	Desvio Padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	3,27	0,17
	473	02	7,71	0,45
	603	03	7,92	0,41
	703	04	9,46	0,87
	823	05	21,25	1,52
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	4,92	0,30
	473	07	11,73	0,55
	603	08	11,93	0,47
	703	09	6,38	0,35
	823	10	13,49	0,82
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	5,81	0,51
	473	12	13,99	0,30
	603	13	13,62	0,45
	703	14	6,58	0,47
	823	15	17,02	1,21
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	3,29	0,19
	473	17	8,00	0,38
	603	18	8,25	0,46
	703	19	10,17	0,92
	823	20	21,67	1,31
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	4,87	0,37
	473	22	12,22	0,63
	603	23	11,90	0,61
	703	24	6,03	0,48
	823	25	14,57	0,75



(a)



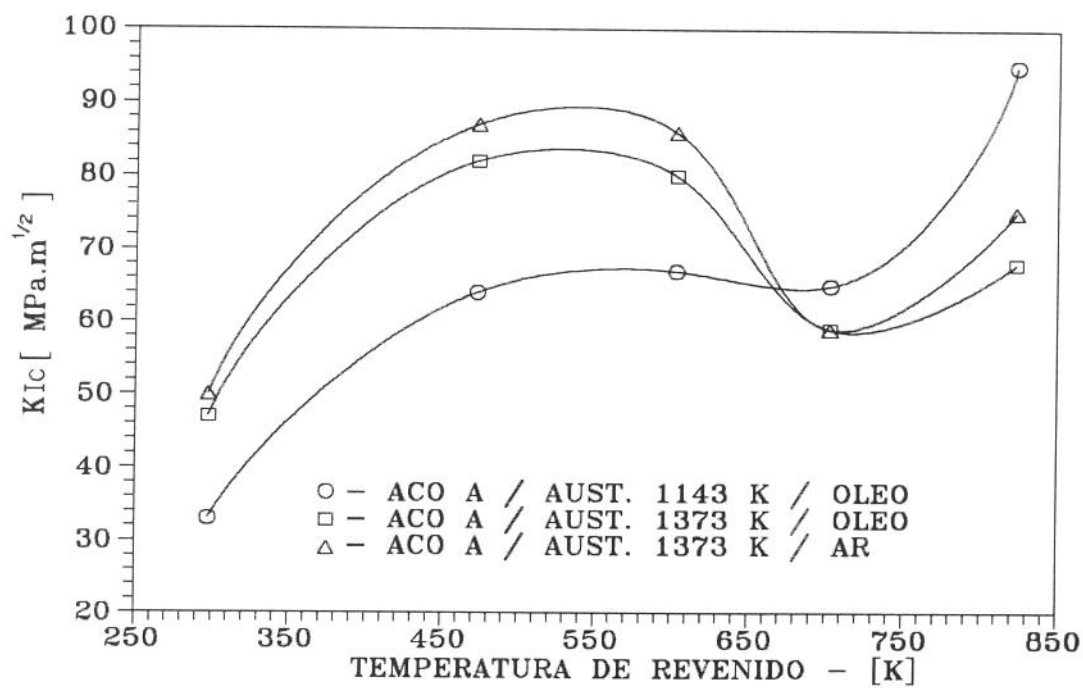
(b)

Figura 3.6. Influência das temperaturas de austenitização e revenido no CTOD_c.

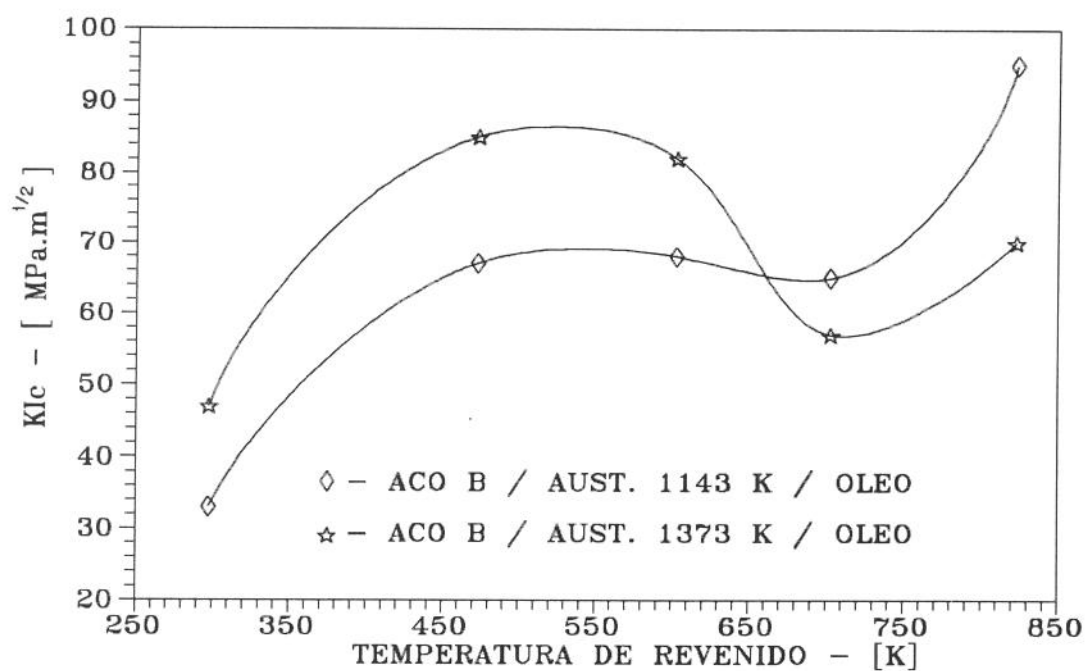
Tabela 3.7. Valores de K_{IC} , resultantes das diferentes condições de tratamento térmicos.

	Temperatura de revenido [K]	C.I.A. [☆]	K_{IC} [MPa]	Desvio Padrão
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	01	33	1,0
	473	02	64	2,0
	603	03	67	1,0
	703	04	65	2,0
	823	05	95	2,0
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	C.T.	06	47	2,5
	473	07	82	3,0
	603	08	80	2,5
	703	09	59	3,0
	823	10	68	2,0
AUST- 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	C.T.	11	50	1,5
	473	12	87	4,0
	603	13	86	1,0
	703	14	60	1,0
	823	15	75	3,0
AUST- 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	16	33	1,0
	473	17	67	1,0
	603	18	68	2,0
	703	19	65	2,0
	823	20	95	3,0
AUST- 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	C.T.	21	47	3,0
	473	22	85	1,0
	603	23	82	1,0
	703	24	57	2,0
	823	25	70	3,0

☆ C.I.A. - Código de Identificação da Amostra.



(a)



(b)

Figura 3.7. Influência das temperaturas de austenitização e revenido no K_{IC} .

3.3. Metalografia

As microestruturas, para as diferentes condições de tratamento térmico, foram analisadas e comparadas. As condições como-temperadas, mesmo com resfriamento ao ar, constituíram-se essencialmente de matriz martensítica. Por intermédio de microscopia óptica, fases não-martensíticas não foram identificadas. Contudo, não foi realizada uma caracterização microestrutural mais minuciosa através de microscopia eletrônica de transmissão.

Os dois aços apresentaram microestruturas muito semelhantes, para as condições equivalentes de tratamento térmico. Porém, algumas diferenças foram observadas, particularmente com respeito à quantidade de precipitados ricos em titânio. O assunto será discutido no Capítulo 4.

Um dos efeitos significativos da temperatura de austenitização foi sobre o tamanho de grão. Com o aumento dessa temperatura o grão cristalino cresceu expressivamente. A Figura 3.8. mostra a distribuição dos tamanhos de grão encontrada nas amostras austenitizadas a 1143K e 1373K. O intervalo de variação e o tamanho médio de grão resultantes, das duas temperaturas de austenitização, estão mostrados na Tabela 3.8. O tamanho de grão não exerceu o efeito normalmente esperado, ou seja, a tenacidade à fratura (para baixas temperaturas de revenido) aumentou com a temperatura de austenitização (veja figuras 3.6 e 3.7), a despeito do tamanho de grão. As influências da temperatura de austenitização e do tamanho de grão sobre o comportamento mecânico serão discutidos nos capítulos 5 e 7, respectivamente.

Com a elevação da temperatura de revenido ocorreram várias alterações microestruturais, com consequente efeito sobre as propriedades mecânicas (veja figuras 3.1 a 3.7). Um aspecto importante foi a precipitação de carbonetos. A influência da temperatura de revenido será discutida no capítulo 6.

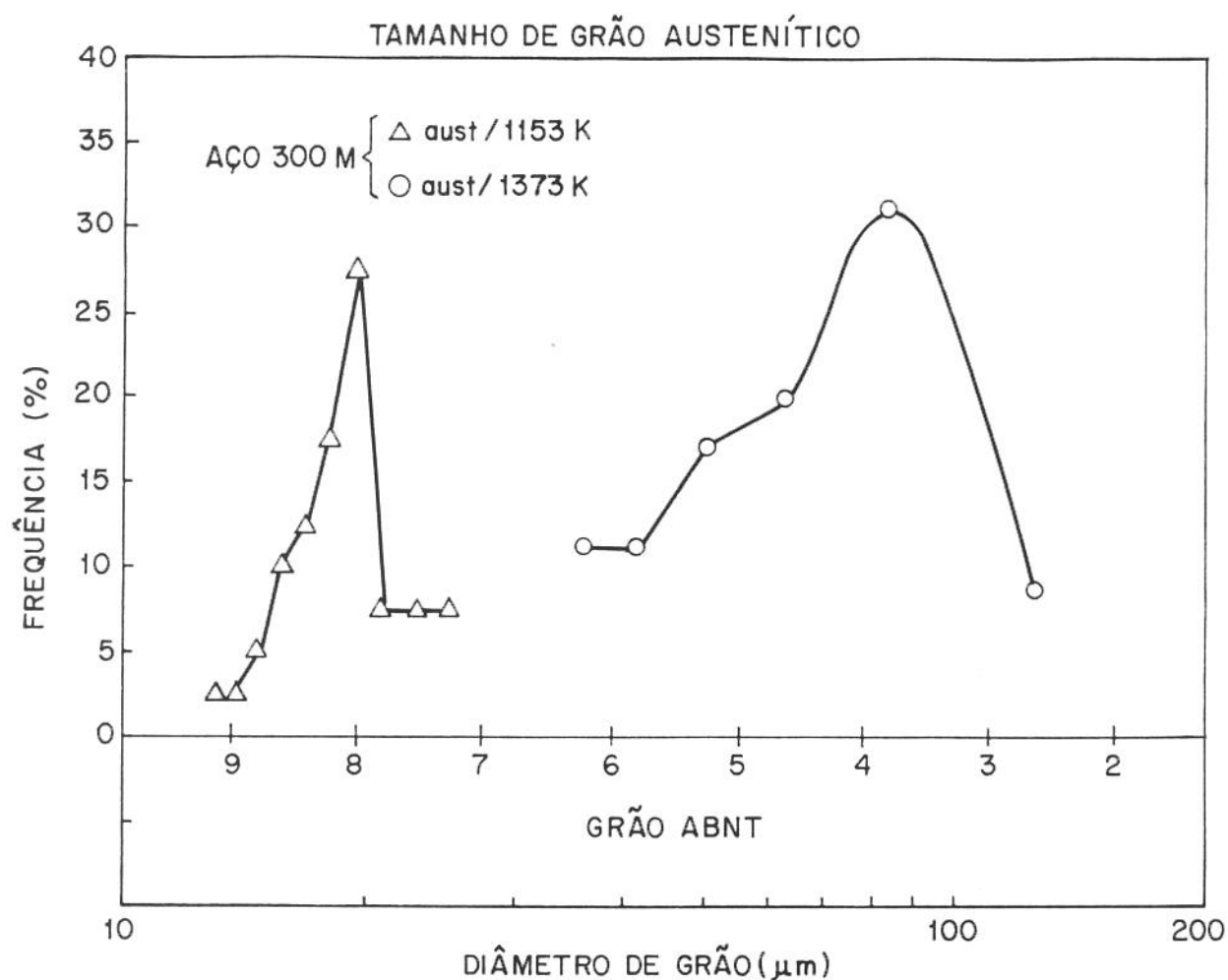


Figura 3.8. Distribuição dos tamanhos de grão em função da temperatura de austenitização.

Tabela 3.8. Valores médios e intervalos de variação do diâmetro e tamanho de micro-grão ABNT.

Temperatura de Austenitização [K]	TAMANHO DE GRÃO			
	Valor médio		Intervalo de variação	
	diâmetro [μm]	TG ABNT MIC	Diâmetro [μm]	TG ABNT MIC
1143	20	8,0	16 - 32	9 - 7,0
1373	80	4,5	45 - 150	6 - 2,5

3.4. Fractografia

As superfícies de fratura dos corpos de prova de tração e tenacidade à fratura foram examinadas através de um MEV, para fornecer mais informações acerca do processo de fratura. As distintas microestruturas produziram diferentes micromecanismos de fratura. Observou-se que, tanto a temperatura de austenitização como a temperatura de revenido, são capazes de exercer uma grande influência sobre o modo de fratura. As fotofractografias, contudo, não serão apresentadas neste capítulo. Julgou-se procedente apresentá-las exatamente nos capítulos onde o aspecto morfológico da superfície de fratura é relevante, para auxiliar na discussão.

3.5. Difração de Raio-x

A técnica de difração de raio-x foi empregada com dois objetivos: medir os níveis das tensões residuais e a quantidade de austenita retida.

3.5.1. Tensões Residuais

As tensões residuais foram medidas apenas para as condições como-temperadas, compreendendo corpos de prova submetidos e não-submetidos ao “heat tinting”. Foi observado que o “heat tinting” acarreta relaxação de tensões. Supostamente, entre outros fatores, essa relaxação de tensões afeta significativamente o valor de tenacidade à fratura. O assunto será discutido no capítulo 9.

3.5.2. Austenita Retida

A fração volumétrica de austenita retida foi medida para algumas condições. Os resultados estão mostrados na tabela 3.9. Constata-se que ambas as temperaturas, de austenitização e de revenido, exercem influência sobre a quantidade de austenita retida. Tem sido postulado que, nos dois casos, ainda que os fenômenos sejam distintos, existem consequências sobre a tenacidade à fratura. Os fenômenos serão discutidos nos capítulos 5 e 6, respectivamente.

Tabela 3.9. Fração volumétrica de austenita retida, medida através da técnica de difração de raio-x.

	AUSTENITA RETIDA [%]	
	Como-temperado	Duplo revenido a 703 K
AUST - 1143K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	5,1	1,3
AUST - 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	6,4	1,1
AUST - 1373K MEIO - AR AÇO - 300M\A	7,1	1,3
AUST - 1143K MEIO - ÓLEO AÇO - 300M\B	5,3	< 1,0
AUST - 1373K MEIO - ÓLEO AÇO - 300M\B	6,2	1,1

3.6. Considerações Finais

Neste capítulo foram apresentados apenas parte dos resultados. Eles constituem um núcleo de informações básicas que permite visualizar o comportamento geral manifestado pelos dois aços 300M, diante das várias condições de processamento. Alguns resultados são de interesse muito particular, e como são vários os capítulos de discussão, julgou-se mais apropriado apresentá-los especificamente nos capítulos onde eles são relevantes. Os assuntos que serão discutidos a seguir são:

- A influência de Traços de Titânio (Capítulo 4)
- A influência da Temperatura de Austenitização (Capítulo 5)
- A influência da Temperatura de Revenido (Capítulo 6)
- A influência do Tamanho de Grão (Capítulo 7)
- A influência da Espessura do Corpo de Prova (Capítulo 8)
- A influência do “Heat Tinting” (Capítulo 9).

PARTE IV

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES

CAPÍTULO 4

A INFLUÊNCIA DE TRAÇOS DE TITÂNIO

- Considerações Iniciais
- Elementos Microligantes
- As Partículas de Titânio nos Dois Aços 300M
- Conclusões
- Sugestões para Trabalhos Futuros
- Referências Bibliográficas

4.1. Considerações Iniciais

No presente trabalho foram utilizadas duas variações do aço 300M, diferenciados, mas não só, pelo teor de titânio. Os teores observados foram de 40 e 150 ppm, respectivamente, para o aço A e aço B.

O propósito, conforme interesse manifestado pelo fabricante (Eletrometal), foi avaliar se traços de titânio interferem de maneira significativa nas propriedades mecânicas, sobretudo com respeito à tenacidade à fratura.

Deve ser observado que o titânio não faz parte da composição química básica do aço 300M e, deste modo, é considerado impureza. Segundo o fabricante, as impurezas de titânio, presentes nos dois aços 300M, são oriundas da sucata utilizada no processo de elaboração dos aços.

As duas variações do aço 300M utilizadas, neste trabalho, decorrem de corridas normais da linha de produção. Elas não foram especialmente preparadas para o estudo em questão, de modo a isolar o efeito do titânio. Observa-se através da análise da tabela 2.1, diferenças nos teores dos outros elementos de liga que compõem os aços 300M, contudo, pouco pronunciadas.

Este fato trouxe uma preocupação adicional, pois, qualquer arrazoado acerca de um possível efeito do titânio teria um caráter mais especulativo do que propriamente conclusivo. Contudo, para tentar potencializar ao máximo possíveis efeitos, procurou-se controlar rigorosamente todas as etapas de processamento para minimizar eventuais influências externas. Durante os tratamentos térmicos, os corpos de prova dos dois aços, para condições equivalentes de tratamento, sempre foram processados conjuntamente.

Outro procedimento foi avaliar a forma provável de manifestação dos elementos de liga na massa metálica, com particular atenção ao titânio. O titânio, em concentração suficientemente elevada, produz um substancial endurecimento por solução sólida. Entretanto, esta possibilidade pode ser descartada, em decorrência dos baixos

teores (40 e 150 ppm) e devido à presença de elementos com os quais o titânio detém grande afinidade para formar precipitados. Sabidamente, o titânio possui uma grande afinidade pelo carbono e nitrogênio. Visto que, na análise química emitida pelo fabricante não constava o teor de nitrogênio (veja tabela 2.1), análises complementares foram realizadas para medir o teor desse elemento, nos dois aços (veja tabela 2.2 e 2.3).

A tabela 4.1 expressa a provável forma de manifestação dos elementos nos dois aços 300M. O propósito não foi a precisão, e sim, o estabelecimento de um guia orientativo para rastrear o titânio, e demais elementos de interesse, na matriz metálica.

Apesar do titânio estar presente em pequena quantidade, em ambos os aços, é procedente a preocupação manifestada pelo fabricante. Alguns elementos, entre os quais se inclui o titânio, mesmo em quantidades muito pequenas, podem exercer grande efeito sobre a microestrutura e propriedades dos aços.

Tem sido comprovado que adições de titânio na ordem de 150 ppm (ou menos) [1,2], a qual corresponde em grandeza aos teores encontrados nos dois aços 300M, são capazes de produzir significativas alterações no comportamento mecânico dos aços. Vale ressaltar que, apesar de em muitos casos os efeitos serem considerados benéficos, existem situações onde os efeitos são muito deletérios. Sendo assim, a questão é, então, avaliar se os traços de titânio, involuntariamente presentes, exercem um efeito positivo, negativo ou mesmo neutro, nos dois aços.

Tabela 4.1. Suposta forma de manifestação dos elementos de liga no aço 300M.

ELEMENTO	FORMA CARACTERÍSTICA DE MANIFESTAÇÃO NA MASSA METÁLICA (TENDÊNCIA)
Ni Si Cu P	São geralmente encontrados em solução sólida na matriz. Possuem solubilidade muito baixa na cementita ou em carbonetos de liga.
Cr Mo	Em baixas concentrações, podem entrar em solução sólida na matriz e na cementita. Em teores mais elevados, formam carbonetos de liga mais estáveis do que a cementita. Contudo, com a elevação da temperatura, os carbonetos são dissolvidos a temperaturas moderadas.
Ti V N	O Ti e o V são fortes formadores de carbonetos e nitretos. Os precipitados são muito estáveis, sobretudo os nitretos.
Mn S	O manganês não tende a formar carbonetos nos aços. Porém, entra facilmente em solução sólida no Fe_3C . O Mn também reage com o S e forma sulfeto de manganês (MnS).

4.2. Elementos Microligantes

Os elementos de liga são adicionados aos aços com o intuito de alterar propriedades específicas.

Os elementos de liga convencionais, para produzir os efeitos desejados, são adicionados em quantidades suficientes para alterar a composição química da matriz. Neste caso, a fração dos elementos de liga na matriz está, aproximadamente, na proporção de 1:100 até 1:5.

Em contraste, alguns elementos de liga em concentrações muito baixas, da ordem de 10 até 1000 ppm, são capazes de produzir efeitos muito significativos sobre as propriedades dos aços. Por esta razão, esses elementos são denominados de elementos microligantes. Os elementos microligantes mais usados para melhorar as propriedades dos aços são: nióbio (Nb), titânio (Ti), vanádio (V), zircônio (Zr) e boro (B) [3]. Sobretudo os três primeiros.

4.2.1. Os efeitos dos elementos microligantes nos aços

Os elementos microligantes são caracterizados pelo grande efeito que produzem em quantidades muito pequenas. Eles têm sido empregados desde o final dos anos 40 [3]. Contudo, durante as três últimas décadas, o desenvolvimento da tecnologia dos microligados foi mais intenso [1]. No início, os elementos microligantes eram utilizados principalmente para aumentar a resistência dos aços. Atualmente, entretanto, o campo de aplicação é muito mais amplo. Eles exercem um forte efeito sobre os parâmetros microestruturais tais como tamanho de grão, transformações de fase, densidade de discordâncias, precipitados e textura. Consequentemente, os elementos microligantes possibilitam não só alterar as propriedades mecânicas globais como também otimizar as condições de processamento metálico.

Em decorrência de suas propriedades físico-químicas, na presença de carbono e nitrogênio, os elementos microligantes reagem precipitando uma segunda fase. O efeito mais pronunciado dos elementos microligantes é alcançado através do efeito recíproco de dissolução e precipitação de compostos específicos durante o processamento. O controle adequado do efeito recíproco é de fundamental importância para que o resultado seja efetivo sobre as propriedades mecânicas. A dissolução e a precipitação não são apenas controladas pela concentração do elemento reativo, mas também pelos parâmetros de processamento adotados. Neste processo, as propriedades finais são o resultado de efeitos diretos e indiretos exercidos pelos elementos microligantes. Assim, é possível não só controlar os processos básicos de recristalização e transformação austenítica, mas, também ajustar adequadamente os parâmetros microestruturais que governam as propriedades mecânicas dos aços.

Para melhorar as propriedades dos aços, adições microligantes têm sido feitas basicamente com dois propósitos:

- controlar a microestrutura;
- neutralizar elementos fragilizantes.

O controle dos parâmetros microestruturais, através dos elementos microligantes, é possível graças ao efeito que eles exercem sobre os mecanismos de endurecimento, recristalização, precipitação e transformação austenítica.

Os elementos microligantes têm sido utilizados também para neutralizar elementos fragilizantes (N, P, S). Ao reagirem com impurezas indesejáveis formam precipitados ou inclusões, e com isso, evitam a segregação. Isto possibilita melhorar a resistência ao envelhecimento, a fragilidade a frio e a resistência à propagação de trinca. A tabela 4.2 mostra os vários efeitos que os elementos microligantes são capazes de produzir nos aços.

Tabela 4.2. Parâmetros que podem ser controlados através da adição de elementos microligantes (extraída e adaptada da ref. [3]).

Propósito	Elemento Microligante	Mecanismo	Parâmetro Microestrutural	Propriedades
Microestrutura	Nb Ti V B	• Endurecimento • Recristalização • Precipitação • Transformação $\gamma \rightarrow \alpha$	• Tamanho de grão • Tamanho e forma das partículas • Estrutura da matriz • Densidade de discordâncias • Textura	• Resistência • Tenacidade • Forjabilidade • Soldabilidade
Elementos Fragilizantes	Ti Zr B	• Evita a segregação de impurezas fragilizantes (N, S, P) devido a formação de compostos	• Precipitados • Inclusões	• Resistência ao envelhecimento • Forjabilidade a frio • Resistência à propagação de trinca

Todos os cinco elementos microligantes apresentam efeitos multifacetados. Contudo, com diferentes níveis de eficácia, dependendo da proposta. Os elementos microligantes, apesar das várias características comuns, diferem uns dos outros pelas suas distintas características físico-químicas.

Em comum, todos reagem com os elementos presentes no aço, particularmente com o carbono e nitrogênio. A temperaturas baixas, devido à afinidade química entre os elementos, ocorre a precipitação de uma segunda fase. A temperaturas mais altas, isto é, na faixa de austenitização, os precipitados tendem a se dissolver

totalmente ou parcialmente na matriz. Contudo, alguns compostos são completamente, ou muito pouco, solúveis mesmo na temperatura de solidificação do aço.

Considerando as porcentagens usuais de carbono, nitrogênio, e elementos microligantes, presentes nos aços, somente os compostos como os carbonetos de nióbio (NbC) e de titânio (TiC), e o nitreto de vanádio (VN), são passíveis de serem adequadamente controlados (dissolução e precipitação) durante o processamento. Os nitretos de titânio (TiN) e zircônio (ZrN) não são facilmente solúveis, enquanto o carboneto de vanádio (VC) é caracterizado pela sua alta solubilidade. Em decorrência, pode-se esperar comportamentos completamente adversos. Por exemplo, a alta solubilidade do vanádio na faixa da temperatura de austenitização é refletida no fraco efeito que este elemento exerce sobre a recristalização durante os tratamentos termomecânicos, ao contrário do nióbio e titânio.

Este comportamento diferenciado, entre os elementos microligantes, possibilita produzir diferentes efeitos nos aços. E, por esta razão, dependendo do efeito desejado, o tipo e o teor de adição do elemento microligante devem ser definidos cuidadosamente, observando a composição química básica do aço e as condições de processamento.

A tabela 4.3 mostra qualitativamente os diferentes efeitos que os elementos podem exercer sobre as condições de processamento e propriedades dos aços. Apesar dos efeitos diferenciados deve-se destacar o titânio pela sua eficácia e múltiplas funções.

Tabela 4.3. Efeitos dos elementos microligados sobre a microestrutura e propriedades dos aços [3].

EFEITO SOBRE PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES	ELEMENTO MICROLIGANTE				
	Nb	Ti	V	Zr	B
Ductilidade a quente para baixas taxas de deformação	-	+	-	+	+
Aumenta a carga de laminação	+	+			
Retarda a recristalização	++	++	(+)		
Efeito sobre a taxa de transformação $\gamma \rightarrow \alpha$	($\pm$)	($\pm$)	-		--
Refino do tamanho de grão	++	+	(+)		
Endurecimento por precipitação	++	++	+		
Textura	+	+			
Resistência ao envelhecimento	+	+	+	+	(+)
Controle da forma dos sulfetos Forjabilidade a frio		+		+	
Ferrita livre de intersticiais	+	+			

- Efeito negativo

Efeito não-significativo

+ Efeito positivo

() Depende da história térmica

4.2.2. Aspectos gerais - Microadições de titânio.

O titânio pode desempenhar diferentes funções, dependendo da maneira como ele se manifesta na matriz. A tabela 4.4 mostra as diferentes formas de manifestação do titânio com os correspondentes efeitos sobre a microestrutura e propriedades dos aços.

Contudo, apesar da eficácia e múltiplas funções, aplicações do titânio como elemento microligante tem sido mais escassamente informadas, quando comparado com o nióbio e vanádio [1]. Provavelmente, devido a alta reatividade apresentada por esse metal [4, 5]. O titânio reage facilmente com gases. Por isso, está mais sujeito à oxidação, o que compromete o seu controle durante a fabricação do aço. Além disso, exatamente devido à sua alta reatividade, ele tende a formar compostos muito estáveis com alguns elementos presentes no aço, estando o metal base ainda no estado líquido. Isto dificulta muito o controle adequado das características de precipitação. Consequentemente, a variação das propriedades, no produto final, pode ser considerável.

Entretanto, estas dificuldades têm sido contornadas através da adoção de novas técnicas de fabricação tais como desgaseificação a vácuo e a adição de titânio na panela intermediária ou coquilha. Estas novas técnicas, em conjunto, diminuem a perda de titânio e são mais eficazes para controlar o teor desse elemento no aço. Isto tem motivado a adição de pequenas quantidades de titânio (ao redor de 150 ppm) nos aços, com o intuito de melhorar as propriedades finais [1].

Tem sido comprovado que alguns compostos de titânio, devido à alta estabilidade, são capazes de impedir o crescimento de grão mesmo em operações que envolvam aquecimento drástico, tais como:

- laminação a alta temperatura [6];
- austenitização a alta temperatura [7-9];
- soldagem (particularmente na zona afetada termicamente - ZAT) [1].

Tabela 4.4. Distintas formas de manifestação do titânio com os correspondentes efeitos sobre a microestrutura e propriedades (extraída e adaptada da ref. [3]).

FORMA DE MANIFESTAÇÃO DO TITÂNIO	EFEITO SOBRE MICROESTRUTURA / PROPRIEDADES
[Ti] γ , dissolvido na austenita (γ)	Retarda substancialmente a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.
TiN	Quando finamente disperso TiN é um potente refinador do tamanho de grão da austenita.
TiC ϵ	Na faixa de baixas temperaturas de austenitização, a precipitação de carboneto induzida por deformação retarda substancialmente a recristalização.
TiC na ferrita	Quando finamente disperso o TiC resulta em um expressivo endurecimento por precipitação.
TiN, TiC	A capacidade do Ti reagir fortemente com o C e N pode ser usado para produzir aços livres de intersticiais.
Ti ₄ C ₂ S ₂	Devido à sua afinidade com o enxofre, o titânio é capaz de formar carbosulfetos duros, e assim, prevenir os indesejáveis efeitos dos sulfetos de manganês alongados.

As inclusões também têm sido convencionalmente controladas através de microadições de titânio. Quando o enxofre está completamente ligado na forma de carbosulfeto de titânio pode-se evitar a formação do sulfeto de manganês. Visto que, os carbosulfetos de titânio são relativamente duros nas temperaturas de conformação a quente, eles são capazes de controlar a forma das inclusões. O controle adequado da forma da inclusão permite um substancial aumento da tenacidade transversal e da forjabilidade a frio [3].

Outra possibilidade é prevenir a segregação de elementos fragilizantes para os contornos de grão. Isto pode ser alcançado através da adição apropriada de titânio para remover impurezas fragilizantes, em solução na matriz. Se a reatividade entre esse elemento e a impureza for maior que com a matriz, ocorrerá a precipitação de uma segunda fase. Pesquisadores têm postulado que a adição de titânio nos aços pode atenuar a fragilidade induzida pelo nitrogênio [10, 11] e fósforo [12-15].

Embora os benefícios de microadições de titânio sejam amplamente aceitos e aplicados, o efeito exercido sobre as propriedades mecânicas não estão completamente esclarecidos. Em algumas situações o titânio pode ser prejudicial. Por exemplo, tem sido observado que ele altera o comportamento do vanádio nos aços, diminuindo o efeito de endurecimento por precipitação do VN ou V(C,N) [1]. Outro efeito indesejável tem sido observado nos aços de ultra-alta resistência refinados com titânio. Foi comprovado que adições desse elemento nos aços, com o intuito de refinar o tamanho de grão, produziram uma queda acentuada da tenacidade à fratura [7-9] (maiores considerações sobre o assunto serão feitas no capítulo 7). Estes dois exemplos são suficientes para demonstrar que nem sempre microadições de titânio conduzem a efeitos positivos.

4.3. As Partículas de Titânio nos Dois Aços 300M

A grande afinidade do titânio com alguns elementos presentes nos dois aços 300M (N, C e S), favorece, preferencialmente, a formação de compostos termodinamicamente estáveis, do que sua permanência em solução sólida na matriz. Por outro lado, o vanádio, o qual também está presente, é um concorrente do titânio para formar nitretos e carbonetos.

Os tipos e as quantidades dos precipitados formados dependem da composição química do aço. Visto que, certos elementos estão presentes em quantidades muito pequenas, nos dois aços 300M, alguns compostos serão formados em detrimento de outros. A questão é, então, avaliar qual a sequência hierárquica de formação dos precipitados.

Com base nos diagramas de **Ellingham** [16] constata-se que, as entalpias de formação dos nitretos de titânio e vanádio são muito superiores às dos respectivos carbonetos. Portanto, a formação dos nitretos é mais favorável, sendo que, o nitreto de titânio é formado preferencialmente do que o de vanádio. O titânio também possui uma grande afinidade pelo enxofre. Contudo, neste caso, a tendência é que a precipitação dos carbosulfetos não seja iniciada até que a formação dos nitretos esteja completada.

Considerando a relação estequiométrica e a sequência preferencial de formação, pode-se estimar os tipos e as quantidades dos compostos formados, bem como a quantidade consumida de cada elemento na formação dos precipitados. A tabela 4.5 mostra a relação estequiométrica em peso, dos supostos compostos formados, e a relação em peso na massa metálica (dos elementos dissolvidos) observada nos dois aços. De acordo com a sequência preferencial de formação dos compostos (TiN, VN e VC), a tabela 4.6 mostra a distribuição dos elementos nos precipitados.

Como a relação Ti/N foi hipoestequiométrica, em ambos os aços, todo o titânio deve ter sido consumido para formar precipitados de nitreto de titânio (TiN). De modo que, a formação de carboneto de titânio, ou outro composto qualquer, é

pouco provável. O nitrogênio remanescente pode ter formado nitreto de vanádio (VN). Contudo, como neste caso a relação é hiperestequiométrica, o vanádio não é completamente consumido. Assim, uma certa quantidade de carbono é consumida para formar carboneto de vanádio.

Aliás, nos aços de médio carbono, como o 300M, geralmente o vanádio é adicionado para produzir aumento de resistência através da precipitação de carbonetos de vanádio. Sendo assim, fica evidente um outro problema. Além dos teores diferenciados de titânio, foi observado também uma variação relativamente significativa na quantidade de nitrogênio (o qual também é impureza) entre os dois aços. O aço B, mais rico em nitrogênio, possivelmente possibilitou a formação de uma quantidade maior de nitreto de vanádio. Assim, além do nitreto de titânio, os dois aços apresentam também quantidades diferenciadas de carbonetos e nitretos de vanádio. Isto, pelo menos hipoteticamente, pode igualmente contribuir para impor comportamentos diferenciados entre os dois aços, visto que, o efeito de endurecimento do vanádio aumenta com a elevação da porcentagem de nitrogênio.

Tabela 4.5. Relação estequiométrica (R.E.) dos compostos e relação em peso entre os elementos na massa metálica (RPEMM) dos dois aços

COMPOSTO	R.E.	AÇO A	AÇO B
		RPE MM	RPE MM
Nitreto de Titânio (TiN)	Ti/N = 3,42	Ti/N = 1,74	Ti/N = 0,96
Nitreto de Vanádio (VN)	V/N = 3,64	V/N = 70,80	V/N = 8,03
Carboneto de Vanádio (VC)	V/C = 4,24	V/C = 0,19	V/C = 0,12

Tabela 4.6. Estimativa da distribuição dos elementos químicos nos precipitados.

	AÇO A				AÇO B			
	Ti	V	N	C	Ti	V	N	C
	[ppm]	[ppm]	[ppm]	[ppm]	[ppm]	[ppm]	[ppm]	[ppm]
Quantidade encontrada na massa	40	800	23	4.100	150	900	156	4.200
Quantidade consumida na formação TiN	40	-	11,7	150	150	-	43,8	-
Quantidade consumida na formação VN	-	41,0	11,3	-	-	407,8	112,1	-
Quantidade consumida na formação VC	-	759,0	-	179,0	-	492,2	-	116,0
Quantidade remanescente	0	0	0	3.921	0	0	0	4.084

4.3.1. Características de Precipitação/Solubilização dos Compostos

As partículas de uma segunda fase (carbonetos e nitretos) exercem grande influência no comportamento mecânico dos aços, inclusive no processo de fratura. Elas interferem tanto na nucleação como na propagação de uma trinca. Consequentemente, são capazes de exercer uma grande influência sobre a tenacidade à fratura.

Os dois aços 300M foram submetidos a distintas temperaturas de austenitização. Assim, um aspecto importante é analisar o comportamento dos precipitados nas diferentes temperaturas. Uma vez que os carbonetos e nitretos de liga têm diferentes graus de estabilidade, é de se esperar que a decomposição dos precipitados seja dependente do tipo de composto formado e da concentração dos elementos de liga.

Muitas informações contidas na literatura sobre a formação e solubilização de precipitados nos aços são fundamentadas nas relações de atividade henriana (lei de Henry), no estado-padrão. Deste modo, a solubilidade de um composto AB em função da temperatura é geralmente expresso através do produto da solubilidade da seguinte maneira [2]:

$$\log([A][B]) = \frac{-C}{T} + D \quad (4.1)$$

onde [A] e [B] representam a porcentagem em peso dos elementos dissolvidos, C e D são constantes e T é a temperatura absoluta. É assumido que o sólido formado AB é puro.

Pode ser comprovado, através da análise da equação (4.1), que as quantidades A e B, em solução, aumentam com a temperatura. Se as porcentagens de A e B, na matriz, excedem essas quantidades, então, existem compostos não dissolvidos. Assim, se a uma dada temperatura existe uma quantidade x% (em peso) de AB, em uma liga que contém A_T e B_T% dos elementos A e B, tem-se que [15]:

$$[A] = A_T - px \quad (4.2)$$

$$[B] = B_T - qx \quad (4.3)$$

onde p e q são frações em massa de A e B em AB.

As relações de solubilidade, expressas por equações do tipo (4.1), são particularmente úteis na previsão do comportamento do precipitado a diferentes temperaturas, ou seja, para que se possa ter uma avaliação adequada da estabilidade do precipitado no aço. Para os aços mais complexos a tarefa complica-se e, nestes casos, as relações de solubilidade perdem precisão.

O conhecimento das interações entre os elementos microligados está longe de ser completamente entendida. Quando vários elementos microligantes estão presentes os precipitados formados podem ser muito complexos (compostos mistos). A isomorfologia entre muitos precipitados pode conduzir à intersolubilidade de modo a favorecer a formação de carbonitretos, ao invés de carbonetos e nitretos isolados. A similaridade dos tamanhos atômicos do carbono e do nitrogênio e a magnitude de suas difusividades pode contribuir para a intercambialidade do carbono e nitrogênio no interior da rede, resultando em precipitados não-estequiométricos complexos.

Quando o potencial químico para a formação do composto é alterado a equação (4.1) precisa ser corrigida através de coeficientes de interação. Contudo, na ausência de qualquer informação prática sobre a atividade na mistura, na formação do composto, é comum utilizar expressões do tipo da eq.(4.1) para efetuar os cálculos*

Nestes termos, usando expressões de solubilidade para os compostos de interesse (TiN, VN e VC), pode-se avaliar a quantidade solubilizada, em porcentagem ponderal, em função da temperatura. Para os cálculos utilizou-se as seguintes equações:

$$\log_{10}([Ti\%][N\%]) = \frac{-15.200}{T} + 3,90 \quad (4.4)$$

$$\log_{10}([V\%][N\%]) = \frac{-8.300}{T} + 3,46 \quad (4.5)$$

$$\log_{10}([V\%][C\%]) = \frac{-9.500}{T} + 6,72 \quad (4.6)$$

* Existem alguns modelos de precipitação baseados em compostos mistos, mas não foi encontrado nenhum que se ajustasse ao aço em estudo.

Todas as equações assumem que o precipitado formado é um sólido puro. A equação (4.4) foi extraída da referência [2] enquanto que as equações (4.5) e (4.6) foram extraídas da referência [1].

Através de um programa computacional, especialmente desenvolvido para este fim, pode-se estimar o comportamento dos diferentes precipitados em função da temperatura. Os resultados, assim obtidos, estão mostrados nas figuras 4.1 a 4.6. A análise dessas figuras sugere que a formação do TiN inicia-se antes da solidificação do aço, enquanto que, o início da formação do VN e do VC ocorre a temperaturas mais baixas.

Estas figuras são úteis também na avaliação das quantidades de precipitados solubilizados nos dois aços (aço A e aço B), nas diferentes temperaturas de austenitização (1143K e 1373K). As tabelas 4.7 e 4.8 (construídas a partir das figuras 4.1 a 4.6) mostram as quantidades dos diferentes precipitados solubilizados nessas temperaturas.

Observa-se que o TiN é muito pouco solúvel mesmo na temperatura de austenitização a 1373K. Em contraste, o VC estava completamente dissolvido na austenitização a 1143K. Entretanto, o VN apresentou comportamento diferenciado nos dois aços. No aço A todo o VN estava dissolvido a 1143K enquanto que, no aço B, nesta mesma temperatura, apenas parte do VN estava dissolvido. A 1373K, o VN estava completamente dissolvido nos dois aços. Sendo assim, fica claro que o processo de solubilização é diferente para cada tipo de precipitado e depende da temperatura de austenitização em questão.

Evidentemente que esta análise precisa ser encarada com a cautela necessária. Trata-se de uma estimativa teórica baseada em modelos que não consideram a interferência dos outros elementos de liga na cinética de solubilização. De modo que, do ponto de vista quantitativo, a precisão é questionável. Contudo, qualitativamente, é razoável supor que esta análise reflita satisfatoriamente o comportamento dos precipitados, nas diferentes temperaturas de austenitização.

Tabela 4.7. Quantidade de precipitado dissolvido no aço A, em função da temperatura de austenitização.

PORCENTAGEM DE PRECIPITADO DISSOLVIDO EM RELAÇÃO AO TOTAL FORMADO - [%]		
	1143 K	1373 K
TiN	< 1	1,5
VN	100	100
VC	100	100

Tabela 4.8. Quantidade de precipitado dissolvido, no aço B, em função da temperatura de austenitização.

PORCENTAGEM DE PRECIPITADO DISSOLVIDO EM RELAÇÃO AO TOTAL FORMADO - [%]		
	1143 K	1373 K
TiN	< 1	< 1
VN	58	100
VC	100	100

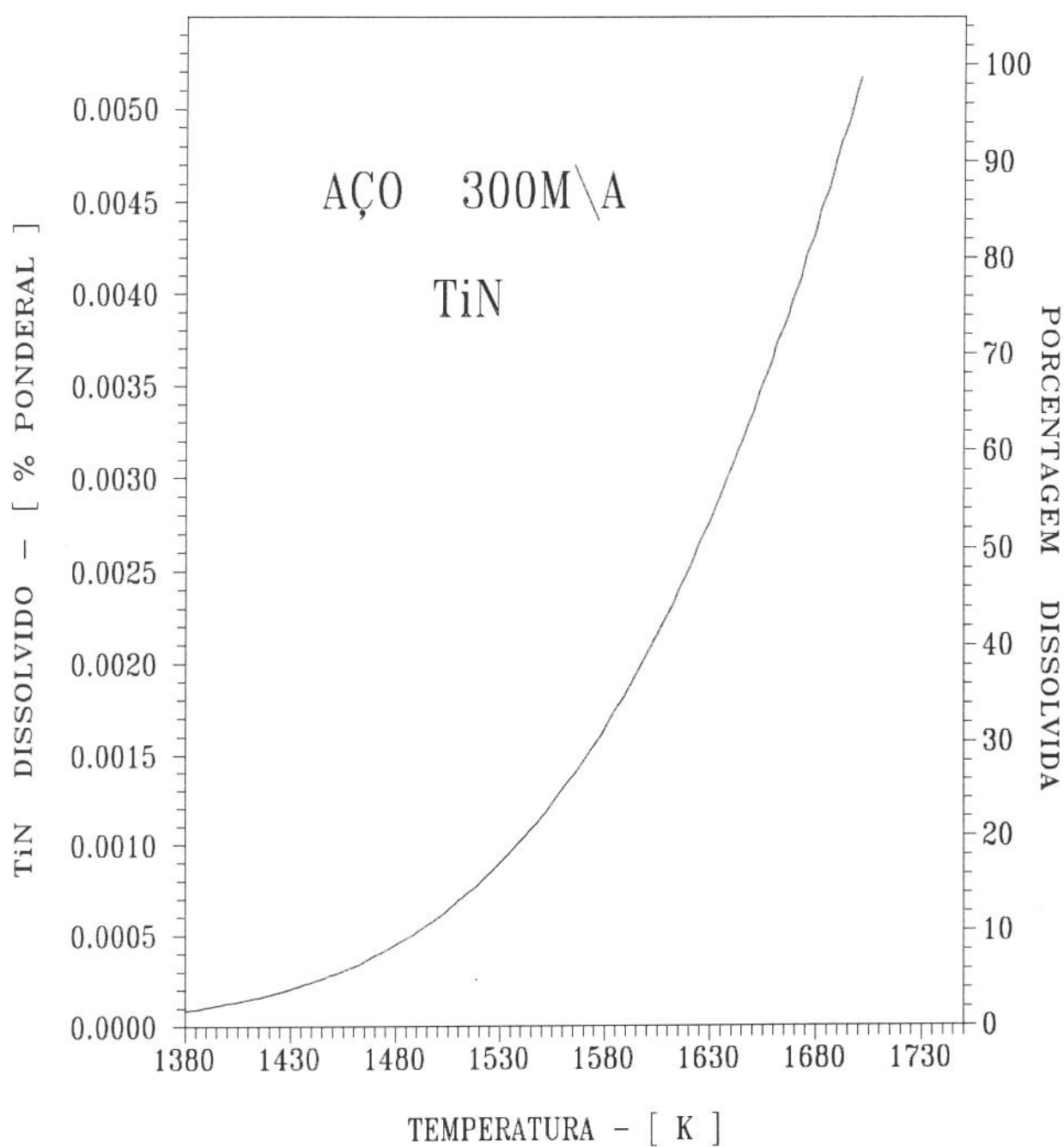


Figura 4.1. Solubilidade do TiN no aço 300M\A, em função da temperatura.

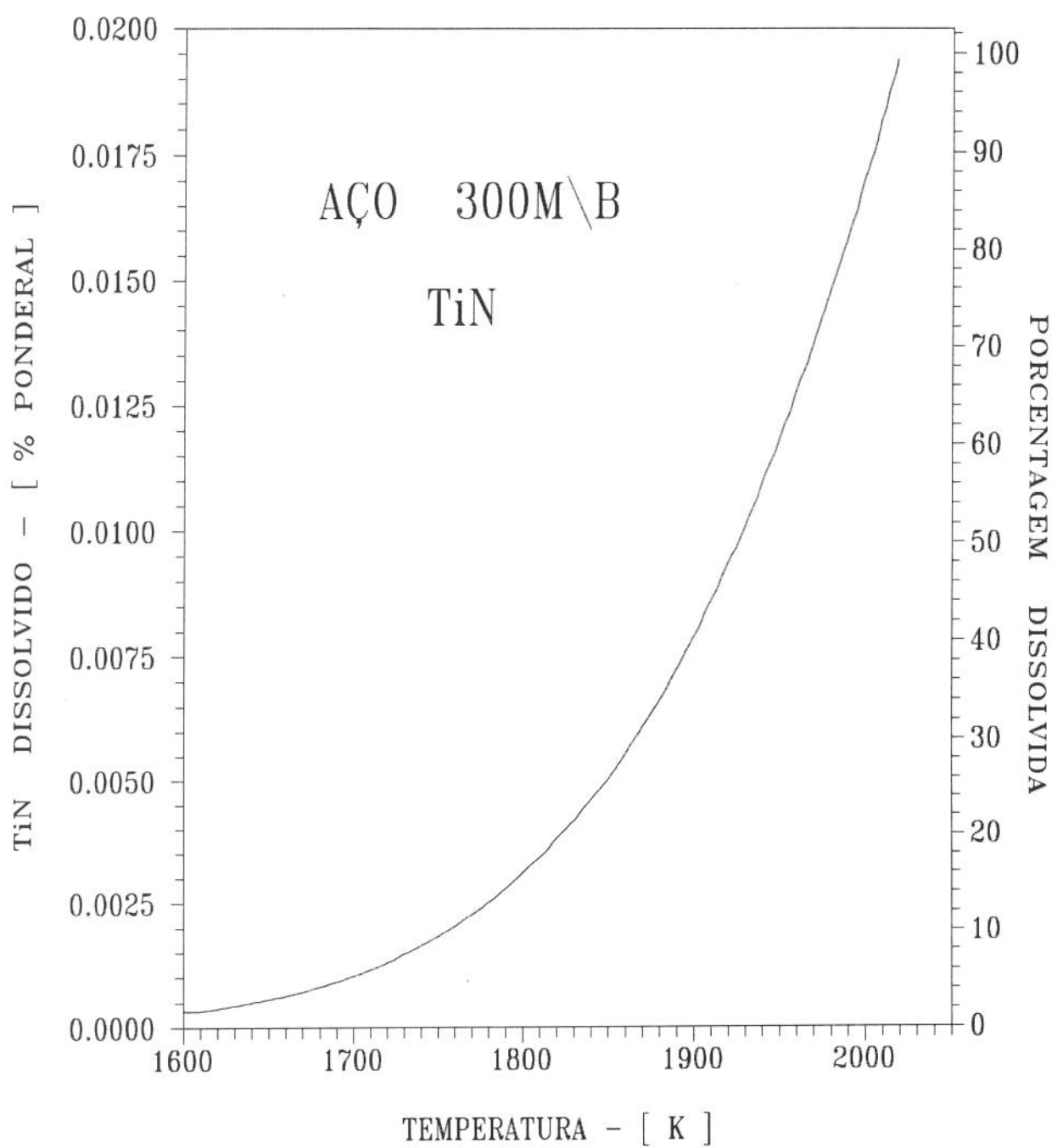


Figura 4.2. Solubilidade do TiN no aço 300M\B, em função da temperatura.

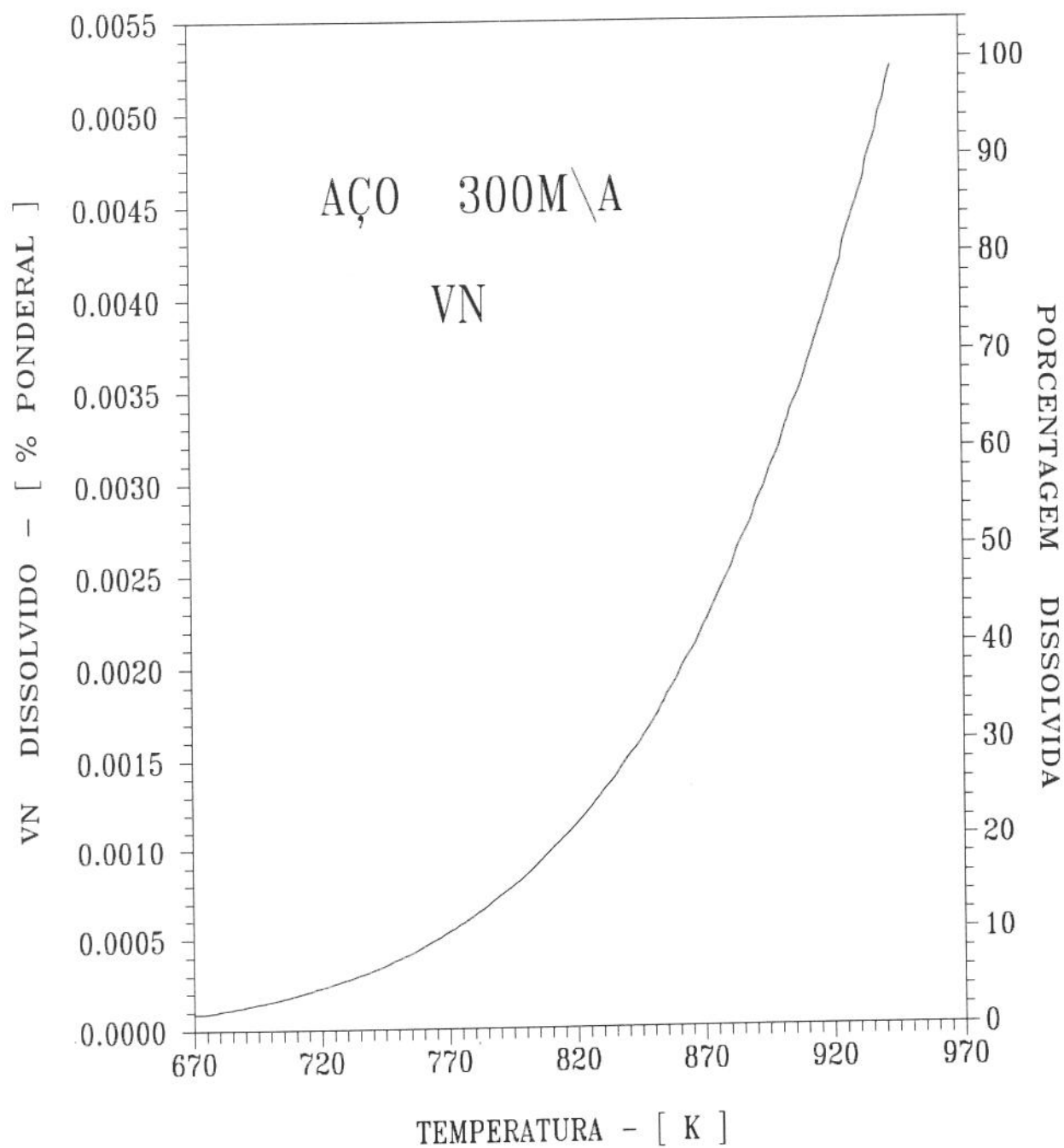


Figura 4.3. Solubilidade do VN no aço 300M\A, em função da temperatura.

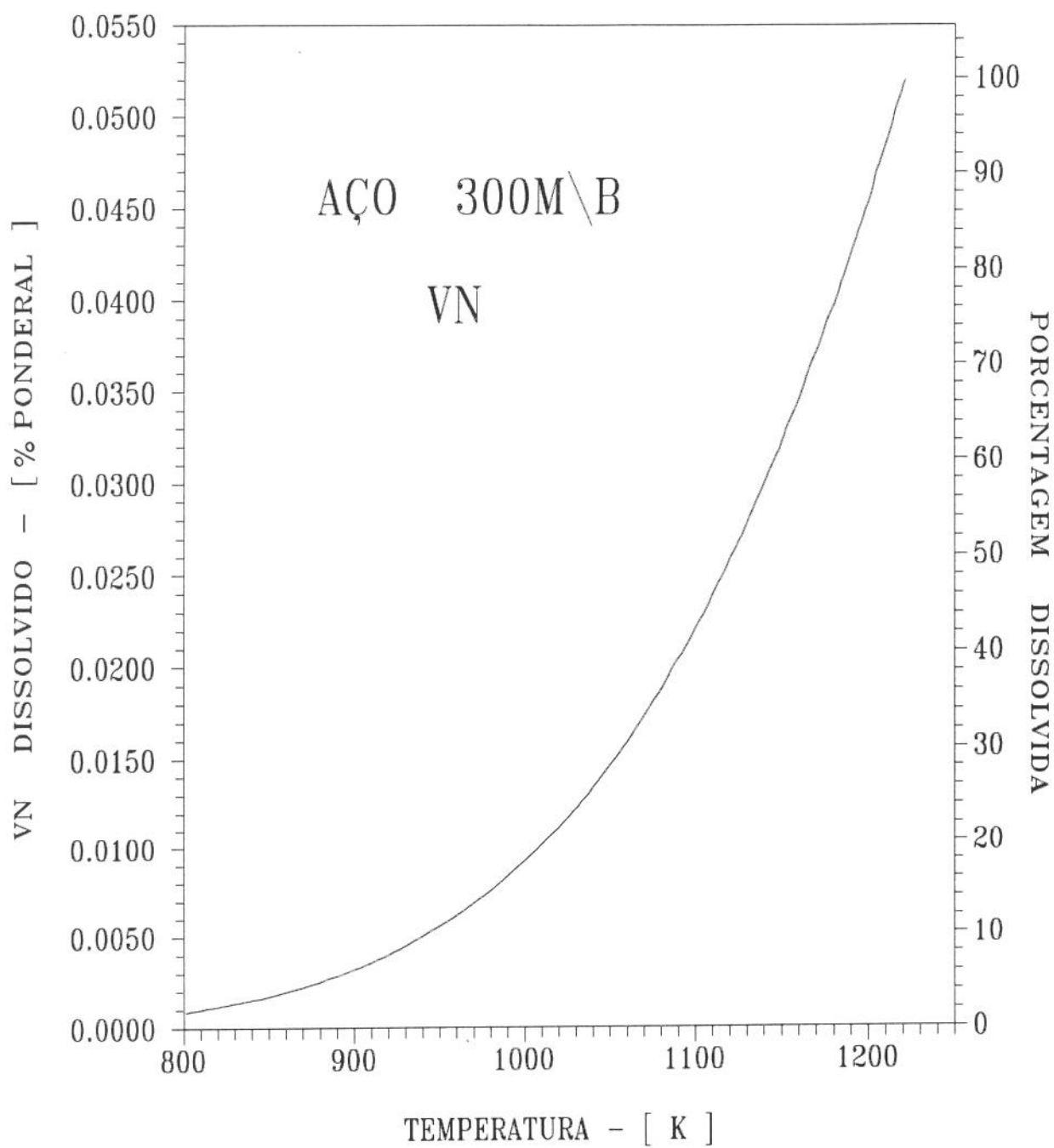


Figura 4.4. Solubilidade do VN no aço 300M\B, em função da temperatura.

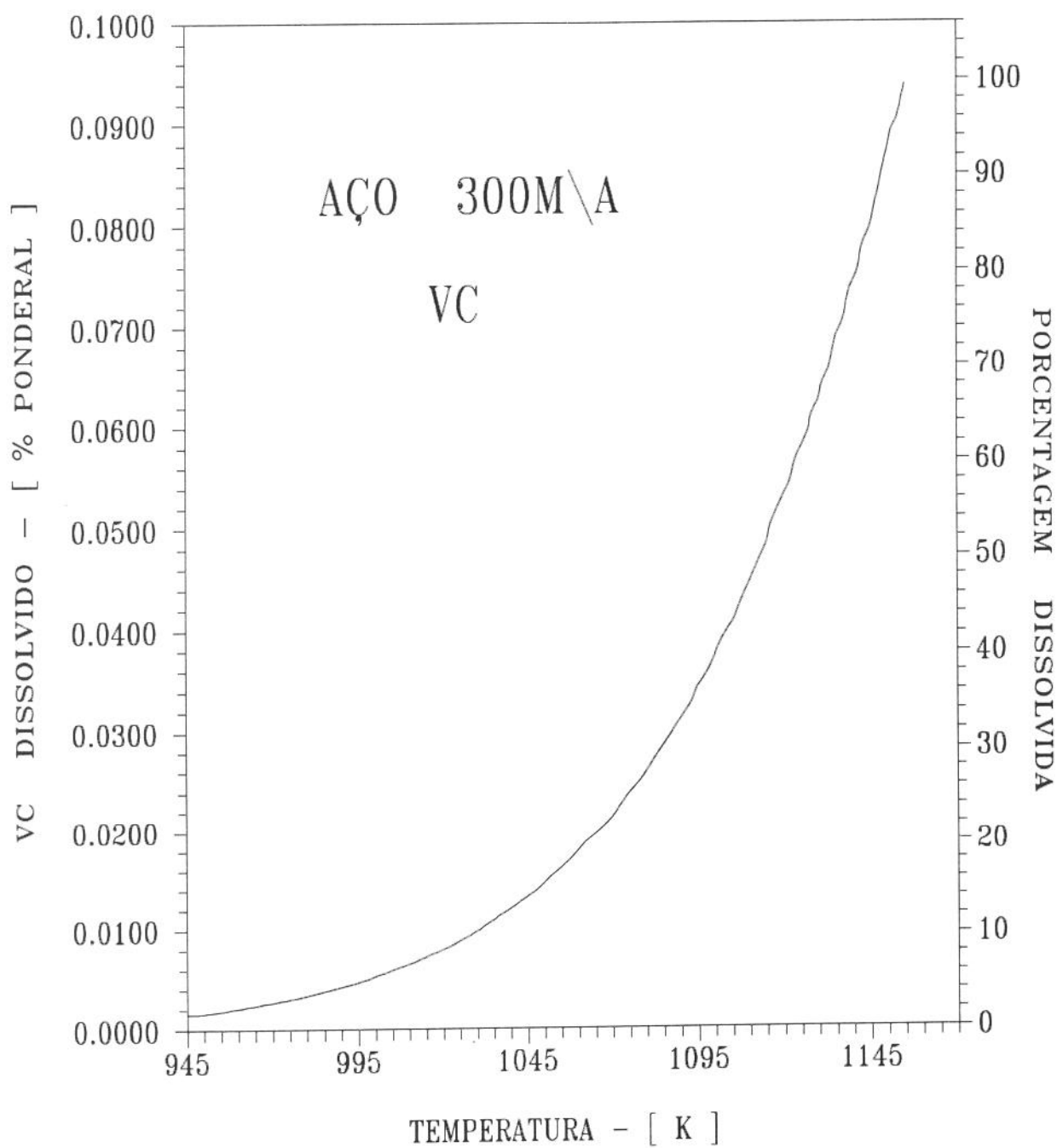


Figura 4.5. Solubilidade do VC no aço 300M\A, em função da temperatura.

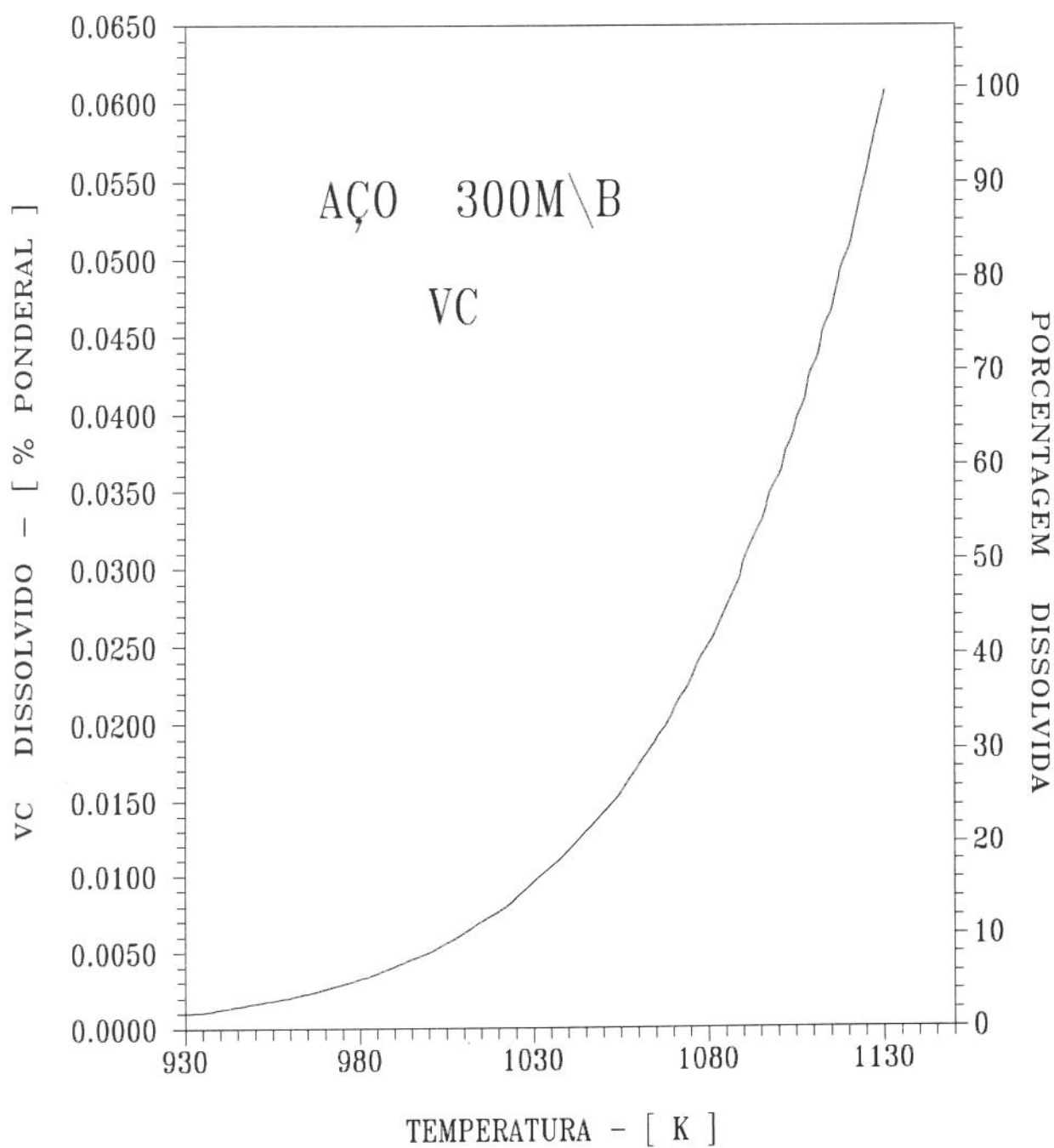


Figura 4.6. Solubilidade do VC no aço 300M\B, em função da temperatura.

4.3.2. Morfologia do TiN

Dependendo da composição química, do tipo de composto, e da temperatura de precipitação, as partículas originadas podem variar dentro de uma ampla faixa de tamanho e configuração. Esta faixa compreende desde precipitados grosseiros, os quais são formados mesmo antes da solidificação do aço, até precipitados extremamente finos. A tabela 4.9 apresenta diferentes tipos de precipitados em função da temperatura de precipitação.

Emenike e Billington [2] observaram que as partículas grandes decorrem da propensão para precipitação grosseira, pelo bem conhecido mecanismo de Ostwald. Eles argumentaram que a tendência à precipitação grosseira tem seu efeito diminuído na seguinte sequência:

- partículas formadas antes da solidificação e insolúveis a altas temperaturas de austenitização;
- precipitados formados a altas temperaturas de austenitização;
- precipitados formados a baixas temperaturas.

Os elementos microligantes tendem a formar precipitados de diferentes tamanhos. Os nitretos e carbonetos de vanádio são formados a temperaturas mais baixas. Por isso, as partículas ricas em vanádio tendem a ser finas e esféricas, em contraste com os precipitados ricos em titânio.

O tamanho das partículas ricas em titânio depende do estágio em que ocorreu a precipitação. As partículas formadas durante o estágio inicial de precipitação, isto é, a altas temperaturas, são mais favoráveis ao crescimento. As partículas finas de titânio são formadas a temperaturas mais baixas, nos estágios finais de precipitação. A formação do TiN inicia-se ainda com o aço no estado líquido, enquanto que o TiC é formado a temperaturas mais baixas. Assim, pode-se esperar que o TiN tenda a ser grosseiro e o TiC fino.

Tabela 4.9. Vários tipos de precipitados que ocorrem nos aços microligados (extraída da referência [3]).

*

TIPO E TAMANHO DO PRECIPITADO	NATUREZA DA PRECIPITAÇÃO	EXEMPLO
Inclusões grosseiras $\sim 10^4$ nm	precipitação antes ou durante a solidificação	TiN, ZrN $Ti_4C_2S_2$, $Z_4C_2S_2$
Precipitados finos 10^1 nm	precipitação na fase γ	TiN
Precipitados de tamanho médio $\sim 10^2$ nm	precipitação nos contornos de grão γ e subestruturas	NbC, TiC, BN
Precipitados de tamanho médio $\sim 10^2$ nm	precipitação induzida por deformação	NbC, TiC
Precipitados finos em linha $\sim 10^2$ nm	precipitação na interface γ/α	NbC TiC V(C,N)
Precipitados extremamente finos, semi-coerente $< 10^1$ nm	precipitação na interface α	NbC, TiC, V(C,N)

* sentido de diminuição da temperatura de precipitação

É possível obter precipitados de TiN finos, como de fato foi comprovado por alguns pesquisadores [7-9]. Contudo, neste caso, é recomendado que o titânio seja incorporado à massa metálica exatamente antes de se iniciar o processo de solidificação, como por exemplo, no processo de desoxidação do aço.

Como no caso das duas variações do aço 300M utilizadas neste trabalho, a relação Ti/N foi hipostequiométrica, todo titânio deve ter sido consumido na formação de nitretos. Sendo pouco provável a formação de TiC. Visto que, o titânio era oriundo da sucata empregada, ele esteve presente durante todo o processo de elaboração do aço. De modo que, nenhum controle pode ser exercido sobre o tamanho das partículas. O que de antemão já era suficiente para sugerir que os precipitados de titânio deveriam ser grosseiros.

Existe relação entre a morfologia do precipitado e a sua composição [2]. O titânio, na presença de nitrogênio, forma nitretos regulares, os quais são facilmente identificados na matriz devido à sua coloração característica (geralmente amarelada) [3]. De fato, foram facilmente observadas plaquetas de formato regular em ambos os aços. O aço B, mais rico em titânio, apresentou maior quantidade desse tipo de precipitado. As figuras 4.7 a 4.10 mostram essas plaquetas grosseiras, sob diferentes condições. Ao redor dessas plaquetas, durante o processo de fratura, foram nucleadas grandes cavidades, como mostra a figura 4.10(a).

Medidas de microdureza indicaram que essas partículas eram muito duras. Com a aplicação de carga, a ponta de diamante frequentemente deslizava sobre as plaquetas, de modo que, medidas precisas não puderam ser obtidas. Foi observado que essas partículas normalmente trincavam durante o processo de fratura (veja as figuras 4.9 e 4.10.).

Essas plaquetas se mostraram também muito estáveis termicamente. Elas foram observadas indistintamente nos dois aços, qualquer fosse a temperatura de austenitização. Mesmo a austenitização a 1373 K foi incapaz de dissolvê-las. O que está de acordo com as previsões teóricas anteriormente apresentadas (veja tabelas 4.7 e 4.8).

A análise com microsonda eletrônica (microanálise) confirmou que essas plaquetas eram muito ricas em titânio, as quais imagina-se se tratar de nitreto ou

carbonitreto de titânio (os elementos leves não puderam ser identificados com a técnica empregada). Em algumas partículas ricas em titânio foram encontrados também outros elementos, particularmente S e Cr. Nestes casos, foi observado um aspecto interessante. Aparentemente, quando o precipitado contém essencialmente titânio a sua morfologia tende a ser mais retangular (veja figuras 4.7a e 4.10). Entretanto, quando outros elementos estão presentes, além do titânio, ocorre uma distorção na forma do precipitado (veja figuras 4.7b e 4.7c).

Inclusões com diferentes composições também foram encontrados, porém, em pequena quantidade nos dois aços (veja figura 4.11). Em algumas inclusões vários elementos se mostraram presentes, inclusive o titânio (Figura 4.11a). Contudo, é importante observar que, nas inclusões foram observados apenas traços de titânio.

As partículas ricas em vanádio não foram identificadas. Provavelmente pelo fato do vanádio estar dissolvido e/ou devido as partículas desse elemento serem muito pequenas. Existe ainda também a possibilidade do vanádio estar incorporado em precipitados complexos. Isto só poderia ser revelado totalmente se fosse utilizado, no estudo, microscopia eletrônica de alta resolução. O que não foi possível.

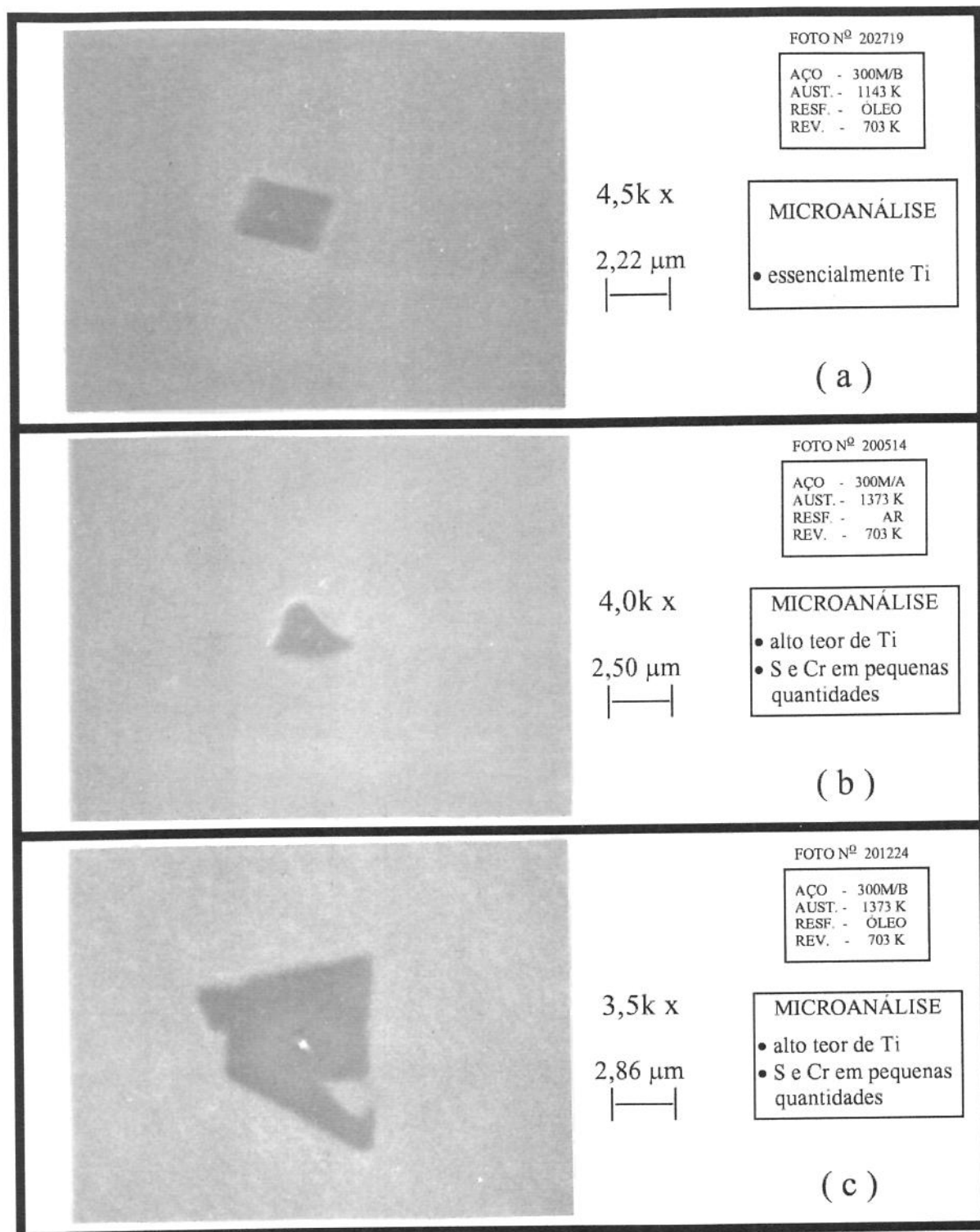
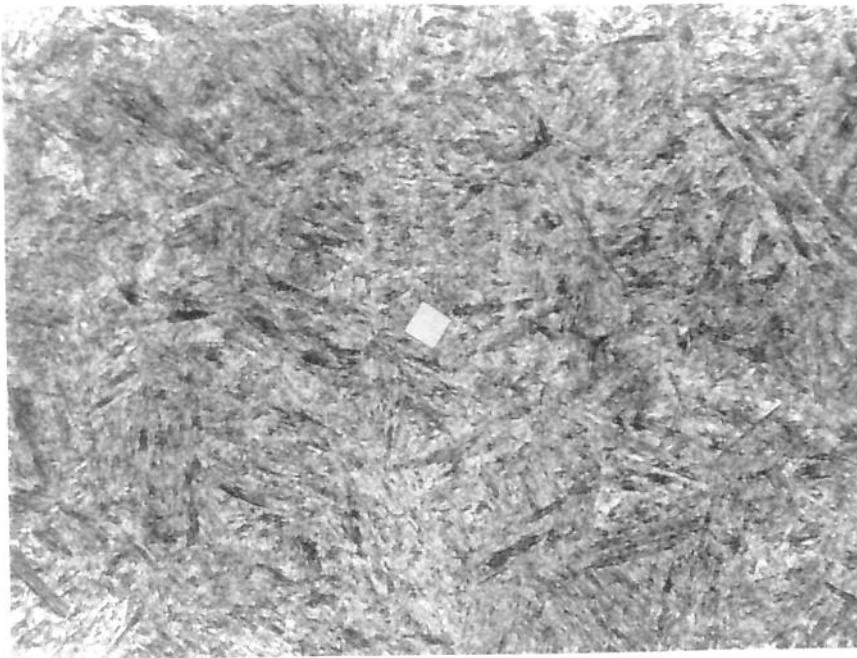


Figura 4.7. Diferentes morfologias dos precipitados ricos em titânio, observados sobre superfícies polidas sem ataque, em MEV.

FOTO Nº 255A17



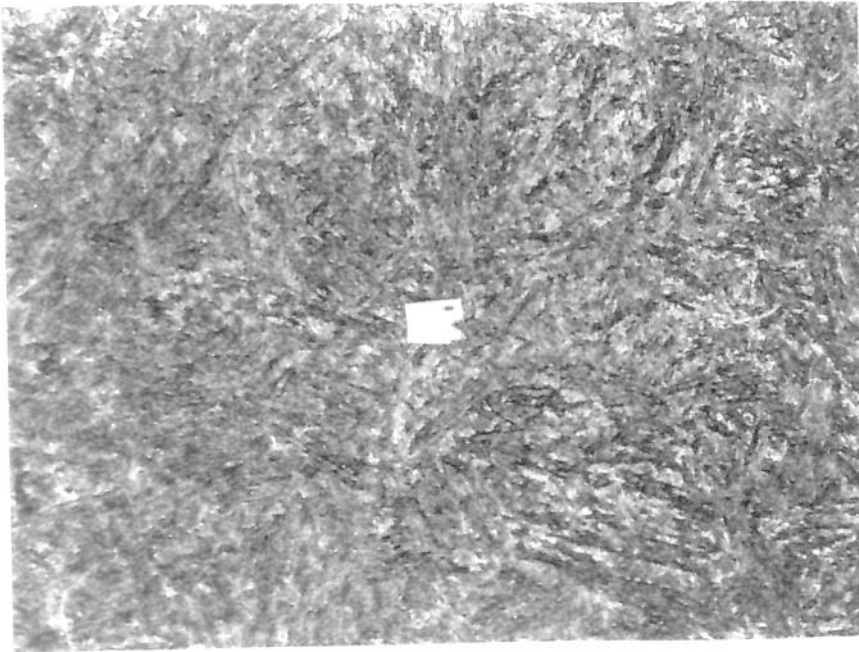
AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 473 K

1 k x

10µm

(a)

FOTO Nº 2514A16



AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

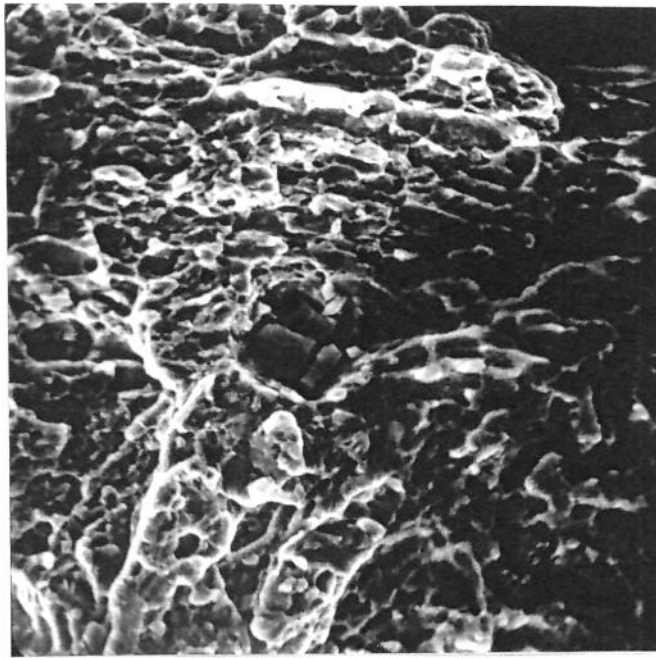
1 k x

10µm

(b)

Figura 4.8. Precipitados de titânio, sobre a superfície de corpos de prova atacados com nital, observados em microscópio óptico.

FOTO Nº 132521



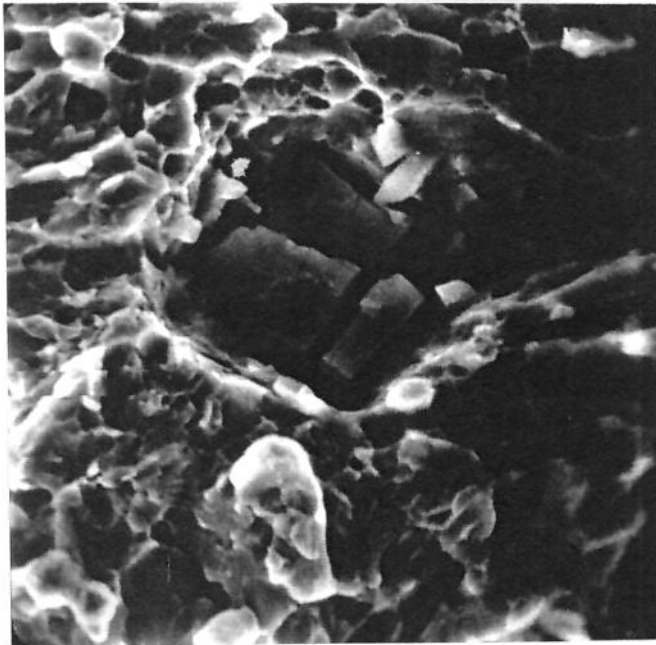
AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

1,6 k x

6,25µm

(a)

FOTO Nº 132621



AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

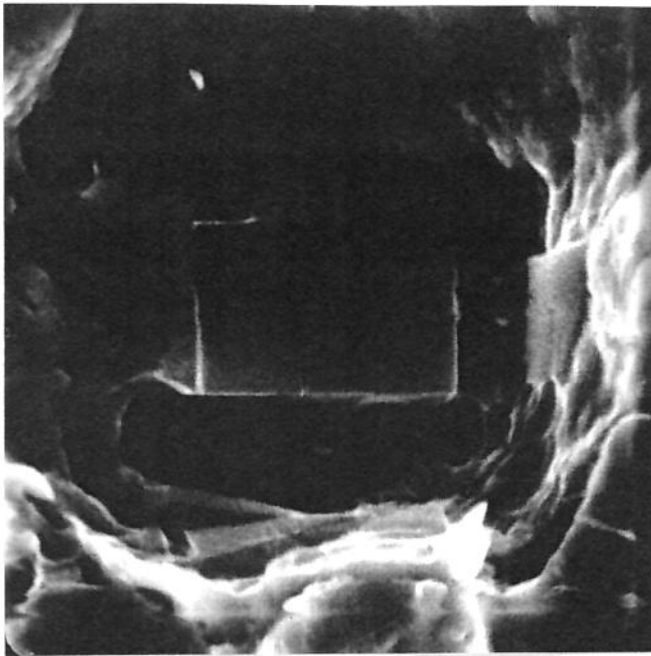
4,0 k x

2,50µm

(b)

Figura 4.9. Precipitados de titânio observados sobre a superfície de fratura - MEV.

FOTO Nº 142123



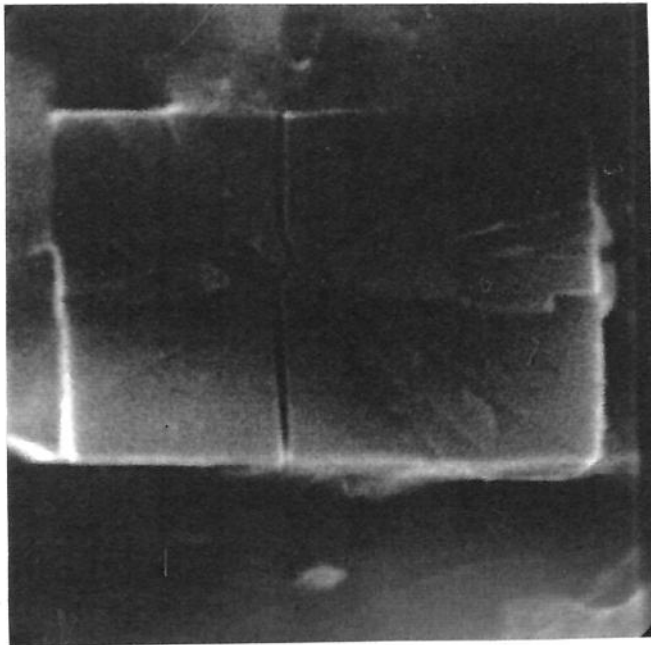
AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 603 K

8,0 k x

1,25µm

(a)

FOTO Nº 142223



AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 603 K

16,0 k x

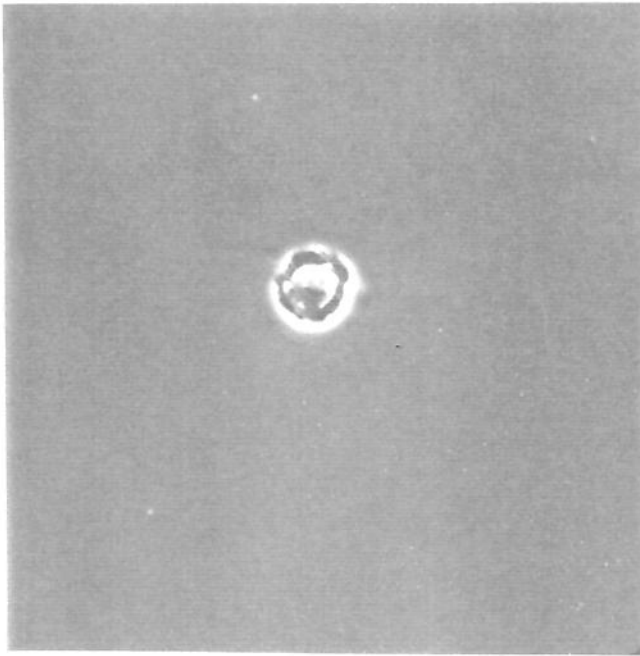
0,62µm

(b)

Figura 4.10. Precipitados de titânio observados sobre a superfície de fratura - MEV.

FOTO Nº 202819

AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K



MICROANÁLISE

- muito Al, S, Ca
- traços de Mg, Si, Ti, Cr, Mn, Ni, Cu

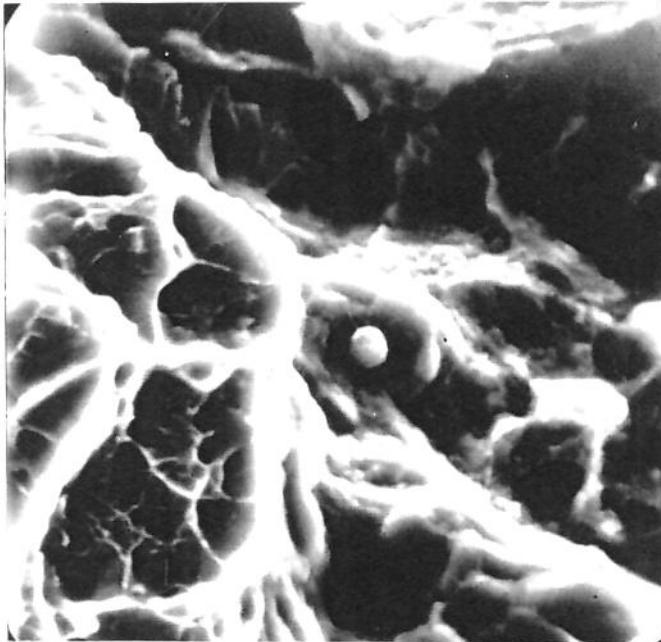
1,8 k x

5,55µm

(a)

FOTO Nº 010307

AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 473 K



MICROANÁLISE

- revelou a presença de S, Mn, Ca

4,5 k x

2,22µm

(b)

Figura 4.11. Inclusões observadas em microcópico eletrônico de varredura (MEV)

- (a) superfície polida sem ataque ; (b) superfície de fratura.

4.3.3. O efeito sobre as propriedades mecânicas

Nos dois aços 300M o titânio estava fundamentalmente vinculado a plaquetas grosseiras de formato regular. É bem sabido que o efeito exercido pelas partículas sobre a microestrutura e, conseqüentemente, sobre as propriedades mecânicas dos aços varia em conformidade com o tamanho do precipitado. Por exemplo, o tamanho de grão austenítico pode ser controlado por meio da nucleação e inibição da migração dos contornos de grão através de partículas de precipitados. Quanto maior a fração volumétrica e menor o raio da partícula mais efetivo é o controle do tamanho do grão. Quando as partículas são grosseiras o poder de refino é drasticamente reduzido, e o tamanho de grão tende a ser grosseiro.

De fato, com a elevação da temperatura de austenitização, como os precipitados ricos em titânio eram muito grandes, apesar de insolúveis, eles não puderam evitar o crescimento excessivo dos grãos (veja figura 3.8). Isto sugere que esses precipitados foram incapazes de produzir alterações microestruturais significativas. Conseqüentemente, era de se esperar que os efeitos decorrentes das quantidades diferenciadas de titânio, nos dois aços, fossem pouco pronunciados. Várias propriedades mecânicas foram medidas para os dois aços, a partir dos distintos ciclos térmicos. Os resultados, em termos comparativos, estão mostrados através das tabelas 4.10 a 4.16 e figuras 4.12 a 4.18.

Analisando essas figuras, confeccionadas a partir dos valores médios, observa-se ligeiras diferenças entre os dois aços. Apesar das diferenças, quando considerado o desvio padrão, os dois aços 300M (aço A e aço B) mostram-se estatisticamente iguais, ou seja, eles apresentam essencialmente os mesmos valores para condições equivalentes de tratamento térmico.

O fato dos precipitados de titânio serem grosseiros, sem dúvida, é uma justificativa plausível para explicar a ausência desse potente (quando devidamente controlado) elemento microligante. Contudo, uma questão ainda permanece obscura. Além do titânio, os dois aços se diferenciaram também pelo teor de nitrogênio. Uma vez que a relação Ti/N apresentou-se hipoestequiométrica, para os dois aços, nem todo nitrogênio

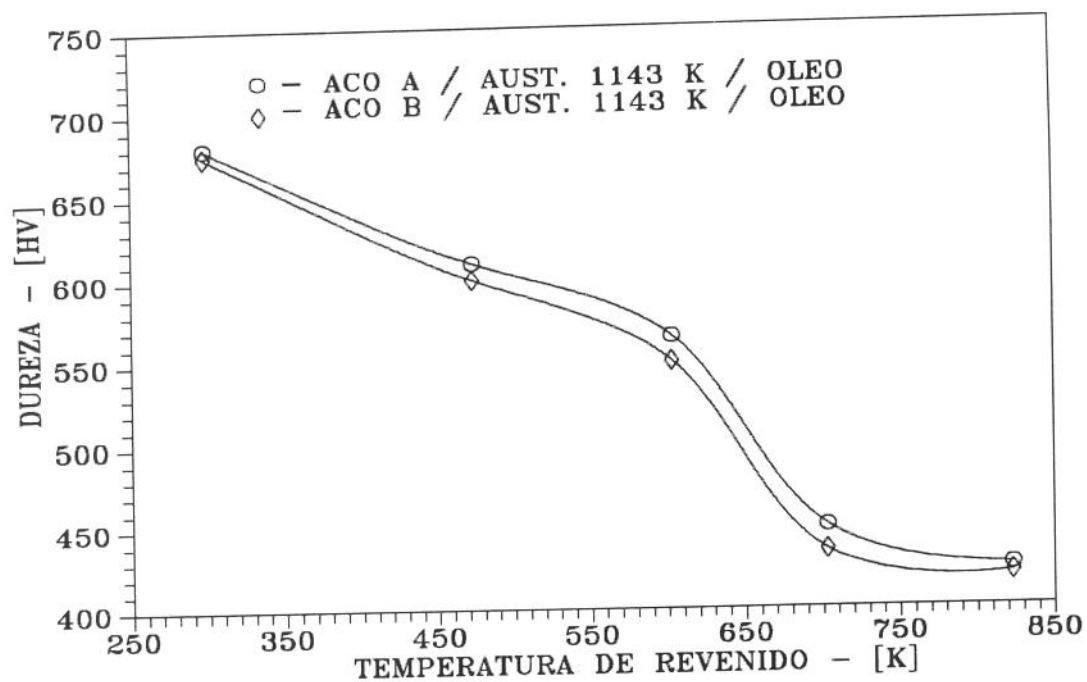
foi consumido na formação do nitreto de titânio. Isto - de acordo com as previsões teóricas (veja Tabela 4.6) - supostamente conduziu a quantidades diferenciadas de carboneros e nitretos de vanádio, entre os aços.

Como já mencionado, o processo de solubilização depende do tipo de precipitado e da temperatura de austenitização. Uma vez que os precipitados apresentam diferentes graus de estabilidade térmica, é de se esperar que a temperatura de austenitização exerça um efeito importante sobre a decomposição dos precipitados. Para a austenitização a 1373 K as previsões indicaram (veja Tabelas 4.7 e 4.8) que ambos, nitretos e carbonetos de vanádio, estavam completamente dissolvidos nessa temperatura. Por outro lado, foi conjecturado que na austenitização a 1143 K apesar de todo VC, para ambos os aços, e todo VN, do aço A, estarem completamente dissolvidos, no aço B, apenas parte do VN encontrava-se dissolvido nessa temperatura. Assim, considerando a grande influência que as partículas de segunda fase são capazes de exercer sobre o comportamento mecânico, era de se esperar um comportamento diferenciado entre os aços, sobretudo para a austenitização a 1143 K. Fato que não foi observado. A questão é, então, por que?

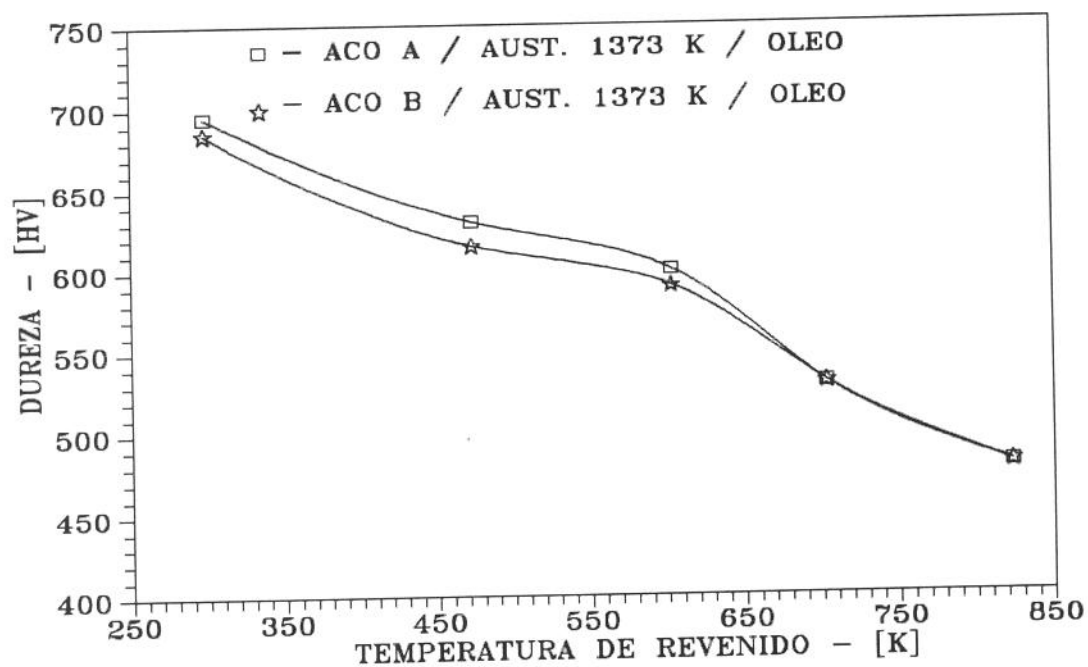
A resposta mais simples seria que apesar de existir quantidades diferenciadas de partículas não-dissolvidas entre os aços, elas não estavam em quantidade suficiente para exercer um efeito significativo. Contudo, existe uma outra possibilidade. Tem sido observado que o titânio pode alterar o comportamento do vanádio nos aços, diminuindo o efeito de endurecimento por precipitação do VN [1]. Uma das explicações propostas para o fenômeno parte do fato de que o nitreto de titânio se forma nos primeiros estágios de precipitação. Visto que TiN é isomórfico com VN - possuem idêntica estrutura cristalina (CFC) e parâmetros de rede muito próximos - as partículas estáveis de titânio podem atuar como núcleos locais para subseqüentes precipitações. Isto pode conduzir a um possível crescimento epitaxial ou a uma precipitação induzida por precipitado. Assim, a taxa de precipitação do VN pode ser acelerada pelas partículas pré-existentes de TiN via crescimento direto sobre essas partículas. Consequentemente, o teor de vanádio que pode precipitar na matriz, para produzir o efeito de endurecimento, é drasticamente reduzido [1, 17]. A superposição do fenômeno de coprecipitação é reforçada pela sobreposição das curvas termodinâmicas que expressam a seqüência preferencial de precipitação (veja referências [16] e [18]).

Tabela 4.10. Valores de dureza Vickers (HV)

CONDIÇÃO DE REVENIDO	DUREZA VICKERS (HV_{61/30})	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	680 (5)	675 (10)
473	610 (5)	600 (11)
603	565 (12)	550 (25)
703	450 (3)	435 (4)
823	425 (2)	420 (14)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	695 (18)	685 (14)
473	630 (2)	615 (9)
603	600 (13)	590 (4)
703	530 (8)	530 (2)
823	480 (9)	480 (4)



(a)

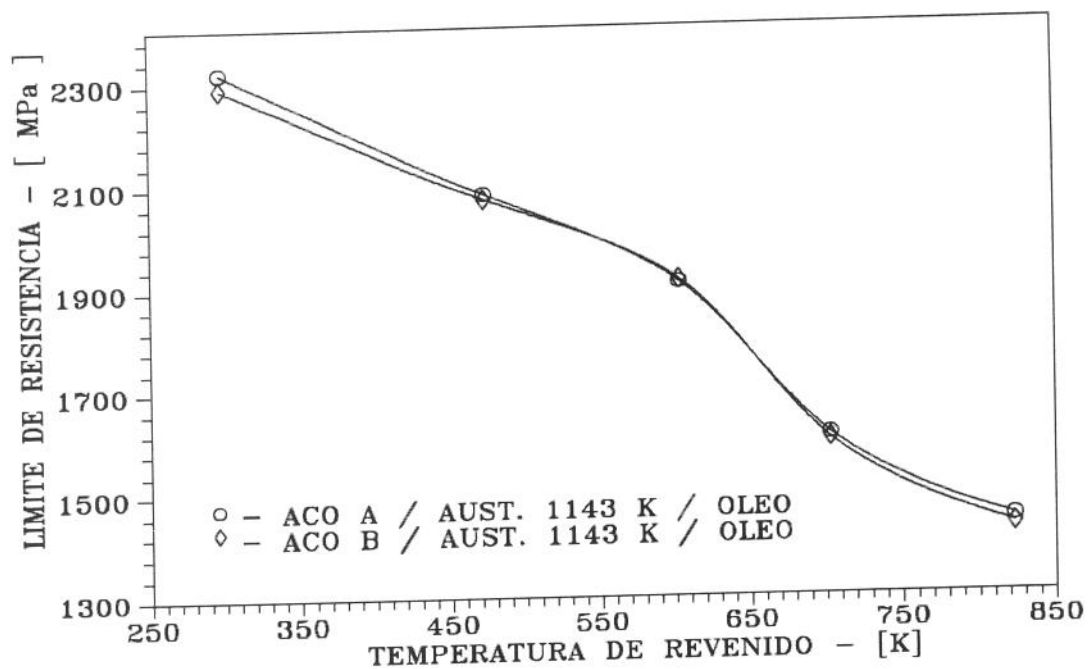


(b)

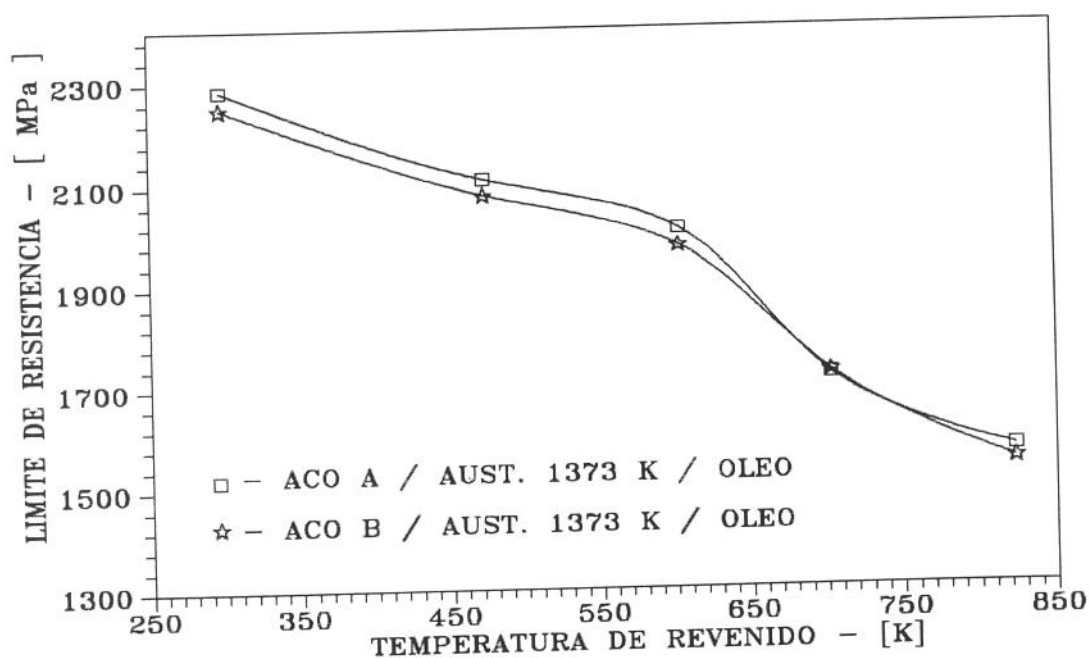
Figura 4.12. Influência dos ciclos térmicos nos valores de dureza **Vickers** (HV).

Tabela 4.11. Valores do limite de resistência (σ_r)

CONDIÇÃO DE REVENIDO	LIMITE DE RESISTÊNCIA - σ_r [MPa]	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	2320 (19)	2290 (12)
473	2085 (4)	2075 (11)
603	1910 (6)	1915 (7)
703	1610 (13)	1600 (6)
823	1445 (55)	1430 (4)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	2285 (28)	2250 (28)
473	2110 (6)	2080 (4)
603	2010 (13)	1975 (20)
703	1720 (10)	1725 (12)
823	1570 (16)	1545 (21)



(a)

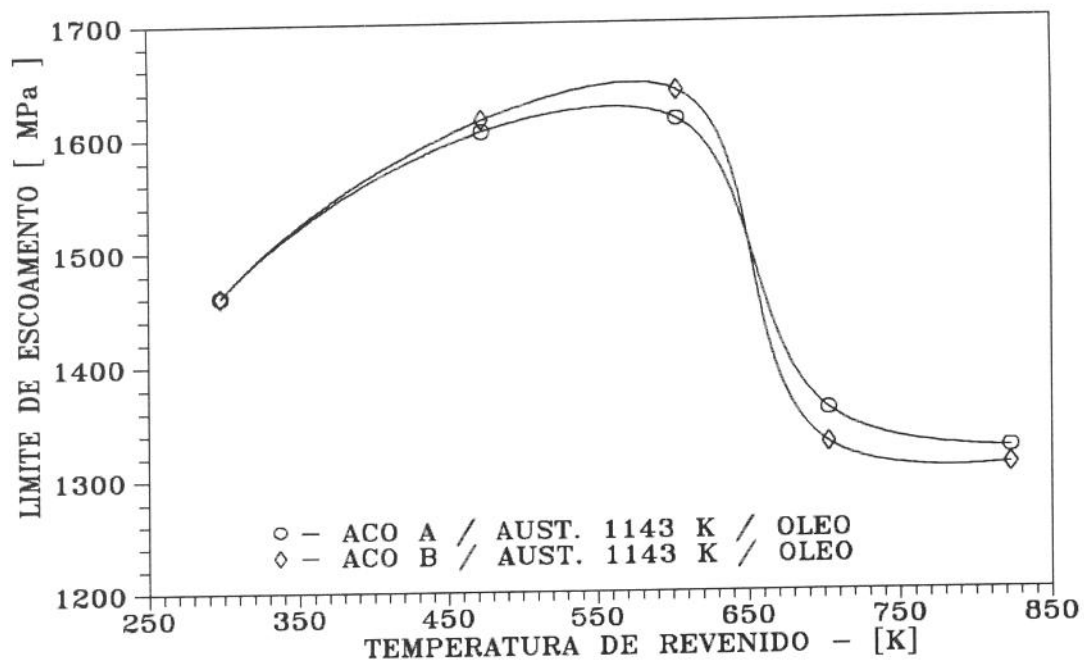


(b)

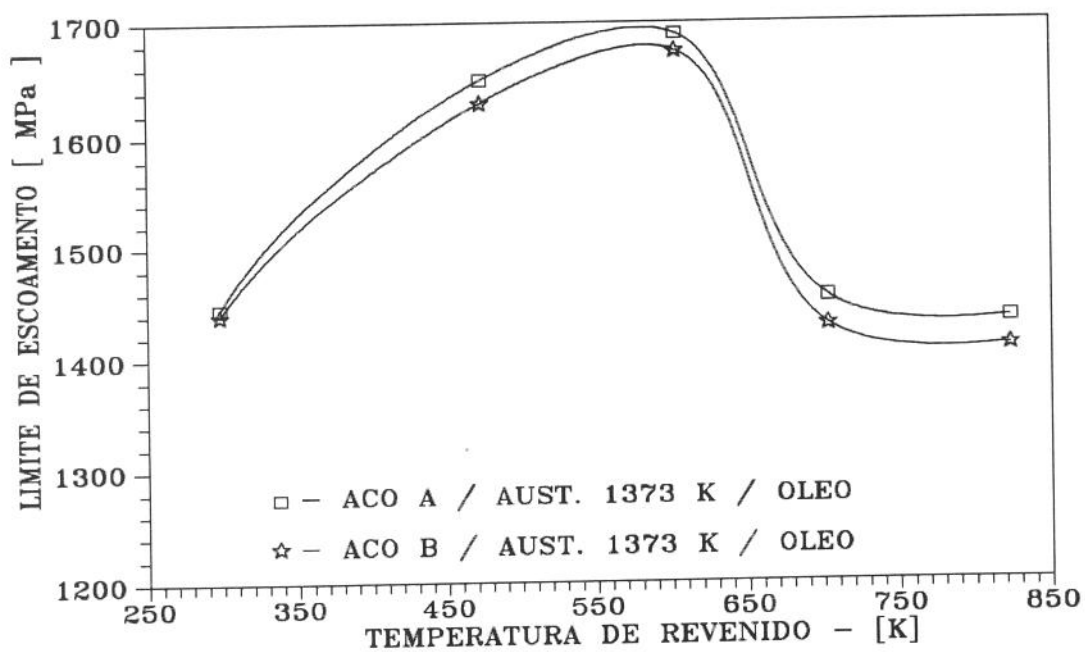
Figura 4.13. Influência dos ciclos térmicos nos valores do σ_r .

Tabela 4.12. Valores do limite de escoamento (σ_e)

CONDIÇÃO DE REVENIDO	LIMITE DE ESCOAMENTO - σ_e [MPa]	
[K]	AÇO A	AÇO B
Austenitização - 1143 K		
C.T.	1460 (30)	1460 (18)
473	1605 (62)	1615 (9)
603	1615 (19)	1640 (11)
703	1360 (10)	1330 (6)
823	1325 (42)	1310 (10)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	1445 (21)	1440 (13)
473	1650 (25)	1630 (16)
603	1690 (17)	1675 (24)
703	1455 (17)	1430 (13)
823	1430 (14)	1410 (12)



(a)

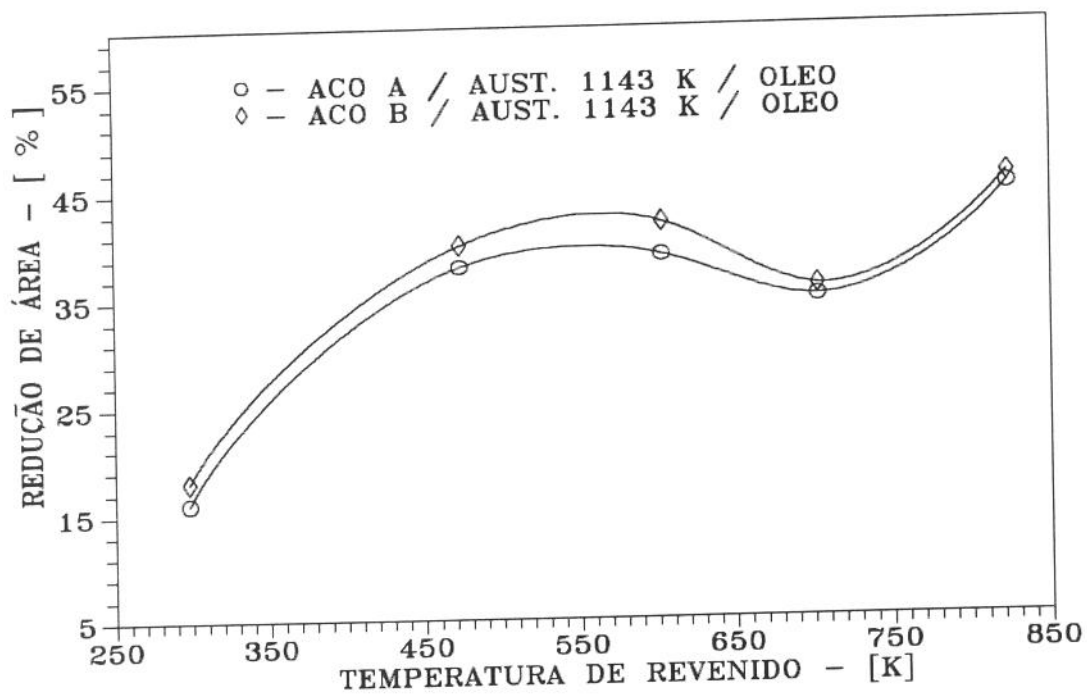


(b)

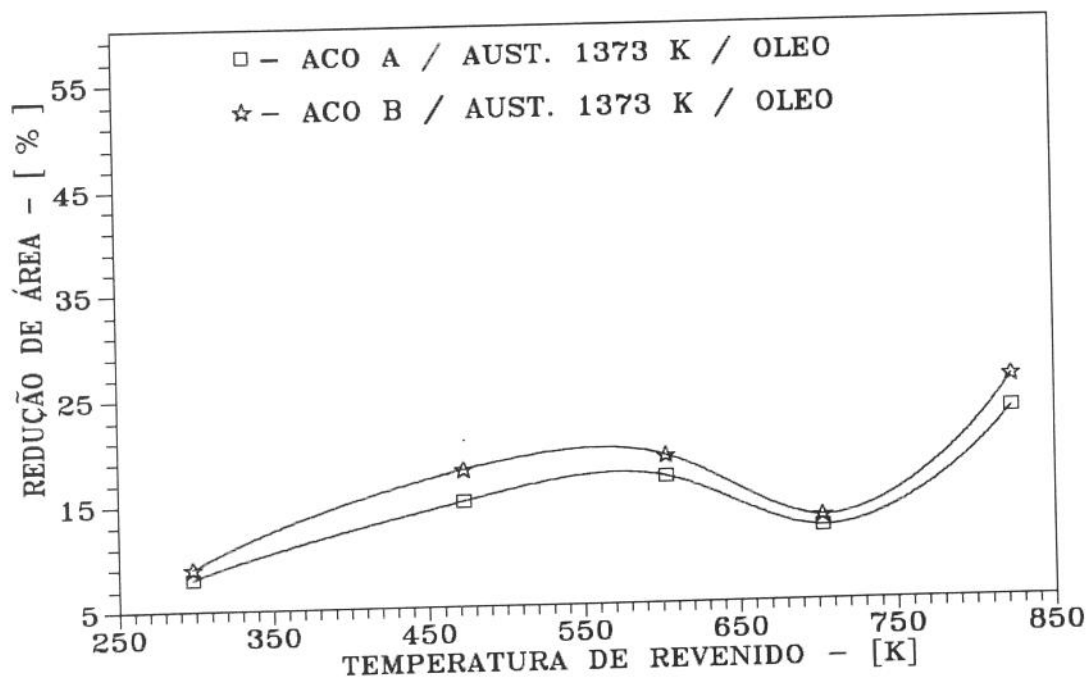
Figura 4.14. Influência dos ciclos térmicos nos valores do σ_e .

Tabela 4.13. Valores da redução de área ($\varphi\%$)

CONDIÇÃO DE REVENIDO	REDUÇÃO DE ÁREA ($\varphi\%$)	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	16 (2)	18 (3)
473	38 (4)	40 (3)
603	39 (2)	42 (4)
703	35 (3)	36 (4)
823	45 (3)	46 (2)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	8 (1)	9 (1)
473	15 (3)	18 (3)
603	17 (2)	19 (1)
703	12 (4)	13 (1)
823	23 (4)	26 (3)



(a)

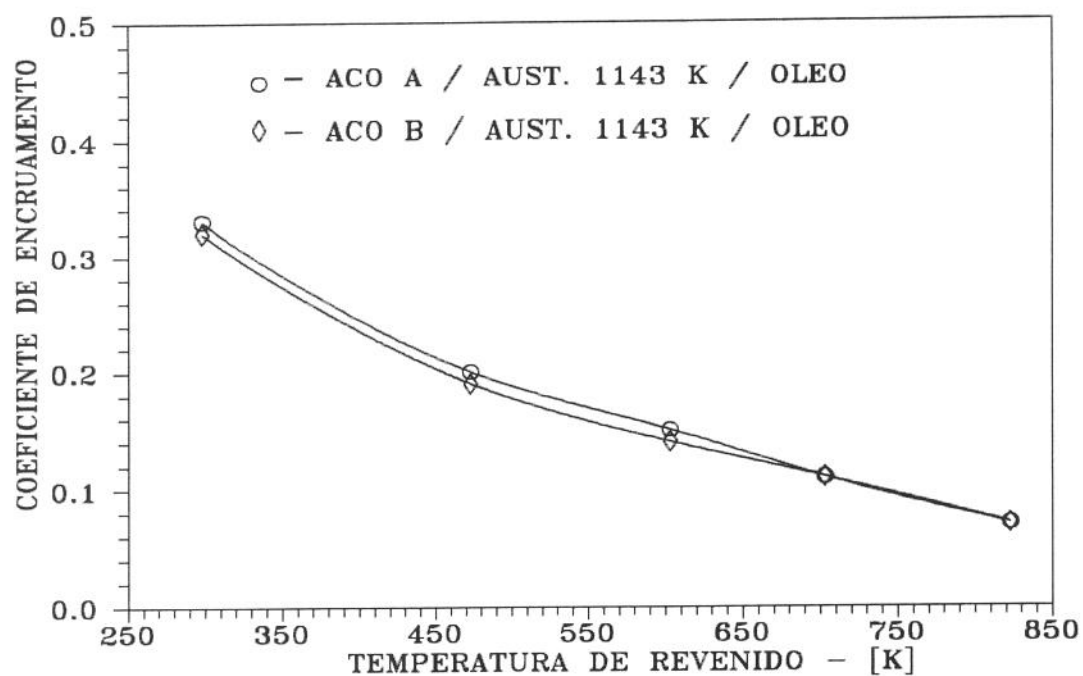


(b)

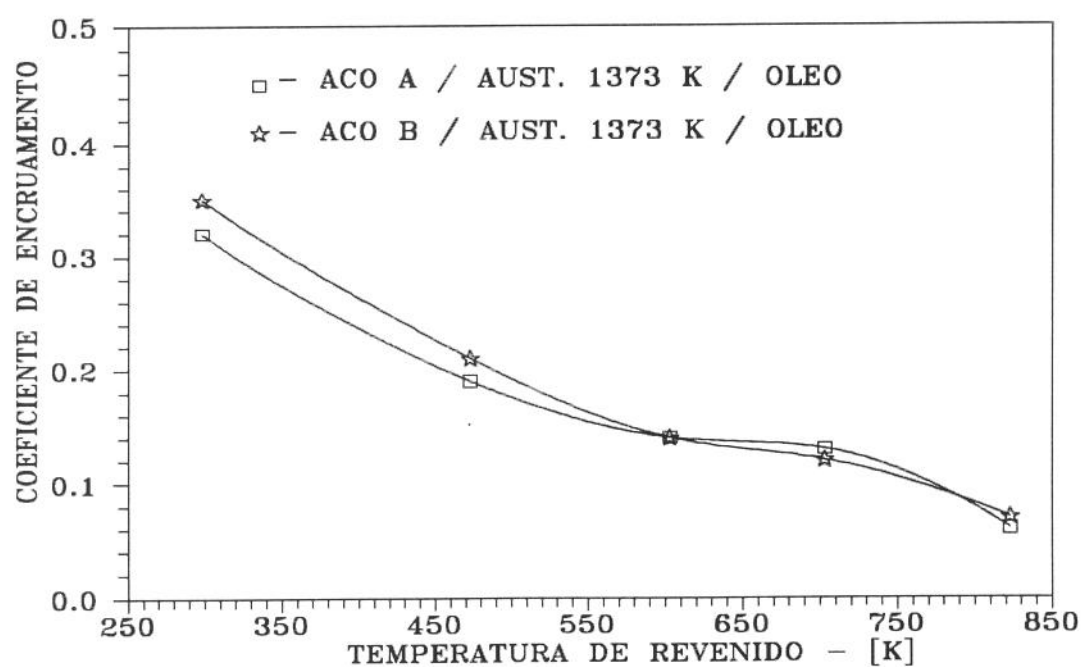
Figura 4.15. Influência dos ciclos térmicos nos valores do $\phi\%$.

Tabela 4.14. Valores do coeficiente de encruamento (n)

CONDIÇÃO DE REVENIDO	COEFICIENTE DE ENCRUAMENTO (n)	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	0,33 (0,02)	0,32 (0,02)
473	0,20 (0,01)	0,19 (0,02)
603	0,15 (0,01)	0,14 (0,01)
703	0,11 (0,01)	0,11 (0,01)
823	0,07 (0,01)	0,07 (0,01)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	0,32 (0,03)	0,35 (0,04)
473	0,19 (0,03)	0,21 (0,03)
603	0,14 (0,01)	0,14 (0,02)
703	0,13 (0,02)	0,12 (0,01)
823	0,06 (0,01)	0,07 (0,01)



(a)

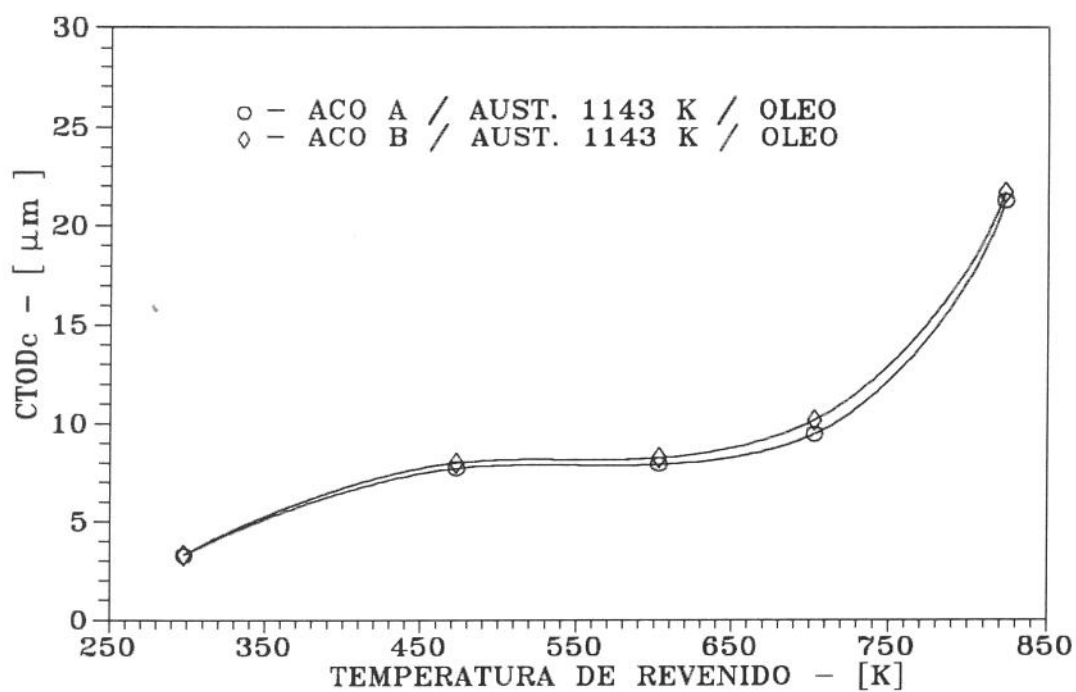


(b)

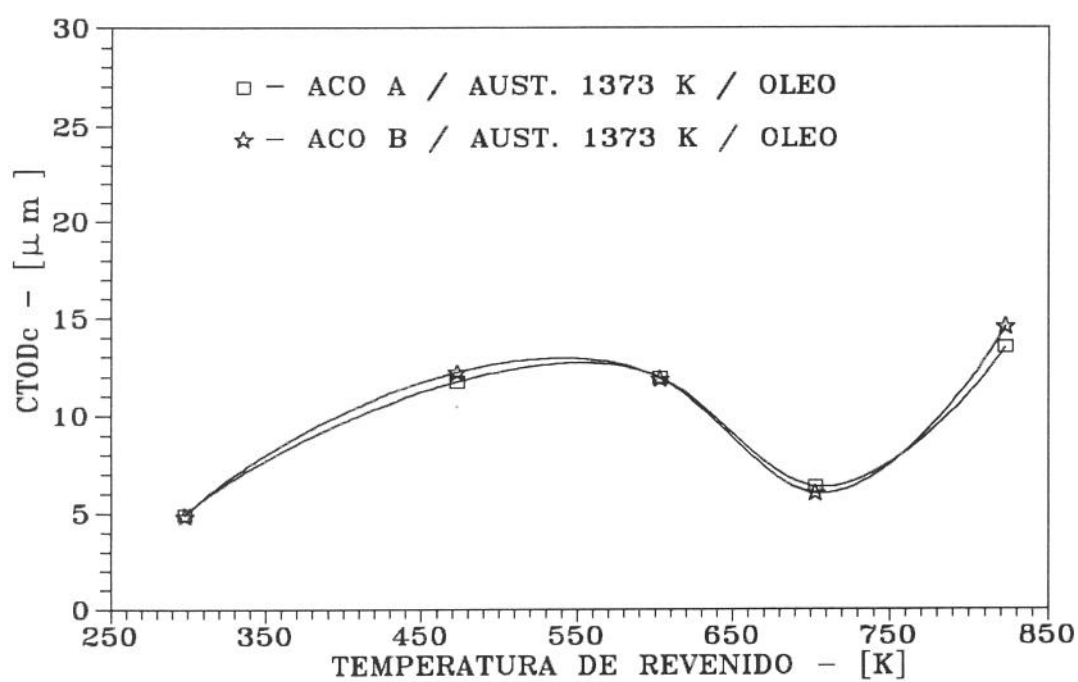
Figura 4.16. Influência dos ciclos térmicos nos valores de n.

Tabela 4.15. Valores do CTODc .

CONDIÇÃO DE REVENIDO	CTODc [μm]	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	3,27 (0,17)	3,29 (0,19)
473	7,71 (0,45)	8,00 (0,38)
603	7,92 (0,41)	8,25 (0,46)
703	9,46 (0,87)	10,17 (0,92)
823	21,25 (1,52)	21,67 (1,31)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	4,92 (0,30)	4,87 (0,37)
473	11,73 (0,55)	12,22 (0,63)
603	11,93 (0,47)	11,90 (0,61)
703	6,38 (0,35)	6,03 (0,48)
823	13,49 (0,82)	14,57 (0,75)



(a)

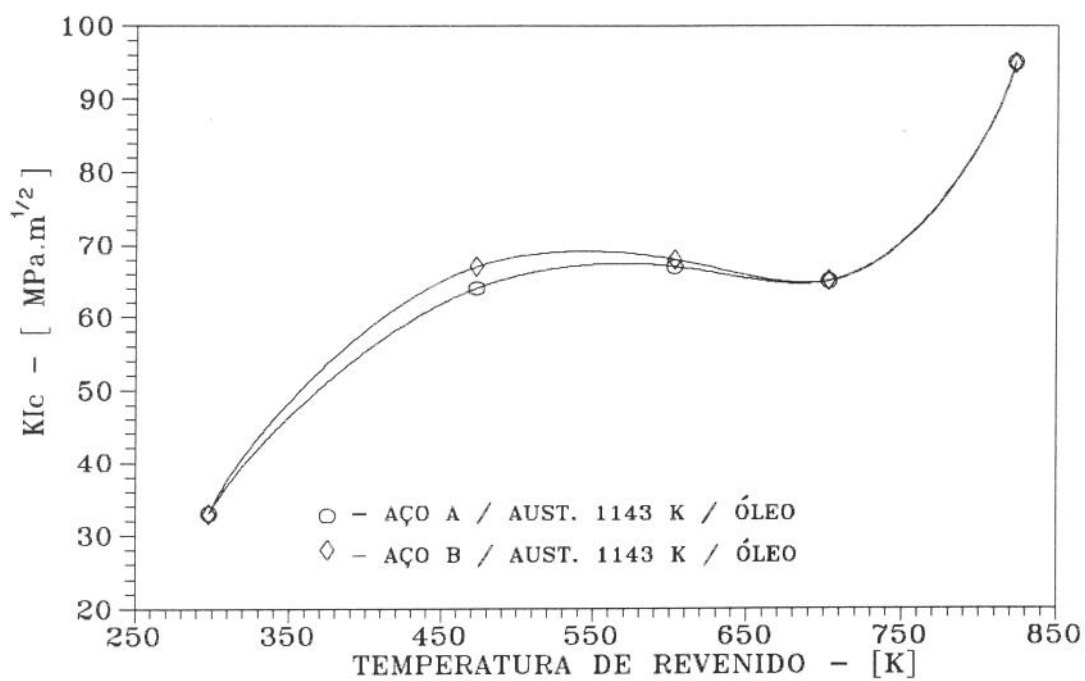


(b)

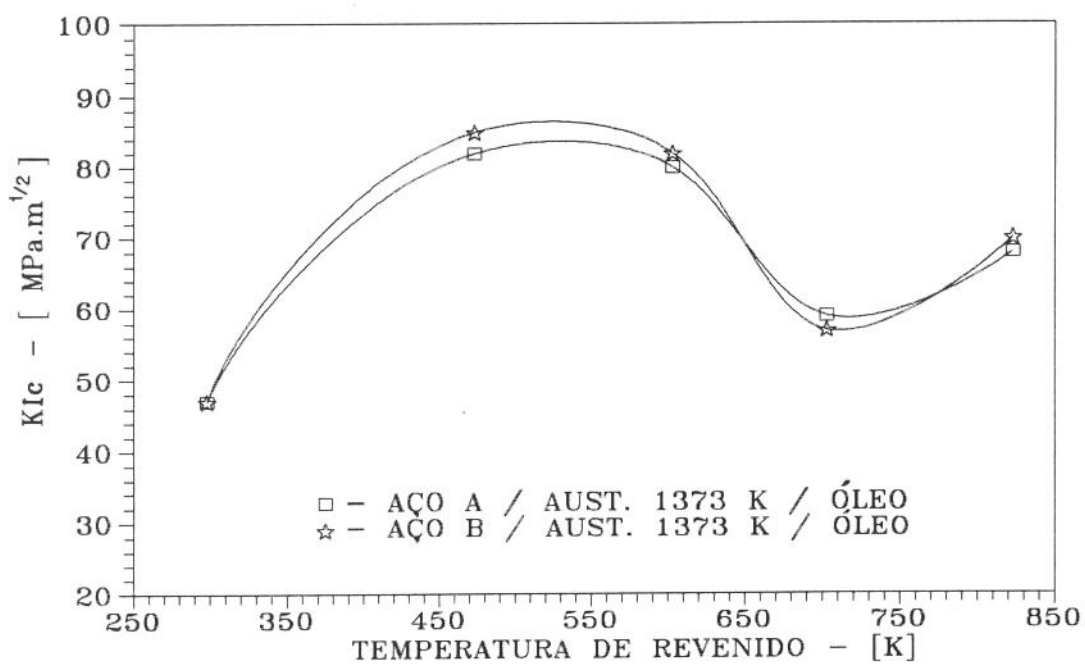
Figura 4.17. Influência dos ciclos térmicos nos valores do CTODc .

Tabela 4.16. Valores de K_{IC} .

CONDIÇÃO DE REVENIDO	K_{IC} [MPa.m ^{1/2}]	
	AÇO A	AÇO B
[K]		
Austenitização - 1143 K		
C.T.	33 (1,0)	33 (1,0)
473	64 (2,0)	67 (1,0)
603	67 (1,0)	68 (2,0)
703	65 (2,0)	65 (2,0)
823	95 (2,0)	95 (3,0)
Austenitização - 1373 K		
C.T.	47 (2,5)	47 (3,0)
473	82 (3,0)	85 (1,0)
603	80 (2,5)	82 (1,0)
703	59 (3,0)	57 (2,0)
823	68 (2,0)	70 (3,0)



(a)



(b)

Figura 4.18. Influência dos ciclos térmicos nos valores de K_{Ic} .

4.4. Conclusões

O titânio, encontrado em quantidades diferenciadas (40 ppm e 150 ppm) nos dois aços 300M, não exerceu qualquer efeito significativo sobre as propriedades mecânicas. O comportamento mecânico é essencialmente idêntico, quando os dois aços são comparados nas mesmas condições de tratamento térmico.

A ausência de qualquer influência significativa por parte do titânio, aparentemente, pode ser atribuída ao tamanho dos precipitados formados. Os precipitados ricos em titânio, apesar de estáveis termicamente, mostraram-se muito grosseiros. Assim, eles foram incapazes de produzir alterações microestruturais importantes e, conseqüentemente, não puderam afetar de modo apreciável as propriedades mecânicas dos aços.

Os presentes resultados também permitem alertar para um fato. Se as microadições de titânio nos aços não forem adequadamente controladas, o efeito pode ser inócuo.

4.5. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Estudar técnicas de controle para favorecer a precipitação fina do TiN.
- Estudar a influência do refino de grão, produzida por uma precipitação fina do TiN, no comportamento mecânico do aço 300M ou similar. Um aspecto importante, nesse estudo, é avaliar qual a fração volumétrica mínima capaz de refinar adequadamente o tamanho de grão.
- Desenvolver modelos de solubilidade de produto que considerem a formação de compostos mistos e também a influência dos outros elementos de liga na cinética de solubilização.

Referências Bibliográficas

- [1] SHYI-CHIN WANG - The Effect of titanium and reheating temperature on the microstructure and strength of plain-carbon, vanadium - and niobium - microalloyed steels. J. Mater. Sci., v.25, p.187-97, 1990.
- [2] EMENIKE, C.O.I. & BILLINGTON, J.C. Formation of precipitates in multiple microalloyed pipeline steels. Mater. Sci. Technol., v.5, p.566-74, June 1989.
- [3] MEYER, L.; STRASSBURGER, C. & SCHNEIDER, C. Effects and present application of the microalloying elements Nb, V, Ti, Zr and B IN HSLA steels- in: HSLA Steels Technology & Applications. Proceedings of International Conference, Philadelphia, American Society of Metals, p.29-44, [1984 ?].
- [4] NUMAKURA, H. & KOIWA, M. Hydride precipitation in titanium. Acta Metall., v.32, nº10, p.1799-807, 1984.
- [5] WOO, O.T. et al. The precipitation of γ -deuterides (hydrides) in titanium. Acta Metall., v.33, nº10, p.1897-906, 1985.
- [6] CUDDEY, L.J. & RALEY, J.C. Austenite grain coarsening in microalloyed steels. Metall. Trans. A, v.14A, p.1989-95, October 1983.
- [7] CARLSON, M. F. ; NARASINHA RAO, B.V. & THOMAS, G. The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C steels. Metall. Trans. A, v.10A, p.1273-84, Sept. 1979.
- [8] LEE, S. ; MAJNO, L. & ASARO, R. J. Correlation of microstructure and fracture toughness in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.16A, p.1633-48, Sept. 1985.
- [9] LEE, S. ; LEE, D. Y. & ASARO, R. J. Correlation of microstructure and tempered martensite embrittlement in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.20A, p.1089-103, June 1989.
- [10] RACK, H.J. The influence of titanium additions on the fracture behavior of iron. Metall. Trans. A, v.3, p.1667-70, June 1972.

- [11] RICKERBY, D.S.; HENDRY, A. & JACK, K.H. Influence of cold work on mechanical properties of Fe-Ti-N alloys. *Mater. Sci. Technol.*, v.2, p.1115-22, Nov. 1986.
- [12] BRIANT, C. L. & BANERJI, S. K. Intergranular failure in steel : The role of grain-boundary composition . *International Metals Reviews*, n°4, p.164-96, 1978.
- [13] OHTANI, H.; FENG, H.C. & McMAHON Jr., C.J. New information on the mechanism of temper embrittlement of alloy steels. *Metall. Trans. A*, v.5, p.516-8, Feb. 1974.
- [14] JIN YU & McMAHON Jr., C.J. The effects of composition and carbide precipitation on temper embrittlement of 2,25 Cr - 1 Mo steel: Part I - effects of P and Sn. *Metall. Trans. A*, v.11A, p.277-89, Feb. 1980.
- [15] WADSWORTH, J.; WOODHEAD, J.H. & KEOWN, S.R. The influence of stoichiometry upon carbide precipitation. *Metal Science*, p.342-8, Oct. 1976.
- [16] ROSENQVIST, T. *Principles of Extractive Metallurgy*, McGraw-Hill Book Co, 1974, p.517-28.
- [17] LOBERG, B. et al. *Metall. Trans.*, v.15A, pp.33, 1984.
- [18] HONEYCOMBE, R.W.K. The precipitation of alloy carbides in austenite and ferrite. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, v.8, p.21-6, 1979.

CAPÍTULO 5

A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO

- Considerações Iniciais
- Austenitização a Alta Temperatura
- Austenita Retida
- Dissolução de Partículas
- O Paradoxo da Tenacidade
- Conclusões
- Sugestões para Trabalhos Futuros
- Referências bibliográficas

5.1. Considerações Iniciais

Conforme informado, corpos de prova de aço 300M foram submetidos a diferentes ciclos térmicos. As curvas de resfriamento observadas a partir das diferentes condições de austenitização (1143 ou 1373 K) e dos diferentes meios de resfriamento estão mostradas, sob diagramas CTT e TTT do aço 300M, na Figura 5.1.

Uma vez que os corpos de prova foram submetidos a um resfriamento contínuo, a análise da Figura 5.1 sugere que, independentemente da temperatura de austenitização e do meio de resfriamento, a microestrutura resultante foi martensítica. Evidentemente que este procedimento de caracterização microestrutural não é muito refinado. Um diagrama CTT está sujeito a uma série de influências, de modo que ele reflete características muito particulares de uma dada condição de resfriamento. Porém, inegavelmente, demonstra uma tendência. Aparentemente, o exame metalográfico das amostras, em microscópio óptico, confirmou essa previsão (matriz essencialmente martensítica), mesmo para o resfriamento ao ar.

No caso da têmpera em óleo, a formação de uma matriz essencialmente martensítica, qualquer que seja a temperatura de austenitização, foi confirmada por vários pesquisadores através de microscopia eletrônica de transmissão [1-3]. Embora tenha sido comprovado também a ocorrência de auto-revenido da martensita durante a têmpera.

Entretanto, o mesmo não tem sido observado para o caso do resfriamento ao ar. Horn e Ritchie [1], resfriando ao ar, corpos de prova de 50 mm de espessura, obtiveram uma microestrutura essencialmente bainítica. Caldeira [4] procedendo da mesma maneira, porém, com corpos de prova de 15 mm de espessura, observou que a microestrutura foi mista; consistindo de martensita e bainita. É óbvio que a taxa de resfriamento, a qual é fator determinante, não depende apenas do meio; é função também da espessura do corpo de prova. No presente trabalho, os corpos de prova utilizados tinham 5 mm de espessura. Esta espessura reduzida, sem dúvida, foi suficiente para impor

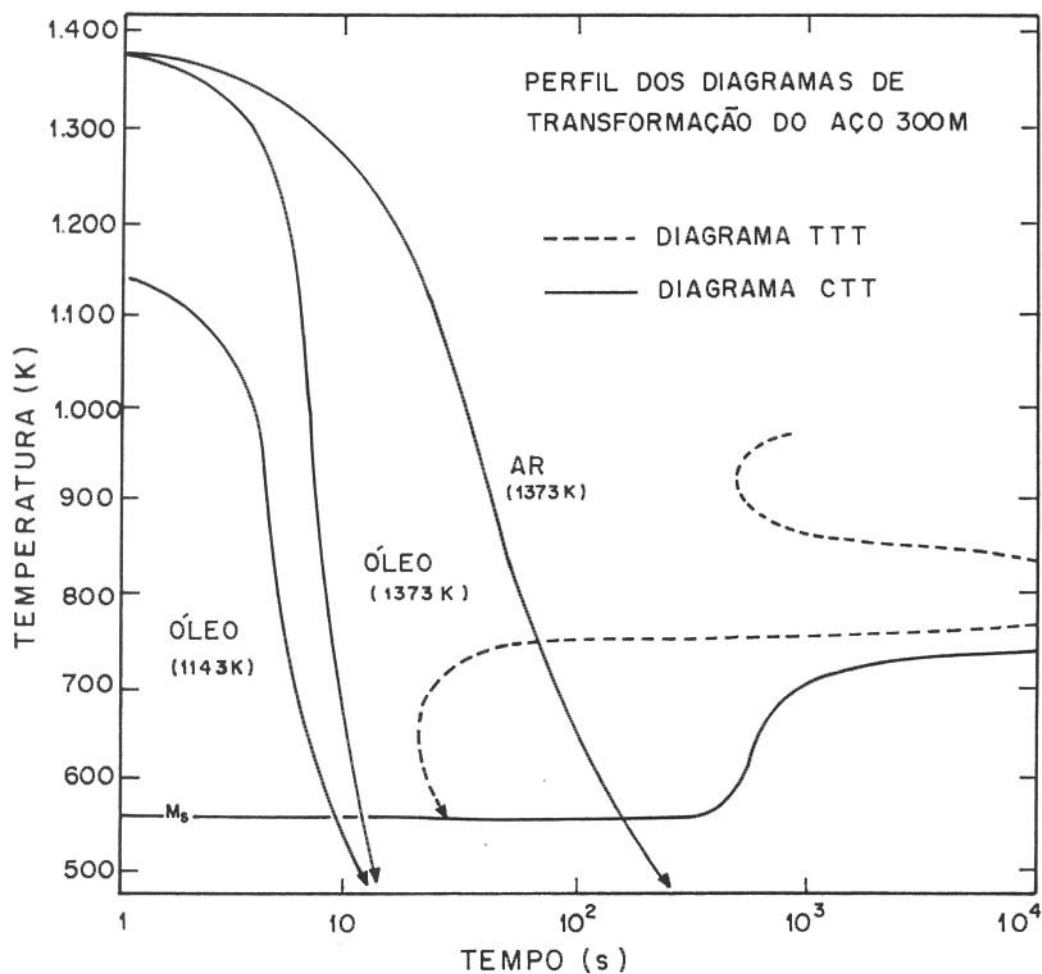


Figura 5.1. Representação esquemática das curvas de resfriamento, investigadas neste trabalho, sobre diagramas de transformação do aço 300M (diagrama extraído e adaptado da ref. [1]).

uma taxa de resfriamento mais severa do que nos dois casos citados. Através do microscópio óptico não foi possível identificar fases não-martensíticas. É verdade que, algumas regiões sugeriram a presença de uma outra fase. Contudo, trabalhos com MET já mostraram que é muito comum confundir-se regiões de martensita auto-revenida com bainita, quando a análise fica restrita ao microscópio óptico. Visto que, o tempo de permanência entre M_s e M_f , no caso de resfriamento ao ar, foi maior (veja Tabela 2.6) é de se esperar também quantidades maiores de martensita auto-revenida.

Para avaliar a influência dos ciclos térmicos no comportamento mecânico, várias propriedades foram medidas. Os resultados estão mostrados nas Tabelas 3.1 a 3.7 e Figuras 3.1 a 3.7.

Observa-se que o aço 300M\A quando austenitizado a 1373 K apresenta pequenas diferenças, quando confrontado os valores das propriedades medidas a partir das condições de têmpera em óleo e ao ar, ao longo de toda faixa de revenido. Estas diferenças, apesar de não muito pronunciadas - nunca superior a 10%, qualquer que seja a propriedade -, indicam que as distintas taxas de resfriamento foram suficientes para impor alguma alteração microestrutural.

Para o caso de têmpera em óleo, quando confrontados os valores obtidos a partir das diferentes temperaturas de austenitização constata-se que o efeito é diferenciado entre as propriedades. Para algumas propriedades o efeito é insignificante, enquanto que para outras é muito significativo. Os valores da dureza (Figura 3.1), do σ_r (Figura 3.2), do σ_e (Figura 3.3) e do coeficiente de encruamento (Figura 3.5) foram pouco afetados pela temperatura de austenitização. Por outro lado, essa temperatura exerceu uma grande influência sobre a ductilidade ($\phi\%$) e tenacidade à fratura (CTODc e K_{IC}). Com o aumento da temperatura de austenitização a ductilidade sofreu uma redução ao longo de toda a faixa de revenido (Figura 3.4). A tenacidade à fratura apresentou um comportamento mais complexo (Figuras 3.6 e 3.7). Na condição como-temperada, a tenacidade é mais baixa para ambas as temperaturas de austenitização, mas aumenta com o revenido (a baixas temperaturas). Sendo que, aumenta rapidamente no caso da austenitização a 1373 K e mais moderadamente para a austenitização a 1143 K. Nesta faixa de revenido, a despeito da insignificante influência sobre σ_r , a tenacidade à fratura aumentou substancialmente com a elevação da temperatura de austenitização. Contudo,

com o aumento da temperatura de revenido ocorreu uma degradação da tenacidade à fratura, sobretudo para os corpos de prova austenitizados a 1373 K. A partir de então, observa-se uma inversão do efeito da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura.

O efeito adverso da temperatura de revenido será discutido no capítulo 6. No presente capítulo, a análise da influência da temperatura de austenitização ficará restrita às condições como-temperadas e revenidas a baixas temperaturas.

Do ponto de vista microestrutural, foi observado que com a elevação da temperatura de austenitização a microestrutura resultante é demasiadamente grosseira com respeito ao tamanho de grão da austenita prévia (veja Tabela 3.8). Este fato associado ao significativo aumento da tenacidade à fratura pode ser interpretado como um paradoxo. Pois, normalmente, espera-se que ocorra uma degradação das propriedades mecânicas com o aumento do tamanho de grão. Nestes termos, o aumento da tenacidade à fratura se contrapõe à previsão de uma equação muito prestigiada no âmbito da metalurgia, a relação de Hall-Petch (ou similares). Sendo assim, a análise do efeito do tamanho de grão sobre a tenacidade à fratura merece uma atenção especial. O capítulo 7 se destina exatamente a discutir o assunto.

Não obstante, a influência da temperatura de austenitização não se restringe apenas ao tamanho de grão. Por exemplo, com a elevação da temperatura de austenitização, além do crescimento de grão, outras alterações microestruturais ocorrem simultaneamente. Qualitativamente, algumas das principais diferenças observadas neste trabalho e/ou comprovada por outros pesquisadores estão mostradas na Tabela 5.1. A temperatura de austenitização influencia na morfologia da martensita formada, na quantidade de austenita retida, no tipo e na quantidade de elementos segregados nos contornos de grão. Além disso, altas temperaturas de austenitização colocam mais elementos em solução sólida por dissolverem uma quantidade maior de carbonetos/nitretos e inclusões. Assim, o tamanho, a fração volumétrica e a distribuição das partículas sofrem substanciais alterações. Não há dúvida de que todos esses parâmetros microestruturais, interferem no comportamento mecânico e, portanto, devem contribuir de algum modo para impor efeitos distintos na resistência global dos aços.

A austenitização a alta temperatura se constitui numa modificação no tratamento térmico convencional, que possibilita aumentar a tenacidade à fratura sem reduzir a resistência mecânica. As possíveis causas que governam o fenômeno bem como a pertinência dessa modificação no tratamento térmico convencional serão discutidas nas próximas subseções.

Tabela 5.1. Efeito da temperatura de austenitização sobre os parâmetros microestruturais (condição como-temperada).

CARACTERÍSTICO MICROESTRUTURAL	TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO CONVENCIONAL	ALTA TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO	REFERÊNCIAS
Matriz	Martensítica	Martensítica	[1 - 3]
Tamanho e espessura das ripas de martensita	Menor	Maior	[2, 5]
Fração volumétrica da austenita retida	Menor	Maior	[6, 7]
Localização da austenita retida	Inter-ripa (Martensita)	Inter-ripa e nos contornos de grão da austenita prévia	[2, 8]
Espaçamento entre as partículas de segunda fase	Menor	Maior	[2, 5, 9]
Quantidade de carboneto - ϵ	Menor	Maior	[10]
Tamanho de grão da austenita prévia	Menor	Maior	[5, 9, 10]

5.2. Austenitização a Alta Temperatura

Historicamente, altas temperaturas de austenitização, isto é, temperaturas de austenitização bem acima da linha crítica AC_3 , têm sido consideradas prejudiciais aos aços porque favorecem a formação de grãos da austenita prévia muito grandes. O que normalmente acarreta em diminuição da energia absorvida em ensaios de impacto e aumento da temperatura de transição dúctil-frágil [11]. Por esta razão, os aços comerciais de baixa liga e ultra-alta resistência mecânica são convencionalmente austenitizados a baixas temperaturas, normalmente 1143 K, para resultar num tamanho de grão pequeno, visando assim, uma boa combinação de propriedades mecânicas [12].

Entretanto, Zackay [13], em 1972, observou que aços de ultra-alta resistência austenitizados a altas temperaturas - algumas centenas de graus acima da convencional -, ao invés de austenitizados a temperatura convencional, apresentam um aumento expressivo da tenacidade à fratura (50 a 100% acima do observado com o tratamento convencional), nas condições como-temperado e revenido a baixas temperaturas. A importância atribuída a esta descoberta de Zackay foi tão grande que rendeu-lhe uma publicação na prestigiada revista inglesa "Nature".

Desde então, muita atenção tem sido devotada a altas temperaturas de austenitização. Visto que esta modificação no tratamento térmico convencional, se apresenta como uma possibilidade concreta de se aumentar a tenacidade à fratura sem diminuir a resistência mecânica.

O significativo aumento da tenacidade à fratura, devido à utilização de altas temperaturas de austenitização, tem sido comprovado por vários pesquisadores [1-17], em diferentes tipos de aços (Bs En25 e En30, AISI 3140, 4330, 4340 e 300M).

Várias explicações têm sido apresentadas para justificar o efeito das altas temperaturas de austenitização sobre a tenacidade à fratura. As principais são:

- eliminação das placas de martensita maclada [7];
- alterações no processo de segregação de impurezas [17];

- aumento da quantidade de carboneto- ϵ [10];
- aumento do tamanho de grão [18, 19];
- dissolução da ferrita pró-eutetoide e bainita superior [7, 17];
- alterações na quantidade, distribuição e estabilidade da austenita retida [6-8, 20-23];
- dissolução de carbonetos [2, 3, 5, 6, 9, 15, 16] e inclusões [6, 22, 24, 25].

Todavia, o grau de aceitabilidade das explicações propostas é variável. À medida em que os estudos foram se aprofundando, algumas proposições perderam consistência. Por exemplo, durante um certo tempo foi proposto que, quando austenitizados a alta temperatura, a principal razão da melhora da tenacidade à fratura nos aços de ultra resistência (similares ao aço 300M) era devido à eliminação de algumas fases, presentes nos contornos de grão da austenita prévia. Estas fases, através de microscopia óptica, foram identificadas como sendo ferrita pró-eutetoide e bainita superior [7, 17]. Entretanto, posteriormente, contrariando esta expectativa, Padmanabhan e Wood [26] comprovaram através de análises com microscopia eletrônica que estas fases, em ambos os casos, tratava-se de martensita auto-revenida. Eles observaram a presença de tal fase independentemente da temperatura de austenitização empregada. Assim, concluíram que a melhora da tenacidade à fratura, devido ao tratamento de austenitização a alta temperatura, não poderia ser atribuída à presença dessa fase ao longo dos contornos de grão da austenita prévia.

A eliminação de martensita maclada pelo emprego de altas temperaturas de austenitização também já foi apresentada como uma possível justificativa para o fenômeno [7]. Contudo, foi comprovado [2] que a quantidade de martensita maclada, nessa classe de aço, é pequena e independente da temperatura de austenitização.

Outra explicação pouco defensável foi proposta por Ritchie [18]. Segundo este pesquisador, para o caso de fratura controlada por tensão, a melhora da tenacidade à fratura pode estar associada ao aumento do tamanho de grão. Ainda que, o conceito de distância característica proposto por Ritchie seja muito racional, associar essa distância com tamanho de grão não é muito plausível (veja Capítulo 7, seção 7.4).

Datta [10] atribuiu a melhora da tenacidade à fratura à presença diferenciada do carboneto- ϵ . Ele observou que uma diferença microestrutural importante foi a quantidade de carboneto- ϵ . A presença desse microconstituente foi substancialmente maior na microestrutura resultante de alta temperatura de austenitização (1473 K), quando comparada com a microestrutura decorrente da austenitização convencional. Datta fundamentou sua argumentação partindo do pressuposto de que o carboneto- ϵ se constitui numa barreira muito resistente à movimentação de discordâncias, que causa endurecimento por precipitação. Possibilitando, deste modo, uma melhor distribuição de tensões no interior do grão.

Entretanto, entre as várias explicações propostas, aparentemente duas são de maior aceitação, e estão relacionadas com: austenita retida e dissolução de partículas. Estes dois aspectos serão abordados em maior profundidade nas próximas subseções.

5.3. Austenita Retida

Um dos constituintes microestruturais que tem sido amplamente estudado, desde a II Guerra Mundial, e apontado como muito promissor no projeto de desenvolvimento dos aços, é a austenita metaestável. Esse constituinte pode desempenhar diferentes papéis dependendo da classe do aço [27]. O assunto é vasto e complexo, requer várias considerações e foge do objetivo da presente discussão. Todavia, uma breve consideração sobre o suposto papel que a austenita retida desempenha nos aços de baixa liga e ultra-alta resistência, é procedente.

Quando a austenita se decompõe por um resfriamento a partir de uma temperatura acima de A_{C3} ou A_{Cm} , uma certa quantidade deste microconstituente pode subsistir à temperatura ambiente, junto com os constituintes estáveis dos aços. Esta austenita não transformada após o resfriamento até a temperatura ambiente é denominada austenita retida ou residual [28]. A austenita retida é, portanto, um produto remanescente

de uma transformação incompleta, a qual pode coexistir com a martensita em muitos aços temperados e revenidos.

Uma certa quantidade de austenita retida pode ser sempre esperada em microestruturas temperadas, principalmente em aços ligados contendo mais do que 0,4% C. Aços de ultra-alta resistência tais como 4150, 4340 e 300M; bem como aços de alto carbono; aços ferramenta; e aços cementados sempre contêm austenita retida em quantidades variadas, dependendo das condições de tratamento térmico [20].

A presença de austenita retida em aços temperados, geralmente introduz significativas mudanças em certas propriedades mecânicas, que podem exercer influência tanto no processamento metálico como em condições de serviço. Existem aspectos positivos e negativos associados à austenita retida. Consequentemente, o controle adequado desse microconstituente é muito importante.

As causas que determinam, na grande maioria dos casos, que a austenita retida é um microconstituente indesejável são: a redução de dureza e a instabilidade dimensional. A redução de dureza nos aços ferramenta e a instabilidade dimensional em peças de precisão são exemplos de problemas que decorrem da presença de austenita retida [20, 28, 29]. Nestes casos, a eliminação da austenita retida é desejável.

Por outro lado, vários aspectos positivos têm sido atribuídos à presença de austenita retida [20]. Entre eles, tem sido postulado que o aumento da quantidade de austenita retida pode melhorar a tenacidade à fratura [6, 7, 20, 23]. Por esse motivo, existe atualmente um grande interesse em otimizar a quantidade de austenita retida através de pequenas adições de elementos de liga e alterações nos tratamentos térmicos. Vários métodos têm sido implementados para controlar a fração volumétrica desse microconstituente de modo a minimizá-lo ou maximizá-lo, conforme as características de engenharia desejadas para um dado aço. Neste sentido, um aspecto importante a ser observado refere-se aos fatores que controlam a quantidade de austenita retida.

5.3.1. Fatores que controlam a quantidade de austenita retida

Quando a temperatura de um metal capaz de sofrer uma transformação de fase é reduzida, ele passa por uma temperatura de equilíbrio que separa os intervalos de estabilidade das duas fases. Abaixo dessa temperatura, a energia livre do metal diminui quando ele passa de uma fase estável em alta temperatura para outra estável a baixa temperatura. Essa variação de energia é a principal força motriz para a transformação de fase [30].

A reação martensítica nos aços ocorre, por regra, atermicamente. Isto é, num dado intervalo de temperatura durante o resfriamento. A reação começa à temperatura de início de formação da martensita, M_s , mas só prossegue se a temperatura continuar a decrescer, até que a reação termine quando se atinge M_f [31]. A necessidade de que haja uma força motriz sempre crescente para dar continuidade a reação, é um fenômeno incomum, pois implica na existência de um termo que se opõe à transformação proporcional ao volume do metal transformado.

Este comportamento é decorrente do fenômeno de estabilização da austenita. O termo estabilização, designa uma inibição na transformação austenita-martensita provocada por fenômenos que ocorrem durante o resfriamento do aço. Esta estabilização é evidentemente pela redução da quantidade de austenita transformada, em consequência de qualquer processo que interfira com a nucleação e crescimento das lamelas de martensita. A estabilidade da austenita, durante a transformação para martensita, está relacionada à dois fatores [21]:

- Durante a transformação de fase, a austenita pode sofrer deformação plástica de modo a desenvolver no seu interior uma subestrutura de discordâncias que permite a estabilização mecânica da austenita;
- Entre M_s e M_f , os elementos de liga, especialmente o carbono, segregam-se na austenita diminuindo M_s e deslocando M_f (local) para baixo. Consequentemente, regiões de austenita não transformada, podem ser encontradas entre as ripas de martensita (estabilidade química).

A quantidade de austenita retida depende de diversos fatores. Observando os fenômenos que ocorrem durante e após a têmpera, eles podem ser convenientemente agrupados em duas categorias, como mostra a Figura 5.2. Os fatores que controlam a quantidade de austenita retida durante a têmpera serão tratados a seguir, enquanto que os outros serão abordados na subseção 5.3.2.

- **Temperatura de resfriamento**

Na têmpera, a martensita começa a se formar numa temperatura característica denominada M_s e o processo de transformação continua com a diminuição da temperatura até M_f . Nesta temperatura essencialmente 100% da transformação é alcançada. Entretanto, em muitos aços temperados, a temperatura M_f pode estar bem abaixo da temperatura ambiente, de modo que, considerável quantidade de austenita não transformada pode ser retida à temperatura ambiente. Quanto mais elevada a temperatura de resfriamento mais austenita será retida. Obviamente, menos austenita estará presente se o resfriamento é praticado até temperaturas subzero [20, 31].

- **Composição química**

A influência da composição química sobre a quantidade de austenita retida tem sido objeto de estudo de vários pesquisadores [3, 12, 13, 32-42]. Uma composição química adequada possibilita o enriquecimento da austenita de elementos gamagenos, o que por sua vez, permite a retenção de maiores quantidades de austenita.

A transformação da austenita para martensita ocorre através de uma alteração que envolve cisalhamento da rede. Assim, é de se esperar que todos os fatores que provocam aumento da tensão resolvida crítica (tensão de ocorrência de escoamento) da austenita, também inibam a transformação austenita-martensita.

O aumento do teor de carbono - o mais forte estabilizador da austenita - em solução na austenita tem um acentuado efeito sobre a quantidade e estabilidade desse microconstituente. O limite de escoamento da austenita aumenta com o

teor de carbono. Portanto, pode-se esperar também neste caso, um aumento da estabilidade da austenita. Entretanto, o efeito deletério da austenita muito rica em carbono é bem conhecido [43]. Por isso, pesquisas têm sido direcionadas para estudar o efeito de outros elementos de liga (Si, Ni, Mn e outros) sobre a quantidade de austenita retida.

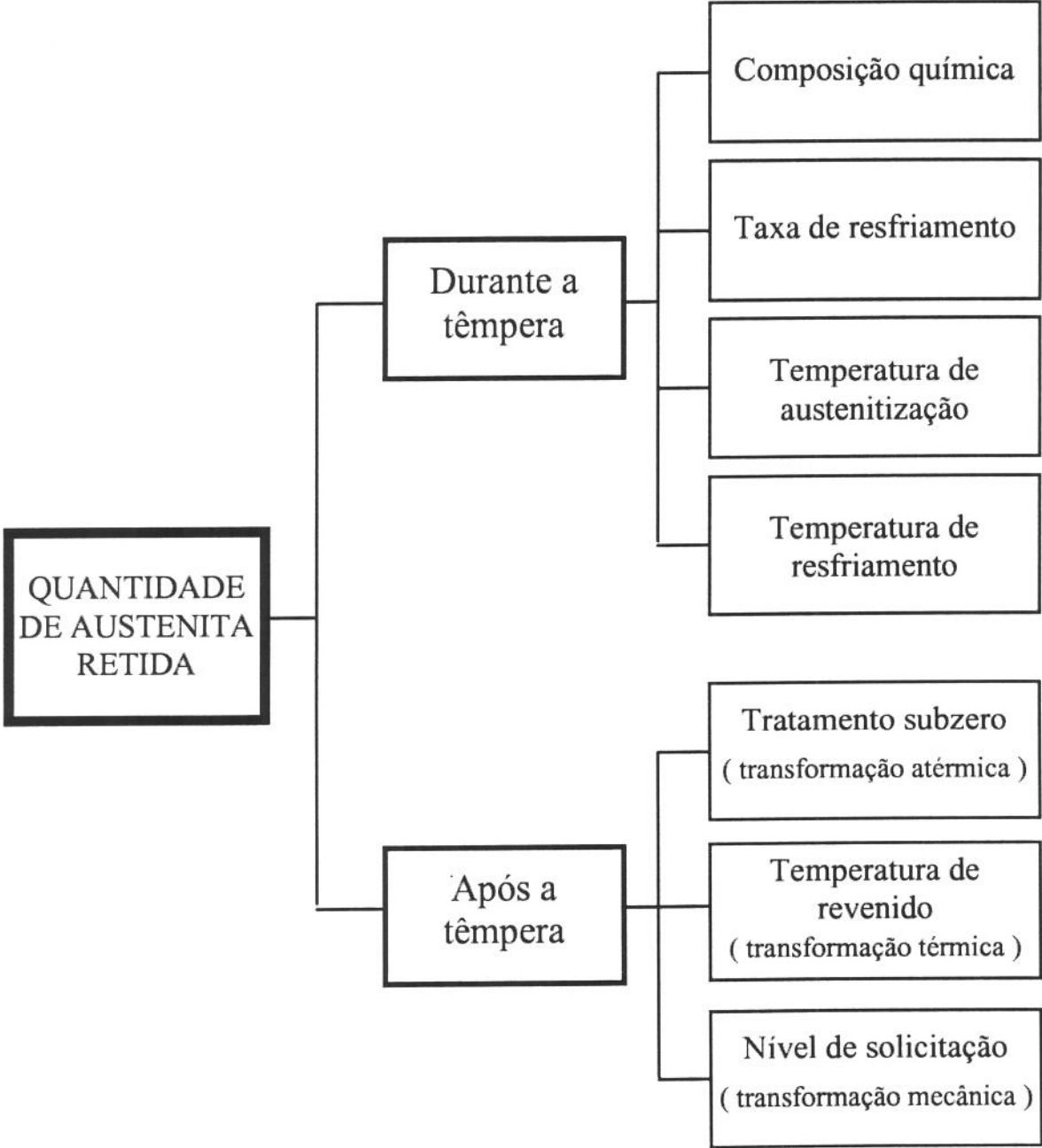


Figura 5.2. Fatores que influenciam na quantidade de austenita retida num aço temperado.

- **Taxa de resfriamento**

A cinética da transformação austenítica é fortemente influenciada pelo método de resfriamento executado. Portanto, o tipo de tratamento térmico praticado desempenha um papel muito importante na quantidade de austenita retida.

Quando a taxa de resfriamento é relativamente baixa, como no recozimento, a transformação da austenita envolve processos de difusão. Sob estas condições de resfriamento lento, a austenita pode decompor-se totalmente em ferrita livre e agregados de ferrita e carboneto (por exemplo, perlita), de modo que a austenita não sobrevive até a temperatura ambiente.

Por outro lado, os tratamentos de resfriamento em dois estágios - resfriamento brusco seguido de um tratamento isotérmico - permitem obter quantidades muito elevadas de austenita retida. O tempo e a temperatura são os parâmetros determinantes da quantidade de austenita retida nos aços. Um tratamento isotérmico fornece mais tempo para os átomos de carbono migrarem para a austenita não-transformada, estabilizando assim, quantidades apreciáveis desse microconstituente. Por exemplo, pesquisas têm mostrado que em alguns aços com alto teor de silício, tratados isotermicamente, pode-se obter grandes quantidades de austenita retida - às vezes acima de 30%. Por isso atualmente, muitos pesquisadores [23, 40-42] têm recorrido a esse tipo de tratamento com o intuito de melhorar a tenacidade à fratura dos aços.

Se o resfriamento é realizado de maneira contínua, sempre uma certa quantidade de austenita permanece retida. Porém, em quantidade menor, quando comparado com o resfriamento isotérmico. Contudo, mesmo no caso da têmpera direta, a taxa de resfriamento interfere na quantidade de austenita retida. Se a taxa de resfriamento é muito elevada, tal como a promovida pelo resfriamento em água, a transformação da austenita pode ser muito acentuada devido à transformação induzida por tensão [20]. Em contraste, quando o resfriamento é mais brando, como na têmpera ao ar, aumenta a retenção de austenita. O resfriamento mais lento na faixa M_S - M_f promove significativa estabilização da austenita.

Como para as taxas de resfriamento muito altas (têmpera em água) e muito baixas (recozimento), observa-se quantidades reduzidas de austenita retida, pode-se supor que exista uma taxa ótima de têmpera para se obter o máximo teor desse microconstituente. Colombaroli [28] postulou que o máximo é obtido para a velocidade crítica de têmpera ou para o início da transformação bainítica.

Parker [3], estudando um aço 300M, demonstrou apropriadamente a influência da taxa de resfriamento sobre a fração volumétrica de austenita retida. Corpos de prova de várias espessuras (de 25 até 150mm) foram resfriados em diferentes meios (óleo e ar). Os corpos de prova mais finos foram temperados em óleo, enquanto que os mais espessos foram resfriados ao ar. Para a condição como-temperada, a fração volumétrica de austenita retida foi de 5% e 30%, para têmpera em óleo e resfriamento ao ar, respectivamente.

No presente trabalho, como mostrado na Tabela 3.9, o resfriamento ao ar também propiciou a retenção mais elevada de austenita (ao redor de 7%), quando comparado com a têmpera em óleo. Contudo, em quantidade muito inferior que a observada por Parker. Isto, possivelmente, se deva à espessura reduzida dos corpos de prova utilizados ($B = 5 \text{ mm}$), o que seguramente impôs uma taxa de resfriamento muito maior.

• Temperatura de austenitização

Quando as condições de austenitização variam, principalmente a temperatura, a solubilização dos carbonetos varia, o que modifica a composição da austenita durante a austenitização. Desta maneira, tem-se durante o resfriamento, variação dos pontos de início e fim da transformação martensítica. Isto modifica a quantidade de austenita retida à temperatura ambiente. A austenitização a temperaturas suficientemente altas para dissolver todos os carbonetos, de modo a colocar todos os elementos de liga em solução, aumenta a quantidade de austenita retida [7, 20, 28].

No caso dos aços de baixa liga e ultra-alta resistência, não existe consenso sobre o efeito da temperatura de austenitização, na quantidade de austenita retida.

Ritchie e Horn [19], através de medidas pela técnica de saturação magnética, concluíram que a quantidade de austenita retida, em aços do tipo 4340, é independente da temperatura de austenitização. Contrariamente, alguns pesquisadores [6, 7, 27, 45] argumentaram que a temperatura de austenitização exerce influência. Eles observaram que a quantidade de austenita retida aumenta com a temperatura de austenitização.

No presente trabalho, foi observado que a austenita retida aumentou ligeiramente com a temperatura de austenitização. A quantidade desse microconstituente, na condição como-temperada em óleo, foi de aproximadamente 5% e 6%, para a austenitização convencional e a alta temperatura, respectivamente (veja Tabela 3.9).

5.3.2. Transformação da austenita retida

A austenita retida, devido à sua condição metaestável, pode ser transformada após a têmpera. Este fato revela um caráter singular deste tipo de microestrutura. Aços temperados, contendo austenita instável, podem ser considerados como uma espécie de "conjugado dinâmico". A fase dútil (austenita), sob o efeito de tensão, é progressivamente substituída por martensita, a qual possui resistência mecânica superior. De modo que o comportamento mecânico de um aço contendo austenita retida instável, é marcadamente afetado pela substituição de austenita retida por martensita não-revenida. Neste caso, se a energia absorvida pela transformação austenita → martensita não compensar a natureza frágil do produto de transformação, o efeito resultante é deletério.

É importante observar que somente a presença de austenita retida pode não ser suficiente para melhorar a tenacidade à fratura. Muito pelo contrário, em alguns casos, a tenacidade à fratura pode diminuir com o aumento da quantidade de austenita retida [23].

Normalmente, a microestrutura de materiais de engenharia, em particular a dos aços bifásicos (martensita e austenita retida), é demasiadamente complexa. Por isso, o emprego de um único parâmetro microestrutural, como a fração volumétrica,

para descrever a influência da austenita no comportamento mecânico dos aços implica em uma simplificação excessiva do problema [44]. Além da fração volumétrica, existem outros aspectos que também precisam ser considerados. Eles dizem respeito a: morfologia, distribuição, estabilidade térmica e mecânica da austenita retida.

Existe divergência sobre qual tipo de morfologia da austenita retida é mais efetivo para melhorar a tenacidade à fratura dos aços. Alguns pesquisadores [23, 37, 38] argumentam que filmes finos de austenita retida são benéficos, enquanto que, a austenita na forma globular é prejudicial. Contrariamente, outros reconhecem que a austenita na forma globular é benéfica à tenacidade à fratura [46, 47]. A dependência da morfologia está associada à estabilidade da austenita.

Vários mecanismos podem contribuir para que seja atingida a energia de ativação da reação, ou seja, promover a transformação da austenita retida. Além da transformação atérmica, os outros mecanismos possíveis de transformação são: transformação induzida termicamente, transformação induzida por tensão e transformação induzida por deformação. A Figura 5.3 ilustra estes vários mecanismos de transformação com os respectivos produtos de transformação.

A transformação induzida termicamente é controlada por reações de difusão e, sendo assim, este mecanismo de transformação é dependente do tempo, e a cinética de transformação aumenta com a temperatura. A transformação térmica da austenita está associada ao processo de revenido dos aços. Este tipo de transformação pode ser muito prejudicial à tenacidade à fratura dos aços. O assunto será discutido no capítulo 6.

Os outros dois mecanismos estão relacionados com a transformação mecânica da austenita. Sob imposição de tensões a austenita retida pode transformar-se em martensita. Como a formação das plaquetas de martensita envolve uma mudança de forma de um volume finito de matéria, uma tensão aplicada pode influenciar a reação. O efeito de tensão na transformação martensítica pode ser o de aumentar a temperatura M_s . A deformação plástica da matriz também afeta a formação da martensita, principalmente no sentido de aumentar as deformações internas e de tornar mais fácil a nucleação da martensita [30].

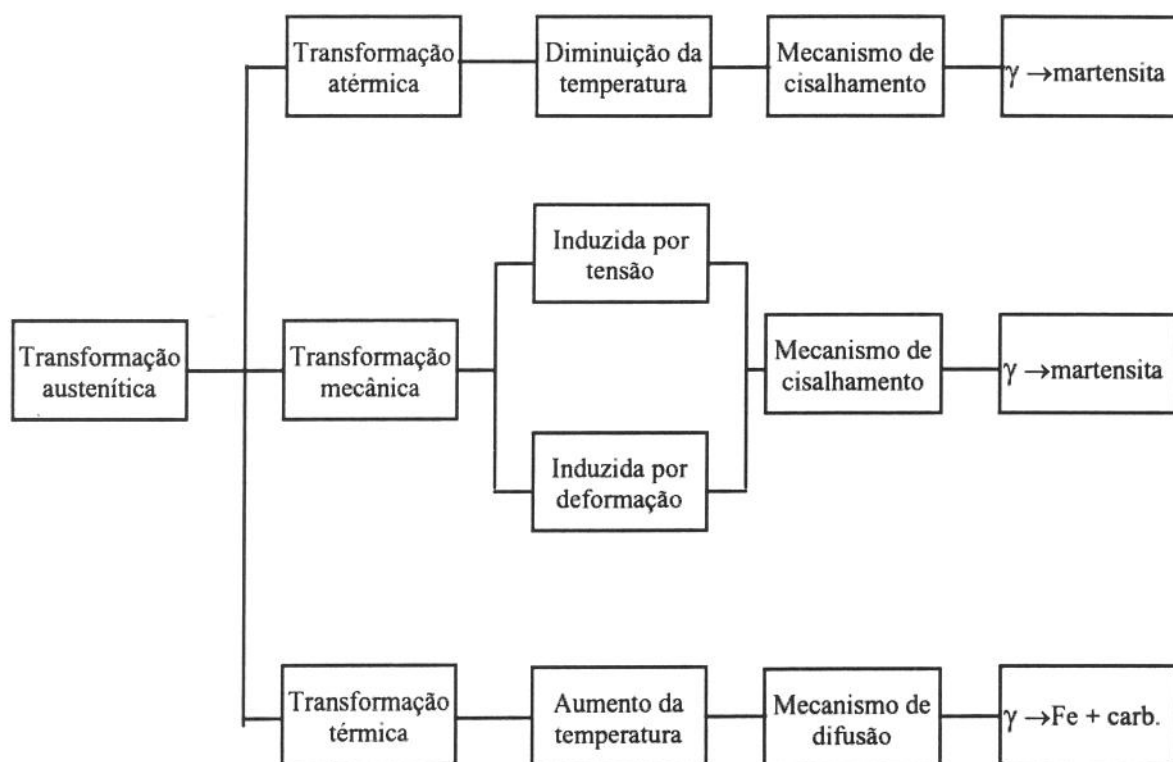


Figura 5.3. Principais mecanismos de transformação austenítica, com os respectivos produtos de transformação.

Um aspecto importante dessa transformação, é a formação preferencial da martensita em núcleos pré-existentes. Semelhantemente à reação atérmica, a transformação induzida por tensão ou deformação pode estimular a cinética de transformação no estado sólido através de efeitos termodinâmicos da tensão aplicada e, pela produção de novos defeitos catalizados pela deformação plástica [48].

A transformação atérmica inicia-se em núcleos martensíticos pré-existentes que se formam durante o resfriamento até a temperatura M_s . A transformação induzida por tensão (ou assistida por tensão) ocorre também em núcleos martensíticos presentes na fase de origem. Quando novos núcleos locais são criados pela deformação plástica, ocorre adicional transformação, e neste caso, o termo transformação induzida por deformação é geralmente utilizado.

A transformação induzida mecanicamente pode ser melhor entendida através das transformações termodinâmicas. A Figura 5.4 mostra de maneira esquemática a energia livre, G , em função de temperatura. A energia livre da austenita (A) e martensita (M) são mostradas como linhas cheias. A diminuição da energia livre é a força motriz para transformação. Deste modo, a transformação atérmica da austenita torna-se favorável quando a energia livre da austenita é maior do que a da martensita. Visto que, existe uma barreira energética que precisa ser transposta para iniciar a reação; o aço geralmente precisa estar subresfriado, abaixo da interseção das curvas de energia livre (T_0), antes de começar a transformação. Quando a temperatura atinge M_s inicia-se a transformação atérmica. Uma vez que a transformação completa não ocorre a uma temperatura específica, adicional resfriamento é necessário para dar continuidade à transformação. Se a temperatura de resfriamento na têmpera, T_R , estiver situada entre M_s e M_f , existirá uma certa fração de austenita não-transformada. Nesta temperatura, existe uma diferença entre as energias livres da austenita e martensita, ΔG^{TR} . Entretanto, devido ao fenômeno de estabilização da austenita, para induzir a transformação desta fração de austenita retida é necessário um aumento de ΔG .

A energia de ativação (ΔG) pode ser expressa como a soma da variação da energia química livre (diferença entre as curvas de energia da austenita e martensita), ΔG^{QM} , e a variação de energia mecânica livre, ΔG^{MEC} , a qual está associada com a energia de deformação decorrente de uma tensão aplicada.

$$\Delta G = \Delta G^{QM} + \Delta G^{MEC} \quad (5.1)$$

A transformação atérmica ocorre se o incremento de energia é decorrente somente da componente ΔG^{QM} . A transformação mecânica ocorre se o incremento de energia é decorrente da tensão aplicada, ΔG^{MEC} . Visto que, ΔG^{QM} diminui com o aumento da temperatura, ΔG^{MEC} precisa aumentar (as tensões precisam ser maiores) com a temperatura para dar curso a transformação induzida por tensão. Esta situação é observada até o ponto de reversão da curva tensão-temperatura (veja ref. [48]), quando então adentra-se no campo da transformação induzida por deformação .

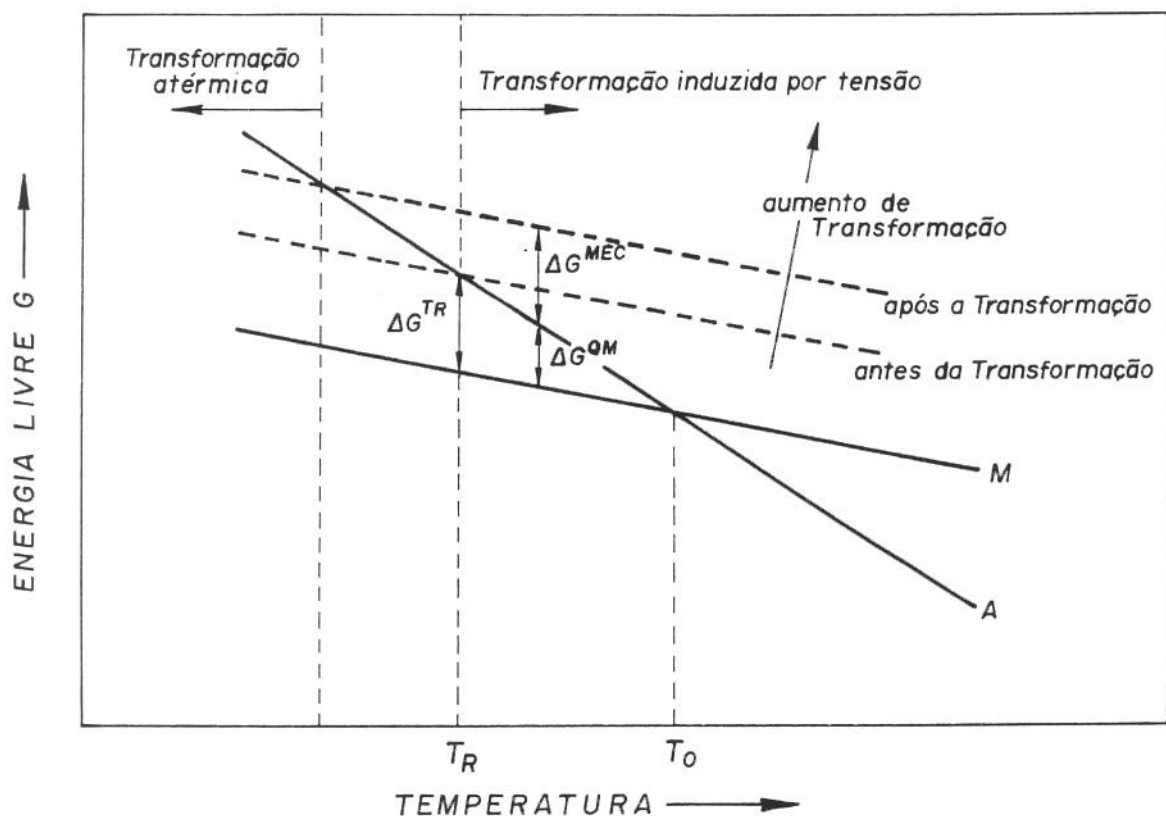


Figura 5.4. Representação esquemática das curvas de energia livre da austenita (A) e martensita (M), em função da temperatura.

5.3.3. O efeito da austenita retida sobre a tenacidade à fratura

Têm sido postulado que a austenita retida, quando estável, pode exercer um efeito benéfico sobre a tenacidade à fratura dos aços [6-8, 20-23]. Em alguns casos, o efeito da austenita retida, sobre a tenacidade à fratura, é o mesmo que o de uma fase mole inserida em uma matriz dura. A fase dura apresenta o corpo volumoso do material, fornecendo alta resistência, enquanto a fase mole funciona como um absorvedor de energia durante a propagação de trinca.

Por outro lado, se a austenita retida for muito instável, mecanicamente e/ou termicamente, sua presença pode ser muito prejudicial, pois resulta numa degradação da tenacidade à fratura. Se instável, esse microconstituente pode levar à formação de microconstituintes fragilizantes, através dos seguintes mecanismos:

- **transformação mecânica** - formação de martensita não-revenida;
- **transformação térmica** - formação de filmes frágeis de cementita.

Portanto, nem sempre a austenita retida exerce um efeito benéfico sobre a tenacidade à fratura. Além disso, mesmo quando a austenita retida é considerada benéfica para a tenacidade à fratura, não é óbvio o mecanismo operante. Baseado na estabilidade mecânica, são dois os mecanismos propostos para explicar o efeito benéfico da austenita retida sobre a tenacidade à fratura [7, 49]:

- **AUSTENITA INSTÁVEL** - Absorção adicional de energia, na zona plástica à frente da trinca, devido à transformação de fase austenita → martensita induzida mecanicamente (TRIP localizado);
- **AUSTENITA ESTÁVEL** - A trinca em propagação tem a ponta arredondada, é desviada e ramificada, quando encontra uma região de austenita retida, resultando em um aumento de absorção de energia.

As várias opiniões encontradas na literatura, sobre como a austenita retida afeta a tenacidade à fratura dos aços (aços de ultra-alta resistência, aços austeníticos metaestáveis de alta liga, aços maraging e outros), estão esquematicamente sumarizadas na Figura 5.5.

Os valores ótimos de tenacidade à fratura, observados nos aços bainíticos contendo silício, têm sido atribuídos à presença de filmes finos de austenita retida inter-ripa, estáveis mecanicamente e termicamente. Exames das superfícies de fratura têm mostrado que desvios no caminho da trinca podem ocorrer através das ripas de bainita. Isto pode ser causado pela deflexão da trinca por filmes moles de austenita retida, conduzindo a um caminho mais tortuoso de trinca. Este processo de propagação inter-ripa provavelmente consome mais energia do que a fratura intra-ripa e, deste modo, melhora a tenacidade à fratura. Assim, parece que o principal papel da austenita retida inter-ripa,

quando estável mecanicamente, é o de interromper o crescimento de trinca [23]. A fase mole entre as ripas refina o tamanho de grão efetivo para a fratura, porque quebra a continuidade do meio, como sugere a Figura 5.6.

A estabilidade mecânica está em parte associada ao teor de carbono da austenita retida. Portanto, elementos de liga e tratamentos térmicos que favoreçam o enriquecimento da austenita de carbono, contribuem para aumentar a estabilidade mecânica deste microconstituente [42]. A alta estabilidade mecânica da austenita retida, em aços bainíticos contendo silício, pode ser atribuída a este fato. Tem sido observado que este processo é favorecido pela adição de silício.

Entretanto, no caso dos aços de ultra-alta resistência temperados, tem sido comprovado [19, 49-52] que a austenita retida é instável e sofre transformação com a aplicação de carga. É fato que tensões muito altas são observadas na vizinhança da ponta de uma trinca e, conseqüentemente, a austenita retida nas imediações pode ser transformada em martensita, sobretudo quando a estabilidade desse microconstituente não é muito elevada.

Convém observar que, na transformação bainítica, o tempo e a temperatura podem ser manipulados com maior flexibilidade, quando comparado com o tratamento térmico de têmpera, de modo a possibilitar um enriquecimento maior e mais uniforme de carbono na austenita, resultando em maior estabilidade.

Contudo, mesmo ocorrendo transformação da austenita retida, não existe consenso se isto é prejudicial. Alguns postulam que esta transformação local, induzida mecanicamente, pode absorver uma quantidade significativa de energia e, portanto, benéfica para a tenacidade à fratura [49-52]. Tem sido especulado também que, pelo menos em parte, o efeito benéfico da austenita está associado com o aumento de volume, ao redor de 3%, devido à mudança de fase de CFC (austenita) para TCC (martensita), durante a deformação plástica. Esta expansão de volume, supostamente, relaxa as tensões locais de tração ao redor da ponta da trinca, dificultando o seu avanço [3].

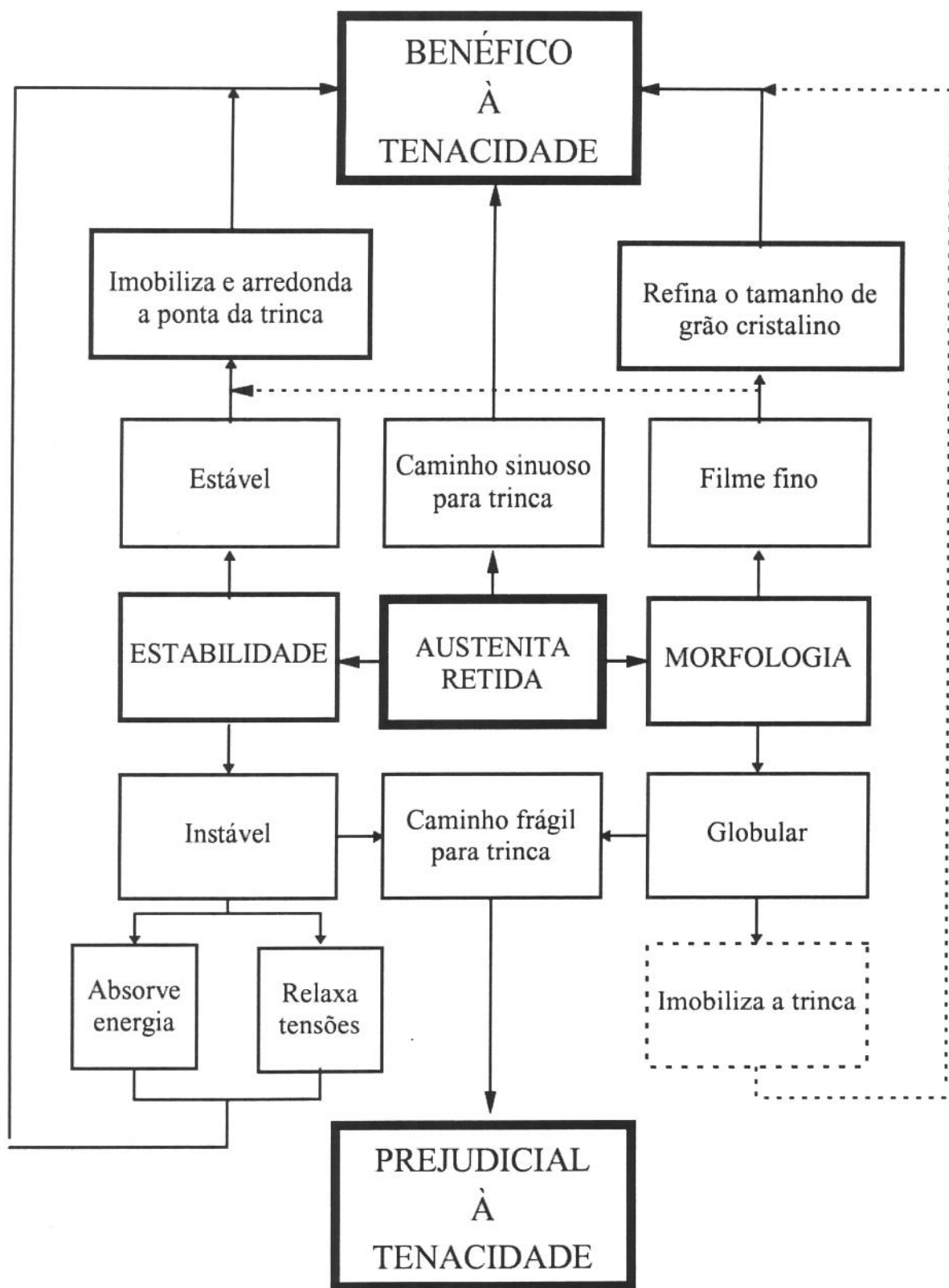


Figura 5.5. Influência da austenita retida sobre a tenacidade à fratura [23].

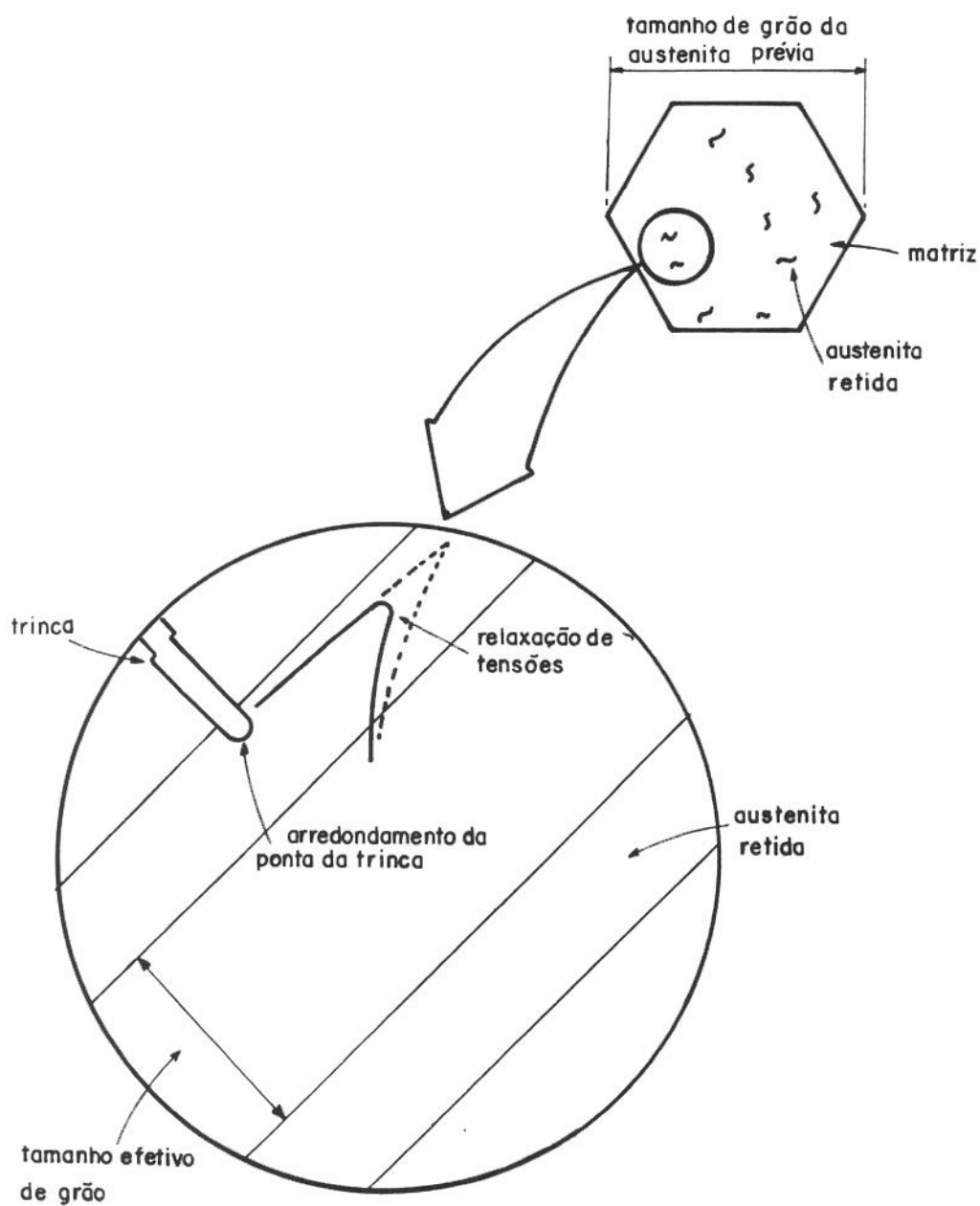


Figura 5.6. Mecanismo de aumento de tenacidade devido a austenita retida (quando mole e estável).

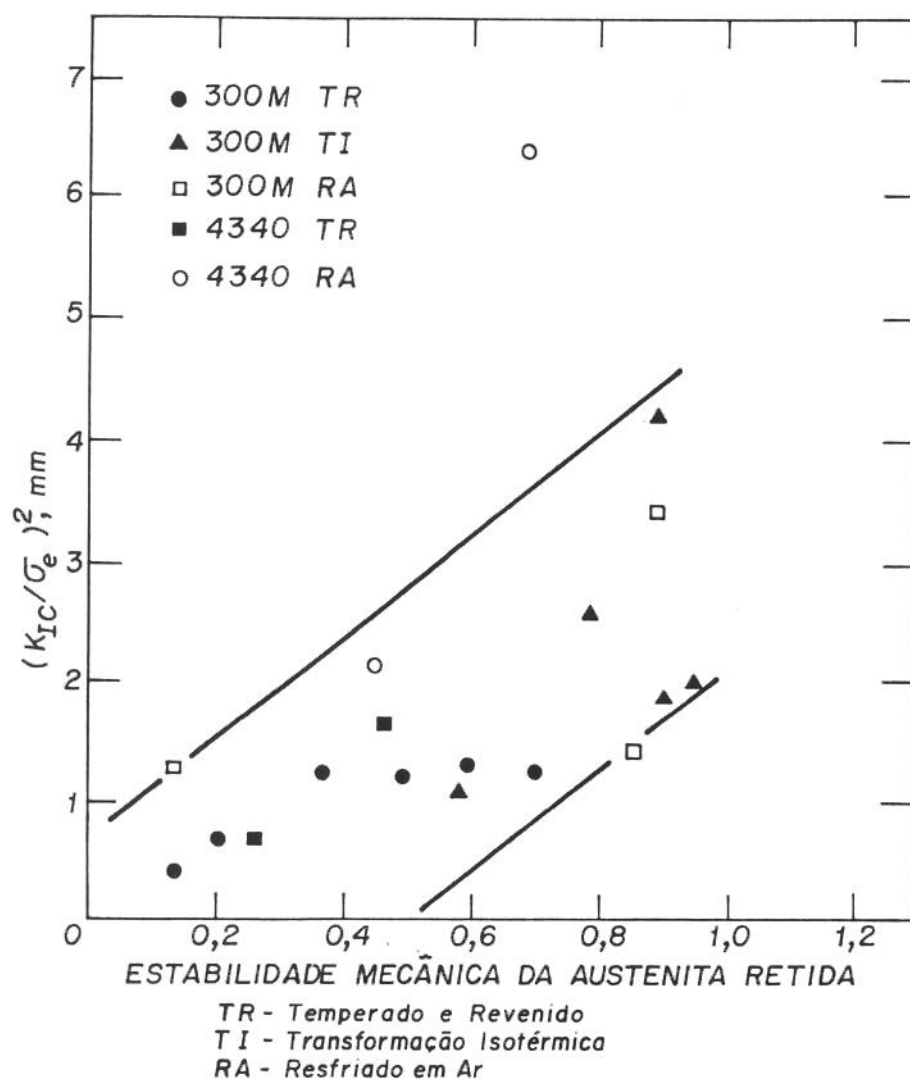


Figura 5.7. Tenacidade à fratura, normalizada pelo limite de escoamento, em função da estabilidade mecânica da austenita retida ([23]).

Ritchie e Horn [19] analisaram, através da técnica de saturação magnética, o significado da estabilidade mecânica da austenita retida sobre a tenacidade à fratura dos aços 4340 e 300M. Eles observaram que a austenita em microestruturas como-temperada e temperada/revenida, desses aços, mostrou baixa estabilidade mecânica e concluíram que a instabilidade mecânica da austenita pode ser detrimental à tenacidade.

Os resultados de Ritchie e Horn foram reanalisados por Miihkinen e Edmonds [23], os quais estabeleceram uma relação entre a tenacidade à fratura (normalizada pelo limite de escoamento) e a estabilidade mecânica da austenita retida (definida como a relação entre as frações volumétricas da austenita retida medida antes e após 2% de deformação). Os resultados obtidos através dessa compilação estão expressos na Figura 5.7. Observa-se que a tenacidade à fratura aumenta com a estabilidade mecânica da austenita.

Portanto, qualquer que seja o caso, mesmo quando ocorre transformação da austenita retida, parece certo que a melhora da tenacidade à fratura está associada com o grau de estabilidade mecânica da austenita retida.

Com respeito ao presente trabalho, a relação entre a fração volumétrica de austenita retida (FVAR) e a tenacidade à fratura, medida através do CTODc e K_{IC} , está mostrada na Tabela 5.2, para algumas condições de tratamento térmico.

Analisando os resultados contidos na Tabela 5.2, observa-se que a austenitização a alta temperatura conduz a uma fração volumétrica de austenita retida mais elevada (FVAR $\approx$ 6%), quando comparada com a obtida através da austenitização convencional (FVAR $\approx$ 5%). Contudo, o aumento não é muito expressivo. O resfriamento mais brando, como o propiciado pelo resfriamento ao ar, permitiu a retenção de mais austenita (FVAR $\approx$ 7%).

Observa-se também, que os valores mais elevados da tenacidade à fratura, qualquer que seja o parâmetro (CTODc ou K_{IC}), estão associados às quantidades mais elevadas de austenita retida.

O valor da tenacidade à fratura aumenta expressivamente após a

realização do duplo revenido a 437 K. Em alguns casos, os valores chegam a dobrar, no caso do K_{IC} , ou triplicar, no caso do CTODc; quando comparado com a condição como-temperada. Pode-se especular que este efeito, pelo menos em parte, se deve à maior estabilidade da austenita, que se enriqueceu de carbono durante o revenido. Entretanto, apesar dos resultados apresentados na Tabela 5.2 serem muito sugestivos, eles não podem ser considerados conclusivos. Pois, além da quantidade, o grau de estabilidade da austenita retida também é um fator importante.

A austenita retida foi somente avaliada através da técnica de difração de raio-x, o que limita muito o campo de análise. A caracterização completa de todos os parâmetros microestruturais de interesse, relacionados com austenita, requer a utilização de várias técnicas. A análise ficou restrita à difração de raio-x, porque, não foi possível viabilizar um estudo mais amplo. Através dessa técnica, o único parâmetro microestrutural medido foi a fração volumétrica de austenita retida. Conforme comentado anteriormente, só este parâmetro não é suficiente para julgar o mérito da austenita retida sobre a tenacidade à fratura, pois, existem outros aspectos que também precisam ser observados.

Quando a análise fica restrita à difração de raio-x não se pode tecer maiores considerações acerca da distribuição e morfologia da austenita retida. Esta técnica não permite fazer distinção entre filmes finos de austenita e regiões de austenita globular. A estabilidade térmica e mecânica da austenita também não podem ser avaliadas diretamente com essa técnica. Porém, através de medidas indiretas, a difração de raio-x permite avaliar a estabilidade da austenita. Basta comparar a quantidade desse microconstituente obtida antes e após a ocorrência do evento de interesse. Procedendo exatamente dessa maneira, foi possível constatar que, a austenita retida é gradativamente desestabilizada termicamente com o aumento da temperatura do revenido. Este assunto será discutido no capítulo 6.

Entretanto, no presente trabalho, não foi possível determinar o grau de estabilidade mecânica da austenita retida. Mesmo porque, a determinação de um índice de estabilidade não é trivial.

No caso dos aços austeníticos metaestáveis, existe o índice de Gerberich (veja referência [27]), o qual permite estabelecer correlações entre as propriedades mecânicas com a composição química e as condições de processamento.

Tabela 5.2. Relação entre a fração volumétrica de austenita retida e tenacidade à fratura, para os dois tipos de aço 300M.

		TENACIDADE À FRATURA			
Condições de Têmpera	Austenita* retida [%]	como-temperado		duplo revenido a 473 K	
		CTODc [μm]	K_{IC} [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]	CTODc [μm]	K_{IC} [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]
AUST - 1153K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	5,1	3,27	33	7,71	62
AUST - 1373 K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\A	6,4	4,92	47	11,73	82
AUST - 1373K RESF - AR AÇO - 300M\A	7,1	5,81	50	13,99	87
AUST - 1153K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	5,3	3,29	33	8,00	67
AUST - 1373K RESF - ÓLEO AÇO - 300M\B	6,2	4,87	47	12,22	85

* Medida na condição como-temperatura.

Para os aços de ultra-alta resistência temperados, vários trabalhos têm abordado a questão da estabilidade mecânica da austenita. Contudo, geralmente se

limitam a constatar se a austenita permanece ou não estável sob o efeito de tensões. O estabelecimento de um índice de estabilidade é muito complexo, sobretudo quando a austenita retida está na forma de fase dispersa em moderada quantidade. Neste caso, mesmo a medida da fração volumétrica é difícil. Thomas [21] ponderou que a detecção e a identificação de pequenas quantidades de austenita inter-ripas não é trivial, e requer muitos cuidados nos procedimentos de microscopia eletrônica e difração de raio-x. Ele também enfatizou que, tais filmes de austenita retida não podem ser plenamente detectados se apenas forem utilizados os métodos de difração de raio-x e/ou saturação magnética.

A estabilidade mecânica depende também do estado de tensões imposto. Os resultados obtidos por Neu [29] podem ser utilizados para ilustrar a questão. Corpos de prova de um aço 4320 cementados foram submetidos a esforços de tração e compressão. Neu constatou que, quando o esforço foi de compressão, a transformação de fase ocorreu em pequena quantidade. Entretanto, para o caso de tração, a transformação austenita→martensita foi apreciável.

Este comportamento alerta para o fato de que a análise comparativa entre as medidas de estabilidade mecânica da austenita necessariamente requer a observação dos estados de tensão impostos. Por isso, não é recomendável - apesar de ser muito comum - que se faça medidas de estabilidade mecânica em corpos de prova submetidos ao ensaio de tração convencional para estabelecer uma correlação comportamental da austenita com o ensaio de tenacidade à fratura. Os estados de tensão impostos, nestes dois casos, são muito diferentes.

Outro sério problema diz respeito ao método de medida. Geralmente, as medidas são realizadas após a fratura, e não durante a fratura. Sendo assim, não se pode prever com segurança quando ocorreu a transformação da austenita. Se durante a fratura ou durante a relaxação de tensões na superfície livre - após a fratura-, ou mesmo durante a preparação das amostras.

Diante do exposto, e considerando a precariedade das informações que se somam à fração volumétrica da austenita retida, nada de conclusivo pode ser abstraído a este respeito. Os valores elevados de tenacidade à fratura coincidem com os valores mais elevados de austenita retida. Contudo, não se pode assegurar se isso foi

benéfico ou maléfico, ou corresponde a uma mera coincidência. Mesmo porque, altas temperaturas de austenitização, além da austenita retida, afetam também vários parâmetros microestruturais. Entre eles, pode-se destacar a maior dissolução das partículas de segunda fase, as quais exercem grande influência sobre a tenacidade. Este assunto será discutido a seguir.

5.4. Dissolução de Partículas

Na microestrutura de um aço, dependendo das condições de tratamento térmico, podem coexistir vários tipos de partículas tais como carbonetos de ferro, carbonetos e nitretos de liga, e inclusões. Todos estes compostos têm solubilidade crescente com a temperatura. Porém, a estabilidade dos carbonetos e nitretos de liga é geralmente bem maior do que a estabilidade da cementita. Assim, a temperatura de austenitização pode exercer um forte efeito sobre a quantidade de partículas dissolvidas. Quanto mais alta a temperatura de austenitização maior a quantidade de partículas dissolvidas. Vários pesquisadores [2, 3, 5, 6, 15, 22, 24] têm justificado o aumento da tenacidade à fratura com a temperatura de austenitização, fundamentados exatamente neste fato.

A dissolução de partículas afeta a fração volumétrica, diminuindo-a; resultando assim, num maior espaçamento entre as partículas. LEE [16], estudando um aço 4340, observou que o espaçamento entre carbonetos não-dissolvidos é controlado principalmente pela temperatura de austenitização. A Tabela 5.3 mostra que o espaçamento entre partículas aumenta com a temperatura de austenitização. Por outro lado, com o aumento da temperatura de revenido, devido à precipitação de partículas de carboneto de ferro, ocorre uma redução do espaçamento médio entre partículas.

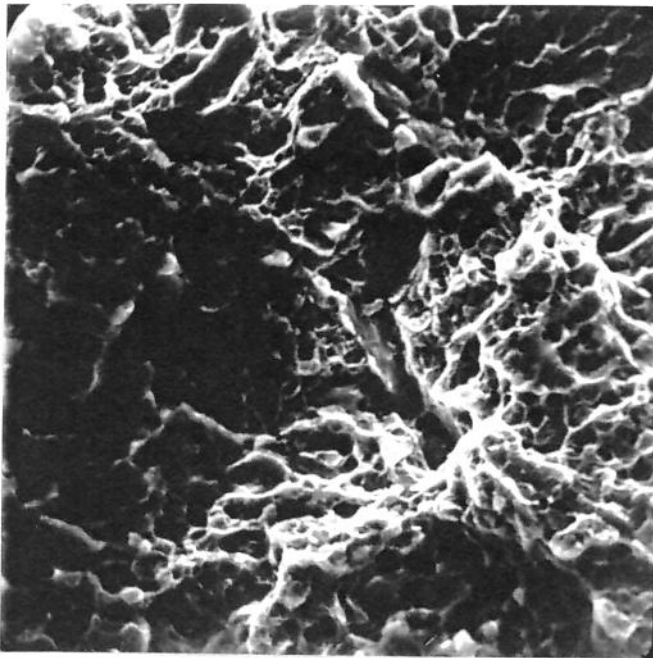
É interessante observar que de fato, como mostram as figuras 3.6 e 3.7, o efeito benéfico da austenitização a alta temperatura sobre a tenacidade à fratura ficou restrito às condições como-temperadas e revenidas a baixas temperaturas.

No presente trabalho, o espaçamento entre partículas não foi medido diretamente. Contudo, através da análise fractográfica, foi possível avaliar indiretamente o espaçamento entre partículas. A análise das superfícies de fratura (MEV) dos aços 300M revelou que, para as condições como-temperadas e temperadas e revenidas a baixas temperaturas (até 603 K), o modo de fratura microscópico foi predominantemente por microcavidades. Quando o modo de fratura é por microcavidades, o tamanho das mesmas correlaciona-se relativamente bem com o espaçamento médio entre partículas [9, 16]. De fato, as figuras 5.8 e 5.9 demonstram que as cavidades são maiores nos corpos de prova austenitizados a 1373 K, sugerindo assim, que o espaçamento médio entre partículas aumentou com a temperatura de austenitização.

Tabela 5.3. Influência das temperaturas de austenitização e revenido, sobre o espaçamento das partículas e tamanho médio das microcavidades (dados extraídos da ref. [16]).

	TEMPERATURA DE REVENIDO	ESPAÇAMENTO MÉDIO ENTRE PARTÍCULAS	TAMANHO MÉDIO DAS MICROCAVIDADES
	[K]	[μm]	[μm]
TEMPERATURA AUSTENITIZAÇÃO 1143 K	C.T.	$3,3 \pm 1,1$	3,7
	473	$3,4 \pm 1,4$	-
	623	$2,5 \pm 1,8$	3,2
TEMPERATURA AUSTENITIZAÇÃO 1423 K	C.T.	$7,6 \pm 1,3$	5,9
	473	$7,9 \pm 2,5$	-
	623	$2,2 \pm 1,7$	3,9

FOTO Nº 030326



AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.*

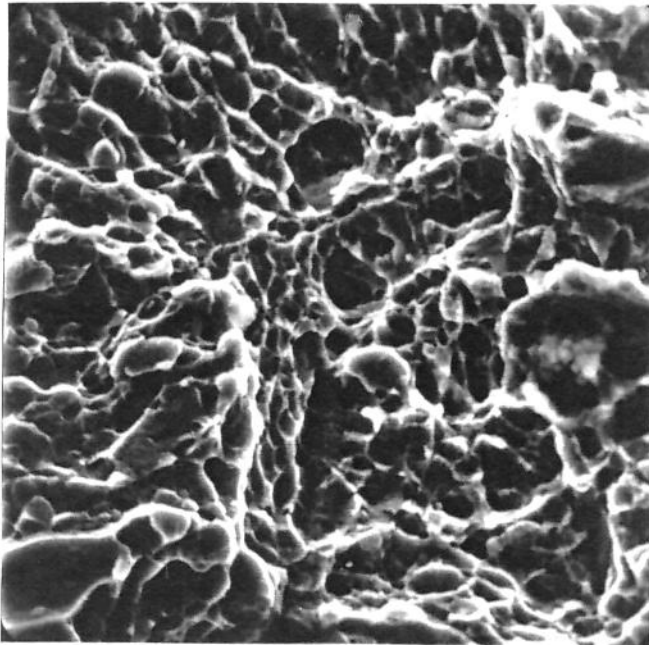
* amostra submetida
ao "heat tinting"

2,0 k x

5µm
└───┘

(a)

FOTO Nº 020928



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.*

* amostra submetida
ao "heat tinting"

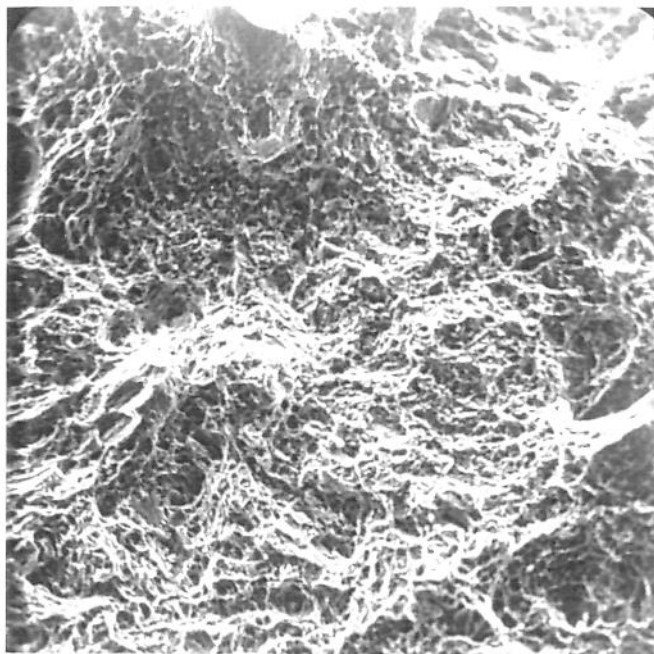
2,0 k x

5µm
└───┘

(b)

Figura 5.8. Superfícies de fratura de CPs de tenacidade à fratura .

FOTO Nº 161903



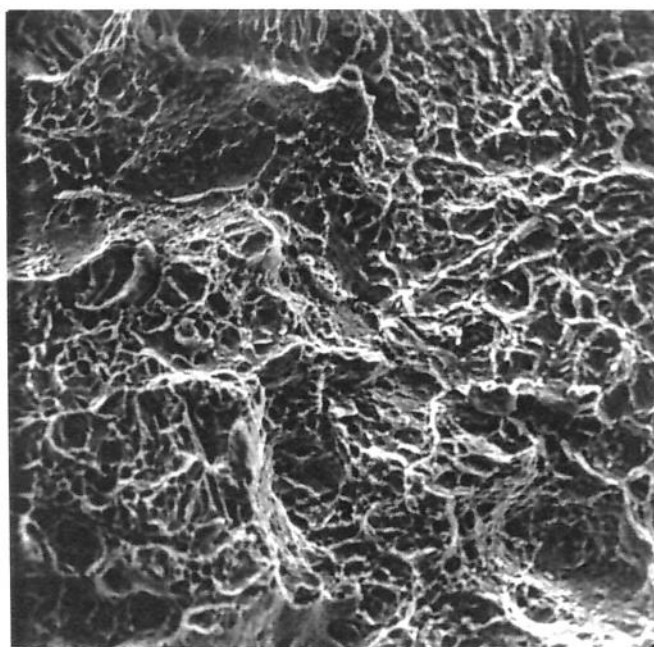
AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 473 K

0,5 k x

20µm
|-----|

(a)

FOTO Nº 170408



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 473 K

0,5 k x

20µm
|-----|

(b)

Figura 5.9 Superfícies de fratura de corpos de prova de tração.

5.4.1. O efeito do espaçamento entre partículas na tenacidade à fratura

A melhora da ductilidade devido ao aumento do espaçamento entre partículas já é conhecido há muito tempo [53]. Mais recentemente, tem sido também postulado que o mesmo efeito é observado na tenacidade à fratura. Vários estudos [2, 9, 15, 16, 22] têm mostrado que existe uma boa correlação entre o espaçamento entre partículas e a tenacidade à fratura.

Sabidamente, as partículas de uma segunda fase desempenham um importante papel no processo de fratura. Elas atuam como focos de fratura - interferem tanto na nucleação como na propagação de uma trinca. Consequentemente, é natural que as partículas exerçam grande influência sobre a tenacidade à fratura.

Argon e colaboradores [54-56] estudaram o papel do estado de tensões para nucleação de cavidades em partículas. Através de cálculos pelo método de elementos finitos, avaliaram os valores das tensões e deformações locais para nucleação de microcavidades. Constataram que a formação de microcavidades é controlada por uma tensão crítica interfacial. Desenvolveram [55] também um critério para tensão crítica interfacial baseado em um modelo de discordâncias. Por intermédio desses estudos eles concluíram que quando o espaçamento entre partículas é muito pequeno as partículas interagem entre si e elevam as tensões interfaciais; devido ao desenvolvimento de uma zona plástica secundária entre as partículas. Neste caso, a interação entre partículas, que ocorre logo no início do escoamento plástico, favorece em muito a nucleação de microcavidades.

A discussão da Figura 5.10 - que ilustra o mecanismo de formação de microcavidades - é útil para esclarecer melhor o efeito do espaçamento entre partículas, na tenacidade à fratura.

Quando um corpo trincado é submetido à ação de cargas, a ponta da trinca embota, acarretando num ligeiro avanço da mesma (zona de estiramento). Em consequência, ambas as faces, na região da ponta da trinca, são deslocadas de uma certa

quantidade, denominada CTOD (deslocamento de abertura da ponta da trinca). Como o material contido na zona plástica - imediatamente à frente da trinca - é submetido a intensa deformação, as partículas situadas nessa região fraturam ou sofrem decoesão, nucleando microcavidades. Com o aumento da intensidade de tensões, as microcavidades crescem e, finalmente, coalescem na ponta da trinca. Neste instante, o embotamento na ponta da trinca é cessado e o CTOD atinge um valor crítico (CTOD_c).

Assume-se, normalmente, que o CTOD_c é aproximadamente igual ao diâmetro das microcavidades [22, 57]. Não obstante, tem sido observado também que existe uma boa correlação entre o tamanho médio das cavidades e o espaçamento entre partículas (λ) [9, 15, 16, 22, 57]. Quando λ é elevado as microcavidades tendem a ser maiores. Por outro lado, com a redução de λ as microcavidades tendem a ser menores; porque o processo de crescimento é interrompido pelo choque prematuro das cavidades. Por isso, freqüentemente assume-se que

$$\text{CTOD}_C \cong \lambda \quad (5.2)$$

Sendo assim, quanto menor λ , menor o CTOD no instante de coalescer a primeira microcavidade na ponta da trinca. Se for assumido que este evento conduz a uma relação para o começo da instabilidade, pode-se esperar um aumento da tenacidade à fratura com o aumento de λ . Esta suposição baseia-se na consideração de que a fratura instável ocorrerá quando a tensão crítica de fratura for atingida numa certa distância mínima (distância característica - veja seção 7.4) necessária para desenvolver o mecanismo de propagação da trinca. No caso da fratura por microcavidades, esta distância mínima é igual à distância entre partículas.

Substituindo a eq. (5.2) na eq.(2.4), constata-se que K_{IC} é proporcional à raiz quadrada de λ . Procedendo desta forma, Priest (citado na ref. [57]) obteve uma equação semi-empírica para um aço 0,45C-Ni-Cr-Mo-V, similar ao 4340. Esta equação é expressa por

$$K_{IC} = 2,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} + 7(2000 \text{ MPa} - \sigma_e)(\lambda)^{1/2} \quad (5.3)$$

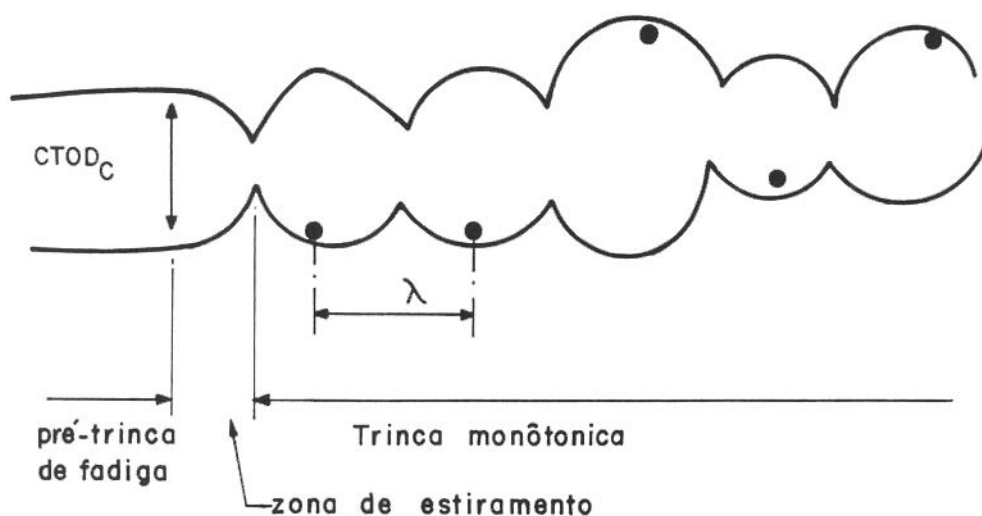


Figura 5.10. Propagação de trinca pela formação de microcavidades (extraída da ref. [22]).

A Figura 5.11 mostra a correlação entre a Equação (5.3) e um conjunto de dados, para uma ampla faixa de λ , onde o modo de fratura foi por microcavidades. O aumento de K_{IC} com λ é evidente.

Esta tem sido exatamente a linha de raciocínio seguida por vários pesquisadores para explicar o efeito da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura. Quanto maior a temperatura de austenitização maior a dissolução de partículas e, conseqüentemente, maior o espaçamento entre elas. Assim, as microcavidades podem crescer mais, resultando em um trabalho plástico maior até a ocorrência do processo de coalescimento. O que acarreta em uma maior tenacidade à fratura.

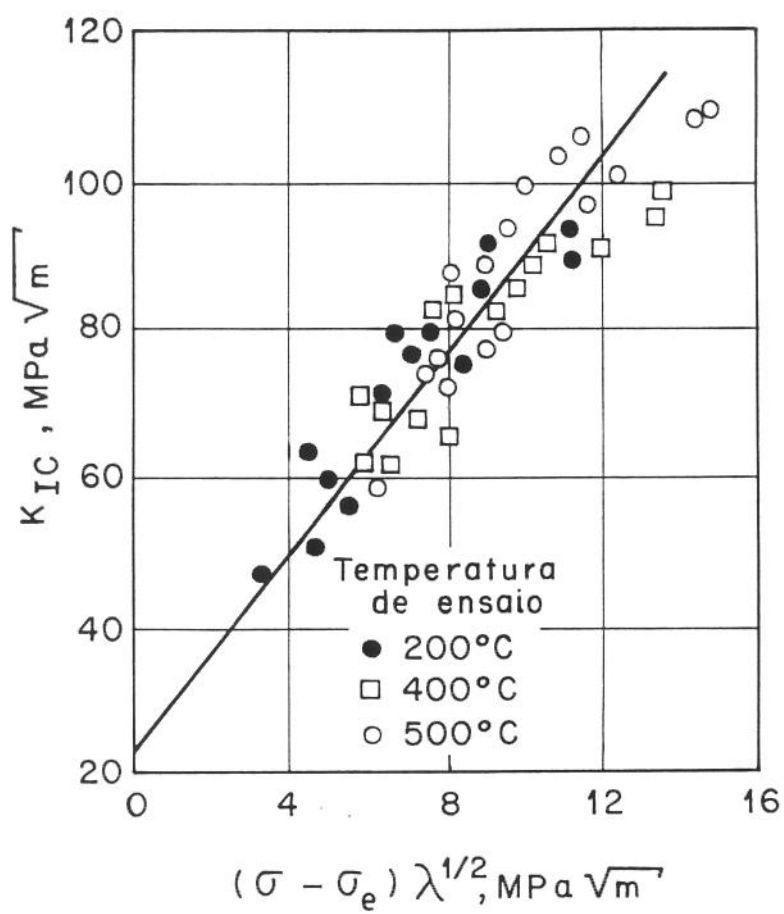


Figura 5.11. Relação entre K_{IC} e λ .

5.5. O Paradoxo da Tenacidade

Nas seções anteriores, discutiu-se as possíveis causas que justificam a melhora da tenacidade à fratura com a elevação da temperatura de austenitização. Contudo, essas justificativas são restritas à tenacidade à fratura, uma vez que altas temperaturas de austenitização não são capazes de melhorar a tenacidade como um todo.

Infelizmente, a melhora da tenacidade à fratura, devido a austenitização a alta temperatura, não é acompanhada por um aumento da energia de impacto Charpy. Muito pelo contrário. A Figura 5.12 mostra que, com a elevação da temperatura de austenitização a tenacidade à fratura sistematicamente aumenta, enquanto que, a energia Charpy sistematicamente diminui. Este efeito já foi comprovado em diferentes tipos de aços (Ni-Cr-Mo, Ni-Cr-Mo-V, AISI 3130, 3140, 4340, 300M e outros) e tem sido objeto de estudo de vários pesquisadores [10, 11, 15, 18, 19, 58, 59].

A tenacidade à fratura e a energia de impacto Charpy, são ambas medidas de tenacidade de um dado material. Sendo assim, é aparentemente paradoxal que altas temperaturas de austenitização propiciem maiores valores de tenacidade, quando avaliada através da tenacidade à fratura, e baixas temperaturas de austenitização resultem em valores mais elevados de tenacidade, quando avaliada pela energia de impacto Charpy.

Durante um certo tempo, em virtude dessas avaliações conflituosas, os pesquisadores, de um modo geral, simplesmente adotavam os valores de tenacidade à fratura (K_{IC}) e desprezavam os resultados, supostamente inadequados, do ensaio de impacto Charpy [18]. Baseados no fato de que, o ensaio de tenacidade à fratura possui uma fundamentação teórica muito mais sólida que o ensaio de impacto Charpy. O que é verdade. Contudo, foi suficientemente comprovado que os resultados contraditórios das duas técnicas de medida é um fenômeno real (veja Figura 5.12). Atualmente, existe consenso de que, este comportamento anômalo simplesmente reflete importantes diferenças do comportamento à fratura, nos dois tipos de ensaios. Não propriamente quanto ao tipo de ensaio, mas sim, devido aos diferentes comportamentos na presença de um entalhe agudo (K_{IC}) ou arredondado (Charpy). Quando o fenômeno foi melhor

compreendido, desapareceu grande parte da motivação inicial, que visava explorar o efeito de altas temperaturas de austenitização sobre a tenacidade à fratura.

O comportamento ambíguo da tenacidade demonstra que, muitas das explicações propostas para justificar a melhora da tenacidade à fratura com a temperatura de austenitização, são apenas de mérito relativo. O grau de importância das alterações microestruturais, decorrentes da austenitização a diferentes temperaturas, depende da escala física do processo de fratura. A quantidade de material envolvido no evento da fratura depende do raio de ponta do entalhe. Assim, a tenacidade não é apenas função da microestrutura, depende também fortemente do raio de ponta do entalhe.

Várias explicações já foram formuladas para tentar explicar o paradoxo da tenacidade. Ritchie [18, 19] recorreu ao conceito da distância característica. Datta [10] explicou a discrepância em termos da quantidade de carboneto- ϵ e do tamanho do grão. Firrao [11] justificou o efeito através da ocorrência do "shear lip" logo à frente do entalhe. Como a pertinência da modificação do ciclo de tratamento térmico é de interesse industrial, o fenômeno requer uma melhor compreensão. O assunto será objeto de maiores considerações no capítulo 7.

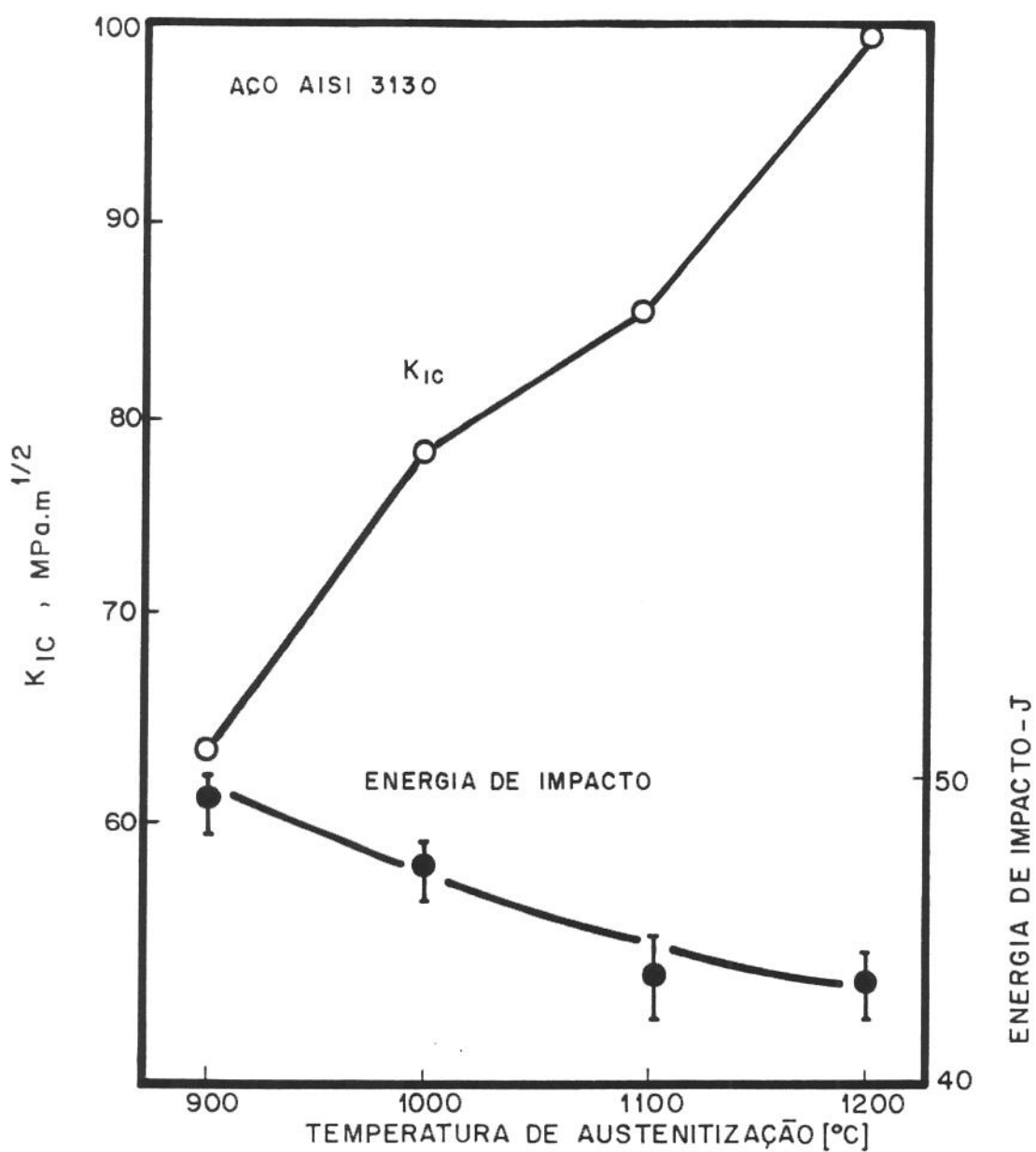


Figura 5.12. Comportamento da tenacidade à fratura e energia absorvida no ensaio de impacto Charpy, em função da temperatura de austenitização[15].

5.6. Conclusões

A temperatura de austenitização exerceu pouca influência sobre a dureza, o limite de resistência, limite de escoamento e coeficiente de encruamento.

A austenitização a alta temperatura (1373 K), em lugar do tratamento térmico convencional (1143 K), produziu uma queda expressiva da ductilidade, ao longo de toda faixa de revenido.

A tenacidade à fratura (K_{IC} e $CTOD_c$) apresentou um comportamento mais complexo. A austenitização a 1373 K resultou em um aumento acentuado da tenacidade à fratura, para as condições como-temperada e temperada e revenido (até 603 K). Com a elevação da temperatura de revenido ocorreu uma inversão no comportamento da tenacidade à fratura. O efeito da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura está associado com as alterações metalúrgicas impostas por essa temperatura. Aparentemente, a melhora da tenacidade à fratura com a elevação da temperatura de austenitização se deve, sobretudo, à presença de austenita retida e/ou à dissolução de partículas de segunda fase.

Entretanto, em virtude do paradoxo da tenacidade, é questionável o uso de altas temperaturas de austenitização para melhorar a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência, similares ao 300M. Os benefícios obtidos com a alteração do tratamento térmico convencional precisam ser cuidadosamente analisados e contrabalanceados com a degradação de outras propriedades mecânicas.

O comportamento anômalo da tenacidade demonstra que, pode ser inadequado julgar o mérito de uma microestrutura baseado somente no valor da tenacidade à fratura. Já está bem documentado que a tenacidade, além da microestrutura, depende também do raio de pontas do entalhe, ou melhor, do estado de tensões. Nestes termos, pode ser posto que, a tenacidade à fratura é um parâmetro de avaliação microestrutural de mérito muito específico, ou seja, mede apenas a resistência à fratura do material à frente de uma trinca aguda. Tudo indica que o julgamento do mérito microestrutural torna-se mais consistente quando os resultados apurados em ambos os ensaios, tenacidade à fratura e Charpy, são considerados.

5.7. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Estudar o efeito da temperatura de austenitização sobre a austenita retida; caracterizando-a pela função volumétrica, morfologia, distribuição e, sobretudo, estabilidade mecânica. Efetuar uma análise crítica sobre as várias técnicas de medida.
- Estudar tratamentos térmicos que possibilitem o aumento concomitante da tenacidade à fratura e energia Charpy (dar atenção especial aos tratamentos isotérmicos).

Referências Bibliográficas

- [1] HORN, R.M. & RITCHIE, R.O. Mechanisms of tempered martensite embrittlement in low alloy steels. Metall. Trans. A, v.9A, p.1039-53, Aug. 1978.
- [2] YOUNGBLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A, v.8A, p.1439-48, Sept. 1977.
- [3] PARKER, E.R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology, and mechanical properties of alloy steel. Metall. Trans. A, v.8A, p.1025-42, July 1977.
- [4] CALDEIRA, R.B. & BASTIAN, F.L. Avaliação das propriedades mecânicas do aço 300M em diversas condições de tratamentos térmicos, Anais do VI CBECIMAT, T-55, PUC/RJ, dezembro 1984, p.253-8.
- [5] CARLSON, M.F.; NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C steels. Metall. Trans. A, v.10A, p.1273-84, Sept. 1979.
- [6] ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R. & WOOD, W.E. Influence of some microstructural features on the fracture toughness of high strength steels, Proc. of the 3th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, v.1, Cambridge, England, August 1973, p.175-9.
- [7] LAI, G.Y.; WOOD, W.E.; CLARK, R.A.; ZACKAY, V.F. & PARKER, E.R. The effects of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. Metall. Trans., v.5, p.1663-70, July 1974.
- [8] SASTRY, C.N. & WOOD, W.E. On the presence of retained austenite at the prior austenite grain boundaries of AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.45, p.227-80, 1980.
- [9] LEE, S.; MAJNO, L. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and fracture toughness in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.16A, p.1633-48, Sept. 1985.

- [10] DATTA, K.P. Sharp crack and blunt notch toughness behavior of quenched and tempered AISI 4340 steel. *Mater. Sci. Engng*, v.51, p.241-52, 1981.
- [11] FIRRAO, D. et al The influence of notch root radius and austenitizing temperature on fracture appearance of as-quenched Charpy-V type AISI 4340 steel specimens. *Metall. Trans. A*, v.13A, p.1003-13, June 1982.
- [12] TOMITA, V Development of fracture toughness of ultrahigh strength low alloy steels for aircraft and aerospace applications. *Mater. Sci. Technol.*, v.7, p.481-9, June 1991.
- [13] ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R.; GOOLSBY, R.D. & WOOD, W.E. Untempered ultra-high strength steels of high fracture toughness. *Nature Phys. Sci.*, v.236, n°.68, pp.108-9, 1972.
- [14] _____ Influence of heat treatment on mechanical properties of 300M steel. Technical Support Package for NASA Tech Brief (MSC-14792), TSP75-10271.
- [15] WEI-DI CAO & XIAO-PING LU Interpretation of the effects of high austenitizing temperature on toughness behavior in a low alloy, high strength steel. *Metall. Trans. A*, v.18A, p.1569-85, Sept. 1987.
- [16] LEE, S.; LEE, D.Y. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and tempered martensite embrittlement in two 4340 steels. *Metall. Trans. A*, v.20A, p.1089-103, June 1989.
- [17] WOOD, W.E. Effect of heat treatment on the fracture toughness of low alloy steels. *Engr. Fract. Mech.*, v.7, pp.219-34. 1975.
- [18] RITCHIE, R.O.; FRANCIS, B. & SERVER, W.L. Evaluation of toughness in AISI 4340 alloy steel austenitized at low and high temperatures. *Metall. Trans. A*, v.7A, p.831-8, June 1976.
- [19] RITCHIE, R.O. & HORN, R.M. Further considerations on the inconsistency in toughness evaluation of AISI 4340 steel austenitized at increasing temperatures. *Metall. Trans. A*, v.9A, p.331-41, March 1978.
- [20] JATCZACK, C.F. Retained austenite and its measurement by x-ray diffraction. *SAE Transactions*, v.89. DOC 800 426, p.1657-75, 1980.

- [21] THOMAS, G. Retained austenite and tempered martensite embrittlement. Metall. Trans. A, v.9A, p.439-50, March 1978.
- [22] SCHWALBE, K.H. On the influence of microstructure on crack propagation mechanisms and fracture toughness of metallic materials. Engng Fracture Mech., v.9, p.795-832, 1977.
- [23] MIIHKINEM, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Fracture toughness of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. Mater. Sci. Technol., v.3, p.441-9, June 1987.
- [24] RITCHIE, R.O. & KNOTT, J.F. On the influence of high austenitizing temperatures and "overheating" on fracture and fatigue crack propagation in a low alloy steel. Metall. Trans. A, v.5, p.782-5, March 1974.
- [25] SCHULZ, B.J. & McMAHON Jr., C.J. Fracture of alloy steels by intergranular microvoid coalescence as influenced by composition and heat treatment. Metall. Trans. A, v.4, p.2485-9, Oct. 1973.
- [26] PADMANABHAN, R. & WOOD, W.E. On the occurrence of blocky martensite in 300M steel. Mater. Sci. Engng, v.66, p.1-11, 1984.
- [27] ZACKAY, V.F. & PARKER, E.R. The changing role of metastable austenite in the design of alloys. Anual Review of Materials Science, v.6, p.139-55, 1976.
- [28] COLOMBAROLI, W. Austenita residual - Estudo da sua formação, transformação e estabilização. Metalurgia-ABM, v.26, n°.148, p.213-29, março 1970.
- [29] NEU, R.W. & SEHITOGLU, H. Transformation of retained austenite in carburized 4320 steel, Metall. Trans. A, v.22A, p.1491-500, July 1991.
- [30] REED-HILL, R. Deformação por maclação e reações martensíticas, in: Princípios de Metalurgia Física. /// Trad. Frankwn Errard (Supervisão), 2ª.ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982, p.517-58.
- [31] HONEYCOMBE, R.W. A formação de Martensite, in: Aços - Microestrutura e Propriedades. /// Trad. M.A. Fortes e A.C. Ferro, Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1982, p.115-53.

- [32] CLARK, R.A. & THOMAS, G. Design of strong tough Fe/Mo/C martensitic steels and the effects of cobalt. Metall. Trans. A, v.6A, p.969-79, May 1975.
- [33] BHADOSHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, DV. The bainite transformation in a silicon steel. Metall. Trans. A, v.10A, p.895-907, July 1979.
- [34] BHADOSHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. The mechanism of bainite formation in steels. Acta Metall., vol.28, p.1265-73, 1980.
- [35] NARASIMHA RAO, B.V.N. & THOMAS, G. Structure-property relations and the design of Fe-4Cr-C base structural steels for high strength and toughness. Metall. Trans. A, v.11A, p.441-57, March 1980.
- [36] SANDVIK, B.P.J. The bainite reaction in Fe-Si-C alloys: The primary stage. Metall. Trans. A, v.13A, p.777-87, May 1982.
- [37] BHADOSHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. Bainite in silicon steels : new composition-property approach - Part 1. Met. Sci., v.17, p.411-19, Sept. 1983.
- [38] BHADOSHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. Bainite in silicon steels : new composition-property approach - Part 2. Met. Sci., v.17, p.420-25, Sept. 1983.
- [39] GARRISON Jr., W.M. The effect of silicon and nikel additions on the sulfide spacing and fracture toughness of a 0,4 carbon low alloy steel. Metall. Trans. A, v.17A, p.669-78, April 1986.
- [40] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Microestructural examination of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon, Mater. Sci. Techol., v.3, p.422-31, June 1987.
- [41] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Tensile deformation of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon, Mater. Sci. Technol., v.3, p.432-40, June 1987.
- [42] SAKUMA, Y. et al. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite - transformed steel and their variation with Si and Mn additions. Metall. Trans. A, v.22A, p.489-98, Feb. 1991.

- [43] KRAUSS, G. & MARDER, A.R. The morphology of martensite in iron alloys. Metall. Trans., v.2, p.2343-57, Sept. 1971.
- [44] GUIMARÃES, J.R.C. & OLIVEIRA, S.F.F. Microestrutura e encruamento de uma austenita metaestável. Metalurgia - ABM, v.36, n°.270, p.321-4, maio 1980.
- [45] ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R. & WOOD, W.E. Microstructure and design of alloys, v.1, Institute of Metals, London, p.175, 1973.
- [46] NARASHIMHA-RAO, V.B. & SACHDEV, A.K. Influence of cooling rate on the microstructure and retained austenite in an intercritically annealed vanadium containing HSLA steel. Metall. Trans. A, v.13A, p.1899-906, Nov. 1982.
- [47] SACHDEV, A.K. Effect of retained austenite on the yielding and deformation behavior of a dual phase steel. Acta Metall., v.31, n° 12, pp.2037-42, 1983.
- [48] HAIDEMENOPOULOS, G.H. et al. Transformation microyielding of retained austenite. Acta Metall., v.37, n°.6, p.1677-82, 1989.
- [49] SASTRY, C.N.; KHAN, K.H. & WOOD, W.E. Mechanical stability of retained austenite in quenched and tempered AISI 4340 steel. Metall. Trans. A, v.13A, p.676-80, April 1982.
- [50] ANTOLOVICH, S.D. & SINGH, B. On the toughness increment associated with the austenite to martensite phase transformation in TRIP steel. Metall. Trans., v.2A, p.2135-41, Aug. 1971.
- [51] GERBERICH, W.W.; HEMMINGS, P.L. & ZACKAY, V.F. Fracture and fractography of metastable austenites. Metall. Trans., v.2A, p.2243-53, Aug. 1971.
- [52] SYN, C.K.; FULTZ, B. & MORRIS Jr, J.W. Mechanical stability of retained austenite in tempered 9Ni steel. Metall. Trans. A, v.9A, p.1635-40, Nov. 1978.
- [53] VAN STONE, R.H.; COX, T.B.; LOW, J.R. & PSIODA, J.A. Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture. International Metals Reviews, v.30, n°.4, p.157-79, 1985.

- [54] ARGON, A.S.; IM, J. & NEEDLEMAN, A. Distribution of plastic strain and negative pressure in necked steel and copper bars. Metall.Trans. A, v.6A, pp.815-24, April 1975.
- [55] ARGON, A.S.; IM, J. & SAFOGLU, R. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. Metall. Trans. A, v.6A, p.825-37, April 1975.
- [56] ARGON, A.S. & IM, J. Separation of second phase particles in spheroidized 1045 steel, Cu-0,6Pct Cr alloy, and maraging steel in plastic straining. Metall. Trans. A, v.6A, p.839-51, April 1975.
- [57] ASM-Metals Handbook : Microstructure and fracture, in: Mechanical Testing, v.8, 9^a ed, Metals Park, Ohio, 1985, p.476-91.
- [58] GRAÇA, M.L.; DARWISH, F.A. & PEREIRA, L.C. Influence of notch root radius on the fracture behavior of AISI 4140 steel austenitized at low and high temperatures, Proc. of 6th Int. Conf. on Fracture (ICF6), New Delhi, , v.2, December 1984, p.1533-41.
- [59] DARWISH, F.A.; PEREIRA, L.C. & GRAÇA, M.L. On the characteristic distance for fracture in AISI 4140 alloy steel, Proc. of 7th Int. Conf. on Fracture (ICF-7), Houston, v.4, March 1989, p.2475-82.

CAPÍTULO 6

A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE REVENIDO

- Considerações Iniciais
- Tipos de Fragilização pelo Revenido
- Micromecanismos de Fratura Associados com a FMR
- Fatores que Interferem no Caminho de Propagação de uma trinca
- Causas da Fragilização da Martensita Revenida (FMR)
- A Complexidade do Mecanismo de FMR
- Conclusões
- Sugestões para Trabalhos Futuros
- Referências Bibliográficas

6.1. Considerações Iniciais

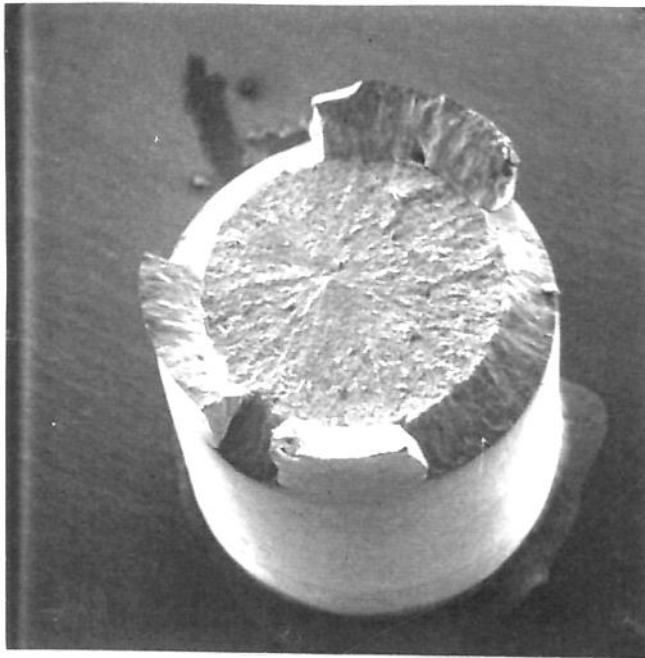
Corpos de prova do aço 300M foram austenitizados a diferentes temperaturas e posteriormente resfriados em óleo ou ar. Aparentemente, independentemente do meio de resfriamento, a matriz foi essencialmente martensítica. Todavia, um aspecto importante, que deve ser enfatizado, diz respeito à quantidade de deformação plástica que acompanhou a fratura dos corpos de prova como-temperados.

Os corpos de prova de tração apresentaram uma redução de área na faixa de 8 a 18% (Tabela 3.4), dependendo da temperatura de austenitização. (A tenacidade à fratura, para condição como-temperada, foi fortemente influenciada pelo “heat tinting”. Por isso, o assunto recebeu um tratamento especial - veja capítulo 9). As Figuras 6.1 a 6.3 mostram a morfologia das superfícies de fratura. Observa-se que o micromecanismo de fratura foi predominantemente por microcavidades. Ambos os aspectos, ductilidade e modo de fratura, não corresponderam ao comportamento esperado para uma martensita “verdadeira”. Visto que, em aços com 0,4%C (como o 300M), quando todo o carbono está confinado na forma de solução sólida, a martensita se mostra extremamente frágil [1].

Tal comportamento, numa primeira avaliação, poderia ser interpretado como sendo decorrente da presença de fases não-martensíticas. Porém, pelo menos no caso de têmpera em óleo, trabalhos anteriores [1, 2], utilizando o MET, comprovaram que a matriz desses aços é essencialmente martensítica. Então, como explicar este comportamento relativamente dúctil do aço 300M, na condição como-temperada?

Parker [1], fez um estudo muito esclarecedor sobre o assunto. Este pesquisador observou que era necessário temperar corpos de prova de um aço 4340, de 0,8 mm de espessura, em salmoura para que eles exibissem as características frágeis da martensita como-temperada. Isto é, deformação plástica virtualmente igual a zero antes da fratura. Parker concluiu que o comportamento dúctil-frágil se deve ao auto-revenido da

FOTO Nº 160101



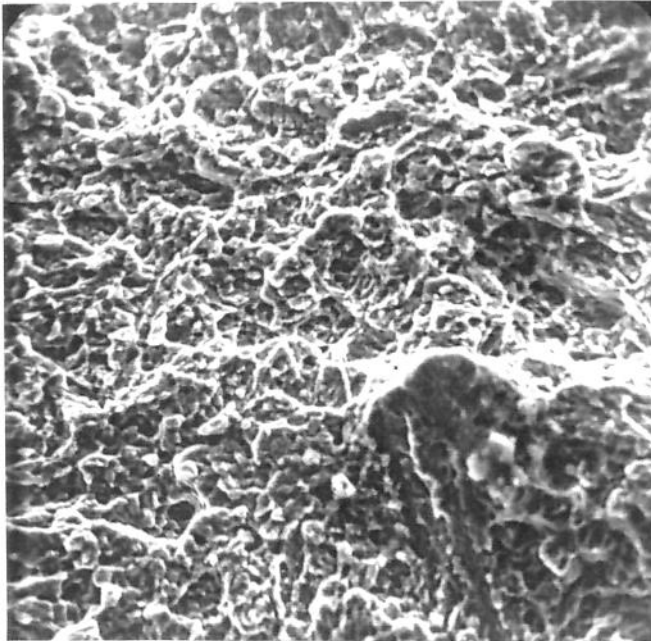
AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

20 x

500µm
|-----|

(a)

FOTO Nº 160501



AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

1 k x

10µm
|-----|

(b)

Figura 6.1. Superfície de fratura de um corpo de prova de tração - fratura por microcavidades.

FOTO Nº 183021



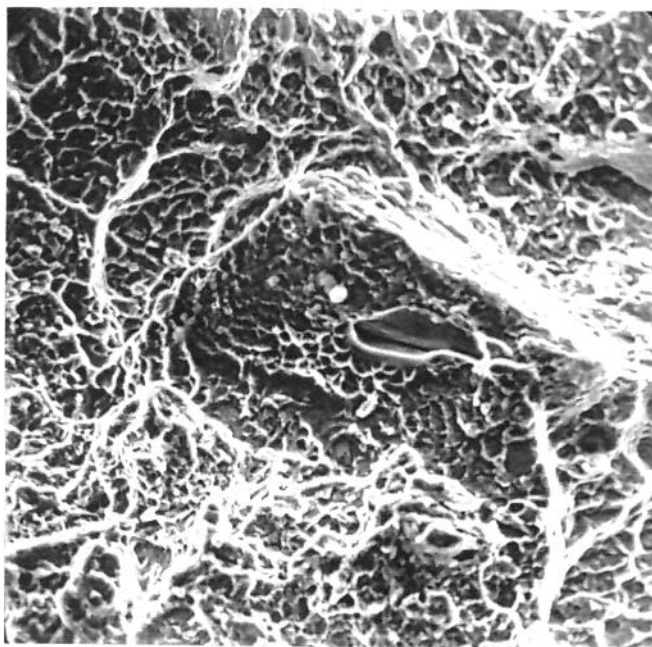
AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

20 x

500µm

(a)

FOTO Nº 183521



AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - C.T.

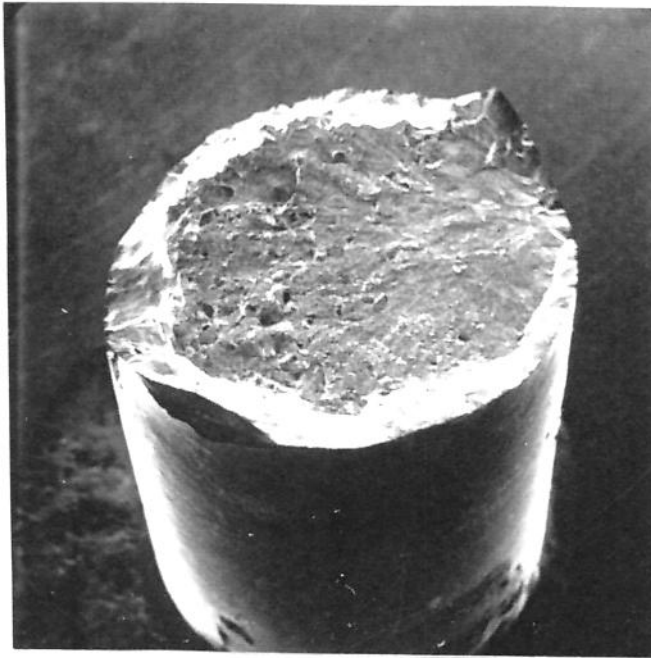
800 x

12,5µm

(b)

Figura 6.2. Superfície de fratura de um corpo de prova de tração - fratura por microcavidades.

FOTO Nº 273611



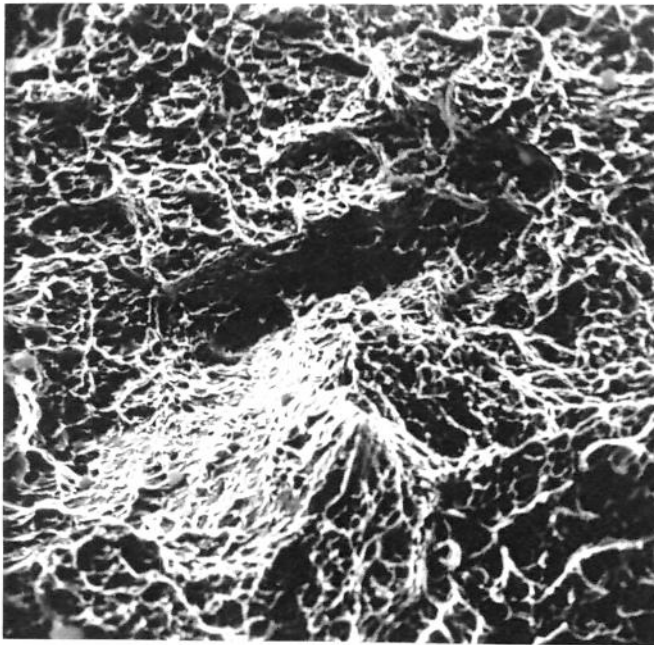
AÇO	-	300M/A
AUST.	-	1373 K
RESF.	-	AR
REV.	-	C.T.

24 x

417µm

(a)

FOTO Nº 273411



AÇO	-	300M/A
AUST.	-	1373 K
RESF.	-	AR
REV.	-	C.T.

1,2 k x

8,33µm

(b)

Figura 6.3. Superfície de fratura de um corpo de prova de tração - fratura por microcavidades.

martensita, que ocorre durante o período de resfriamento compreendido entre a temperatura M_s e a temperatura ambiente. Análises através do MET comprovaram que o carboneto- ϵ pode realmente se precipitar durante a têmpera [1-4]. Isto explica, pelo menos em parte, a menor dureza dos corpos de prova resfriados ao ar. Pois, neste caso, é razoável supor que o auto-revenido da martensita ocorreu de maneira mais intensa. Uma vez que, o tempo de permanência entre as temperaturas M_s e a ambiente foi maior (Figura 2.7).

Entretanto, mesmo com a ocorrência do auto-revenido, a martensita como-temperada ainda permanece muito dura e resistente. Consequentemente, sua tenacidade à fratura é muito baixa, sendo portanto, de pequeno interesse prático.

Para melhorar a relação tenacidade-resistência, os aços temperados são normalmente submetidos ao tratamento de revenido. O intuito do revenido é permitir que processos de difusão produzam uma estrutura menos frágil. As alterações estruturais que ocorrem durante o revenido são complexas, e dependem da temperatura selecionada. É comum agrupar as reações que ocorrem durante o revenido em cinco categorias, denominadas de os **cinco estágios do revenido**. A faixa de temperatura compreendida em cada estágio é função da composição química do aço. Em certas faixas de temperatura, as alterações estruturais são extremamente prejudiciais, acarretando numa drástica redução da tenacidade. Isto implica que, a temperatura de revenido deve ser cuidadosamente selecionada de modo a possibilitar um valor ótimo da relação tenacidade-resistência.

No presente trabalho, foram empregadas várias temperaturas de revenido, de 473 a 823 K. As variações das propriedades mecânicas em função da temperatura de revenido estão mostradas nas tabelas 3.1 a 3.7 e figuras 3.1 a 3.7. A análise destas figuras revela que o efeito da temperatura de revenido sobre as distintas propriedades é diferenciado.

A dureza (Tabela 3.1 e Figura 3.1) diminui continuamente com o aumento da temperatura de revenido, indicando que a matriz amolece com o aumento dessa temperatura. O limite de resistência (Tabela 3.2 e Figura 3.2) e o coeficiente de encruamento (Tabela 3.5 e Figura 3.5) apresentam comportamento análogo ao da dureza. O limite de escoamento (Tabela 3.3 e Figura 3.3) é baixo na condição como-temperada, aumenta inicialmente com a temperatura de revenido e depois diminui.

Estudos [5] em aços bifásicos mostraram que o σ_e muito baixo na condição como-temperada é devido às tensões residuais e à alta mobilidade das discordâncias na martensita (motivado pela acomodação de volume da transformação austenita→martensita). Estes dois fatores foram responsabilizados pela primeira deformação plástica detectável. É possível também que os mesmos fatores sejam responsáveis pelo baixo valor do σ_e apresentado pelo aço 300M, na condição como-temperada. Todavia, o aumento de σ_e nos estágios iniciais do revenido também tem sido associado com a precipitação do carboneto- ϵ [6, 7].

Por causa do amolecimento da matriz (diminuição da dureza), com o aumento da temperatura de revenido, era de se esperar que a ductilidade ($\varphi\%$) e a tenacidade à fratura também aumentassem continuamente com essa temperatura. Entretanto, ambas as propriedades apresentaram um comportamento anormal em função da temperatura de revenido.

A ductilidade (Tabela 3.4 e Figura 3.4), com o aumento da temperatura de revenido, inicialmente aumenta, depois diminui, e posteriormente torna a aumentar. A tenacidade à fratura (Tabelas 3.6 e 3.7, e Figuras 3.6 e 3.7) apresenta comportamento semelhante, porém, o efeito é mais pronunciado para o aço austenitizado a alta temperatura (1373 K).

A tenacidade à fratura (K_{IC}) do aço austenitizado a 1143 K, aumenta de maneira muito gradual com a temperatura de revenido. Ao redor de 703 K aparece uma selha muito superficial (quase imperceptível). Os valores de K_{IC} permanecem praticamente constantes na faixa de revenido compreendida entre 473 K a 703 K. Acima dessa faixa de temperatura, K_{IC} aumenta rapidamente. **(É interessante comparar o comportamento de K_{IC} (Figura 3.7) com o da ductilidade (Figura 3.4). A selha é melhor definida na Figura 3.4).** Em contraste, quando a austenitização é praticada a 1373 K, a tenacidade à fratura (K_{IC}) aumenta rapidamente com a temperatura de revenido - até próximo de 550 K -, e então, declina agudamente até alcançar um valor mínimo, próximo de 703 K. Posteriormente a tenacidade à fratura torna a aumentar com a temperatura de revenido. O resultado é uma selha de K_{IC} muito profunda ($\approx 20 \text{ MPa.m}^{1/2}$). Este efeito da temperatura

de austenitização sobre a profundidade da selha de K_{IC} já foi comprovada por vários pesquisadores [1, 2, 7, 8].

O mecanismo de fratura que operou na região de fragilização (mínima tenacidade à fratura) foi determinado através da análise das superfícies de fratura dos corpos de prova de tenacidade à fratura e de tração.

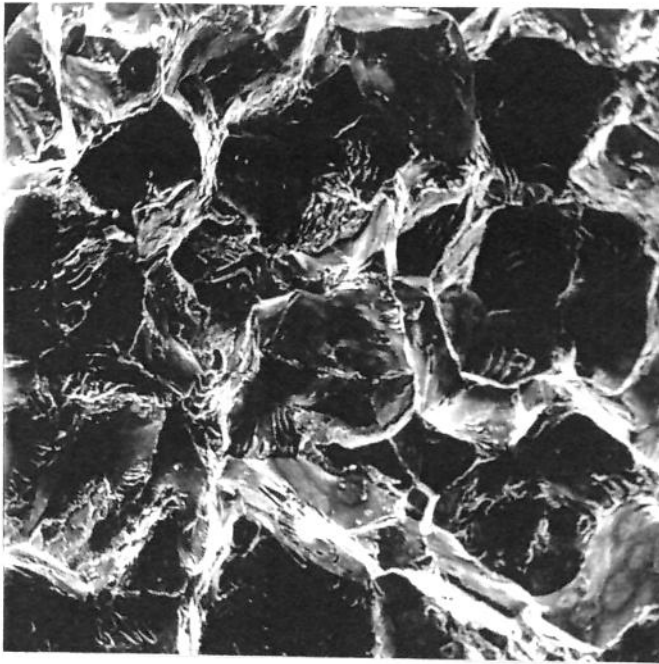
A análise fractográfica mostrou que nos corpos de prova austenitizados a 1373 K, a fragilização foi acompanhada por uma alteração no modo de fratura - de essencialmente por microcavidades, para fratura intergranular. Todavia, além da fratura intergranular, foram observadas também algumas facetas de clivagem e regiões de microcavidades, porém, em ambos os casos, em pequena quantidade. A alteração no modo de fratura foi observada tanto na superfície de fratura dos corpos de prova de tenacidade à fratura (Figura 6.4) como nos de tração (Figura 6.5). O fato do micromecanismo de fratura ser essencialmente intergranular, na condição revenida a 703 K (aust. 1373 K), explica a queda acentuada da tenacidade à fratura (Figura 3.7) e também a expressiva redução da ductilidade (Figura 3.4).

Nos corpos de prova de tenacidade à fratura austenitizados a 1143K, a alteração do modo de fratura não foi tão drástica. Na região de fragilização máxima, o modo de fratura foi misto, consistindo de microcavidades, clivagem e fratura intergranular. O modo de fratura predominante foi por microcavidades, entretanto, a área ocupada pelas facetas de clivagem e fratura intergranular, foi relativamente significativa (Figura 6.6). A Figura 6.7 mostra a superfície de fratura dos corpos de prova de tração. Neste caso, é evidente a predominância de fratura por microcavidades (região central). A selha superficial de K_{IC} , para a austenitização 1143 K, poderia ser atribuída exatamente ao fato da fratura intergranular ocorrer em menor escala. O fato da selha de K_{IC} ser superficial, poderia também sugerir que o processo de fragilização foi pouco acentuado. Contudo, é interessante confrontar o comportamento da curva de K_{IC} (Figura 3.7) com a curva de dureza (Figura 3.1). Com o aumento da temperatura de revenido, na faixa 473 K a 703 K, a dureza diminui continuamente, enquanto que, a tenacidade à fratura permanece praticamente constante nessa faixa de temperatura. A redução de dureza indica que a matriz amolece com o aumento da temperatura de revenido. Era de se esperar,

portanto, um aumento proporcional da tenacidade à fratura; o que não ocorreu. Assim, apesar da selha de energia ser superficial, a estagnação do valor de tenacidade (patamar) com o aumento da temperatura de revenido pode ser interpretado como um indicador claro de fragilização. Contudo, vale ressaltar que, geralmente este patamar de tenacidade (ausência da selha) é interpretado como um indicador de ausência de fragilização. Na verdade, esse fenômeno de fragilização associado com o revenido - caracterizado pela redução da tenacidade e/ou ductilidade - apesar de ser conhecido já há muito tempo, ainda hoje, é intensamente estudado e objeto de grandes controvérsias.

Este fenômeno de fragilização se constitui num sério problema. Devido à queda acentuada da tenacidade, a faixa de manipulação (faixa em que o revenido pode ser praticado) dos aços de ultra-alta resistência fica inteiramente limitada. Isto se constitui na principal limitação para otimizar a relação tenacidade-resistência dos aços temperados e revenidos. Visto que, para escapar da fragilização os aços devem ser revenidos a temperaturas muito baixas ou muito altas. Portanto, o entendimento desse fenômeno é de fundamental importância para tentar eliminá-lo ou minimizá-lo.

FOTO Nº 012009



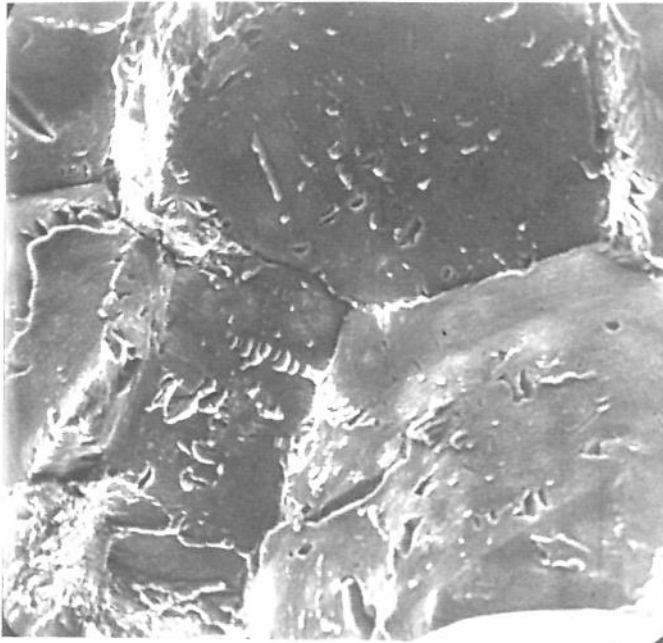
AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

200 x

50µm

(a)

FOTO Nº 012109



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

500 x

20µm

(b)

Figura 6.4. Aspecto da superfície de fratura de um corpo de prova de tenacidade à fratura
- fratura intergranular.

FOTO Nº 280624



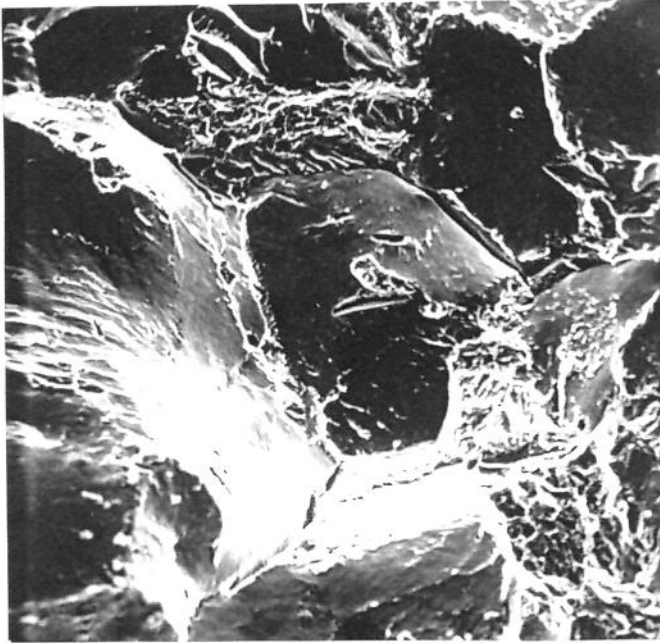
AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

24 x

417µm

(a)

FOTO Nº 280824



AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

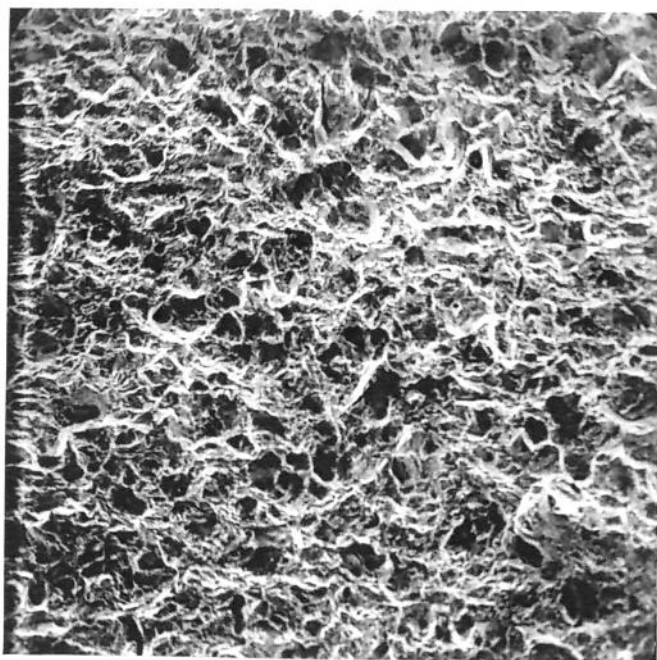
600 x

17µm

(b)

Figura 6.5. Aspecto da superfície de fratura de um corpo de prova de tração - fratura intergranular na região central do corpo de prova(Fig. 6.5.a).

FOTO Nº 113119



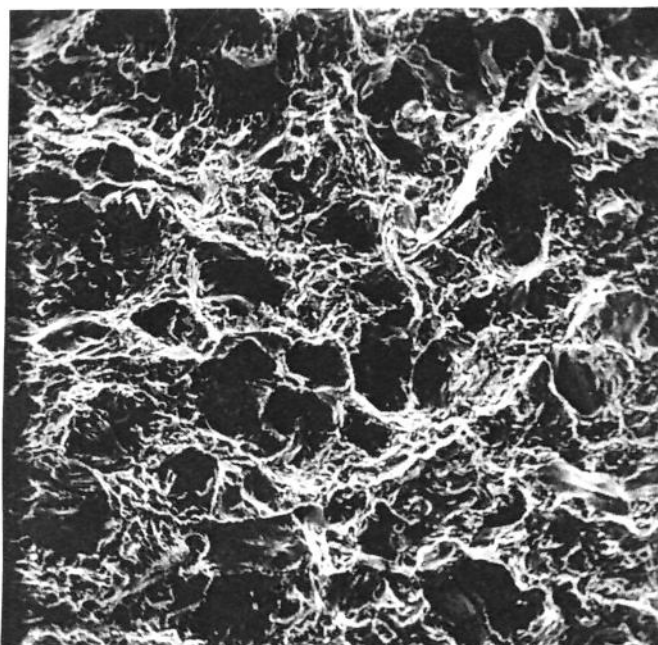
AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

130 x

77µm

(a)

FOTO Nº 113419



AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

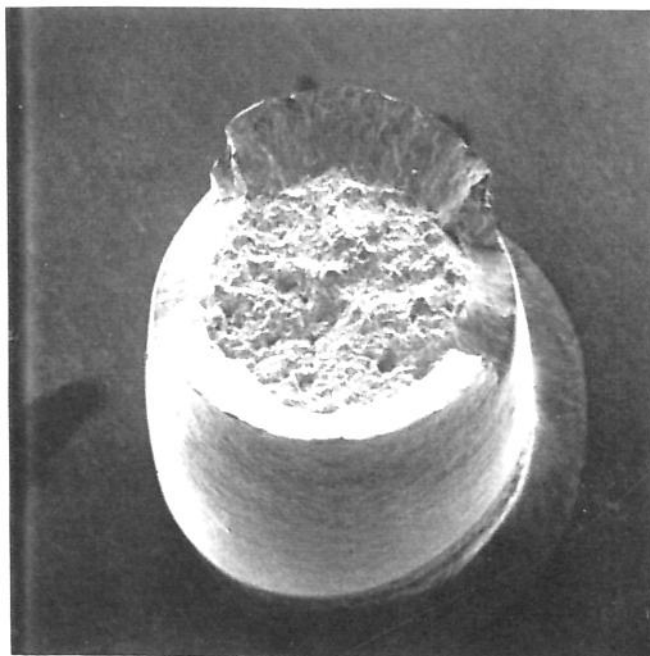
350 x

29µm

(b)

Figura 6.6. Aspecto da superfície de fratura de um corpo de prova de tenacidade à fratura - modo misto de fratura.

FOTO Nº 162104



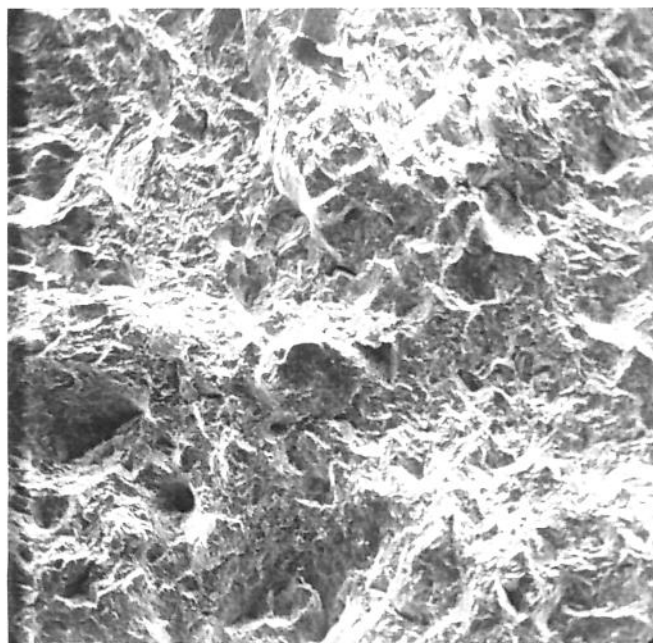
AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

20 x

500µm

(a)

FOTO Nº 162304



AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

100 x

100µm

(b)

Figura 6.7. Aspecto da superfície de fratura de um corpo de prova de tração - modo misto de fratura.

6.2. Tipos de Fragilização pelo Revenido

O primeiro relato histórico do fenômeno de fragilização pelo revenido data de 1883; quando ferreiros observaram que alguns aços que tinham sido resfriados em água, após o revenido, escaparam da fragilização. Contudo, o primeiro artigo sobre o assunto foi escrito por Brearley, em 1917 [9]. O interesse mais intenso por este fenômeno ocorreu por volta de 1930; quando então, foi circunstancialmente associado à susceptibilidade de certos aços à fratura prematura, com a presença de certas impurezas nos contornos de grão [10]. Desde então, a fragilização pelo revenido dos aços tem sido intensamente estudada, sobretudo a partir dos anos 50 [6-23].

Existem dois fenômenos distintos de fragilização associadas com o revenido, ou seja, dois diferentes tipos de fragilização pelo revenido. Por isso, historicamente, as pesquisas sobre o assunto têm sido divididas em duas áreas de estudo [11, 12, 21-23]. Dependendo do ciclo térmico em que o aço é submetido, o fenômeno de fragilização recebe diferentes designações. A Figura 6.8 mostra os ciclos de aquecimento que caracterizam estes dois tipos de fragilização pelo revenido.

Um dos tipos de fragilização, tradicionalmente chamado de **fragilização a 350 °C**, ocorre em aços com σ_e relativamente alto - quando a martensita é revenida a baixa temperatura. Devido à fragilização ocorrer após um simples tratamento de revenido da martensita, o fenômeno tem sido designado de **fragilização da martensita revenida - FMR**, e mais recentemente de **primeiro estágio de fragilização pelo revenido**.

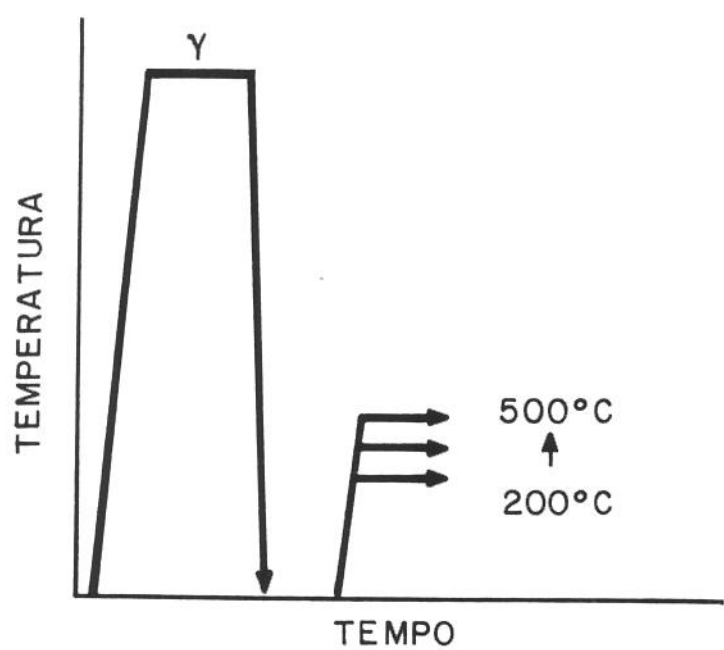
O outro tipo de fragilização, tradicionalmente chamado de **fragilização pelo revenido reversível**, ocorre em aços com σ_e muito baixo. Isto, como o resultado de um revenido da martensita a alta temperatura, onde se observa a reação de decomposição martensita $\rightarrow$ ferrita + cementita. Este tipo de fragilização ocorre quando o aço é submetido a um tratamento isotérmico de envelhecimento, próximo de 500 °C, ou quando o aço é resfriado lentamente através da faixa de temperatura de fragilização,

durante o revenido. Devido à natureza desse fenômeno - ocorrer numa faixa de temperatura mais elevada - ele tem sido designado de **segundo estágio de fragilização pelo revenido**.

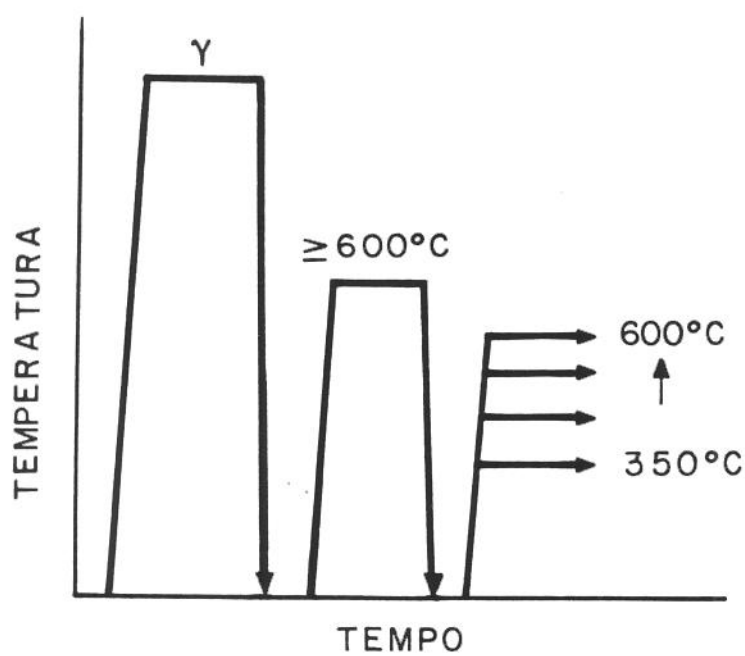
Apesar das diferenças mencionadas, em muitas situações, as causas que conduzem a estes dois tipos de fragilização pelo revenido são semelhantes. Todavia, a tendência é tratá-los como fenômenos distintos.

Sendo assim, no presente trabalho, apenas o fenômeno de fragilização da martensita revenida (FMR) foi importante. Aliás, é bem conhecido que, aços martensíticos de ultra-alta resistência e baixa liga - tratados termicamente para alcançarem uma combinação ótima de resistência, ductilidade e tenacidade - são susceptíveis à FMR [1, 2, 7, 8]. Este tipo de fragilização ocorre após a têmpera, quando a martensita é revenida por um curto período de tempo (1h ou 2h), a uma temperatura relativamente baixa ($< 400\text{ }^{\circ}\text{C}$). **(A temperatura de máxima fragilização depende da composição química do aço - veja seção 6.5).**

Embora as características da FMR sejam conhecidas há várias décadas, o mecanismo que conduz à fragilização ainda não está completamente entendido. Todavia, nos últimos 40 anos, apesar das controvérsias, inegáveis avanços foram alcançados na compreensão do fenômeno.



(a)



(b)

Figura 6.8 Esquema dos tratamentos térmicos envolvidos na fragilização pelo revenido; (a) primeiro estágio de fragilização, (b) segundo estágio de fragilização [23].

6.3. Micromecanismos de Fratura Associados com a FMR

Historicamente, os indicadores característicos da fragilização da martensita revenida são:

- diminuição da tenacidade [11, 23, 25];
- aumento da temperatura de transição dúctil-frágil [23-25];
- ocorrência de fratura intergranular [23, 25].

Normalmente, a FMR é determinada pela plotagem desses indicadores em função da temperatura de revenido. De modo que, a configuração mostrada na Figura 6.9 é normalmente utilizada para caracterizar o fenômeno da FMR. Nesta figura, o fenômeno de fragilização, delineado pela diminuição da energia Charpy, aparece como uma selha de energia - cuja profundidade pode ser utilizada para conceituar o grau de fragilização. A temperatura de transição dúctil-frágil atinge um valor máximo na mesma faixa de temperatura em que se observa a mínima tenacidade. A diminuição da energia Charpy e o aumento da temperatura de transição coincidem com a predominância do modo de fratura intergranular. A maior porcentagem de fratura intergranular ocorre no ponto correspondente ao mínimo da tenacidade.

Todavia, baseado em novas informações sobre a FMR, a Figura 6.9 como um todo, reflete apenas um tipo de FMR, ou melhor, um mecanismo específico de fragilização. A redução de tenacidade, o aumento da temperatura de transição dúctil-frágil e a ocorrência de fratura intergranular são indicadores inquestionáveis da FMR. Porém, a fratura intergranular não é pré-requisito para a ocorrência do fenômeno. Apesar da FMR estar tradicionalmente associada com o aumento da incidência de fratura intergranular, cabe observar que, estudos têm mostrado que o micromecanismo de fratura associado com FMR nem sempre é intergranular. Outros micromecanismos de fratura também podem operar neste processo de fragilização, tais como clivagem [26], quase-clivagem [27], microcavidades [8], e modo misto de fratura [26]. Diante de tais evidências,

a fragilização da martensita revenida, de acordo com o caminho seguido pela trinca, pode ser classificada em: intergranular ou transgranular.

A FMR-intergranular é mais facilmente ativada quando agentes fragilizantes estão presentes nos contornos de grão, e a tenacidade à fratura da matriz é relativamente alta. Para se entender melhor esse fenômeno, é interessante desmembrar a tenacidade à fratura do aço em duas componentes: a tenacidade à fratura da matriz (K_M) e a tenacidade à fratura dos contornos de grão (K_G). Com o aumento da temperatura de revenido, a matriz amolece e, portanto, a sua tenacidade à fratura (K_M) deve aumentar. Por outro lado, com o aumento dessa temperatura, podem ocorrer importantes alterações nos contornos de grão, que acarretam uma acentuada fragilização dessa região. Uma trinca se propaga sempre pelo caminho mais fácil. Se o evento da fragilização conduz à condição $K_M > K_G$, o resultado será uma alteração drástica no micromecanismo de fragilização. A fratura passará a ser intergranular. Todavia, não necessariamente os agentes fragilizantes, decorrentes do revenido, incidem apenas nos contornos de grão. Eles podem ocorrer também no interior do grão. Neste caso, se $K_G > K_M$ a FMR ocorrerá de maneira transgranular.

O tipo de micromecanismo de fratura que irá operar depende de diversos fatores, entre os quais a composição química do aço. A FMR-transgranular tem sido observada geralmente em aços de alta pureza [27-30], enquanto que, a FMR-intergranular ocorre mais frequentemente em aços de pureza comercial [25, 29, 31-37].

A rota seguida pela trinca, intergranular ou transgranular, depende, entre outras coisas, da localização dos agentes fragilizantes. Estudos recentes sobre a FMR têm sugerido que tanto a FMR-intergranular como a transgranular, são controladas pelo escoamento plástico [38] ou pela tenacidade intrínseca da matriz [39, 40]. Como será discutido na próxima seção, existem alguns fatores que podem interferir no caminho de propagação de uma trinca. É possível que grande parte das controvérsias sobre o modo de fratura que opera na FMR, se deva a diferentes níveis de influência desses fatores.

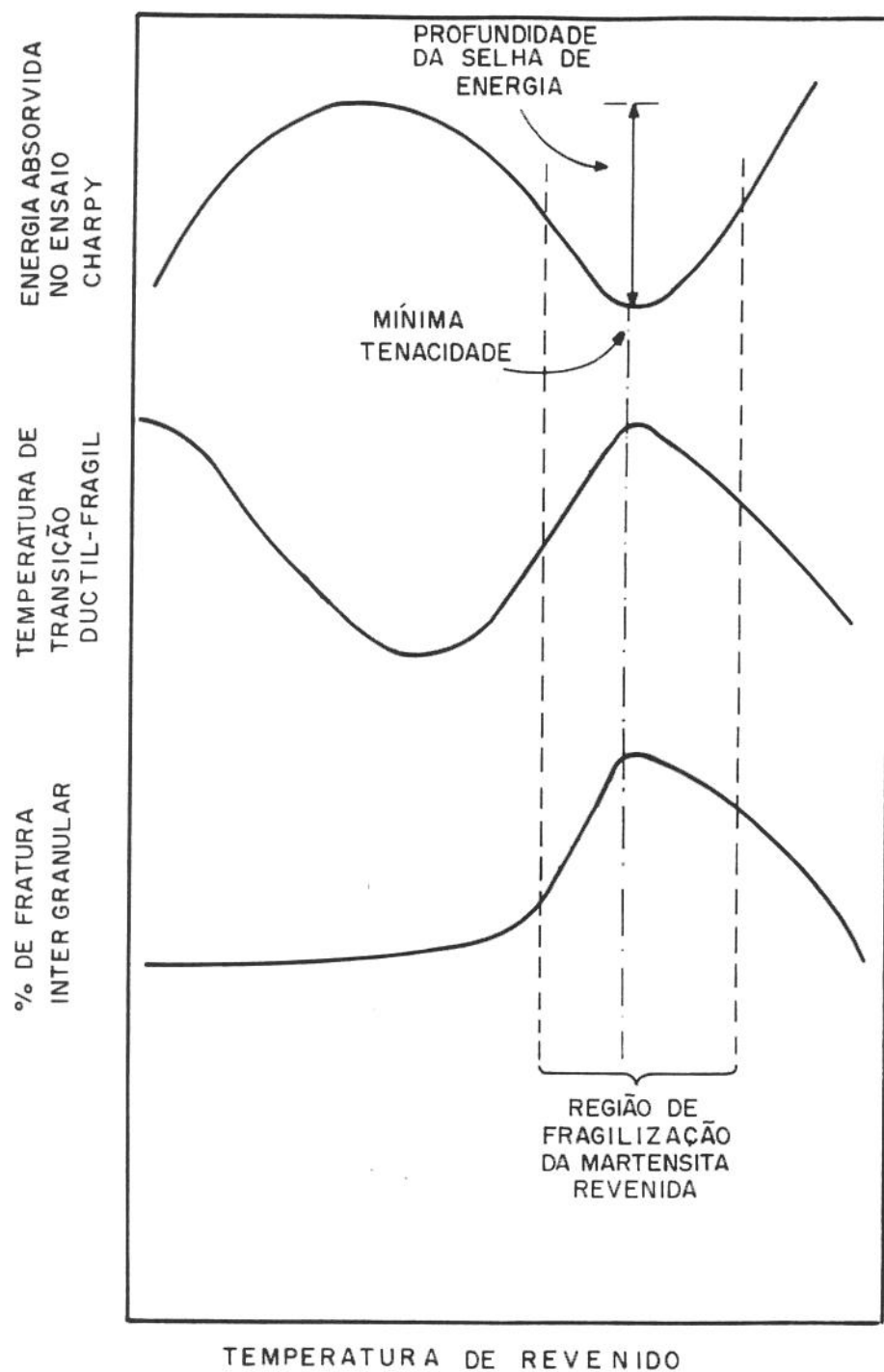


Figura 6.9 Comportamento típico da energia Charpy, temperatura de transição e porcentagem de fratura intergranular, em função da temperatura de revenido.

6.4. Fatores que Interferem no Caminho de Propagação de uma Trinca

Está bem documentado na literatura [8, 12-23, 25, 29, 31-37] que a fratura frágil intergranular é mais propensa a ocorrer quando certos agentes fragilizantes estão presentes nos contornos de grão. Esses agentes fragilizantes, são locais preferenciais para nucleação e propagação de trincas. Eles podem ser considerados como trincas “latentes”. Assim, o requisito fundamental para a ocorrência de FMR-intergranular, é a presença de agentes fragilizantes nos contornos de grão.

Todavia, a despeito dos agentes fragilizantes, alguns fatores podem amplificar ou atenuar - as vezes de maneira acentuada - o efeito dos agentes fragilizantes. Os principais fatores que têm sido apontados como controladores da quantidade de fratura intergranular são:

- temperatura de ensaio [25, 31, 40, 41];
- tamanho da zona plástica [8, 42, 43];
- tamanho de grão [25, 29, 31-33];
- “design” do grão [44-47].

6.4.1. Temperatura de ensaio

Se a temperatura de ensaio é baixa, a tenacidade da matriz (K_M) é reduzida, visto que, a deformação plástica fica mais reprimida. Torna-se mais difícil relaxar as tensões concentradas no interior do grão (deslizamento cruzado). Assim, se K_M sofre uma redução pronunciada, aumenta a probabilidade de ocorrência de fratura frágil transgranular.

Foi observado, em aços ao Si [40, 41], que a quantidade de fratura frágil transgranular por clivagem aumentou e a de fratura intergranular diminuiu com a temperatura de ensaio.

Evidentemente, se a quantidade de agentes fragilizantes, presentes nos contornos de grão, for considerável, K_G será muito baixo. Isto significa que, a FMR-intergranular pode ocorrer em um aço com K_M relativamente baixa, se a quantidade de agentes fragilizantes for suficientemente alta [25].

Todavia, o efeito da temperatura de ensaio sobre o modo de fratura é muito mais complexo, e não fica restrito apenas às situações citadas. Há registros [25, 40] de aços que fraturam de modo transgranular à temperatura ambiente e experimentam uma mudança de modo de fratura, para intergranular, quando a temperatura de ensaio é reduzida.

Kwon [25] observou que um aço 4340, austenitizado a 870 °C e revenido a 300 °C, fraturou essencialmente por microcavidades à temperatura ambiente, porém, a -196 °C grandes áreas de fratura intergranular estavam presentes sobre a superfície de fratura. Kwon [40] observou também efeito semelhante em um aço-Ni revenido a 400 °C.

Foi sugerido que os diferentes efeitos da temperatura, sobre o comportamento à fratura dos aços, decorrem da variação intrínseca da tenacidade da matriz - motivada pelos elementos de liga presentes. Os elementos de liga podem alterar a tenacidade da matriz através da modificação da composição da martensita, bem como pelas modificações microestruturais.

Kwon [40] acredita que o Si deteriora K_M , tornando relativamente mais fácil a ocorrência de fratura por clivagem, com a diminuição da temperatura. Por outro lado, o Ni, por melhorar consideravelmente K_M , dificulta a ocorrência de clivagem mesmo com a diminuição acentuada da temperatura. Neste caso, o comportamento plástico da matriz contribui para amplificar o efeito dos agentes fragilizantes (carbonetos e impurezas). Como o escoamento plástico é reduzido, com a diminuição da temperatura, torna-se mais difícil relaxar a concentração de tensões, resultante do empilhamento de

discordâncias nos contornos de grão. Assim, devido ao aumento da susceptibilidade a concentração de tensões, a fratura frágil intergranular pode ser mais facilmente ativada.

6.4.2. Tamanho da zona plástica

O tamanho da zona plástica, na ponta de uma trinca ou entalhe, pode exercer um efeito muito interessante sobre o micromecanismo de fratura.

Para que a fratura intergranular seja ativada, os contornos de grão precisam ser tracionados. Assim, o modo pelo qual o campo de tensões à frente de uma trinca, envolve os contornos de grão, é um aspecto muito importante. Os contornos de grão podem ser mais, ou menos, tracionados dependendo da relação dimensional entre o tamanho da zona plástica e o tamanho de grão. Quando a zona plástica é muito pequena, menor do que o tamanho de grão, a ocorrência de fratura frágil intergranular fica dificultada. Por outro lado, quando a zona plástica é maior do que o tamanho de grão, aumenta a probabilidade de fratura intergranular. Existem evidências experimentais de que realmente o tamanho da zona plástica pode interferir no modo de fratura microscópico.

Ravichandran et al [42, 43], estudando a superfície de fratura por fadiga, de aços, observou que a quantidade de fratura intergranular atinge um valor máximo, quando o tamanho da zona plástica cíclica é da mesma ordem de grandeza do tamanho de grão. Esta constatação é importante porque revela que o modo de fratura pode sofrer alterações durante a propagação de uma trinca. E , esse fato, precisa ser considerado durante a análise fractográfica.

Lee [8], trabalhando com um aço 4340, austenitizado a 870 °C e revenido na faixa de FMR, constatou que a selha de K_{IC} foi muito superficial, enquanto que a selha de energia Charpy foi mais profunda. A análise fractográfica revelou que na superfície de fratura dos corpos de prova Charpy, havia uma grande quantidade de fratura intergranular, porém, nos corpos de prova de K_{IC} não foi observado qualquer evidência de fratura intergranular, na zona de iniciação de fratura próximo da ponta da trinca. Este

efeito diferenciado sobre o modo de fratura, pode ser decorrente do efeito exercido pela ponta do entalhe. Os ensaios de tenacidade à fratura e Charpy, são realizados na presença de uma trinca aguda e entalhe arredondado, respectivamente. O raio de ponta do entalhe interfere no tamanho da zona plástica (veja Capítulo 7) e, conseqüentemente, na dimensão do campo de tensões na região de origem da fratura (ponta do entalhe). O tamanho da zona plástica é proporcional ao raio de ponta de entalhe. Portanto, a fratura intergranular tende a ocorrer preferencialmente na presença de um entalhe arredondado (Charpy) do que no caso de uma trinca aguda (K_{IC}).

6.4.3. Tamanho de grão

A correlação entre o tamanho de grão e a porcentagem de fratura intergranular é um assunto que sempre recebe muita atenção. Normalmente, assume-se que a quantidade de fratura intergranular aumenta com o tamanho de grão [25, 29, 31-33]. No presente trabalho, a incidência de fratura intergranular também foi proporcional ao tamanho de grão.

Muitas vezes, este efeito tem sido explicado considerando apenas a influência que o tamanho de grão exerce sobre o escoamento plástico da matriz.

O comportamento demonstrado pelo aço 300M pode ser utilizado para exemplificar o suposto efeito. Com o aumento da temperatura de revenido, diminuem os valores da dureza (Figura 3.1), do limite de escoamento (Figura 3.3) e do coeficiente de encruamento (Figura 3.5). Conseqüentemente, devido ao amolecimento da matriz, o escoamento plástico no interior do grão pode ocorrer mais facilmente (alta mobilidade das discordâncias). Assim, a tensão de cisalhamento que atua no plano de deslizamento força as discordâncias a se empilharem nos contornos de grão, gerando então, uma concentração de tensões nessa região. Todavia, como o empilhamento de discordâncias tende a ser proporcional ao tamanho de grão, a concentração de tensões tenderá a ser maior num material de granulometria grosseira. E, quanto mais elevada a concentração de tensões, mais facilmente pode ser ativada a fratura intergranular. Portanto, segundo esta

abordagem, quanto maior for o tamanho de grão, mais facilmente ocorrerá fratura intergranular, devido ao mecanismo de deslizamento planar.

Ainda que, esta análise esteja de acordo com o comportamento demonstrado pelo aço 300M, existem dois aspectos que não estão suficientemente esclarecidos. Primeiro, a extensão do empilhamento de discordâncias é proporcional ao tamanho de grão apenas em sistemas metálicos simples, onde o contorno de grão é praticamente o único agente bloqueador de discordâncias. Em um sistema complexo, como um aço de ultra-alta resistência temperado e revenido, existem vários agentes bloqueadores de discordâncias dispersos no interior do grão da austenita prévia. De modo que, o empilhamento de discordâncias não é diretamente proporcional ao tamanho de grão. Segundo, o tamanho de grão resulta da temperatura de austenitização empregada. Além do tamanho de grão, essa temperatura interfere na quantidade de impurezas segregadas, na quantidade e localização da austenita retida, na estrutura do contorno de grão, e outros. Como é muito difícil isolar esses efeitos, não é certo que o tamanho de grão exerça o efeito predominante sobre a quantidade de fratura intergranular. Por isso, aparentemente, é mais apropriado associar a quantidade de fratura intergranular com a temperatura de austenitização e não com o tamanho de grão.

6.4.4. “Design” do contorno de grão

A estrutura do contorno de grão tem sido objeto de estudos. Foi comprovado que impurezas [46], taxa de resfriamento [44], e processos de fabricação [47], podem interferir na configuração dessa estrutura. Mais recentemente, alguns pesquisadores [45, 47] vêm considerando a fratura intergranular como uma consequência da estrutura do contorno de grão. De acordo com essa abordagem, a fratura intergranular está mais intimamente ligada à estrutura do contorno de grão do que propriamente ao tamanho de grão.

Quando uma trinca propaga-se sobre contornos de grão de baixa resistência coesiva, o modo de fratura resultante é intergranular. A tenacidade tende a ser

baixa devido à alta fragilidade do material. Contudo, existem alguns aspectos relacionados aos contornos de grão que podem dificultar a propagação intergranular de uma trinca.

Certos contornos de grão, com determinadas características específicas, oferecem maior resistência à propagação de trinca intergranular. Aumentando-se a frequência desses contornos de grão num material, pode-se interromper a propagação de uma trinca ao longo dos contornos de grão (caminhos frágeis) e, deste modo, aumentar a tenacidade (atenuar a fragilização).

Lim e Watanabe [47], discutiram a perspectiva para se evitar a ocorrência de fratura intergranular através do “design” adequado dos contornos de grão. Eles argumentaram que a resistência à fratura intergranular pode ser melhorada através do controle dos seguintes parâmetros:

- distribuição característica dos contornos de grão (DCCG);
- razão de forma do grão (RFG).

• **Distribuição característica dos contornos de grão**

O caminho seguido por uma trinca, intergranular ou transgranular, é determinado pela rota mais favorável à fratura. Todavia, além da localização dos agentes fragilizantes, o caminho seguido pela trinca depende também do nível de sollicitação imposto a cada rota. Para propagação intergranular, os contornos de grão precisam ser tracionados. Assim, a rota de propagação de uma trinca é função do tipo de contorno de grão que está a sua frente. Visto que, o nível de sollicitação depende de como os contornos de grão (facetas) estão orientados em relação ao eixo de tração.

Para ilustrar, considere a Figura 6.10, a qual mostra um grão cristalino multifacetado com um carregamento axial colocado ao longo de um de seus eixos. Tomando como referência o eixo de tração, pode-se identificar três tipos de facetas: facetas transversais (FT), facetas longitudinais (FL) e facetas inclinadas (FI). As facetas transversais experimentam grandes tensões normais. Por outro lado, as facetas longitudinais não experimentam grandes tensões normais e, portanto, são menos propensas à fratura intergranular, independentemente do caráter frágil dos contornos de grão. As

facetas inclinadas, por sua vez, podem ser decompostas em facetas transversais e facetas longitudinais. De modo que, a propensão das facetas inclinadas para fratura intergranular irá depender da fração correspondente a FT. Quando a fração total da área ocupada pelas facetas longitudinais é alta, torna-se mais difícil a ocorrência de fratura intergranular.

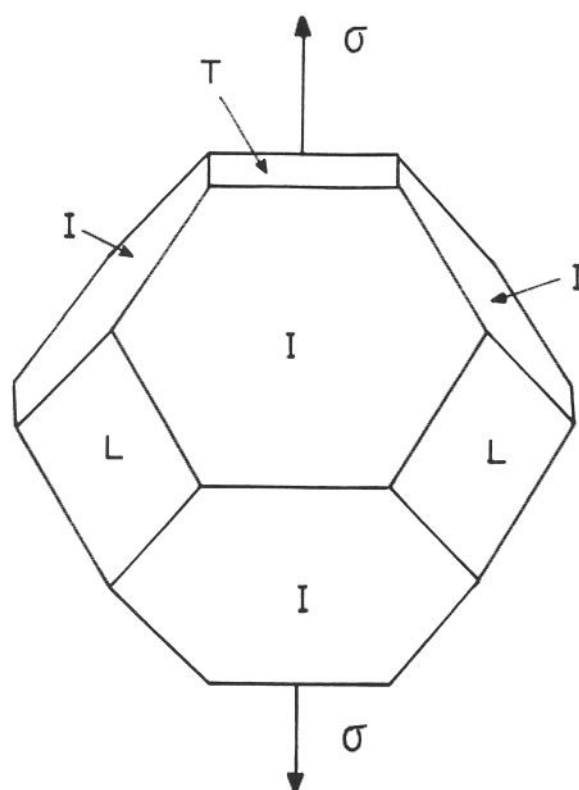
Em suma, em materiais propensos à fratura frágil intergranular, a tenacidade pode ser melhorada através da manipulação adequada da distribuição característica dos contornos de grão. Aumentando-se a frequência dos contornos de grão de configuração benéfica melhora-se a resistência à fratura intergranular do material.

- **Razão de forma do grão**

A razão de forma do grão, RFG (Figura 6.11), pode interferir tanto na tenacidade como no modo de fratura de um material. Geralmente, a tenacidade aumenta com RFG. Isto significa que, se um material apresentar uma estrutura com grãos alongados (RFG elevada), e estes, por sua vez, estiverem orientados paralelamente com o eixo de tração, a fratura intergranular pode ser evitada ou minimizada. Pois, neste caso, a propagação de trinca intergranular torna-se mais difícil devido à morfologia apresentada pelo grão.

Portanto, se um material for processado de modo a majorar a presença de contornos de grão com uma configuração específica, ao invés de aleatória, o efeito sobre a tenacidade pode ser benéfico. Quando DCCG e RFG são favoráveis, a trinca é forçada a se propagar de maneira transgranular, evitando, assim, o caminho frágil pelos contornos de grão. O que, sem dúvida, se constitui numa maneira eficaz de produzir uma melhora adicional de tenacidade.

Um material processado sem o controle de DCCG e RFG possui contornos de grão com diferentes configurações. Todavia, dependendo do processo de fabricação, a distribuição dos contornos de grão pode não ser aleatória. Por exemplo: um material submetido a um processamento termomecânico pode ter predominância de uma determinada textura, dependendo dos níveis de deformação e recristalização.



TIPOS DE FACETAS

- T - transversal
- L - longitudinal
- I - inclinada

Figura 6.10. Geometria de um grão cristalino

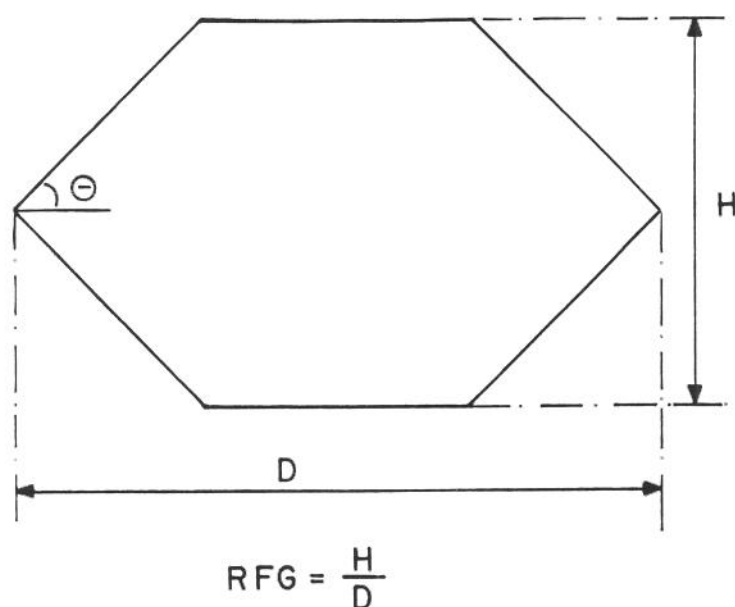


Figura 6.11. Razão de forma do grão (RFG).

Como os processos de fabricação interferem na morfologia dos contornos de grão, é possível que o modo de fratura associado com a FMR, em muitos trabalhos, não seja apenas o resultado da localização dos agentes fragilizantes.

Outro aspecto interessante diz respeito à temperatura de tratamento. Foi informado que a quantidade de contornos resistentes à fratura intergranular diminui com o aumento da temperatura de austenitização [47]. Desta forma, pode ser que as quantidades diferenciadas de fratura intergranular observadas no aço 300M, quando austenitizado a baixa ou alta temperatura, estejam intimamente ligadas ao tipo de contorno de grão que prevaleceu em cada estrutura.

6.5. Causas da Fragilização da Martensita Revenida

O problema metalúrgico de fragilização da martensita revenida (FMR), apesar de ser antigo, ainda hoje é assunto de grande interesse. Durante um certo período, foi muito comum atribuir-se a FMR apenas à segregação de impurezas nos contornos de grão. Todavia, foi comprovado que a FMR pode ocorrer mesmo em ligas de alta pureza fundidas a vácuo [27-30], assim, este fenômeno de fragilização não pode ser considerado como sendo essencialmente controlado pela segregação de impurezas. A propagação de trinca associada à FMR pode ser transgranular ou intergranular (Figura 6.12).

As causas da FMR têm sido muito estudadas [6-8, 25-41, 48-62]. As pesquisas têm abordado os efeitos da composição química, dos tratamentos térmicos e da microestrutura sobre o comportamento à fratura dos aços. Porém, existe grande controvérsia sobre o mecanismo que conduz à FMR. Vários modelos foram propostos para tentar fornecer uma explicação convincente para o fenômeno da FMR. As principais causas apontadas como responsáveis pela ocorrência da FMR estão mostradas na Tabela 6.1. Como será demonstrado ao longo da seção, existe correlação entre algumas causas.

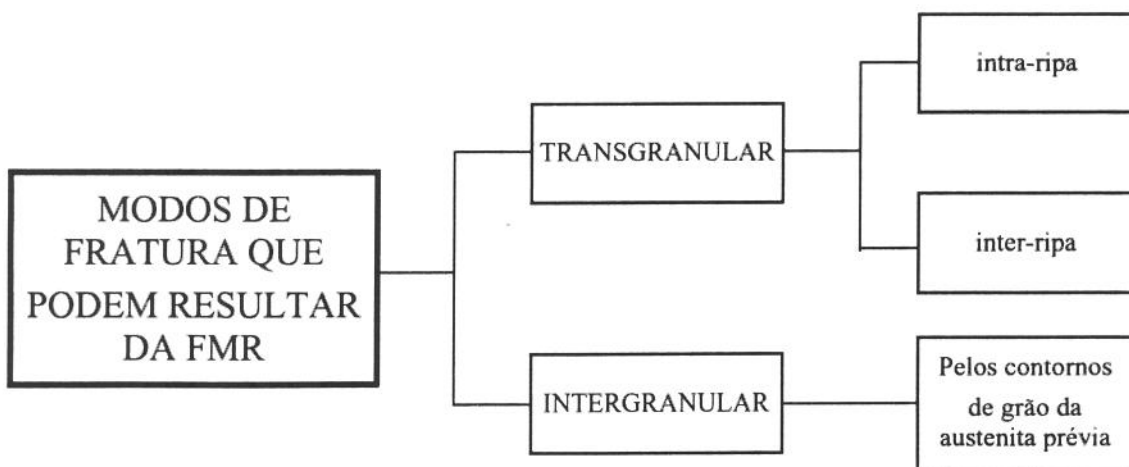


Figura 6.12. Possíveis caminhos de propagação de trinca nos aços de ultra-alta resistência, decorrentes da FMR.

Tabela 6.1. Agentes e causas da fragilização da martensita revenida.

AGENTE	CAUSA	REFERÊNCIAS
IMPUREZAS	Segregação de impurezas nos contornos de grão da austenita prévia	[8, 23, 29, 31-34, 39-41, 48-52]
CARBONETO DE FERRO (Fe ₃ C)	Precipitação de filmes alongados de cementita nos contornos de ripa e/ou nos contornos de grão	[7, 25, 26, 29, 36-41, 53, 54]
	Precipitação de partículas de carbonetos intra-ripa	[8, 32, 56-60]
AUSTENITA	Decomposição térmica da austenita retida e subsequente precipitação de filmes de cementita	[6, 26, 27, 29, 61, 62]
RETIDA	Transformação mecânica da austenita retida em martensita não-revenida	[26]

6.5.1. FMR associada com a segregação de impurezas

Vários pesquisadores [23, 29, 31-34, 48-52] têm focado a segregação de impurezas nos contornos de grão, como um fator muito importante para a ocorrência do fenômeno de fragilização da martensita revenida. Isto por causa da grande quantidade de fratura intergranular que às vezes acompanha a FMR. Como os contornos são regiões de desajuste entre os grãos, é de se esperar que o movimento de átomos de impurezas ao longo dos contornos de grão ocorra com bastante facilidade. Por isso, existe uma grande preocupação em elucidar o efeito da segregação de impurezas sobre a fratura [10, 63-72].

Banerji [31] demonstrou de maneira muito convincente a importância da segregação de impurezas sobre a FMR. Este pesquisador, utilizando aços do tipo 4340, com diferentes níveis de pureza, comprovou que a profundidade da selha de fragilização depende do processo de fabricação. Os aços de qualidade aeronáutica (elaborados através dos processos VAR-vacuum arc remelted; e VIM-vacuum induction melted) apresentaram selha de fragilização menos profunda, quando comparadas com aços obtidos a partir da fusão ao ar (maior teor de impurezas). A selha característica da FMR e a ocorrência de fratura intergranular não foram observadas em um aço NiCrMo de alta pureza - similar ao aço 4340, porém, com teores muito baixos de Mn e Si -, mesmo na condição de granulação grosseira (alta temperatura de austenitização). Não obstante, quando foram adicionados os níveis comerciais típicos de Mn e Si ao aço base NiCrMo de alta pureza - para obter um aço 4340 de alta pureza -, o comportamento foi similar ao dos aços comerciais. As adições de Mn e Si, no aço de alta pureza, causaram o retorno da selha de fragilização, mas de forma menos acentuada que nos aços comerciais. O modo de fratura foi misto, constituído de fratura intergranular, clivagem e microcavidades. A análise através de espectroscopia de elétron Auger (AES - Auger Electron Spectroscopy) registrou a presença de excesso de P nos contornos de grão. Este comportamento foi interpretado como sendo devido ao favorecimento da segregação de P na austenita, pelo Mn e Si. (Vários trabalhos têm mostrado que de fato existe interação entre as impurezas e os elementos de liga presentes no aço [73-79]. Tem sido observado também que através da adição adequada de elementos de liga a fratura intergranular pode ser minimizada [80-84]).

Banerji [31], diante dos resultados obtidos, concluiu que a FMR é essencialmente controlada pela segregação de impurezas.

Atualmente, contudo, diante das novas informações disponíveis sobre o fenômeno da FMR, o trabalho de Banerji [31] deve ser lido dentro de um contexto específico. Sabe-se que a FMR pode ser de caráter intergranular ou transgranular. Sendo assim, Banerji [31] aborda apenas o problema da FMR-intergranular. Além disso, a análise feita por este pesquisador, com respeito ao aço de alta pureza, supostamente não-fragilizado, merece uma observação em caráter essencialmente especulativo. A dureza desse aço, com o aumento da temperatura de revenido, diminuiu continuamente. Entretanto, a tenacidade (Charpy) permaneceu praticamente constante até o revenido a 350 °C e, então, aumentou muito rapidamente com essa temperatura. Esse patamar de tenacidade pode ser interpretado como indício de fragilização. Portanto, no caso do aço de alta pureza estudado por Banerji pode ter ocorrido FMR-transgranular. Contudo, pelo fato da selha de fragilização não ser visível, a FMR-transgranular passou despercebida. Materkowski e Krauss [29] fizeram uma observação semelhante sobre os resultados de Banerji [31].

De qualquer forma, não há dúvida de que a presença de elementos fragilizantes nos contornos de grão, pode comprometer seriamente a performance das ligas metálicas. São vários os elementos fragilizantes (P, S, N, Sn, Cu e outros [9, 10, 23]) - oriundos principalmente da sucata empregada na elaboração da liga metálica - que podem segregar nos contornos de grão. Como, atualmente, o esforço para reciclar sucata metálica está aumentando expressivamente, o problema do teor de impurezas torna-se proporcionalmente mais importante. Por esta razão, o projeto de desenvolvimento das ligas metálicas, requer a adoção de medidas adequadas que eliminem ou minimizem o efeito detrimental das impurezas, nos aços. Somente através de medidas de controle eficazes, é possível otimizar as propriedades dos materiais e ao mesmo tempo melhorar a confiabilidade em serviço dos componentes mecânicos.

A propensão à fragilização, depende da quantidade segregada nos contornos de grão. Esta, por sua vez, está relacionada com o teor do elemento segregante presente na massa metálica. Assim, um procedimento importante, é controlar os teores dos elementos fragilizantes na massa metálica. Para tanto, é essencial identificar o elemento, ou

elementos, de maior potencial de fragilização em um dado sistema metálico. No caso dos aços de ultra-alta resistência e baixa liga, similares ao 4340, o fósforo tem sido apontado como o principal agente fragilizante [8, 23, 29, 31, 48, 49].

Contudo, apenas o controle do teor de impurezas não parece ser uma medida suficiente para evitar completamente a ocorrência da fratura intergranular. Ou então, o limite superior permitido de elementos fragilizantes, em ligas de qualidade aeronáutica, como o aço 300M, ainda é excessivamente alto. O teor de fósforo nos dois aços 300M empregados neste trabalho, foi de 0,005% no aço A, e de 0,009% no aço B. Cabe observar que, em ambos os casos, o teor de fósforo estava abaixo do limite recomendado ($P_{MAX}=0,01\%$) e, mesmo assim, ocorreu fratura intergranular na faixa da FMR, particularmente para o aço austenitizado a alta temperatura. Portanto, para exercer um controle mais rigoroso sobre a fratura intergranular, outras medidas devem ser adotadas concomitantemente. (Hondros e Seah [10] discutiram vários procedimentos capazes de minimizar os efeitos dos elementos fragilizantes).

Outro aspecto importante, diz respeito ao mecanismo de segregação de impurezas. Para que o processo de fragilização intergranular seja efetivado, as impurezas em solução na matriz devem ser capazes de se acumular nos contornos de grão. Quando ocorre tal enriquecimento, a energia interfacial é reduzida e os contornos de grão tornam-se caminhos preferenciais para propagação de trinca [63, 65, 66, 69, 71]. Isto posto, resta saber em qual estágio do tratamento térmico ocorre a segregação de impurezas. As possibilidades são três:

- segregação de equilíbrio durante o revenido;
- rejeição de impurezas pelos carbonetos durante o revenido;
- segregação de equilíbrio durante a austenitização.

Tem sido comprovado que os três modos de segregação de impurezas são possíveis. Contudo, o modo à operar depende, entre outras coisas, do tipo de impureza. Elementos que se difundem rapidamente, como o nitrogênio, podem segregar nos contornos de grão durante o revenido. Um processo no qual as impurezas são rejeitadas a partir do crescimento dos carbonetos pode também causar um aumento da

concentração de impurezas na interface carboneto/matriz. Algumas impurezas, como o fósforo, segregam nos contornos de grão durante a austenitização. Qualquer que seja o mecanismo de segregação, o resultado é um caminho de baixa energia de fratura.

- **Segregação de equilíbrio durante o revenido**

Este é o processo de segregação mais improvável para a ocorrência da FMR. Por causa do curto tempo e baixa temperatura de revenido. Simples cálculos de difusão mostram que, somente o nitrogênio (difusão intersticial) pode segregar nestas condições. O nitrogênio pode difundir-se até 10 μm em 1h a 350 °C. Para todos os outros elementos usuais a possibilidade de difusão de equilíbrio durante o revenido pode ser descartada [23].

- **Rejeição de impurezas pelos carbonetos durante o revenido**

A solubilidade de alguns elementos de impureza e de liga, não-formadores de carbonetos, é muito maior na matriz do que nos carbonetos. Por causa disso, algumas impurezas podem ser rejeitadas a partir do volume ocupado pelos carbonetos precipitados durante o revenido. Isto resulta no estabelecimento de um transiente de impurezas na interface carboneto/matriz capaz de conduzir ao fenômeno de fragilização da martensita revenida (Figura 6.13). O acúmulo desses elementos na interface pode produzir um caminho de baixa energia de fratura; devido à diminuição da energia interfacial carboneto/matriz ou pelo endurecimento por solução sólida - o que dificulta a movimentação de discordâncias. (P e Si são conhecidos por serem fortes endurecedores por solução sólida) [10, 23].

A rejeição de impurezas pelos carbonetos pode realmente conduzir à FMR, porém, não necessariamente intergranular. O modo de fratura que acompanhará a FMR, intergranular ou transgranular, irá depender da localização dos carbonetos. Quando

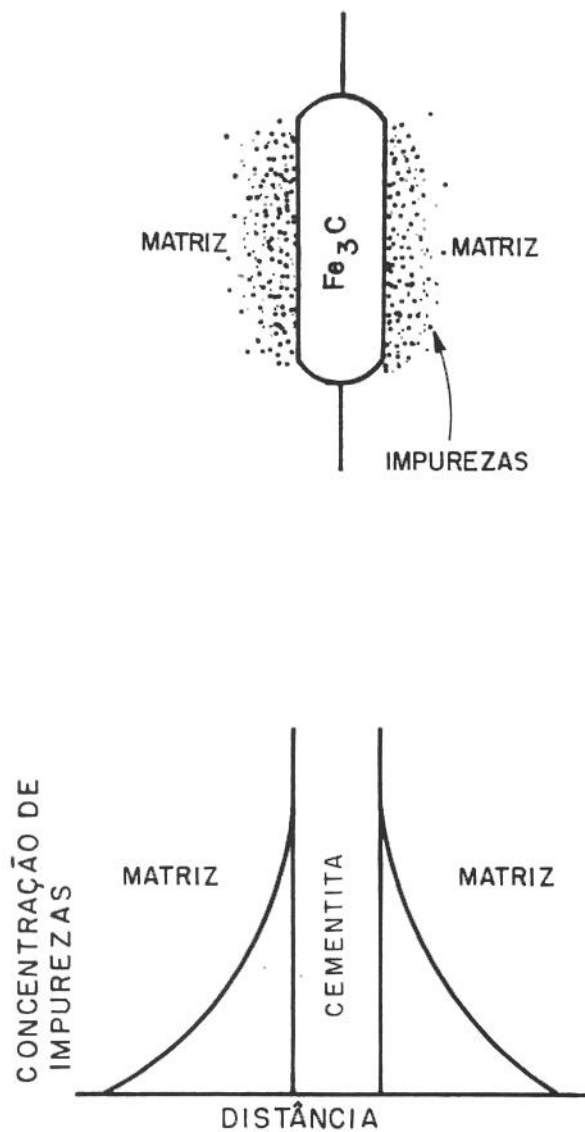
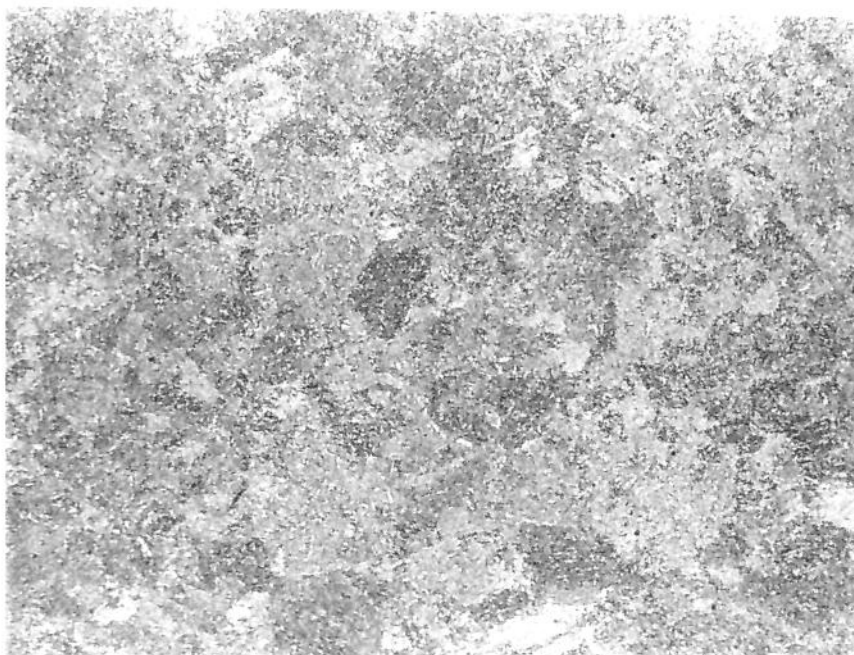


Figura 6.13. Modelo de fragilização devido à rejeição de impurezas pelos carbonetos (extraído e adaptado da referência [89]).

a precipitação dos carbonetos ocorre nos contornos de grão, a tendência é de FMR-intergranular. Todavia, num senso mais amplo, a rejeição de impurezas pelos carbonetos não pode explicar totalmente a FMR-intergranular, visto que, a precipitação de carbonetos não é restrita apenas aos contornos de grão. Assim, a segregação de impurezas na fase austenítica, deve ser também muito importante para desencadear a FMR-intergranular.

No presente trabalho, a análise das superfícies de fratura sugeriu que a rejeição de impurezas pelos carbonetos contribui, pelo menos em parte, no processo de fragilização do aço 300M. Contudo, a intensidade do efeito foi aparentemente dependente da temperatura de austenitização empregada. Sendo mais acentuado no aço austenitizado na temperatura mais elevada. A localização dos carbonetos (plaquetas alongadas de cementita) foi também dependente dessa temperatura. Durante o revenido, a precipitação dos carbonetos nos contornos de grão foi muito mais expressiva no aço austenitizado a alta temperatura (Figura 6.14). O processo de rejeição de impurezas (ou elementos de liga) iniciou-se com a precipitação das plaquetas de cementita, mesmo quando o revenido foi praticado a temperatura mais baixa (Figura 6.15). Contudo, o fenômeno de rejeição de impurezas tornou-se mais significativo na faixa de máxima fragilização (mínima tenacidade), quando, então, a precipitação de carbonetos foi mais intensa. A baixa aderência dos carbonetos na matriz (Figuras 6.16 e 6.17) sugere que, a interface carboneto/matriz se constituiu realmente num caminho de baixa energia de fratura, muito favorável à propagação de trinca.

FOTO N^o 210804



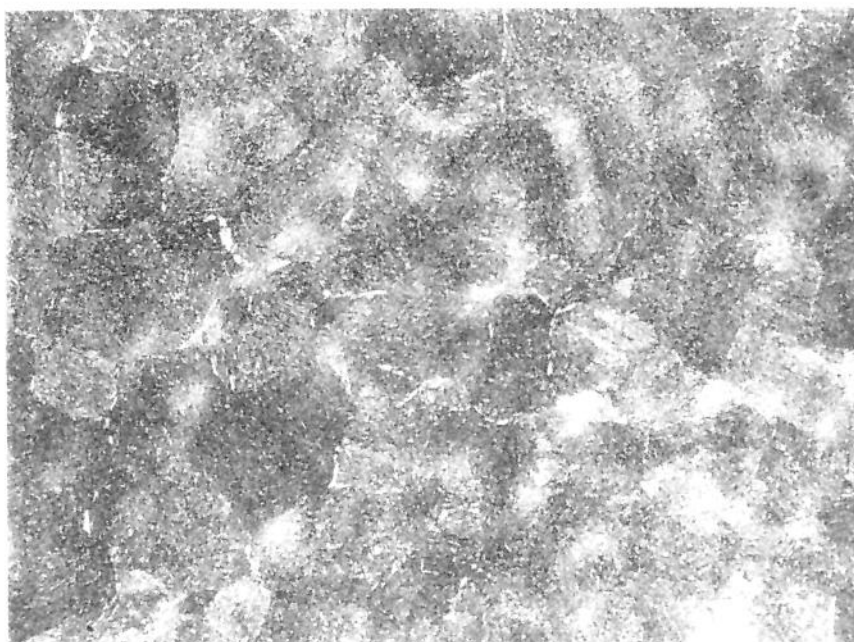
AÇO - 300M/A
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

125 x

80μm
|-----|

(a)

FOTO N^o 232109



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

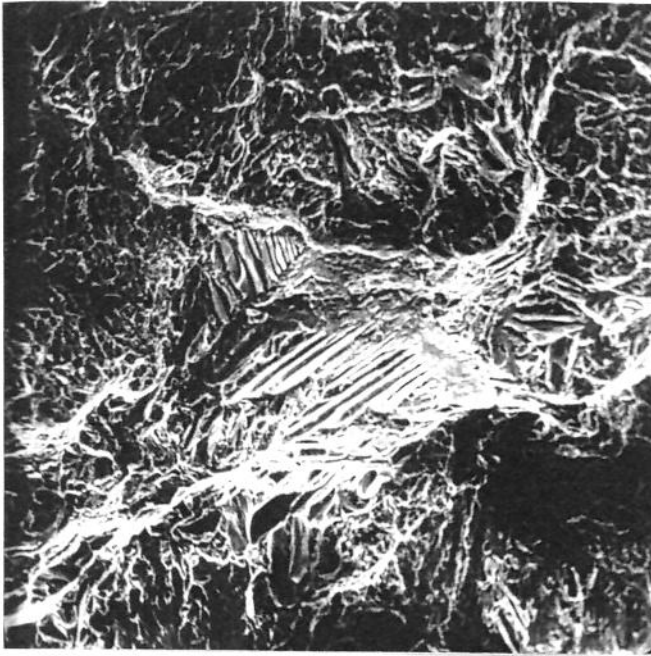
125 x

80μm
|-----|

(b)

Figura 6.14. Aspecto da superfície polida e atacada com nital 2%.

FOTO Nº 142723



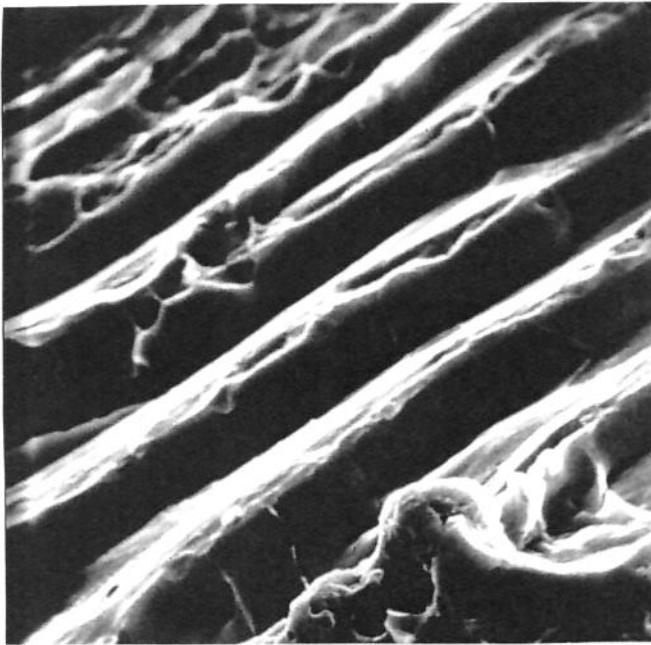
AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 603 K

400 x

25µm

(a)

FOTO Nº 143023



AÇO - 300M/B
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 603 K

4,0 k x

2,5µm

(b)

Figura 6.15. Lamelas de cementita sobre a superfície de fratura.

FOTO Nº 012209



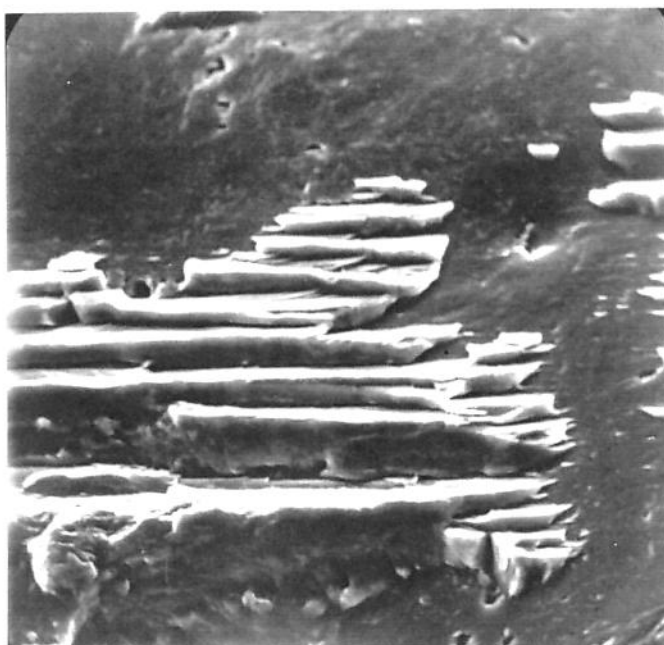
AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

1,0 k x

10µm

(a)

FOTO Nº 013109



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

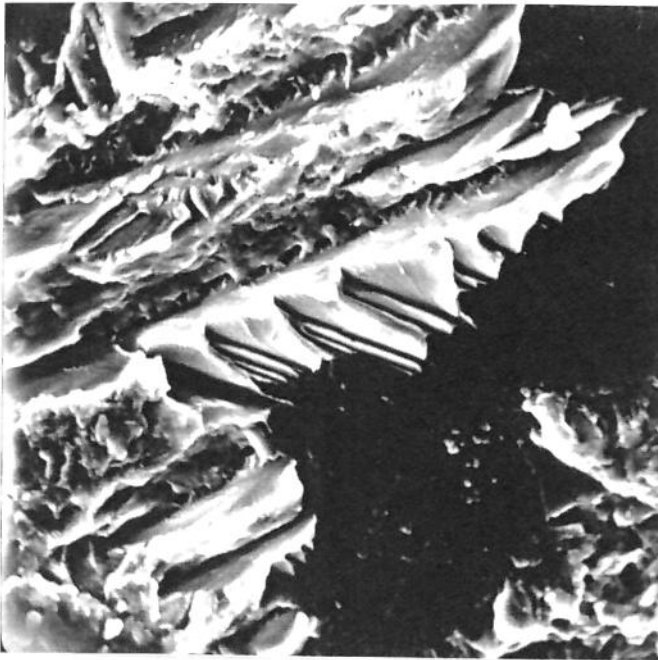
1,8 k x

5,6µm

(b)

Figura 6.16. Lamelas de cementita sobre contornos de grão.

FOTO Nº 012909



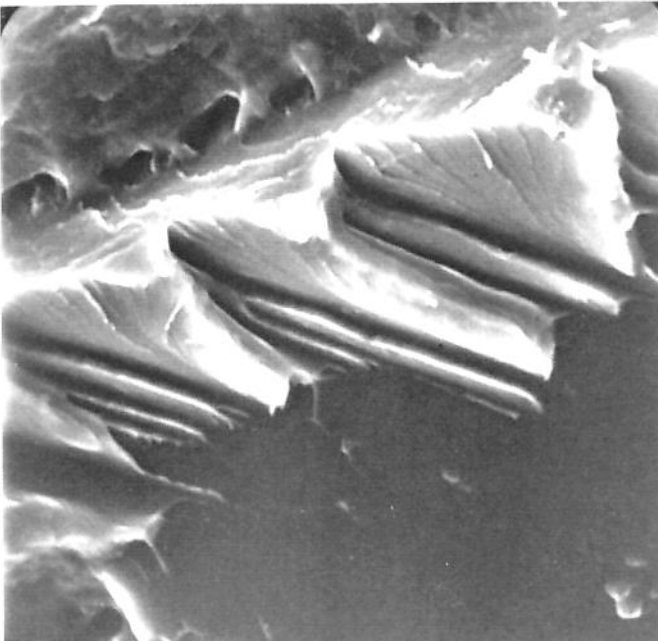
AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

1,8 k x

5,6µm

(a)

FOTO Nº 013009



AÇO - 300M/A
AUST. - 1373 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

4,0 k x

2,5µm

(b)

Figura 6.17. Lamelas de cementita.

• Segregação de equilíbrio durante a austenitização

A segregação de impurezas para os contornos de grão da austenita é possível de ocorrer durante o tratamento de austenitização. Cálculos indicam que elementos como o P, S e N têm suficiente mobilidade na temperatura de austenitização para segregarem nos contornos de grão [23]. Existem resultados experimentais que demonstram que isto é verdadeiro. Banerji [31] e Briant [34] - dois pesquisadores que já estudaram intensamente o fenômeno da FMR - concluíram que as impurezas, principalmente o fósforo, segregam preferencialmente nos contornos de grão durante a austenitização, do que durante o revenido. Medidas (AES) efetuadas diretamente sobre a superfície de fratura mostram que, a quantidade de fósforo nos contornos de grão (condição como-temperada) permaneceu inalterada após subseqüentes revenidos. (Contrariamente, Darwish [54] observou que a quantidade de fósforo nos contornos de grão de um aço 4140 aumentou com a temperatura de revenido).

Neste contexto, outro aspecto importante diz respeito à temperatura de austenitização. O aumento dessa temperatura não promove apenas um aumento do tamanho de grão, mas interfere também no teor de impureza segregada nos contornos de grão. Todavia, as informações encontradas na literatura são contraditórias. Oguta (cit. na referência [31]), estudando um aço NiCr, e Darwish [54], estudando um aço 4140, observaram que o teor de fósforo segregado nos contornos de grão diminuiu com o aumento da temperatura de austenitização. Diferentemente, Lee [8], estudando um aço 4340, observou o efeito oposto da temperatura de austenitização (870 °C e 1150 °C). O teor de fósforo segregado nos contornos de grão do aço austenitizado a 1150 °C foi mais que o dobro, quando comparado com o aço austenitizado a 870 °C. Druce [85], estudando aços MnMoNi, também observou que o teor de fósforo segregado aumentou com a temperatura de austenitização. (É possível que o efeito aparentemente contraditório da temperatura de austenitização sobre o teor de fósforo segregado, seja apenas o resultado decorrente das diferentes composições dos aços).

Neste trabalho, o efeito da temperatura de austenitização sobre a segregação de fósforo também foi avaliado. Contudo, de modo qualitativo, visto que, não foi possível efetuar medidas quantitativas através da técnica AES (Auger electron

spectroscopy). Para revelar a segregação de fósforo, amostras do aço 300M foram atacadas com uma solução de ácido pícrico, conforme recomendado por Ogura [86]. Esta solução é conhecida por atacar preferencialmente os contornos de grão enriquecidos de fósforo. Procedendo desta forma, apurou-se que:

- O teor de fósforo segregado nos contornos de grão foi baixo, para ambas as temperaturas de austenitização (**motivo**: má definição dos contornos de grão, sobretudo para o aço austenitizado a 1143 K);
- O teor de fósforo segregado aumentou com a temperatura de austenitização (**motivo**: os contornos de grão do aço austenitizado a alta temperatura estavam melhor definidos);
- O fósforo segregou durante a austenitização (**motivo**: amostras como-temperadas tiveram seus contornos de grão revelados, particularmente as austenitizadas a 1373 K).

6.5.2. FMR associada com o carboneto de ferro (Fe_3C)

A importância da precipitação de carbonetos (Fe_3C) no processo de FMR, dos aços temperados e revenidos, fica evidente quando se compara a faixa de fragilização dos aços 300M e 4340. Uma das diferenças entre os dois aços refere-se ao teor de silício, o qual é mais elevado no aço 300M. O aumento do teor de silício produz um maior nível de resistência, devido ao endurecimento por solução sólida. Além disso, o silício modifica a cinética do revenido, possibilitando o revenido do aço 300M a temperaturas mais altas [87].

Essa alteração na cinética do revenido repercute sobre a FMR. O começo da fragilização coincide com a formação da cementita e o desaparecimento do carboneto- ϵ . Este carboneto é metaestável e dissolve-se quando a temperatura é alta, resultando na formação da cementita. Todavia, é sabido que o silício é um forte estabilizador do carboneto- ϵ de ferro (o silício faz parte da estrutura do carboneto- ϵ), a ponto deste ainda estar presente na microestrutura após revenido a 400 °C, em aços com

1-2% Si. De modo que, a transformação do carboneto- ϵ em cementita é consideravelmente retardada [88].

O carboneto- ϵ é um precipitado semi-coerente que confere uma combinação relativamente elevada de resistência e tenacidade. Por outro lado, a cementita é capaz de melhorar a resistência do aço, porém, causa frequentemente uma marcante diminuição da tenacidade [1]. Consequentemente, devido ao retardo na formação da cementita, a fragilização no aço 300M é deslocada para temperaturas mais elevadas. Horn e Ritchie [26] observaram que a tenacidade à fratura mínima ocorreu após o revenido a 275°C, num aço 4340, e ao redor de 400°C, num aço 300M. (Este fato está ligado à estabilidade da austenita retida - veja seção 6.5.3.)

O modo de fratura associado com a FMR, intergranular ou transgranular, irá depender da localização da cementita. Em uma estrutura temperada e revenida são três as regiões de precipitação da cementita:

- nos contornos de grão da austenita prévia;
- entre as ripas de martensita (inter-ripa);
- no interior das ripas de martensita (intra-ripa).

Geralmente, o primeiro caso resulta na FMR-intergranular, enquanto que os dois últimos, na FMR-transgranular. Como o começo do fenômeno da FMR coincide com a precipitação da cementita, deve-se elucidar, então, qual é o papel dos carbonetos em cada um dos modos de fratura.

6.5.2.1. Carbonetos / FMR-intergranular

Vários pesquisadores [7, 25, 29, 36-41, 54], em estudos relativamente recentes, confirmaram a importância dos carbonetos no processo de FMR-intergranular. Esta possibilidade já foi aventada há muito tempo atrás, durante um certo período foi muito questionada, e mais recentemente, ganhou novamente importância.

Grossmann, em 1946, foi provavelmente o primeiro pesquisador a relacionar a FMR com a sequência de precipitação de carbonetos [26]. Estudos

subsequentes, sobre as mudanças microestruturais que acompanham a martensita revenida, mostraram que, com o aumento da temperatura de revenido, o carboneto- ϵ era dissolvido na matriz martensítica e a cementita (Fe_3C) começava a se precipitar como filmes alongados inter-ripa e como plaquetas e partículas globulares intra-ripa. Foi observado também que a iniciação da fragilização coincidia com a nucleação e crescimento da cementita e com o desaparecimento do carboneto- ϵ . Diante de tais observações foi sugerido que era necessário a ocorrência da reação de transformação carboneto- $\epsilon \rightarrow \text{Fe}_3\text{C}$ para desencadear o processo de FMR. Todavia, este mecanismo de fragilização não podia explicar de maneira inteiramente satisfatória por que razão a fratura frágil dos aços ocorria de maneira intergranular. Visto que, a reação de transformação carboneto- $\epsilon \rightarrow \text{Fe}_3\text{C}$ não ocorria exclusivamente nos contornos de grão.

Outro fato relevante, é que, até então, todas as observações tinham sido feitas em aços de pureza comercial, e nada era conhecido acerca do efeito dos elementos de liga e impurezas sobre este tipo de fragilização. Na oportunidade, alguns pesquisadores começaram a suspeitar do efeito da segregação de impurezas, e a desacreditar do efeito dos carbonetos sobre a FMR. Especulava-se que as impurezas deveriam desempenhar o principal papel no fenômeno da FMR. Para avaliar a veracidade dessa hipótese, Capus e Meyer, em 1958, elaboraram um programa de ensaios para estudar o efeito das impurezas sobre as características de fragilização. Estes pesquisadores não observaram a selha característica de fragilização em aços de alta pureza, enquanto que, nos aços de pureza comercial a selha foi evidente. Também não foi registrada a ocorrência de fratura intergranular no aço de alta pureza. A ausência de ambos, selha de energia e fratura intergranular, foi atribuída apenas ao baixo teor de impurezas, visto que, a precipitação de carbonetos ocorreu normalmente no aço de alta pureza. Os resultados de Capus e Meyer, são considerados à primeira prova cabal da importância dos traços de impurezas para a ocorrência da FMR (intergranular) [23]. A partir de então, os trabalhos sobre a FMR começaram a enfocar o fenômeno da fragilização como sendo essencialmente devido à segregação de impurezas, ficando o efeito dos carbonetos relegado a um segundo plano. (Duas observações devem ser feitas. Primeiro, na época só se reconhecia a FMR-integranular. Segundo, o patamar de tenacidade não era reconhecido como indício de fragilização).

Com a continuidade dos estudos, as evidências sobre a importância dos carbonetos no fenômeno da FMR, tornaram-se mais fortes. Medidas através da técnica AES, mostraram que a segregação de impurezas nos contornos de grão, ocorre preferencialmente durante a austenitização [31, 34]. Sendo assim, os contornos de grão da austenita prévia, das microestruturas como-temperadas e revenidas a baixa temperatura, já possuem um certo grau de fragilização. Entretanto, como a selha de fragilização e a fratura intergranular só se manifestam após o revenido ser praticado a uma certa temperatura; fica claro que, somente a segregação de impurezas não é suficiente para ativar a FMR-intergranular. Por isso, visto que, o começo da fragilização coincide com a formação da cementita e o desaparecimento do carboneto- ϵ , muitos pesquisadores [25, 29, 31-37] admitem que a FM-intergranular, nos aços de ultra-alta resistência e baixa liga, seja o resultado da ação sinérgica entre carbonetos e impurezas segregadas nos contornos de grão. Neste caso, supostamente, a trinca caminha de maneira intergranular devido a grande redução da resistência coesiva dos contornos de grão. Os detalhes da interação entre impurezas segregadas e os carbonetos não estão ainda completamente entendidos. Contudo, parece que ambos são necessários para ativar a FMR-intergranular. Os carbonetos ou as impurezas, isoladamente, não são capazes de desencadear o fenômeno. (Contudo, existe registro de casos de FMR-intergranular ativada apenas pelos carbonetos [54] e ocorrência de cerca de 20% de fratura intergranular em amostras de aço - 0,03%P - como-temperadas [29]).

Existe um grande esforço para racionalizar uma explicação que justifique a ação combinada dos carbonetos e impurezas. Marterkowshi e Krauss [29], estudando um aço 4340 com 0,03%P, observaram que a FMR foi acompanhada de grande quantidade de fratura intergranular, entretanto, não foi registrada a presença de carbonetos nos contornos de grão. Portanto, uma possibilidade é que, trincas sejam nucleadas nas plaquetas de cementita localizadas no interior dos grãos de austenita prévia, e, posteriormente, se propaguem pelos contornos de grão devido a alta fragilização produzida pelas impurezas. (É possível que, neste caso, a quantidade de impurezas segregadas e a estrutura dos contornos de grão - veja seção 6.5 - sejam fatores determinantes para a FMR-intergranular). Por outro lado, Kwon e Cha [25], estudando um

aço 4340 com 0,014%P, associaram a ocorrência da FMR-intergranular com a presença de carbonetos nos contornos de grão.

No presente trabalho, quantidades expressivas de fratura intergranular também só foram observadas nas amostras do aço 300M, onde os carbonetos estavam significativamente presentes nos contornos de grão (veja Figuras 6.4 e 6.13). Neste caso, supostamente, os carbonetos facilitam a ativação da FMR-intergranular porque a fratura intergranular é iniciada na extremidade das bandas de deslizamento bloqueadas. Os carbonetos, localizados nos contornos de grão, comportam-se como barreiras efetivas à movimentação das discordâncias. O empilhamento de discordâncias pode, então, desencadear a FMR-intergranular pelo trincamento dos carbonetos ou pela decoesão da interface carboneto/matriz fragilizada por impurezas. Neste contexto, a elevação local da concentração de impurezas na interface carboneto/matriz, devido à rejeição de impurezas pelos carbonetos (veja Figuras 6.15 e 6.16), pode ser um mecanismo importante. Visto que, esta é uma maneira de racionalizar a ação combinada de carbonetos e impurezas segregadas.

6.5.2.2. Carbonetos / FMR-transgranular

O revenido resulta na distribuição dos átomos de carbono e, conseqüentemente, na formação da cementita. Além dos contornos de grão, a precipitação da cementita ocorre também nos contornos (inter-ripa) e no interior (intra-ripa) das ripas de martensita. Em ambos os casos, a precipitação de cementita tem sido responsabilizada pela ocorrência da FMR-transgranular.

Está bem documentado [6, 27, 61, 62] que a austenita retida funciona como a principal fonte de suprimento de carboneto inter-ripa. Por isso, este assunto será tratado na próxima seção. A presente subseção abordará especialmente o problema da FMR-transgranular associada às partículas de cementita inter-ripa.

Sabe-se, já há muito tempo, que as partículas de uma segunda fase são capazes de desencadear um processo de fratura por coalescimento de microcavidades.

Contudo, antes dos anos 60, este modo de fratura não era considerado preocupante, pois, as ligas de alta tenacidade que fraturavam dessa maneira sempre absorviam grandes quantidades de energia [90]. Os estágios de nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades são controlados pela deformação plástica. Por isso, admitia-se que a fratura por microcavidades era um indicativo de ductilidade do material. O que é de fato verdade, porém, numa escala microscópica. Convém observar que, numa microescala um determinado modo de fratura pode ser predominante, mas este não necessariamente controla o comportamento macroscópico da fratura. Macroscopicamente, a fratura pode ser considerada dúctil ou frágil, independentemente do modo de fratura microscópico.

Com o estudo progressivo da fratura por microcavidades, sobretudo após a introdução das técnicas de fractografia eletrônica, foi reconhecido, particularmente nos aços de ultra-alta resistência, que a fratura por microcavidades pode ocorrer de maneira frágil, ou seja, com baixa absorção de energia. A partir de então, a dispersão de carbonetos nos aços começou a receber mais atenção. Bhadeshia e Edmonds [28, 91] enfatizaram que a nucleação de microcavidades pode ser um evento determinante sobre a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência.

Vários pesquisadores [8, 32, 55-60, 92], estudando aços de ultra-alta resistência temperados e revenidos, constataram que houve degradação da tenacidade, apesar da fratura ter ocorrido por coalescimento de microcavidades. Atualmente, existe o reconhecimento de que a fratura por microcavidades pode conduzir à FMR-transgranular [8, 56-60] ou à FMR-intergranular (não do tipo rocha) [32, 58, 92].

É interessante, então, esclarecer as causas da degradação da tenacidade. Os principais fatores que têm sido responsabilizados pela redução da energia de fratura por microcavidades transgranular, são:

- tamanho das partículas de carbonetos [8, 59];
- espaçamento entre as partículas de carbonetos [8, 56, 57];
- segregação de impurezas na interface carboneto/matriz [56, 57].

- **Tamanho das partículas**

As partículas funcionam como bloqueios ao movimento das discordâncias e, portanto, introduzem deformações heterogêneas no material circundante. Estes locais, onde a matriz sofre forte restrição ao escoamento plástico, são fontes potenciais de nucleação de microcavidades.

Tem sido observado, em diferentes sistemas metálicos [93-96], que a nucleação de microcavidades ocorre preferencialmente nas partículas maiores, pois, as partículas menores possibilitam maior quantidade de deformação plástica. Com a redução do tamanho das partículas é necessário aumentar o volume de trabalho para causar a fratura por microcavidades.

A tenacidade tende a ser mais elevada, quando somente partículas pequenas estão envolvidas na nucleação das microcavidades. Por outro lado, a tenacidade tende a ser baixa quando a nucleação das microcavidades envolve apenas partículas grandes. Todavia, quando a nucleação de microcavidades resulta de uma população duplex de partículas (partículas grandes e pequenas) a tenacidade tende a ser ainda mais baixa; menor inclusive do que no caso onde apenas partículas grandes estão envolvidas. Supostamente, nos sistemas onde ocorre população duplex de partículas, a tenacidade é muito baixa porque o crescimento das microcavidades é prematuramente interrompido pela formação de lâminas de cavidades (“void sheet”) [90, 96]. De qualquer forma, o aspecto importante a ser ressaltado é que, as características de precipitação das partículas podem interferir tanto na tenacidade como na ductilidade microscópica.

Miihkinen e Edmonds [98], analisando a relação entre o tamanho do carboneto e a tenacidade à fratura, concluíram que um certo tamanho crítico de carboneto precisa ser excedido antes de se observar apreciáveis reduções de tenacidade. Lee et al [8, 59], estudando a FMR em um aço 4340, também sugeriram que a nucleação de microcavidades é muito facilitada quando os carbonetos atingem um determinado tamanho mínimo. Visto que, com o aumento da temperatura de revenido, ocorre o coalescimento das partículas de cementita, é possível que o tamanho do carboneto exerça alguma influência no fenômeno de FMR-transgranular por microcavidades.

- **Espaçamento entre partículas**

Argon et al [97] não acreditam que exista um efeito intrínseco relacionado com o tamanho de partícula. Eles argumentam que o suposto efeito do tamanho das partículas pode na verdade ser decorrente da interação entre as zonas plásticas das partículas. Este argumento é realmente muito interessante. Com o aumento da temperatura de revenido, além do coalescimento, ocorre também uma intensa precipitação de partículas de cementita. Consequentemente, o espaçamento entre partículas é reduzido. Isto pode anular o efeito benéfico de amolecimento do aço. Quando a fração volumétrica de partículas aumenta, a distância crítica entre partículas para iniciação de microcavidades diminuiu, podendo acarretar numa acentuada redução da tenacidade. LEE [8] concluiu que a redução de espaçamento entre partículas de carbonetos, devido à intensa precipitação da cementita durante o revenido, foi o fator mais importante para justificar a ocorrência da FMR-transgranular por microcavidades, em um aço 4340.

A maior proximidade das partículas possibilita uma interação mais efetiva entre seus campos de tensões; o que redundará num aumento do nível de tensionamento. As cavidades são nucleadas mais facilmente e o trabalho plástico diminui porque as microcavidades são impedidas de crescer muito. Quando as cavidades estão muito próximas, o processo de crescimento fica comprometido devido ao choque prematuro entre as microcavidades.

- **Segregação de impurezas**

A nucleação de microcavidades é desencadeada pela ruptura da partícula ou, alternativamente, pela decoesão da interface partícula/matriz. Qual dos mecanismos irá operar, depende: do tipo de partícula, das propriedades da matriz, e também, da resistência coesiva da interface [96]. A nucleação de microcavidades pela decoesão da interface carboneto/matriz pode ser muito facilitada caso ocorra segregação local de impurezas. Hippsley e Druce [56] estudaram a fratura por microcavidades de um aço 300M (com 0,01%P) fragilizado pelo revenido. Através de medidas diretas AES, eles concluíram que a fragilização foi decorrente da segregação de fósforo na interface

carboneto/matriz, o que facilitou muito a nucleação das microcavidades.

No presente trabalho, o aço 300M austenitizado a 1143K e revenido a 703K, apresentou áreas expressivas de fratura por microcavidades. Contudo, raramente foi encontrado partículas no interior das microcavidades. (A limpeza das amostras por ultra-som pode ter contribuído muito para tal ocorrência). Isto sugere que deve ter sido baixa a adesão dos carbonetos na matriz. A Figura 6.18 mostra uma partícula, supostamente, de carboneto de ferro. (A microanálise da partícula registrou uma grande quantidade de ferro e outros elementos em pequenas quantidades -Mn, Cr, Si, Al). Apesar da partícula estar localizada sobre uma faceta plana, e da amostra em questão ter sido austenitizada a 1373K, a baixa aderência da partícula na matriz reforça a hipótese de que realmente pode ocorrer segregação de impurezas na interface carboneto/matriz.

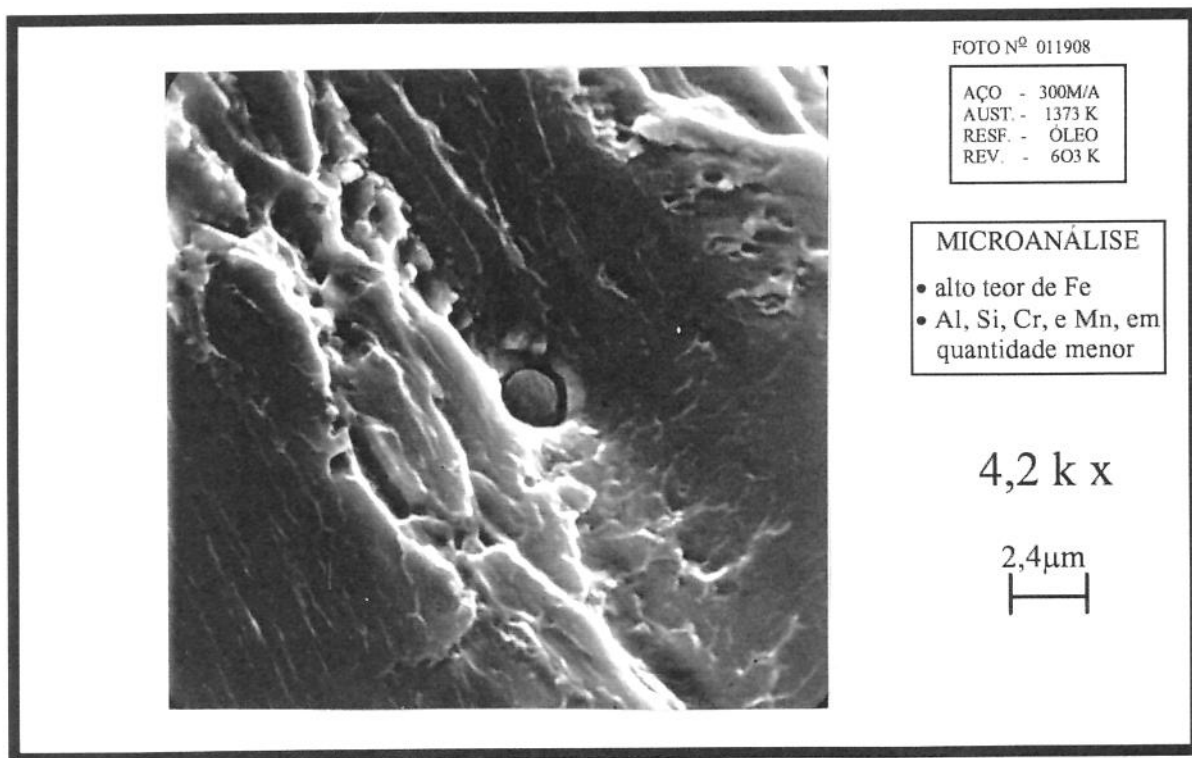


Figura 6.18. Baixa adesão da partícula na matriz - superfície de fratura por fadiga.

6.5.3. FMR associada com a austenita retida

Uma importante observação feita através do MET, no início dos anos 70, foi a comprovação da presença de filmes finos de austenita retida inter-ripa, em aços martensíticos [63]. A partir dessa descoberta, tornou-se frequente associar a melhora da tenacidade à fratura desses aços, com a presença dessa forma de austenita retida.

Todavia, o grau de estabilidade da austenita retida exerce grande influência sobre a tenacidade dos aços. A composição química e os tratamentos térmicos repercutem fortemente na estabilidade desse microconstituente. Sabidamente, a estabilidade da austenita varia em função da temperatura de revenido. Com a elevação dessa temperatura a austenita torna-se instável. A instabilidade da austenita tem sido responsabilizada pela ocorrência da FMR [6, 26, 27, 29, 61, 62]. Na verdade, esta suposição é muito antiga. Luerssen e Greene (citados na referência [26]), em 1935, já haviam vinculado a FMR com a transformação da austenita durante o revenido. Contudo, na época, tal suposição foi amplamente contestada com base nos seguintes argumentos:

- o tratamento sub-zero após a têmpera não elimina a fragilização;
- o caráter intergranular da FMR não poderia ser associado diretamente com a presença da austenita retida.

Entretanto, atualmente, os pesquisadores que associam a FMR com a instabilidade da austenita, contra argumentam da seguinte maneira:

- o tratamento subzero remove apenas parte da austenita retida;
- a fratura intergranular não é necessariamente uma característica da FMR.

Nestes termos, a austenita retida exerce um papel ambíguo sobre o comportamento mecânico dos aços. O efeito benéfico dos filmes finos de austenita inter-ripa, sobre a tenacidade à fratura, desaparece quando esse microconstituente torna-se instável em decorrência do revenido [62]. São duas as formas de instabilidade, capazes de conduzir a FMR:

- instabilidade térmica da austenita retida [6, 26, 27, 29, 61, 62];
- instabilidade mecânica da austenita retida [26].

6.5.3.1. Instabilidade térmica da austenita retida

Thomas e colaboradores [6, 27, 61, 62] mostraram de maneira muito convincente que a instabilidade térmica da austenita afeta de maneira significativa as propriedades de tenacidade. Eles associam a FMR à decomposição da austenita retida. Os principais argumentos, que reforçam esta hipótese, são:

- Aços (Fe/Mo/C) em que a austenita retida não foi detectada a FMR não foi observada [27];
- A FMR é concorrente com a decomposição térmica da austenita retida [6, 26, 27, 61, 62];
- A austenita retida é a principal fonte de suprimento de cementita inter-ripa [1, 6, 26-28, 61, 62];
- Elementos de liga que aumentam a estabilidade térmica da austenita, deslocam a FMR para temperaturas mais altas [1, 6, 26, 27, 62].

Com a elevação da temperatura de revenido, inicia-se um processo de decomposição térmica da austenita. A cinética de transformação, uma vez iniciada, aumenta com a temperatura de revenido até não existir mais austenita.

O mecanismo de decomposição da austenita retida é importante, visto que, ele repercute na morfologia da cementita. Foi sugerido que a decomposição poderia ser do tipo bainita inferior, bainita superior, ou mesmo perlítica. Contudo, estudos revelaram que é mais provável que a decomposição seja do tipo bainita superior [6, 61, 62]. A preferência por este tipo de transformação deve-se à melhor acomodação de volume durante a reação, pois, neste caso, a precipitação dos carbonetos pode ocorrer diretamente na austenita. Todavia, foi observado que apesar da microestrutura resultante da decomposição da austenita ser parecida com a da bainita superior, não é certo que a decomposição da bainita ocorra por um mecanismo bainítico [62]. O mais significativo é que a decomposição ocorre numa faixa de temperatura, onde substancial quantidade de cementita grosseira é observada na matriz.

Portanto, é importante tentar esclarecer como a austenita retida atinge a condição de instabilidade térmica. Durante o revenido ocorre intensa redistribuição

de carbono. Foi comprovado, por diferentes técnicas [6], que é considerável a quantidade de carbono que se difunde para os filmes de austenita retida, a partir da martensita. O teor de carbono aumenta para valores muito altos na interface austenita/martensita revenida. A Figura 6.19, a título ilustrativo, mostra um resultado obtido através de um ensaio de análise atômica, na interface austenita martensita de um aço 0,3%C - 2%Mn, após uma hora de revenido a 200°C - observa-se que a redistribuição de carbono é expressiva. A quantidade de carbono na martensita, é relativamente pequena, mas na austenita, está acima de 2,5% (valor muito superior ao teor nominal da liga 0,3%C). Na interface austenita/martensita, o teor de carbono é excepcionalmente alto [62].

Quanto mais elevado o teor de carbono, maior a estabilidade mecânica da austenita (veja Capítulo 5). Por outro lado, a estabilidade térmica da austenita diminui com o aumento do teor de carbono. A instabilidade surge em virtude do requisito termodinâmico associado ao teor de carbono presente na austenita. Quando isso ocorre, aumenta a força motriz para nucleação dos carbonetos, ou melhor, para decomposição $A \rightarrow F + Fe_3C$ (A- austenita e F- ferrita) [27]. Assim, as regiões contendo teor de carbono muito alto funcionam como núcleos locais para eventuais precipitações de carbonetos, os quais são formados a partir da decomposição de filmes de austenita retida de 150 a 200Å de espessura [6, 62]. O emaranhado de discordâncias no interior da austenita pode também auxiliar na nucleação heterogênea dos carbonetos [27]. O problema, deste modo, é que os fatores que promovem a retenção da austenita durante a têmpera, e que também conferem estabilidade mecânica, favorecem a decomposição da austenita durante o revenido.

Todavia, a precipitação da cementita, a partir da austenita, pode ser retardada. A estabilidade térmica (e mecânica) da austenita depende do tipo e da quantidade dos elementos de liga presentes no aço. A decomposição da austenita e o crescimento da cementita são processos controlados pela difusão intersticial do carboneto. A difusividade do carbono, na austenita (e na martensita), é afetada pela sua afinidade química com os outros elementos de liga. Deste modo, através da composição química pode-se controlar, dentro de certos limites, a relação tempo-temperatura para a decomposição térmica da austenita retida.

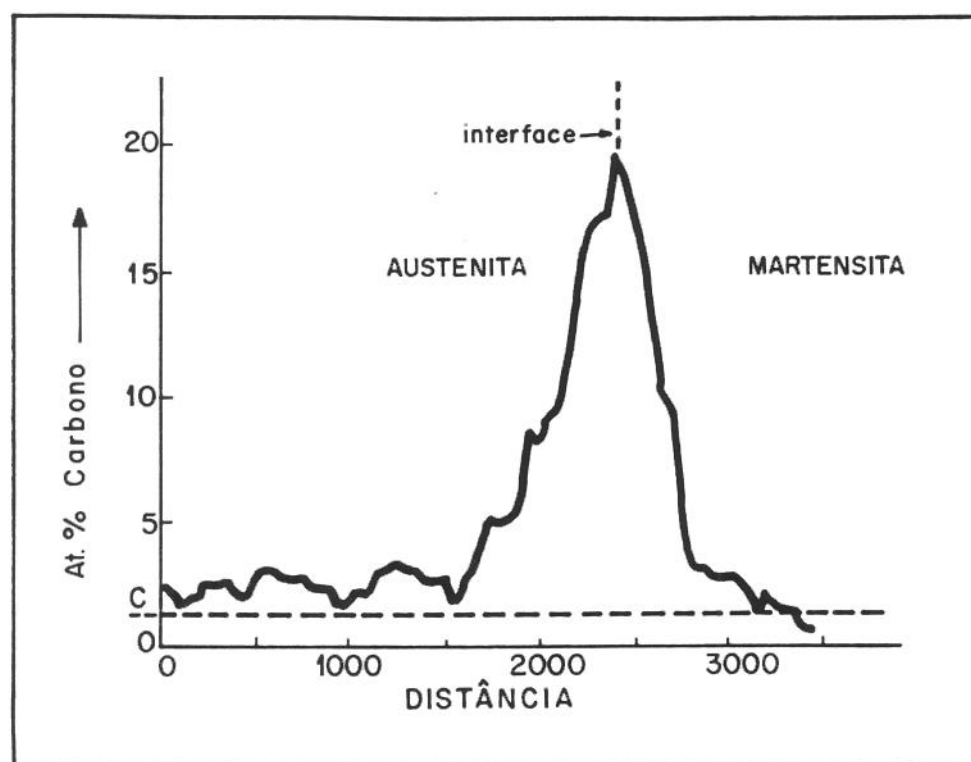


Figura 6.19. Distribuição do carbono através de uma interface austenita/martensita [62].

O Mn e Cr aumentam a difusividade do carbono e, com isso, promovem a rápida nucleação e crescimento da cementita. Portanto, estes dois elementos favorecem a decomposição da austenita a baixas temperaturas. Por outro lado, o Ni, Al e Si dificultam a nucleação e o crescimento da cementita até altas temperaturas, assim, transferem a FMR para temperaturas mais altas [1, 26, 27, 61]. Isto explica porque a FMR ocorre a uma temperatura mais elevada no aço 300M (teor de Si mais elevado), quando comparada com a do aço 4340 (veja maiores considerações na subseção 6.5.3.2).

De qualquer forma, o suposto efeito benéfico da austenita, sobre a tenacidade à fratura, desaparece com a sua decomposição térmica. Em termos gerais, a

fragilização resulta da substituição de uma fase mole por outra dura e frágil. A precipitação de carbonetos inter-ripas, a partir da decomposição da austenita, interfere no escoamento plástico da matriz. Os carbonetos funcionam como bloqueios ao movimento das discordâncias, assim, dificultam a transferência do deslizamento plástico entre as ripas de martensita. Diferente da situação anterior, antes da decomposição térmica da austenita. A restrição ao deslizamento resulta num empilhamento de discordâncias e, a concentração de tensões nesses locais desencadeia o processo de fratura [62]. Os carbonetos inter-ripa podem funcionar como locais de nucleação [27, 28] e/ou num caminho de fácil propagação de trincas [26, 27, 61], de modo a reduzir drasticamente a tenacidade à fratura.

É importante observar que, apesar de se associar a FMR com a presença da austenita retida, não é propriamente este microconstituente o causador da fragilização, e sim, o produto de sua decomposição térmica. De acordo com Thomas, a FMR resulta dos carbonetos, precipitados a partir da decomposição da austenita. Sendo assim, existe consenso sobre a importância dos carbonetos para a ocorrência da FMR. Contudo, há divergências sobre qual das duas, a austenita [6, 26, 27, 61, 62] ou a martensita [37, 53], funciona como a principal fonte de suprimento das plaquetas de cementita.

No presente trabalho, houve coincidência entre a decomposição térmica de grande parte da austenita retida (Tabela 3.9), a precipitação da cementita (Figura 6.13) e a ocorrência da FMR (Figura 3.7). De modo que, possivelmente a austenita retida foi a principal fonte supridora de carbonetos alongados.

Foi observado que a temperatura de austenitização interferiu na FMR (Figura 3.7) e no modo de fratura (Figuras 6.4 e 6.6) do aço 300M. O aço austenitizado a alta temperatura (1373K) apresentou uma selha de K_{IC} mais profunda e fraturou essencialmente de modo intergranular. Então, resta tentar explicar o motivo, considerando o papel desempenhado pela austenita retida.

Entre os vários fatores que afetaram o modo de fratura, deve ser incluído a localização dos carbonetos. Considerando que a precipitação dos carbonetos ocorreu a partir da austenita, a localização dos carbonetos foi determinada pela austenita.

Nos aços de ultra-alta resistência e baixa liga, a austenita retida encontrada nos contornos de ripa (inter-ripa) [2, 26, 99-102] e nos contornos de grão da austenita prévia [102].

Sastry e Wood [102], estudaram a distribuição da austenita retida (MET) em um aço 4340, austenitizado a 870°C ou a 1200°C (1h), temperado em óleo, e revenido a 180°C (1h). Eles concluíram que a distribuição da austenita retida é função da temperatura de revenido. No aço austenitizado a 870°C, a austenita retida foi pouco encontrada nos contornos de grão, a distribuição foi predominantemente inter-ripa. Entretanto, no aço austenitizado a 1200°C, além dos filmes inter-ripa, grande quantidade de austenita foi retida nos contornos de grão da austenita prévia.

Portanto, o efeito da temperatura de austenitização, sobre a distribuição da austenita retida, explica de maneira consistente a grande quantidade de carbonetos precipitados nos contornos de grão do aço 300M (Figura 6.13), austenitizado a 1373K e revenido a 703K. Neste caso, a redução da tenacidade à fratura e a ocorrência da fratura intergranular (Figuras 6.4 e 6.15) podem ser atribuídos, em parte, à precipitação dos carbonetos a partir da austenita retida.

6.5.3.2. Instabilidade mecânica da austenita retida

Horn e Ritchie [26] concordam parcialmente com a abordagem de Thomas sobre a FMR. Estes pesquisadores argumentam que, embora uma certa fração da austenita seja transformada termicamente durante o revenido, outra parte pode permanecer estável termicamente, mas mecanicamente instável, devido ao empobrecimento de carbono. E, a austenita instável mecanicamente é capaz de produzir uma grande redução de tenacidade, de modo que, a desestabilização mecânica da austenita retida não pode ser rejeitada como um mecanismo importante para conduzir a FMR.

Com o propósito de estudar o papel da austenita retida sobre o processo de FMR, Horn e Ritchie, elaboraram um programa de ensaios envolvendo os aços 4340 e 300M. Para tanto, os dois aços foram submetidos a diferentes tratamentos térmicos, compreendendo: têmpera, tratamento isotérmico e resfriamento ao ar; todos com

posterior revenido. A fração de austenita retida variou em função do tipo de tratamento térmico empregado (Tabela 6.2). O começo da FMR coincidiu diretamente com a faixa de temperatura de revenido na qual a austenita retida tornou-se instável mecanicamente. Em nenhum caso, foi evidente a ocorrência de fratura intergranular na região de fragilização. A magnitude da fragilização (profundidade da selha) foi sempre proporcional à quantidade de austenita retida presente no aço. As estruturas decorrentes da transformação isotérmica e resfriamento ao ar, com alta fração volumétrica de austenita retida, mostraram selha FMR significativamente mais profunda. O começo da fragilização foi sempre coincidente com a faixa de temperatura de revenido onde a austenita retida tornou-se instável mecanicamente.

A mudança no teor de silício no aço, o qual modifica a cinética de precipitação dos carbonetos, também influenciou na cinética de transformação da austenita. O comportamento dos aços 300M e 4340, austenitizados a 870°C e temperados em óleo, variou em função da temperatura de revenido. O aço 300M continha aproximadamente 6% de austenita retida na condição como temperada, da qual 5% permaneceu estável após o revenido a 400°C. Acima de 470°C, a decomposição da austenita retida foi completa. A estabilidade mecânica máxima ocorreu na faixa de revenido entre 300 e 350°C, e a austenita começou a se desestabilizar mecanicamente a partir do revenido a 400°C.

Todavia, o pico de resistência e tenacidade do aço 4340 foi atingido após o revenido a 200°C, ao invés de 300°C, como no aço 300M, e a selha de FMR ocorreu a uma temperatura de revenido mais baixa, ao redor de 275°C. O deslocamento da FMR para temperaturas de revenido mais alta para o aço 300M, foi atribuída ao maior teor de silício presente no aço. Como visto, o silício aumenta a estabilidade do carboneto-ε, retarda a formação e o crescimento da cementita e, conseqüentemente, aumenta a estabilidade térmica e mecânica da austenita retida, até temperaturas de revenido mais altas.

Assim, aparentemente, a FMR coincide com ambos, desestabilização térmica e mecânica dos filmes de austenita retida. O que, de certo modo, é esperado. Particularmente, quando assume-se que a austenita de alto carbono atua como a principal fonte de precipitação de carbonetos. Sendo assim, os dois fenômenos de instabilidade da austenita estão interligados. Quando ocorre a precipitação dos carbonetos, a austenita fica pobre de carbono e, conseqüentemente, instável mecanicamente.

Tabela 6.2. Sumário dos resultados de Horn e Ritchie [26], sobre o fenômeno da FMR.

Aço e tipo de tratamento (após austenitização a 870°C, por 1h)	Temperatura de revenido na tenacidade mínima [°C]	Profundidade da selha [MPa.m ^{1/2}]	Temperatura de revenido para desestabilização da austenita [°C]	Quantidade de Austenita [%]
300M temperado em óleo	≈ 400	5	≥ 400	5
300M tratamento isotérmico a 250°C	≈ 425	30	≥ 400	12
300M resfriado ao ar esp.CP - 500mm	≈ 450	40	≥ 400	14
300M resfriado ao ar esp.CP - 100mm	≈ 450	70	≥ 425	25
4340 temperado em óleo	≈ 275	5	≥ 250	5
4340 resfriado ao ar esp. CP - 25mm	≈ 275	5	≥ 275	4

O mecanismo de FMR associado com a austenita retida, proposto por Horn e Ritchie, envolve duas etapas:

- 1^a) Precipitação e crescimento de filmes frágeis de cementita inter-ripa, devido à decomposição térmica parcial dos filmes de austenita retida;
- 2^a) Transformação induzida por tensão (ou deformação) da austenita remanescente, a qual torna-se instável mecanicamente, em consequência do empobrecimento de carbono. Quando deformada, essa austenita se transforma em martensita não-revenida, acentuando a fragilização nos mesmos locais em que precipitou a cementita.

Portanto, de acordo com Horn e Ritchie, a FMR associada à austenita retida, resulta da precipitação dos filmes de cementita e/ou formação de camadas de martensita não-revenida. Estes pesquisadores reconheceram que é difícil definir a parcela de cada um desses agentes fragilizantes sobre a FMR. Entretanto, eles supõem que, nas microestruturas contendo pequena quantidade de austenita remanescente (não-transformada termicamente) o efeito de fragilização exercido pela cementita deve ser dominante (aços temperados). Por outro lado, quando for grande a quantidade de austenita remanescente na microestrutura, o efeito da transformação mecânica da austenita, isto é, da martensita não revenida, deve ser predominantemente sobre a fragilização (tratamento isotérmico e resfriamento ao ar).

No presente trabalho, a quantidade de austenita transformada termicamente, após o duplo revenido a 703K, foi muito pequena, ao redor de 1% (veja Tabela 3.9). Assim, supostamente, a FMR do aço 300M pode ser atribuída principalmente a precipitação dos filmes de cementita, sobretudo para o aço austenitizado a 1373K. Todavia, é possível que a pequena parcela de austenita remanescente ($\approx 1\%$), transformada em martensita não-revenida, seja responsável pelo modo de fratura observado em algumas regiões da superfície de fratura. A análise fractográfica revelou a presença de algumas facetas de clivagem. A possível propagação de trinca através das camadas de martensita não-revenida, explica bem a ocorrência desse modo de fratura em uma matriz consideravelmente amolecida pelo revenido.

6.6. A Complexidade do Mecanismo de FMR

Na seção anterior, foram abordadas várias causas, apontadas como responsáveis pela ocorrência da FMR. A análise implementada sobre o aço sugeriu que todas essas causas, em maior ou menor grau, contribuíram para a ocorrência da FMR. Sendo assim, o mecanismo que conduz a FMR, no aço 300M, é demasiadamente complexo. É muito provável que o fenômeno da FMR não possa ser atribuído a um único fator como a precipitação de carbonetos inter-ripa, transformação da austenita retida ou segregação de impurezas. É quase certo que, em aços desse tipo, o fenômeno resulte de uma combinação de fatores. Todavia, dependendo da composição química, fração volumétrica de austenita retida e ciclo de tratamento térmico, um dos fatores pode exercer um efeito predominante sobre os demais.

Portanto, diante do conjunto de informações apuradas, pode-se, então, tentar elucidar o efeito combinado das temperaturas de austenitização e revenido sobre as alterações microestruturais, até culminar na FMR do aço 300M.

6.6.1. Alterações microestruturais

Aparentemente, a precipitação da cementita é o evento crítico para desencadear a FMR, visto que a presença deste carboneto é importante em todos os mecanismos propostos para justificar a ocorrência do fenômeno. Deste modo, o processo físico de redistribuição de carbono durante o ciclo completo de tratamento térmico e as consequentes alterações microestruturais, merecem atenção. A Figura 6.20 mostra o suposto modo pelo qual o carbono se redistribui, no aço 300M, durante os estágios de austenitização, têmpera e nas várias temperaturas de revenido.

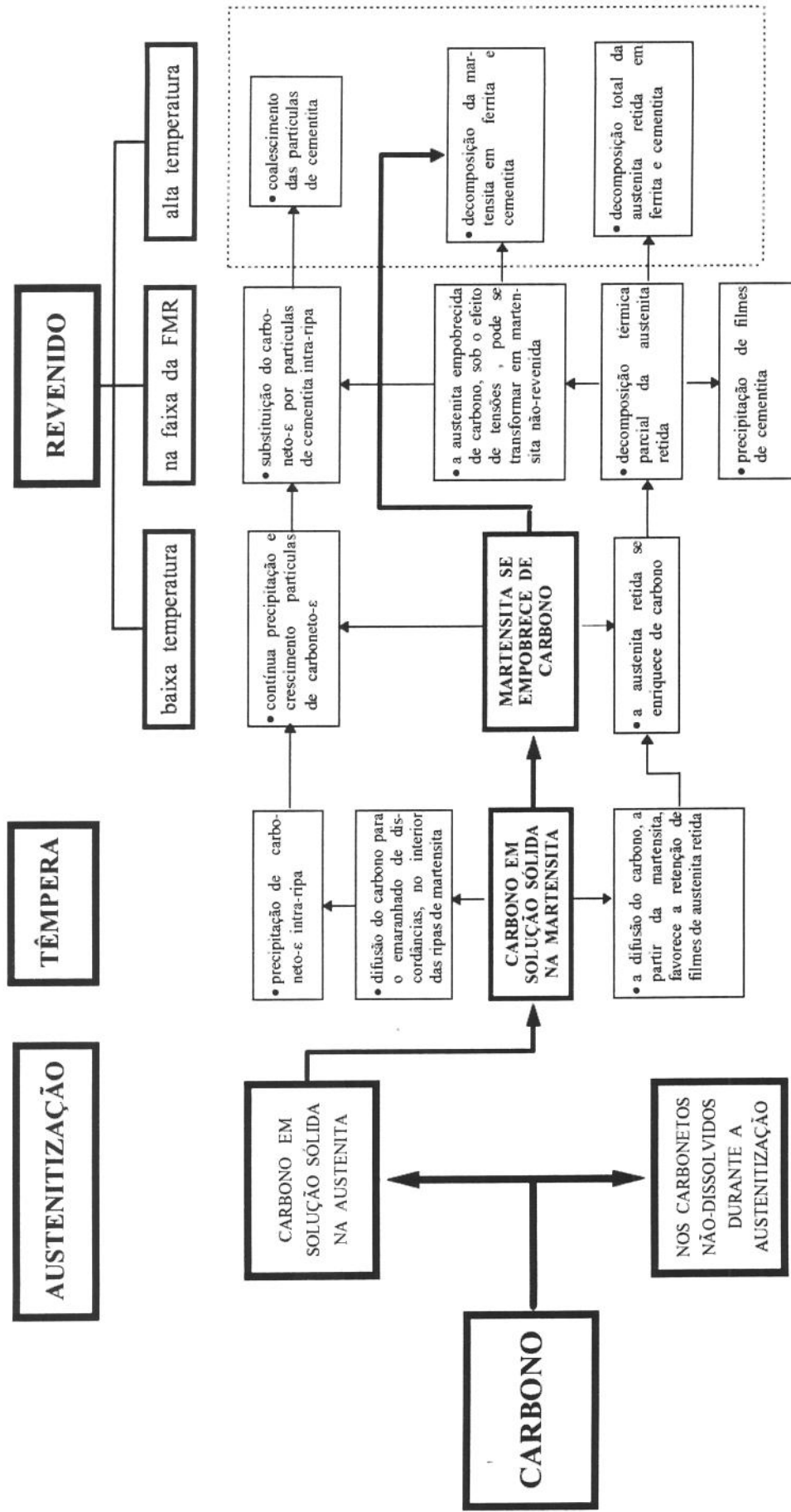


Figura 6.20. Suposta redistribuição do carbono, no aço 300M, durante o ciclo completo de tratamento térmico.

- **Austenitização**

Quanto mais elevada a temperatura de austenitização, maior a quantidade de carbonetos dissolvidos na austenita. Portanto, a quantidade de carbono e elementos de liga em solução na matriz austenítica aumenta com essa temperatura.

- **Têmpera**

Durante o resfriamento, a austenita vai se transformando gradativamente em martensita. Entretanto, a redistribuição dos átomos de carbono, neste estágio, interfere na estabilidade da austenita através de diferentes mecanismos [27, 61]:

- o carbono pode se difundir a partir das ripas de martensita para o interior da austenita circundante, de modo a diminuir a temperatura M_s local (estabilidade química);
- os átomos de carbono podem se difundir para o emaranhado de discordâncias na interface/martensita, o que dificulta a movimentação desta;
- a transformação austenita $\rightarrow$ martensita envolve uma expansão da rede cristalina que será tanto mais acentuada quanto maior for o teor de carbono em solução. Em consequência, para acomodação de volume, a austenita é deformada plasticamente, resultando num emaranhado de discordâncias no seu interior (estabilidade mecânica).

Estes diferentes mecanismos de estabilização em associação com os elementos de liga dissolvidos, possibilitam a retenção de austenita retida na forma de filmes finos de 150 a 200Å de espessura [6, 62]. Todavia, a temperatura de austenitização interfere tanto na quantidade como na localização desses filmes.

Também durante a têmpera, após a formação da martensita primária, os átomos de carbono têm tempo suficiente para se redistribuírem nos emaranhados de discordâncias e outros defeitos existentes no interior das ripas de martensita. Este processo denominado de auto-revenido, resulta na precipitação do carboneto- ϵ [1, 2, 6, 7]. Datta [7] observou que a precipitação do carboneto- ϵ , durante o auto-revenido, ocorre de maneira mais intensa com o aumento da temperatura de

austenitização. (O auto-revenido ocorre mais facilmente em ligas onde a temperatura M_s é alta [6]).

A temperatura de austenitização, além de interferir nestes fenômenos controlados pela difusão do carbono, também acarreta outras alterações microestruturais, tais como o tamanho de grão e a subestrutura da martensita.

Por intermédio da microscopia óptica, pode-se observar que a microestrutura como-temperada do aço 300M, independentemente da temperatura de austenitização, consistia de feixes de martensita dentro dos grãos de austenita prévia. Esta observação está de acordo com estudos anteriores [2, 7, 26, 27, 102]. Nesses estudos, onde informações adicionais foram obtidas através do MET, foi constatado que os feixes de martensita - constituídos de ripas paralelas - são separados por contornos de baixo e alto ângulo. As ripas de martensita, por sua vez, são caracterizadas por uma alta densidade de discordâncias, com maclas em algumas poucas ripas isoladas. Todavia, a temperatura de austenitização introduz algumas diferenças morfológicas. Particularmente no nível de organização das ripas, bem como na espessura e tamanho das mesmas.

A morfologia e a subestrutura das martensitas ferrosas têm recebido grande atenção [103, 113]. Estudos têm mostrado que o tamanho do feixe de ripas de martensita, é uma das unidades microestruturais mais importantes, tanto para o controle da resistência mecânica como da tenacidade [103, 110-113]. O refinamento da subestrutura da martensita proporciona uma melhora das propriedades mecânicas. A presença de filmes finos de austenita retida inter-ripa estáveis, térmica e mecanicamente, são geralmente considerados como uma espécie de agentes refinadores da subestrutura da martensita.

O aspecto importante a ser destacado é que a microestrutura como-temperada, do aço 300M, é função da temperatura de austenitização. A Tabela 6.3, sintetiza as principais diferenças impostas por essa temperatura. A despeito das diferenças, a Figura 6.21 mostra de maneira esquemática a microestrutura como-temperada do aço 300M.

Tabela 6.3. Características microestruturais do aço 300M na condição como-temperada impostas pelas diferentes temperaturas de austenitização.

PARÂMETRO MICROESTRUTURAL		AUSTENITIZAÇÃO CONVENCIONAL [1143 K]	AUSTENITIZAÇÃO A ALTA TEMPERATURA [1373 K]
Martensita	• Morfologia	em ripas [2, 100, 102]	em ripas [2, 100, 102]
	• Características das ripas	ripas com alta densidade de discordâncias e poucas maclas [104, 105]	ripas com alta densidade de discordâncias e poucas maclas [104, 105]
	• Espessura e tamanho das ripas	ripas menores e mais finas [101, 100]	ripas maiores e mais grossas [101, 100]
	• Orientação das ripas	mais aleatória [8]	mais organizada [8]
Austenita	• Quantidade	menor quantidade [99]	maior quantidade [99]
Retida	• Localização	predominantemente inter-ripa [2]	inter-ripa e em grande quantidade nos contornos de grão [2]
Carbonetos	• Auto-revenido	menor quantidade de carboneto-ε [12]	maior quantidade de carboneto-ε [12]
	• Não dissolvidos durante a austenitização	maior quantidade de carbonetos não-dissolvidos [28, 99]	menor quantidade de carbonetos não-dissolvidos [28,99]
Segregações de impurezas	• Nitrogênio	parcialmente capturado pelo Ti	parcialmente capturado pelo Ti
	• Enxofre	capturado pelo Mn e Ti	capturado pelo Mn e Ti
	• Fósforo	segregado em menor quantidade nos contornos de grão durante a austenitização [8]	segregado em maior quantidade nos contornos de grão [8]

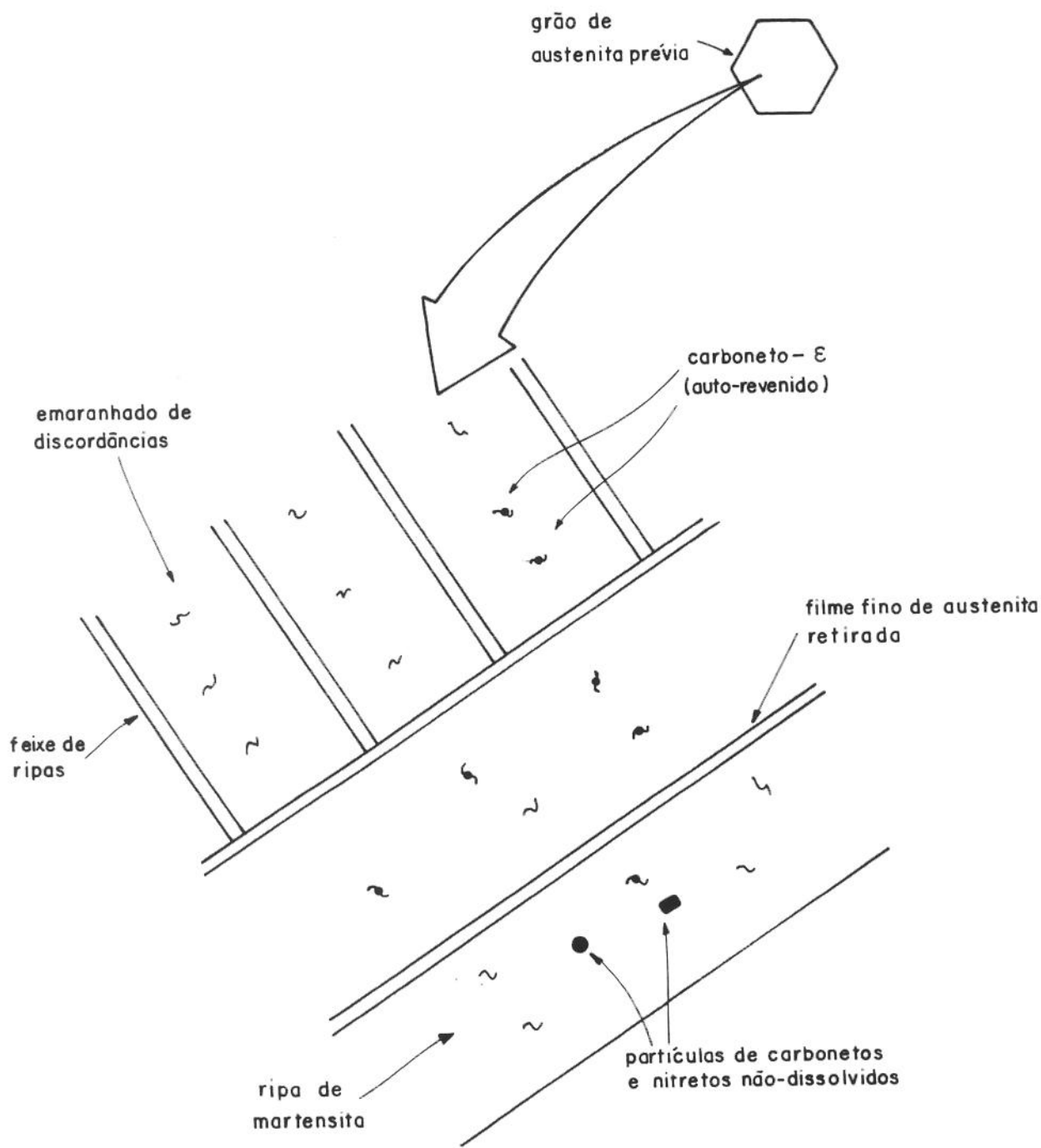


Figura 6.21. Representação esquemática da microestrutura do aço 300M, na condição como-temperada.

- **Revenido a baixas temperaturas**

Com a realização do revenido a quantidade de carbono em solução na martensita diminui, devido à contínua precipitação de carboneto- ϵ e também pelo enriquecimento de carbono da austenita retida (Figura 6.22). Como a martensita torna-se mais pobre de carbono, a dureza da matriz diminui (Figura 3.1). Por outro lado, a tenacidade à fratura aumenta, entretanto, de maneira diferenciada dependendo da temperatura de austenitização (Figura 3.7). As causas do efeito diferenciado não estão ainda completamente esclarecidas, mas várias hipóteses já foram formuladas (veja Capítulo 5). Embora não possa ser assumido como o único motivo, muitos pesquisadores têm vinculado o efeito à presença da austenita retida. Neste caso, como o carbono permanece em solução na austenita, os filmes frágeis de cementita não são formados. Assim, supostamente, o valor da tenacidade à fratura aumenta devido à maior estabilidade mecânica da austenita (mais rica de carbono). De modo que, o efeito da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura, se deve à quantidade diferenciada de austenita retida. Argumenta-se que o aços austenitizados a altas temperaturas possuem maior tenacidade à fratura porque a quantidade de austenita retida é maior. No presente trabalho, não foi possível avançar muito neste campo.

Todavia, além do efeito direto da austenita retida sobre a tenacidade, existem benefícios indiretos. A retenção da austenita nos contornos de ripa previne a formação de carbonetos frágeis inter-ripa na estrutura como-temperada bem como na estrutura temperada e revenida a baixa temperatura. Isto é, quando a temperatura de revenido estiver abaixo da temperatura de instabilidade térmica da austenita. Outro aspecto significativamente benéfico, a partir da retenção da austenita retida, é que os contornos austenita/martensita são altamente coerentes. Em contraste, na ausência da austenita, o encontro lateral de duas ripas de martensita resulta numa interface propícia para propagação de trinca e/ou segregação ou precipitação [61].

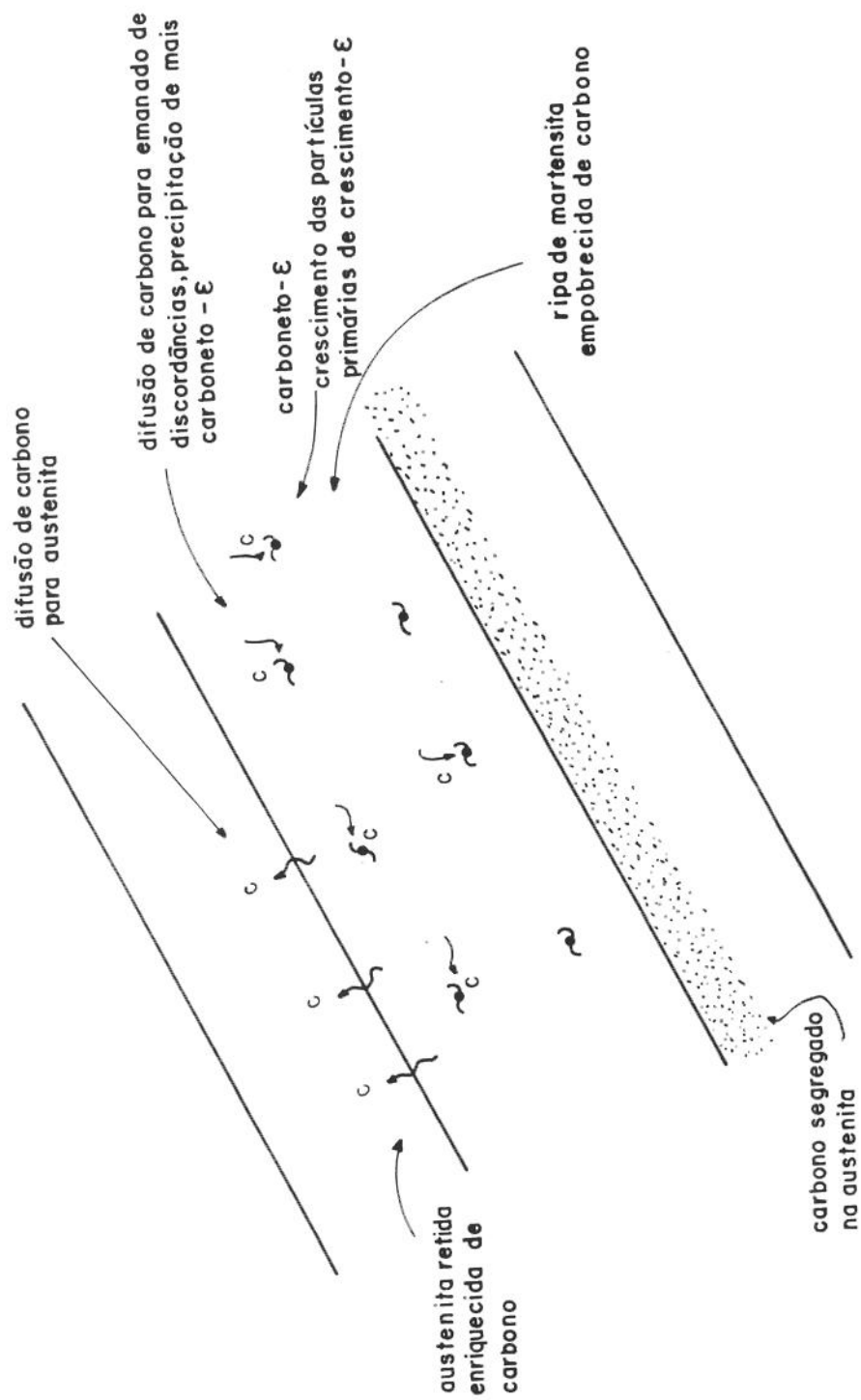


Figura 6.22. Redistribuição do carbono no aço 300M durante o revenido a baixas temperaturas (473 a 603K).

- **Revenido na faixa da FMR**

Devido à intensa redistribuição de carbono, drásticas mudanças microestruturais ocorrem quando o aço é revenido na faixa da FMR. Estas alterações, responsabilizadas pela FMR, são desencadeadas praticamente de maneira simultânea. Como esquematizado na Figura 6.20, a fragilização coincide com a substituição do carboneto- ϵ por partículas de cementita inter-ripa, com a precipitação de filmes de cementita a partir da austenita, e com a consequente instabilidade mecânica da austenita empobrecida de carbono. Além disso, no caso da FMR do aço 300M, o efeito exercido pelas impurezas, particularmente do P, não pode ser ignorado. Aparentemente o nível de P no aço 300M foi suficientemente alto para segregar nos contornos de grão e nas interfaces internas, de modo a fornecer um caminho mais favorável à propagação de trinca. Há evidências de que, a segregação de impurezas em associação com os carbonetos desempenhou um papel importante tanto no modo de fratura intergranular como transgranular (Figura 6.23).

A fragilização, ou seja, a redução de tenacidade, é decorrente do efeito exercido pelos agentes redutores do trabalho de fratura, enquanto que, o modo de fratura é determinado pela localização desses agentes fragilizantes.

Nesse sentido, a temperatura de austenitização exerceu um efeito diferenciado tanto na tenacidade à fratura (Figura 3.7) como no modo de fratura (Figuras 6.4 e 6.6).

No aço austenitizado a alta temperatura (1373K) a queda de tenacidade à fratura foi acentuada (selha profunda). Porém, no aço austenitizado a 1143K, a selha foi superficial. A tenacidade à fratura permaneceu praticamente constante na faixa de revenido compreendida entre 473 a 703K. Todavia, esse patamar de tenacidade, conforme argumentado, foi interpretado como um indício de fragilização.

A temperatura de austenitização exerceu um efeito determinante sobre o caminho de propagação da trinca. Na austenitização convencional (1143K), a fratura foi essencialmente transgranular, enquanto que, na austenitização a alta temperatura

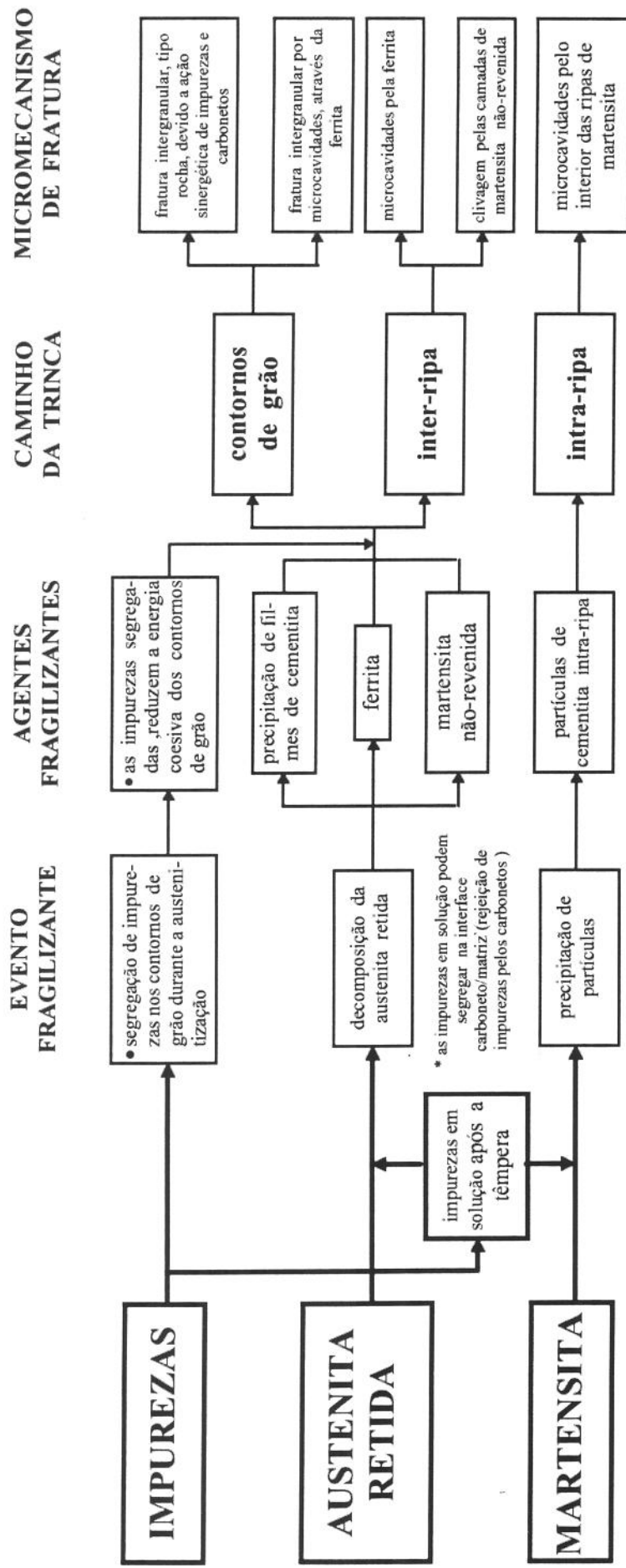


Figura 6.23. Eventos fragilizantes, agentes fragilizantes, caminhos de propagação de trinca e micromecanismos da fratura, associados com a FMR.

(1373K), o modo de fratura foi intergranular. Na fratura transgranular o caminho de propagação de trinca pode ser ainda desmembrado em intra-ripa e inter-ripa.

No caso da austenitização convencional, o micromecanismo de fratura foi misto. A análise fractográfica revelou a presença de microcavidades, clivagem e algumas facetas intergranular. É muito provável que o trabalho de fratura, em todos os mecanismos de fratura, tenha sido reduzido. Na fratura por microcavidades, a redução do trabalho de fratura pode ter sido devido à fácil nucleação das cavidades nas partículas de cementita intra-ripa. As causas da fácil nucleação das microcavidades estão mostradas na Figura 6.24. A fratura inter-ripa, por sua vez, pode ocorrer por diferentes micromecanismos (Figura 6.25), compreendendo: clivagem (pelas camadas de martensita não-revenida), microcavidades (pelas camadas de ferrita) e fratura tipo “intergranular” (pela decoesão da interface carboneto/ matriz).

Para o aço austenitizado a alta temperatura, o modo de fratura intergranular resultou da ação sinérgica entre impurezas e carbonetos, presentes nos contornos de grão (Figura 6.26). Existe ainda a possibilidade, no caso da decomposição total austenita $\rightarrow$ Ferrita + Carboneto, de ocorrer fratura intergranular por microcavidades (trinca caminha pela ferrita). Todavia, este fenômeno não foi observado no aço 300M.

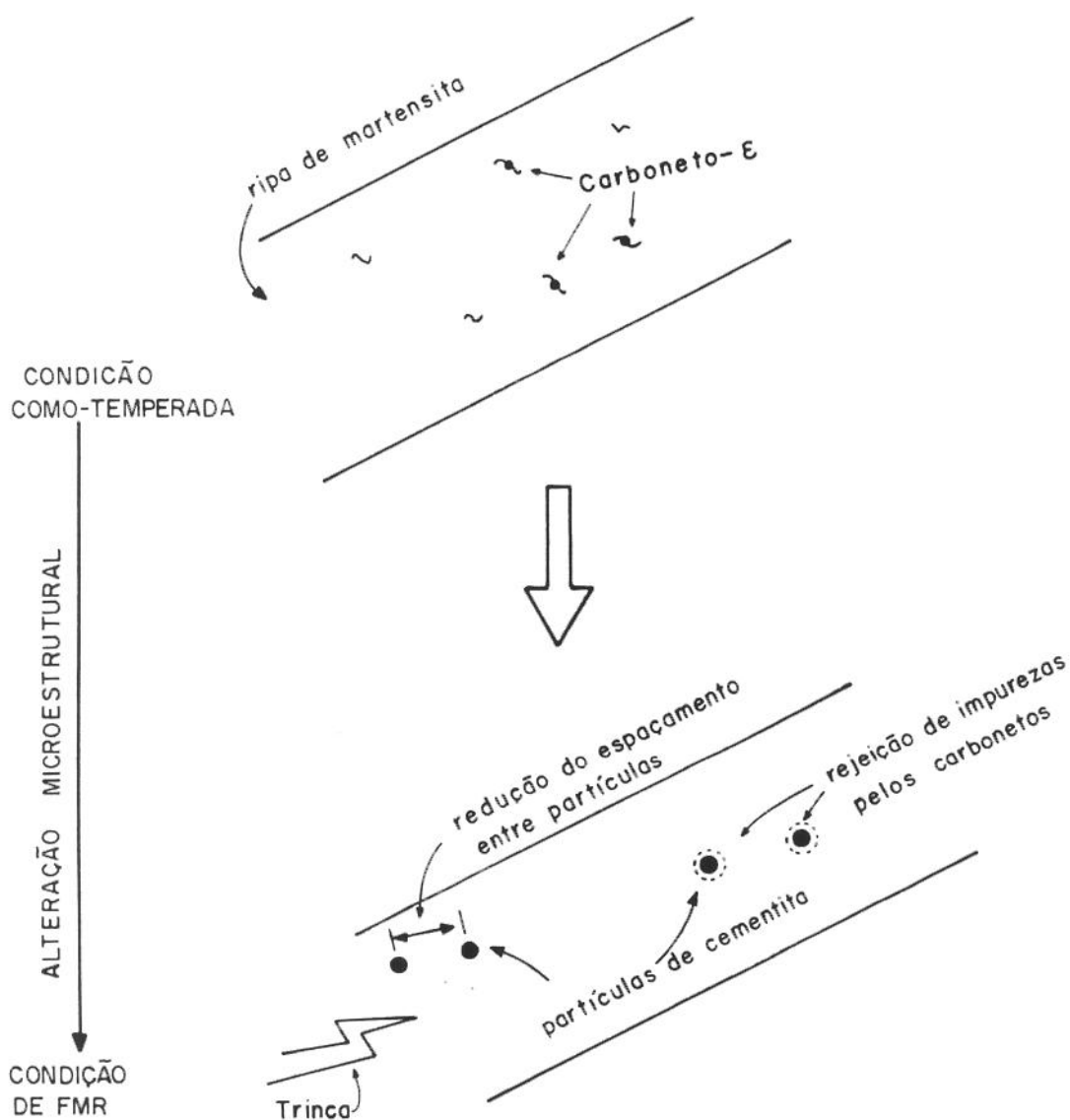
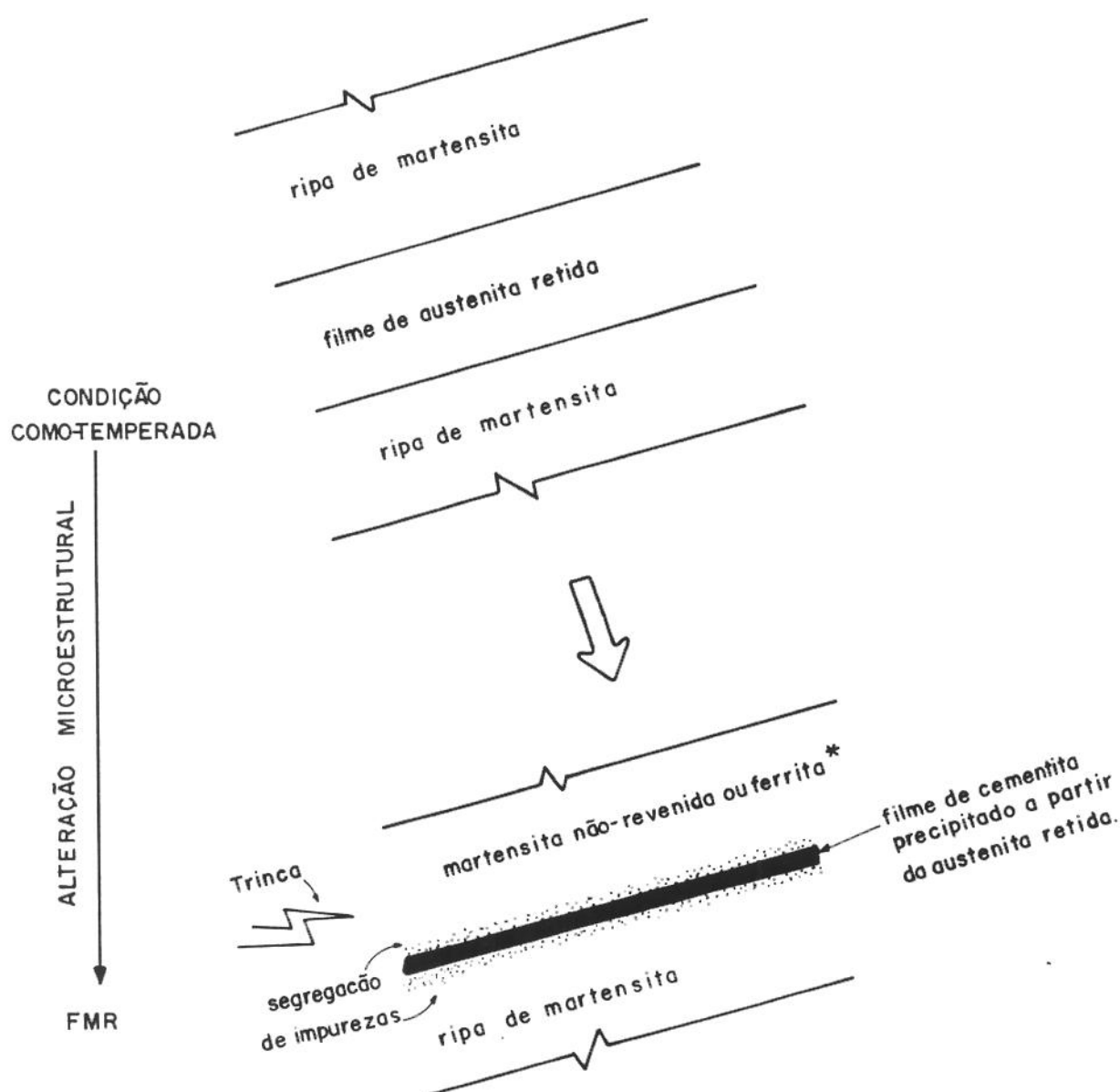


Figura 6.24. FMR por microcavidades devido precipitação de partículas de cementita intra-ripa.



* martensita não-revenida: transformação mecânica da austenita retida
 Ferrita: decomposição térmica total da austenita retida

Figura 6.25. Propagação de trinca inter-ripa.

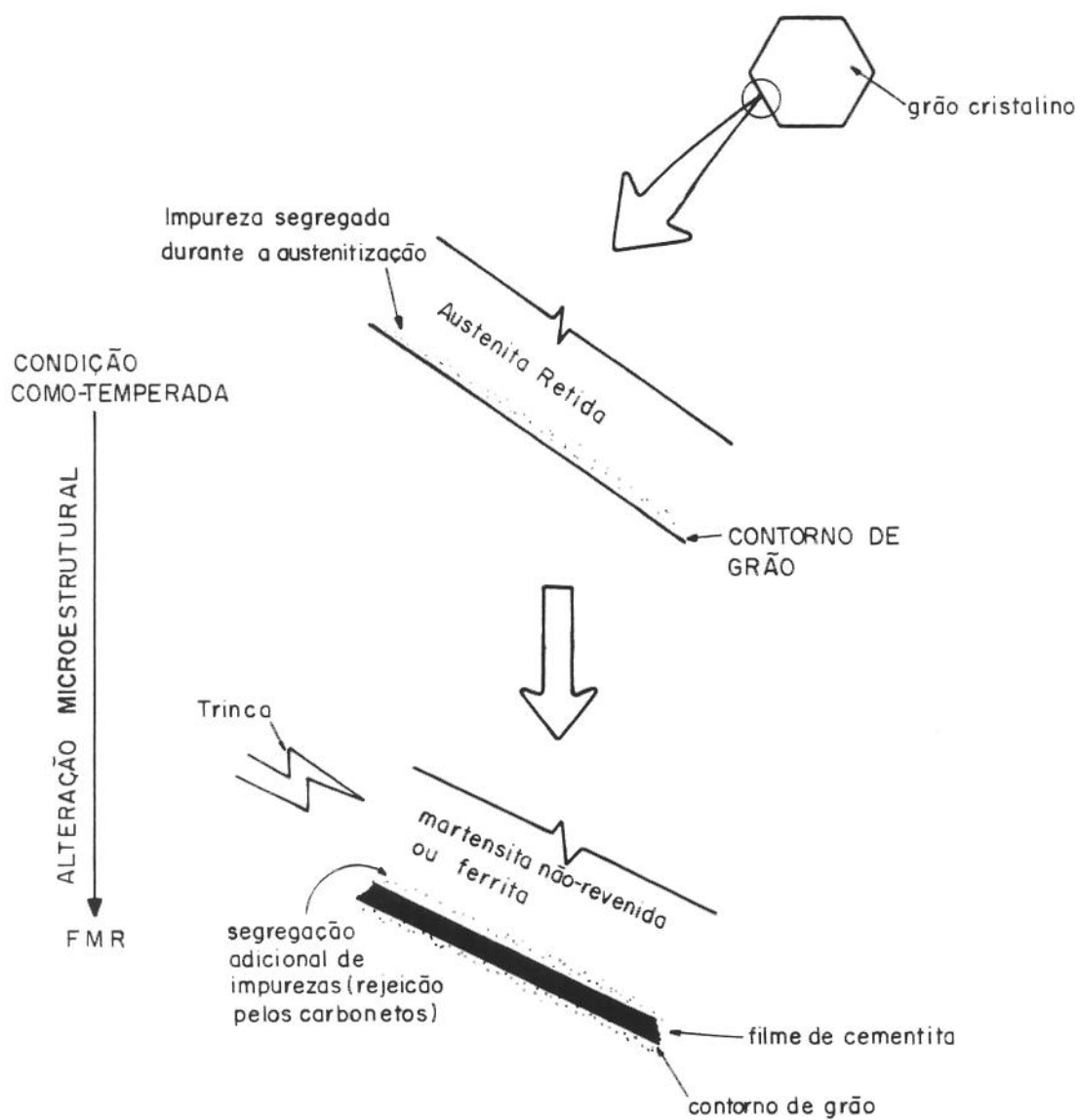


Figura 6.26. Propagação de trinca intergranular.

6.6.2. Métodos para atenuar a FMR

A FMR resulta da ação de agentes fragilizantes. Portanto, para se eliminar ou atenuar a FMR é necessário neutralizar a ação desses agentes. As ações nesse sentido requerem o controle dos eventos críticos, ou seja, dos eventos que resultam nas condições fragilizantes. Diante do estudo efetuado, são três os eventos críticos:

- segregação de impurezas;
- precipitação de partículas de cementita;
- desestabilização da austenita.

Aparentemente, nos três casos, o controle da composição química é imprescindível para atenuar o problema. Além disso, há a possibilidade de se controlar o caminho de propagação de trinca através do controle adequado do “design” do grão. A Figura 6.27 mostra alguns métodos.

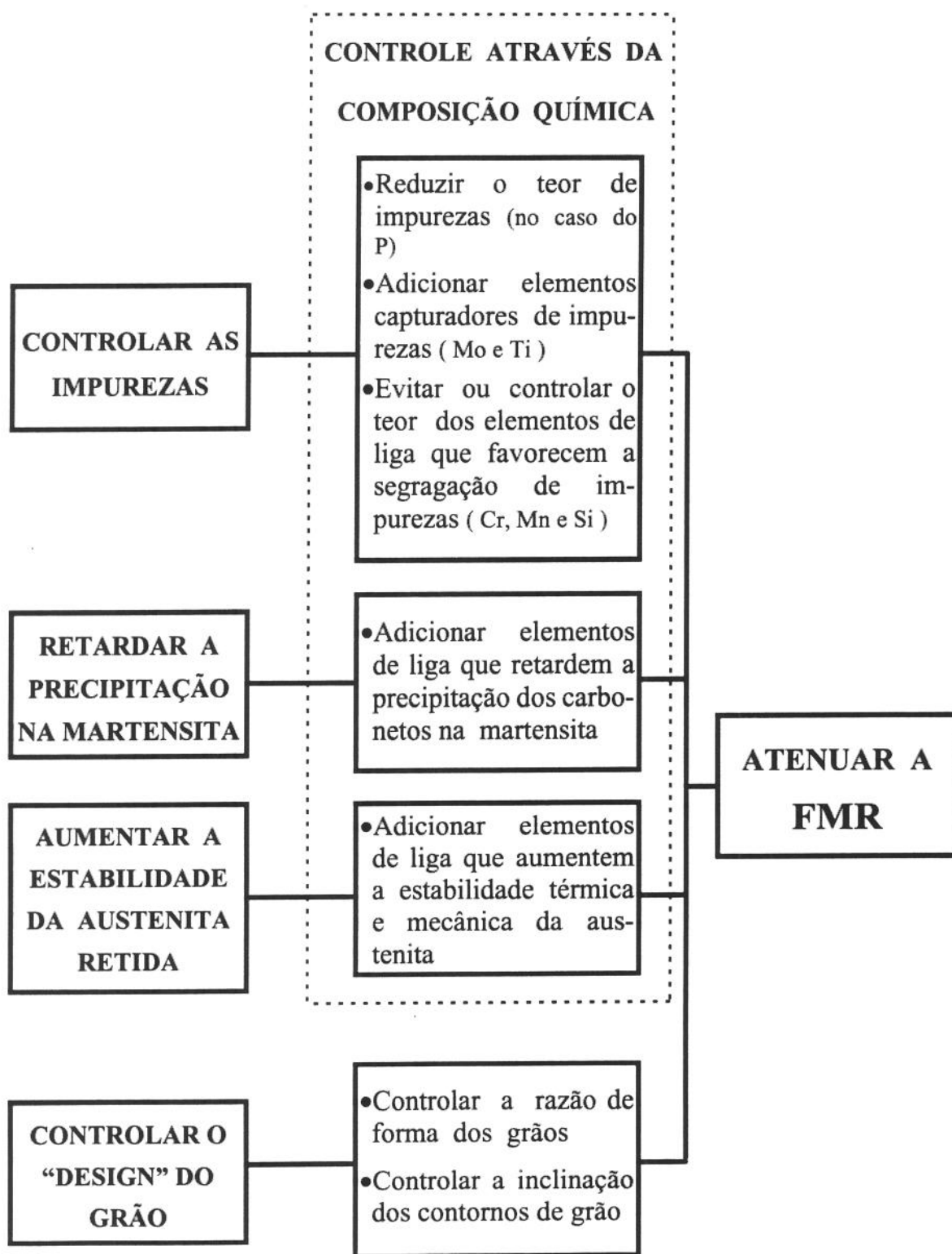


Figura 6.27. Métodos para minimizar a FMR.

6.7. Conclusões

A análise implementada sobre o aço 300M permitiu abstrair as seguintes conclusões, a respeito da FMR desse aço:

O mecanismo que conduz à FMR é demasiadamente complexo. Aparentemente, a FMR não pode ser atribuída a um único fator como a precipitação de cementita intra-ripa, decomposição de austenita retida ou segregação de impurezas. O fenômeno resulta da interação mútua entre esses fatores. Todavia, o grau de influência de cada um desses fatores depende da condição de tratamento térmico. A temperatura de austenitização interfere no comportamento da FMR do aço.

Quando austenitizado a alta temperatura (1373K), a FMR foi manifestada pela redução acentuada da tenacidade à fratura, sendo que, o valor mínimo ocorreu por volta de 703K. Neste caso, a selha de K_{IC} foi profunda. Por outro lado, quando austenitizado a 1143K, a selha de K_{IC} foi muito superficial. Entretanto, o patamar de tenacidade à fratura (revenido entre 473K a 703K), diante do contínuo amolecimento da matriz, foi interpretado como um indício de fragilização.

A temperatura de austenitização também interferiu no caminho de propagação da trinca. É importante observar que a degradação da tenacidade à fratura revela a presença de agentes fragilizantes, enquanto que, o caminho seguido pela trinca revela a localização desses agentes. O modo de fratura foi transgranular, para o aço austenitizado a 1143K, e intergranular, para o aço austenitizado a 1373K.

Aparentemente, com a elevação da temperatura de austenitização (1373K), aumentaram as quantidades de fósforo e austenita retida nos contornos de grão. Assim, quando ocorreu a precipitação de filmes de cementita, a partir da austenita retida, foi ativada a fratura intergranular. A presença do fósforo nos contornos de grão da austenita prévia, segregado durante a austenitização, acentuou o processo de fragilização. De modo que, a ação sinérgica entre o fósforo e os filmes de cementita forneceu um caminho de fácil propagação de trinca pelos contornos de grão.

Para o aço austenitizado a 1143K, a fratura transgranular ocorreu de maneira mista, consistindo essencialmente de microcavidades e clivagem. A fratura por microcavidades resultou da propagação de trinca intra-ripa. O trabalho de fratura foi reduzido devido à redução do espaçamento entre as partículas de cementita e/ou segregação de impurezas na interface/matriz (rejeição de impurezas pelos carbonetos). A fratura por clivagem, por sua vez, resultou da propagação de trinca pelas camadas de martensita não-revenida, formadas a partir da transformação mecânica de filmes de austenita retida empobrecida de carbono.

Os eventos críticos que acarretam na FMR aparentemente são três: precipitação da cementita a partir da martensita, transformação térmica da austenita e segregação de impurezas. De modo que, para atenuar o problema da FMR é necessário: retardar a precipitação da cementita, aumentar a estabilidade térmica da austenita e evitar a segregação de impurezas.

6.8. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Estudar a influência da estrutura do contorno de grão sobre a tenacidade à fratura de um aço, considerando diferentes teores de impurezas.
- Estudar a relação entre o tamanho da zona plástica e a incidência de fratura intergranular.
- Estudar métodos para neutralizar o efeito de impurezas, particularmente quando presentes em baixos teores.
- Estudar métodos para retardar a precipitação da cementita.
- Estudar métodos para aumentar a estabilidade térmica da austenita retida.

Referências Bibliográficas

- [1] PARKER, E.R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology, and mechanical properties of alloy steels. Metall. Trans. A, v.8A, p. 1025-42, July 1977.
- [2] YOUNG BLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A, v.8A, p.1439-48, Sept. 1977.
- [3] PADMANABHAN, R. & WOOD, W.E. On the occurrence of blocky martensite in 300M steel. Mater. Sci. Engng, v.66, p.1-11, 1984.
- [4] PADMANABHAN, R. & WOOD, W.E. Precipitation of ϵ carbide in martensite. Mater. Sci. Engng, v.65, p.289-97, 1984.
- [5] SACHDEV, A.K. Effect of retained austenite on the yielding and deformation behavior of a dual phase steel. Acta Metall. v.31, n°12, pp.2037-42, 1983.
- [6] SARIKAYA, M.; STEINBERG, B.G. & THOMAS, G. Optimization of Fe/Cr/C base structural steels for improved strength and toughness. Metall. Trans. A, v.13A, p.2227-37, Dec. 1982.
- [7] DATTA, K.P. Sharp Crack and blunt notch toughness behavior of quenched and tempered AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.51, p.241-52, 1981.
- [8] LEE, S.; LEE, D.Y. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and tempered martensite embrittlement in two 4340 steels. Metall. Trans A, v.20A, p.1089-103, June 1989.
- [9] OLEFJORD, I. Temper embrittlement. International Metals Reviews, n°4, p.149-63, 1978.
- [10] HONDROS, E.D. & SEAH, M.P. Segregation to interfaces, International Metals Reviews, p.263-301, Dec. 1977.

- [11] PAYSON, P. Effect of carbon content on the 500°F embrittlement of tempered martensite. *Journal of Metals - Trans. AIME*, p.1242-43, Nov. 1954.
- [12] SPEICH, G.R. & LESLIE, W.C. Tempering of steel. *Metall. Trans. A*, v.3, p.1043-54, May 1972.
- [13] SEAH, M.P. Grain boundary segregation and T-t dependence of temper brittleness. *Acta Metall.*, v.25, p.345-57, 1977.
- [14] TAYSON, W.R. Kinetics of temper embrittlement. *Acta Metall.*, v.26, p.1471-78, 1978.
- [15] LOSCH, W. Temper embrittlement and surface segregation, an AES and ILS study. *Acta Metall.*, v.27, p.567-73, 1979.
- [16] LOSCH, W. A new model of grain boundary failure in temper embrittled steel. *Acta Metall.*, v.27, p.1885-92, 1979.
- [17] GUTTMANN, M. Temper embrittlement and ternary equilibrium segregation. *Mater. Sci. Engng*, v.42, p.227-32, 1980.
- [18] ANDA, E. et al A simplified model of impurity induced temper embrittlement. *Acta Metall.*, v.30, p.611-14, 1982.
- [19] USTINOVSHCHIKOV, J.I. On temper embrittlement of steels. *Acta Metall.* v.31, n°3, p.355-64, 1983.
- [20] KIWI, M. et al On the theory of temper embrittlement. *Acta Metall.*, v.34, n°8, p.1583-7, 1986.
- [21] MILITZER, M. & WIETING, J. Segregation mechanisms of temper embrittlement. *Acta Metall.*, v.37, n°10, p.2585-93, 1989.
- [22] OHTANI, H. & McMAHON Jr, C.J. Modes of fracture in temper embrittled steels. *Acta Metall.*, v.23, p.377-86, March 1975.
- [23] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. Intergranular failure in steel: The role of grain - boundary composition. *International Metals Reviews*, n°4, p.164-96, 1978.

- [24] TAKAYAMA, S. et al The calculation of transition temperature changes in steels due to temper embrittlement. Metall. Trans. A, v.11A, p.1513-30, Sept. 1980.
- [25] KWON, C.; CHA, J.C. & KIM, C.H. The effect of grain size on fracture behavior in tempered martensite embrittlement for AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.100, p.121-8, 1988.
- [26] HORN, R.M. & RITCHIE, R.O. Mechanisms of tempered martensite embrittlement in low alloy steels. Metall. Trans. A, v.9A, p.1039-53, Aug. 1978.
- [27] THOMAS, G. Retained austenite and tempered martensite embrittlement. Metall. Trans. A, v.9A, p.439-50, March 1978.
- [28] BHADESHIA, H.K.D. & EDMONDS, D.V. Tempered martensite embrittlement: Role of retained austenite and cementite. Met. Sci., v.13, p.325-34, June 1979.
- [29] MATERKOWSKI, J.P. & KRAUSS, G. Tempered martensite embrittlement in SAE 4340 steel. Metall. Trans. A, v.10A, p.1643-51, Nov. 1979.
- [30] KWON, H. & KIM, C.H. Tempered martensite embrittlement in Fe-Mo-C and Fe-W-C steel. Metall. Trans. A, v.14, p.1389-94, July 1983.
- [31] BANERJI, S.K.; McMAHON Jr, C.J. & FENG, H.C. Intergranular fracture in 4340 - type steels: effects of impurities and hydrogen. Metall. Trans. A, v.9A, p.237-47, Feb. 1978.
- [32] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. Tempered martensite embrittlement in a high purity steel. Metall. Trans. A, v.10A, p.1151-5, Aug. 1979.
- [33] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. Tempered martensite embrittlement in phosphorus doped steels. Metall. Trans. A, v.10A, p.1729-37, Nov. 1979.
- [34] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. The fracture behavior of quenched and tempered manganese steels. Metall. Trans. A, v.13A, p.827-36, May 1982.
- [35] KWON, H. & KIM, C.H. Tempered martensite embrittlement in Fe-Ni-C. J. Mater. Sci. v.18, p.3671-8, 1983.
- [36] KWON, H. & KIM, C.H. Consideration on the intergranular tempered martensite embrittlement. Metall. Trans. A, v.15A, p.393-5, Feb. 1984.

- [37] BANDYOPADHYAY, N. & McMAHON Jr., C.J. The micro-mechanisms of tempered martensite embrittlement in 4340 - type steels. *Metall. Trans. A*, v.14A, p.1313-25, July 1983.
- [38] ZIA-EBRAHIMI, F. and KRAUSS, G. Mechanisms of tempered martensite embrittlement in medium-carbon steels. *Acta Metall.*, v.32, n°10, p.1767-78, 1984.
- [39] KWON, H. & KIM, C.H. New considerations on tempered martensite embrittlement. *Metall. Trans. A*, v.17A, p.745-6, April 1986.
- [40] KWON, H. & KIM, C.H. Fracture behavior in medium-carbon martensitic Si - and Ni-steels. *Metall. Trans. A*, v.17A, p.1173-8, July 1986.
- [41] KWON, H. & HONG, J.W. Variation of brittle fracture with test temperature in tempered martensitic structure in 2Si-0,4C steel. *Metall. Trans. A*, v.20A, p.560-3, March 1989.
- [42] RAVICHANDRAN, K.S. & DWARAKADASA, E.S. Some considerations on the occurrence of intergranular fracture during fatigue crack growth in steels. *Mater. Sci. Engng*, v.83, p.L11-L16, 1986.
- [43] RAVICHANDRAN, K.S. & DWARAKADASA, E.S. Effects of temper level on the dependence of fatigue crack growth threshold and crack closure on the prior austenitic grain size. *Metall. Trans. A*, v.21A, p.3171-86, Dec. 1990.
- [44] BERNSTEIN, I.M. & RATH, B.B. The role of grain boundary solutes and structure on the yielding and intergranular cracking of iron. *Metall. Trans. A*, v.4, p.1545-51, June 1973.
- [45] ROY, A.; ERB, U. & GLEITER, H. Grain boundary embrittlement as a function of boundary structure (energy). *Acta Metall.*, v.30, p.1847-50, 1982.
- [46] ELM'RABAT, B. & PRIESTER, L. Influence of phosphorus on the texture of grain boundaries in iron. *Mater. Sci. Engng A*, v.101, pp.117-23, 1988.
- [47] LIM, L.C. & WATANABE, T. Fracture toughness and brittle-ductile transition controlled by grain boundary character distribution (GBCD) in polycrystals. *Acta Metall. Mater.*, v.38, n°12, p.2507-16, 1990.

- [48] RITCHIE, R.O. Influence of impurity segregation on temper embrittlement and on slow fatigue crack growth and threshold behavior in 300-M high strength steel. Metall. Trans. A, v.8A, p.1131-40, July 1977.
- [49] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. Phosphorus induced 350°C embrittlement in an ultra high strength steel. Metall. Trans. A, v.10A, p.123-6, Jan. 1979.
- [50] THOMPSON, R.G. et al. On the mechanism of intergranular embrittlement by phosphorus in transformer steel. Metall. Trans. A, v.12A, p.1339-51, July 1981.
- [51] WOORDFORD, D.A. & STEPIEN, R.W. Control of temper embrittlement in Ni-Cr-Mo-V steel by combining intercritical and low temperature austenitizing heat treatments. Metall. Trans. A, v.11A, p.1951-63, Dec. 1980.
- [52] BRIANT, C.L. & BANERJI, S.K. Tempered martensite embrittlement and intergranular fracture in an ultra-high strength sulfur doped steel. Metall. Trans. A, v.12A, p.309-19, Feb. 1981.
- [53] PETERS, J.A. et al. On the mechanisms of tempered martensite embrittlement. Acta Metall., v.37, n°2, p.675-86, 1989.
- [54] DARWISH, F.A. et al. On the tempered martensite embrittlement in AISI 4140 low alloy steel. Mater. Sci. Engng, A 132, p.L5-L9, 1991.
- [55] KING, J.E. & KNOTT, J.F. Effects of temper-embrittling heat treatment on ductile failure in high-strength low-alloy steel. Met Sci., v.15, p.1-6, Jan. 1981.
- [56] HIPPSLEY, C.A. & DRUCE, S.G. The influence of phosphorus segregation to particle/matrix interfaces on ductile fracture in a high strength steel. Acta Metall., v.31, n°11, p.1861-72, 1983.
- [57] LEE, S.; MAONO, L. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and fracture toughness in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.16A, p.1633-48, Sept. 1985.
- [58] BRIANT, C.L. & LEWIS, N. Affect of tempering on fracture mode in high-strength, phosphorus-doped Ni-Cr steels. Mater. Sci. Techol., v.2, p.35-41, Jan. 1986.

- [59] BRIANT, C.L. Role of carbides in tempered martensite embrittlement. *Mater. Sci. Technol*, v.5, p.138-47, Feb. 1989.
- [60] KIM, B.C. et al. In Situ fracture observations on tempered martensite embrittlement in an AISI 4340 steel. *Metall. Trans. A*, v.22A, p.1889-92, Aug. 1991.
- [61] NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. Structure-property relations and the design of Fe-4Cr-C base structural steels for high strength and toughness. *Metall. Trans. A*, v.11A, p.441-57, March 1980.
- [62] SARIKAYA, M.; JHINGAN, A.K. & THOMAS, G. Retained austenite and tempered martensite embrittlement in medium carbon steels. *Metall. Trans. A*, v.14A, p.1121-33, June 1983.
- [63] McMAHON Jr., C.J. & VITEK, V. The effect of segregated impurities on intergranular fracture energy. *Acta Metall.*, v.27, p.507-13, 1979.
- [64] LEA, C.; SEAH, M.P. & HONDROS, E.D. The intergranular fragility index - an engineering materials parameters. *Mater. Sci. Engng*, v.42, p.233-44, 1980.
- [65] McMAHON Jr., C.J. Solute segregation and intergranular fracture in steels: a status report. *Mater. Sci. Engng*, v.42, p.215-26, 1980.
- [66] MESSMER, R.P. & BRIANT, C.L. The role of chemical bonding in grain boundary embrittlement. *Acta Metall.*, v.30, p.457-67, 1982.
- [67] LARTIGUE, S. & PRIESTER, L. Stability of extrinsic grain boundary dislocations in relation with intergranular segregation and precipitation. *Acta Metall.*, v.31, n°11, p.1809-19, 1983.
- [68] BAMIRO, O.A. An atomistic-statistical thermodynamic evaluation of grain boundary embrittlement. *Acta Metall.*, v.32, n°10, p.1755-65, 1984.
- [69] EBERHART, M.E.; LATANISION, R.M. & JOHNSON, K.H. The chemistry of fracture: A basis for analysis. *Acta Metall.*, v.33, n°10, p.1769-83, 1985.
- [70] SHENHUA, S.; TINGDONG X. & ZHEXI, Y. Determination of critical time and critical cooling rate of non-equilibrium grain-boundary segregation. *Acta Metall.*, v.37, n°1, p.319-23, 1989.

- [71] BRIANT, C.L. On the chemistry of grain boundary segregation and grain boundary fracture. *Metall. Trans. A*, v.21A, p.2339-54, Sept. 1990.
- [72] COTTRELL, A.H. Unified theory of effects of segregated interstitials on grain boundary cohesion. *Mater. Sci. Technol.*, v.6, p.807-10, Sept. 1990.
- [73] DE AVILLEZ, R.R. The effect of alloying elements on the temper embrittlement of steels. *Mater. Sci. Engng*, v.63, p.L9-L11, 1984.
- [74] KEARNS, M.A. & BURSTEIN, G.T. Interactions amongst segregants on the surface of a low alloy steel. *Acta Metall.*, v.33, n°6, p.1143-49, 1985.
- [75] MISRA, R.D.K.; BALASUBRAMANIAN, T.V. & RAMA RAO, P. On interactions amongst trace and alloying elements at the grain boundaries of a low alloy steel. *Acta Metall.*, v.35, n°12, p.2995-3000, 1987.
- [76] SUN, J. et al. Impurity effects in stress relief cracking of a Mn-Cr-Mo-Ni steel. *Mater. Sci. Technol.*, v.3, p.139-45, Feb.1987.
- [77] BRIANT, C.L. Interactive grain boundary segregation of nickel and antimony in iron. *Mater. Sci. Technol.*, v.4, p.956-66, Nov. 1988.
- [78] SUZUKI, S. et al Site competition between sulfur and carbon at grain boundaries and their effects on the grain boundary cohesion in iron. *Metall. Trans. A*, v.18A, p.1109-15, June 1987.
- [79] MISRA, R.D.K. & BALASUBRAMANIAN, T.V. Effects of microstructure on grain boundary segregation processes in low alloy steel. *Acta Metal. Mater.*, v.38, n°11, p.2357-66, 1990.
- [80] OHTANI, H.; FENG, H.C. McMAHON Jr., C.J. New information on the mechanism of temper embrittlement of alloy steels. *Metall. Trans.*, v.5, p.516-8, Feb. 1974.
- [81] SAMUEL, F.H. & HUSSEIN, A.A. A comparative study of tempering in steel. *Mater. Sci. Engng*, v.58, p.113-20, 1983.

- [82] PIENAAR, G. Effects of vanadium on upper-nose temper embrittlement and other mechanical properties of Cr-Ni-Mo low-alloy steels. *Mater. Sci. Technol.*, v.2, p.1051-61, Oct. 1986.
- [83] HALE, G.E.; PRESTON, S. & NUTTING, J. Influence of manganese and sulphur on overheating of some low-alloy steels. *Mater. Sci. Technol.*, v.2, p.571-5, June 1986.
- [84] SAITO, N.; ABIKO, K. & KIMURA, H. Reduction of intergranular fracture in Fe-P alloys by the addition of nickel. *Mater. Sci. Engng A*, v.102, p.169-74, 1988.
- [85] DRUCE, S.G. Effects of austenitisation heat treatment on the fracture resistance and temper embrittlement of MnMoNi steels. *Acta Metall.*, v.34, n°2, p.219-32, 1986.
- [86] OGURA, T.; MAKINO, A & MASUMOTO, T. A grain boundary etching method for the analysis of intergranular P-segregation in iron-based alloys. *Metall. Trans. A*, v.15A, p.1563-70, Aug. 1984.
- [87] ASM-Metals Handbook; Ultrahigh-Strength Steels, in: *Properties and Selection: Irons and Steels*, v.1, 8^{ed.}, Metals Park, Ohio, 1978, p.421-43.
- [88] HONEYCOMBE, R.W.K. Efeito dos elementos de liga na formação de carbonetos de ferro, in: *AÇOS - Microestrutura e Propiedades* /// Trad. M. A. Fortes e A. C. Ferro. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1984, p.214-17.
- [89] RELICK, J.R. & McMAHON Jr., C.J. Intergranular embrittlement of iron-carbon alloys by impurities. *Metall. Trans.*, v.5, p.2439-50, Nov. 1974.
- [90] VAN STONE, R.H. et al Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture. *International Metals Reviews*, v.30, n°4, p.157-79, 1985.
- [91] BHADOSHIA, H.K.D.H. & EDMONDS, D.V. Bainite in silicon steels: new composition-property approach - Part 1. *Met. Sci.*, v.17, p.411-19, Sept. 1983.
- [92] BRIANT, C.L.; BANERJI, S.K. & RITTER, A.M. The role of nitrogen in the embrittlement of steel. *Metall. Trans. A*, v.13A, p.1939-1950, Nov. 1982.

- [93] COX, T.B. & LOW Jr, J.R. An investigation of the plastic fracture of AISI 4340 and 18 nikel-200 grade maraging steels. Metall. Trans. A, v.5, pp.1457-70, June 1974.
- [94] GREENFIELD, M.A. & MARGOLIN, H. The mechanism of void formation, void growth, and tensile fracture in an alloy consisting of two ductile phases. Metall. Trans. v.3, p.2649-59, Oct. 1972.
- [95] GURLAND, J. Observations on the fracture of cementite particles in a spheroidized 1,05%C steel deformed at room temperature. Acta Metall., v.20, p.73541, May 1972.
- [96] SCHWALBE, K.H. On the influence of microstructure on crack propagation mechanisms and fracture toughness of metallic materials. Engng Fracture Mech, v.9, p.795-832, 1977.
- [97] ARGON, A.S.;IM, J. & SAFOGLU,R. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. Metall. Trans. A, v.6A, p.825-37 , April 1975.
- [98] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Fracture toughness of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. Mater. Sci. Technol., v.3, p.441-9, June 1987.
- [99] LAI, G.Y. et al The effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. Metall. Trans. A, v.5, p.1663-70, July 1974.
- [100] CARLSON, M.F.; NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C steel. Metall. Trans. A, v.10A, p.1273-84, Sept. 1979.
- [101] WEI-DI CAO & XIAO-PING LU Interpretation of the effects of high austenitizing temperature on toughness behavior in a low alloy, high strength steel. Metall. Trans. A, v.18A, p.1569-85, Sept. 1987.
- [102] SASTRY, C.N. & WOOD, W.E. On the presence of retained austenite at the prior austenite grain boundaries of AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.45, p.277-80, 1980.

- [103] TOMITA, Y. & OKABAYASHI, K. Effect of microstructure on strength and toughness of heat. Metall. Trans. A, v.17A, p.1203-9, 1986.
- [104] SPEICH, G.R. & LESLIE, W.C. Tempering of steel. Metall. Trans. A, v.3, p.1043-54, May 1972.
- [105] HEHEMANN, R.F.; KINSMAN, K.R. & AARONSON, H.I. A debate on the bainite reaction. Metall. Trans. A, v.3, p.1077-94, May 1972.
- [106] CLARK, R.A. & THOMAS, G. Design of strong tough Fe/Mo/C martensitic steels and the effects of cobalt. Metall. Trans. A, v.6A, p.969-79, May 1975.
- [107] HUANG, D. & THOMAS, G. Structure and mechanical properties of tempered martensite and lower bainite in Fe-Ni-Mn-C steels. Metall. Trans., v.2, p.1587-98, June 1971.
- [108] RAGHAVAN, M. & THOMAS, G. Structure and mechanical properties of Fe-Cr-C-Co steels. Metall. Trans., v.2, p.3433-39, Dec. 1971.
- [109] KRAUSS, G. & MARDER, A.R. The morphology of martensite in iron alloys. Metall. Trans. A, v.2, p.2343-57, Sept. 1971.
- [110] YOKOTA, M.J. & LAI, G.Y. Toughness of lath vs plate martensites. Metall. Trans. A, v.6A, p.1832-35, Sept. 1975.
- [111] NAYLOR, J.P. & KRAHE, P.R. Cleavage planes in lath type bainite and martensite. Metall. Trans. A, v.6A, pp.594-8, March 1975.
- [112] SWARR, T. & KRAUSS, G. The effect of structure on the deformation of as-quenched and tempered martensite in an Fe-0,2Pct C alloy. Metall. Trans., v.7A, pp.41-8, Jan. 1976.
- [113] TOMITA, Y. Effect of microstructure on plane-strain fracture toughness of AISI 4340 steel. Metall. Trans. A, v.19A, pp.2513-21, Oct. 1988.

CAPÍTULO 7

A INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO

- Considerações Iniciais.
- A Relação De Hall-Petch.
- A relação entre o Tamanho de Grão e a Tenacidade à Fratura (K_{IC})
- A Relevância do Tamanho de Grão Segundo o Raio de Ponta do Entalhe.
- Uma Análise da Relação de Hall-Petch.
- Conclusões
- Sugestões para Trabalhos Futuros
- Referências Bibliográficas

7.1. Considerações Iniciais

É bem conhecido o efeito que a temperatura de austenitização exerce sobre o tamanho de grão dos aços. Quanto mais elevada a temperatura de austenitização, maior o tamanho de grão da austenita prévia da estrutura martensítica. Foi exatamente este o efeito observado nos dois tipos de aço 300M utilizados neste trabalho.

Também é conhecido que o tamanho de grão exerce forte influência sobre as propriedades mecânicas. A expectativa, sobretudo quando se toma como base a equação de Hall-Petch ou similares, é de que ocorra uma degradação das propriedades mecânicas globais, com o aumento do tamanho de grão. Espera-se, normalmente, que a resistência mecânica e a tenacidade diminuam com o aumento do tamanho de grão.

Entretanto, os valores de tenacidade à fratura; tanto CTOD_c e K_{IC}, medidos nas condições como-temperadas e temperadas e revenidas a baixas temperaturas, para os dois aços 300M; não corresponderam à expectativa. O aço 300M, quando austenizado a alta temperatura, mesmo tendo maior tamanho de grão, apresentou valores de tenacidade à fratura mais elevados quando comparados com os valores obtidos para o aço austenitizado na temperatura convencional, com granulometria mais refinada.

Este comportamento, num primeiro momento, sugere que a equação de Hall-Petch não se aplica ao aço 300M. Todavia, a relação de Hall-Petch é frequentemente referenciada para justificar os resultados obtidos em muitos trabalhos de pesquisa, sendo que, experimentalmente essa relação tem-se mostrado válida para vários tipos de materiais. Sendo assim, a prudência recomenda que seja feita uma análise mais cuidadosa dos resultados obtidos e da própria relação de Hall-Petch, antes de se abstrair qualquer conclusão.

7.2. A Relação de Hall-Petch

As propriedades mecânicas de um dado metal são determinadas pela sua microestrutura. Um procedimento comumente empregado consiste na identificação e caracterização de parâmetros microestruturais relevantes (tamanho de grão, impurezas, inclusões, partículas de segunda fase e outros), e no estabelecimento de relações entre esses parâmetros microestruturais e as propriedades mecânicas de interesse.

Um dos parâmetros microestruturais considerado de maior relevância é o tamanho de grão. Aliás, o efeito do tamanho de grão sobre a resistência mecânica dos metais é, provavelmente, o aspecto microestrutural mais bem documentado na metalurgia [1]. Existe uma expectativa quase geral, nos trabalhos de pesquisa, de que as propriedades globais de resistência dos metais dependem do tamanho de grão.

Basset e Davis (citados na referência [2]), em 1919, estudando cartuchos de latão de armas de fogo, observaram que o tamanho de grão exercia influência sobre a propriedade mecânica de dureza. Todavia, normalmente, reconhece-se que o primeiro estudo científico sobre a influência do tamanho de grão foi realizado, separadamente, por Hall (1951) e Petch (1953), no ferro ARMCO. Eles estabeleceram experimentalmente uma relação entre o limite de escoamento e o tamanho de grão. Como consequência surgiu a bem conhecida equação de Hall-Petch descrita por

$$\tau_e = \tau_i + Kd^{-1/2} \quad (7.1)$$

onde,

τ_e - tensão de escoamento ($\tau_e = \sigma_e/2$);

τ_i - tensão de atrito necessária para mover discordâncias livres no plano de deslizamento
(Normalmente é interpretada como a tensão de escoamento do monocristal);

K - fator que representa a resistência do contorno de grão (É uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias nos contornos de grão);

d - diâmetro médio do grão.

Posteriormente, Armstrong et al [3], trabalhando também com ferro ARMCO, mostraram que a equação (7.1) podia ser utilizada para descrever o comportamento geral tensão-deformação. Atualmente, normalmente assume-se que a equação de Hall-Petch expressa a dependência da tensão de escoamento com o tamanho de grão, em qualquer tensão plástica até a fratura.

A relação de Hall-Petch tem também servido de referência para justificar o efeito observado do tamanho de grão sobre outras propriedades mecânicas.

A generalização da equação de Hall-Petch foi uma decorrência natural, visto que, historicamente, as propriedades mecânicas globais têm sido correlacionadas com o comportamento tensão-deformação (ensaio de tração convencional) dos materiais. Várias propriedades mecânicas de materiais metálicos policristalinos, tais como: dureza, limite de resistência, tensão de fratura, temperatura de transição dúctil-frágil, tenacidade à fratura, entre outras, têm sido descritas como dependentes do tamanho de grão. Em alguns casos, as propriedades de interesse e o tamanho de grão são relacionados em equações do tipo Hall-Petch.

Em artigo publicado, Armstrong [2] apresentou várias equações, obtidas a partir de metais puros ou fracamente ligados, onde diferentes propriedades mecânicas são relacionadas com o tamanho de grão. Por exemplo, a dureza é expressa por

$$H = H_0 + K_H d^{-1/2} \quad (7.2)$$

onde,

H - dureza;

d - diâmetro médio do grão;

H_0 e K_H - constantes experimentais.

Embora existam relativamente poucos trabalhos que relacionem o efeito do tamanho de grão sobre a tenacidade à fratura, o valor dessa propriedade é esperado aumentar com a diminuição do tamanho de grão. Esta seria uma consequência direta da relação de Hall-Petch entre σ_e e o tamanho de grão.

Stonesifer e Armstrong [4], estudando um aço de baixo carbono (aço A533B), observaram que o fator de intensificação de tensão crítico, K_{IC} , relaciona-se com o tamanho de grão segundo uma relação do tipo Hall-Petch.

$$K_{IC} = K_0 + \left(c' K_{rp}^{1/2} \right) d^{-1/2} \quad (7.3)$$

onde,

K_0, K - constantes do material;

c' - constante numérica da unidade;

rp - tamanho da zona plástica à frente da trinca;

d - diâmetro médio de grão.

Srinivas [5] estudando o ferro ARMCO e Klassem[6]aços de baixo carbono ($\cong 0,1\%C$), constataram que a tenacidade à fratura, avaliada através de J_{IC} , aumenta com a diminuição do tamanho de grão (d), e concluíram que essa relação também pode ser expressa por uma relação do tipo Hall-Petch. Respectivamente, eles estabeleceram que

$$J_{IC} = 52 + 1,28 d^{-1/2} \quad (7.4)$$

sendo que, J_{IC} em (kJ/m^2) e d em (m)

$$J_{IC} = J_0 + D d^{-1/2} \quad (7.5)$$

onde, J_0 e D são constantes do material.

Devido a todas estas evidências, é natural que exista uma grande expectativa sobre a dependência das propriedades mecânicas globais do tamanho de grão.

Todavia, para explicar adequadamente a influência que os parâmetros microestruturais exercem sobre as propriedades mecânicas, além de evidências experimentais, é necessário uma fundamentação teórica que justifique tal dependência.

Desde que foi proposta, a relação de Hall-Petch tem sido muito estudada, tanto do ponto de vista teórico como experimental, com o objetivo de melhorar o entendimento e também justificar a relação linear entre a tensão de escoamento e o recíproco da raiz quadrada do tamanho de grão.

Na essência, a relação de Hall-Petch descreve a influência de um parâmetro microestrutural, no caso o tamanho de grão, sobre o processo de escoamento plástico. Existem basicamente duas teorias que explicam o escoamento plástico a nível microscópico. Uma baseada no empilhamento de discordâncias nos contornos de grão e a outra baseada em irregularidades (ledges) existentes nos contornos de grão. Neste último caso, atribui-se aos "ledges" a responsabilidade pela emissão de discordâncias, sendo que, o escoamento pode ocorrer sem empilhamento de discordâncias (veja Li [7]).

Normalmente, embora nem sempre, justifica-se a relação de Hall-Petch através do escoamento plástico decorrente do empilhamento de discordâncias. Essa teoria explica a dependência da resistência ao escoamento plástico com o tamanho de grão através do conceito de que os contornos de grão atuam como barreiras ao movimento de discordâncias.

Baseado nessa teoria, uma grande variedade de modelos, todos envolvendo empilhamento de discordâncias, tem sido propostos para explicar a relação de Hall-Petch [8]. Muitos estudos teóricos têm sido realizados para examinar as propriedades de vários tipos de empilhamento. Entre os vários modelos propostos pode-se destacar: empilhamento homogêneo em camada única com um só bloqueio, empilhamento heterogêneo e anisotrópico, empilhamento circular, empilhamento em múltiplos planos. Os cálculos dos empilhamentos de discordância compreendem tanto soluções analíticas como métodos numéricos. Li [7] fez uma revisão relativamente detalhada de vários modelos.

Os modelos mais sofisticados, são mais realistas, porém envolvem cálculos mais complicados. Todavia, quando o objetivo é explicar a relação de Hall-Petch, e não efetuar cálculos mais precisos, é comum recorrer-se a modelos mais simples, pois eles são de mais fácil compreensão.

O mecanismo originalmente proposto por Hall, envolvia o empilhamento de discordância contra os contornos de grão, como mostra a figura 7.1.

Esse modelo foi posteriormente modificado por Cottrell, que assumiu que o empilhamento de discordâncias poderia também desencadear fontes de discordâncias próximo dos contornos de grão.

Para melhor ilustrar a maneira pela qual a relação de Hall-Petch é normalmente justificada, na figura 7.1 encontram-se representados esquematicamente dois corpos de prova de um mesmo material, porém com tamanhos de grão diferentes. Os símbolos **F** e **G** são utilizados para identificar os parâmetros relacionados com granulometria fina e grosseira, respectivamente.

Os grãos individuais de materiais policristalinos não se deformam de acordo com as leis simples que descrevem a deformação plástica em monocristais, devido ao efeito restritivo dos grãos adjacentes que os envolvem [9,10].

A resistência à deformação plástica está relacionada inversamente com a mobilidade das discordâncias. Os contornos de grão agem como barreiras ao movimento das discordâncias. Assim, muito embora seja comum fazer-se referência ao tamanho de grão, é o contorno de grão, o característico microestrutural que influi efetivamente no comportamento mecânico. Entretanto, entende-se que seja pertinente referir-se apenas ao tamanho de grão, pois o efeito é decorrente. Metais de granulação fina contêm mais contorno de grãos e, conseqüentemente, maior número de barreiras por unidade de volume.

Microscopicamente, a deformação plástica de um metal policristalino pode ser explicada admitindo-se que fontes de discordâncias entram em operação dentro de um grão, originando o movimento de discordâncias que eventualmente se empilham num contorno de grão [11]. O empilhamento gera concentração de tensões, como mostra esquematicamente a figura 6.1, e quando o nível das tensões atinge um valor crítico ocorre relaxamento das tensões pelo início do deslizamento localizado. Assim, o processo de escoamento é propagado de grão em grão. O tamanho de grão determina a distância que as discordâncias têm de percorrer para formar os empilhamentos e, portanto, também o número de discordâncias envolvidas. A tensão de cisalhamento τ_{pic} (tensão de

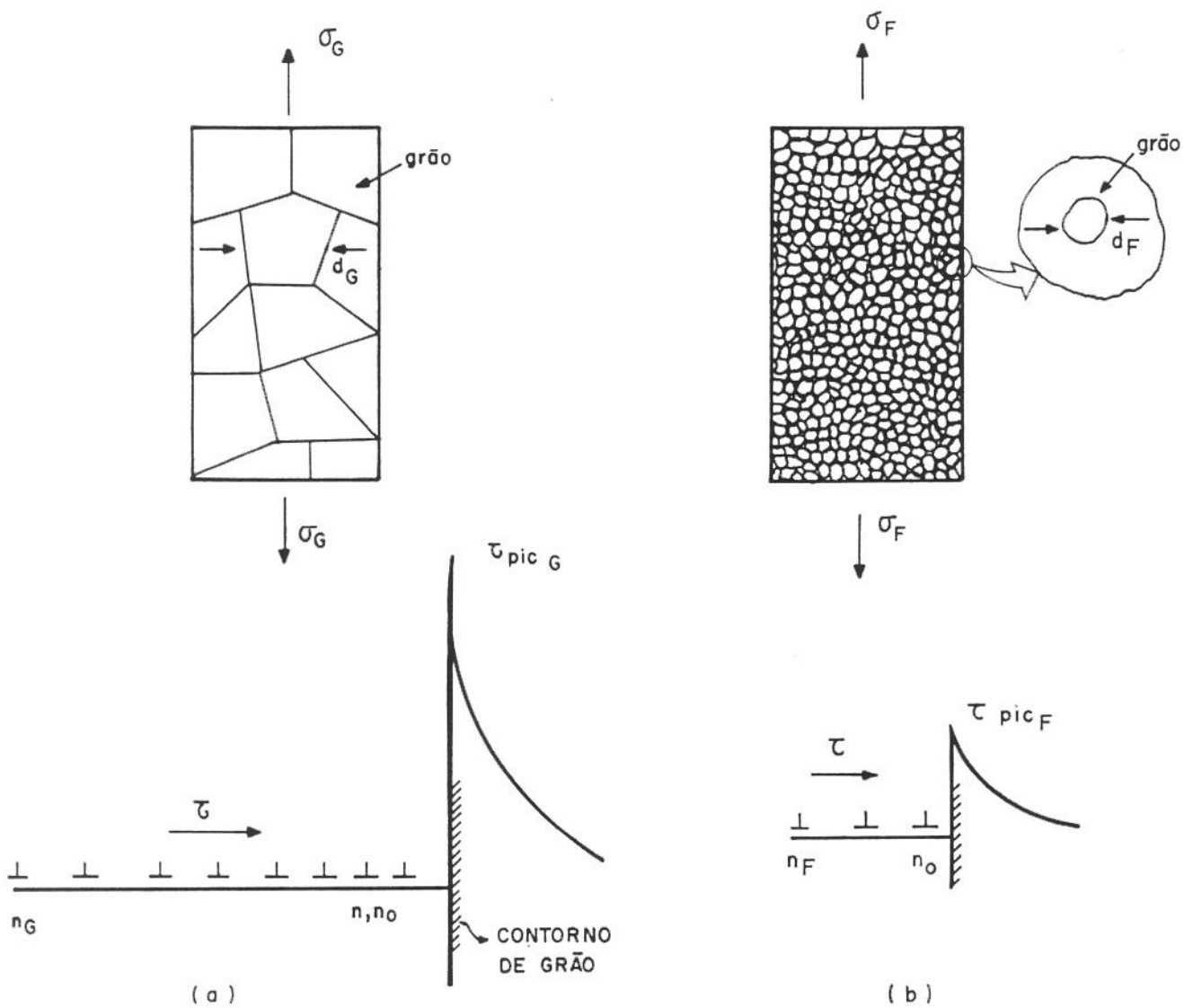


Figura 7.1. Empilhamento de discordâncias nos contornos de grão; (a) granulação grosseira; (b) granulação fina.

pico) à frente do empilhamento de discordâncias é dada por

$$\tau_{pic} = n\tau \quad (7.6)$$

onde,

n - número de discordâncias envolvidas no empilhamento;

τ - tensão de cisalhamento que atua no plano de escorregamento.

O escorregamento ocorre quando a tensão externa, no caso tensão de escoamento (τ_e), com o auxílio do empilhamento de discordâncias gera uma tensão crítica a uma certa distância do empilhamento. Assim, a condição de escoamento é atingida quando

$$\tau_{pic} = \tau_c \quad (7.7)$$

onde,

τ_c - tensão crítica necessária no contorno de grão para propagar a deformação plástica de grão em grão.

O coeficiente angular K , da equação de Hall-Petch conforme determinada por Eshelby (veja referência [7]), e dado por

$$K = \sqrt{2A \cdot \tau_c} \quad (7.8)$$

onde A é uma constante do material que depende do tipo de discordância envolvida no empilhamento.

Portanto, o fator K é uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias, e representa a resistência do contorno de grão.

Se for assumido que K é uma constante do material, que independe do tamanho de grão, pode-se concluir que quanto maior o tamanho de grão mais fácil a ocorrência do escoamento plástico. Pois, para grandes tamanhos de grão, os empilhamentos compreendem um maior número de discordâncias (nG), o que por sua vez provoca maiores concentrações de tensões (τ_{picG}) nos grãos adjacentes, de modo que :

$$n_G > n_F \quad \text{logo,}$$

$$\tau_{pic_G} > \tau_{pic_F} \quad \text{portanto,}$$

$$\tau_{e_G} < \tau_{e_F}$$

onde τ_{e_F} e τ_{e_G} representam, respectivamente, a tensão de escoamento macroscópica para grãos finos e grosseiros.

Isso significa que, em materiais de granulação fina, é necessário uma tensão aplicada muito maior para causar o escoamento plástico do que no caso de materiais de granulação grosseira.

Por outro lado, o empilhamento de discordâncias também pode desempenhar papel importante na iniciação de trincas. Zener (citado na referência [12]), em 1948, foi o primeiro a sugerir que as altas tensões resultantes de empilhamento de discordâncias poderiam produzir a fratura.

Quando ocorre empilhamento de discordâncias numa barreira, altas tensões são desenvolvidas, de modo que, dependendo das circunstâncias, o colapso da barreira pode ocorrer tanto por escoamento plástico como pela nucleação de uma trinca. Qual dos dois mecanismos irá operar; depende da resistência de atrito da rede e da resistência da barreira.

A função da deformação plástica na iniciação da fratura frágil envolve as tensões que aparecem na extremidade da banda de deslizamento bloqueada [13]. Assim, mecanismos de endurecimento que oferecem forte resistência ao movimento de discordância favorecem a fragilização do metal.

Uma alta resistência de atrito (τ_i) da rede leva a fratura frágil, uma vez que devem ser atingidas tensões muito altas antes de ocorrer o escoamento plástico. Nos metais CCC, o atrito da rede aumenta rapidamente conforme a temperatura cai abaixo da temperatura ambiente, o que favorece a fratura por clivagem [12]. O valor do parâmetro K (resistência do bloqueio) é importante, uma vez que determina o número de discordâncias presentes no empilhamento. Os materiais que apresentam alto valor de K são mais propensos à fratura frágil do que materiais com valores de K baixo. O valor de K, ou seja, o número de discordâncias que podem ser bloqueadas por um obstáculo, depende do

tipo de barreira, da relação de orientação entre o plano de deslizamento e as características estruturais da barreira, do material e da temperatura [14].

Materiais que possuem múltiplos sistemas de deslizamento e realizam facilmente o deslizamento cruzado não são propensos à fratura frágil, por isso, normalmente metais CFC não clivam.

Outro aspecto a ser considerado é o tamanho de grão. Normalmente espera-se que o tamanho de grão do material também tenha uma forte influência no comportamento da fratura frágil. Petch (citado na referência [12]) postulou que a dependência da fratura frágil com o tamanho de grão no ferro e aço poderia ser expressa por

$$\sigma_f = \sigma_i + Kd^{-1/2} \quad (7.9)$$

onde σ_f é a tensão de fratura frágil.

No caso da fratura frágil, admite-se que ocorre um aumento da tenacidade com a diminuição do tamanho de grão. Pois, os contornos de grãos dos metais policristalinos também obstruem a movimentação de trincas. É sabido que as trincas de clivagem se propagam segundo planos preferenciais. Assim, devido à diferença de orientação entre cristais adjacentes, não é possível que uma trinca cruze facilmente o contorno de grão. Isto acarreta na nucleação de vários planos de clivagem em diferentes níveis. O resultado é que a superfície de fratura desenvolve uma série de degraus, conhecidos como padrão de rios, com origem no contorno de grão. Portanto, devido aos contornos de grão, a propagação de trinca ocorre de maneira descontínua, o que significa que a falha não ocorre meramente pelo avanço de uma frente única de trinca, mas que uma série de segmentos de trinca se formam, e então se agregam. Como os segmentos individuais não podem estar no mesmo nível, usualmente há deformação entre os segmentos da superfície de fratura [15]. De modo que, quanto menor o tamanho de grão maior o número de bloqueios, e assim, mais energia é requerida para movimentar a trinca resultando em maior tenacidade.

Assim, baseado em modelos e equações, como as apresentadas, normalmente espera-se que, com excessão de temperaturas muito elevadas, quanto menor o tamanho de grão, maior a dureza, a tensão de escoamento e a tenacidade.

É interessante notar que, como mostrado , a relação de Hall-Petch pode ser deduzida a partir da teoria das discordâncias. Talvez, esta seja uma das razões que têm motivado a aplicação mais ampla desta equação para descrever o comportamento mecânico de metais policristalinos. A relação de Hall-Petch é derivada do postulado geral de que o escoamento plástico ocorre em zonas de cisalhamento localizadas, e este escoamento localizado deve causar uma excepcional concentração de tensões nos contornos de grão para propagar o escoamento plástico, ou a fratura, através do material.

Analisando a argumentação apresentada, a qual foi essencialmente realizada observando a literatura básica disponível, nota-se que ela é consistente e muito favorável à relação de Hall-Petch. De fato, existe um grande volume de informações que comprovam que esta relação é válida experimentalmente para vários materiais.

Por outro lado, existe um volume suficiente de informações que no mínimo permitem sugerir que, a utilização da relação de Hall-Petch como referência no projeto de desenvolvimento e otimização dos materiais, precisa ser feita com alguma cautela, sobretudo em sistemas metálicos complexos. Por exemplo, embora as propriedades mecânicas dos aços perlíticos venham sendo estudadas há muitos anos, consideráveis discussões continuam a existir acerca dos parâmetros microestruturais que controlam as propriedades de escoamento e fratura. Tem sido mostrado que a relação entre tamanho de grão e propriedades mecânicas pode ser muito complexa para esses aços. Dentro de um único nódulo de perlita, o qual por sua vez está relacionado com o tamanho de grão da austenita prévia, existem vários parâmetros microestruturais, como mostrado na figura 7.2, que podem exercer influência sobre as propriedades mecânicas.

Vários artigos [16-21] têm revisado os efeitos microestruturais sobre a deformação e a fratura de aços completamente perlíticos. Os parâmetros microestruturais que têm sido identificados como relevantes são:

- o espaçamento interlamelar da ferrita (S_p);

- a espessura dos carbonetos;
- o tamanho da colônia de perlita;
- o diâmetro do nódulo de perlita;
- tamanho de grão da austenita prévia (TGAP).

O primeiro é controlado pela temperatura de transformação, enquanto que a temperatura de austenização controla o último. Com o aumento da temperatura de transformação, aumenta o espaçamento interlamelar. Entretanto, parece que o S_p é indiretamente afetado pela temperatura de austenitização. Para uma dada temperatura de transformação, foi observado que o valor de S_p diminui com o aumento da temperatura de austenização [16,21].

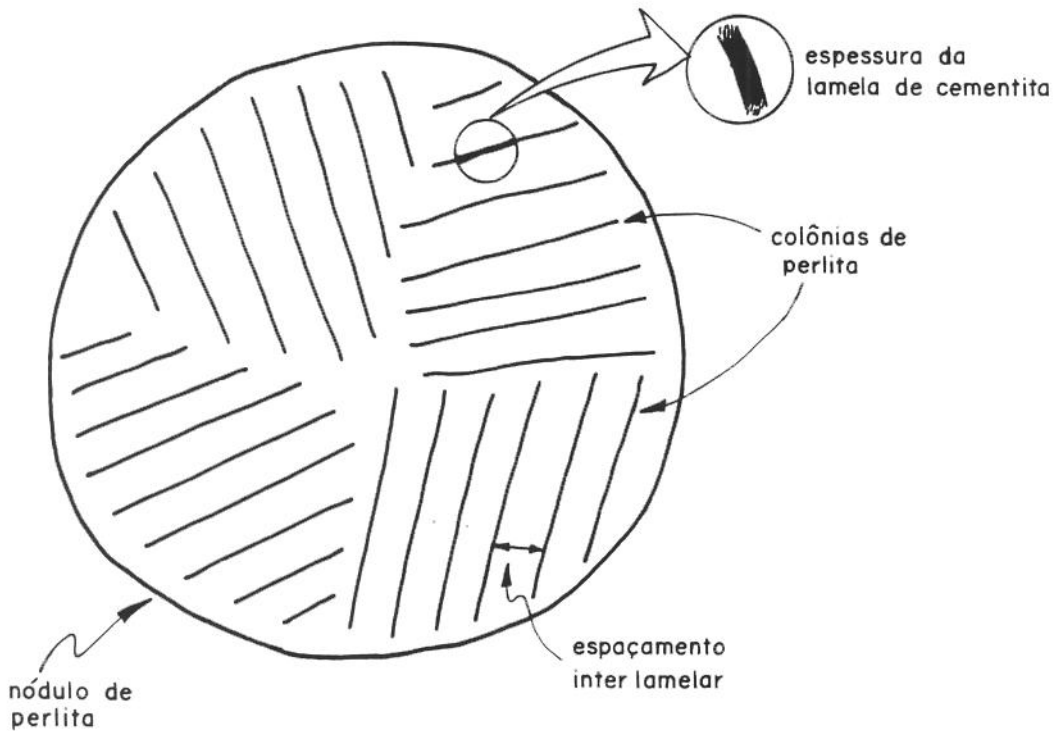


Figura 7.2. Estrutura de um nódulo de perlita.

O efeito dos parâmetros microestruturais sobre as propriedades mecânicas dos aços eutetóides ainda não está claramente estabelecido [20]. Geralmente existe concordância de que o S_p controla o limite de escoamento, enquanto o TGAP controla a ductilidade e a tenacidade ao impacto. Entretanto, os mecanismos pelos quais estes parâmetros microestruturais exercem influência sobre a deformação e a fratura estão longe de ser completamente entendidos. Estas observações implicam que em aços perlíticos, a tenacidade e a resistência são controlados por parâmetros microestruturais diferentes [21].

Tem sido mostrado que o espaçamento interlamelar, S_p , controla o σ_e da perlita. Refinando S_p aumenta-se σ_e , presumivelmente devido à redução do espaçamento entre obstáculos (lamelas de carbonetos).

Embora existam relações matemáticas da forma

$$\sigma_e = \sigma_o + K S_p^x \quad (7.10)$$

para descrever a relação entre σ_e e S_p , não existe consenso sobre o valor mais adequado do expoente, x .

Além disso, O'Donnelly (citado na referência [20]), estudando aços com microestruturas caracterizadas por misturas variadas de ferrita e perlita, até a condição completamente perlítica, estabeleceu equações distintas para expressar a relação entre σ_e e a microestrutura.

$$\sigma_e^F = \sigma_i^F + K_y^F d_F^{-1/2} \quad (7.11)$$

$$\sigma_e^P = \sigma_i^F + K_y^P S_p^{-1/2} \quad (7.12)$$

onde os símbolos **F** e **P**, referem-se à ferrita e à perlita, respectivamente; d_F é o tamanho de grão da ferrita proeutetóide; e S_p o espaçamento interlamelar da ferrita, para a condição completamente perlítica.

Recentes estudos sobre o micromecanismo de fratura por clivagem, em aços completamente perlíticos, mostraram que a tensão de fratura por clivagem, σ_F , é independente do tamanho de grão da austenita prévia [20,21]. Embora, nestes casos, o

tamanho das facetas de clivagem estivessem correlacionados com o TGAP, foi comprovado que σ_F foi exclusivamente dependente de S_p . A Tensão de fratura por clivagem aumentou progressivamente com a diminuição do espaçamento interlamelar.

Contudo, Lewandowski [21] observou que, em aços completamente perlíticos, quando a fratura é dúctil, o TGAP controla a ductilidade. Aumentando-se TGAP, reduz-se a ductilidade.

Kavishe [20], estudando aços completamente perlíticos, observou que K_{IC} é muito pouco afetado pelo tamanho de grão da austenita prévia. Entretanto, constatou uma relação complexa com o espaçamento interlamelar. Para perlita grosseira, K_{IC} diminuiu com a redução do espaçamento interlamelar. Para um valor intermediário de S_p , K_{IC} alcançou um valor mínimo e, então, aumentou com adicional redução do espaçamento interlamelar.

Em artigo publicado, Tsangarakis [22] fez uma revisão sobre a influência dos fatores metalúrgicos na tenacidade à fratura, de maneira crítica. Ele argumentou que: **"Desde a introdução dos conceitos da mecânica da fratura, uma considerável quantidade de informações foram geradas para várias ligas comerciais. Entretanto, relativamente pouca atenção tem sido dada para racionalizar e sistematizar as informações, acerca da influência dos fatores metalúrgicos na tenacidade à fratura. Por causa desta negligência observa-se na literatura uma grande quantidade de informações conflituosas"**.

Tsangarakis [22], a partir da compilação de uma série de informações contidas na literatura, mostrou que a relação entre o tamanho de grão e tenacidade à fratura pode ser muito complexa, e não é bem entendida. Ele sugeriu também que o efeito do tamanho de grão pode ser minimizado por outros parâmetros microestruturais. Alguns dos argumentos apresentados, para mostrar a complexidade da relação, foram: "Chaudhuri e Brook, trabalhando com aços com 12% Cr, e Yokobori e Konosu, trabalhando com aços de baixo carbono, encontraram relações complexas entre tamanho de grão e tenacidade à fratura, representadas graficamente pelas figuras 7.3 e 7.4, respectivamente. Evidências adicionais da relação complexa entre K_{IC} e tamanho de grão

foram apresentadas por Schwalbe. Ele observou, em uma liga Ti - 6Al - 4V contendo uma estrutura de Widmanstätten, que K_{IC} tende a aumentar com o tamanho de grão".

Todas estas evidências sugerem que a relação entre tamanho de grão e tenacidade à fratura é demasiadamente complexa. Os próprios resultados obtidos neste trabalho mostram que a tenacidade à fratura pode aumentar com o aumento do tamanho de grão. Assim, a próxima seção se destina a discutir esta relação, com particular atenção aos aços de ultra-alta resistência.

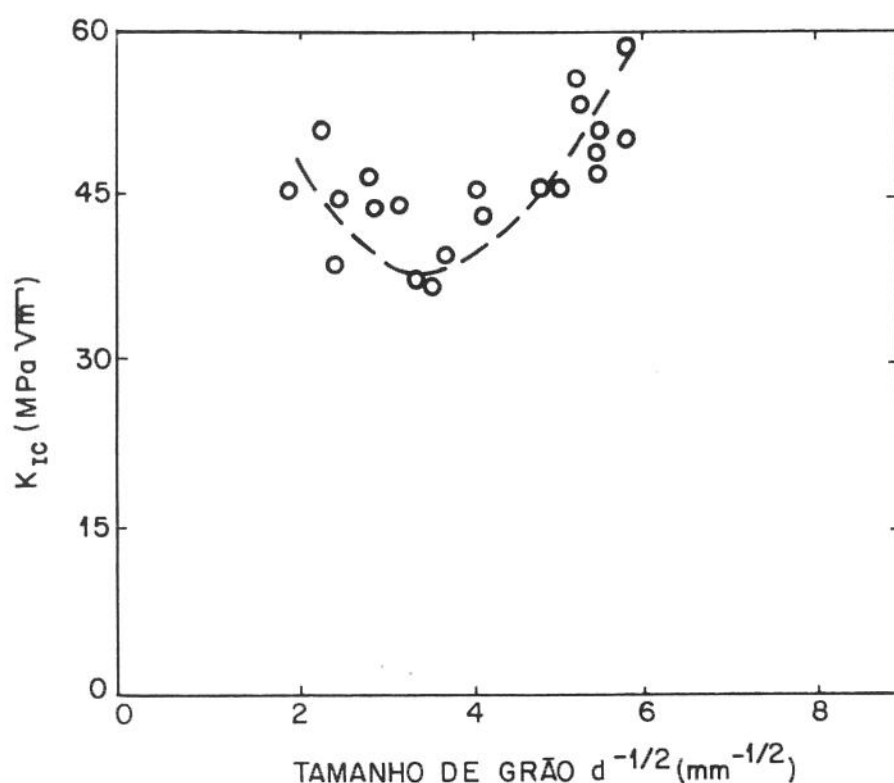


Figura 7.3. Efeito do tamanho de grão da ferrita sobre K_{IC} de um aço com 12% Cr (Chaudhuri e Brook, citados na referência [22]).

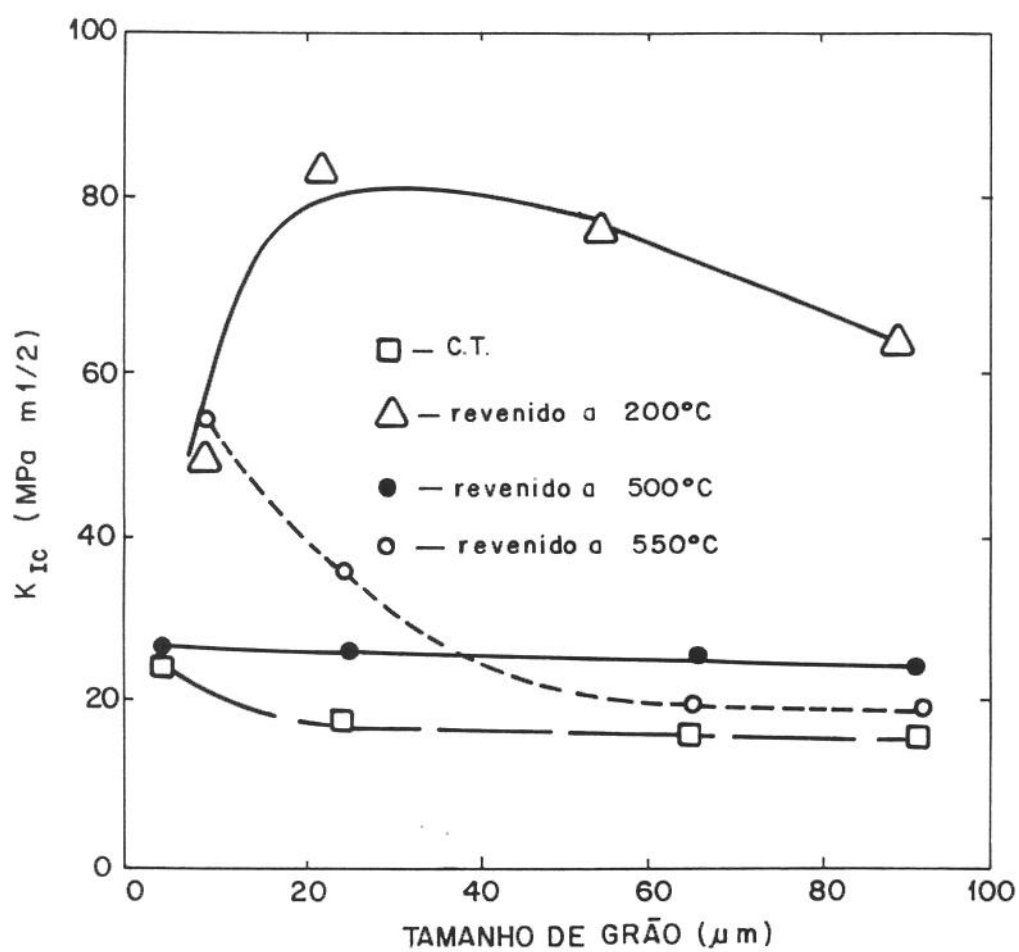


Figura 7.4. Efeito do tamanho de grão sobre K_{Ic} (Yokobori e Konosu, cit. na ref. [22]).

7.3. A Relação entre o Tamanho de Grão e Tenacidade à Fratura (K_{IC}) do Aço 300M

Neste trabalho, corpos de prova do aço 300M foram submetidos a diferentes ciclos térmicos, sendo a temperatura de austenização uma das variáveis de controle.

A massa policristalina reduz sua energia quando desaparecem alguns contornos de grão, pois nesses contornos a energia é mais elevada do que em qualquer outra região do cristal. Nestas condições, a temperaturas mais elevadas os grãos tendem a crescer pela absorção destrutiva de uns pelos outros; os grãos grandes crescem absorvendo os menores. Este processo resulta em uma estrutura grosseira, cujo tamanho de grão depende do tempo e da temperatura utilizados [23].

Assim, o crescimento de grão da austenita foi inevitável durante o tratamento térmico, sobretudo a altas temperaturas de austenização. As diferentes temperaturas de austenização utilizadas resultaram em diferentes tamanhos de grão.

Ambos, tamanho de grão e propriedades mecânicas, foram determinados em conformidade com os procedimentos descritos no capítulo 2. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 7.1. Analisando esta, constata-se que os corpos de prova austenitizados a alta temperatura (1373K) apresentaram um tamanho médio de grão quatro vezes maior do que os corpos de prova que foram austenitizados na temperatura convencional (1153K).

Ao analisar-se a influência do tamanho de grão sobre as propriedades mecânicas é necessário considerar o efeito da temperatura de revenido. Mais especificamente, observando se o revenido foi realizado acima ou abaixo da temperatura de fragilização da martensita revenida. Isto porque o efeito pode ser completamente adverso, sobretudo para a tenacidade à fratura. As linhas tracejadas na tabela 7.1, demarcam os dois campos.

Assim, é interessante que a análise seja processada em duas etapas, considerando primeiro a faixa de revenido compreendida abaixo da temperatura de fragilização, e posteriormente a faixa de revenido situada acima.

Tabela 7.1. Propriedades mecânicas e tamanho médio de grão (TMG) , do aço 300M

Condição de tratamento térmico	σ_e	Dureza	σ_r	K_{IC}	TMG
[K]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa.m ^{1/2}]	[μm]
1153 ⇒ C.T.	1460	680	2320	33	20
473	1605	610	2085	64	
603	1615	565	1910	67	
703	1360	450	1610	65	
823	1325	425	1445	95	
1373 ⇒ C.T.	1445	695	2285	47	80
473	1650	630	2110	82	
603	1690	600	2010	80	
703	1455	530	1720	59	
823	1435	480	1570	68	

O aço 300M de granulação grosseira, a menos da condição como temperada, apresentou valores de σ_e e σ_T ligeiramente maiores (máximo de 5%) do que o aço de granulação fina. A dureza apresentou comportamento análogo, sendo que, a diferença a favor do aço de granulação grosseira nunca foi superior a 6%. Para tenacidade à fratura o efeito foi maior, o valor desta propriedade foi de 20 a 40% maior, dependendo da temperatura de revenido, para o aço de granulação grosseira.

Para o revenido praticado acima da temperatura de fragilização, os valores de σ_e , σ_T e dureza, manifestaram a mesma tendência. Todavia, as diferenças aumentaram ligeiramente para 8%, 9% e 17%, respectivamente, a favor do aço de granulação grosseira. Porém, para tenacidade à fratura ocorreu uma inversão de comportamento, sendo que o valor desta propriedade chegou a ser 40% maior para o aço de granulação fina, quando comparado com o aço de granulação grosseira. Este efeito está relacionado com a drástica alteração que ocorre no contorno de grão. Contudo, como este assunto já foi discutido no capítulo 6, não receberá maiores considerações. Portanto, o propósito desta seção é discutir o comportamento mecânico, sobretudo a tenacidade à fratura, decorrente de baixas temperaturas de revenido, considerando o tamanho de grão.

Assim, apesar do aço 300M de granulação mais grosseira apresentar um tamanho médio de grão quatro vezes maior, os valores de σ_e , σ_T , dureza e tenacidade à fratura (revenido a baixas temperaturas) são maiores, quando comparados com os valores do aço de granulação fina. Isto sugere que, não é o tamanho de grão o principal parâmetro microestrutural que controla estas propriedades. Pode-se, então, argumentar que pelo menos para o aço 300M, a relação entre o tamanho de grão e propriedades mecânicas é muito complexa e, aparentemente, não pode ser expressa através de uma relação simples.

Ainda que as diferenças observadas entre os valores de σ_e , σ_T e dureza, para as diferentes temperaturas de austenitização, não sejam tão pronunciadas, o efeito sobre a tenacidade à fratura chega a ser surpreendente.

Inevitavelmente, surge a pergunta: Por que o tamanho de grão não exerceu o efeito, normalmente, esperado sobre a tenacidade à fratura? A explicação parece envolver diversos efeitos. Os diferentes tamanhos de grão foram resultantes das diferentes temperaturas de austenitização utilizadas. Então, para se justificar o comportamento

observado, é razoável supor que outros efeitos sobrepujaram o tamanho de grão. A questão então, é elucidar quais são estes efeitos. Como mencionado no capítulo 5, uma série de alterações metalúrgicas, distintas para cada temperatura de austenitização, ocorrem concomitantemente com o crescimento de grão. Vários pesquisadores justificaram a influência da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura, através dessas distintas alterações metalúrgicas. Porém, em muitos, o mecanismo pelo qual essas alterações metalúrgicas minimizam o efeito do tamanho de grão não é apresentado ou então, não é muito esclarecedor.

Para tentar explicar o aumento da tenacidade à fratura (K_{IC}), com o aumento do tamanho de grão (temperatura de austenitização), é necessário considerar a situação ao redor da ponta da trinca, onde os campos de tensões e deformações não são uniformes. A distribuição de tensões ao redor da ponta de uma trinca e entalhe arredondado já foi bem analisada, por Rice e Ritchie (ambos citados na referência [24]). Segundo esses pesquisadores, a máxima intensificação de tensão ao redor de uma trinca aguda, ocorre muito próximo da ponta da trinca. A distância crítica, d_c , a partir da ponta da trinca é dada por:

$$d_c = \frac{K^2}{E \cdot \sigma_e} \quad (7.13)$$

onde,

K - fator de intensificação de tensão;

E - módulo de elasticidade;

σ_e - limite de escoamento.

Aplicando a equação (7.13), tomando como base os valores contidos na tabela 7.1, pode-se estimar a distância crítica na qual atuou a máxima intensificação de tensão, nos corpos de prova, do aço 300M, utilizados neste trabalho. Procedendo desta forma, os valores obtidos estão listados na tabela 7.2.

A nucleação da primeira microtrinca, muito provavelmente, ocorreu nas imediações da distância crítica. Deve ser lembrado que o local onde o estado de tensões é mais intenso, não é exatamente na ponta da trinca, e sim, a uma certa distância

finita a frente da ponta da trinca, onde o estado de deformação plana se desenvolve mais plenamente, (veja capítulo 8).

Tabela 7.2. Estimativa da distância crítica, a partir da ponta da trinca, onde atua a máxima intensificação de tensão.

Condição de tratamento térmico [K]	d_c [μm]	TMG [μm]
1143 $\Rightarrow$ C.T. 473 603	3,6 11,0 12,8	20
1373 $\Rightarrow$ C.T. 473 603	7,3 19,3 18,0	80

Fisicamente, o fenômeno da propagação de uma trinca ocorre quando a microtrinca une-se à trinca principal, no caso, a pré-trinca de fadiga. Assim, a partir da consideração da distância crítica (onde atua a máxima intensificação de tensão) e do tamanho de grão, pode-se especular que a primeira microtrinca ocorreu muito próximo da ponta da trinca, dentro do domínio de um único grão (quando se considera apenas o plano médio em relação à espessura do corpo de prova), como mostra esquematicamente a figura 7.5. Deste modo, a propagação de trinca pode ter ocorrido sem atravessar qualquer contorno de grão, mesmo para a microestrutura resultante do tratamento de austenitização a 1153K, onde a granulometria é mais fina (TMG $\cong$ 20 μm). Esta suposição é realista,

visto que a distância crítica (veja tabela 7.2), para ambas as temperaturas de austenitização, foi sempre menor do que o tamanho de grão.

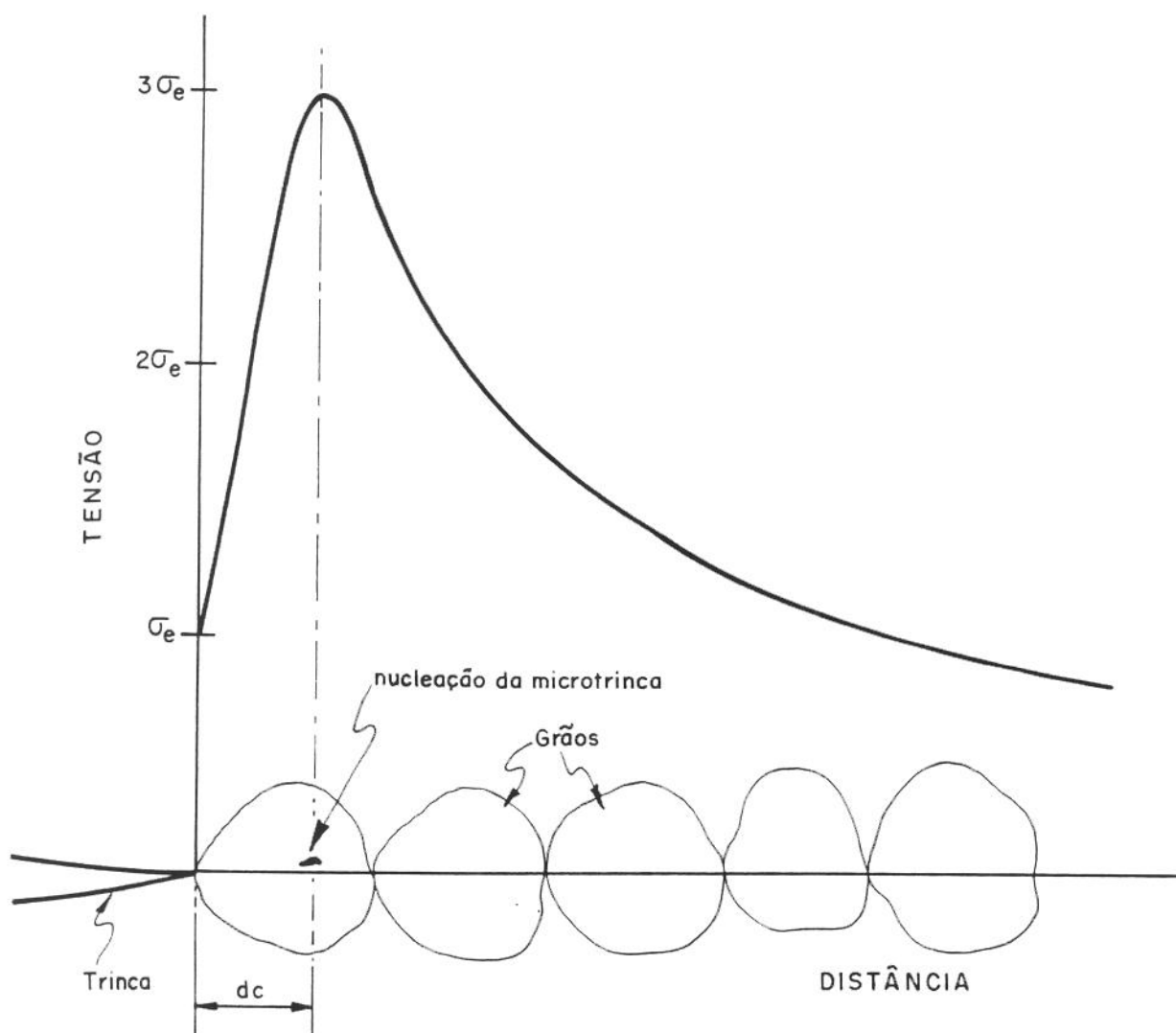


Figura 7.5. Distância crítica, d_c , onde atua a máxima intensificação de tensão.

Portanto, pode ser argumentado que a condição crítica de fratura é caracterizada pela escala física do evento envolvido. No caso de uma trinca aguda, o início da fratura envolve uma quantidade mínima de material. Sendo assim, é razoável supor que o metal da matriz, contido dentro dos limites de um único grão, é quem controla o início da fratura. Se isto for realmente verdadeiro, sem dúvida, esclarece porque o tamanho de grão não exerce um efeito tão pronunciado sobre a tenacidade à fratura. Além disso, esta suposição, permite também compreender melhor porque vários pesquisadores alegaram que a relação entre tenacidade à fratura e o tamanho de grão é demasiadamente complexa. Possivelmente, em muitos casos, a tenacidade à fratura ficou desvinculada de qualquer efeito significativo do tamanho de grão, sendo que outro parâmetro microestrutural, contido no domínio do grão, exerceu maior influência. Como a relação foi feita em função do tamanho de grão, o comportamento aparentemente complexo, é plenamente compreensível.

Agora então, pode ser melhor entendido como, possivelmente, outros parâmetros microestruturas suplantam o efeito do tamanho de grão. Como mencionado anteriormente, vários fatores microestruturais têm sido considerados para justificar a melhora da tenacidade à fratura, com o aumento da temperatura de austenitização. Dentre eles, aparentemente, dois fatores têm se mostrado mais pertinentes, os quais estão relacionados com o aumento da quantidade de austenita retida [25,29] e o aumento do espaçamento entre partículas [30-33] e inclusões [6,33,34]. Para os propósitos pretendidos ambos já foram suficientemente discutidos no capítulo 5. Entretanto, o efeito das partículas de segunda fase sobre a tenacidade à fratura, merece mais algumas considerações.

À medida em que foi sendo efetivamente comprovado que altas temperaturas de austenitização, a despeito do tamanho de grão, eram capazes de produzir um aumento fantástico (em alguns aços quase 100%) na tenacidade à fratura, começou-se a conjecturar se o efeito não poderia ser ainda melhor caso fosse implementado um refino de grão.

A idéia de se refinar o tamanho de grão dos aços de ultra-alta resistência, provavelmente, foi inspirada no notável sucesso obtido com os aços ARBL

(alta resistência e baixa liga). Nesses aços, têm sido verificado que a resistência mecânica e a tenacidade são fortemente melhoradas pela microadição de elementos refinadores de grão, como nióbio, titânio e vanádio. Esta melhora é normalmente atribuída à ação combinada de refino de grão e endurecimento por precipitação. A figura 7.6. mostra de maneira esquemática o suposto mecanismo envolvido. Neste caso, além dos contornos de grão, as partículas de segunda fase também funcionam como barreiras ao movimento de discordâncias. Com isso, permitem uma melhor distribuição de tensões no interior do grão, evitando assim, picos de tensões muito elevadas nos contornos de grão, por diminuírem o tamanho relativo das bandas de deslizamento.

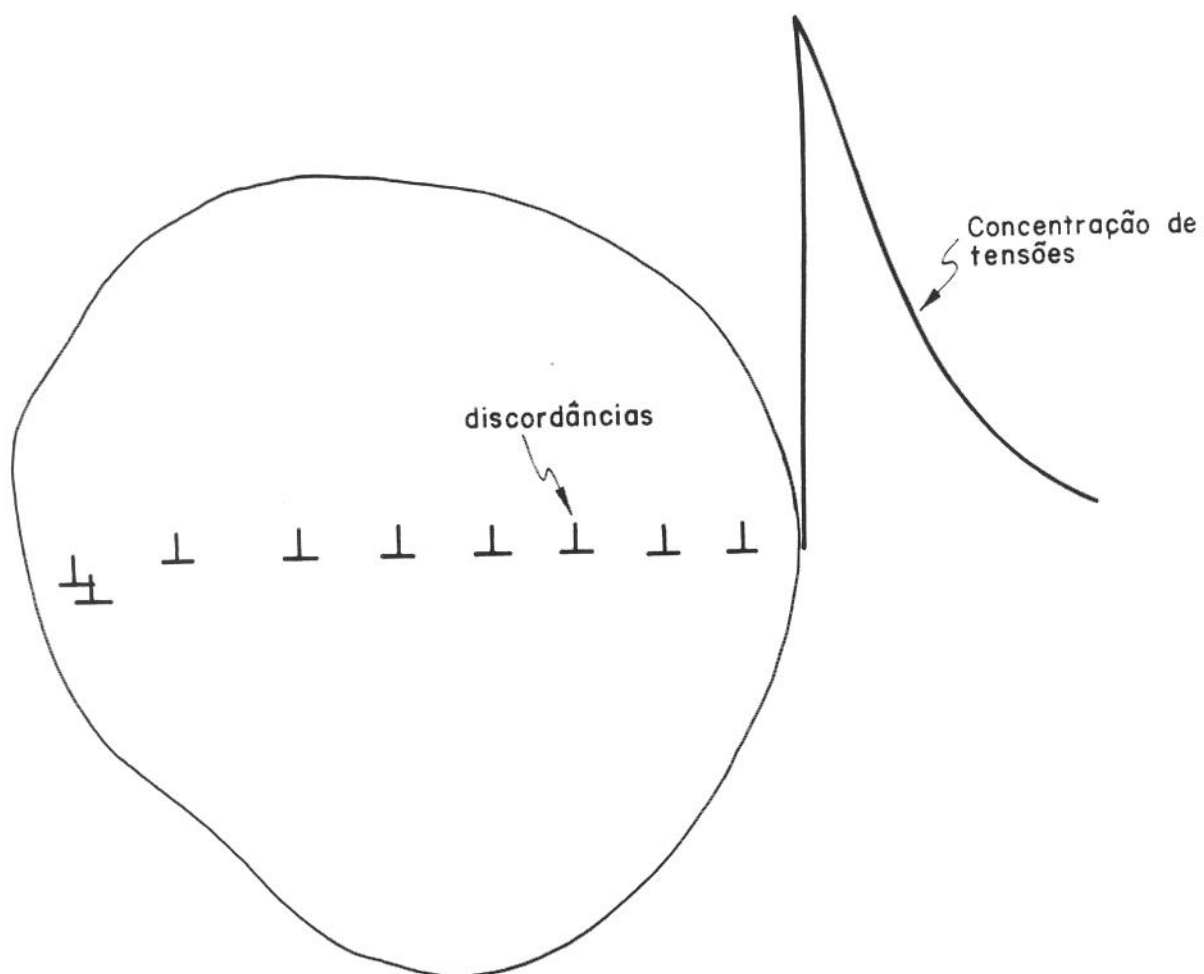
Vários pesquisadores [6,31-33] já estudaram o efeito do refino de grão sobre a tenacidade à fratura, sendo que os resultados, de certo modo, são conflitantes.

Klassen [6] trabalhando com aços ARBL, estudou o efeito do refino de grão sobre a tenacidade à fratura, avaliada através do parâmetro J_{IC} . Ele observou que microadições de nióbio e titânio causaram um expressivo refinamento de grão, e também reduziram o tamanho e a fração volumétrica de inclusões. O resultado foi um aumento da tenacidade à fratura.

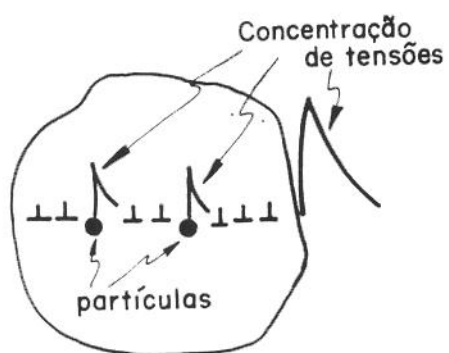
Por outro lado, Carlson [31] e Lee [32,33], ambos trabalhando com aços de ultra-alta resistência, observaram que o refino de grão produziu uma diminuição no valor da tenacidade à fratura. Este fato mostra que, às vezes, a transferência de uma técnica de um sistema metálico para o outro pode não produzir o resultado esperado. Para melhor ilustrar a questão, o procedimento adotado Lee [33] será descrito a seguir.

Lee [33], avaliou o efeito do refino de grão sobre a tenacidade à fratura para dois aços de composição correspondente ao aço AISI 4340. Os aços foram preparados por fusão por indução a vácuo, através de dois processos distintos de desoxidação, um com adição de alumínio (aço-Al) e outro com uma combinação de titânio e alumínio (aço-AT). No aço-AT, a relação titânio-nitrogênio foi mantida em nível adequado para promover refino de grão. Alguns dos resultados obtidos por Lee estão apresentados na tabela 7.3.

A desoxidação com titânio produziu um efetivo refino de grão, sempre menor do que 50 μm , mesmo após a austenitização a temperatura elevada



(a)



(b)

Figura 7.6. Efeito do refino de grão (a) grão normal (b) grão refinado.

(1423K). Enquanto que o aço Al, austenitizado na mesma temperatura, exibiu um tamanho de grão quase quatro vezes maior. Entretanto, a despeito do tamanho de grão, a tenacidade à fratura do aço-AT foi sempre menor do que a do aço-Al, para uma mesma temperatura de austenitização. Sendo que, o micromecanismo de fratura foi predominantemente por coalescimento de microcavidades.

Em aços comerciais, é reconhecido que as partículas de segunda fase desempenham importante papel no processo de fratura, por serem os locais preferenciais de nucleação de microcavidades. É também aceito que as cavidades são formadas principalmente ao redor de grandes inclusões.

O próprio Lee [32], em trabalho anterior, observou que quando o modo de fratura é por coalescimento de microcavidades, o espaçamento médio entre as microcavidades correlaciona-se bem com o espaçamento médio de partículas de carbonetos de liga, não-dissolvidos durante o tratamento de austenitização. Este fato, pode ser relacionado com as medidas do espaçamento entre partículas e a tenacidade à fratura em deformação plana. A temperatura de austenitização e o refino de grão exercem influência sobre o espaçamento entre as partículas. Isto, sem dúvida, fornece evidências do quanto pode ser importante o espaçamento entre partículas, no valor da tenacidade à fratura.

Lee também avaliou o espaçamento entre as grandes partículas de inclusões. Como o espaçamento entre inclusões foi muito maior, quando comparado com o espaçamento dos carbonetos de liga, ele supôs que as grandes partículas de inclusões exerceram um efeito relativamente pequeno sobre a tenacidade à fratura (K_{IC}). E, conclui que, a menor tenacidade à fratura do aço-AT, foi devido à presença de muitas partículas submicroscópicas ricas em titânio, que causaram uma adicional redução no espaçamento entre partículas, facilitando em demasia a nucleação de microcavidades. Neste caso, o parâmetro microestrutural que controlou a fratura estava associado às partículas e não ao tamanho de grão.

Os resultados de Lee [32,33] reforçam a hipótese de que o espaçamento entre partículas exerce grande influência sobre a tenacidade à fratura. Altas temperaturas de austenização, quando capazes de produzir uma grande dissolução de carbonetos de liga, resultam num maior espaçamento médio entre partículas, e por isso propiciam valores elevados de tenacidade à fratura.

Tabela 7.3. Resultados obtidos por Lee [33], com aços do tipo 4340, sem e com refino de grão

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO [K]		K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]	Tamanho médio dos grãos [μm]	Tamanho médio das partículas [μm]	Espaçamento médio entre partículas [μm]
AÇO-AI (sem refino de grão)					
1143 ⇒	C.T.	59	19 ± 6	0,11 ± 0,02	3,3 ± 1,1
	473	76		0,10 ± 0,04	3,4 ± 1,4
	623	75		0,19 ± 0,12	2,5 ± 1,8
1423 ⇒	C.T.	85	185 ± 43	0,09 ± 0,03	7,6 ± 1,3
	473	99		0,10 ± 0,04	7,9 ± 2,5
	623	73		0,22 ± 0,13	2,2 ± 1,7
AÇO-AT (com refino de grão)					
1143 ⇒	C.T.	50	16 ± 5	0,10 ± 0,02	2,7 ± 0,9
	473	61		0,10 ± 0,03	2,7 ± 0,7
	623	62		0,21 ± 0,14	2,3 ± 1,1
1423 ⇒	C.T.	65	48 ± 21	0,08 ± 0,03	3,7 ± 1,2
	473	71		0,09 ± 0,03	3,8 ± 1,0
	623	61		0,26 ± 0,16	2,1 ± 1,0

A teoria de Orowan-Ashby pode ser utilizada para explicar porque as partículas de segunda fase provocam um aumento de resistência mecânica nos materiais. Esta teoria prediz que, a tensão de escoamento é inversamente proporcional ao espaçamento entre as partículas, quando elas estão bem espaçadas [35]. Pode-se descrever o modelo Orowan-Ashby como

$$\tau = \frac{1}{6,62} \left[\frac{G \cdot b}{l} \right] \left[\ln \left(\frac{\bar{x}}{2b} \right) \right] \quad (7.14)$$

onde,

τ - tensão de cisalhamento resolvida necessária para superar o efeito das partículas;

$\bar{x}$ - diâmetro médio de partícula;

l - espaçamento entre partícula;

G - módulo de cisalhamento;

b - vetor de Burgers.

Nota-se que o endurecimento por precipitação aumenta com a diminuição do tamanho do precipitado e com aumento da fração volumétrica do precipitado. Mas concomitantemente ao melhoramento da resistência do aço com precipitação há, como visto, uma diminuição da tenacidade à fratura. Assim, se o propósito for otimizar as propriedades mecânicas de maneira global, este é um aspecto importante a ser observado.

Em trabalho recente, Bepari [36] estudou o efeito do refino de grão sobre as propriedades mecânicas de aços ferríticos-perlíticos. Ele analisou o mérito de diferentes tipos de partículas, estudou o efeito da taxa de resfriamento, e observou que a composição química da liga pode afetar a cinética de precipitação. Todos estes fatores mostraram exercer influência sobre a tenacidade à fratura.

De fato, existe um volume considerável de comprovações experimentais que demonstram que, as partículas de segunda fase desempenham um papel muito ativo no processo de nucleação e propagação de uma trinca. Consequentemente, é

natural que as partículas de segunda fase exerçam grande influência sobre a tenacidade à fratura. Vários aspectos relacionados com as partículas de segunda fase têm se mostrado relevantes, sendo que os principais são [36-44]:

- tamanho das partículas;
- forma das partículas;
- tipo de partícula;
- distribuição das partículas;
- fração volumétrica ou espaçamento entre partículas.

O controle adequado de todas essas variáveis, sem dúvida, permite atingir valores ótimos de tenacidade à fratura. Vale ressaltar que a importância das partículas (precipitados e inclusões) no processo de fratura não se restringe apenas aos micromecanismos de fratura por microcavidades e quase-clivagem. Tem sido comprovado que as partículas de segunda fase também podem desempenhar papel importante na fratura intergranular [45-48] e clivagem [49-54].

A importância das partículas no processo de fratura é inegável. A melhora do valor de K_{IC} (revenido a baixas temperaturas), observada nos dois aços 300M utilizados neste trabalho, se não no todo pelo menos em parte, pode ser atribuída ao aumento do espaçamento entre as partículas de carbonetos, que ocorre com a elevação da temperatura de austenitização. Entretanto, salvo melhor juízo, o grau de importância das partículas no processo de fratura está intimamente ligado ao volume de material sob ensaio. Aparentemente, a influência das partículas torna-se maior, na medida em que o volume de material contido dentro da zona plástica diminui, ou seja, quando o processo de fratura é controlado por parâmetros microestruturais contidos no domínio do grão cristalino. Esta colocação pode ser diretamente vinculada à ambiguidade existente no comportamento da tenacidade (fato já comentado no capítulo 5), quando avaliada pelos ensaios Charpy e de tenacidade à fratura. Tem sido observado que, nos aços de ultra-alta resistência, a tenacidade à fratura (K_{IC}) sistematicamente aumenta com a elevação da temperatura de austenitização. Por outro lado, a energia de impacto Charpy, sistematicamente diminui com a elevação dessa temperatura. Este fenômeno é real. Ele deve ser considerado e entendido, porque o que está em questão é procedência de se alterar, ou não, o tratamento térmico de austenitização. O assunto será abordado na próxima seção.

7.4. A Relevância do Tamanho de Grão Segundo Raio de Ponta do Entalhe

O raio de ponta do entalhe pode exercer um forte efeito sobre a tenacidade, chegando inclusive, a alterar a importância dos parâmetros microestruturais que controlam o processo de fratura. Evidentemente, que o efeito colocado em questão não se refere ao fato de um entalhe agudo ser mais crítico que um entalhe arredondado (quantidade de energia envolvida no processo de fratura). Ele transcende esse aspecto.

Nesta seção, será abordada a ambiguidade existente no comportamento da tenacidade, quando avaliada pelos ensaios de tenacidade à fratura e Charpy. Além disso, o propósito desta discussão, é tentar mostrar que o papel que o tamanho de grão desempenha no processo de fratura é relativo, e depende muito do raio de ponta do entalhe.

Neste trabalho, os valores de tenacidade à fratura foram obtidos na presença de uma trinca aguda. Assim, para colocar o problema é necessário considerar resultados obtidos na presença de um entalhe arredondado.

Kwon et al [55] estudaram o efeito do tamanho de grão sobre o comportamento à fratura, em um aço AISI 4340 (similar ao aço 300M). O tamanho de grão foi alterado pela variação da temperatura de austenitização, na faixa de 870-1200°C. Eles observaram que com o aumento do tamanho de grão, ocorreu uma degradação da tenacidade, avaliada pelo ensaio de impacto Charpy. Este comportamento se contrapõe aos valores de tenacidade à fratura obtidos neste trabalho. É interessante observar que, no presente trabalho, a tenacidade à fratura foi maior para o aço de granulometria grosseira (revenido a baixas temperaturas).

Este fato chama a atenção, pois apesar de ambos, energia Charpy e tenacidade à fratura, serem parâmetros de tenacidade eles apresentam valores ambíguos. Vale ressaltar que este fenômeno intrigante, observado em alguns aços (Ni-Cr-Mo, Ni-Cr-

Mo-V, Fr-Cr-C, En25, 4140, 4340 e 300M), foi comprovado por vários pesquisadores [24,34,55-61].

Ritchie et al [56] apresentaram uma explicação muito consistente para o aparente paradoxo - onde as microestruturas resultantes de altas temperaturas de austenitização apresentam um aumento da tenacidade à fratura, quando relacionada com K_{IC} , e a microestrutura obtida através da austenitização convencional apresenta uma melhor tenacidade, quando relacionada com a energia Charpy -, formulada em termos das diferenças básicas entre os dois tipos de ensaio.

Através de um estudo, onde as diferenças inerentes aos dois tipos de ensaio foram criteriosamente consideradas, Ritchie et al [56] demonstraram bem que a discrepância no comportamento da tenacidade, para os dois tipos de tratamentos térmicos (alta e baixa temperatura de austenitização), pode estar relacionada com o raio de ponta do entalhe. De fato, uma significativa diferença entre os ensaios Charpy e de tenacidade à fratura, é o raio de ponta do entalhe, ρ , introduzido nos corpos de prova. Corpos de prova Charpy contém um entalhe em V, sendo que o raio de ponta é arredondado ($\rho=0,25\text{mm}$), enquanto que os corpos de prova para o ensaio de tenacidade à fratura contém uma trinca aguda ($\rho\rightarrow 0$).

Para demonstrar a influência que o raio de ponta do entalhe exerce sobre a tenacidade, quando diferentes tratamentos de austenitização são praticados nos aços de ultra-alta resistência, Ritchie utilizou uma série de corpos de prova com diferentes raios de ponta de entalhe, desde uma trinca aguda até entalhes em V, com raios de ponta relativamente grandes ($\rho = 0,55\text{mm}$).

Os resultados obtidos estão demonstrados na figura 7.7. Nesta figura, a tenacidade à fratura aparente¹, K_A , é plotada em função da raiz quadrada do raio de ponta do entalhe, $\rho^{1/2}$, para duas microestruturas, decorrentes de diferentes tratamentos de austenitização. Uma importante característica observada nesta figura é que para raios

¹ O termo tenacidade à fratura aparente, K_A , refere-se ao valor da tenacidade à fratura medido à frente de um entalhe de raio de ponta arredondado, ou seja, na ausência de uma pré-trinca de fadiga.

de ponta pequenos ($\rho < 0,05\text{mm}$) a tenacidade da microestrutura/1200-870°C é maior do que da microestrutura/870°C, enquanto para raios maiores ($\rho > 0,05\text{mm}$) inverte-se a situação. A microestrutura/1200-870°C apresenta valores de K_{IC} mais elevados, mas para o ensaio Charpy, onde $\rho=0,25\text{mm}$, a microestrutura/870°C apresenta valores de K_A mais elevados, e desta forma, maiores valores de energia Charpy. Portanto, ficou então, claramente comprovado que o comportamento da tenacidade, na presença de uma trinca aguda ou entalhe arredondado, é completamente diferente.

Este comportamento foi também comprovado em outros trabalhos de pesquisa [24,57,58]. Existe consenso de que o fenômeno está associado ao raio de ponta do entalhe. Entretanto, não existe concordância sobre o mecanismo que conduz a esta ambiguidade de valores.

Sobre a óptica microestrutural, este comportamento paradoxal da tenacidade sugere que o parâmetro microestrutural que controla o processo de fratura, pode ser modificado dependendo do raio de ponta de entalhe empregado. Isto pode gerar um certo impasse no momento de se definir qual a microestrutura é mais adequada para melhorar a tenacidade dos aços de ultra-alta resistência. Sendo assim, é importante analisar cuidadosamente quais as possíveis causas que conduzem a este comportamento ambíguo da tenacidade.

Ritchie [56,57] justificou a influência do raio de ponta do entalhe (ρ), sobre a tenacidade à fratura, considerando estudos anteriores de Tetelman e colaboradores. Observando os micromecanismos que operam durante o processo de fratura, Ritchie propôs dois modelos. Para o caso de fratura intergranular e quase-clivagem, foi assumido que a fratura é controlada por tensão, enquanto que, para o caso de microcavidades, a fratura foi assumida ser controlada por deformação. Contudo, Ritchie observou que o comportamento ambíguo da tenacidade é independente do micromecanismo de fratura. Os modelos propostos, para fratura controlada por tensão [56].

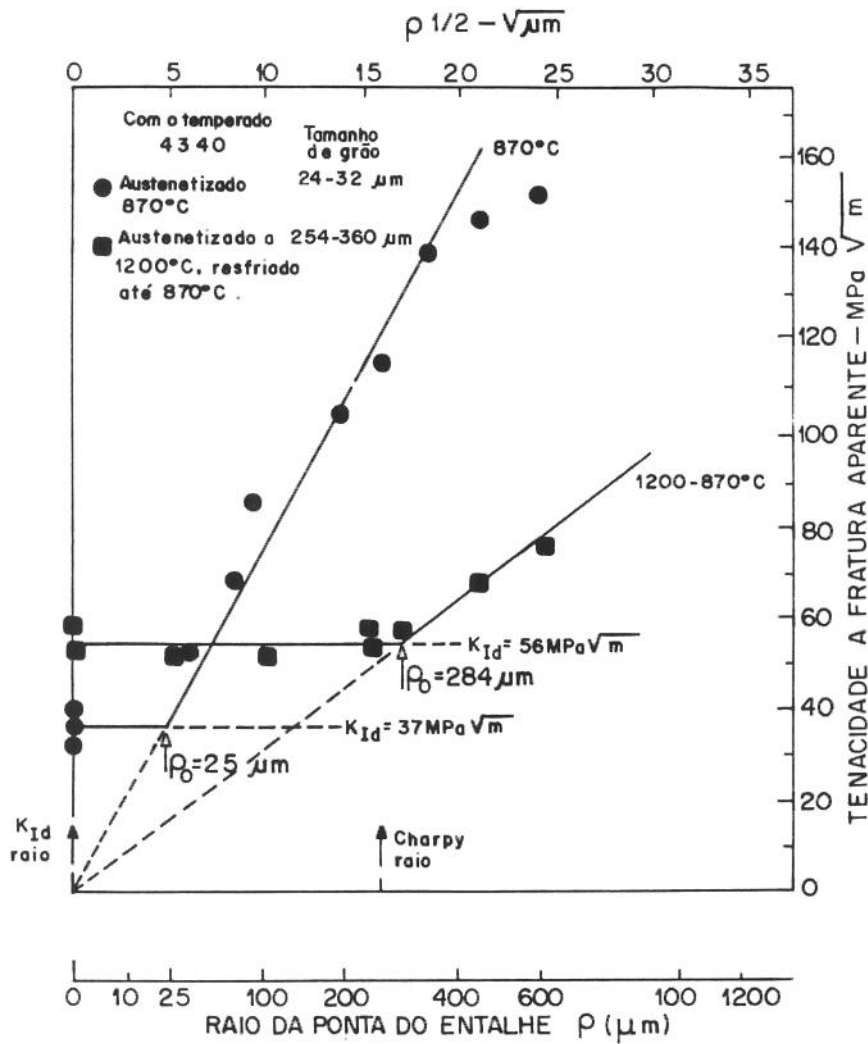


Figura 7.7. Relação entre a tenacidade à fratura dinâmica aparente (K_A) e o raio de ponta do entalhe, ρ . Quando $\rho \leq \rho_0$ (ρ_0 - raio de ponta limite) a tenacidade à fratura independe do raio de ponta, e é expressa por K_{ID} (tenacidade à fratura dinâmica).

ou deformação[57], expressam a tenacidade à fratura aparente, K_A (tenacidade à fratura na presença de um entalhe arredondado), respectivamente, por:

$$K_A \cong 2,9\sigma_e \left[\exp\left(\frac{\sigma_f^*}{\sigma_e} - 1\right) - 1 \right]^{1/2} \cdot \rho^{1/2} \quad (7.15)$$

ou

$$K_A \cong \left(\frac{3}{2} \sigma_e \cdot E \cdot \varepsilon_f^* \right)^{1/2} \cdot \rho^{1/2} \quad (7.16)$$

onde

σ_e - limite de escoamento;

E - módulo de elasticidade;

ρ - raio de ponta do entalhe;

σ_f^* - tensão de fratura local;

ε_f^* - deformação de fratura local.

Para a fratura controlada por tensão, foi proposto que a falha ocorre quando a máxima tensão de tração, localizada na interface elasto-plástica, excede a tensão crítica de fratura local, σ_f^* . Analogamente, o início da fratura, quando ela é controlada por deformação, supostamente ocorre quando o valor crítico da deformação, $\varepsilon = \varepsilon_f^*$, é atingido ou excedido em algum lugar, a uma certa distância ao redor da ponta da trinca.

Como mostrado nas equações (7.15) e (7.16), a tenacidade à fratura aparente (K_A) varia com $\rho^{1/2}$, quanto maior ρ maior o valor de K_A . Entretanto, quando o raio de ponta do entalhe está abaixo de um determinado valor, K_A é independente de ρ e tem o mesmo valor de K_{IC} , determinado em conformidade com a norma ASTM E-399. O conceito de raio de ponta limite ou efetivo, ρ_0 , foi introduzido por Tetelman e colaboradores. Quando $\rho \leq \rho_0$ os valores de tenacidade à fratura permanecem constantes, de modo que, neste caso, as equações (7.15) e (7.16) podem ser reescritas como :

$$K_{IC} \cong 2,9\sigma_e \left[\exp\left(\frac{\sigma_f^*}{\sigma_e} - 1\right) - 1 \right]^{1/2} \cdot \rho_0^{1/2} \quad (7.17)$$

e

$$K_{IC} \cong \left(\frac{3}{2} \sigma_2 \cdot E \cdot \varepsilon_f^* \right)^{1/2} \cdot \rho_0^{1/2} \quad (7.18)$$

Ritchie admitiu que ambos, σ_f^* e ε_f^* , diminuem com o aumento da temperatura de austenitização. A diminuição de ε_f^* foi atribuída à redução da ductilidade, que ocorre com o aumento da temperatura de austenitização (veja figura 3.4). Enquanto que a diminuição de σ_f^* foi associada com a segregação de impurezas, que fragilizam os contornos de grão. Com o aumento do tamanho de grão (aumento da temperatura de austenitização) ocorre uma redução da área global de contornos de grão, de modo que, neste caso, a fragilização foi admitida ser mais intensa, resultando numa diminuição de σ_f^* .

Por outro lado, o valor de ρ_0 aumenta com a temperatura de austenitização, como mostra a figura 7.7. Assim, Ritchie argumentou que a melhora da tenacidade à fratura (trinca aguda), associada com altas temperaturas de austenitização, pode ser devido ao aumento do raio de ponta efetivo, ρ_0 . Supostamente, o aumento de ρ_0 suplanta eventuais reduções de σ_f^* ou ε_f^* , de modo a resultar numa melhora da tenacidade à fratura.

Ritchie também sugeriu que o parâmetro ρ_0 , pode estar relacionado com uma certa distância característica, a qual expressa uma medida da quantidade mínima de material, ao redor da ponta do entalhe, que define a condução crítica de fratura.

Nestes termos, foi proposto que o início da fratura ocorre quando σ_f^* ou ε_f^* são excedidos a uma certa distância característica, representada por uma distância de significância microestrutural, na zona de processamento da fratura ao redor da ponta da trinca. No caso de uma trinca aguda, onde a máxima tensão e deformação estão localizadas muito próximas da ponta da trinca, a distância característica expressa a mínima

distância, a partir da ponta da trinca, onde o evento crítico da fratura pode ocorrer ($\sigma > \sigma_f$ ou $\varepsilon > \varepsilon_f$).

A distância característica está relacionada com heterogeneidades microestruturais que controlam a fratura, a qual, para o caso da fratura controlada por tensão (quase-clivagem e fratura intergranular), foi associada com o tamanho de grão, e no caso de fratura controlada por deformação (coalescimento por microcavidades), foi relacionado com o espaçamento entre partículas.

O aumento da temperatura de austenitização resulta numa estrutura grosseira, porém, também propicia um aumento da distância característica (aumenta tamanho de grão e espaçamento entre partículas), o que supostamente conduz a um aumento da tenacidade à fratura, K_{IC} .

Contudo, ao redor de um entalhe arredondado, como no caso de um corpo de prova Charpy com entalhe V, onde $\rho = 0,25$ mm, a tensão ou deformação crítica de fratura estão localizados na interface elasto-plástica, bem longe da ponta do entalhe. Por esta razão, o evento crítico da fratura inicia-se a uma distância muito grande da ponta do entalhe, quando comparado com a distância característica. Neste caso, a tenacidade é controlada pela tensão (σ_f^*) ou deformação de fratura (ε_f^*). O aumento da temperatura de austenitização conduz a uma diminuição de σ_f^* e ε_f^* , e portanto, resulta numa diminuição da tenacidade.

Assim, em termos gerais, a discrepância no comportamento da tenacidade, quando avaliada por K_{IC} ou energia Charpy (entalhe-V), em aços de ultra-alta resistência, austenizados a diferentes temperaturas, pode ser atribuída às diferentes respostas que cada microestrutura apresenta ao raio de ponta do entalhe.

Sumarizando, segundo as proposições de Ritchie [29,30], foi postulado que K_{IC} é controlado pela distância característica sobre a qual σ_f^* e ε_f^* precisam ser excedidos. A distância característica aumenta com a temperatura de austenitização, de modo que, K_{IC} deve aumentar com essa temperatura. Reciprocamente, no caso de um entalhe arredondado, onde o raio de ponta é maior do que a distância característica, os fatores que controlam a fratura são σ_f^* ou ε_f^* , respectivamente, quando a fratura é

controlada por tensão ou deformação. Quando o valor crítico (σ_f^* ou ε_f^*) é alcançado nas proximidades da interface elasto-plástica, ocorre nucleação da fratura. Visto que, σ_f^* e ε_f^* diminuem com o aumento da temperatura de austenização, a energia de impacto Charpy deve diminuir com essa temperatura.

As contribuições de Ritchie [56,57], sem dúvida, permitiram entender melhor o fenômeno da ambiguidade da tenacidade. O conceito da distância característica é muito racional. Contudo, vincular pura e simplesmente, o aumento da tenacidade à fratura com o aumento do tamanho de grão, não parece muito adequado. Considerando a equação (7.17), Ritchie teve que fazer esta suposição porque, ele assumiu que σ_f^* diminui com o aumento da temperatura de austenitização. Neste sentido, Datta [24] formulou uma explicação mais realista. Porém, antes da análise do modelo de Datta, é mais conveniente, para a presente discussão, considerar primeiro o trabalho de Firrao.

Firrao et al [58], estudando um aço 4340 na condição como-temperado, submetido a diferentes temperaturas de austenitização, também avaliaram a tenacidade a partir de corpos de prova com vários raios de ponta de entalhe. Eles constataram que a resistência à propagação de trinca é fortemente influenciada pelo raio da ponta do entalhe e microestrutura. Postularam que, estes dois aspectos em conjunto, determinam o tipo de mecanismo de falha (assistido por tensão ou por deformação) que irá operar no início do processo de fratura. Através da análise fractográfica, eles concluíram que, independentemente da temperatura de austenitização, quando $\rho < \rho_0$, a falha ocorre através de um mecanismo controlado por tensão. Deste modo, julgaram apropriado aplicar o conceito de distância característica, formulado por Ritchie, para explicar a diferença nos valores de tenacidade à fratura (trinca aguda), observada entre os corpos de prova caracterizados por tamanhos de grão da austenita prévia pequenos e muito grandes.

Entretanto, a partir de uma observação experimental, os diferentes comportamentos na presença de um entalhe arredondado, foram explicados por Firrao de maneira muito interessante.

Para alguns corpos de prova, com um raio de ponta de entalhe maior do que ρ_0 , Firrao observou que o caminho da trinca propagada sempre incluía um

pequeno "shear lip", que emanava da ponta do entalhe, como mostra esquematicamente a figura 7.8. É importante ficar claro que o "shear lip" mencionado por Firrao, não corresponde à porção de fratura oblíqua frequentemente observada na lateral dos corpos de prova.

O "shear lip" lateral foi observado em todos os corpos de prova. Todavia, sempre pequenos, de modo que, Firrao assumiu que eles não desempenharam um papel significativo na resistência à propagação de trinca.

Firrao postulou que a explicação para os diferentes valores de tenacidade, para corpos de prova com entalhe arredondado, submetidos aos dois tipos de tratamento de austenitização (alta e baixa temperatura), pode ser formulada mais realisticamente observando a presença ou ausência de "shear lip" na ponta do entalhe.

A partir das superfícies de fratura, Firrao mediu vários comprimentos de arcos de "shear lip"(s). Os valores da integral-J vs comprimento do arco, estão mostrados na figura 7.9, onde a interseção com a linha horizontal indica o valor de J_{IC} .

Nenhuma formação de "shear lip" foi observada nos corpos de prova temperados a partir da temperatura de austenitização mais elevada (1200°C), ou quando $\rho < \rho_0$, qualquer que fosse a temperatura de austenitização. Entretanto, todos os corpos de prova austenitizados na temperatura convencional foram caracterizados pela formação de "shear lip" ao longo da ponta do entalhe, quando $\rho > \rho_0$. Neste caso, o micromecanismo de fratura foi essencialmente o mesmo, as superfícies de fratura foram diferenciadas apenas pelo comprimento do arco de "shear lip". O tamanho do "shear lip" aumentou com o aumento de ρ e, por sua vez, o valor da integral-J aumentou com o tamanho do "shear lip".

Os resultados de Firrao são interessantes porque eles mostram claramente que, com o aumento do raio de ponta do entalhe, ocorre uma alteração na ductilidade local. Como visto na seção anterior, no caso de uma trinca aguda o contorno elásto-plástico fica muito restrito à ponta da trinca. Todavia, no caso de um entalhe arredondado, o tamanho da zona plástica é muito maior e aumenta com o raio de ponta do entalhe. Isto provoca uma alteração no estado de tensões à frente do entalhe.

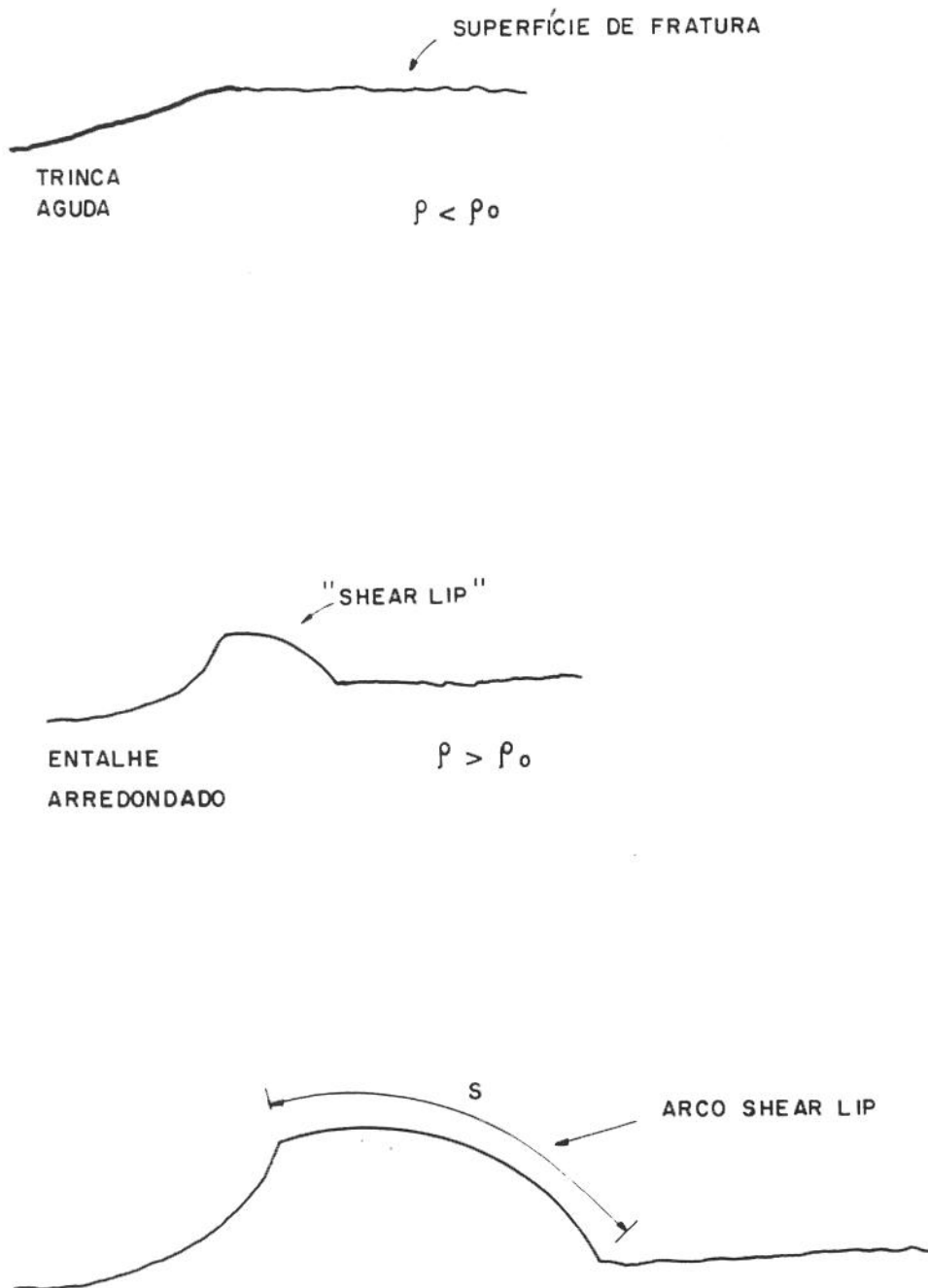


Figura 7.8. Formação de "shear lip" na ponta do entalhe. Seu tamanho aumenta com o raio de ponta do entalhe.

Em um ensaio de tenacidade à fratura, em virtude da trinca aguda e do requisito de espessura mínima, é imposto à frente da ponta da trinca um estado triaxial de tensão (deformação plana) que restringe muito fortemente o escoamento plástico, propiciando assim, uma grande redução na ductilidade local. Por outro lado, na presença de um entalhe arredondado, a máxima intensificação de tensão ocorre na interface elasto-plástica (teoria do campo das linhas de deslizamento) ou após a interface elasto-plástica (método dos elementos finitos), mas em ambos os casos bem longe da ponta do entalhe. Para um raio de ponta, $\rho = 0,25\text{mm}$ (CP Charpy com entalhe - V), a distância da interface elasto-plástica até a ponta do entalhe foi estimada ser de aproximadamente $750\mu\text{m}$ [24] (compare com os valores contidos na tabela 7.2). A figura 7.10 mostra de maneira esquemática, a distribuição de tensões à frente do entalhe, com o provável local de nucleação da primeira microtrinca.

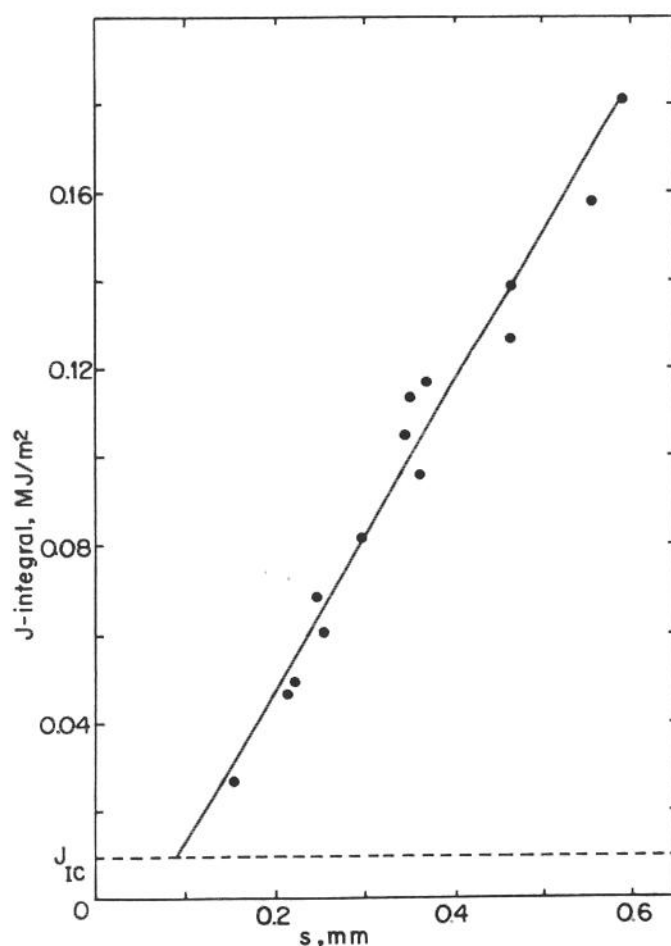


Figura 7.9. Valores da integral-J até a ruptura vs comprimento do arco de shear lip, s.

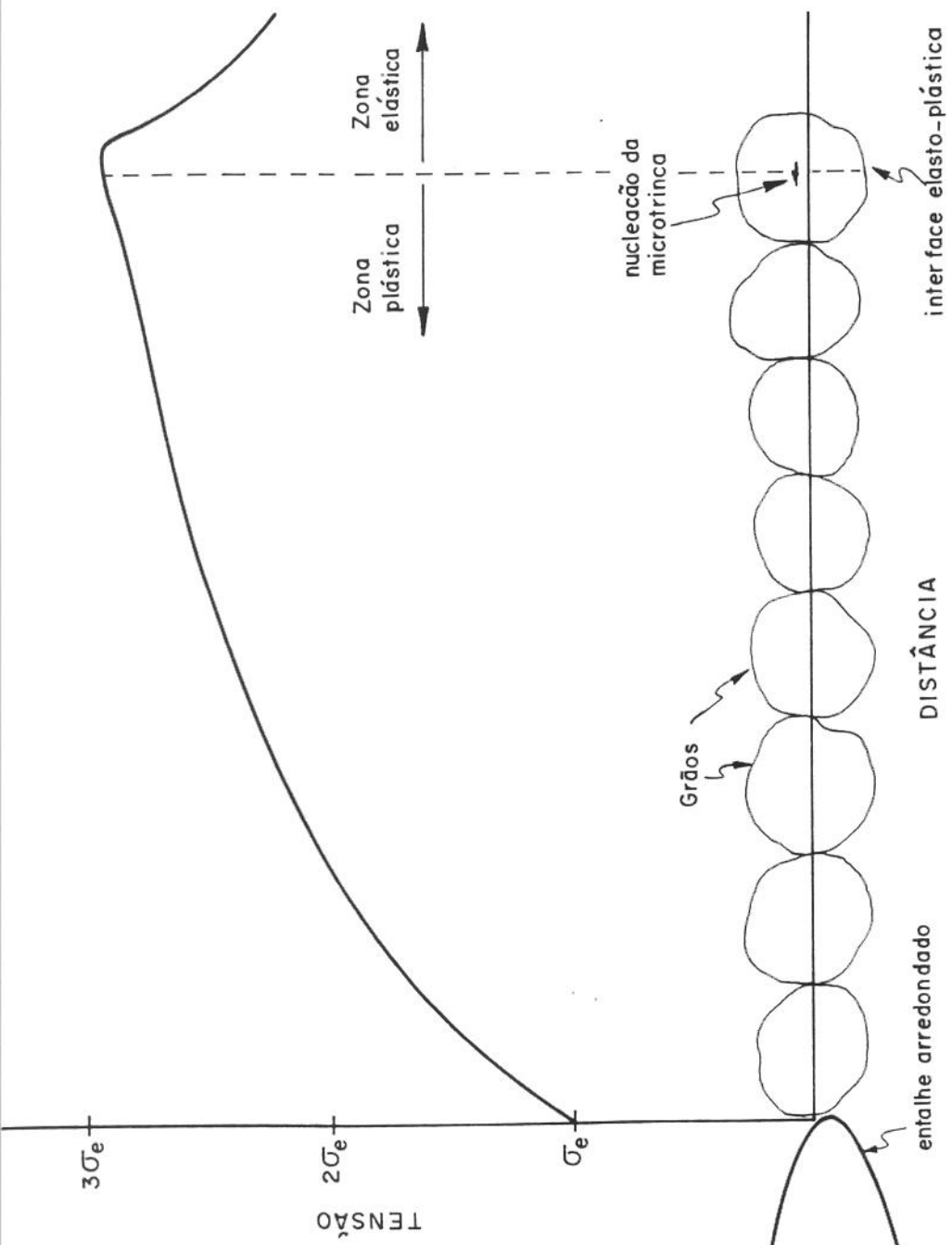


Figura 7.10. Distribuição de tensões a frente de um entalhe arredondado (baseado na referência [56]).

Portanto, no caso de um entalhe arredondado, é razoável supor que, devido à maior zona plástica, ocorre um maior relaxamento no estado de tensão, de modo que, o material de maior ductilidade pode então, explorar muito mais a sua capacidade de se deformar plasticamente, durante o processo de fratura. De fato, como mostrado nas figuras 3.4(a) e (b), o aumento da temperatura de austenitização produz uma apreciável redução da ductilidade. O exame da literatura [27,31-34,57-59] revela que, com a elevação da temperatura de austenitização, a redução de ductilidade é observada ocorrer, sempre em excessão, nos aços de ultra-alta resistência. A figura 7.11 mostra o efeito da temperatura de austenitização sobre a ductilidade, avaliado no ensaio de tração convencional.

A variação da ductilidade local, em função do raio de ponta do entalhe, é mais um elemento que ajuda na explicação dos diferentes comportamentos da tenacidade, quando avaliada pelos ensaios Charpy e de tenacidade à fratura. Porém, uma justificativa para este efeito, em termos das diferenças microestruturais, ainda carece de uma melhor explicação.

Por considerar a variação do tamanho da zona plástica, com o raio de ponta do entalhe, Datta [24] formulou um modelo muito realista para explicar o comportamento ambíguo da tenacidade, em termos dos parâmetros microestruturais.

Trabalhando com um aço AISI 4340, Datta postulou que a primeira microtrinca ocorre muito próxima da ponta da trinca (veja figura 7.5), no caso do ensaio de tenacidade à fratura, e bem longe da ponta do entalhe (veja figura 7.10), no caso do ensaio Charpy. A partir disso, ele argumentou que na condição de trinca aguda, a trinca em propagação não necessita cruzar nenhum contorno de grão, qualquer que seja a granulometria. Em contraste, na presença de um entalhe arredondado a microtrinca tem que cruzar alguns contornos de grão (veja figura 7.10) antes de se unir à trinca principal. Sendo que, o número de contornos cruzados será tanto maior quanto menor for o tamanho de grão. No seu estudo, Datta supôs que dez vezes menos contornos de grão eram cruzados no material de granulação grosseira, quando comparado ao de granulação fina.

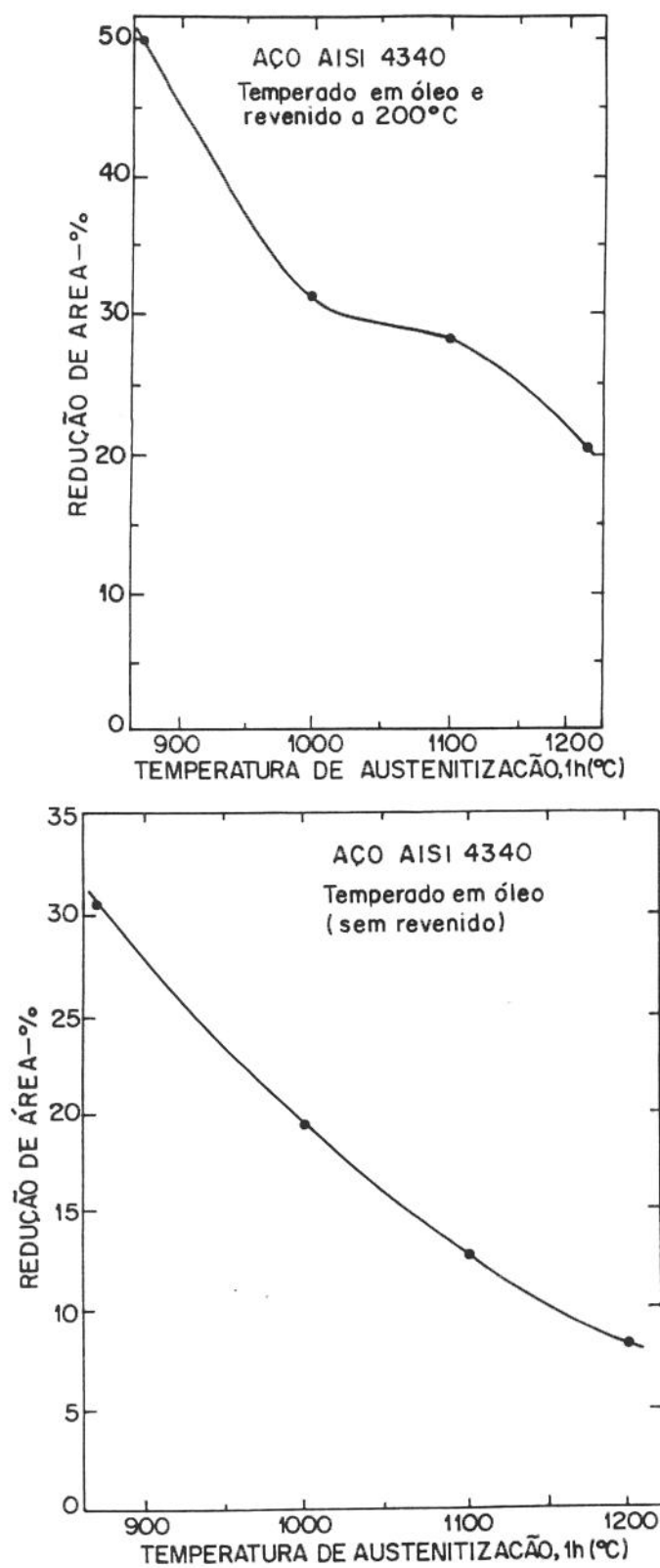


Figura 7.11. Influência da temperatura de austenitização sobre a ductilidade (avaliado pelo ensaio de tração convencional) de um aço AISI 4340 [57].

Datta observou também que uma importante diferença microestrutural, resultante dos tratamentos de austenitização a 870°C e 1200°C, foi a quantidade de carboneto-ε precipitado no interior das ripas de martensita. Ele constatou que na condição como-temperado, a quantidade de carboneto-ε auto-revenido aumenta expressivamente com a temperatura de austenitização. Foi sugerido que o carboneto-ε produz um endurecimento por dispersão. Em consequência, ocorre uma melhor distribuição de tensões no interior do grão (veja figura 7.6), visto que, o carboneto-ε se constitui numa barreira eficaz a movimentação de discordâncias. Assim, Datta, diferentemente de Ritchie [56], supôs que a tensão de fratura local, σ_f^* , aumenta com a temperatura de austenitização, devido a maior precipitação de carboneto-ε autorevenido*.

Face ao exposto, e considerando que os contornos de grão são obstáculos naturais à propagação de uma trinca, Datta [24] assumiu que, a tensão de fratura macroscópica efetiva, σ_f^* , poderia ser expressa para uma trinca aguda e entalhe arredondado, respectivamente, por:

$$\sigma_f = \sigma_f^* \quad (7.19)$$

$$\sigma_f = \sigma_f^* + K d^{-1/2} \quad (7.20)$$

onde

d - diâmetro do grão;

K - representa a resistência do contorno de grão.

Portanto, segundo Datta, na condição de ensaio com uma trinca aguda, a tensão de fratura σ_f (igual a σ_f^*) é maior para estrutura austenitizada a alta temperatura, do que para o tratamento de austenitização convencional. Consequentemente, neste caso, a tenacidade à fratura da microestrutura proveniente de alta temperatura de austenitização é mais elevada. Entretanto, na condição de entalhe arredondado, com tratamento de austenitização a alta temperatura (1200°C), mesmo que σ_f^* seja maior, o segundo termo ($Kd^{-1/2}$) é consideravelmente menor, conduzindo a uma menor tensão de

* Pode-se especular que, o suposto aumento de σ_f^* pode ser também decorrente de austenita retida ou do espaçamento entre partículas, ou ainda devido a uma combinação entre estess diferentes fatores.

fratura σ_f . Por isso, no ensaio Charpy, o tratamento de austenitização convencional produz uma melhor tenacidade, devido à microestrutura mais refinada.

Sumarizando, na condição de ensaio com entalhe arredondado, foi postulado que o tamanho de grão influencia fortemente a tenacidade. O menor tamanho de grão decorrente do tratamento de austenitização convencional, invariavelmente resulta numa superior tenacidade (Charpy). Por outro lado, no caso de uma trinca aguda, foi assumido que o tamanho de grão não afeta a tenacidade à fratura. A melhora da tenacidade à fratura, resultante de altas temperaturas de austenitização, foi atribuída à maior quantidade de carboneto- ϵ .

Este ponto de vista de Datta é muito interessante. Ele explica o comportamento ambíguo da tenacidade, quando avaliada pelos ensaios Charpy e de tenacidade à fratura, de maneira muito consistente, em termos de diferenças microestruturais.

Agora, então, diante da argumentação apresentada nas seções 7.2, 7.3 e 7.4, pode-se efetuar uma análise crítica da relação de Hall-Petch.

7.5. Uma Análise da Relação de Hall-Petch

O grande prestígio que a relação de Hall-Petch desfruta por mais de 40 anos, sem dúvida, reflete um grande esforço de pesquisa que visa o estabelecimento de relações simples, entre parâmetros microestruturais e propriedades mecânicas que possam de algum modo auxiliar no projeto de desenvolvimento e otimização das ligas metálicas.

A relação de Hall-Petch, desde a sua proposição, tem sido intensamente estudada. A forma singela como que ela é escrita não reflete o volume de trabalho teórico e experimental que tem sido praticado para justificá-la. Esta relação, como originalmente proposta, prediz que a tensão de escoamento se relaciona de maneira linear com o recíproco da raiz quadrada do tamanho de grão (d).

$$\sigma_e = \sigma_i + Kd^{-1/2} \quad (7.21)$$

onde

σ_i - interseção da curva com o eixo σ_e ;

K - coeficiente angular da reta (Figura 7.12).

A relação, como descrita pela equação(7.21), é amplamente aceita. Contudo, em alguns casos, têm sido postulado que a dispersão de valores pode ser reduzida se o expoente n , ao invés de $-1/2$, for admitido estar entre $-1 < n < -1/3$ [8,63]. Colocando de lado esta questão - qual o valor mais adequado de n -, pois, o propósito é tentar delinear qual o significado físico verdadeiro da relação de Hall-Petch

A equação (7.21) expressa uma relação linear. Isto pressupõe que σ_i e K são constantes do material, e não variam com o tamanho de grão. Poderia ser especulado que, o tamanho de grão seria uma propriedade do sistema metálico e as propriedades mecânicas seriam, então, funções de ponto. Nestes termos, para um dado tamanho de grão o estado estaria fixado e, assim, haveria um valor definido para cada propriedade mecânica correspondente a um certo tamanho de grão. Se fosse realmente

assim, o tamanho de grão seria uma espécie de "chave" microestrutural que abriria as portas para o controle das propriedades mecânicas.

Sabidamente, as propriedades mecânicas são funções de linha, e não de ponto, porque dependem do caminho percorrido (por exemplo, da história térmica). De modo que, é importante explicitar claramente qual o papel da relação de Hall-Petch dentro do contexto metalúrgico.

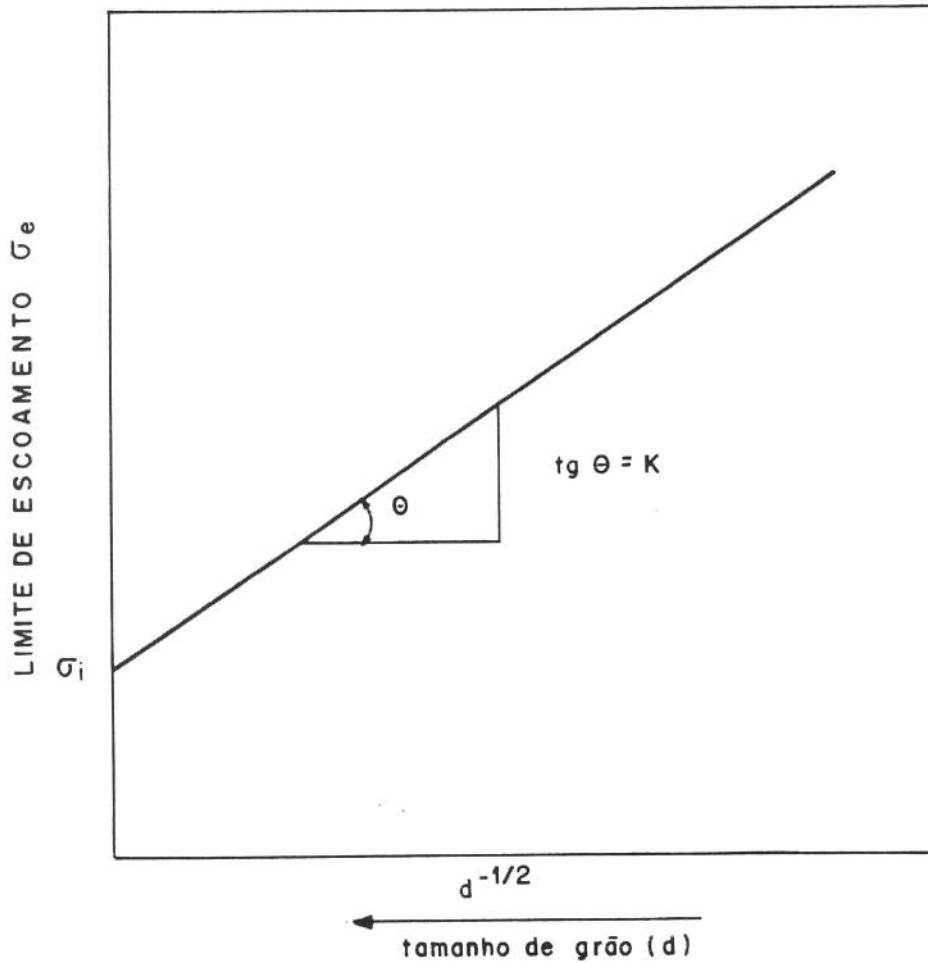


Figura 7.12. Relação linear entre σ_e e o recíproco da raiz quadrada do tamanho de grão, $d^{-1/2}$ (O significado físico de σ_i e K , foi descrito na seção 7.2).

Deve ser lembrado que a relação de Hall-Petch foi obtida experimentalmente, a partir de um sistema metálico simples (ferro ARMCO). Pode-se encontrar na literatura [2,63], relações lineares entre σ_c e $d^{-1/2}$ para alguns metais. Contudo, deve ser observado que relações lineares entre propriedades mecânicas e $d^{-1/2}$ são geralmente verificadas apenas em metais puros ou fracamente ligados. Muitos trabalhos que referenciam a relação de Hall-Petch para justificar os resultados obtidos, certamente o fazem para expressar o efeito do tamanho de grão sobre as propriedades mecânicas, e não para justificar uma relação de dependência linear.

Não é incomum encontrar referências onde ambos, σ_i e K , são rotulados como constantes do material. Isto tende a ser verdadeiro para sistemas metálicos simples. Entretanto, em sistemas metálicos mais complexos, σ_i e K são propriedades de um dado estado do material, e podem variar com o tamanho de grão. Dependendo do material e do procedimento empregado no crescimento de grão, σ_i e K podem variar dentro de uma faixa ampla. Muito possivelmente, a simplificação na avaliação do valor do coeficiente de Hall-Petch, K (assumí-lo com uma constante do material), se deve a um fator histórico. No início, K não era medido facilmente como era feito com σ_i . Só mais recentemente o fator K pode ser medido livre da influência de outros fatores [2].

Em sistemas metálicos complexos, a adição de elementos de liga é utilizada de diversas formas para aumentar a resistência dos metais. O método geral mais importante consiste em obstruir o movimento de discordância por meio de uma fina dispersão de partículas distribuídas pelos cristais da matriz. Estas partículas podem ser átomos individuais, como no caso do endurecimento por solução sólida, ou certos agregados ou fases distintas de maiores dimensões, como no endurecimento por precipitação e no endurecimento por dispersão [62]. Todos estes agentes dispersos no interior de um grão se constituem em bloqueios às discordâncias e, portanto, interferem no valor de σ_i . O tipo de tratamento praticado pode favorecer um determinado tipo de mecanismo de endurecimento, de modo que, a história térmica interfere no valor de σ_i .

Devido a sua alta energia, os contornos de grão atuam como locais preferenciais para reações do estado sólido tais como difusão, transformações de fases e reações de precipitação [9]. Assim, o valor de K depende também da história térmica. O

efeito sobre K será tanto maior, quanto mais pronunciada for a alteração na estrutura do contorno de grão.

De fato, tem sido observado que vários fatores tais como tratamentos térmicos, irradiação de neutrons, composição química e impurezas, temperatura e taxa de deformação, podem interferir significativamente tanto no valor de σ_i como no valor de K (veja referências [7] e [63]). Para ilustrar a tabela 7.4 mostra a influência da composição química e temperatura sobre os parâmetros de Hall-Petch, para algumas ligas.

Diante de tais evidências, para o caso mais geral, a equação de Hall-Petch não pode ser considerada como uma relação linear entre o limite de escoamento e o recíproco da raiz quadrada do tamanho de grão. Além disso, pode-se especular que o grau de influência do tamanho de grão (d) irá depender dos valores de σ_i e K . Porque para um dado sistema metálico, o procedimento utilizado para alterar o tamanho de grão também afeta os valores de σ_i e K .

Ao questionar-se a aplicabilidade da relação de Hall-Petch, não se pode ignorar a vasta documentação sobre a qual a relação está alicerçada. Existem modelos consistentes que a justificam. A própria argumentação desenvolvida na seção 7.2 não pode ser simplesmente desconsiderada. Assim, é necessário esclarecer que o questionamento não é propriamente quanto à validade da relação de Hall-Petch. Ela tem se mostrado válida, sobretudo para metais puros ou fracamente ligados. O problema é a generalização indiscriminada dessa relação.

Salvo melhor juízo, o problema surge em virtude dos diferentes enfoques com que a relação de Hall-Petch é utilizada no âmbito da ciência básica e no setor tecnológico.

No âmbito da ciência básica, aparentemente, a relação de Hall-Petch é utilizada mais com o propósito de se explicar o escoamento macroscópico a partir do escoamento microscópico, previsto pela teoria das discordâncias. Este tipo de relação permite estabelecer um elo de ligação entre a teoria das discordâncias e a teoria da mecânica do contínuo.

Tabela 7.4. Valores dos parâmetros de Hall-Petch a temperatura ambiente (T.A.) e a -75°C para diferentes ligas metálicas (extraída e adaptada da referência [63]).

LIGA METÁLICA	σ_i [MPa]		K [MPa. mm ^{1/2}]	
	T.A.	-75°C	T.A.	-75°C
Fe - 1,5Cr	31,85	191,68	5,45	11,58
3,0 Cr	45,30	165,76	4,96	11,24
1,5 Cr	54,82	-	9,65	-
H3 Ni - 3,0Ni	79,71	144,45	15,58	16,48
1,5 Si	93,91	175,34	5,79	5,79
3,0 Si	149,48	229,95	9,45	7,93
6,0 Si	295,80	384,67	9,52	10,96

Vários modelos teóricos já foram desenvolvidos. Alguns são muito sofisticados e consideram vetor de Burgers variável, empilhamento heterogêneo e anisotrópico, empilhamento em múltiplos planos e outros. Estas considerações por si só introduzem tal grau de complexidade que, normalmente, o aspecto microestrutural é demasiadamente simplificado. O contorno de grão, neste caso, é praticamente o único agente bloqueador de discordâncias. Assim, é natural que esses modelos prevejam uma grande influência do tamanho de grão sobre o comportamento mecânico.

Outro aspecto a ser observado, conforme mencionado na seção 7.2, é que existem basicamente duas teorias que explicam o escoamento plástico a nível microscópico. A mais difundida é baseada no empilhamento de discordâncias. Ela prevê que com o aumento do tamanho de grão o escoamento plástico ocorre mais facilmente devido ao empilhamento de discordâncias ser mais intenso. Contudo, a teoria que explica o escoamento na ausência do empilhamento de discordância, tem ganhado importância. Uma das razões é que o empilhamento de discordâncias não tem sido observado em alguns metais puros e ligas. Segundo esta teoria, irregularidades (ledges), as quais são fontes de discordâncias, podem ser ativadas sem o empilhamento de discordâncias. Neste caso, supostamente a função ou a utilidade do empilhamento de discordâncias é menor. Li [7] observou que a capacidade dos contornos de grão emitirem discordâncias pode ser modificada com a estrutura e composição química do contorno, mas independe do tamanho de grão. Observa-se que esta teoria atribui maior importância à estrutura de contorno de grão do que propriamente ao tamanho de grão.

Por outro lado, no âmbito do setor tecnológico, o propósito é utilizar relações orientativas que permitam correlacionar adequadamente aspectos microestruturais com as propriedades mecânicas. Esta é a maneira pela qual a relação de Hall-Petch é normalmente utilizada neste setor. Porém, a relação de Hall-Petch e similares, como as apresentadas na seção 7.2, foram obtidas a partir de sistemas metálicos simples, ou seja, em sistemas caracterizados por uma demasiada simplificação microestrutural. Onde, geralmente, o único mecanismo de endurecimento contemplado está relacionado com o tamanho de grão.

Entretanto, a introdução de crescente complexidade nos sistemas metálicos é necessária para produzir materiais de alta resistência e de maior aplicabilidade [9]. Assim, além da granulação fina outros mecanismos de aumento de resistência tais como endurecimento por solução sólida, endurecimento por precipitação e outros, são utilizados para melhorar a performance dos materiais.

A resultante complexidade microestrutural é óbvia. Há a considerar precipitados, inclusões, fases e impurezas. No caso de estruturas temperadas, há ainda a considerar o tamanho do feixe, o tamanho das ripas, e outros aspectos da subestrutura da

martensita. Todos estes agentes representam obstáculos ao movimento de discordâncias e devem, portanto, contribuir para a resistência global. Eles conduzem a tal complexidade que o comportamento mecânico não pode ser, em geral, previsto com alto grau de precisão em função de um único parâmetro microestrutural, como o tamanho de grão.

Dentro do âmbito tecnológico, na medida do possível, esta dificuldade tem sido contornada pela adoção do conceito de tamanho de grão efetivo. As equações (7.10), (7.11) e (7.12), apresentadas na seção 7.2, refletem esta abordagem. De fato, o termo tamanho de grão, d , na relação de Hall-Petch poderia ser mais apropriadamente interpretado como o comprimento da banda de deslizamento [12]. Em sistemas metálicos simples (metal puro ou fracamente ligado) o comprimento da banda de deslizamento é definido pelo tamanho de grão. Mas, em sistemas mais complexos, além dos contornos de grãos, outros agentes podem atuar como bloqueadores de discordâncias. O espaçamento entre eles é que irá determinar o comprimento da banda de deslizamento (tamanho efetivo de grão). A adoção deste procedimento, sem dúvida, é o reconhecimento de que nem sempre o tamanho de grão é o parâmetro microestrutural que controla o comportamento mecânico.

Para o caso geral, Baker e Irvine (ambos citados na referência [64]) sugeriram que a relação de Hall-Petch deveria ser expandida para contemplar os outros mecanismos de endurecimento.

$$\sigma_e = \sigma_0 + \sigma_s + \sigma_D + \sigma_G + \sigma_{SG} + \sigma_P \quad (7.22)$$

onde

σ_e - limite de escoamento;

σ_0 - tensão de Peierls (tensão de atrito da rede livre dos outros efeitos);

σ_s - endurecimento por solução sólida;

σ_D - endurecimento por discordâncias;

σ_G - endurecimento pelo grão;

σ_{SG} - endurecimento pelo sub-grão;

σ_P - endurecimento por precipitação.

A necessidade de expansão da relação de Hall-Petch pressupõe que a relação original, onde um único mecanismo de endurecimento é considerado, descreve bem o comportamento mecânico de sistemas metálicos relativamente simples, como uma única fase. Todavia, em sistemas metálicos mais complexos, o efeito individual de outros mecanismos de endurecimento, como os listados na equação (7.22), é incontestável e, portanto, precisam também ser considerados. Deste modo, o tamanho de grão desempenha um papel extremamente relevante em sistemas metálicos simples, ao passo que, em sistemas complexos a influência do tamanho de grão é menos acentuada em virtude dos outros mecanismos.

Cabe observar que a relação de Hall-Petch pode ser expandida e continuar sendo escrita da mesma maneira. Ela comporta esta generalização. Basta apenas expandir a interpretação de σ_i e K . Todos os agentes bloqueadores de discordâncias contidos no interior do grão podem ser aglutinados em σ_i , porque interferem na tensão de atrito da rede cristalina. Enquanto que, todos os agentes que afetam a estrutura do contorno de grão podem ser aglutinados em K , porque interferem na resistência desse contorno.

Apesar da equação (7.22) ser conceitualmente mais correta e propiciar resultados mais precisos ela é pouco atrativa. Para ser aplicada requer uma caracterização microestrutural minuciosa baseada em microscopia eletrônica*. Isto, no presente momento, se constitui no principal empecilho para viabilizar a expansão da relação de Hall-Petch. Contudo, tudo indica que os futuros trabalhos de pesquisa necessariamente terão que implementar uma análise microestrutural completa do material sob estudo.

Além disso, existe um aspecto que merece ser observado. Geralmente, as microestruturas são observadas e caracterizadas em seções planas. A determinação do tamanho de grão não foge a esta regra. Este característico microestrutural é habitualmente obtido a partir de medidas lineares feitas sobre superfícies polidas e devidamente atacadas. Isto se constitui numa grande simplificação, visto que, se utiliza uma medida linear para predizer a influência de um complexo tridimensional (o grão cristalino).

* Hillenbrand e Schwaab [64] discutiram várias técnicas de medida em microscopia eletrônica, requeridas para efetuar análises microestruturais mais detalhadas.

Apesar de aspectos como a geometria [65] e a estrutura [66] dos contornos de grão já serem estudados a algum tempo, geralmente recebem pouca atenção. Contudo, mais recentemente, outros aspectos relacionados com o grão cristalino tem sido objeto de maiores considerações. Em artigo muito interessante, Lin e Watanabe [67] argumentaram que o "design" adequado do grão cristalino se constitui num método efetivo para melhorar as propriedades mecânicas dos materiais policristalinos. Eles mostraram que através do controle da geometria do grão, estrutura e inclinação dos contornos de grão, pode-se melhorar a tenacidade, sobretudo com respeito à fratura intergranular. Esta é uma possibilidade que deve ser realmente observada. Pois, o fenômeno da fragilização se constitui em uma das principais limitações ao desenvolvimento mais intenso de muitos materiais estruturais de alta performance.

Entretanto, apesar da argumentação restritiva, é preciso conhecer que a relação de Hall-Petch tem valor de uso. O grão cristalino é um parâmetro microestrutural importante, pois, estabelece os limites de uma dada porção do material. Ele define o domínio de um aglomerado de átomos organizados com características próprias. No caso mais geral, a orientação cristalina muda abruptamente de um grão para outro através do contorno de grão. Assim, por mais complexa que seja a microestrutura é natural esperar que o grão cristalino exerça alguma influência sobre o comportamento mecânico. De acordo com o nível de complexidade do sistema metálico, a figura 7.13 mostra o grau de aplicabilidade da relação Hall-Petch. Apesar das limitações, pelo menos três fatores valorizam a sua utilização:

- a relação de Hall-Petch se aplica adequadamente a muitos sistemas metálicos, sobretudo aos metais puros ou fracamente ligados;
- não surgiu nenhuma outra relação simples e eficaz para substituí-la;
- a relação de Hall-Petch, independente do grau de complexidade do sistema metálico, reflete uma tendência.

Aparentemente, qualquer que seja o sistema metálico, duas propriedades mantêm uma relação mais estreita com o tamanho de grão: a ductilidade, avaliada no ensaio de tração convencional, e a energia absorvida no ensaio Charpy. Seus valores tendem a diminuir mais acentuadamente com o aumento do tamanho de grão, quando comparados com as demais propriedades mecânicas.

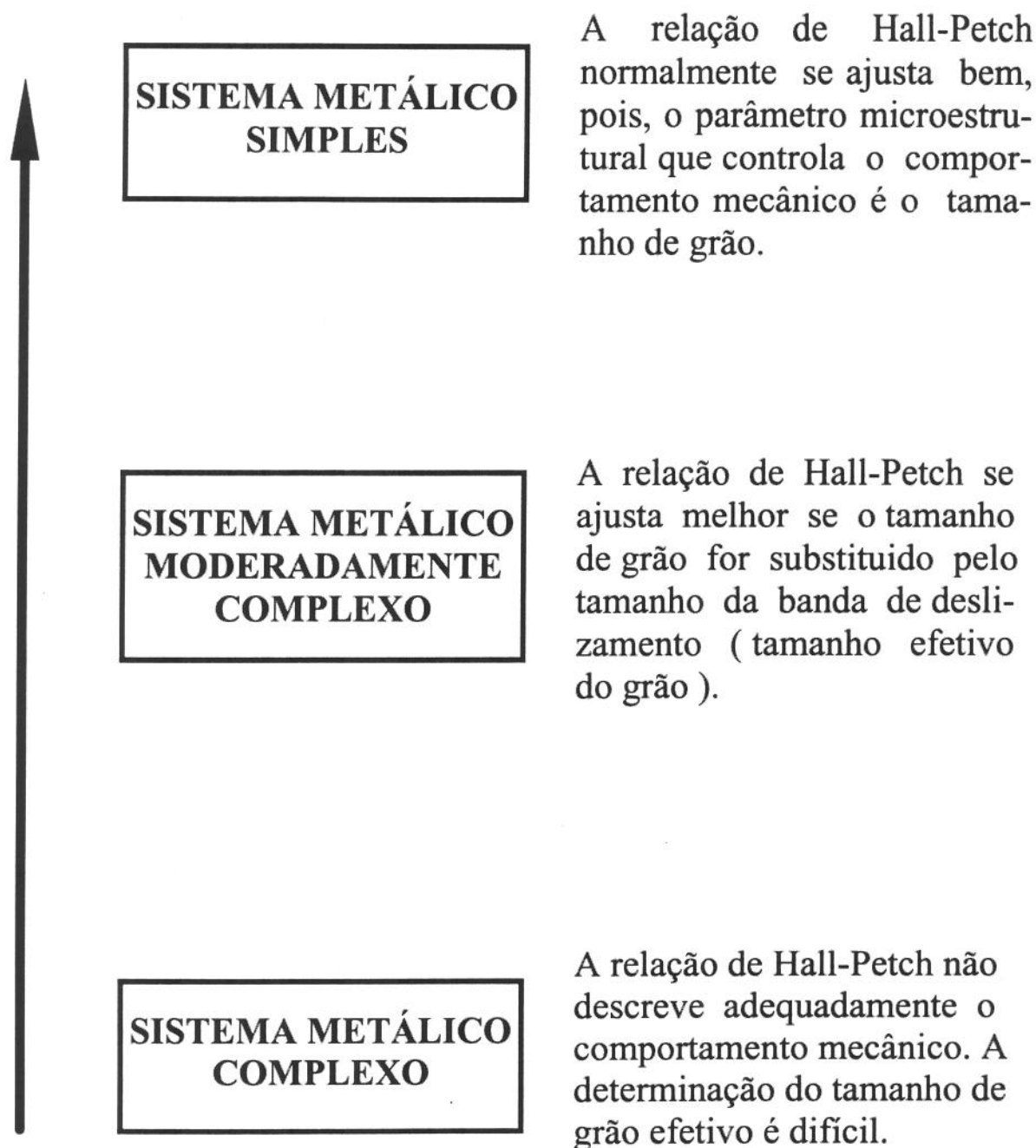


Figura 7.13. Aplicabilidade da relação de Hall-Petch segundo o grau de complexidade do sistema metálico(A seta aponta para o sentido de maior aplicabilidade da relação de Hall-Petch).

Com respeito à tenacidade, como já discutido, a influência do tamanho de grão aumenta com o volume de material efetivamente ensaiado, ou seja, com o raio de ponta do entalhe. Isto decorre da drástica alteração no estado de tensão e tamanho da zona plástica à frente da ponta do entalhe. A figura 7.14. mostra a influência do tamanho de grão sobre o valor da tenacidade, segundo o raio da ponta do entalhe.

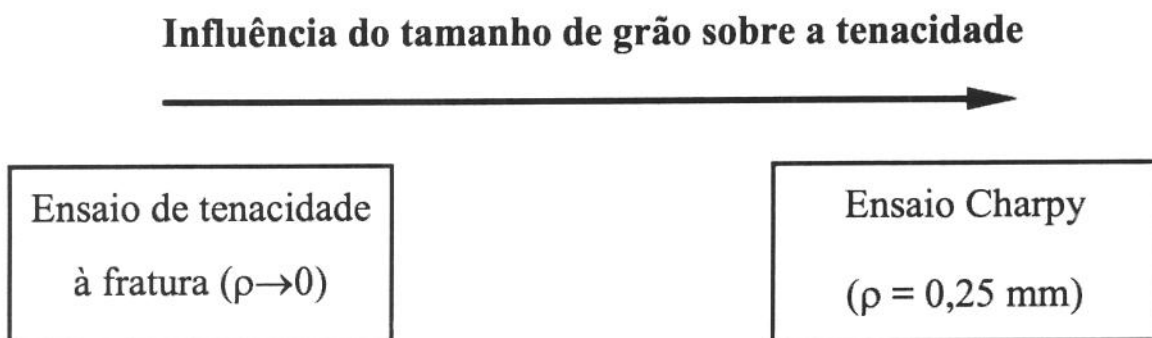


Figura 7.14. Influência do tamanho de grão sobre a tenacidade

Diante do que foi exposto, pode-se, então, postular qual o papel da relação Hall-Petch (como originalmente proposta) dentro do contexto metalúrgico. A relação de Hall-Petch não é uma lei metalúrgica e tampouco uma relação quantitativa precisa. Ela simplesmente reflete uma tendência, o efeito do tamanho de grão sobre as propriedades mecânicas, que é tanto mais verdadeira quanto mais simples for o sistema metálico analisado, ou seja, na medida em que os contornos de grão crescem de importância, como agentes bloqueadores de discordâncias. E por fim, não é por demais observar que, a relação de Hall-Petch é muito específica e sua generalização deve ser feita com alguma cautela.

7.6. Conclusões

A partir desse estudo, e observando a documentação existente, as seguintes conclusões puderam ser abstraídas:

Quando a zona de processamento da fratura é menor do que o tamanho de grão da austenita prévia, a influência deste parâmetro microestrutural, no processo de fratura, é menos pronunciada. Ou seja, a tenacidade à fratura (K_{IC}) tende a ser muito pouco afetada pelo tamanho de grão.

O termo tenacidade é muito genérico. A ambiguidade existe entre os valores de tenacidade, obtidos em diferentes tipos de ensaio (Charpy e tenacidade à fratura), não comporta a utilização genérica do termo. Por isso, o termo tenacidade deve ser acompanhado explicitamente pelo tipo de ensaio cujo valor foi obtido.

A relação de Hall-Petch foi obtida experimentalmente a partir de um sistema metálico simples. Por isso, ela não contempla o efeito de outros mecanismos endurecedores. Assim, sua aplicabilidade diminui com o aumento da complexidade do sistema metálico. Contudo, aparentemente, duas propriedades mantêm uma relação mais estreita com o tamanho de grão: a ductilidade, avaliada no ensaio de tração convencional, e a energia absorvida, medida no ensaio Charpy.

7.7. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Aplicar a relação Hall-Petch expandida e como originalmente proposta, em sistemas metálicos com distintas variáveis de complexidade, para avaliar o grau de adequabilidade dessas equações.
- Estudar a influência da geometria do grão - estrutura, inclinação e distribuição característica dos contornos de grão - na tenacidade, medida pelos ensaios Charpy e de tenacidade à fratura.
- Estudar quais parâmetros microestruturais, relacionados com a martensita, controlam a ductilidade macroscópica .

Referências Bibliográficas

- [1] COUTINHO, C.B. Materiais Metálicos para Engenharia, Belo Horizonte, Fundação Christiano Ottoni, 1993, p.315.
- [2] ARMSTRONG, R.W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials. Metall. Trans. A, v.1, p.1169-76, May 1970.
- [3] ARMSTRONG, R.W.; CODD, I.; DOUTHWAITE, R.M. & PETCH, N.J. The plastic deformation of polycrystalline aggregates. Phil. Mag., v.17, p.45-58, 1962.
- [4] STONESIFER, F.R. & ARMSTRONG, R.W. Effect of prior austenite grain size on the fracture properties of A533B steel. Advances in Research on the Strength and Fracture of Materials, v.2A, The Physical Metallurgy of Fracture, Pergamon Press, Oxford, p.1, 1977.
- [5] SRINIVAS, M.; MALAKONDAIAH, G. & RAMA RAO, P. Influence of polycrystal grain size on fracture toughness of and fatigue threshold in ARMCO iron. Engng Fracture Mech., v.28, n°5/6, p.561-76, 1987.
- [6] KLASSEN, R.J et al. Characterization of the effects of alloying elements on the fracture toughness of high strength, low alloy steels. Mater. Sci. Engng, n°80, p.25-35, 1986.
- [7] Li, J.C.M. & CHOU, Y.T. The role of dislocations in the flow stress grain size relationships. Metall. Trans., v.1, p.1145-59, May 1970.
- [8] SHEN, Z.; WAGONER, R.H. & CLARK, W.A.T. Dislocation and grain boundary interactions in metals. Acta Metall., v.36, n°12, p.3231-42, 1988.
- [9] DIETER, G.E. Mecanismos de Endurecimento, in: Metalurgia Mecânica. Trad.A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, 2ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.166-68.
- [10] KOCKS, U.F. The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation. Metall. Trans. A, v.1, p.1121-43, May 1970.

- [11] HONEYCOMBE, R.W.K. Tamanho de grão, in: Aços - Microestrutura e Propriedades. /// Trad. M.A. Fortes e A.C. Ferro, Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1984, p.41-3.
- [12] DIETER, G.E. Teorias de discordâncias da fratura frágil, in: Metalurgia Mecânica /// Trad. A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, 2ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.228-33.
- [13] GUY, A. G. Fratura dos materiais, in: Ciência dos Materiais /// Trad. de J. R. da Silva, Rio de Janeiro, Ed. LCT/EDUSP, 1980, p 340-41.
- [14] DIETER, G.E. Empilhamento de discordâncias, in: Metalurgia Mecânica /// Trad.A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, 2ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.163-4.
- [15] REED-HILL, R. O efeito dos contornos de grão, in: Princípios de Metalurgia Física ///. Trad. F. Evrard (supervisor), Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982, p.657-60.
- [16] HYZAK, J.M. & BERNSTEIN, I.M. The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. Metall. Trans. A. v.7A, p.1217-24, Aug. 1976.
- [17] MARDER, A.R. & BRAMFITT, B.L. The effect of morphology on the strength of pearlite. Metall. Trans. A.,v.7A, p.365-72, March 1976.
- [18] LANGFORD, G. Deformation of pearlite. Metall. Trans. A., v.8A, p.861-75, June 1977.
- [19] PORTER, D.A.; EASTERLING, K.E. & SMITH, G.D. Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite. Acta Metall., v.26, p.1405-22, 1978.
- [20] KAVISHE, F.P.L. & BAKER, T.J. Effect of prior austenite grain size and pearlite interlamellar spacing on strength and fracture toughness of a eutectoid rail steel. Mater. Sci. Technol., v.2, p.817-22, Aug. 1986.
- [21] LEWANDOWSKI, J.J. & THOMPSON, A.W. Effects of the prior austenite grain size on the ductility of fully pearlitic eutectoid steel. Metall. Trans. A, v.17A, p.461-72, March 1986.
- [22] TSANGARAKIS, N. On the dependence of fracture toughness on metallurgical factors. Mater. Sci. Engng, v.58, p.269-76, 1983.

- [23] HIGGINS, R.A. Aço liga e ferro fundido, in: Propriedades e Estruturas dos Materiais em Engenharia. /// Trad. J.R. Teodósio, São Paulo, DIFEL, 1982, p.215-22.
- [24] DATTA, K.P. Sharp crack and blunt notch toughness behavior of quenched and tempered AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.51, p.241-52, 1981.
- [25] COLOMBAROLI, W. Austenita residual - Estudo de sua formação, transformação e estabilização. Metalurgia-ABM, v.26, n°148, p.213-29, março 1970.
- [26] ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R. & WOOD, W.E. Influence of some microstrutural features on the fracture toughness of high strength steels, Proc. of the 3th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, v.1, Cambridge, England, Aug. 1973, p.175-9.
- [27] LAI, G.Y. et al. The effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. Metall. Trans. A, v.5, p.1663-70, July 1974.
- [28] JATCZACK, C.F. Retained austenite and its measurement by x-ray diffraction. SAE Transactions, v.89, DOC 800426, p.1657-75, 1980.
- [29] SASTRY, C.N. & WOOD, W.E. On the presence of retained austenite at the prior austenite grain boundaries of AISI 4340 steel. Mater. Sci. Engng, v.45, pp.277-80, 1980.
- [30] YOUNGBLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A, v.8A, pp.1439-48, Sept. 1977.
- [31] CARLSON, M.F.; NARASIMHA RAO, B.V. & THOMAS, G. The effect of austenitizing temperature upon the microstructure and mechanical properties of experimental Fe/Cr/C steels. Metall. Trans. A, v.10A, p.1273-84, Sept. 1979.
- [32] LEE, S.; MAJNO, L. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and fracture toughness in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.16A, p.1633-48, Sept. 1985.
- [33] LEE, S.; LEE, D.Y. & ASARO, R.J. Correlation of microstructure and tempered martensite embrittlement in two 4340 steels. Metall. Trans. A, v.20A, p.1089-103, June 1989.

- [34] WEI-DI CAO & XIAO-PING LU Interpretation of the effects of high austenitizing temperature on toughness behavior in a low alloy, high strength steel. Metall. Trans. A, v.18A, p.1569-85, Sept. 1987.
- [35] MERYERS, M.A. & CHAWLA, K.K. Endurecimento por precipitação ou dispersão, in: Princípios de Metalurgia Mecânica, São Paulo, Edgard Blücher, 1982, p.355-56.
- [36] BEPARI, M.M.A. Effects of precipitates on strength and toughness of vanadium structural steels. Mater. Sci. Technol., v.6, p.338-48, April 1990.
- [37] COX, T.B. & LOW Jr, J.R. An investigation of the plastic fracture of AISI 4340 and 18 nickel-200 grade maraging steels. Metall. Trans. A, v.5., p.1457-70, June 1974.
- [38] SCHWALBE, K.H. On the influence of microstructure on crack propagation mechanisms and fracture toughness of metallic materials. Engng fracture Mech., v.9, p.795-832, 1977.
- [39] CURY, D.A. & PRATT, P.L. The role of second phase particles in the ductile fracture of higher carbon steels. Mater. Sci. Engng, v.37, p.223-35, 1979.
- [40] BATES, R.C. Mechanics and mechanisms of fracture. Metallurgical Treatises - Met. Soc. AIME, p.551-70, 1981.
- [41] THOMPSON, A.W. The relation between changes in ductility and in ductile fracture topography: control by microvoid nucleation. Acta Metall., v.31, nº10, p.1517-23, 1983.
- [42] KUMAR, A.N. & PANDEY, R.K. Effects of inclusions and states of stress on the mechanics of fracture in a quenched and tempered Ni-Cr-Mo steel. Mater. Sci. Engng, v.63, p.121-36, 1984.
- [43] ASM-Metals Handbook - Microstructure and Fracture. in: Mechanical Testing , vol.8, 9ª ed., Metals Park, Ohio, 1985, p.476-91.
- [44] VAN STONE, R.H.; COX, T.B.; LOW, J.R. & PSIODA, J.A. Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture. International Metals Reviews, v.30, nº4, p.157-79, 1985.
- [45] ASM - Metals Handbook - Interpretation of Transmission Electron Microscope Fractographs, in: Fractography and Atlas of Fractographs, v.9, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1974, p.79-92.

- [46] ASM - Metals Handbook - Failures from Various Mechanisms and Related Enviromental factors, in: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8^a ed., Metals Park, Ohio, 1975, pp.57-94.
- [47] COCKS, A.C.F. The nucleation and growth of voids in a material containing a distribution of grain - boundary particles. *Acta Metall.*, v.33, n° 1, p.129-37, 1985.
- [48] MAEHARA, Y. et al. Surface cracking mechanism of continuously cast low carbon low alloy steel slabs. *Mater. Sci. Technol.*, v.6, p.793-806, 1990.
- [49] SMITH, E. The formation of a cleavage crack in crystalline solids - I. *Acta Metall.*, v.14, p.985-9, Aug. 1966.
- [50] SMITH, E. The formation of a cleavage crack in crystalline solids - II. *Acta Metall.*, v.14, p.991-96, Aug. 1966.
- [51] RAMAN, V. & KUMAR, A. Nucleation and propagation of cleavage fracture in iron. *Acta Metall.*, v.29, p.1141-49, 1981.
- [52] PECTH, N.J. The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel. *Acta Metall.*, v.34, n°7, p.1387-93, 1986.
- [53] BAKER, T.J.; KAVISHE, F.P.L. & WILSON, J. Effect of non-metallic inclusions on cleavage fracture. *Mater. Sci. Technol.*, v.2, p.576-82, June, 1986.
- [54] TSANN LIN; EVANS, A.G. & RITCHIE, R.O. Stochastic modeling of the independent roles of particle size and grain size in transgranular cleavage fracture. *Metallur. Trans. A*, v.18A, p.641-51, April 1987.
- [55] KWON, H.; CHA, J.C. & KIM, C.H. The effect of grain size on fracture behavior in tempered martensite embrittlement for AISI 4340 steel. *Mater. Sci. Engng*, v.100, p.121-8, 1988.
- [56] RITCHIE, R.O.; FRANCIS, B. & SERVER, W.L. Evaluation of toughness in AISI 4340 alloy steel austenitized at low and high temperatures. *Metall. Trans. A*, v.7A, p.831-8, June 1976.
- [57] RITCHIE, R.O. & HORN, R.M. Further considerations on the inconsistency in toughness evaluation of AISI 4340 steel austenitized at increasing temperatures. *Metall. Trans. A*, v.9A, p.331-41, March 1978.

- [58] FIRRAO, D. et al The influence of notch root radius and austenitizing temperature on fracture appearance of as-quenched Charpy-V type AISI 4340 steel specimens. Metall. Trans. A, v.13A, p.1003-13, June 1982.
- [59] GRAÇA, M.L. et al Influence of notch root radius on the fracture behavior of AISI 4140 steel austenitized at low and high temperatures. Proc. of 6th Int. Conf. on Fracture (ICF-6), New Delhi, v.2, December 1984, p.1533-41.
- [60] DARWISH, F.A. et al On the characteristic distance for fracture in AISI 4140 alloy steel. Proc of 7th Int Conf. on Fracture (ICF-7), Houston, v.4, March 1989, p.2475-82.
- [61] DARWISH, F.A. et al On the tempered martensite embrittlement in AISI 4140 low alloy steel. Mater. Sci. Engng, A132, p.L5-L9, 1991.
- [62] COTTRELL, A.H. Endurecimento por adições de liga, in: Introdução à Metalurgia /// Trad.M.A.Fortes e J.P.ABotas, 2^a ed., Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1976, p.572-6.
- [63] MORRISON, W.B. & LESLIE, W.C. The yield stress-grain size relation in iron substitutional alloys. Metall. Trans., v.4, p.379-81, Jan. 1973.
- [64] HILLENBRAND, H.G. & SCHWAAB, P. Quantitative determination of the microstructure of high strength structural steels for correlation with their mechanical properties. Mater. Sci. Engng, v.94, p.71-8, 1987.
- [65] RHINES, F.N. Geometry of grain boundaries. Metall. Trans. A, v.1, p.1105-20, May 1970.
- [66] AUST, K.T. & CHALMERS, B. Structure of grain boundaries. Metall. Trans. A, v.1, p.1095-104, May 1970.
- [67] LIM, L.C. & WATANABE, T. Fracture toughness and brittle-ductile transition controlled by grain boundary character distribution (GBCD) in polycrystals. Acta Metall. Mater., v.38, n° 12, p.2507-16, 1990.

CAPÍTULO 8

A INFLUÊNCIA DA ESPESSURA DO CORPO DE PROVA.

- Considerações iniciais.
- Efeitos de um Entalhe.
- Influência da Espessura no Estado de Tensões.
- Influência da Espessura no Comportamento à Fratura
- Influência da Espessura no Tamanho da Zona Plástica
- Influência da Espessura na Tenacidade à Fratura
- Critério para Definição da Espessura Mínima do Corpo de Prova
- Medidas de K_{IC} Corpos de Prova de Espessura Reduzida
- Conclusões
- Sugestões para Trabalhos Futuros
- Referências Bibliográficas

8.1. Considerações Iniciais

Sobre os diagramas carga x COD, obtidos conforme descrição apresentada na seção 2.2.6., foi aplicado o critério estabelecido pela norma ASTM E-399/90.

Convém ressaltar que a espessura de alguns corpos de prova utilizados, não obedeceu a recomendação de espessura mínima estabelecida pela ASTM E-399/90. Entretanto, comparando-se os valores de tenacidade à fratura obtidos neste trabalho com os de outros pesquisadores, constatou-se que não há diferenças significativas. Tal fato contraria a expectativa, pois, como tais corpos de prova possuíam espessura menor que a recomendada, ocorreu proporcionalmente maior influência do estado de tensão plana, sendo esperado, portanto, valores de tenacidade à fratura maiores, o que não ocorreu.

Rolfe e Novak [1], em 1970, já argumentavam que o critério de espessura adotado pela ASTM E-399 poderia ser relaxado para alguns materiais. O requisito de espessura adotado pela ASTM foi estabelecido sobre uma base empírica. A determinação de um critério de espessura mais preciso, requer a solução exata da distribuição de tensões elasto-plásticas na frente da trinca, o que ainda não é possível.

Sem dúvida, esta é uma das razões que tem motivado vários pesquisadores [1-16] a estudar o efeito da espessura sobre a tenacidade à fratura, considerando diferentes aspectos do problema. A modificação do critério de espessura adotado pela ASTM [17] e relação entre tenacidade à fratura e o tamanho do "shear lip" [18,19] são outros aspectos que também têm sido considerados.

Entretanto, poucos trabalhos têm abordado o fenômeno do "pop in". A ocorrência do "pop in" é o ponto central da argumentação, para tentar justificar o comportamento observado nos corpos de prova de espessura reduzida, utilizados neste trabalho.

Vários tópicos serão analisados antes de se abordar o cerne da questão. É importante que a influência da espessura sobre o estado de tensões, tamanho da

zona plástica, comportamento mecânico e tenacidade à fratura, seja adequadamente compreendida. O próprio critério de espessura mínima estabelecido pela ASTM E-399/90 precisa ser analisado.

Assim, para encaminhar a presente discussão, optou-se em conduzi-la considerando inicialmente a influência de um entalhe. Tal procedimento foi adotado para propiciar uma visão mais ampla sobre o assunto. Porém, caso seja desejado efetuar uma leitura mais objetiva, esta poderá ser iniciada a partir da seção 8.8.

8.2. Efeitos de um Entalhe

O tamanho do componente é uma variável importante que, sob certas circunstâncias, pode exercer grande influência sobre o comportamento mecânico. Normalmente ocorre uma degradação das propriedades mecânicas com o aumento do tamanho do componente [20,21].

O efeito do tamanho é complexo, e envolve diferentes aspectos. A compreensão deste efeito ocorreu de maneira gradual. Certamente, a questão da probabilidade estatística e as variações metalúrgicas foram compreendidas primeiro. Todavia, estes dois aspectos, dentro de certos limites, podem ser negligenciados quando a caracterização mecânica é feita em corpos de prova de pequenas dimensões.

Porém, existe um terceiro aspecto que só foi compreendido mais recentemente, no final de 1950. Ele diz respeito à influência da espessura sobre o estado de tensões. Este efeito ficou patente quando se começou a utilizar corpos de provas entalhados. Mais especificamente, com o advento dos ensaios da mecânica da fratura que utilizam corpos de prova pré-trincados.

Ainda que Inglis tenha equacionado o problema de um componente entalhado, no início deste século (1913), durante algum tempo o efeito provocado por um entalhe só foi entendido de maneira parcial. Imaginava-se que o único efeito associado

¹ - Tomando como referência o trabalho de Irwin (Proc. ASTM 58, PP 640-660, 1958) onde ficou estabelecido a influência da espessura sobre a tenacidade à fratura.

com a presença de um entalhe era o da concentração de tensões. Sendo assim, é importante analisar-se mais acuradamente quais são os efeitos provocados por um entalhe.

As mudanças produzidas pela introdução de um entalhe têm importantes consequências nos processos de fratura [22]. Tanto a nucleação como a propagação de uma trinca são favorecidas por altas tensões de tração [23]. Um entalhe, além de produzir concentração de tensões, introduz alterações no estado de tensões [22-24].

Um concentrador de tensões como uma trinca (entalhe agudo), introduz um pico local de tensão na raiz da trinca. Entretanto, se existe ductilidade suficiente, quando a tensão local excede o limite de escoamento do material ocorre escoamento plástico na ponta do entalhe. O escoamento plástico embota a ponta da trinca, alivia a alta tensão, e limita o pico de tensão ao nível do limite de escoamento do material. Por outro lado, a concentração continua a aumentar até a fratura se não ocorre escoamento localizado.

Uma ductilidade adequada é um fator de importância em engenharia, pois permite ao material redistribuir tensões localizadas [25]. É mais difícil atingir altas tensões quando um metal se deforma facilmente por escoamento plástico. Entretanto, é importante ressaltar que a ductilidade não é uma propriedade absoluta de um metal. Entre os vários fatores que podem afetá-la encontra-se, o estado de tensões.

Aliás, o efeito maior de um entalhe não é a introdução de uma concentração de tensões, mas a produção de um estado triaxial de tensões na raiz do entalhe [22,24]. Para exemplificar, considere dois corpos de prova de um mesmo material, ambos sob tração, sendo que um deles contém um entalhe e outro não, como mostram as figuras 8.1 (a) e (b). As figuras 8.1 (c) e (d), mostram os estados de tensões para os dois casos, definidos pelas tensões principais e representados por círculos de Mohr.

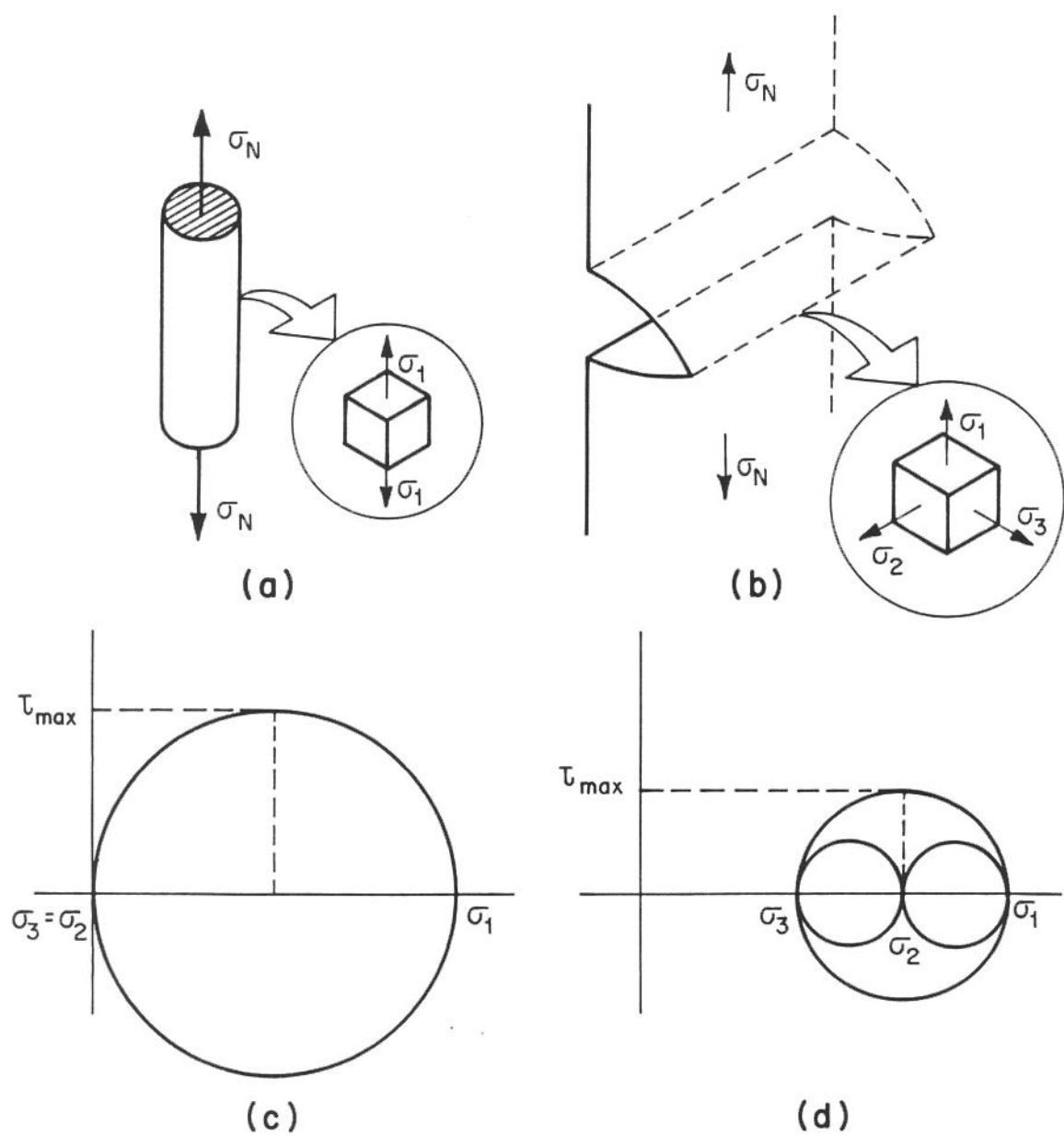


Figura 8.1. Estado de tensões em corpos de prova, sem e com entalhe, definidos pelas tensões principais e representados pelos círculos de Mohr.

O valor da máxima tensão de cisalhamento para os dois casos, sem e com entalhe, é dado, respectivamente, por:

$$\tau_{má x} = \frac{\sigma_1}{2} \quad (8.1)$$

$$\tau_{má x} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \quad (8.2)$$

Analisando-se as equações (8.1) e (8.2) observa-se que para o estado uniaxial de tensões (CP sem entalhe), a tensão máxima de cisalhamento é metade da tensão máxima de tração, porém, para o estado triaxial, devido ao entalhe, a tensão máxima de cisalhamento é apenas uma fração bem menor da tensão de tração máxima.

O escoamento plástico é controlado pela tensão de cisalhamento. Quanto maior a tensão de cisalhamento mais fácil a ocorrência do escoamento plástico. Pode ser assumido que o escoamento plástico ocorrerá quando as tensões locais atingirem um dado valor crítico da tensão de cisalhamento, τ_c [24].

A existência de um estado triaxial de tensões eleva o valor da tensão na qual ocorre o escoamento plástico. Uma vez que τ_c , valor crítico da tensão de cisalhamento para provocar o escoamento, é o mesmo para o material base, esteja ele com entalhe ou não, é necessário um valor maior da tensão longitudinal local para produzir o escoamento num corpo de prova entalhado. Portanto, como um resultado do estado de tensões triaxial produzido pelo entalhe, a tensão de escoamento efetiva de um corpo de prova entalhado é maior do que a tensão de escoamento uniaxial, porque é mais difícil expandir a zona escoada na presença de tensões triaxiais [22].

O estado de tensão triaxial de um entalhe resulta numa espécie de "endurecimento por entalhe", porque introduz uma forte restrição ao escoamento plástico [22]. Qualquer sistema de tensão capaz de produzir uma combinação de grandes tensões de tração e pequenas tensões de cisalhamento favorece a ocorrência de uma fratura de caráter mais frágil [23], ou seja, precedida de pouca deformação plástica.

Destas considerações, pode-se concluir que a natureza do estado de tensões é um parâmetro importante no processo de fratura [23] pois, exerce uma grande influência no comportamento plástico dos materiais e, portanto, na ductilidade.

A ductilidade não é uma propriedade absoluta, e sim, uma propriedade de um dado estado do material. Por isso, ainda que corpos de prova lisos (sem entalhe) possam ser utilizados para medir a tenacidade, normalmente, as medidas dessa propriedade são realizadas em corpos de prova entalhados ou pré-trincados [26]. Isto porque, a presença de um entalhe em um membro estrutural carregado, influencia o estado de tensões e o comportamento à fratura. Descontinuidades são geralmente focos de fratura [24]. A fratura geralmente ocorre em uma região onde as tensões localizadas são muito altas.

Em última análise, o principal efeito de um entalhe é a alteração provocada na ductilidade local. Por esta razão, a medida de tenacidade mais comumente aceita atualmente, está relacionada com a resistência que o material oferece na presença de um entalhe ou trinca.

8.3. Influência da Espessura no Estado de Tensões

Um grande número de diferentes tipos de ensaio tem sido desenvolvido para medir o valor da tenacidade sob diferentes condições de fratura. Alguns desses ensaios se fundamentam nos conceitos da mecânica da fratura, cujo objetivo é medir uma quantidade denominada tenacidade à fratura.

Nesses ensaios, para que o valor medido possa ser admitido como uma propriedade do material, vários fatores devem ser cuidadosamente considerados. Um deles se refere à configuração geométrica do corpo de prova, particularmente a espessura.

Os corpos de prova de laboratório têm um tamanho finito, e a fratura desses corpos de prova sempre envolve alguma deformação plástica à frente da

trinca. Um fator importante, nestas considerações, é a espessura do corpo de prova. Em um corpo de prova espesso, a grande profundidade de material à frente da trinca tende a restringir o escoamento plástico paralelo à trinca. Por outro lado, uma trinca em um corpo de prova fino não está sujeito a essa restrição. Portanto, pode-se depreender que a espessura do corpo de prova exerce influência no estado de tensões [27].

Quando um material experimenta altas tensões na raiz de um entalhe, ocorre uma contração lateral em resposta à deformação longitudinal produzida por tensões de tração, sendo entretanto restringida pelo material adjacente. Devido à restrição imposta, tensões laterais são geradas na raiz do entalhe. Configurando, assim, um estado complexo de tensões, cuja natureza depende da espessura do componente em questão [24]. Encontram-se na literatura [22,28] explicações didáticas que justificam este comportamento.

Para ilustrar a questão, considere dois corpos de prova entalhados, um fino e outro espesso, como mostram as figuras 8.2 (a) e (b) [22], respectivamente.

A distribuição de tensões elásticas, no caso de um corpo de prova fino, é mostrada esquematicamente na figura 8.2(a). A distribuição de tensões elásticas σ_y no corpo de prova é decorrente do carregamento na direção y. Entretanto, devido ao entalhe, é também produzida uma tensão elástica transversal σ_x . Porém, σ_z , neste caso, é muito pequena e pode ser assumida igual a zero (figura 8.2 (c)). Portanto, para um corpo de prova fino, predomina na ponta da trinca, um estado de tensão geralmente denominado tensão plana, visto que, $\sigma_x, \sigma_y \neq 0$ e $\sigma_z = 0$.

Entretanto, este não é definitivamente o caso para um corpo de prova espesso. Devido à espessura B na direção Z ser relativamente grande quando comparada com a profundidade da trinca, desenvolvem-se tensões nesta direção que não podem mais ser ignoradas. A distribuição de tensões elásticas ao longo do eixo x, devido ao carregamento na direção y, é mostrada na figura 8.2 (b). Observa-se que o valor de σ_z cai para zero em ambas as superfícies do corpo de prova ($z = \pm B/2$), mas aumenta rapidamente com a distância a partir das superfícies. A distribuição de σ_z com z, na ponta

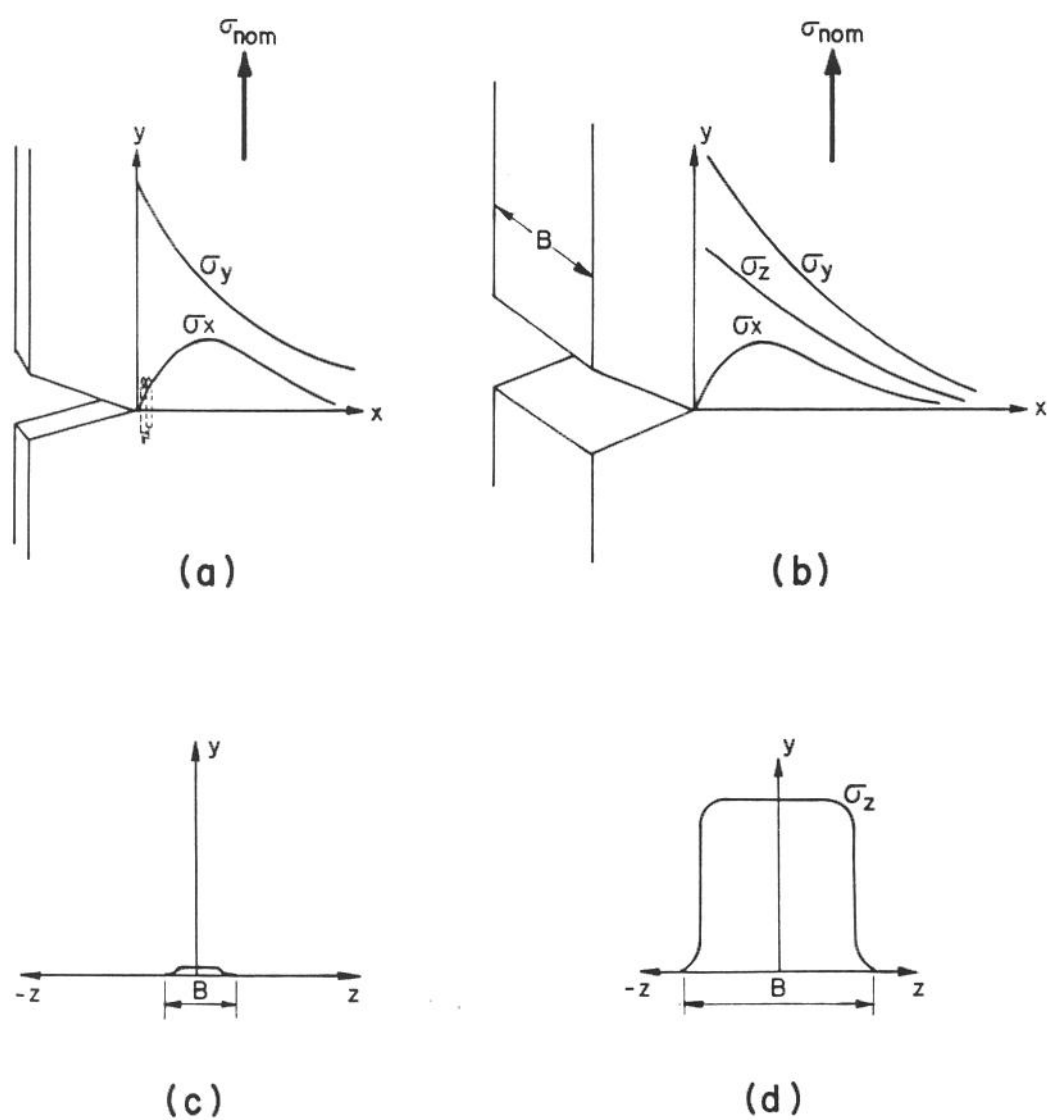


Figura 8.2. Influência da espessura do corpo de prova sobre o estado de tensões (extraída e adaptada da ref [22]).

do entalhe ($x = 0$), está mostrada na figura 8.2 (d). A figura 8.2 (d) mostra que o tensionamento de uma placa espessa provoca um alto grau de triaxilidade elástica. Conforme a espessura B diminui, os valores de σ_y e σ_x são pouco afetados, mas o pico do valor de σ_z é fortemente dependente de B . No caso de um corpo de prova espesso, $\epsilon_z = 0$ e $\sigma_z = \nu(\sigma_y + \sigma_x)$, configurando, assim, um estado de tensões, geralmente, denominado de deformação plana ($\epsilon_x, \epsilon_y \neq 0$ e $\epsilon_z = 0$).

Portanto, fica evidente que a espessura do corpo de prova pode exercer grande influência sobre o estado de tensões. Consequentemente, a ductilidade, o tamanho da zona plástica, o comportamento à fratura e a tenacidade à fratura, podem sofrer alterações com a variação da espessura do corpo de prova. Este fato é mostrado de maneira esquemática na figura 8.3.

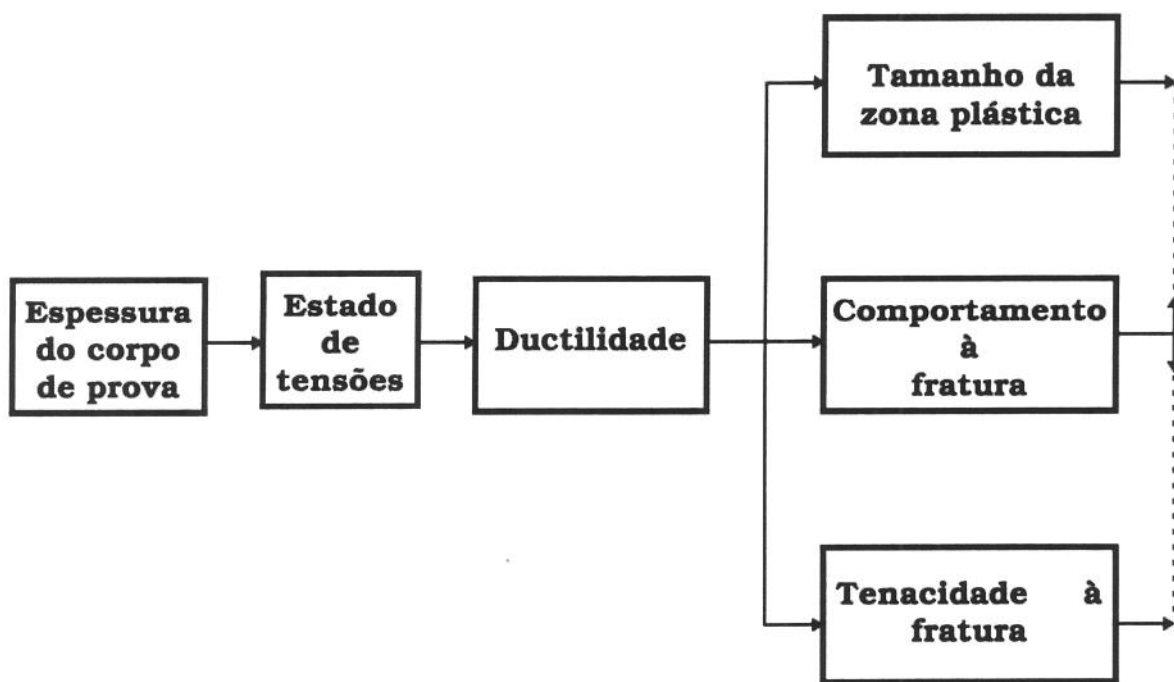


Figura 8.3. Modelo de conexão - influência da espessura do corpo de prova no comportamento à fratura.

8.4. A Influência da Espessura no Comportamento à Fratura

A influência da espessura no comportamento à fratura, é decorrente da influência exercida pela espessura sobre o estado de tensões.

Como visto anteriormente, em corpos de prova espessos, geralmente se desenvolve a condição de deformação plana, através da maior parte da espessura. Enquanto que, em corpos de prova mais finos, normalmente se desenvolve a condição de tensão plana. O modo de fratura depende do tipo de estado de tensões que predomina na frente da ponta da trinca.

Para analisar os diferentes comportamentos, quando predomina um estado de tensão plana ou deformação plana, considere os círculos de Mohr para o modo I de abertura de trinca, como descritos na figura 8.4 (a) [29,30].

No caso de tensão plana, a máxima tensão de cisalhamento, $\tau_{\text{máx}}$, está contida em planos inclinados a 45° com as direções de σ_y e σ_z . Estes planos passando pelo eixo x estão inclinados de 45° com o plano x-z, como indicado na figura 8.4(b).

No caso de deformação plana, a tensão na direção da espessura, σ_z , não pode ser ignorada, e é igual a $v(\sigma_x + \sigma_y)$. Porém, o requisito de volume constante durante a deformação plástica impõe, $v = 1/2$, e, portanto, $\sigma_z = (\sigma_x + \sigma_y)/2$. Note que $\tau_{\text{máx}}$, neste caso, não é somente menor do que em tensão plana, a máxima tensão de cisalhamento atua também sobre planos diferentes, inclinados de 45° com as direções de σ_y e σ_x . Estes planos passando pelo eixo z, estão inclinados de 45° com o plano x-z, como indicado na figura 8.4(b).

A deformação plástica é o resultado do deslizamento provocado pelas tensões de cisalhamento. Consequentemente, devido às máximas tensões de cisalhamento atuarem em planos diferentes, conforme a predominância de tensão ou deformação plana, ocorrem diferentes modelos de deformação plástica. Para os dois casos, os modelos de deformação plástica estão descritos na figura 8.4(b).

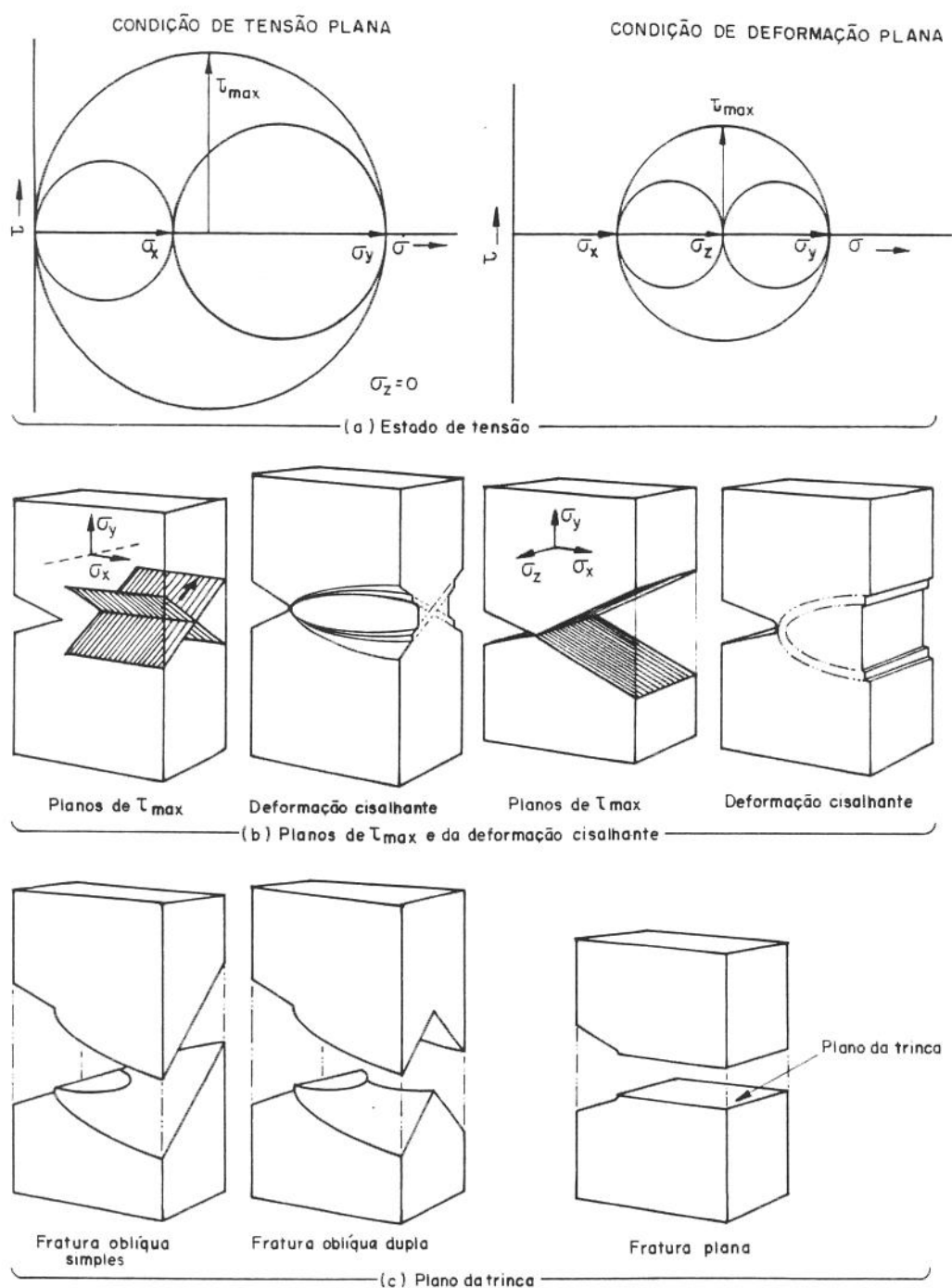


Figura 8.4. Representação esquemática (a) estado de tensões; (b) plano de $\tau_{\max}$ e a resultante da deformação por cisalhamento; (c) plano da fratura (extraída da ref [29]).

Esta figura é também útil para ilustrar a conceituação destes dois estados de tensão, no âmbito da mecânica da fratura, para o modo I de abertura de trinca.

A orientação da superfície de fratura está associada com o tipo de estado de tensões predominante. Tensão plana e deformação plana são termos da mecânica da fratura que indicam a relação entre o plano de instabilidade da fratura com o estado de tensões. Deformação plana descreve a situação na qual o plano de instabilidade da fratura é perpendicular à direção da principal tensão normal. Tensão plana descreve a situação na qual o plano de instabilidade da fratura é inclinado de 45° em relação à direção da principal tensão normal. O plano da trinca que se forma sob cada uma das condições de tensão, está mostrado na figura 8.4(c). Em um componente estrutural contendo um entalhe, ou trinca, a condição de deformação plana prevalece quando não existe deformação na direção paralela à frente da trinca (no caso, $\varepsilon_z = 0$). A condição de tensão plana prevalece quando não existe tensão na direção paralela à frente da trinca ($\sigma_z = 0$) [29].

8.5. A Influência da Espessura no Tamanho da Zona Plástica

A espessura do corpo de prova influencia no tamanho da zona plástica, observando o modelo de conexão descrito pela figura 8.5.

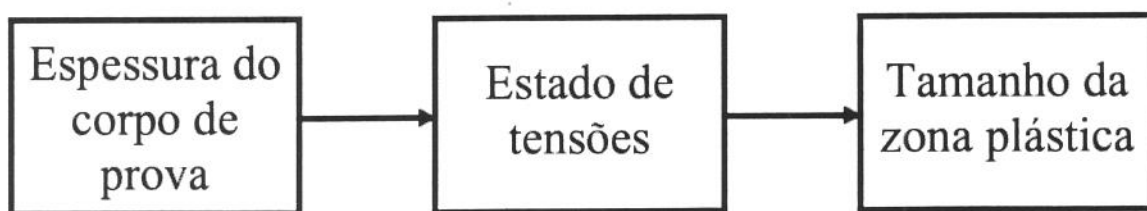


Figura 8.5. Modelo de conexão.

A zona plástica em deformação plana é significativamente menor do que a zona plástica em tensão plana. Isto decorre do fato da tensão de escoamento efetiva em deformação plana ser muito maior do que a tensão de escoamento em tensão plana. A máxima tensão de cisalhamento, para tensão plana, corresponde à metade de σ_e . Enquanto que, em deformação plana, a tensão efetiva de escoamento pode ser muito maior do que σ_e . Este comportamento reflete a forte restrição ao escoamento plástico que é imposta, quando predomina um estado de deformação plana [31]. O fator de restrição plástico (f.r.p.) é determinado pela relação entre a tensão efetiva de escoamento (σ_{ef}) e o limite de escoamento em tração (σ_e):

$$\text{f.r.p.} = \frac{\sigma_{ef}}{\sigma_e} \quad (8.3)$$

A figura 8.6 mostra, de maneira esquemática, a influência do estado de tensões no tamanho da zona plástica (rp - raio da zona plástica).

Durante a deformação plástica, em tensão plana, a ponta da trinca embota, com consequente relaxação de tensões. Em decorrência, o pico de tensão local fica restrito ao nível do limite de escoamento do material, como mostra a figura 8.6(a). Entretanto, no caso de deformação plana, devido à forte restrição ao escoamento plástico, a tensão efetiva de escoamento, dentro da zona plástica, se eleva muito acima de σ_e atingindo um valor próximo de $3\sigma_e$, numa região muito próxima da ponta da trinca. Portanto, no caso de tensão plana o f.r.p.= 1, porém, para deformação plana f.r.p.=3. O valor f.r.p. indica o nível de restrição plástica imposto pelo estado de tensões. Neste caso, devido à alta restrição plástica, ocorre uma grande redução da ductilidade.

O tamanho da zona plástica, quando considerada com rigor, varia com o ângulo θ , como mostra a figura 8.7. Entretanto, para simplificar o problema Irwin (citado na referência [33]) assumiu que, quando a zona plástica é pequena em relação ao comprimento da trinca, ela pode ser visualizada como um cilindro com um raio rp, como mostra a figura 8.8.

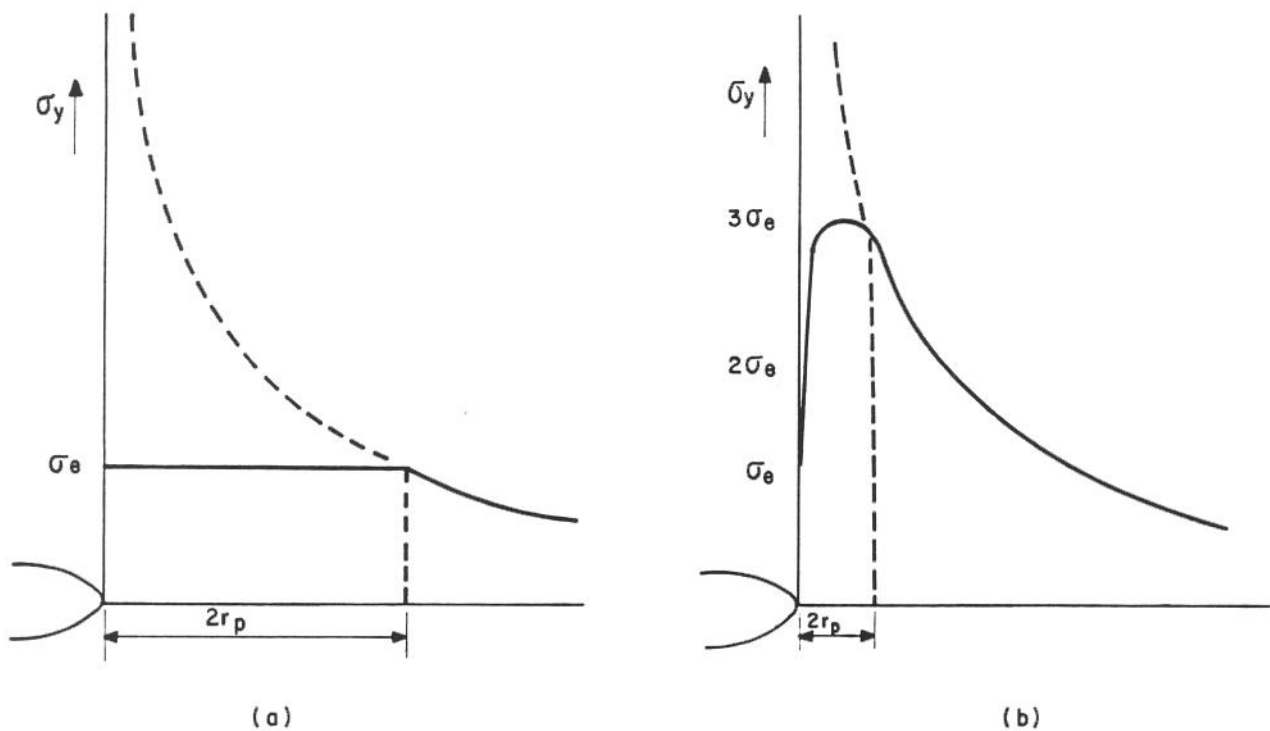


Figura 8.6. Distribuição de tensões à frente de uma trinca; (a) tensão plana; (b) deformação plana (extraída da ref. [31]).

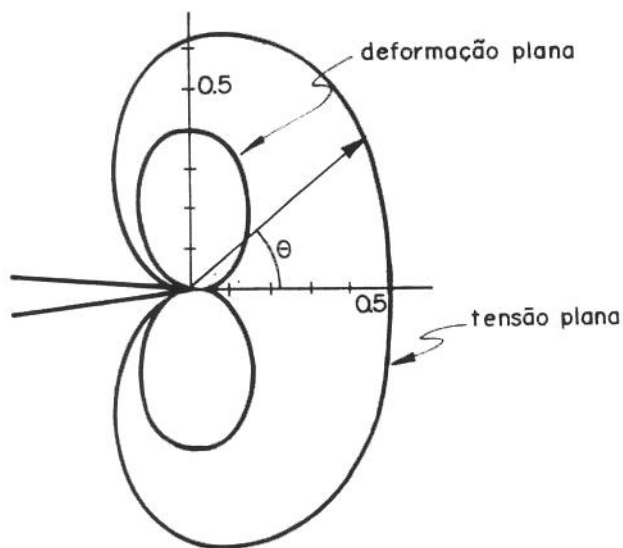


Figura 8.7. Forma da zona plástica de acordo com o critério de Von Mises (extraída da referência [32]).

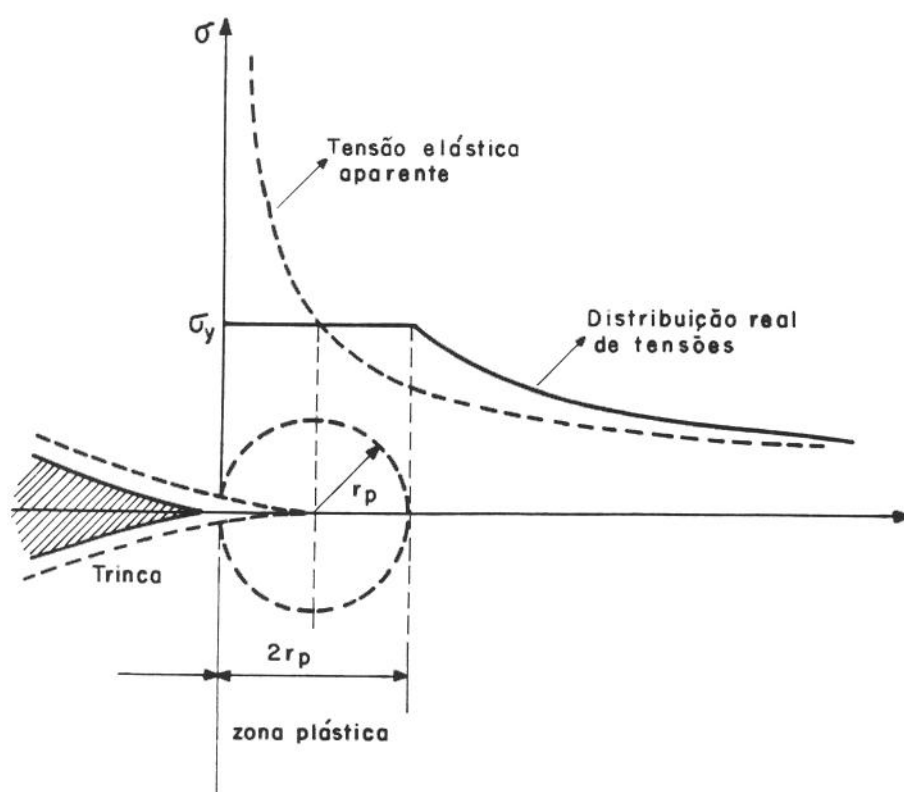


Figura 8.8. Correção da zona plástica, segundo Irwin (extraída da referência [33]).

Assim, no caso de tensão plana, o raio da zona plástica pode ser dado por:

$$r_p \cong \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \quad (8.4)$$

Como a tensão efetiva de escoamento, no caso de deformação plana, é igual a $3\sigma_e$, o raio da zona plástica pode ser expresso por:

$$r_p \cong \frac{1}{2\pi} \frac{(K_I)^2}{(3\sigma_e)^2} = \frac{1}{18\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \quad (8.5)$$

Comparando-se as equações (8.4) e (8.5), observa-se que a zona plástica em tensão plana pode ser nove vezes maior quando comparado com deformação plana.

Entretanto, mesmo que predomine no interior de um corpo de prova um estado de deformação plana, na superfície sempre existirá um estado de tensão plana. Se prevalecer deformação plana no interior do corpo de prova, a tensão σ_z , na direção da espessura, aumenta gradualmente a partir da superfície ($\sigma_z = 0$) até um determinado valor no interior do CP, impondo assim, nessa região, um estado de deformação plana. Isto significa que na região superficial de um corpo de prova f.r.p.=1, porém, na medida que se avança para o interior do corpo de prova, f.r.p. aumenta gradualmente até atingir um valor igual a três (f.r.p.=3), na região central. Consequentemente, o tamanho da zona plástica atinge um valor máximo na superfície do CP, a partir de onde diminui gradualmente até atingir um valor mínimo (deformação plana) na região mais central, como mostrado na figura 8.9.

Portanto, em situações reais, a condição de deformação plana não existe na superfície do corpo de prova. Como consequência, o fator de restrição plástico médio é menor do que 3. Irwin utilizou um f.r.p.=1,68², o que conduz a:

$$r_p = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{1,68\sigma_e} \right)^2 \cong \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \quad (8.6)$$

² Hahn e Rosenfield [34], através de procedimentos experimentais, obtiveram valores para o fator de restrição plástica entre 1,5 e 2.

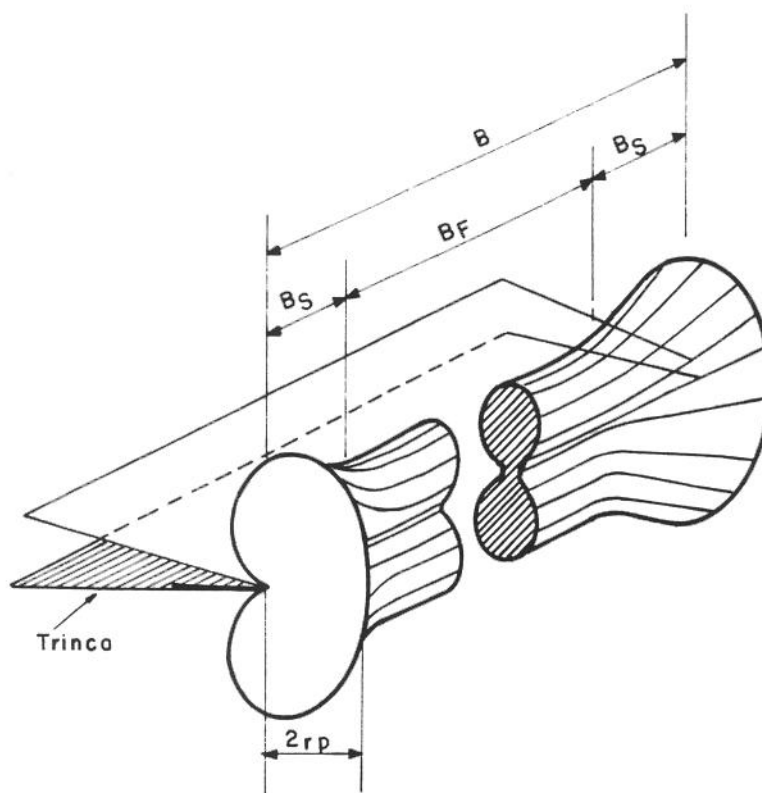


Figura 8.9. Representação esquemática da zona plástica ao longo da ponta de uma trinca

8.6. Influência da Espessura na Tenacidade à Fratura

O processo de fratura é controlado pelas tensões e deformações que atuam na ponta da trinca. O estado de tensões próximo da ponta da trinca, é muito influenciado pelo espessura do corpo de prova. Consequentemente, a tenacidade à fratura é também afetada pela espessura do corpo de prova [16].

O efeito da espessura na tenacidade, está relacionado com a transição gradual da condição de tensão plana para deformação plana. Se a região onde predomina tensão plana é relativamente pequena, quando comparada com a espessura do corpo de prova, a influência desta não é significativa pois, neste caso, o estado de tensões torna-se independente da espessura. Para prevalecer um estado de deformação plana, ao longo da maior parte da ponta da trinca, a espessura do corpo de prova precisa ser suficientemente grande. Em corpos de prova finos, onde o tamanho da zona plástica não é pequeno, quando comparado com a espessura deste, predomina um estado de tensão plana [35].

A figura 8.10(a) mostra a influência da espessura do corpo de prova, B , no valor do parâmetro de intensificação de tensão crítico.

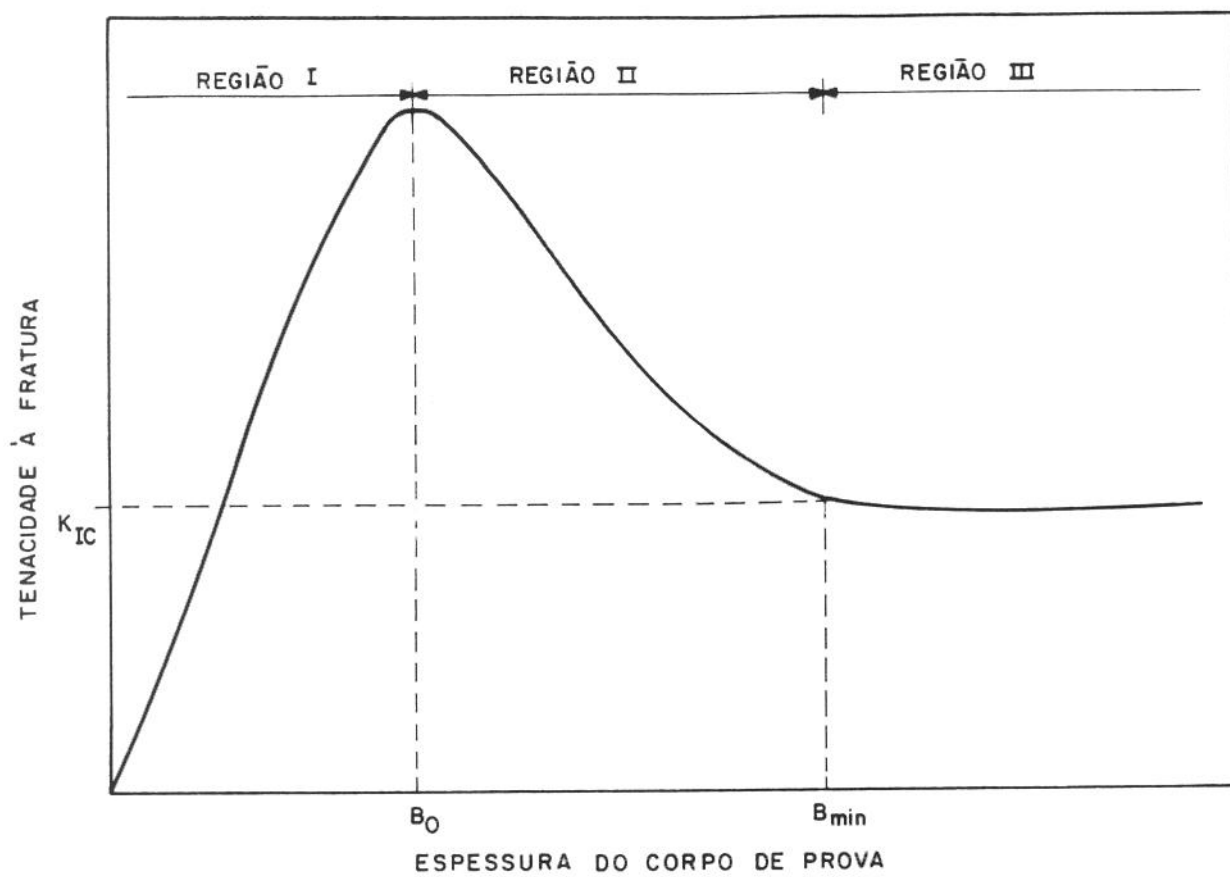
As três regiões discriminadas na figura 8.10(a), são caracterizadas por variações tanto no que diz respeito ao estado de tensões predominante na frente da trinca, quanto pelo modo de fratura microscópico observado sobre a superfície de fratura (Figura 8.10(b)). A Tabela 8.1 expressa sumariamente estas variações.

Nestes termos, a influência da espessura sobre a tenacidade à fratura pode ser melhor entendida a partir de um balanço energético do processo de fratura. A energia de fratura crítica total, E_C , pode ser expressa como a soma da fração de energia de dissipação na formação do "shear lip" (fratura oblíqua) e a fração de energia dissipada na fratura plana [8]. Isto é,

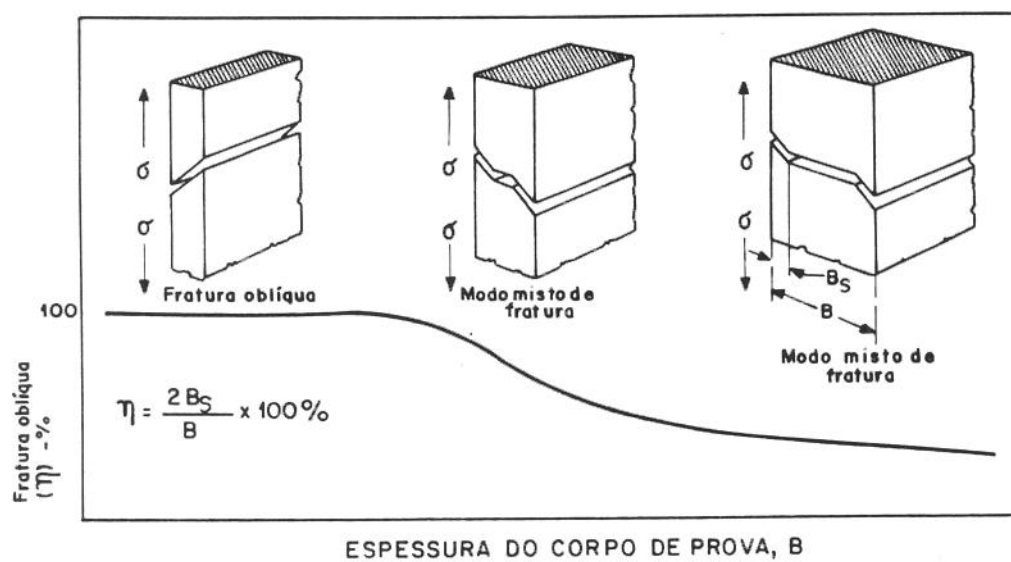
$$E_T = E_S + E_P \quad (8.7)$$

onde E_T é a energia de fratura total por unidade de área, e E_S e E_P representam a energia de fratura por unidade de área da região de fratura oblíqua e fratura plana, respectivamente.

Quanto mais fino o corpo de prova, maior a influência do estado de tensão plana e, conseqüentemente, maior a proporção de E_S em relação a E_T . Por outro lado, quanto maior a espessura, menor esta proporção, até que para espessuras suficientemente grandes o valor de E_S torna-se insignificante.



(a)



(b)

Figura 8.10. Efeito da espessura; (a) na tenacidade à fratura; (b) na porcentagem de fratura oblíqua (η).

Tabela 8.1. Estado de tensões e modos de fratura predominantes em cada região.

	REGIÃO I	REGIÃO II	REGIÃO III
ESTADO DE TENSÕES	Tensão Plana	Tensão Plana e Deformação Plana	Deformação Plana
MODO DE FRATURA MICROSCÓPICO	Obliqua	Obliqua e Plana	Plana

Na região I, $B < B_0$, predomina a condição de tensão plana. Nesta região a fratura ocorre apenas pelo modo de cisalhamento. Como regra, quanto mais fino o corpo de prova, mais fácil a propagação da fratura (quando $B < B_0$), pois a profundidade da zona plástica à frente da trinca varia quase que diretamente com a espessura da placa. Assim, quando o corpo de prova é muito fino, a força necessária para mover a trinca será proporcional à espessura do corpo de prova. Então, folhas extremamente finas de metal podem fraturar consumindo muito pouca energia, ou seja, elas possuem baixos valores de tenacidade à fratura [27]. A tenacidade à fratura tende a crescer linearmente com a espessura. Cabe observar, entretanto, que Allen [36] e Feddersen [37], ambos trabalhando com ligas de alumínio, obtiveram valores constantes na região I, sem diminuição da tenacidade à fratura, com a redução da espessura.

O ponto onde $B=B_0$ corresponde à espessura de máxima tenacidade à fratura. Este valor é normalmente considerado como a tenacidade à fratura em tensão plana verdadeira [38].

Na região II, onde $B_0 < B < B_{\min}$, a tenacidade à fratura tem valores intermediários. O modo de fratura é misto, sendo oblíquo próximo à região superficial

(tensão plana) e plano na região central (deformação plana). Normalmente, com o aumento da espessura dos corpos de prova, observa-se uma diminuição na porcentagem da fratura oblíqua (ver figura 8.10(b)), na quantidade de energia para propagação instável, e no valor de K_C .

A fratura de um corpo de prova fino (B próximo de B_0) consiste, geralmente, em uma certa fração de fratura oblíqua (alta energia de fratura) e outra fração de fratura plana (baixa energia de fratura). Em geral, com a amostra tornando-se mais espessa, a porcentagem de fratura oblíqua torna-se menor e a energia necessária para iniciar a propagação de trinca instável diminui. Por este motivo, observa-se uma queda de K_C com o aumento da espessura.

O valor K_C correspondente ao valor de intensificação de tensão crítico para propagação da trinca, mas não é uma propriedade intrínseca do material, porque é dependente da espessura.

Na região III, a propagação de trinca é governada pela condição de deformação plana e o fator de intensificação de tensão atinge um valor mínimo, que permanece praticamente constante, e independe da espessura, se $B > B_{\min}$. Este valor é designado como fator de intensificação de tensão crítico em deformação plana, K_{IC} (no caso do modo I de abertura de trinca). Ele é também frequentemente chamado de tenacidade à fratura em deformação plana. K_{IC} é particularmente pertinente para avaliar materiais porque, diferente dos outros parâmetros de tenacidade, é essencialmente independente das dimensões do corpo de prova, quando predomina a condição de deformação plana [26]. Por isso, K_{IC} , dentro de certos limites, é considerado como uma propriedade intrínseca dos materiais.

Entretanto, convém observar que, um dado material estrutural pode exibir uma faixa de valores de K_{IC} , devido à dependência da tenacidade à fratura, de vários fatores, tais como: direção de propagação de trinca (anisotropia), tratamento térmico, temperatura, taxa de deformação, e outros. Portanto, o valor de K_{IC} refere-se a uma condição específica do material (propriedade de um dado estado do material) e à circunstância sob a qual a informação foi obtida.

8.7. Critério para Definição da Espessura Mínima do Corpo de Prova.

Os critérios para convalidar K_{IC} são realmente de importância prática. Porque o valor de K_{IC} determinado sob aplicação estrita do critério da ASTM E-399 é, dentro de certos limites, uma constante de um dado estado do material. Se o material tem que ser caracterizado pela sua tenacidade à fratura, somente os valores válidos de K_{IC} podem ser utilizados. Para ordenar materiais através dos valores de tenacidade à fratura é necessário certificar se os valores de K_{IC} são válidos. A classificação dos materiais de acordo com a tenacidade à fratura, em geral, é baseada em valores de K_{IC} válidos [39].

Por este motivo, existe um rigoroso requisito quanto à espessura do corpo de prova. Isto para impor uma condição onde predomine a deformação plana na ponta da trinca [41]. Como o material elástico que circunda a zona plástica é a fonte primária de restrição plástica, o tamanho da zona plástica $2r_p$, é a dimensão significativa para uma comparação com a espessura do corpo de prova, B [42]. A espessura tem que ser maior que o tamanho da zona plástica, de outro modo se desenvolverá tensão plana. Existe sempre uma região de tensão plana na superfície do corpo de prova, e para prevalecer deformação plana, a região de tensão plana na superfície tem que ser relativamente pequena. Isto implica que a espessura tem que ser grande o suficiente [41].

A relação do tamanho da zona plástica com a espessura é um importante fator para o estado de tensões. Se o tamanho da zona plástica é da ordem da espessura do corpo de prova ($B \cong 2r_p$) uma condição de tensão plana pode se desenvolver. A espessura precisa ser apreciavelmente maior que o tamanho da zona plástica, para prevalecer deformação plana através da maior parte da frente da trinca [30].

$$B \geq 2r_p \cong \frac{1}{3\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \quad (8.8)$$

O comportamento à fratura depende da relação entre a quantidade de material em tensão plana e em deformação plana. Por sua vez, esta relação depende do tamanho da zona plástica e desta forma de σ_e [35].

O tamanho da zona plástica é proporcional a $(K_I/\sigma_e)^2$. O estado de tensões influencia o tamanho da zona plástica. Por outro lado, o tamanho da zona plástica influencia o estado de tensões. O maior deslocamento que ocorre na zona plástica requer um suprimento de material de outra parte. Quando a zona plástica é grande, quando comparada com a espessura, o escoamento pode ocorrer livremente na direção da espessura. Quando a zona plástica é muito pequena, o escoamento na direção da espessura não pode ocorrer livremente, e ε_z é mantido igual a zero devido à restrição ao escoamento plástico exercida pelo material elástico circundante. O resultado é que a zona plástica fica sob deformação plana. Uma zona plástica grande favorece o desenvolvimento de uma condição em tensão plana [30]. Um aspecto importante destas considerações é que o tamanho da zona plástica não depende somente da espessura do corpo de prova, depende também de propriedades inerentes ao material.

A espessura mínima para convalidar K_{IC} é diferente para cada material. E, para um mesmo material, depende da condição de processamento (por exemplo, condição de tratamento térmico) [26].

Um alto fator de intensificação de tensões e um baixo σ_e propiciam uma grande zona plástica. Como consequência, é requerido uma espessura muito maior para manter um estado predominantemente em deformação plana na ponta da trinca, em um material com baixo σ_e e alta tenacidade à fratura do que num material com alto σ_e e baixa tenacidade. Desta forma, no ensaio de tenacidade à fratura, são necessários espessuras de corpos de prova progressivamente maiores, na medida em que o σ_e diminui e o K_{IC} aumenta [30].

Considerando todos estes aspectos, é evidente que a espessura deve ser um múltiplo do tamanho da zona plástica:

$$B \geq \alpha \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \quad (8.9)$$

Brown e Srawley [40] determinaram experimentalmente, em 1966, que prevalece um estado de deformação plana na frente da trinca quando $\alpha \geq 2,5$ (Figura 8.11). O que corresponde a adotar uma espessura, B, no mínimo vinte e cinco vezes maior do que o tamanho da zona plástica, $2r_p$.

A ASTM E-399/90 adota este índice para estabelecer o critério que define a espessura mínima.

$$B \geq 2,5 \left(\frac{K_I}{\sigma_e} \right)^2 \tag{8.10}$$

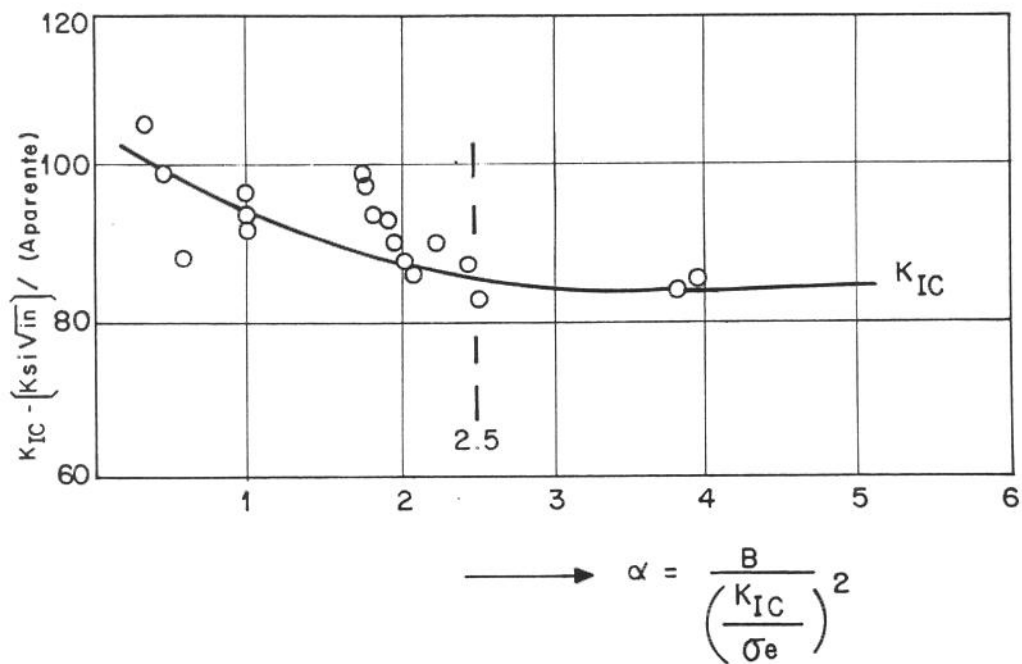


Figura 8.11. Efeito da espessura sobre o valor do K_{IC} de um aço maraging (extraído da ref. [41]).

Devido à impossibilidade de se determinar o tamanho exato da zona plástica, para o modo I de abertura de trinca, a determinação da espessura mínima, na qual K_{IC} fica constante, só pode ser feita após a realização de ensaios.

Assim, numa primeira etapa, a equação (8.10) é utilizada para definir as dimensões do corpo de prova, com base num valor de K_{IC} estimado. O ensaio é então realizado, e o valor do fator de intensificação de tensões, K , associado com a propagação de trinca é calculado com base nos procedimentos estabelecidos pela ASTM E-399. Este valor de K é denominado de K_Q , um candidato à tenacidade à fratura, K_{IC} . Então efetua-se uma avaliação de B , sendo que a equação (8.10) precisa ser respeitada. Se for assim, K_Q é o K_{IC} , desde que os outros requisitos também sejam satisfeitos. Se não, o resultado não é válido.

Entretanto, mesmo quando a espessura B é muito pequena, o valor de K_Q pode, todavia, ser muito útil. Ele representa o valor de tenacidade de uma placa com uma espessura particular.

Visto que estruturas reais nem sempre exibem comportamento em deformação plana devido à espessura ser insuficiente, sua resistência à trinca não é determinada por K_{IC} . Em tais casos, o valor real da tenacidade é maior do que K_{IC} , de modo que, K_{IC} fornece uma estimativa conservativa do tamanho de trinca crítico e da carga crítica de fratura.

Embora o valor de K_{IC} seja certamente muito útil para ordenar materiais com base na tenacidade à fratura, deve-se observar que no projeto estrutural, considerando geometrias e espessuras particulares, não aderir estritamente ao valor válido de K_{IC} torna-se irrelevante.

8.8. Medidas de K_{IC} em Corpos de Prova de Espessura Reduzida

O parâmetro selecionado, inicialmente, para caracterizar o comportamento à fratura dos aços 300M, nas várias condições de tratamento térmico, foi o CTODc. Entretanto, como a grande maioria dos trabalhos apresentam os resultados em função de K_{IC} , a conversão dos valores de CTODc para K_{IC} foi uma decorrência natural, para se tentar estabelecer uma base de comparação entre os resultados. A conversão foi feita com base na seguinte equação:

$$CTOD = \frac{(1 - \nu^2) \cdot K^2}{2\sigma_e \cdot E} \quad (8.11)$$

onde,

ν - coeficiente de Poisson;

K - fator de intensificação de tensões (modo I);

σ_e - limite de escoamento;

E - módulo de elasticidade.

Os valores obtidos, com base na equação (8.11), estão apresentados na tabela 8.2.

Os valores de $(K_Q)_C$ - valores de K obtidos a partir do CTODc - apresentados na tabela 8.2 são maiores, quando comparados com os valores de K_{IC} encontrados na literatura (veja tabelas 8.4 e 8.5). Num primeiro momento, isto poderia ser considerado muito razoável, visto que, os corpos de prova utilizados neste trabalho são de tamanho reduzido. Ainda que seja relativamente comum utilizar-se a equação (8.11) para efetuar a conversão CTODc em K_{IC} , isto não é muito correto. Visto que, K_{IC} é um parâmetro de tenacidade à fratura da mecânica da fratura linear elástica, enquanto CTOD é

Tabela 8.2. Valores de $(K_Q)_C$ obtidos a partir de CTODc.

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	CTODc [μm]	$(K_Q)_C$ [$\text{MPa.m}^{1/2}$]
1 ^{SHT} *	3,27	46,75
1 ^{CHT}	6,06	63,65
2	7,71	75,30
3	7,92	76,54
4	9,46	76,81
5	21,25	113,39
6 ^{SHT} *	4,92	56,96
6 ^{CHT}	9,27	78,18
7	11,73	94,28
8	11,93	95,93
9	6,38	65,08
10	13,49	94,00
11 ^{SHT} *	5,81	58,78
11 ^{CHT}	10,90	80,65
12	13,99	99,39
13	13,62	99,48
14	6,58	63,35
15	17,62	98,90
16 ^{SHT} *	3,29	46,86
16 ^{CHT}	6,27	64,75
17	8,00	77,22
18	8,25	79,02
19	10,17	79,01
20	21,67	114,13
21 ^{SHT} *	4,87	56,66
21 ^{CHT}	9,86	80,63
22	12,22	95,88
23	11,90	95,27
24	6,03	63,08
25	14,57	97,37

* SHT - sem “Heat Tinting” e CHT - com “Heat Tinting”

** $(K_Q)_C$ - valor de K obtido a partir do CTODc

um parâmetro da mecânica da fratura elasto-plástica. O valor do parâmetro de tenacidade à fratura CTOD é obtido através da soma de duas componentes.

$$CTOD = (CTOD)_e + (CTOD)_p \quad (8.12)$$

onde

$(CTOD)_e$ - componente elástica;

$(CTOD)_p$ - componente plástica.

A conexão entre K_{IC} e CTOD através da equação (8.11) só é válida dentro do âmbito da mecânica da fratura linear elástica, ou seja, quando a componente plástica do CTOD é igual, ou próxima, de zero(compare a eq.(8.11) com a eq.(2.4)). Sendo assim, para isolar o efeito da componente plástica, considerou-se apenas a componente elástica do CTOD. Mais do que isso, sobre os diagramas carga-COD aplicou-se o critério estabelecido pela norma ASTM E-399/90. Os valores, para os dois casos, estão apresentados na tabela 8.3.

O aspecto interessante, ao se analisar os resultados contidos na tabela 8.3, não é o fato de $(K_Q)_e$ e K_Q (valor de K obtido de acordo com ASTM E-399) serem praticamente coincidentes - uma vez que foram utilizadas as mesmas cargas para ambas as situações, isto é óbvio, visto que, o $CTOD_e$ é determinado a partir do fator de intensificação tensões - mas a comprovação de que K_{IC} é um parâmetro muito conservativo. Evidentemente, que isto não se constitui em nenhuma novidade. A própria ASTM E-399 reconhece que K_{IC} representa o limite inferior da tenacidade à fratura. Isto é uma decorrência direta da base conceitual sob a qual este parâmetro de tenacidade foi estabelecido, por Irwin. Mas, mesmo assim, vale ressaltar que K_{IC} é normalmente um valor subestimado da tenacidade à fratura de um dado componente mecânico. No presente trabalho, a componente plástica correspondeu, em alguns casos, a mais de 20% do valor do CTODc.

Por outro lado, CTOD é um parâmetro que reflete a tenacidade à fratura do corpo de prova, e por isso é menos conservativo. Entretanto, a sua utilização como parâmetro de projeto estrutural precisa ser cercada de cuidados adicionais. A função de transferência precisa ser prudentemente analisada.

Tabela 6.7.3. Valores de K_{Qe} obtidos a partir do $CTOD_e$ e valores de K_Q obtidos com base no critério estabelecido pela ASTM E-399/90.

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	K_{Qe} [MPa.m ^{1/2}]	K_Q [MPa.m ^{1/2}]
1 ^{SHT}	33,42	33,45
1 ^{CHT}	57,60	57,55
2	63,75	63,62
3	66,72	66,78
4	65,49	65,16
5	95,12	94,71
6 ^{SHT}	46,83	47,08
6 ^{CHT}	70,96	71,15
7	82,48	82,34
8	80,60	80,38
9	59,89	59,41
10	68,18	68,35
11 ^{SHT}	49,58	49,67
11 ^{CHT}	70,97	70,78
12	86,93	87,09
13	86,05	85,94
14	59,42	59,57
15	74,76	74,72
16 ^{SHT}	32,98	32,76
16 ^{CHT}	58,21	57,92
17	66,66	66,75
18	68,11	67,77
19	64,49	64,89
20	95,13	95,35
21 ^{SHT}	47,56	47,49
21 ^{CHT}	73,18	73,26
22	85,68	85,17
23	82,26	82,29
24	56,40	56,59
25	70,15	70,06

Retornando ao eixo da discussão, é interessante analisar os resultados apresentados nas tabelas 8.4 e 8.5. Nestas tabelas, os valores de K_Q obtidos através da aplicação do critério estabelecido pela norma ASTM E-399/90, para os dois aços 300M, temperados em óleo e revenidos, são comparados com os valores de K_{IC} encontrados na literatura, para condições de tratamentos térmicos semelhantes.

A despeito das dimensões reduzidas, e considerando, evidentemente, variações de composição química e processamento, os resultados obtidos neste trabalho são realmente muito próximos dos determinados por outros pesquisadores. Tal fato contraria a expectativa, pois, como alguns corpos de prova possuíam tamanho reduzido (volume do corpo de prova utilizado, em média, trinta vezes menor do que o usual), era esperado que os valores de tenacidade à fratura fossem maiores.

A primeira providência adotada, para tentar explicar o comportamento observado, foi avaliar sobre a superfície de fratura a porcentagem de fratura oblíqua (região de "shear lip"). Os valores obtidos estão apresentados na tabela 8.6.

O modo macroscópico de fratura é geralmente utilizado para avaliar qual o tipo de estado de tensões que predominou na ponta da trinca. A condição de deformação plana obstrui uma grande parcela do escoamento plástico (zona plástica menor). Por outro lado, a condição de tensão plana, que promove maior ductilidade, favorece a fratura oblíqua, o que requer uma maior quantidade de energia para a propagação da trinca, quando comparada com a condição de deformação plana [29].

A análise das superfícies de fratura mostrou que o modo de fratura macroscópico foi, normalmente, misto. Sendo que, a fratura plana ocorreu na região central, enquanto que a fratura oblíqua foi observada na região superficial dos corpos de prova. A região de fratura oblíqua denota a porção de material onde predominou tensão plana, enquanto a região de fratura plana denota a porção de material onde predominou a deformação plana.

Tabela 8.4. Valores de K_{IC} para austenitização convencional ($\approx 1143K$).

	$K_{IC} - [MPa.m^{1/2}]$						
Temperatura de revenido [K]	AÇO 300M\A	AÇO 300M\B	REFERÊNCIAS				
			[43]	[43]	[44]	[45]	[46]
C.T.	33 $\leftrightarrow$ 57*	33 $\leftrightarrow$ 58*	40	47	43	32	35
473	64	67	58	59	60	58	63
603	67	68	62	63	64	60	64
703	65	65	65	63	63	55	62
823	95	95	97	99	99	79	88

Tabela 8.5. Valores de K_{IC} para austenização a alta temperatura ($\approx 1373^{\circ}K$).

	$K_{IC} - [MPa.m^{1/2}]$				
Temperatura de revenido [K]	AÇO 300M\A	AÇO 300M\B	REFERÊNCIAS		
			[43]	[43]	[44]
C.T.	47 $\leftrightarrow$ 71*	47 $\leftrightarrow$ 73*	45	45	45
473	82	85	86	80	84
603	80	82	82	75	79
703	59	57	55	57	56
823	68	70	67	66	65

Tabela 8.6. Extensão e porcentagem da fratura oblíqua sobre a superfície de fratura.

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	EXTENSÃO DA FRATURA OBLÍQUA (BS) [μm]	PORCENTAGEM DA FRATURA OBLÍQUA [%]
1 ^{SHT}	~	~
1 ^{CHT}	140 (10)**	5
2	260 (25)	10
3	310 (25)	12
4	380 (40)	15
5	490 (60)	20
6 ^{SHT}	~	~
6 ^{CHT}	155 (15)	6
7	320 (20)	13
8	315 (30)	13
9	140 (15)	5
10	365 (50)	15
11 ^{SHT}	~	~
11 ^{CHT}	195 (10)	8
12	240 (10)	10
13	320 (25)	13
14	170 (30)	7
15	475 (25)	19
16 ^{SHT}	~	~
16 ^{CHT}	155 (10)	6
17	300 (20)	12
18	360 (30)	14
19	455 (40)	18
20	550 (40)	22
21 ^{SHT}	~	~
21 ^{CHT}	165 (10)	6
22	365 (70)	15
23	305 (20)	12
24	155 (20)	6
25	430 (40)	17

Analisando-se os resultados apresentados na tabela 8.6. observa-se que nas condições como temperadas, não submetidas ao "heat tinting", a porcentagem de fratura oblíqua foi insignificante (veja figura 8.12(a)). Isto sugere que, nestes casos, o estado de deformação plana prevaleceu ao longo de toda a frente da trinca, e sendo assim, é natural a proximidade dos valores de tenacidade à fratura.

Entretanto, nas amostras como-temperadas, mas que foram submetidas ao "heat tinting", foi observado, apesar de ser em pequena quantidade (de 5% a 8%), a presença de fratura oblíqua (veja figura 8.12(b)). Este fato reforça as evidências de que o tratamento de "heat tinting" exerce grande influência nas amostras como temperadas.(Este assunto será discutido no capítulo 9).

A figura 8.13 mostra em destaque a região de fratura oblíqua sobre a superfície de um corpo de prova. Observou-se que a quantidade de fratura oblíqua foi sempre proporcional à ductilidade (medida no ensaio de tração), e apresentou a mesma tendência mostrada pela tenacidade à fratura. Para ilustrar, compare a figura 8.14 com as figuras 3.4 e 3.7.

No caso da austenização a alta temperatura, observa-se também que a fragilização da martensita revenida exerce grande influência sobre a porcentagem de fratura oblíqua (Figura 8.14).

A Figura 8.15 mostra de maneira esquemática, para o aço 300M\B, a influência de vários ciclos térmicos na extensão da fratura oblíqua. De um modo geral, a porcentagem de fratura oblíqua variou desde valores insignificantes até 22%, dependendo da condição de tratamento térmico.

Nos casos onde a porcentagem de fratura oblíqua é pequena, a proximidade dos valores pode ser atribuída ao fato de prevalecer deformação plana ao longo da maior parte da frente da trinca. Mas nas condições de maior ductilidade, onde a porcentagem de fratura oblíqua não é pequena, este argumento não pode mais ser utilizado. Sendo assim, outra explicação precisa ser apresentada para justificar o comportamento observado.

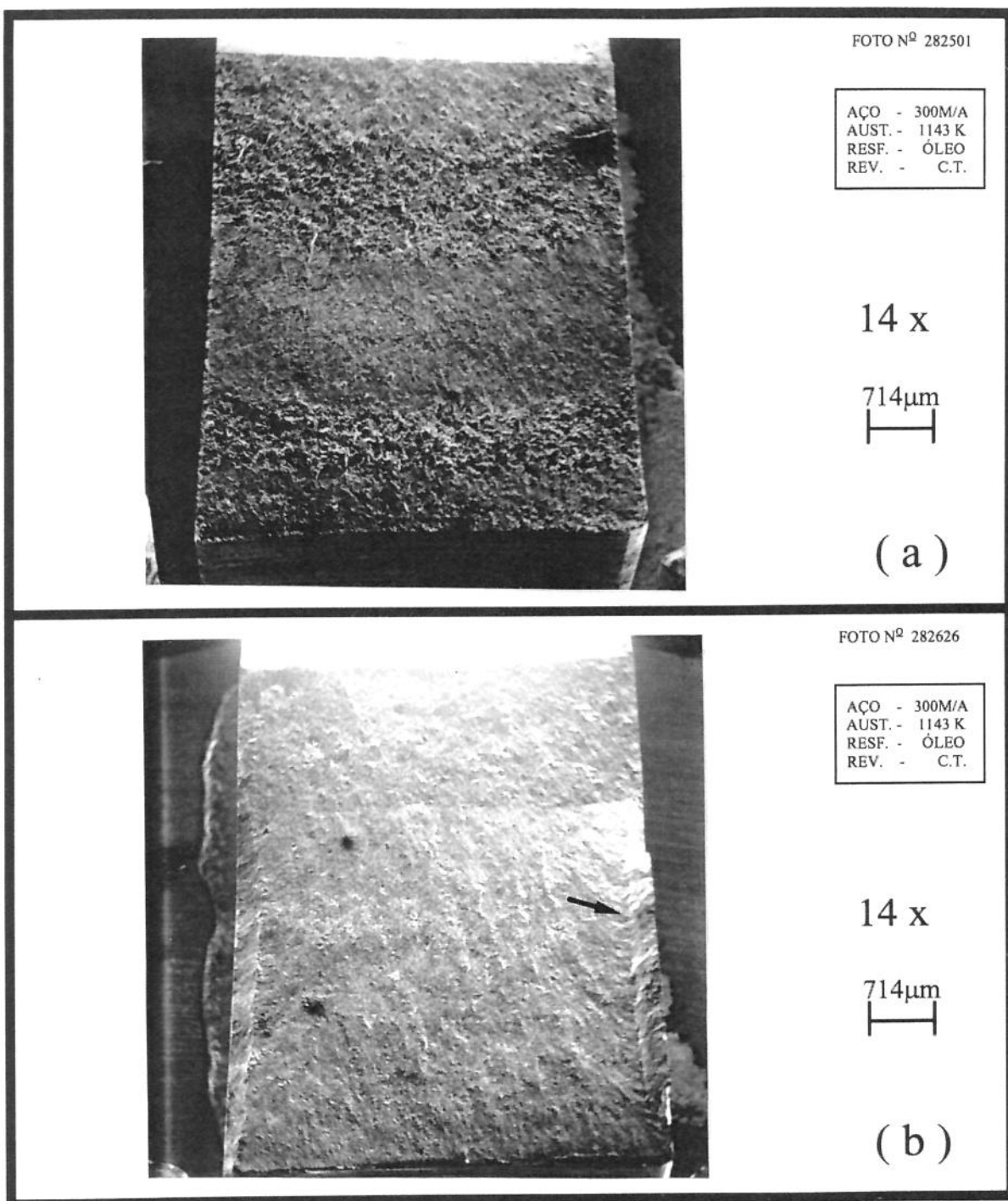
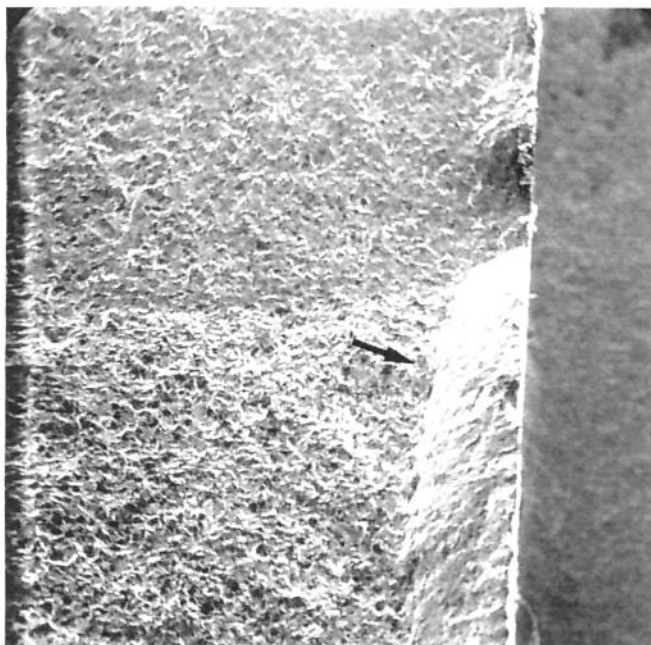


Figura 8.12. Aspecto da superfície de fratura; (a) ausência de "shear lip" (amostra como-temperada não submetida ao "heat tinting"); (b) presença de "shear lip" (amostra como-temperada submetida ao "heat tinting").

FOTO Nº 120419



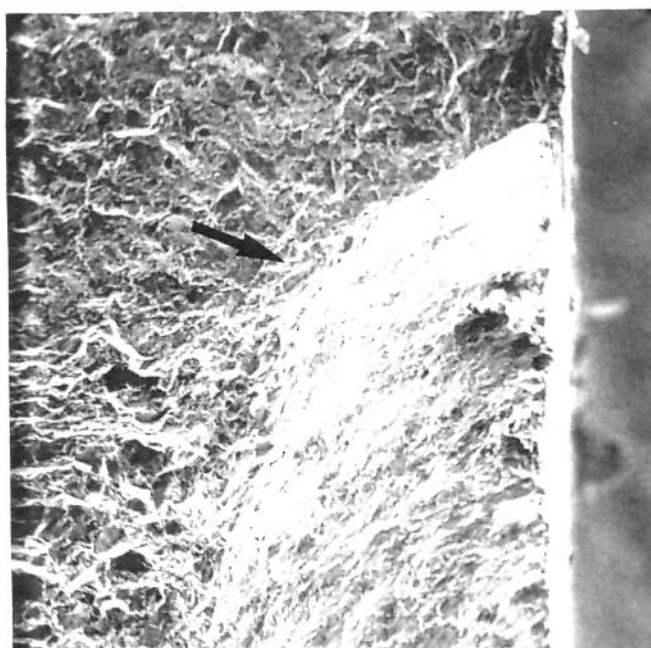
AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

35 x

286µm

(a)

FOTO Nº 120519



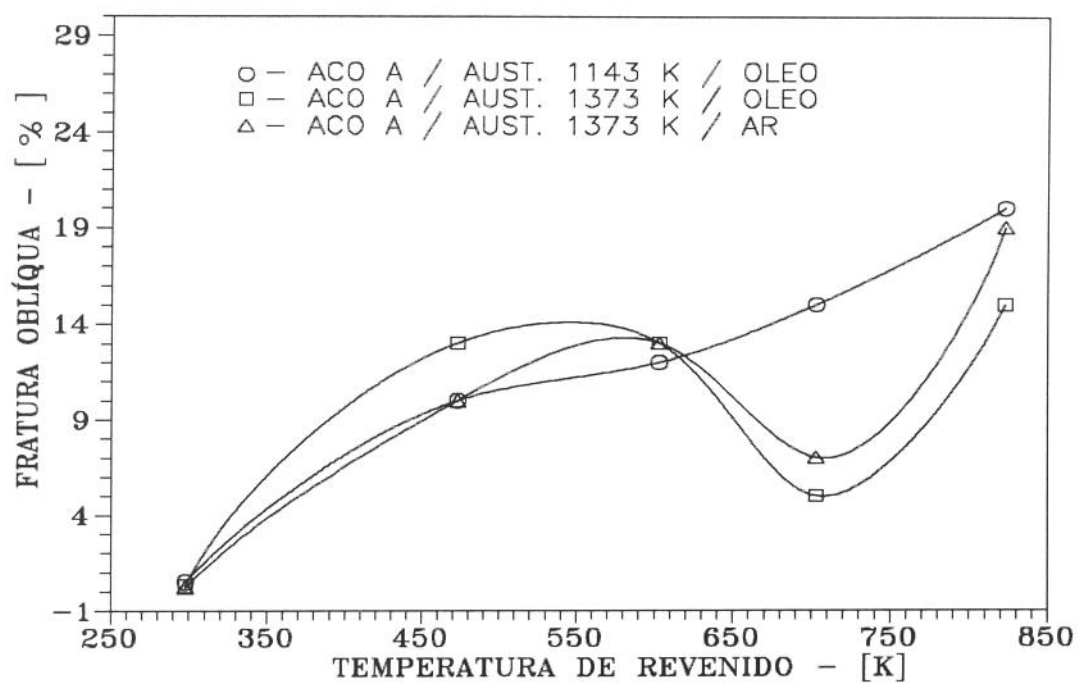
AÇO - 300M/B
AUST. - 1143 K
RESF. - ÓLEO
REV. - 703 K

120 x

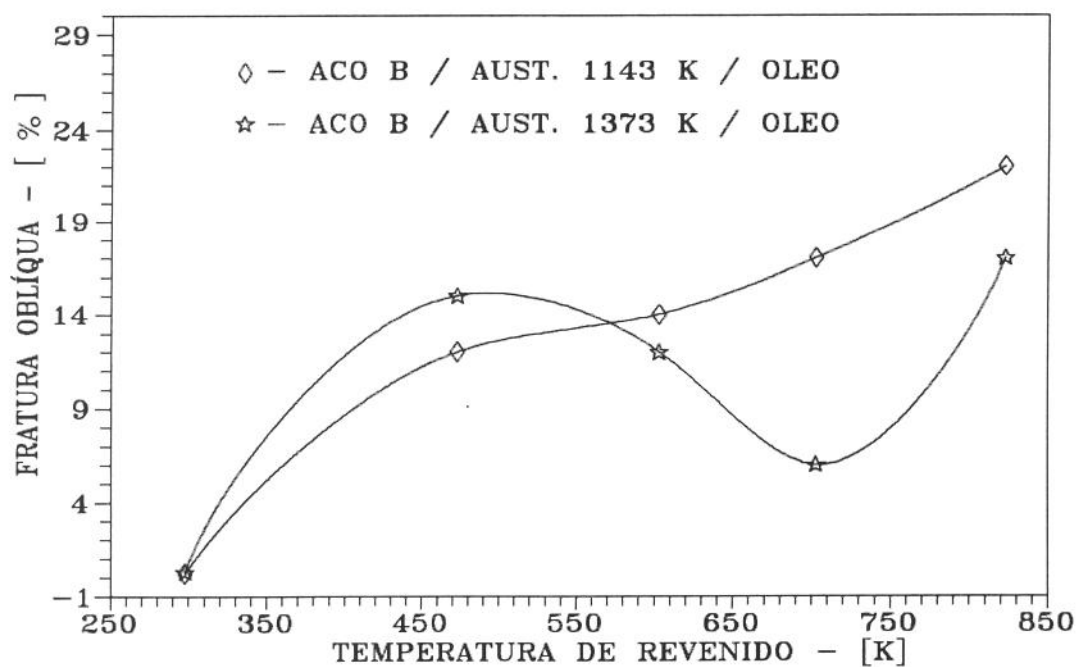
83µm

(b)

Figura 8.13. Aspecto da superfície de fratura destacando a região de fratura oblíqua ("shear lip").



(a)



(b)

Figura 8.14. Influência da temperatura de revenido na porcentagem de fratura oblíqua.

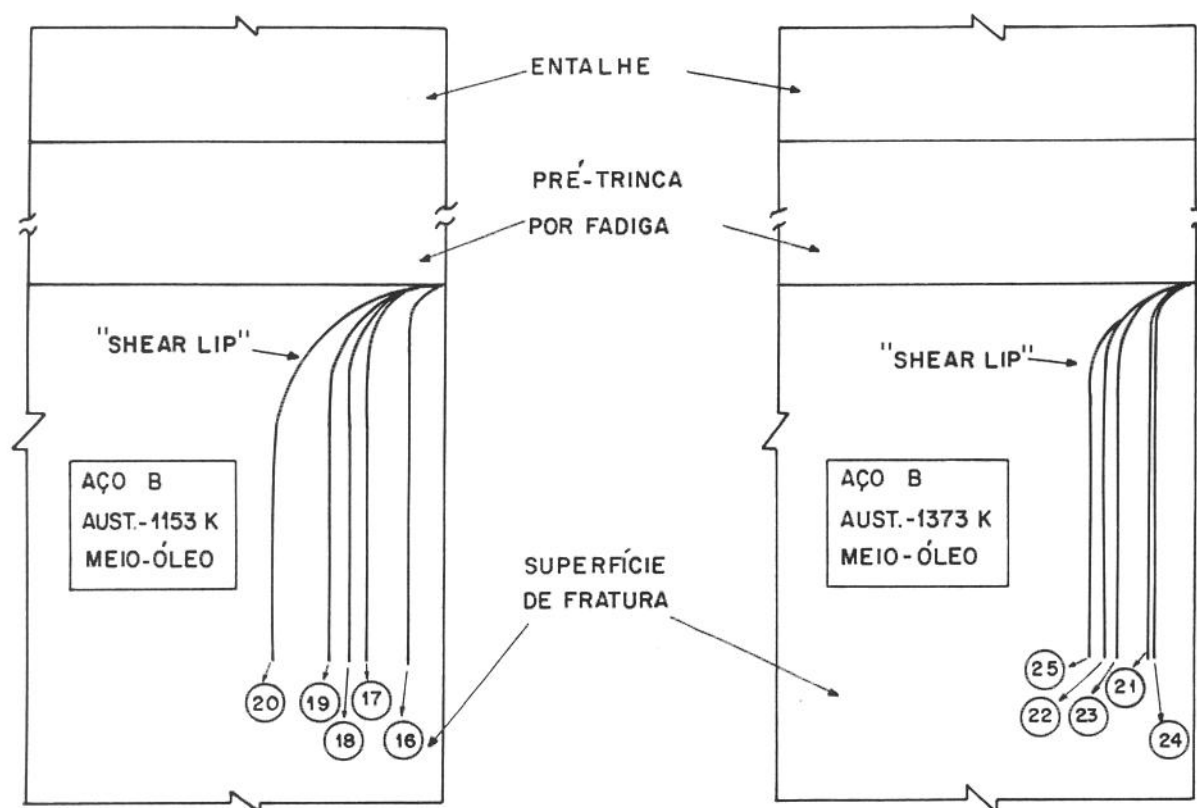


Figura 8.15. Representação esquemática do "shear lip" sobre a superfície de fratura. Os números dentro dos círculos representam o código de identificação da condição de tratamento térmico(veja Tabela 2.4)

A ASTM E-399 estabeleceu um requisito com respeito à espessura do corpo de prova, que deve ser obedecido de modo a se obter valores válidos de K_{IC} .

Entretanto, é importante que se esclareça que embora exista um claro entendimento qualitativo do efeito da espessura, um modelo quantitativo de aceitação geral, todavia, não existe [35].

O requisito de espessura adotado pela ASTM foi introduzido há aproximadamente 30 anos [40], e tem sido aceito para uma ampla faixa de materiais metálicos. Este requisito foi estabelecido empiricamente, a partir de informações restritas a alguns aços e ligas de alumínio. Brown e Srawley [40], em 1966, ao estabelecerem o critério, enfatizaram a necessidade de se obter informações adicionais para diferentes materiais. Entretanto, este critério, desde que foi originalmente proposto permaneceu sem modificações, inclusive, na última revisão efetuada na norma ASTM E-399, em 1990.

Os valores dos fatores de intensificação de tensões crítico, obtidos neste trabalho, foram determinados observando a norma ASTM E-399/90. Na maioria das vezes, a carga crítica, P_Q , utilizada para calcular K_Q , foi determinada com base na carga correspondente à ocorrência do "pop-in".

O ponto central da presente argumentação, de modo a se obter valores de K_{IC} a partir de corpos de prova de tamanho reduzido, está associado com a carga de ocorrência do "pop-in".

Como o fenômeno do "pop-in" é caracterizado por uma descontinuidade no diagrama carga-COD, torna-se importante analisar este tipo de diagrama.

Durante o ensaio de tenacidade à fratura o deslocamento de abertura de trinca (COD) é plotado em função da carga aplicada (P), normalmente em um registrador X-Y. O COD é medido por intermédio de um "clip on gauge" acoplado ao corpo de prova. Como o COD aumenta durante o carregamento, o "clip on gauge" pré-tensionado, relaxa e, assim, permite monitorar o movimento da ponta da trinca.

O diagrama carga-COD pode ter várias formas. A norma ASTM E-399 destaca três tipos principais de diagramas carga-COD, como mostra a figura 8.16.

Nas três situações, inicialmente o deslocamento de abertura de trinca aumenta linearmente com a carga. No caso ideal, curva do tipo III, a fratura completa

ocorre quando K_{IC} é atingido, ou seja, $P_{m\acute{a}x}$ coincide com a carga para iniciar o crescimento da trinca. Se a plasticidade é pequena (prevalece a condição de deformação plana) a curva carga-COD é aproximadamente uma linha reta.

Na curva do tipo II, uma súbita propagação de trinca ocorre numa carga P_Q . Esta propagação de trinca, frequentemente associada com um "click" audível, é denominada de "pop-in". O "pop-in" é identificado num diagrama carga x COD através de um degrau discreto, caracterizado por um repentino aumento do COD. Neste instante, o crescimento de trinca é cessado devido à queda da carga ou pelo aumento da resistência ao crescimento da trinca. Subsequentemente, após a ocorrência do "pop-in", o COD e a carga aumentam até a fratura ocorrer em $P_{m\acute{a}x}$. Algumas vezes sucessivos "pop-in" podem ocorrer. Em princípio, a ASTM E-399 admite a utilização da carga do "pop-in" para calcular K_{IC} , desde que todos os requisitos estabelecidos sejam obedecidos.

A curva do tipo I, expressa a situação onde se observa um aumento gradual da não-linearidade no diagrama carga-COD. A não-linearidade pode ser o resultado de dois fatores: deformação plástica e propagação gradual da trinca que precede a fratura. Se a não-linearidade foi causada somente pelo crescimento de trinca, este diagrama é, de certo modo, mais ou menos equivalente à curva do tipo II. Pode-se então definir P_Q como a carga na qual ocorreu 2% de propagação da trinca. A figura 8.16 mostra o procedimento adotado para implementar este conceito. A reta secante OP_5 é traçada com uma inclinação de 5% em relação ao segmento elástico do diagrama carga-COD, ou seja, em relação à linha OA. P_5 é o ponto de intersecção da reta secante com o diagrama carga-COD. A carga P_Q ($P_5 = P_Q$) é utilizada para calcular K_Q (valor condicional de K_{IC}). Existe um requisito que precisa ser respeitado, cujo propósito é avaliar o efeito combinado da deformação plástica e propagação de trinca sobre a não-linearidade. No passado um requisito mais complexo era utilizado (veja ref. [50]). Atualmente, o requisito adotado é mais arbitrário, porém, é mais fácil de ser aplicado. Se a relação $P_{m\acute{a}x}/P_Q \leq 1,1$ a não-linearidade é devido principalmente à propagação da trinca (plasticidade é limitada), assegurando a condição de deformação plana.

A norma ASTM E-399 admite a utilização da carga do "pop-in" para calcular o valor de K_Q . Entretanto, convém observar que a mesma não tece maiores

considerações sobre quais fatores podem interferir no fenômeno do "pop-in", e tampouco faz recomendações de como este fenômeno pode se tornar mais nítido.

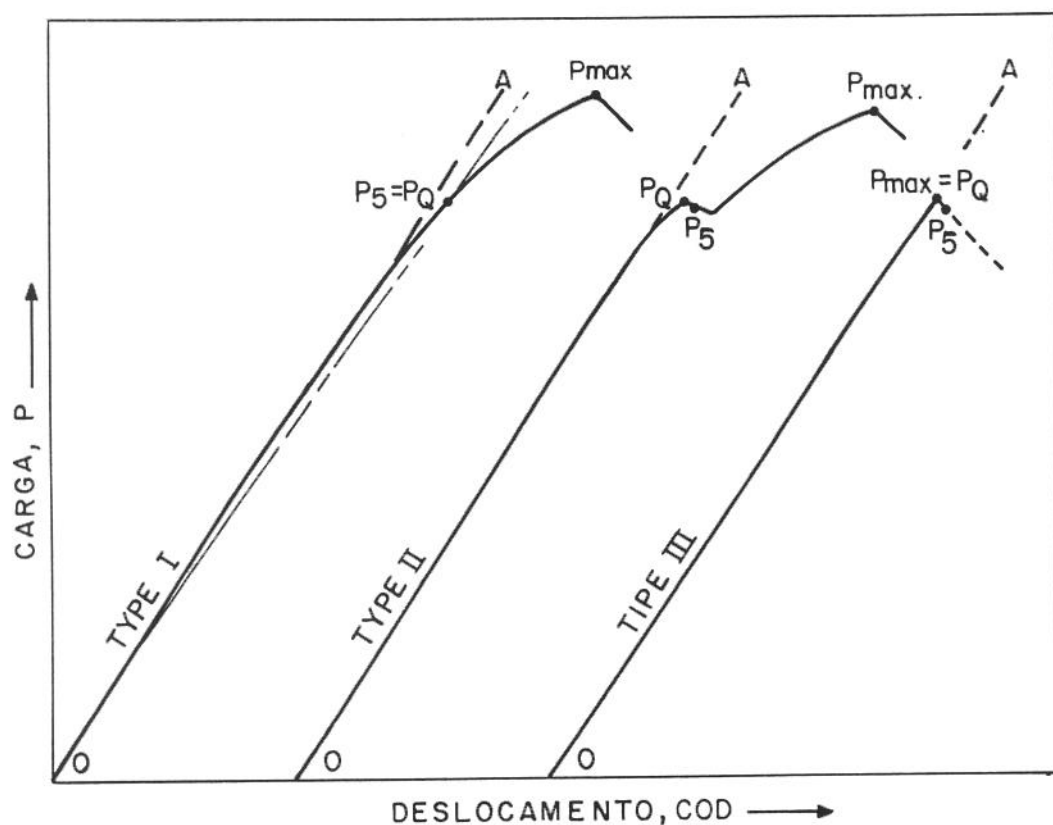


Figura 8.16. Tipos de curvas carga-COD.

Para que se entenda o fenômeno do "pop-in", é importante que se faça uma análise da distribuição de tensões tridimensionais, através da espessura de um corpo de prova (Figura 8.17). A figura 8.17(b) mostra esquematicamente a distribuição de tensões elasto-plásticas no plano médio, em relação à espessura do corpo de prova, na frente da ponta da trinca. Esta configuração de tensões se estabelece desde que o corpo de prova seja suficientemente largo ($W - a_0$). Observe-se que as máximas tensões normais (σ_x , σ_y , σ_z) são atingidas a uma certa distância da ponta da trinca. Exatamente na interface elasto-plástica.

A figura 8.17(c) mostra a distribuição de tensões através da seção transversal do corpo de prova, ao longo da interface elasto-plástica ($x = 2 r_p$). Esta distribuição de tensões é dependente da espessura do corpo de prova. Observa-se que ocorre uma perturbação na distribuição de tensões próximo da extremidade do corpo de prova porque σ_z decresce até zero na superfície livre do corpo de prova.

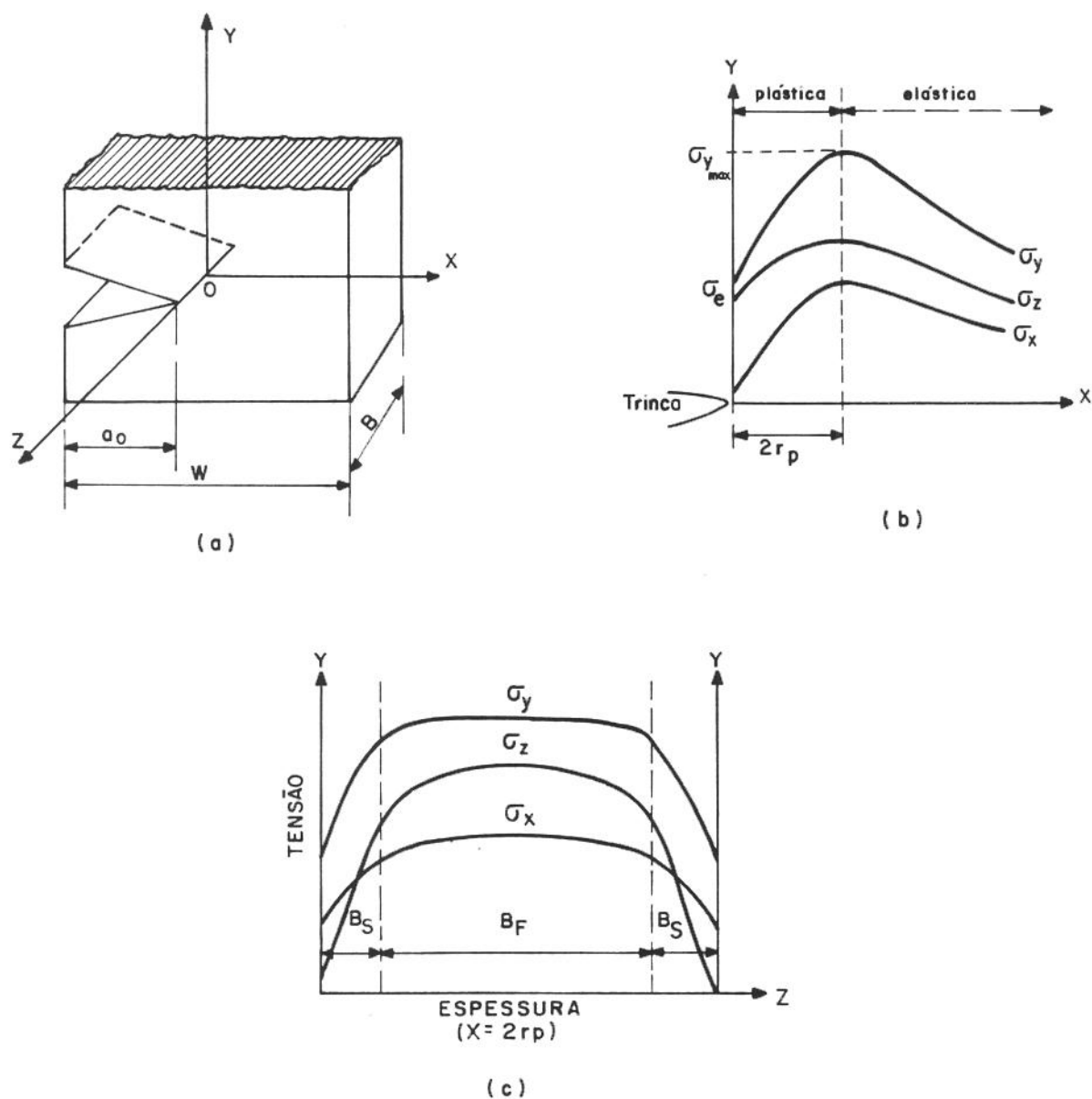


Figura 8.17. Distribuição de tensões ao redor da ponta da trinca [16].

Desta forma, a zona de máxima deformação plana verdadeira é desenvolvida a uma distância finita ao redor da ponta da trinca e longe das laterais do corpo de prova. Esta região é fortemente favorável ao início do crescimento da trinca e resulta na fratura plana. Assim, devido à alta restrição plástica nas proximidades da ponta da trinca e no centro do corpo de prova a fratura tende a ser plana nesta região.

Se a espessura for reduzida continuamente, a largura da região em deformação plana na região central do corpo de prova diminuirá, até que nenhum ponto dentro do corpo de prova alcançará a condição de deformação plana. A partir de então a redução da espessura reduzirá o valor máximo de σ_z na seção média e finalmente σ_z poderá ser igual a zero, ao longo de toda seção, para corpos de prova muito finos.

A condição de espessura mínima, na verdade, surgiu a partir da necessidade de garantir a predominância da fratura plana, ou seja, manter a condição de deformação sob uma porção suficientemente grande na espessura do corpo, para resultar num valor de K_C mínimo (K_{IC}).

O valor da tensão crítica para causar a ruptura completa, σ_f , do corpo de prova, depende da espessura. Para um dado comprimento inicial da trinca a variação de σ_f com a espessura, B , está mostrado na figura 8.18.

Evidentemente, se o valor de σ_f for utilizado para calcular K_C , o comportamento do fator de intensificação em função da espessura, B , pode ser representado pela figura 8.10(a).

O valor de K_{IC} , contudo, caracteriza o valor crítico do fator de intensificação de tensões em deformação plana. Este parâmetro crítico é determinado com base na carga crítica para causar o início de propagação de trinca, e não necessariamente para causar a ruptura completa. A carga de fratura, P_f , é fortemente influenciada pela espessura do corpo de prova. Entretanto, a influência da espessura sobre a carga para iniciar a propagação da trinca é menos pronunciada. Para ilustrar a questão, considere a figura 8.19.

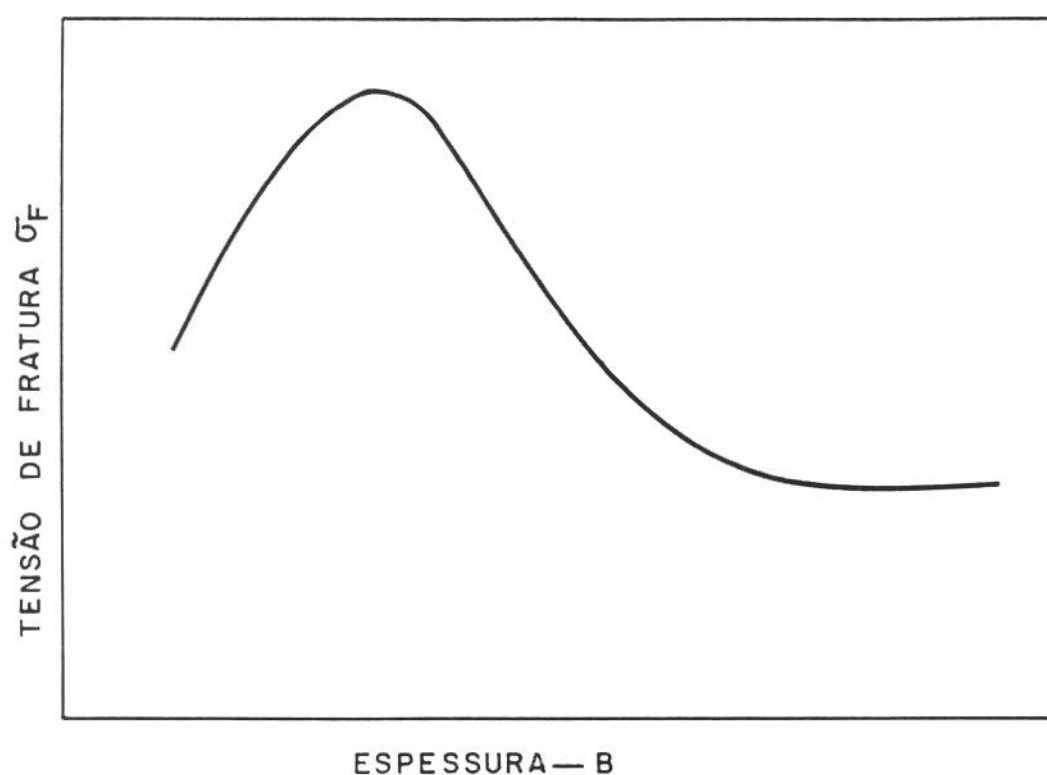


Figura 8.18. Variação da tensão de fratura, σ_f , com a espessura do corpo de prova.

As letras b, c e d sobre a curva mostrada pela figura 8.19(a), representam diferentes formas do diagrama carga-COD, decorrentes de diferentes espessuras de corpos de prova.

Associado com a mudança da carga crítica de fratura, P_f , está a mudança do modo macroscópico de fratura.

As figuras 8.19 (b) e (c), representam situações extremas. A Figura 8.19(b), representa a condição de deformação plana ($B > B_{\min}$). O modo de fratura é plano, e a fratura completa ocorre quando K_{IC} é atingido. Enquanto que, a figura 8.19(d), expressa a situação onde $B = B_0$, neste caso, predomina a condição de tensão plana, a ductilidade é mais elevada, o modo de fratura é totalmente oblíquo, e o valor K_C é mais

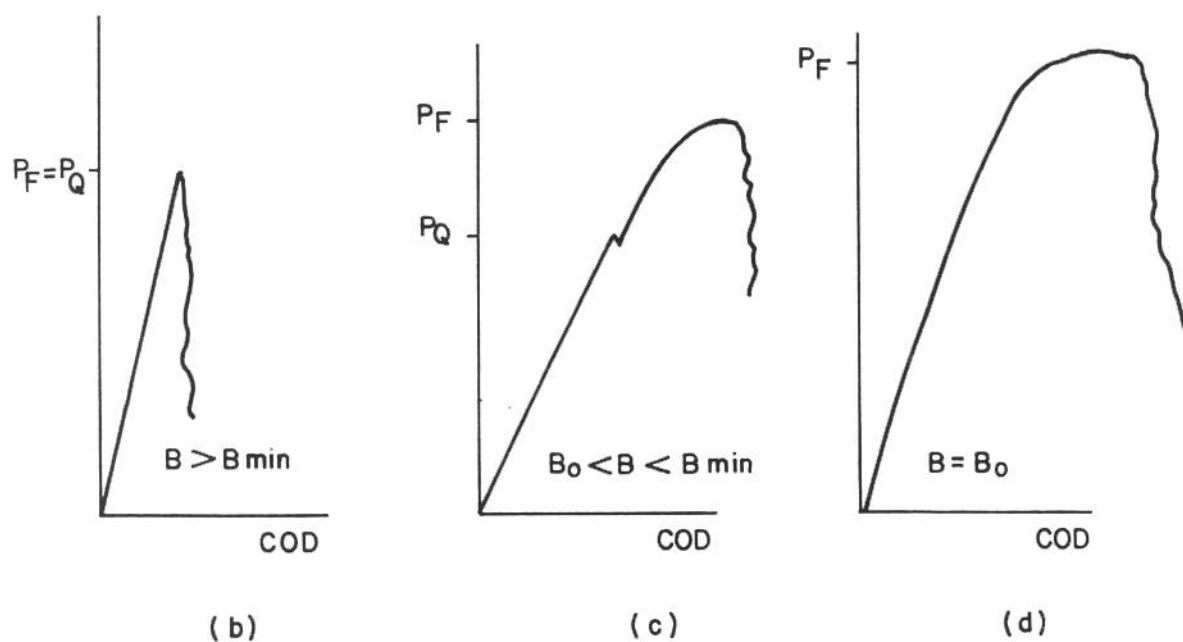
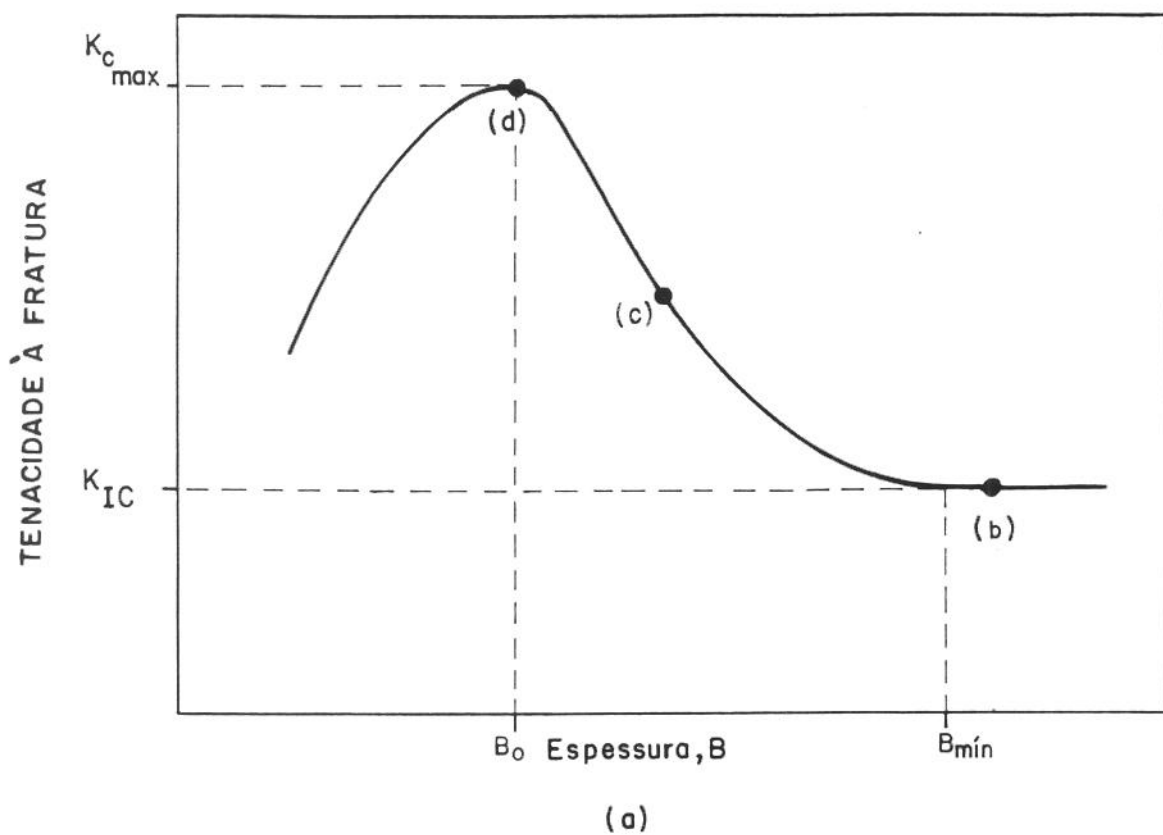


Figura 8.19. Influência da espessura, B , na tenacidade à fratura e na forma do diagrama carga-COD.

elevado. As condições de deformação plana (Figura 8.19(b)) e tensão plana (Figura 8.19(d)) representam o mínimo (K_{IC}) e o máximo ($K_{C_{max}}$) valor de tenacidade à fratura, respectivamente.

O requisito de espessura da ASTM visa impor uma condição onde predomina deformação plana ao longo da maior parte da frente da trinca.

Quando o corpo de prova é de espessura intermediária (Figura 8.19(c)), $B_0 < B < B_{min}$, esta condição não é observada. O modo de fratura é misto (região de transição da modalidade de fratura), visto que, a condição de tensão plana ocorre próximo da superfície e a condição de deformação plana ocorre no interior do corpo de prova, como mostra a figura 8.20.

Por este motivo, normalmente assume-se que o valor de tenacidade à fratura, de um corpo de prova de espessura intermediária ($B_0 < B < B_{min}$), estará situado entre os valores de tenacidade à fratura em tensão plana pura ($K_{C_{max}}$) e deformação plana pura (K_{IC}). Sem dúvida, na medida em que se diminui a espessura do corpo de prova, aumenta-se a carga crítica de fratura, P_f (ou melhor σ_f), mas não necessariamente a carga para iniciar a propagação da trinca.

Na figura 8.19(c), observa-se uma súbita propagação de trinca que ocorre numa carga P_Q . Isto resulta num degrau de "pop in" na curva carga-COD, e o corpo de prova não fratura completamente na carga P_Q , utilizada para calcular K_Q . Este comportamento é típico em corpos de prova de espessura reduzida, ou melhor, em situações onde atua um estado de tensões misto (tensão plana e deformação plana).

O fenômeno do "pop-in" decorre do fato da frente da trinca avançar mais rapidamente na região de maior triaxialidade de tensões, ou seja, na região central do corpo de prova, onde o material sofre grande restrição ao escoamento plástico, devido à predominância da condição de deformação plana. Por outro lado, próximo da superfície, a deformação plástica é bem mais intensa que no centro, e se aproxima de um estado de tensão plana [47]. Consequentemente, a propagação de trinca inicia-se e avança mais rapidamente na região central do corpo de prova. Na região superficial, a propagação da trinca é retardada. Isto resulta numa frente de trinca convexa (Figura 8.21).

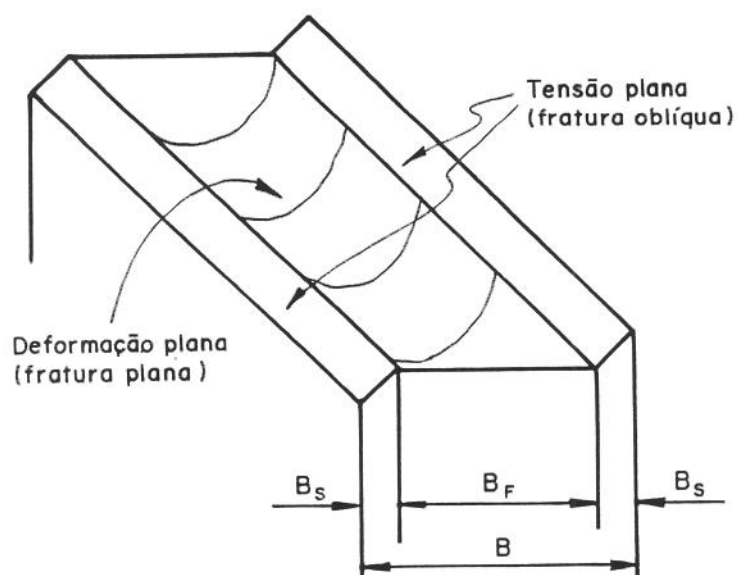
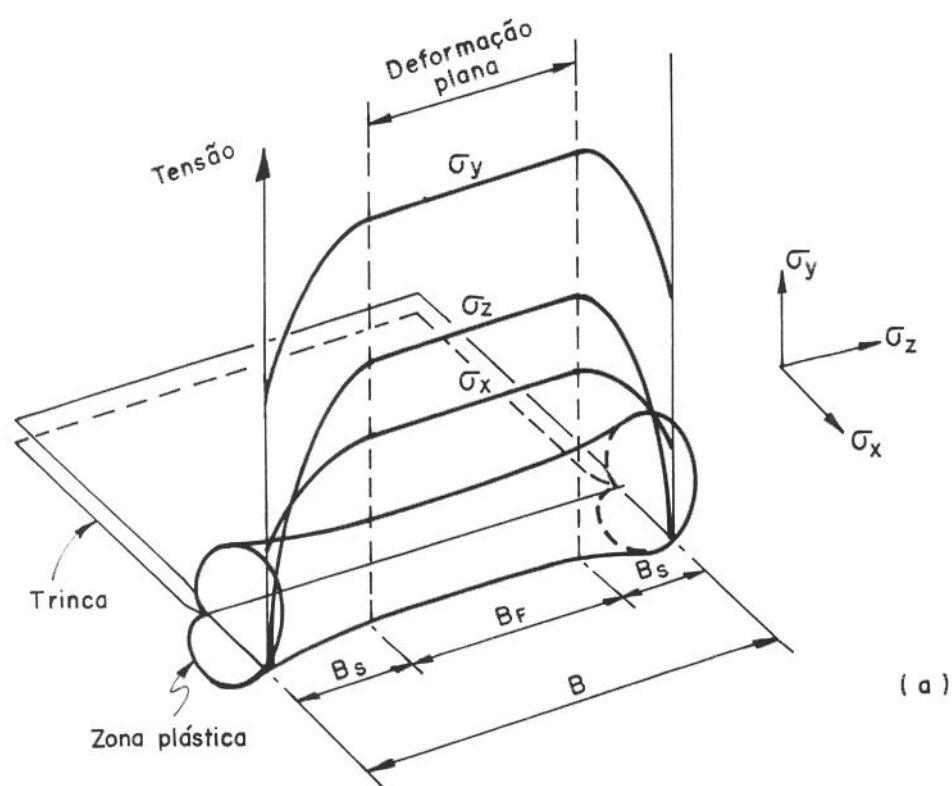


Figura 8.20. Modo de fratura misto em corpos de prova de espessura intermediária ($B_o < B < B_{min}$).

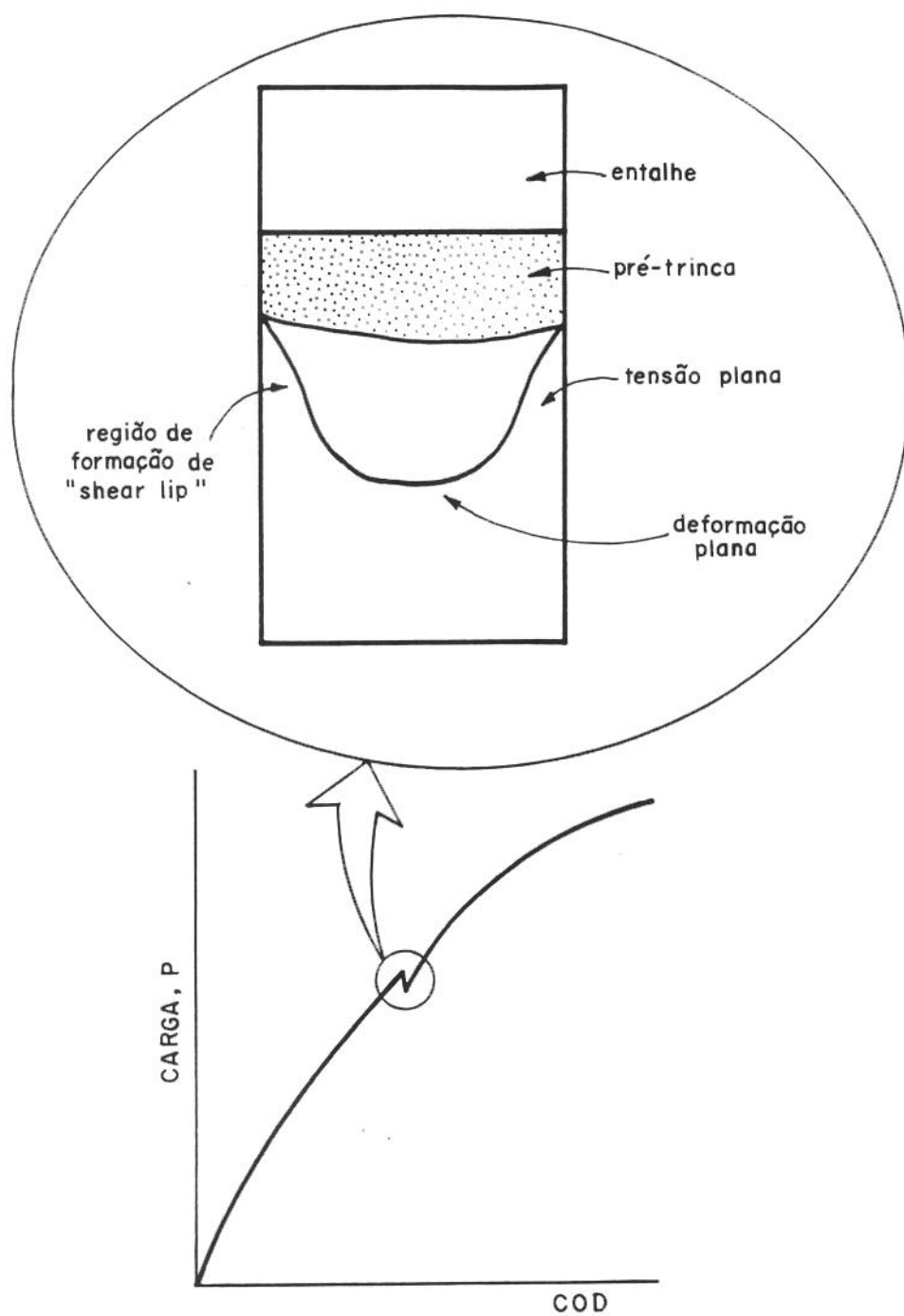


Figura 8.21. Representação esquemática do “pop-in” sobre a superfície de um corpo de prova e na curva carga-COD.

Assim, se ocorre um modo misto de fratura, qualquer que seja a espessura do corpo de prova, é sinal de que existe uma porção de material, na região central, onde predomina deformação plana, apesar da mesma não prevalecer ao longo da maior parte da frente trinca. Se existe sensibilidade suficiente para detectar o início da propagação de trinca (ocorrência do primeiro pop-in), nesta porção do material, é possível determinar a carga P_Q , de modo a obter valores válidos de K_{IC} , com um requisito de espessura menos rigoroso (Figura 8.22).

Conceitualmente, este ponto de vista pode ser defendido recorrendo-se à própria definição de K_{IC} . Este parâmetro de tenacidade à fratura está associado ao início do crescimento instável da trinca, sob um estado de deformação plana. Portanto, não necessariamente, o valor de K_{IC} está vinculado à condição de fratura completa do corpo de prova. Como a carga P_Q , correspondente à ocorrência do pop-in, está associada ao início do crescimento de trinca sob uma condição de deformação plana, esta proposição torna-se no mínimo razoável.

De certo modo, o requisito de espessura adotado pela ASTM E-399/90, reflete uma maneira de se melhorar a observação do início do crescimento da trinca, através da adoção de um corpo de prova de espessura adequada.

Mas, de acordo com a proposição acima, corpos de prova de espessura reduzida podem ser utilizados para calcular K_Q , desde que se adote a carga do pop-in. Nestes termos, pelo menos teoricamente, o critério de espessura mínima poderia ser relaxado para

$$B_{min} > B_0 \quad (8.13)$$

O conceito embutido na equação(8.13) é que se $B_{min} > B_0$, o modo de fratura será misto, porque ao longo da frente da trinca atuam simultaneamente o estado de tensão plana e deformação plana. Além disso, assume-se que a magnitude das tensões na região central, independe da espessura do corpo de prova (veja Figura 8.22). Sendo assim, na curva carga-COD deve aparecer um “pop-in”. Se este não é visível, é sinal de que não houve sensibilidade suficiente para detectá-lo. Neste caso, a tendência é adotar-se cargas mais elevadas para o cálculo K_Q , superestimando assim, o valor do fator

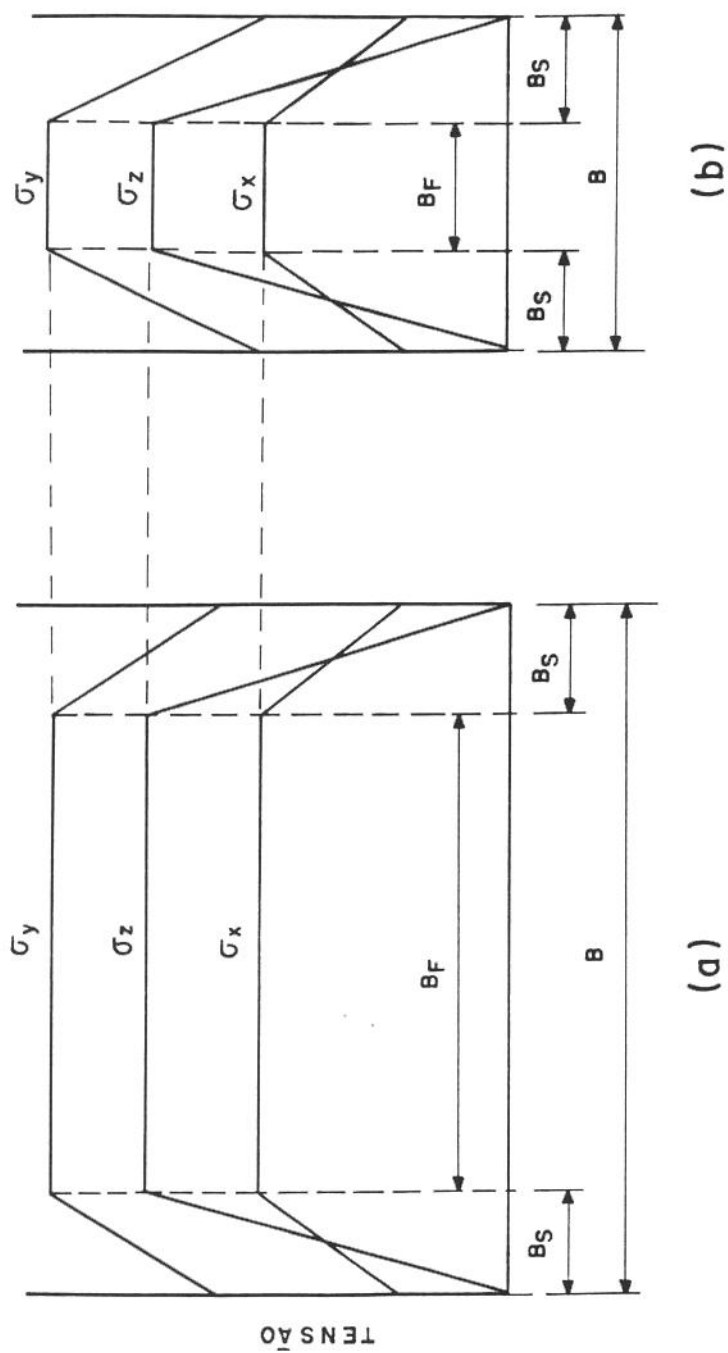


Figura 8.22. Distribuição de tensões ao longo da seção: (a) CP espesso; (b) CP fino.

de intensificação de tensões crítico. Quando se aplica a norma ASTM E-399 este fato é de certo modo atenuado pelo conceito da reta secante. Entretanto, no caso das normas BS 5762/79 e ASTM E-1290/89, para o cálculo do CTOD, o mesmo não ocorre. Para ilustrar, considere a tabela 8.7. Nela são apresentados os valores do $CTOD_C$ e $CTOD_{m\acute{a}x}$. O $CTOD_{m\acute{a}x}$ foi calculado com base na carga máxima, ignorando a presença dos “pop-in”. Isto para simular uma situação hipotética onde os “pop-in” não são visíveis. Efetuando uma análise comparativa entre os resultados apresentados na tabela 8.7., constata-se que os valores do CTOD obtidos com base na carga máxima, chegam a ser, em alguns casos, 60% maior.

Assim, fica evidente que a análise dos fatores que afetam o pop-in é extremamente importante. Para que o pop-in seja visível é interessante trabalhar-se com o máximo de sensibilidade possível, de modo a ampliar ao máximo o pop-in (melhorar sua visualização)

Alguns dos fatores que afetam a visualização do “pop-in” são:

- a limitação física do registrador X-Y utilizado para traçar o diagrama carga-COD;
- os fundos de escala selecionados (diagrama carga-COD);
- a espessura da pena de caneta utilizada;
- o parâmetro de controle selecionado para realização do ensaio;

O ajuste dos fundos de escala no registrador X-Y, de modo a se obter o máximo de sensibilidade, é um dos aspectos importantes que permite melhorar a visualização do “pop-in”. No presente trabalho, em todos os ensaios realizados, utilizou-se os seguintes fatores de escala, eixo X - 0,02 mm/cm e eixo y - 25 kgf/cm, para o COD e carga, respectivamente. Alguns “pop-in” apresentaram um deslocamento de 1mm (COD real $\cong 2 \mu m$) sobre o diagrama de carga-COD. Nestes casos, se fosse adotado um fator de escala para o eixo X igual a 0,2 mm/cm, o deslocamento corresponderia a 0,1mm, e muito provavelmente o “pop-in” passaria despercebido.

A espessura da pena da caneta utilizada deve ser também observada. Quanto mais grossa a pena, utilizada na traçagem da curva carga-COD, mais difícil a definição do “pop-in”.

Tabela 8.7. Valores do CTOD_C e CTOD_{máx}.

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	CTOD _C [μm]	CTOD _{máx} [μm]
1 ^{SHT}	3,27	3,27
1 ^{CHT}	6,06	6,06
2	7,71	8,83
3	7,92	9,32
4	9,46	15,04
5	21,25	30,72
6 ^{SHT}	4,92	5,50
6 ^{CHT}	9,27	11,29
7	11,73	15,67
8	11,93	14,37
9	6,38	7,20
10	13,49	19,55
11 ^{SHT}	5,81	7,05
11 ^{CHT}	10,90	13,34
12	13,99	17,94
13	13,62	16,62
14	6,58	9,89
15	17,62	22,55
16 ^{SHT}	3,29	3,29
16 ^{CHT}	6,27	6,27
17	8,00	11,25
18	8,25	9,21
19	10,17	13,43
20	21,67	34,58
21 ^{SHT}	4,87	4,87
21 ^{CHT}	9,86	11,71
22	12,22	16,43
23	11,90	15,60
24	6,03	7,73
25	14,57	21,87

No diagrama carga-COD, o aspecto do “pop-in” pode sofrer alterações conforme a variável de controle utilizada no ensaio. Para ilustrar, considere a Figura 8.23 onde observa-se a representação esquemática de um diagrama carga-COD, mostrando o fenômeno do “pop-in” para dois casos extremos: taxa de aumento do COD constante e taxa de carregamento constante. No primeiro caso, observa-se uma súbita queda da carga, de P_1 (ponto 1 no diagrama) até P_2 (ponto 2), quando ocorre o pop-in. No outro caso, observa-se um súbito aumento do COD ($COD_1 \rightarrow COD_2$), para um mesmo nível de carga. No caso intermediário, a carga diminui e o COD aumenta ao mesmo tempo seguindo o caminho 1→3 no diagrama. Após o “pop-in”, ocorre uma recuperação e a fratura completa ocorre no ponto 5 [48]. Portanto, uma sensibilidade adequada possibilita uma melhor visualização do “pop in”. Para tanto, a seleção do fator de escala vinculado a cada eixo, deve ser feita de acordo com a variável de controle adotada no ensaio.

Normalmente, os registradores acoplados às máquinas de ensaio MTS permitem no máximo a utilização de uma folha formato A3. Em algumas situações, a limitação física do registrador X-Y utilizado para traçar a curva carga-COD, pode dificultar o ganho de sensibilidade. Neste caso, é interessante utilizar-se um registrador X-Y maior, ou então, uma outra técnica para detectar o início da propagação de trinca. Mandorini et al [49], através de sensores acústicos, observaram que existe uma relação direta entre a emissão de energia acústica e propagação de trinca associada ao “pop-in”.

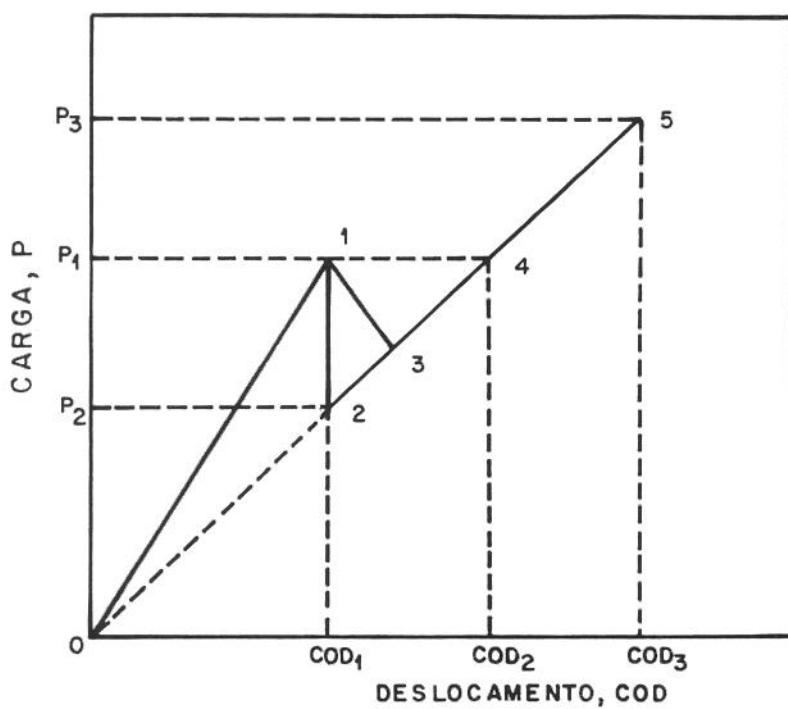


Figura 8.23. Representação esquemática de um diagrama carga-COD, mostrando o fenômeno do “pop in”(extraída da ref. [48]).

8.9. Conclusões

Apesar de alguns corpos de prova utilizados não obedecerem ao requisito de espessura recomendado pela ASTM E-399/90, este critério foi aplicado sobre os diagramas carga-COD obtidos durante a realização dos ensaios. Contrariando a expectativa, os valores de tenacidade à fratura, assim obtidos, mostraram-se próximos dos valores de K_{IC} encontrados na literatura, para condições semelhantes de tratamento térmico.

Aparentemente, o comportamento observado pode ser atribuído aos fatores associados com registro dos diagramas de carga-COD. Como a sensibilidade foi adequada pode-se sempre detectar o início do crescimento de trinca sob uma condição de deformação plana. Normalmente, a carga utilizada para calcular o fator de intensificação de tensões crítico sempre estava associada à ocorrência do “pop-in”.

Embora a ASTM E-399/90 admita a utilização da carga associada com o “pop-in” para o cálculo de K_{IC} , ela não faz recomendações para melhorar a visualização deste fenômeno sobre o diagrama carga-COD. Dependendo da sensibilidade utilizada durante o ensaio o “pop-in” pode não ser visível. Vale ressaltar que o conceito da reta secante, estabelecido pela ASTM E-399, permite definir a carga crítica para iniciar a propagação de trinca, quando o “pop-in” não é visível. Entretanto, quando a espessura do corpo de prova é reduzida, a aplicação deste conceito tende a majorar a carga para o início de crescimento da trinca. Além disso, neste caso, a porcentagem de fratura oblíqua é maior, de modo que, devido à maior plasticidade, a relação $P_{m\acute{a}x}/P_Q$ pode ser maior que 1,1.

A proposição de que, quando existe sensibilidade suficiente para detectar o primeiro “pop-in”, o critério de espessura recomendado pela ASTM E-399 pode ser relaxado, é razoável. Visto que a carga do “pop-in” está relacionada com o início de crescimento da trinca sob uma condição de deformação plana. Sem dúvida, a viabilização de corpos de prova de tamanho reduzido pode ser muito conveniente numa série de situações.

A grande desvantagem desta proposição é que, dependendo da sensibilidade requerida, pode ser necessário uma série de recursos que acabam complicando demasiadamente o ensaio

8.10. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Estabelecer as condições ótimas de sensibilidade para detectar a ocorrência do “pop-in”, considerando diferentes tipos de materiais e espessuras de corpos de prova.
- Comprovar se sempre que o modo de fratura macroscópico for misto, a magnitude de tensões permanece constante na região central do corpo de prova, e é independente da espessura.

Referências Bibliográficas

- [1] ROLFE, S.T. & NOVAK, S.R. Review of developments in plane strain fracture toughness testing. ASTM STP 463, p. 93-5, 1970.
- [2] SERVER, W.L. & WULLAERT, R.A. The use of small specimen strength ratio for measuring fracture toughness. Engng Fracture Mech, v.11, n° 3-A, p.477-86, 1979.
- [3] LAI, M.O. & FERGUSON, W.G. The inadequacy of the plane-strain fracture toughness test requirements. Engng Fracture Mech, v.13, p.285-92, 1980.
- [4] BANERJI, S. Influence of specimen size and configuration on the plastic zone size, toughness and crack growth. Engng Fracture Mech., v.15, n° 3-4, p.343-90, 1981.
- [5] NAKASA, K. & TAKEI, H. Effect of specimen thickness on the crack propagation and crack branching in delayed failure. Engng fracture Mech., v.16, n° 3, p.387-92, 1982.
- [6] PUTATUNDA, S.K. & RIGSBEE, J.M. Influence of specimen size on the Crack-opening stretch zone. Mater. Sci. Engng, v.70, p.111-22, 1985.
- [7] WALLIN, K. The size effect in K_{IC} results. Engng Fracture Mech., v.22, n° 1, p.149-63, 1985.
- [8] LAI, M.O. & FERGUSON, W.G. Effect of specimen thickness on fracture toughness. Engng Fracture Mech, v.23, n° 4, p.649-59, 1986.
- [9] STARK, H.L. & IBRAHIM, R.H. Estimating fracture toughness from small specimens. Engng Fracture Mech., v.25, n° 4, p.395-401, 1986.
- [10] BAZANT, Z.P. et al. Size effect tests and fracture characteristics of aluminum. Engng Fracture Mech., v.26, n° 1, p.45-57, 1987.
- [11] CHANG, W. Applying similarity methods to fracture mechanics - measurement of fracture toughness K_{IC} , K_Q values by small-scale single specimen. Engng Fracture Mech., v.31, n° 5, p.807-16, 1988.

- [12] LUO, L.G. Effect of specimen geometry on ductile initiation CTOD_i using a direct method. Engng Fracture Mech., v.31, n° 2, p.349-56, 1988.
- [13] XIE, J. & SHI, Y.W. Effect of yield stress and specimen size on the position of fracture toughness peak (FTP) in J_i-a/w curves. Engng Fracture Mech., v.33, n° 6, p.907-12, 1989.
- [14] KOLEDNIK, O. & KUTLESA, P. On the influence of specimen geometry on the critical crack-tip-opening displacement. Engng Fracture Mech., v.33, n° 2, p.215-23, 1989.
- [15] CHANG, W. An improvement of applying similarity methods to fracture mechanics - measurement of fractures toughness K_{IC} , K_Q values by small-scale single specimen. Engng Fracture Mech., v.36, n° 2, p.313-20, 1990.
- [16] MAO, X Influence of specimen size on I-II mixed mode fracture, fracture toughness J_{IC} and plastic dissipation with crack growth dW_p/da. Engng Fracture Mech., v.38, n° 4/5, p.241-54, 1991.
- [17] RITTER, J.C. A modified thickness criterion for fracture toughness testing. Engng Fracture Mech. v.9, p.529-40, 1977.
- [18] HOLT, D.L.; KHOR, P.S. & LAI, M.O. The relation between the fracture toughness of plates and the thickness of the shear lips. Engng Fracture Mech., v.6, p.307-13, 1974.
- [19] LAI, M.O. & FERGUSON, W.G. Relationship between the shear lip size and the fracture toughness. Mater. Sci. Engng, v.45, p.183-88, 1980.
- [20] ASM - Metals Handbook - Ductile to brittle fracture transition, In: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8^a ed, Metals Park, Ohio, 1975, p.44-56.
- [21] HERTZBERG, R.W. Transition temperature approach to fracture control, in: Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, 3^a ed, John Wiley & Sons, 1989, p.325-52.

- [22] DIETER, G.E. Efeitos de entalhe, in: Metalurgia Mecânica, 2ª ed. /// Trad A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.241-44.
- [23] REED-HILL, R.E. O efeito do estado de tensões; in: Princípios de Metalurgia Física, 2ª ed, /// Trad Frankin Evrard (supervisor), Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982, p.660-62.
- [24] ASM - Metals Handbook - Ductile and brittle fractures, in: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.61-87.
- [25] DIETER, G.E. Comportamento dúctil e frágil, in: Metalurgia Mecânica, 2ª ed. /// Trad. A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981, p.7-8.
- [26] AMS - Metals Handbook - Toughness and fracture mechanics, in: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.30-44.
- [27] REED-HILL, R.E. Medição da tenacidade à fratura, in: Princípios de Metalurgia Física, 2ª ed. /// Trad. Francklin Evrard (supervisor), Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982, p.681-88.
- [28] COUTINHO, C.B. Mecânica da fratura, in: Materiais Metálicos para Engenharia, Belo Horizonte(MG), Fundação Christiano Ottoni, 1993, p.139-52.
- [29] ASM - Metals Handbook - Characteristics the ductile and brittle fractures, in: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8ª ed., Metals Park, Ohio, 1975, p.87-94.
- [30] BROEK, D. Plane stress versus plane strain, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4ª ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.110-13.
- [31] BROEK, D. Plastic constraint factor, in: Elementary engineering fracture mechanics, 4ª ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.113-5.
- [32] BROWK, D. The shape of the plastic zone, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4ª ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.104-10.
- [33] MEYERS, M.A. & CHAWLA, K.K. Correção para zona plástica, in: Princípios de Metalurgia Física, São Paulo, Edgard Blücher, 1982, p153-56.

- [34] HAHN, G.T. & ROSENFELD, A.R. Experimental determination of plastics constraint ahead of a sharp crack under plane-strain conditions. ASM Trans., v.59, 1966, p.909-19.
- [35] BROEK, D. The thickness effects, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4^a ed., Martinis Nijhoff Publishers, 1986, p. 208-17.
- [36] ALLEN, F.C. Effects of thickness on the fracture toughness of 7075 aluminium in the T6 and T73 conditions. ASTM STP 486, p.16-38, 1971.
- [37] Feddersen, C.E. et al. An experimental and theoretical investigation of plane stress fracture of 2024 - T351 Al-alloy, Battelle Columbus rept., 1970.
- [38] BROEK, D. The thickness effects, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4^a ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.116-20.
- [39] BROEK, D. Applicability, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4^a ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.190-3.
- [40] BROWN, W.F. & SRAWLEY, J.E. Plane strain crack toughness testing of high strength meralic materials. ASTM STP 410, p.16, 1966.
- [41] BROEK, D. Size requeriments, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4^a ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.184-6.
- [42] MEYERS, M.A. & CHAWLA, K.K. A variação da tenacidade à fratura com a espessura, in: Princípios de Metalurgia Física, São Paulo, Edgard Blücher, 1982, p. 156-8.
- [43] ____ Influence of heat treatment on mechanical properties of 300M steel. Technical Support Package for NASA Tech Brief 75-10271 (MSC-14792), TSP75-10271.
- [44] YOUNGBLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A., v.8A, p.1439-48, Sept. 1977.
- [45] PARKER, E.R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology, and mechanical properties of alloy steels. Metall. Trans. A, v.8A, p.1025-42, July 1977.

- [46] HORN, R.M. & RITCHIE, R.O. Mechanisms of tempered martensite embrittlement in low alloy steels. Metall. Trans. A, v.9A, p.1039-53, Aug. 1978.
- [47] MEYERS, M.A. & CHAWLA, K.K. Ensaio de tenacidade à fratura, in: Princípios de Metalurgia Física, São Paulo, Edgard Blücher, 1982, p.158-62.
- [48] MATAKE, T. & IMAI, Y. Pop-in behavior induced by interaction of cracks. Engng Fracture Mech., v.9, 1977, p.17-24.
- [49] MANDORINI, V.; GHELARDONI, E & TRIBUNO, C. Acoustic energy during pop-in crack propagation. Engng Fracture Mech., v.15, n° 3-4. p.255-73, 1981.
- [50] BROEK, D. Non linearity, in: Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4^a ed., Martins Nijhoff Publishers, 1986, p.186-90.

CAPÍTULO 9

A INFLUÊNCIA DO "HEAT TINTING"

- Considerações Iniciais
- A Detecção do Problema
- Relaxação das Tensões Residuais
- Alterações Microestruturais
- Estabilização da Austenita Retida
- Conclusões
- Referências Bibliográficas

9.1. Considerações Iniciais

Nos ensaios de tenacidade à fratura, a pré-trinca é normalmente gerada por fadiga a partir de um entalhe iniciador no corpo de prova. O comprimento inicial da trinca (a_0), usado nos modelos matemáticos, precisa evidentemente ser medido. Como mostrado na figura 2.10, o comprimento inicial da trinca é definido a partir da soma do comprimento do entalhe mais o comprimento da pré-trinca de fadiga. Para efetuar essa medida é necessário que a pré-trinca de fadiga seja claramente identificada sobre a superfície de fratura. Normalmente, para este fim, é selecionado um dos seguintes métodos:

- líquidos penetrantes;
- extensão das estrias de fadiga;
- "heat tinting".

As normas da ASTM E 813/90 e 1290/89 desaconselham o uso de líquidos penetrantes. Recomendam, no caso de ligas de alumínio, a medida da extensão das estrias de fadiga, enquanto que, para os aços e ligas de titânio, recomendam um ataque térmico ("heat tinting"), a 573K por cerca de 10 minutos. Porém, em ambas as normas, tais recomendações são feitas com o propósito de facilitar a medida do crescimento estável da trinca (Δa). Elas não mencionam de maneira clara o que fazer para melhorar a visualização da pré-trinca de fadiga, com o intuito de viabilizar medidas mais acuradas.

Para o material em questão, o aço 300M, a pré-trinca de fadiga não foi facilmente identificada sobre a superfície de fratura. Assim, algumas providências foram tomadas para facilitar as medidas. Numa primeira fase as três técnicas citadas foram avaliadas, mas a única que apresentou resultados satisfatórios foi a do "heat tinting". Esse ataque térmico, foi utilizado como um artifício para tornar mais fácil a visualização da pré-trinca de fadiga sobre a superfície de fratura. Alguns pesquisadores têm informado que praticam o "heat tinting" após a ruptura completa do corpo de prova. Todavia, procedendo desta forma, no presente trabalho, não foi possível obter bons resultados. De modo que, o "heat tinting" foi praticado após a geração da pré-trinca de fadiga, e antes do ensaio de tenacidade à fratura propriamente dito. A técnica empregada consistiu em oxidar a superfície da pré-trinca recorrendo-se à combinação adequada de tempo e temperatura.

9.2. A Detecção do Problema

Em ensaios preliminares, observou-se uma pequena variação de dureza (de 3 a 5%), porém sistemática, entre os corpos de prova submetidos e não submetidos ao "heat tinting"; somente nas condições como-temperadas. O fato da variação de dureza ser sistemática, como mostra a tabela 9.1., chamou a atenção. Os corpos de prova submetidos ao "heat tinting" sempre apresentaram dureza ligeiramente menor.

Este comportamento despertou a curiosidade de se saber se a influência do "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura é significativa. Para este propósito foi elaborado um programa de ensaios constituído de dois grupos de corpos de prova, compreendendo todas as condições como temperadas. Todos os corpos de prova, de um dos grupos, foram submetidos ao "heat tinting" (423K durante 10 minutos); e o outro não.

Poderia ser formulado um questionamento quanto à validade de tal procedimento. A finalidade do "heat tinting" (marcação por oxidação) é facilitar a visualização da pré-trinca de fadiga sobre a superfície de fratura, de modo a possibilitar realizar-se medidas com maior confiança. Se não se recorre a esta técnica, certamente a observação da pré-trinca fica muito mais difícil, então como ter confiança sobre as medidas efetuadas; a ponto de se fazer análise de juízo quanto a influência do "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura?

Um fato, os corpos de prova que não foram submetidos à marcação por oxidação, a medição do comprimento da pré-trinca foi mais laboriosa e lenta. Porém, isto não significa que as medidas não puderam ser realizadas com suficiente precisão. No microscópio, com um ângulo de iluminação adequado, pôde-se identificar a interface das duas superfícies de fratura, resultantes dos carregamentos cíclico e monotônico. Além disso, cabe observar que a superfície de fratura dos corpos de prova, que não foram submetidos a "heat tinting" foi completamente plana, ou seja, sem fratura oblíqua ("shear lip"). Então é razoável supor que a frente da trinca era plana. De fato, a primeira avaliação do comprimento da trinca inicialmente realizada sobre a superfície lateral do corpo de prova, antes da fratura, apresentou uma boa concordância com as medidas realizadas sobre

Tabela 9.1. Variações de dureza das amostras na condição-como temperada em virtude do "heat tinting".

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	DUREZA [HV _{61/30}]	
	sem "heat tinting"	com "heat tinting"
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MA	680 (5)	652 (8)
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MA	695 (18)	675 (15)
AUST. - 1373K RESF. - AR AÇO - 300MA	640 (18)	614 (12)
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MB	675 (10)	640 (11)
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MB	685 (14)	645 (6)

a superfície de fratura. A figura 9.1. ilustra de maneira esquemática, as situações de frente plana e curva, com as respectivas relações entre as medidas da trinca inicial realizadas sobre a superfície lateral do corpo de prova e superfície de fratura.

Outro fato que reforçou a suspeita de que existe uma significativa influência do "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura foi o comportamento dos diagramas carga x COD. É claro que estes diagramas por si só não representam a tenacidade à fratura, mas considerando que os corpos de prova tinham a mesma configuração geométrica e as mesmas medidas nominais, a análise comparativa entre eles, sem dúvida, reflete a tendência da tenacidade à fratura.

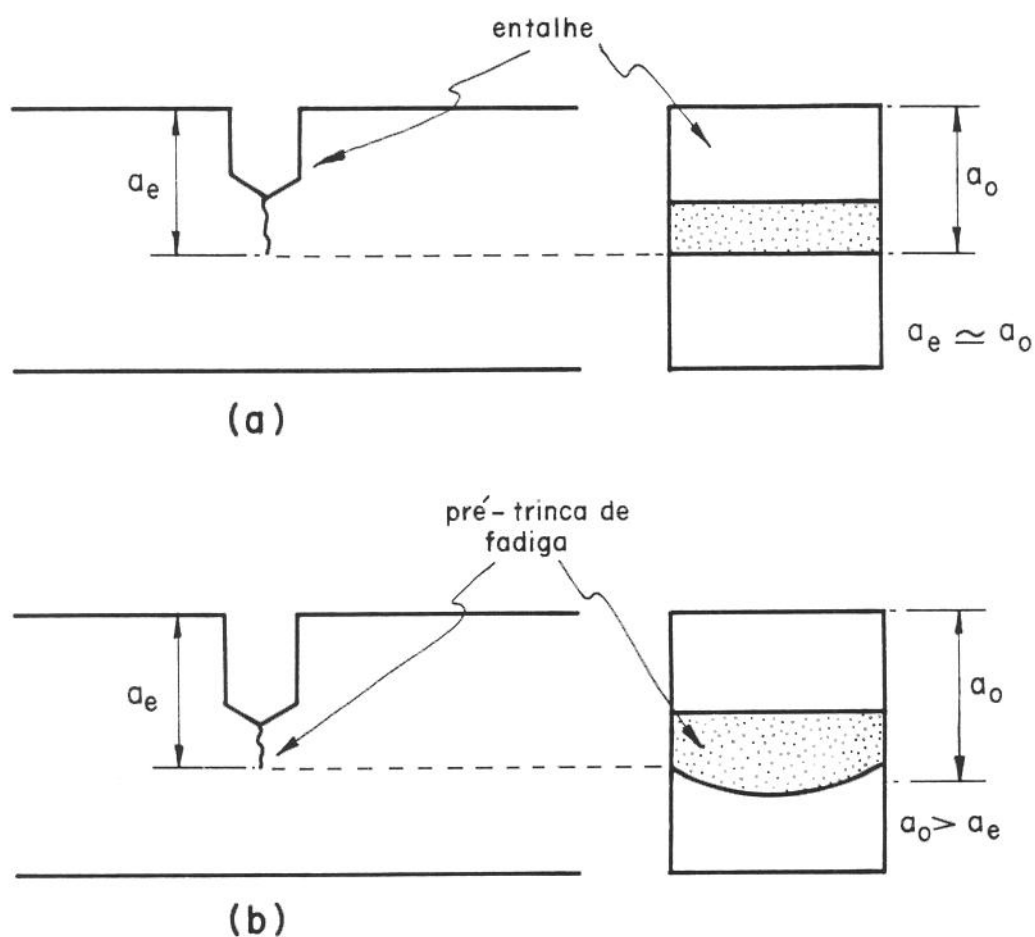
Após os ensaios, sobre os diagramas carga x COD, foram aplicados dois critérios para calcular os parâmetros de tenacidade à fratura. O CTOD crítico foi calculado com base na norma ASTM E-1290/89, enquanto o fator de intensificação de tensões crítico foi obtido através da ASTM E-399/90. Os resultados obtidos encontram-se, respectivamente, nas tabelas 9.2 e 9.3.

A análise comparativa entre os valores, para ambos os parâmetros, deixa evidente a grande influência exercida pelo "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura. Os corpos de prova que tiveram as pré-trincas marcadas por oxidação apresentaram valores de tenacidade à fratura bem maiores, quando comparados com os valores dos corpos de prova não submetidos ao "heat tinting". Percentualmente, o aumento variou com a condição de tratamento térmico e com o tipo de parâmetro de tenacidade à fratura tomado como referência. No caso do K_{IC} o aumento variou entre 42% e 77%, enquanto que para o $CTOD_C$ o aumento foi entre 85% e 102%.

O maior aumento observado nos valores do $CTOD_C$ sugere que o comportamento plástico dos corpos de prova foi também afetado. De fato, nas amostras como-temperadas, não submetidas ao "heat tinting", a quantidade de fratura oblíqua foi insignificante (veja figura 8.12), porém, para as amostras submetidas ao "heat tinting" a quantidade de fratura oblíqua variou entre 5 a 8%, como mostra a tabela 9.4.

A influência do "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura talvez seja uma das justificativas para as grandes variações nos valores dessa propriedade, encontrados na literatura, para o aço 300M na condição como-temperada. A tabela 9.5 apresenta de

maneira comparativa os valores de tenacidade à fratura obtidos neste trabalho, com os determinados por outros pesquisadores.



a_o - comprimento da trinca inicial medido sobre a superfície de fratura.

a_e - comprimento da trinca inicial medido sobre a superfície lateral do corpo de prova.

Figura 9.1. Comportamento da frente da pré-trinca. (a) frente plana; (b) frente convexa.

Tabela 9.2. Valores do CTOD_c de corpos de prova como-temperados, submetidos e não submetidos ao "heat tinting".

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	CTOD _c [μm]		aumento [%]
	sem "heat tinting"	com "heat tinting"	
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	3,27	6,06	85
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	4,92	9,27	88
AUST. - 1373K RESF. - AR AÇO - 300M\A	5,81	10,90	88
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	3,29	6,27	90
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	4,87	9,86	102

Tabela 9.3. Valores do fator de intensificação de tensões crítico de corpos de prova como-temperados, submetidos e não submetidos ao "heat tinting".

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]		aumento [%]
	sem "heat tinting"	com "heat tinting"	
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MA	33	57	73
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MA	47	71	51
AUST. - 1373K RESF. - AR AÇO - 300MA	50	71	42
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MB	33	58	76
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300MB	47	73	55

Tabela 9.4. Porcentagem de fratura oblíqua para corpos de prova como-temperados, submetidos e não submetidos ao "heat tinting"

	PORCENTEGEM DE FRATURA OBLÍQUA [%]	
CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	com “heat tinting”	sem “heat tinting”
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	5	-
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	6	-
AUST. - 1373K RESF. - AR AÇO - 300M\A	8	-
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	6	-
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	6	-

Tabela 9.5. Valores de K_{IC} para o aço 300M na condição como-temperada em óleo
(austenitização $\cong 1143\text{ K}$)

VALORES K_{IC} [MPa.m ^{1/2}]								
AÇO 300M\A		AÇO 300M\B		REFERÊNCIAS				
sem H.T.*	com H.T.	sem H.T.	com H.T.	[1]	[1]	[2]	[3]	[4]
33	57	33	58	40	47	43	32	35

* H.T. - "heat tinting"

Normalmente, a influência do "heat tinting" sobre a tenacidade à fratura é negligenciada. Talvez, por se tratar de uma recomendação de norma (ASTM E-1290/89 e E-813/90), onde nenhuma restrição é feita. Os valores de tenacidade à fratura geralmente são apresentados sem qualquer menção do tempo e da temperatura utilizados no "heat tinting".

A despeito de eventuais influências, resultantes de ligeiras variações na composição química e condições de têmpera, é razoável supor a discrepância entre os valores de tenacidade à fratura, apresentados na tabela 9.5., decorram de diferentes combinações de tempo e temperaturas utilizados no "heat tinting". Analisando a tabela 9.5, observa-se que os valores extraídos da literatura estão situados entre os valores de tenacidade à fratura obtidos, para os corpos de prova submetidos e não submetidos ao "heat tinting". Este fato, de certo modo era de se esperar, visto que, os corpos de prova utilizados tinham dimensões menores que as habituais. Portanto, a equalização da temperatura ao longo da seção dos corpos de prova deve ter ocorrido numa taxa maior.

Por este motivo, é natural que o "heat tinting" exerça um efeito maior em corpos de prova menores.

Uma vez constatado que o "heat tinting" afeta a tenacidade à fratura do aço 300M, o próximo passo foi tentar avaliar quais são causas que estão envolvidas com a ocorrência do fenômeno. Três hipóteses foram aventadas:

- alteração no estado de tensões residuais;
- alteração microestrutural;
- estabilização da austenita retida.

As seções subsequentes se destinam a analisar estes três tópicos.

9.3. Relaxação das Tensões Residuais

Genericamente, tensões residuais são tensões que podem existir nos materiais sem a atuação de cargas externas. Durante o processamento metálico é praticamente inevitável a ocorrência de tensões residuais macroscópicas (distribuídas numa grande região do material) e tensões residuais microscópicas (atuam numa microescala - grãos, precipitados, defeitos de ponto, discordâncias e defeitos planares) [5].

Várias técnicas têm sido utilizadas no estudo das tensões residuais, compreendendo técnicas experimentais [6-9] e métodos numéricos [10]. Mais recentemente, alguns pesquisadores [11-13] têm estudado o efeito das tensões residuais sobre o fator de intensificação de tensões.

A formação de tensões residuais em componentes submetidos a ciclos térmicos é complexa, em função dos fenômenos mecânicos, térmicos e metalúrgicos que podem estar envolvidos [14].

Quando uma peça de aço é temperada, ocorrem duas variações dimensionais: a contração térmica normal devido ao resfriamento e a expansão do metal quando ele se transforma de austenita para martensita. Sob essas condições, as alterações volumétricas podem produzir tensões externas muito elevadas [15]. Por isso as tensões residuais podem exercer grande influência sobre as propriedades mecânicas dos materiais.

Para tentar avaliar a possível influência da relaxação de tensões residuais, durante o "heat tinting", nos valores de tenacidade à fratura elaborou-se um programa de ensaios. Medidas de difração de raio-x foram realizadas nas amostras submetidas e não submetidas ao "heat tinting", todas na condição como-temperada (só nesta condição que o problema foi detectado). O propósito foi tentar avaliar se ocorre alteração nos níveis de tensões residuais entre as amostras, de modo a justificar o comportamento observado.

Infelizmente, devido a dificuldades operacionais, não foi possível realizar o número de medidas desejadas, bem como estabelecer a configuração das tensões residuais macroscópicas ao longo das seções dos corpos de prova. Os valores apresentados na tabela 9.6, referem-se a medidas superficiais a uma profundidade de aproximadamente 6 μm .

Entretanto, pode-se especular sobre a possível configuração das tensões residuais que se desenvolveram nos corpos de prova durante a têmpera. Quando uma peça é temperada, a superfície sempre se resfria mais rapidamente do que o núcleo, sofrendo primeiro a transformação martensítica. Assim, a superfície endurece com relação ao centro. Por outro lado, ocorre uma elevação do limite de escoamento com o decréscimo da temperatura. O desenvolvimento de tração na superfície, com relação ao núcleo da peça, depende do sinal da variação volumétrica resultante no interior da peça, após a têmpera da superfície. Se a expansão decorrente da transformação martensítica for maior que a contração térmica, a superfície estará sob tração e o centro sofrerá compressão. Tensões residuais de compressão na superfície e tração no núcleo ocorrem quando a contração térmica do núcleo, após a têmpera da superfície, excede a expansão martensítica. Qual dessas duas distribuições básicas de tensão resultará, dependerá das velocidades relativas de resfriamento da superfície e do núcleo, o que evidentemente é uma função do tamanho da peça e do meio de resfriamento. Quando a diferença entre as velocidades de resfriamento da superfície e do centro é apenas moderada, o centro está a uma temperatura somente um pouco maior que a da superfície quando esta tempera. A contração térmica das áreas centrais, após a têmpera da superfície, é então menor que a expansão devido à formação de martensita [15].

Tabela 9.6. Medidas das tensões residuais através da técnica de difração de raio-x.

CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO	TENSÕES RESIDUAIS [MPa.m ^{1/2}]	
	sem "heat tinting"	com "heat tinting"
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	380	310
AUST. - 1373K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\A	340	290
AUST. - 1143K RESF. - ÓLEO AÇO - 300M\B	400	320

Este é possivelmente o caso dos corpos de prova utilizados neste trabalho. Por serem de dimensões reduzidas, o gradiente de temperatura entre a superfície e o centro não deve ter sido muito pronunciado. Assim, a provável configuração das tensões residuais seja caracterizada por tensões de tração na superfície e de compressão no centro do corpo de prova, o que está, de certo modo, de acordo com os dados contidos na tabela 9.6.

A partir desta informação, não é possível estabelecer uma conexão contundente entre a distribuição de tensões resduais e os valores de tenacidade à fratura. Contudo, os resultados encontrados na tabela 9.6 sugerem que durante o "heat tinting" ocorre relaxação das tensões residuais. E isto, pode ter exercido alguma influência sobre a tenacidade à fratura.

9.4. Alterações Microestruturais

Brown et al. [16], estudaram a cinética de relaxação de tensões, durante o revenido, para alguns aços temperados. A figura 9.2 mostra a cinética de relaxação de tensões para um dos aços analisados. Uma das conclusões desse estudo, entre outras, foi de que a cinética do processo de relaxação de aços martensíticos tende a acompanhar os estágios de alterações estruturais do revenido. Sendo que a relaxação de tensões aumenta à medida que ocorre a formação e o crescimento do carboneto - ϵ e cementita. Eles constataram também que a relaxação de tensões residuais torna-se mais intensa à medida em que aumenta o teor de carbono do aço.

Considerando a relação existente entre a relaxação de tensões residuais e o revenido, e observando os resultados apresentados na tabela 9.6, é muito provável que tenham ocorrido alterações microestruturais durante o "heat tinting". Nestes termos, o "heat tinting" pode ser considerado como um revenido brando.

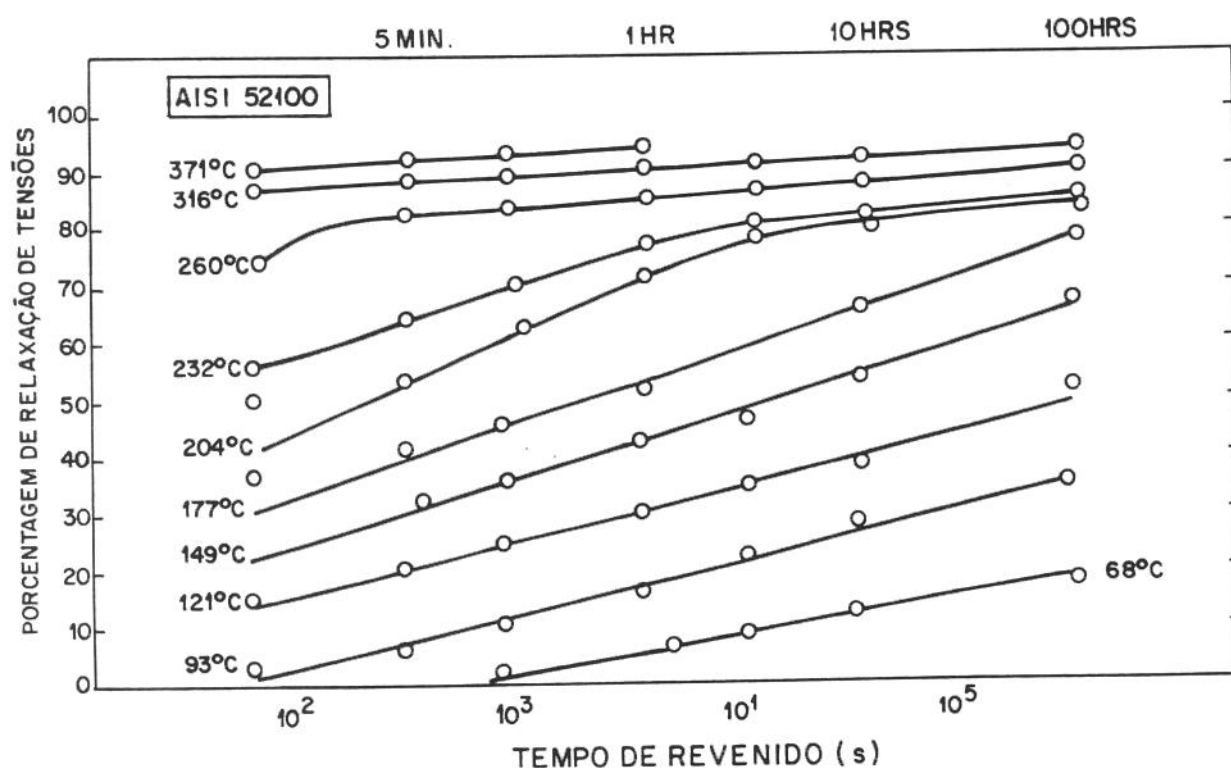


Figura 9.2. Cinética de relaxação de tensões em um aço 52100 temperado [16].

O revenido ocorre em alguns estágios bem conhecidos, com o primeiro estágio consistindo na formação de precipitados descontínuos de carbonetos de transição metaestáveis. Entretanto, antes de começar o primeiro estágio, existe um estágio inicial no qual ocorre precipitação de carbono sobre a rede de Discordâncias [17]. Vale ressaltar que alguns pesquisadores (Roberts/1953 e Werner/1957 - ambos citados na referência [18]) observaram que o primeiro estágio de revenido pode ser iniciado a partir da temperatura de 22°C.

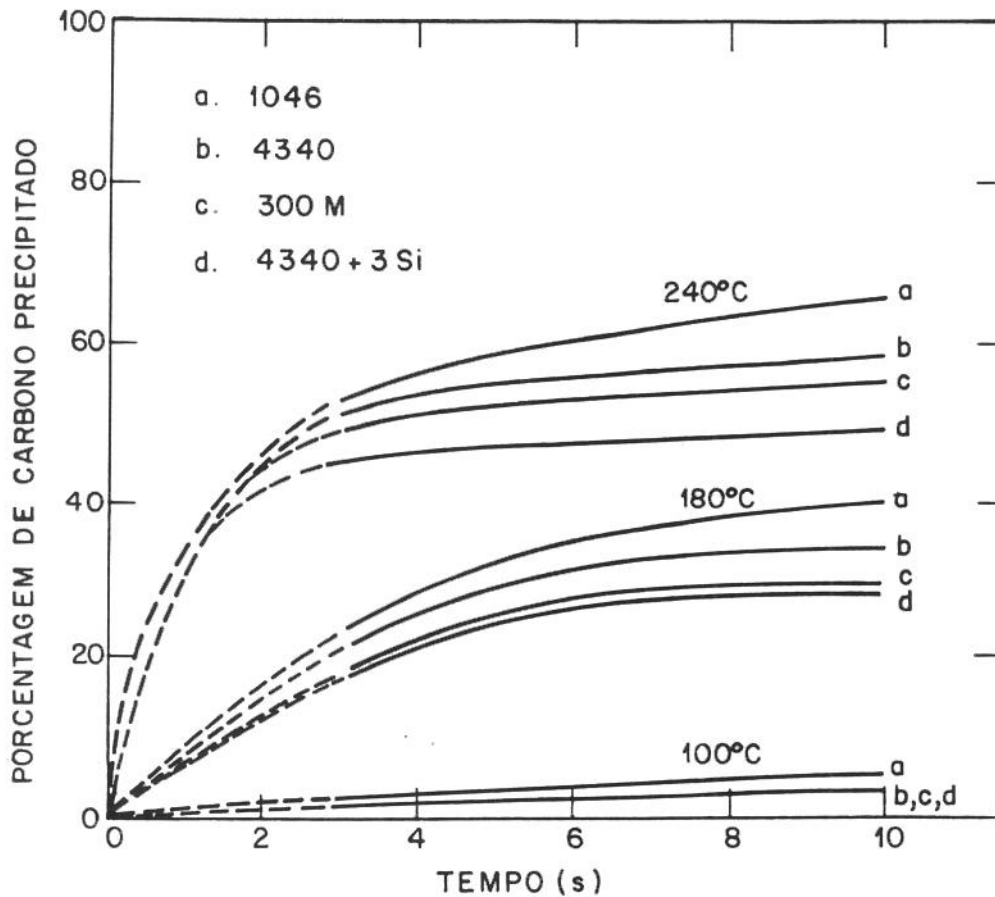


Figura 9.3. Porcentagem de carbono precipitado a partir da martensita x tempo, para diferentes temperaturas [3].

A cinética das reações iniciais do revenido tem sido estudada por vários pesquisadores, através de diferentes técnicas. Wilson e Owen (citados na referência [3]), estudaram aços com 1% de carbono contendo cromo (0 a 2,85%). Mediram as taxas de precipitação de carbono na faixa de temperatura de 50 a 196°C, pelo método de resistência elétrica. Eles observaram grandes alterações na resistência elétrica, nos primeiros 10 segundos, à temperatura de 120°C.

Parker [3], estudou a influência da temperatura sobre a precipitação de carbono nos aços AISI 11046, AISI 4340, 300M e AISI 4340 com 3% de Si. Os resultados estão mostrados graficamente na figura 9.3, para os primeiros 10 segundos de revenido a 100°C, 180°C e 240°C. Analisando esta figura, observa-se que a taxa de precipitação de carbono é extremamente elevada a 240°C, onde, aproximadamente, 50% da reação é completada nos primeiros 3 segundos. Para o aço 300M, a temperatura de 180°C, aproximadamente 30% de carbono se precipita após 10 segundos.

Neste trabalho, o "heat tinting" foi realizado a 150°C, durante 10 minutos. Ainda que não tenha sido avaliado a quantidade de carbono precipitado, é razoável supor que a grande variação dos valores de tenacidade à fratura esteja associada com mudanças microestruturais que ocorreram durante o "heat tinting" (precipitação de carboneto- ϵ).

9.5. Estabilização da Austenita Retida

A austenita retida é um produto remanescente de uma transformação incompleta, a qual pode coexistir com a martensita em muitos aços temperados e revenidos. Uma certa quantidade de austenita pode ser sempre esperada em microestruturas temperadas, principalmente em aços ligados contendo mais do que 0,4% C [19].

No presente trabalho, como apresentado na tabela 3.9, a austenita retida sempre esteve presente nas amostras como-temperadas.

Tem sido informado por alguns pesquisadores [20,21] que a presença de austenita retida pode ter um efeito benéfico sobre a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência. Apesar de existir uma série de aspectos controvertidos relacionados com o assunto, aparentemente existe consenso de que a melhora da tenacidade à fratura está associada com a estabilidade mecânica da austenita retida. Miihkinen e Edmonds [22], observaram que a tenacidade à fratura melhora com o aumento da estabilidade mecânica da austenita.

Horn e Ritchie [4] estudaram a importância da estabilidade mecânica da austenita retida sobre a tenacidade à fratura de aços de ultra-alta resistência mecânica. Após a realização dos ensaios de tração convencional, em corpos de prova de aço 300M, mediram a quantidade de austenita retida pela técnica de saturação magnética. Eles observaram que a austenita retida em estruturas como-temperadas possui baixa estabilidade mecânica. Contudo, constataram que a estabilidade mecânica da austenita retida aumenta com temperatura de revenido, até um determinado ponto.

A austenita retida com baixa estabilidade mecânica, sob carregamento, pode sofrer transformação de fase induzida por tensão, resultando na formação de martensita não-revenida, com consequente degradação da tenacidade à fratura.

A transformação da austenita em martensita ocorre através de uma alteração que envolve cisalhamento da rede cristalina. Por isso, é de se esperar que todos os fatores que provocam aumento da tensão resolvida crítica (tensão necessária para provocar o escoamento plástico) da austenita favoreçam a inibição da transformação austenita - martensita [23]. Como o limite de escoamento da austenita aumenta com o teor de carbono, pode-se esperar também um aumento da estabilidade mecânica da austenita retida.

Tem sido constatado que através do controle da composição química e tratamentos térmicos adequados, pode-se aumentar a estabilidade mecânica da austenita retida. A estabilidade mecânica está em parte associada com o teor de carbono da austenita retida. Portanto, elementos de liga e tratamentos térmicos que favorecem o

enriquecimento da austenita de carbono contribuem para aumentar a estabilidade mecânica deste constituinte [24].

A estabilização da austenita retida depende do tempo e da temperatura de tratamento. Um aquecimento a uma dada temperatura permite que ocorra relaxação plástica pela movimentação de discordâncias e também para que haja ancoragem das discordâncias pelos átomos de carbono.

O revenido favorece a estabilização da austenita retida. Quando a austenita está estabilizada as tensões necessárias para provocarem a transformação mecânica austenita- martensita são mais elevadas [18].

A permanência por alguns minutos a 200°C é suficiente para estabilizar a austenita retida de um aço, enquanto que é necessário alguns dias à temperatura ambiente para estabilizar a mesma quantidade e, algumas vezes é provável que isto não ocorra a esta temperatura. [25].

Como mostrado por Parker [3] (veja figura 9.3) o aquecimento do aço 300M, a temperaturas moderadamente baixas, provoca significativa difusão atômica de carbono num período de tempo relativamente curto. Sendo assim, é provável que durante o "heat tinting" a austenita retida tenha se enriquecido de carbono, aumentando a sua estabilidade mecânica. Sem dúvida, esta é uma explicação plausível para justificar, pelo menos em parte, a grande diferença nos valores de tenacidade à fratura, observada entre as amostras submetidas e não submetidas ao "heat tinting".

9.6. Conclusões

A influência do "heat tinting" sobre a dureza, de corpos de prova na condição como-temperada, é relativamente pequena. Observou-se uma redução de dureza de 3 a 5%, nas amostras submetidas a este tratamento. Entretanto, o "heat tinting" exerceu uma expressiva influência sobre a tenacidade à fratura. O aumento porcentual desta propriedade, para as amostras submetidas ao "heat tinting", foi de 50 a 70% para K_{IC} , e de 85 a 100% para $CTOD_C$, quando comparado com os valores das amostras não submetidas a este ataque térmico.

A grande discrepância observada sobre a influência do "heat tinting" nas propriedades de dureza e tenacidade à fratura, deixou claro que, destas propriedades, a tenacidade à fratura é muito mais sensível a alterações microestruturais.

O efeito do "heat tinting" na tenacidade à fratura é complexo. É possível que pelo menos três fenômenos estejam envolvidos: relaxação das tensões residuais, alterações microestruturais e estabilização da austenita retida.

Apesar da condição como-temperada não ser de interesse prático, esta constatação merece atenção, pois, é comum aparecer em trabalhos de caráter mais acadêmico valores de tenacidade à fratura a partir desta condição de tratamento térmico.

Assim, com base nos resultados obtidos, recomenda-se que nos ensaios de tenacidade à fratura, de corpos de prova na condição como-temperada, a técnica do "heat tinting", como empregada neste trabalho, não seja utilizada para marcar a pré-trinca de fadiga.

Referências Bibliográficas

- [1] _____. Influence of heat treatment on mechanical properties of 300M steel. Technical Support Package for NASA Tech Brief (MSC-14792) , TSP75-10271.
- [2] YOUNGBLOOD, J.L. & RAGHAVAN, M. Correlation of microstructure with mechanical properties of 300M steel. Metall. Trans. A, v.8A, p.1439-48, Sept. 1977.
- [3] PARKER, E.R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology, and mechanical properties of alloy steels. Metall. Trans. A, v.8A, p.1025-42, July 1977.
- [4] HORN, R.M. & RITCHIE, R.O. Mechanisms of tempered martensite embrittlement in low alloy steels. Metall. Trans. A, v.9A, p.1039-53, Aug. 1978.
- [5] ANTUNES, A.E.B. Tensões residuais em metais, conceitos e definições, V Seminário ADUNESP, Guaratinguetá, outubro de 1984, p.1-19.
- [6] PRÜMMER, R.A. Basic principles and applications of x-ray analysis of residual stress. Kerntechnik B, v.13, nº 2, p.68-77, 1971.
- [7] BENSON, D.K. Residual stress measurement in steels using a chemical etchant. Metall. Trans. A, v.3, p.2547-50, Sept. 1972.
- [8] PINTSCHOVIVUS, L. e JUNG, V. Residual stress measurements by means of neutron diffraction. Mater. Sci. Engng, v.61, p.43-50, 1983.
- [9] FEJA, K.; HAUKE, V.; KRUG, W.K. & PINTSCHOVIVUS, L. Residual stress evaluation of a cold-rolled steel strip using x-rays and a layer removal technique. Mater. Sci. Engng, v.92, p.13-21, 1987.
- [10] BOYER, J.C. & BOIVIN, M. Numerical calculations of residual-stress relaxation in quenched plates. Mater. Sci. Technol., v.1, p.786-92, Oct. 1985.
- [11] MISHRA, A; SINGH, M.C. & GEETA AGNIHOTRI. Three dimensional stress analysis of a cracked plate in the presence of residual stress field. Engng Fracture Mech., v. 34, nº 4, p.861-81, 1989.

- [12] SHUM, D.K.M. & HUANG, Y.Y. Fundamental solutions for microcracking induced by residual stress. *Engng Fracture Mech.*, v.37, n° 1, p.107-17, 1990.
- [13] TORIBIO, J. et al. Stress intensity factor solutions for a cracked bolt under tension, bending and residual stress loading. *Engng Fracture Mech.*, v.39, n° 2, p.359-71, 1991.
- [14] ANTUNES, A.E.B. Aspectos da transformação martensítica sobre a formação de tensões residuais numa soldagem simulada. *Metalurgia-ABM*, v.42, n° 343, p.385-8, Junho 1986.
- [15] REED-HILL, R.E Trincas de têmpera, in: *Princípios de Metalurgia Física* /// Trad Franklin Evrard (supervisor), 2ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982, p.618-20.
- [16] BROWN, R.L.; RACK, H.J. & COHEN, M. Stress relaxation during the tempering of hardened steel. *Mater. Sci. Engng*, v.21, p.25-34, 1975.
- [17] HONEYCOMBE, R.W.K. O revenido dos aços carbono, in: *Aços - Microestrutura e Propriedades* /// Trad M. Amaral Fortes e A. Cabral Ferro, Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkran, 1984, p.201-11.
- [18] NEU, R.W. & SEHITOGLU, H. Transformation of retained austenite in carburized 4320 steel. *Metall. Trans. A*, v.22A, p.1491-500, July 1991.
- [19] JATCZACK, C.I. Retained austenite and its measurement by x-ray diffraction. *SAE Transactions*, v.89, DOC 800426, p.1657-75, 1980.
- [20] LAI, G.Y. et al. The effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. *Metall. Trans. A*, v.5, p.1663-70, July 1974.
- [21] LAI, G.Y. On high fracture toughness of coarse-grained AISI 4340 steel. *Mater. Sci. Engng*, v.19, p.153-6, 1975.
- [22] MIIHKINEN, V.T.T. & EDMONDS, D.V. Fracture toughness of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon. *Mater. Sci. Technol.*, v.3, p.441-9, June 1987.

- [23] HONEYCOMBE, R.W.K. A morfologia das martensitas ferrosas, in: Aços - Microestruturas e Propriedades. /// Trad. M. Amaral Fortes e A. Cabral Ferro, Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1984, p.128-34.
- [24] SAKUMA, Y. et al. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite -transformed steel and their variation with Si and Mn additions. Metall. Trans. A, v.22A, p.489-98, Feb. 1991.
- [25] COLOMBAROLI, W. Austenita residual - Estudo da sua formação, transformação e estabilização. Metalurgia-ABM, v.26, n° 148, p.213-29, março 1970.

CAPÍTULO 10

CONSIDERAÇÕES FINAIS

10.1.Considerações Finais

Em decorrência dos vários estudos realizados, pode-se formular as seguintes considerações de caráter geral, com respeito aos materiais e métodos empregados:

- O titânio, encontrado em quantidades diferenciadas (40 ppm e 150 ppm) nos dois aços 300M, não exerceu qualquer efeito significativo sobre as propriedades mecânicas. O comportamento mecânico é essencialmente idêntico, quando os dois aços são comparados nas mesmas condições de tratamento térmico. A ausência de qualquer influência significativa por parte do titânio, aparentemente, pode ser atribuída ao tamanho dos precipitados formados. Os precipitados ricos em titânio, apesar de estáveis termicamente, mostraram-se muito grosseiros. Assim, eles foram incapazes de produzir alterações microestruturais importantes e, conseqüentemente, não puderam afetar de modo apreciável as propriedades mecânicas dos aços.
- A temperatura de austenitização exerceu pouca influência sobre a dureza, o limite de resistência, limite de escoamento e coeficiente de encruamento. A austenitização a alta temperatura (1373 K), em lugar do tratamento térmico convencional (1143 K), produziu uma queda expressiva da ductilidade, ao longo de toda faixa de revenido. A tenacidade à fratura (K_{IC} e $CTOD_c$) apresentou um comportamento mais complexo. A austenitização a 1373 K resultou em um aumento acentuado da tenacidade à fratura, para as condições como-temperada e temperada e revenido (até 603 K). Com a elevação da temperatura de revenido ocorreu uma inversão no comportamento da tenacidade à fratura. O efeito da temperatura de austenitização sobre a tenacidade à fratura está associado com as alterações metalúrgicas impostas por essa temperatura. Aparentemente, a melhora da tenacidade à fratura com a elevação da temperatura de austenitização se deve, sobretudo, à presença de austenita retida e/ou à dissolução de partículas de segunda fase. Entretanto, é questionável o uso de altas temperaturas de austenitização para melhorar a tenacidade à fratura dos aços de ultra-alta resistência, similares ao 300M. Os benefícios obtidos com a alteração do tratamento térmico convencional precisam ser cuidadosamente analisados e contrabalanceados com a degradação de outras propriedades mecânicas.

- O mecanismo que conduz à FMR é demasiadamente complexo. Aparentemente, a FMR não pode ser atribuída a um único fator como a precipitação de cementita intra-ripa, decomposição de austenita retida ou segregação de impurezas. O fenômeno resulta da interação mútua entre esses fatores. Todavia, o grau de influência de cada um desses fatores depende da condição de tratamento térmico. A temperatura de austenitização interfere no comportamento da FMR do aço. Quando austenitizado a alta temperatura (1373K), a FMR foi manifestada pela redução acentuada da tenacidade à fratura, sendo que, o valor mínimo ocorreu por volta de 703K. Neste caso, a selha de K_{IC} foi profunda. Por outro lado, quando austenitizado a 1143K, a selha de K_{IC} foi muito superficial. Entretanto, o patamar de tenacidade à fratura (revenido entre 473K a 703K), diante do contínuo amolecimento da matriz, foi interpretado como um indício de fragilização. A temperatura de austenitização também interferiu no caminho de propagação da trinca. É importante observar que a degradação da tenacidade à fratura revela a presença de agentes fragilizantes, enquanto que, o caminho seguido pela trinca revela a localização desses agentes. O modo de fratura foi transgranular, para o aço austenitizado a 1143K, e intergranular, para o aço austenitizado a 1373K. Aparentemente, com a elevação da temperatura de austenitização (1373K), aumentaram as quantidades de fósforo e austenita retida nos contornos de grão. Assim, quando ocorreu a precipitação de filmes de cementita, a partir da austenita retida, foi ativada a fratura intergranular. A presença do fósforo nos contornos de grão da austenita prévia, segregado durante a austenitização, acentuou o processo de fragilização. De modo que, a ação sinérgica entre o fósforo e os filmes de cementita forneceu um caminho de fácil propagação de trinca pelos contornos de grão. Para o aço austenitizado a 1143K, a fratura transgranular ocorreu de maneira mista, consistindo essencialmente de microcavidades e clivagem. A fratura por microcavidades resultou da propagação de trinca intra-ripa. O trabalho de fratura foi reduzido devido à redução do espaçamento entre as partículas de cementita e/ou segregação de impurezas na interface/matriz (rejeição de impurezas pelos carbonetos). A fratura por clivagem, por sua vez, resultou da propagação de trinca pelas camadas de martensita não-revenida, formadas a partir da transformação mecânica de filmes de austenita retida empobrecida de carbono. Os eventos críticos que acarretam na FMR aparentemente são três: precipitação da cementita a partir da martensita, transformação térmica da austenita e segregação de impurezas. De modo que, para atenuar o problema da FMR é necessário: retardar a precipitação da cementita, aumentar a estabilidade térmica da austenita e evitar a segregação de impurezas.

- O comportamento anômalo da tenacidade demonstra que , pode ser inadequado julgar o mérito de uma microestrutura baseado somente no valor da tenacidade à fratura. Já está bem documentado que a tenacidade, além da microestrutura, depende também do raio de pontas do entalhe, ou melhor, do estado de tensões. Nestes termos, pode ser posto que, a tenacidade à fratura é um parâmetro de avaliação microestrutural de mérito muito específico, ou seja, mede apenas a resistência à fratura do material à frente de uma trinca aguda. Tudo indica que o julgamento do mérito microestrutural torna-se mais consistente quando os resultados apurados em ambos os ensaios, tenacidade à fratura e Charpy, são considerados.
- Quando a zona de processamento da fratura é menor do que o tamanho de grão da austenita prévia, a influência deste parâmetro microestrutural, no processo de fratura, é menos pronunciada. Ou seja, a tenacidade à fratura (K_{IC}) tende a ser muito pouco afetada pelo tamanho de grão.

Apesar de alguns corpos de prova utilizados não obedecerem ao requisito de espessura recomendado pela ASTM E-399/90, este critério foi aplicado sobre os diagramas carga-COD obtidos durante a realização dos ensaios. Contrariando a expectativa, os valores de tenacidade à fratura, assim obtidos, mostraram-se próximos dos valores de K_{IC} encontrados na literatura, para condições semelhantes de tratamento térmico. Aparentemente, o comportamento observado pode ser atribuído aos fatores associados com registro dos diagramas de carga-COD. Como a sensibilidade foi adequada pode-se sempre detectar o início do crescimento de trinca sob uma condição de deformação plana. Normalmente, a carga utilizada para calcular o fator de intensificação de tensões crítico sempre estava associada à ocorrência do “pop-in”. Embora a ASTM E-399/90 admita a utilização da carga associada com o “pop-in” para o cálculo de K_{IC} , ela não faz recomendações para melhorar a visualização deste fenômeno sobre o diagrama carga-COD. Dependendo da sensibilidade utilizada durante o ensaio o “pop-in” pode não ser visível. Vale ressaltar que o conceito da reta secante, estabelecido pela ASTM E-399,

permite definir a carga crítica para iniciar a propagação de trinca, quando o “pop-in” não é visível. A proposição de que, quando existe sensibilidade suficiente para detectar o primeiro “pop-in”, o critério de espessura recomendado pela ASTM E-399 pode ser relaxado, é razoável. Visto que a carga do “pop-in” está relacionada com o início de crescimento da trinca sob uma condição de deformação plana.

- A influência do "heat tinting" sobre a dureza, de corpos de prova na condição como-temperada, é relativamente pequena. Observou-se uma redução de dureza de 3 a 5%, nas amostras submetidas a este tratamento. Entretanto, o "heat tinting" exerceu uma expressiva influência sobre a tenacidade à fratura. O aumento porcentual desta propriedade, para as amostras submetidas ao "heat tinting", foi de 50 a 70% para K_{IC} , e de 85 a 100% para $CTOD_C$, quando comparado com os valores das amostras não submetidas a este ataque térmico. A grande discrepância observada sobre a influência do "heat tinting" nas propriedades de dureza e tenacidade à fratura, deixou claro que, destas propriedades, a tenacidade à fratura é muito mais sensível a alterações microestruturais. Assim, com base nos resultados obtidos, recomenda-se que nos ensaios de tenacidade à fratura, de corpos de prova na condição como-temperada, a técnica do "heat tinting", como empregada neste trabalho, não seja utilizada para marcar a pré-trinca de fadiga.