

RODRIGO FAVERET SIGNORELLI

OBTENÇÃO DE GRÃO ULTRAFINO EM AÇO DE ROLAMENTO

São Paulo  
2008

RODRIGO FAVERET SIGNORELLI

OBTENÇÃO DE GRÃO ULTRAFINO EM AÇO DE ROLAMENTO

Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade de  
São Paulo

São Paulo  
2008

RODRIGO FAVERET SIGNORELLI

**OBTENÇÃO DE GRÃO ULTRAFINO EM AÇO DE ROLAMENTO**

Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da  
Universidade de  
São Paulo.

Área de concentração:  
Engenharia Metalúrgica e de  
Materiais

Orientador: Prof. Livre-Docente  
Hélio Goldenstein

São Paulo  
2008

## AGRADECIMENTOS

Ao professor Hélio Goldenstein, pela orientação e pelo constante apoio durante todo o trabalho.

Ao Dr. Prof. Wanderson Santana da Silva por todo o suporte durante a execução do presente trabalho e a todos os envolvidos direta ou indiretamente.

Ao Msc. Wander Gomes da Silva por possibilitar visita à INA – Schaeffler Group, além de fornecer material para a execução do trabalho.

## RESUMO

Neste trabalho desejou-se estudar o desenvolvimento de aços de grão ultrafino, através de testes laboratoriais e revisão bibliográfica. Por possuírem característica tão especial como grãos ultrafinos, apresentam propriedades peculiares. Tais propriedades podem ser interessantes para indústria fabricante de aço-rolamento. As experiências realizadas pelo aluno partem de um tratamento térmico não convencional do aço AISI 52100, seguida de análise dos tamanhos de grão, distribuição e morfologia da cementita, através de microscopia eletrônica de varredura e metalografia óptica. Paralelamente, foi analisada a dureza dos aços de grão refinado, sendo estas comparadas com os dados da literatura. A importância deste estudo microestrutural se deve a relação entre tamanhos de grão e propriedades mecânicas, tais como resistência mecânica, dureza, tenacidade, elasticidade e ductilidade. Os resultados obtidos após a realização dos ensaios e observações microscópicas confirmam a relação citada acima. Este trabalho de formatura se insere nas atividades do Projeto Pronex-Temático FAPESP Proc. Nº2003/09919-5 “Processamento e Caracterização de Materiais de Alta Resistência Mecânica e ao Desgaste”.

Palavras-chave: Tamanho de grão. Aço-rolamento. Dureza.

## ABSTRACT

This paper intends to study the development of ultrafine grain steel through laboratorial tests and bibliographic research. Such characteristic as ultrafine grain structure provides to these group of steel peculiar properties. These properties are very interesting to the bearing steel fabricators. The experiences performed by the student starts from a non-conventional heat treatment of the steel AISI 52100, followed by grain size analysis and cementite distribution and refining using optical microscopy and scanning electronic microscopy. In parallel, the hardness of the fined grain steels was measured and compared to literature data. The importance of this microstructural study concerns to the relationship between grain size and mechanical properties, such as mechanical resistance, hardness, toughness, elasticity and ductility. Results obtained after performing of these tests and microscopic observations confirm the relationship said above. This graduation work is part of the project Pronex-Temático FAPESP Proc. Nº2003/09919-5 “Processamento e Caracterização de Materiais de Alta Resistência Mecânica e ao Desgaste”.

Keywords: Grain size. Bearing steel. Hardness.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 - Microscopias eletrônicas de varredura obtidas a partir de elétrons secundários para, respectivamente: (a) estado de entrega, (b) solubilizada a 1050oC por 1h e temperada em água.....21
- Figura 2 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material como recebido. Ferrita mais carbonetos. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.....23
- Figura 3 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado 1050oC e têmpera em água. Martensita em placas e austenita retida. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.....27
- Figura 4 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material somente após solubilização a 1050°C por 1 hora, têmpera em água, austenitização 800°C por 20 minutos e têmpera em água. A figura mostra o contorno dos antigos grãos austeníticos. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.....28
- Figura 5 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, revenido a 400°C, sub-zero. A figura mostra o contorno dos antigos grãos austeníticos. Estrutura de martensita revenida. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.....29
- Figura 6 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 0,5 hora. Esta amostra, conforme ressalva na pág.26, abaixo da tabela 1, sofreu austenitização a 800 °C por 20 minutos e têmpera em água. A micrografia acima se refere ao seu estado final. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.....30
- Figura 7 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 1 hora. Estrutura de martensita beneficiada. Figura alterada com software de imagem para facilitar a

visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	31
Figura 8 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 0,5 hora após subzero. Esta amostra, conforme ressalva na pág.26, abaixo da tabela 1, sofreu austenitização a 800 °C por 20 minutos e têmpera em água. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Campo escuro. Aumento: 1000X.....	32
Figura 9 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 1 hora após subzero. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	33
Figura 10 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material beneficiado solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiamento a 730°C por 0,5 hora. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	34
Figura 11 - Microscopias eletrônicas de varredura, obtida a partir de elétrons secundários para, respectivamente: (a) estado de entrega (amostra 1.1), (b) solubilizada (amostra (2.1), (c) beneficiamento 620°C (amostra 8.1) e (d) beneficiamento 730°C (amostra 9.1).....	35
Figura 12 - Gráfico que mostra a relação entre dureza e tamanho de grão (HV x D).....	37
Figura 13 - Gráfico que mostra a relação entre dureza e tamanho de grão (HV x D), neste caso, com as mesmas amostras utilizadas no gráfico da figura 12, exceto a amostra 2.1.....	38
Figura 14 - Esquema do forno montado para a realização do banho de sal.....	41
Figura 15 - Isopleta do aço 52100 utilizado no projeto. Os números acima das linhas representavam as respectivas fases que passam a se formar abaixo da linha. 1 – Cementita. 3 – Austenita. 4 – Carboneto $\epsilon$ . 5 – Ferrita. 6 – Líquido.....	42
Figura 16 - Mapa de fases do aço 52100 utilizado no projeto. Os números acima das linhas representavam as respectivas fases que passam a se formar a	

esquerda da linha durante o resfriamento. 2 – Austenita. 4 – Cementita. 5 – Ferrita. A linha vermelha faz o cruzamento da temperatura escolhida de 820°C, e seu cruzamento no eixo Y, a fração mássica de fases. Por sua vez, a linha azul representa segue o mesmo raciocínio, porém, para o tratamento convencional.....	43
Figura 17 - Amostras que sofreram solubilização a 1050 °C por 1h seguida de têmpera em óleo, beneficiamento a 700 °C por 0,5h seguido de resfriamento ao ar e: (a) não sofreu austenitização (b) austenitização por 2s; (c) austenitização por 5 s; (d) austenitização por 10s. Todas as amostras foram temperadas em óleo. As amostras apresentaram uma austenitização incompleta. Ataque com Nital. Aumento: 1000X.....	45
Figura 18 - Amostras que sofreram solubilização a 1050 °C por 1h seguida de têmpera em óleo, beneficiamento a 700 °C por 0,5h seguido de resfriamento ao ar e: (e) austenitização por 15 s; (f) austenitização por 20 s; (g) austenitização por 30 s. Todas as amostras foram temperadas em óleo. As amostras apresentaram uma austenitização incompleta. Ataque com Nital. Aumento: 1000X.....	46
Figura 19 - (a) Microscopia óptica com o material solubilizado a 1050°C por 1 hora, têmpera em óleo, beneficiamento a 700°C, resfriamento ao ar; (b) Microscopia óptica com o material austenitizado a 820°C por 30 segundos e têmpera em óleo. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	47
Figura 20 - Gráfico com os resultados de dureza obtidos para os tratamentos mais longos.....	49
Figura 21 - Microscopia óptica. (a) 8 minutos de austenitização (amostra 10.2), (b) 16 minutos de austenitização (amostra 11.2). Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	50
Figura 22 - Microscopia óptica. (a) 32 minutos de austenitização (amostra 12.2), (b) 64 minutos de austenitização (amostra 13.2). Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.....	51
Figura 23 - Microscopia eletrônica de varredura. (a) amostra beneficiada, (b) 4 minutos de austenitização (amostra 9.2) e (c) 32 minutos de austenitização (amostra 12.2). Ataque: Nital. Aumento: 10000X.....	53

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Tratamentos térmicos realizados em busca de um tratamento intermediário ideal.....	26
Tabela 2 - Resultados de dureza obtidos ao longo da primeira etapa do projeto.....	36
Tabela 3 - Resultados obtidos após a última etapa do processo de fabricação do corpo rolante (austenitização e têmpera em água).....	36
Tabela 4 - Relação entre o tamanho de grão e a dureza.....	37
Tabela 5 - Tempos de austenitização que serão utilizados no trabalho.....	40
Tabela 6 - Tratamentos térmicos realizados em busca de um tempo ótimo de austenitização.....	44
Tabela 7 - Resultados dos ensaios de dureza para amostras beneficiadas.....	48
Tabela 8 - Resultados dos ensaios de dureza para amostras não beneficiadas.....	48
Tabela 9 – Tamanhos de grão obtidos pelo método de Hilliard.....	49

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

<b>AIP</b>	Afastamento Interlamelar de Perlita
<b>AISI</b>	American Iron and Steel Institute
<b>CFC</b>	estrutura cúbica de faces centradas
<b>CCC</b>	estrutura cúbica de corpo centrado
<b>MPa</b>	unidade de medida Mega Pascal
<b>TCC</b>	estrutura tetragonal de corpo centrado
<b>MO</b>	Microscópio Óptico
<b>MEV</b>	Microscópio Eletrônico de Varredura

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\sigma_y$	tensão limite de cisalhamento
$\sigma_o$	tensão teórica de cisalhamento
$K$	constante medidora da extensão de empilhamento de deslocamentos junto à fronteira do grão
$d$	tamanho do grão
$\alpha$	fase ferrítica
$\theta$	fase constituída pela cementita lamelar
$M_s$	temperatura de início da formação da martensita
$M_f$	temperatura final da formação da martensita
$AC_I$	temperatura de início da formação da austenita
$A_{III}$	temperatura na qual cessa a formação da austenita
$L_T$	comprimento da linha teste utilizada para o cálculo do diâmetro médio dos grãos
$-$	
$P$	número médio de intersecções (adimensional)

## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>1 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>13</b>
1.1 Estudos que motivaram o trabalho.....	13
1.2 Conceitos gerais.....	16
1.2.1 Composição do aço – elementos importantes.....	16
1.2.2 Transformação martensítica.....	17
1.2.3 Tamanho de grão.....	18
1.2.4 Dureza da martensita.....	19
1.2.5 Tratamentos térmicos.....	20
<b>2 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>22</b>
2.1 Preparação metalográfica, análise microscópica e ensaios de dureza.....	23
2.2 Tratamentos térmicos convencionais.....	25
<b>3 ETAPA 1.....</b>	<b>26</b>
3.1 Materiais e Métodos - Tratamentos térmicos intermediários.....	26
3.2 Resultados - Tratamentos térmicos intermediários – Micrografias e valores de dureza obtidos .....	27
3.3 Discussão dos resultados - Beneficiamentos: tempo e temperatura.....	36
<b>4 ETAPA 2.....</b>	<b>39</b>
4.1 Materiais e Métodos.....	39
4.1.1 Temperatura mínima de austenitização.....	39
4.1.2 Tempos de austenitização.....	39
4.2 Resultados.....	41
4.2.1 Temperatura mínima de austenitização – Aplicação do software ThermoCalc....	41
4.2.2 Tempos de austenitização – Micrografias e valores de dureza obtidos.....	44
4.3 Discussão dos resultados - Tempo ótimo de austenitização.....	52
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>55</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>56</b>

## INTRODUÇÃO

Os aços para rolamento, de forma geral, apresentam uma pureza ímpar e uma temperabilidade bastante elevada. Quando submetidos a um tratamento de têmpera apresentam uma microestrutura martensítica, que na maioria dos casos atende às exigências de aplicação, embora se façam presentes diversos efeitos secundários negativos tais como tensões residuais, baixa tenacidade além de estabilidade microestrutural muitas vezes insuficiente, permitindo transformações posteriores que podem ocorrer a temperaturas relativamente baixas ou ainda, por simples solicitação mecânica. Tais transformações, além de acarretar prejuízos à vida útil do componente, resultam em alterações dimensionais que podem afetar a geometria do conjunto a ponto de comprometer de forma fatal a sua integridade [1].

A quase totalidade dos rolamentos produzidos no mundo é fabricada com aço AISI 52100 e a quase totalidade da produção do mesmo é empregada na indústria de rolamentos. Esta hegemonia do aço AISI 52100 pode ser atribuída à sua excelente combinação de alta resistência mecânica e alta resistência à fadiga, propriedades obtidas a partir da execução de tratamentos térmicos específicos, apropriados a cada variante de aplicação do componente a ser fabricado.

Espera-se que com os tratamentos térmicos não convencionais, feitos a temperaturas mais altas de solubilização e revenimento, produzindo uma dispersão mais refinada dos tamanhos de carbonetos, possamos encontrar diferentes resultados no que diz respeito às propriedades mecânicas e assim explorar de novas maneiras os campos de aplicação do material.

# 1 REVISÃO DA LITERATURA

## 1.1 Estudos que motivaram o trabalho

Recentemente, os estudos sobre as microestruturas e propriedades dos materiais de grãos ultrafinos, obtidos por vários processos termomecânicos, foram perseguidos ativamente pelo fato de suas estruturas, denominadas como *grão fino*, (cujo grão possui menos que 1 $\mu\text{m}$ ) exibirem resistência mecânica elevada sem perder tenacidade [2].

A perlita, que consiste na ferrita ( $\alpha$ ) e na cementita lamelar ( $\theta$ ), é uma das estruturas mais importantes presentes nos aços. Para as estruturas a base de perlita, tanto a redução do afastamento interlamelar de perlita (AIP) quanto tornar a fração de cementita lamelar ( $\theta$ ) mais fina, ocorrem através da laminação à frio [3,4] e da esferoidização da lamela  $\theta$  [5], conduzindo à formação de estruturas microduplex ( $\alpha + \theta$ ) [6-8]. O refino das partículas  $\theta$ , que devem resultar no refino do tamanho de grão  $\alpha$  graças ao efeito de ancoramento, é muito importante para fortalecer a liga que possui a estrutura do microduplex ( $\alpha + \theta$ ). Nas ligas Fe-C-Cr, a esferoidização e o engrossamento (*coarsening*) de  $\theta$  acontecem rapidamente. O engrossamento (*coarsening*) de  $\theta$  pode ser suprimido pela adição de um terceiro elemento durante o tratamento térmico [9]. Para a perlita, a adição de elementos de liga pode reduzir o AIP [10], mas seu efeito na microestrutura e nas propriedades mecânicas da perlita laminada e recozida em aços eutéticos ainda não foi esclarecido.

O refino do tamanho de grão é importante para melhorar propriedades mecânicas dos materiais como o fortalecimento dos contornos, aumento na dureza, super plasticidade, etc. Em materiais com *grão fino*, o deslizamento do contorno de grão é o mecanismo mais importante para a super plasticidade. Um grão mais fino é preferido já que a quantidade de contornos de grão por onde o deslizamento ocorre é grande e a distância para a acomodação por difusão e / ou o deslizamento é mais curta. A estrutura duplex tem, por exemplo, mais facilidade de obter super plasticidade já que a segunda fase

pode inibir o crescimento do grão da matriz. Deve-se enfatizar, entretanto, que o caráter de contorno de grão (e de limites entre fase em materiais com mais de uma fase) é outro fator chave para a super plasticidade no que diz respeito ao deslizamento dos grãos. Neste aspecto, a estrutura mais desordenada do contorno deve exibir maior facilidade de deslizamento pelo fato de a densidade de ligações quebradas no contorno de grão ser elevada.

Outras propriedades que apresentam significativas alterações com a diminuição do tamanho de grão são: tenacidade, fluênci, ductilidade e dureza. Uma pequena diferença de carbonetos não dissolvidos aumenta a resistência ao desgaste sem alterar a resistência à fadiga, que por sua vez, pode ser aumentada com o refino dos grãos. Por isso, tanto os carbonetos como os grãos devem ser pequenos.

O aço que será usado na pesquisa é o AISI 52100 o qual apresenta composição química básica de 1,0% C e 1,5% Cr e sua aplicação ocorre após tratamento térmico que eleva sua dureza, necessária para aumentar a resistência ao desgaste dos componentes, propriedade principal de um conjunto submetido à contínua solicitação de fadiga de contato, como corpos rolantes. Por outro lado, a elevada resistência limita a tenacidade do material, propriedade igualmente importante em inúmeras aplicações onde esforços do tipo choque se fazem presentes durante a vida do componente.

No processamento industrial o aço AISI 52100 é normalizado e esferoidizado antes de ser trefilado e enviado para as fábricas de rolamento. O avanço da siderurgia, impondo processos de lingotamento contínuo, tem aumentado os problemas de heterogeneidade das barras de 52100. O objetivo tecnológico último dos experimentos que pretendemos realizar é encontrar formas de obter distribuições mais finas e homogêneas dos carbonetos pro-eutetóides. Com isto evita-se o problema da heterogeneidade da distribuição espacial dos carbonetos e simultaneamente obtém-se uma estrutura de grãos uniformemente finos. Uma estrutura prévia com grãos austeníticos nanométricos talvez possa melhorar a tenacidade e resistência à fadiga do produto final temperado e revenido sem afetar a dureza.

Vale a pena saber que por tratar-se de um aço hipereutetóide, o AISI 52100 apresenta uma microestrutura primária tipicamente constituída por uma matriz perlítica e

carbonetos precipitados em contorno de grão. Este tipo de microestrutura confere ao material uma fragilidade significativa decorrente da presença contínua de uma fase frágil (carbonetos) ao redor dos contornos de grão. Por outro lado inviabilizar-se-iam as etapas de usinagem e/ou forjamento durante os processos normais de fabricação dos componentes mecânicos a partir dos produtos primários (tubos, barras, arames, etc.) devido à alta resistência mecânica associada à microestrutura perlítica. Assim sendo, a estrutura de partida usualmente requerida para o aço AISI 52100 consiste numa matriz ferrítica com a presença de carbonetos de morfologia esferoidizada, obtida pelo tratamento térmico de recozimento para esferoidização dos carbonetos.

Já no estado temperado (e revenido), podemos distinguir basicamente três microestruturas características:

- a) **Martensita:** típica dos aços alto carbono, encontramos no AISI 52100 a martensita acicular, formada na verdade por plaquetas lenticulares (estruturas tridimensionais em forma de lente), cuja intersecção com o plano de polimento se dá, ao microscópio óptico, na forma de agulhas. Altamente suscetível ao ataque metalográfico (nital), desde que submetida a um tratamento de revenimento é a estrutura de coloração escura (marrom e/ou marrom azulado, conforme a intensidade do ataque), observada em microscópio óptico [21].
- b) **Austenita retida:** nas ligas ferrosas, a austenita é uma fase normalmente de alta temperatura (acima de 730°C, tipicamente). Para um resfriamento lento, a austenita se decompõe nas fases de equilíbrio (ferrita + perlita ou perlita + cementita). Entretanto, para resfriamentos rápidos, existe a transformação de não-equilíbrio originando a martensita, que tem uma temperatura de início ( $M_s$ ) e fim ( $M_f$ ) de transformação. Se durante o super-resfriamento, não for atingida a temperatura o  $M_f$ , haverá um residual de austenita não transformada, denominada austenita retida, que não se transforma nos constituintes de equilíbrio por não haver condições cinéticas favoráveis para tal (baixa temperatura). Ao microscópio óptico, apresenta grãos facetados (geométricos) de coloração branca brilhante (não é atacado pelo nital) [21].
- c) **Carbonetos:** partindo-se de uma estrutura prévia esferoidizada, após a têmpera, esta continua sendo a morfologia dos carbonetos. Ao microscópio mostram-se como pequenos nódulos arredondados de coloração branca, já que seu interior também não é

atacado (nital), mas sim a região de interface com a matriz – ferrítica, na condição esferoidizada, ou martensítica, para o material temperado [21].

As propriedades finais, obtidas mediante a realização de cada variante de tratamento térmico, são determinadas, em sua maior parte, pelas transformações ocasionadas por cada variante de tratamento térmico. Em função das propriedades finais exigidas, pode-se optar por uma ou mais determinadas variantes de tratamento térmico, levando-se em conta as vantagens e desvantagens associadas a cada caso e com isso aperfeiçoar os processos de tratamento térmico.

## 1.2 Conceitos gerais

### 1.2.1 Composição do aço – Elementos mais importantes

**O carbono (0,98 – 1,10):** A presença do carbono é necessária para que seja formada a liga ferro-carbono. O carbono é essencial para a formação da cementita (assim como de outros carbonetos), e da própria martensita. A dureza do aço está ligada ao teor de carbono presente em sua matriz de partida.

**O Cromo (1,30 – 1,60):** O cromo melhora a resistência ao desgaste (fato relevante para aços com teores de cromo muito elevados), aumenta a resistência à tração, melhora a facilidade de têmpera, aumenta a resistência à alta temperatura e ao desgaste, por ser um elemento formador de carbonetos, além de inibir a grafitação em aços hipereutetóides.

### 1.2.2 Transformação Martensítica

Em temperaturas elevadas a estrutura CFC (austenita) é estável, porém, em temperaturas menores a estrutura CFC é instável, e tende a se transformar em CCC (ferrita, alfa) e carboneto.

Essa transformação ocorre espontaneamente, no entanto, a solubilidade do carbono na ferrita é muito baixa, o que exige que o carbono seja expulso do volume transformada para CCC para que a transformação ocorra. Isto acontece através da difusão no estado sólido do carbono e requer tempo.

Quando resfriamos com altas velocidades de resfriamento, buscando impedir essa difusão, obtemos um produto, duro e frágil, com estrutura tetragonal, conhecido como martensita. Esta supersaturação de carbono traz o aparecimento de tensões internas que se formam por um mecanismo de cisalhamento, gerando um grande número de discordâncias (da ordem de bilhões). Como não houve tempo para difusão, o carbono presente na austenita permanece em solução na nova fase.

O início da formação da martensita se dá abruptamente e é conhecido como  $M_s$ . Se continuarmos resfriando, atingimos o  $M_f$ , quando temos o fim da transformação. Se durante o super-resfriamento, não for atingida a temperatura  $M_f$ , haverá um residual de austenita não transformada, denominada austenita retida, que não se transforma nos constituintes de equilíbrio por não haver condições cinéticas favoráveis para tal (baixa temperatura).

O início da transformação (temperatura) pode ser previsto pela equação de Andrews. A equação mostra que quanto maior a quantidade de carbono dissolvida na austenita, menor a temperatura inicial de transformação. A mesma equação mostra que a adição de cromo diminui o  $M_s$ , porém em escala bem menor.

$$M_s = 539 - 423 \times C - 30.4 \times Mn - 17.7 \times Ni - 12.1 \times Cr - 7.5 \times Si \quad (\text{Fórmula de Andrews})$$

A martensita é um produto de alta dureza. Podemos afirmar que quanto maior o teor de carbono na austenita, mais dura esta será.

Nas ligas cujo teor de carbono é inferior a 0,8%, a martensita é produzida por escorregamento, com a criação de um grande número de discordâncias, sendo denominada martensita escorregada. Suas principais propriedades são resistência mecânica e ductilidade.

Nas ligas de alto carbono (superior a 0,8%), a martensita possui morfologia lenticular e é conhecida como martensita maclada. Suas principais propriedades são alta resistência mecânica e fragilidade.

**Krauss** estudou esse comportamento através do  $M_s$  [18,19]. Além deste estudo, provou-se matematicamente que a relação entre teor de carbono e morfologia da martensita depende também dos tamanhos de grão. Para grãos menores que 3,0  $\mu\text{m}$ , em teores de carbono superiores a 0,8% é possível obter martensita escorregada [17].

### 1.2.3 Tamanho de grão

Conforme dito na revisão bibliográfica, o refino do tamanho de grão é muito importante. Este pode melhorar propriedades mecânicas dos materiais como o fortalecimento dos contornos, aumento na dureza, super plasticidade, etc. A importância do tamanho de grão é descrita abaixo.

As relações entre propriedades mecânicas e tamanho de grão foram estudadas por Hall e Petch, por volta de 1950, que tinham linhas de pesquisas diferentes, porém chegaram a mesma equação.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}}$$

The Hall-Petch Relationship

Onde  $\sigma_y$  e  $\sigma_0$  representam, respectivamente, a tensão limite e a tensão teórica de limite ao cisalhamento,  $K$  é uma constante medidora da extensão de empilhamento de discordâncias junto à fronteira do grão e  $d$  refere-se ao tamanho do grão [11-13].

#### 1.2.4 Dureza da martensita

A dureza da martensita está associada à presença de intersticiais (C e N). Porém, deve-se considerar não só a sua presença, como também a interação desses intersticiais com a movimentação das discordâncias.

Os intersticiais representam barreiras à movimentação das discordâncias, provocando o endurecimento do material. Um maior número de discordâncias também representa um aumento na dureza, já que traz dificuldade de movimentação às mesmas. O aumento do número de discordâncias pode ser obtido através da deformação do material.

Além dos intersticiais, e a interação destes intersticiais com as discordâncias, o tamanho de grão também é um fator importante na dureza da martensita.

Quando fazemos um tratamento térmico convencional de austenitização e têmpera para a obtenção de martensita, o tamanho de grão austenítico será determinante para o tamanho máximo das plaquetas da martensita, o que atua no aumento da dureza. À medida que temos diminuição do tamanho de grão, temos um aumento da dureza, devido ao aumento de superfície que deve ser escorregada (aumento de superfície de contornos). Esta relação entre tamanho de grão e dureza segue a relação de Hall-Petch citada anteriormente.

Outros fatores que influem na dureza da martensita são: a segregação de carbonetos e a precipitação de carbonetos, no que diz respeito à quantidade.

Para uma segregação muito grande, temos um efeito dos carbonetos na tetragonalidade muito baixo, o que diminui a formação de martensita.

Já a precipitação de carbonetos atua de maneira inversa à da segregação. Quanto maior a precipitação de carbonetos, mais temperável o aço, ou seja, mais fácil a formação de martensita.

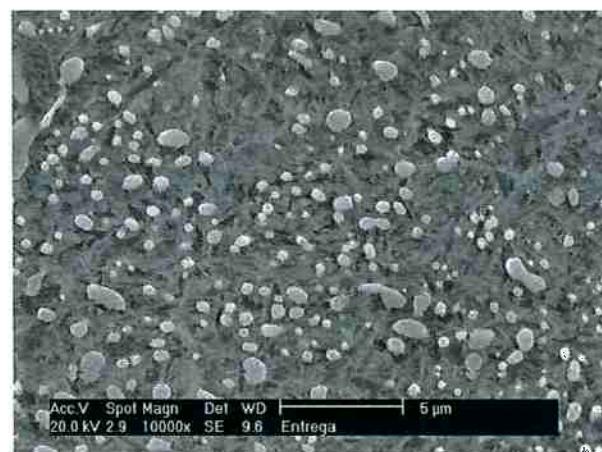
### 1.2.5 Tratamentos Térmicos

Como visto no item 1.2.4, a dureza da martensita dependerá do teor de carbono dissolvido na austenita, portanto, o primeiro passo é tornar este teor o mais alto possível. Isto é feito com uma solubilização dos carbonetos a uma temperatura de 1050°C durante uma hora, para que se obtenha uma austenita pura, livre de cementita. A figura 1 mostra o que ocorre após este tratamento de solubilização. Não há cementita e, portanto temos o maior teor possível de carbono na austenita.

Além da solubilização, utilizam-se também, tratamentos conhecidos como revenimento. O revenimento consiste em submeter o material a temperaturas elevadas, durante este processo haverá **1.** Segregação de carbono para defeitos de reticulado. **2.** Precipitação de diversos tipos de carbonetos. **3.** Decomposição de austenita retida (quando existe austenita retida). **4.** Relaxação de TCC para CCC. **5.** Recuperação das discordâncias da estrutura martensítica e eventualmente recristalização.

A temperaturas relativamente baixas (100°C a 250°C) de revenido não existem alterações estruturais visíveis ao microscópio ótico, mas ainda assim há um aumento de tenacidade devido ao que chamamos de alívio de tensões. O carbono difunde-se na martensita precipitando-se na forma de carbonetos metaestáveis. Este carboneto é conhecido como carboneto  $\epsilon$ .

A temperaturas mais elevadas (entre 200°C e 300°C) tem-se a decomposição da austenita em reações bainíticas, com uma diminuição do teor de carbono na austenita. Se aumentarmos a temperatura ainda mais, teremos a precipitação de cementita. Simultaneamente, a martensita transforma-se em ferrita encruada e começa a recuperação de discordâncias; em seguida ocorre a esferoidização da cementita precipitada heterogeneamente na matriz. Em temperaturas mais elevadas temos a recristalização da matriz, formação de novos grãos ferríticos [20].



(a)



(b)

Figura 1 – Microscopias eletrônicas de varredura obtidas a partir de elétrons secundários para, respectivamente: (a) estado de entrega, (b) solubilizada a 1050°C por 1h e temperada em água.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

É importante dizer que este trabalho está dividido em duas partes.

A primeira etapa comprehende os tratamentos térmicos realizados em busca de uma temperatura ideal para o beneficiamento (tratamento intermediário – entre a solubilização e a austenitização). Os tratamentos contidos nesta etapa não foram realizados pelo aluno, mas são provenientes de um trabalho previamente realizado.

Na segunda etapa, foram feitos outros tratamentos afim de obter um tempo ótimo de austenitização, além da aplicação do software ThermoCalc.

Durante o projeto, foram utilizados ensaios de microdureza, análise por microscopia óptica e de varredura, com preparações metalográficas não usuais. Os detalhes desta preparação serão discutidos mais a frente.

Para o início do trabalho, mostraremos quais os tratamentos térmicos convencionais utilizados. Faremos um estudo de tratamentos térmicos intermediários (entre a solubilização e a austenitização) que permitam a obtenção de grãos refinados. Definido este tratamento que chamaremos de intermediário, realizaremos um estudo para descobrir qual a menor temperatura possível de austenitização e qual o tempo ótimo para a austenitização. Este item detalha os métodos citados acima.

No que diz respeito ao material utilizado, AISI 52100, podemos dizer que a composição básica do aço 52100 é: 0,98 -1,10 %C; 1,30 – 1,60 % Cr, 0,25 – 0,45 % Mn; 0,15 – 0,35 % Si; Max 0,030 % P; e Max 0,025 % S. A composição do aço utilizado neste ensaio, está disposta mais a frente no item que se refere ao ThermoCalc, na parte superior das figuras.

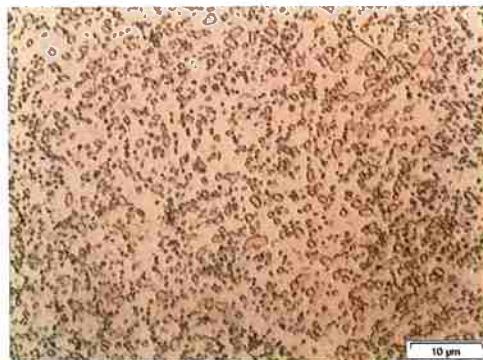


Figura 2 -Micrografia obtida em microscópio óptico do material como recebido. Ferrita mais carbonetos.

Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férnico. Aumento: 1000X

Resultado obtido no ensaio de dureza: 220 HV.

A importância desta micrografia é a fácil percepção da grande quantidade de carbonetos dispersos numa matriz ferrítica (macia) que se deseja transformar em austenita para posterior têmpera dando origem à martensita.

## 2.1 Preparação metalográfica, análise microscópica e ensaios de dureza

A preparação metalográfica para a análise seguiu o seguinte roteiro:

- **Lixamento:** lixas de granulometria 100, 180, 220, 320, 400, 600 e 1000.
- **Polimento:** utilização de discos pasta de diamante com granulometrias 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m, além de polimento com disco de sílica em presença de sílica coloidal para ajudar a revelar a microestrutura.
- **Ataque metalográfico:**

### I – Revelar microestrutura: Nital

Ataque com Nital 2% por aproximadamente 20s e subsequente polimento com disco de sílica em presença sílica coloidal.

### II – Revelar contornos de grão: Teepol

Recobrimento da amostra com um filme de detergente neutro e aplicação, com um chumaço de algodão, de uma solução aquosa contendo 2 g de

ácido pícrico e 2 g de cloreto férlico em 100 ml de água destilada. Apenas 30 segundos foram necessários para revelar os contornos de grão.

Foram necessários polimentos intermediários, entre ataques, para revelar o grão. Conseguiam-se revelações razoáveis com 2 a 3 ataques e polimentos subseqüentes, porém algumas amostras sofriam oxidações muito intensas na microestrutura devido a força do ataque.

Para a metalografia quantitativa foi utilizado o método dos interceptos de Hilliard que consiste em observar o corpo de prova com uma linha-teste sobreposta à superfície do corpo de prova, sendo que, neste caso, uma circunferência cujo diâmetro de  $7,5 \times 10^{-5}$  m (medido com uma régua específica) esta marcada na ocular do microscópio. Contam-se quantas intersecções entre contorno de grão e linha-teste ocorrem. Após a contagem, podemos calcular o tamanho de grão médio a partir da seguinte fórmula:

$$d_\gamma = \frac{L_T}{\bar{P}}$$

onde:  $d_\gamma$  = diâmetro médio do grão

$L_T$  = comprimento da linha-teste

$\bar{P}$  = número médio de intersecções (adimensional)

O comprimento da linha-teste é constante para todas as amostras sendo este calculado através de:

$$L_T = \pi D = 7,5 \times 10^{-5} \times \pi = 2,356 \times 10^{-4} m$$

A partir destes cálculos e da observação das micrografias, podemos comparar e justificar os diferentes resultados encontrados para o teste de resistência mecânica, que consistiu em um ensaio de microdureza utilizando peso de 500 g no penetrador.

A microdureza foi escolhida por permitir maior número de ensaios e pelo fato de não haver diferença significativa de uma região para outra nesta escala (micro), que só seria encontrada em nanodureza.

Vale ressaltar que, devido ao ataque intenso deve-se considerar um certa imprecisão nos resultados de tamanho de grão, já que a visualização no microscópio se tornava

mais difícil. Para facilitar as medidas de tamanho de grão algumas micrografias tiveram seus contornos de grão realçados manualmente com o software Paint.

## 2.2 Tratamentos térmicos convencionais

Para início do detalhamento sobre materiais e métodos utilizados, é necessário fazer uma breve introdução a respeito dos tratamentos térmicos convencionais no processo de obtenção de corpos rolantes.

Para os corpos rolantes invariavelmente consiste na execução de austenitização entre 840 e 860 °C, têmpera em óleo entre 60 e 80 °C e revenimento entre 160 e 180 °C. O equipamento utilizado no tratamento de corpos rolantes consiste geralmente em fornos contínuos do tipo caracol com aquecimento a resistências elétricas, cuja atmosfera da câmara de austenitização pode ser formada por nitrogênio, que promove uma atmosfera neutra, ou por mistura de gases à base de propano, que promove uma atmosfera com potencial de carbono aproximadamente igual a 1% [16].

Para o início do trabalho, realiza-se um estudo de tratamentos térmicos intermediários (entre a solubilização e a austenitização) que permitam a obtenção de grãos refinados. Definido este tratamento que chamaremos de intermediário, realizaremos um estudo para descobrir qual a menor temperatura possível de austenitização e qual o tempo ótimo para a austenitização. O objetivo destas alterações é a obtenção de grão ultrafino na microestrutura do aço 52100, com consequente aumento de dureza.

### 3 Etapa 1

#### 3.1 Materiais e Métodos - Tratamentos térmicos intermediários

As amostras utilizadas na busca de tratamentos térmicos intermediários foram retiradas de barras com aproximadamente 6 mm de diâmetro e 90 mm de comprimento.

Primeiramente, fazia-se a solubilização das amostras em forno tubular. Seguido de têmpera em água. Os corpos de prova eram observados no MO.

Após a solubilização, fez-se o beneficiamento das amostras em forno mufla. Parte das amostras foi encapsulada, e parte simplesmente foi levada ao forno com carvão para evitar descarbonetação. O resfriamento era ao ar. Novamente, os corpos de prova eram observados no MO. Após o beneficiamento, alguns corpos de prova eram deixados neste estado, outros eram austenitizados novamente, para que pudessem ser comparados ao aço de rolamento em seu estado final. As temperaturas e tempos de cada etapa do tratamento estão detalhados na tabela 1 abaixo.

Tabela 1 – Tratamentos térmicos realizados em busca de um tratamento intermediário ideal.

Amostra Solub.		Tratamento térmico realizado
1.1	Não	Estado de entrega (material que sofreu somente recocimento)
2.1	Sim	Material somente solubilizado a 1050°C por 1 hora, têmpera em água
3.1	Sim	Estado de entrega após a austenitização a 800°C por 20 minuto e têmpera em água
4.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora e sub-zero
5.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero, revenimento a 400°C, têmpera em água e beneficiamento a 620°C por meia hora
6.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero, revenimento a 400°C, têmpera em água e beneficiamento a 620°C por 1 hora
7.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero, revenimento a 400°C, sub-zero e beneficiamento a 620°C por meia hora
8.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero, revenimento a 400°C, sub-zero e beneficiamento a 620°C por 1 hora
9.1	Sim	Revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero, revenimento a 400°C, têmpera em água e beneficiamento a 730°C por meia hora

A tabela, somente se refere aos tratamentos que serão denominados intermediários. Após esses tratamentos as amostras 5.1, 7.1 e 9.1 foram aquecidas a 800°C por 20

minutos (austenitização) e temperados em água, para efeito de comparação. Estas amostras serão denominadas **5.1T, 7.1T e 9.1T**.

### 3.2 Resultados - Tratamentos térmicos intermediários – Micrografias e valores de dureza obtidos

**AMOSTRA 2.1:** material solubilizado 1050°C por 1 hora

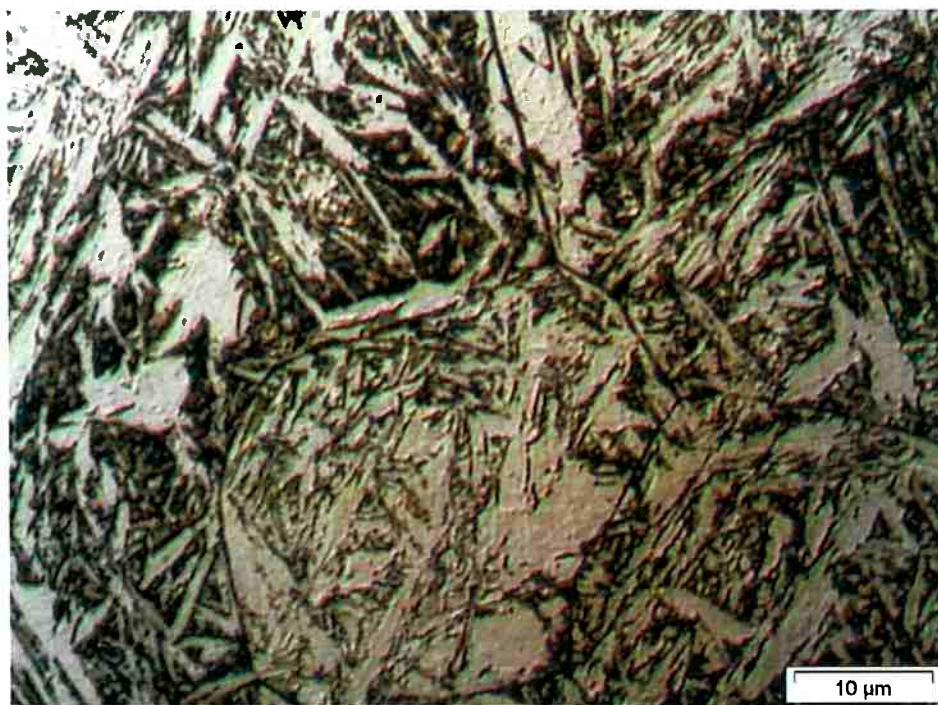


Figura 3 -Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado 1050°C e têmpera em água. Martensita em placas e austenita retida. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 18 \quad d_{\gamma} = 1,3 \times 10^{-5} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza: 811 HV.

Um ponto importante a ser considerado na micrografia da figura 4 é a existência de austenita retida no corpo de prova. A presença de tal fase altera o valor de dureza encontrado no ensaio, porém, a quantidade de tal fase não foi quantificada.

**AMOSTRA 3.1:** estado de entrega após solubilização, austenitização e têmpera

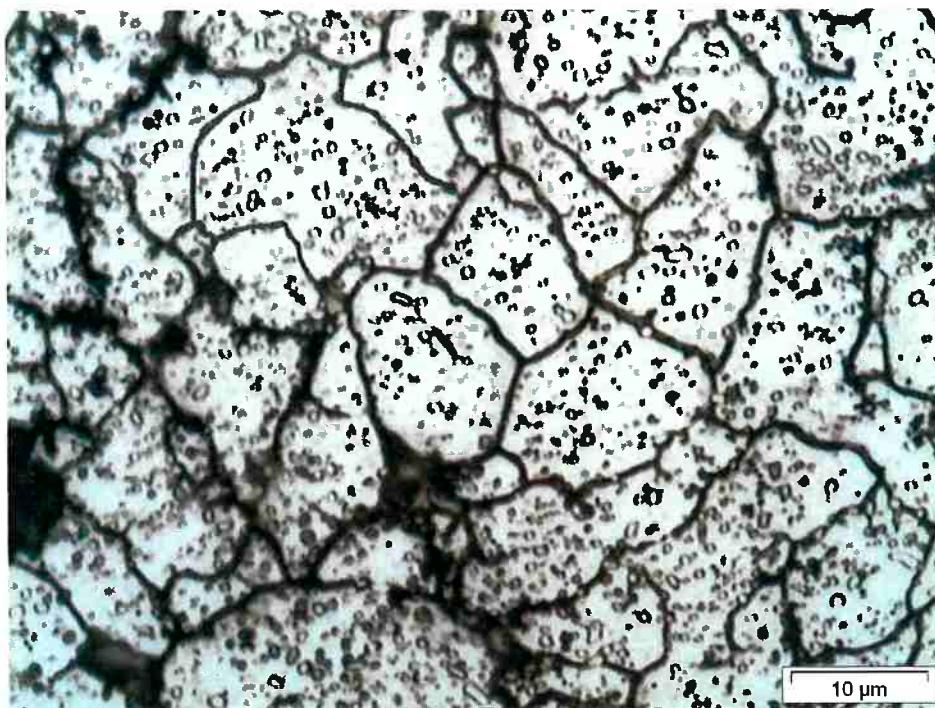


Figura 4 -Micrografia obtida em microscópio óptico do material somente após solubilização a 1050°C por 1 hora, têmpera em água, austenitização 800°C por 20 minutos e têmpera em água. A figura mostra o contorno dos antigos grãos austeníticos. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 28,5 \quad d_{\gamma} = 8,2 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza: 862 HV.

É fácil visualizar os contornos de grão (MO), o que nos permite efetuar o cálculo do tamanho médio do grão. Através do MEV poderemos observar a distribuição e o refinamento dos carbonetos, assim como, suas formas. Adiante, serão colocadas lado a lado micrografias do estado de entrega após a têmpera final, solubilizado e beneficiado para evidenciar estes fatos.

**AMOSTRA 4.1:** revenimento a 400°C por 1 hora, sub-zero e revenimento a 400°C.

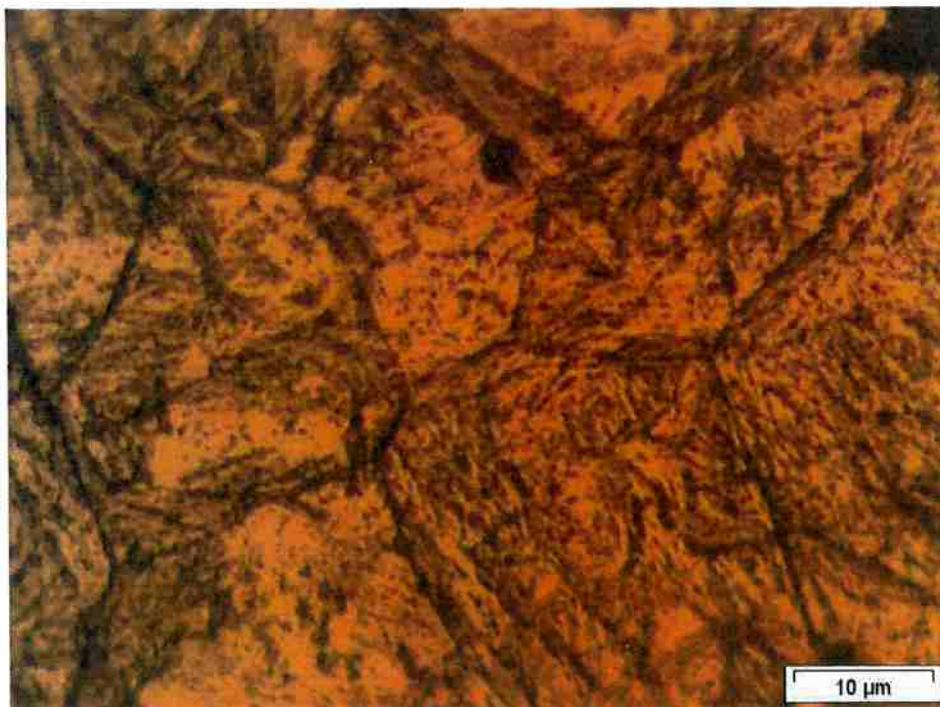


Figura 5 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, revenido a 400°C, sub-zero. A figura mostra o contorno dos antigos grãos austeníticos. Estrutura de martensita revenida. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrego. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 11,2 \quad d_{\gamma} = 2,1 \times 10^{-5} \text{ m}$$

Resultado obtido no teste de dureza: 566 HV.

**AMOSTRA 5.1T: beneficiamento a 620°C por meia hora**

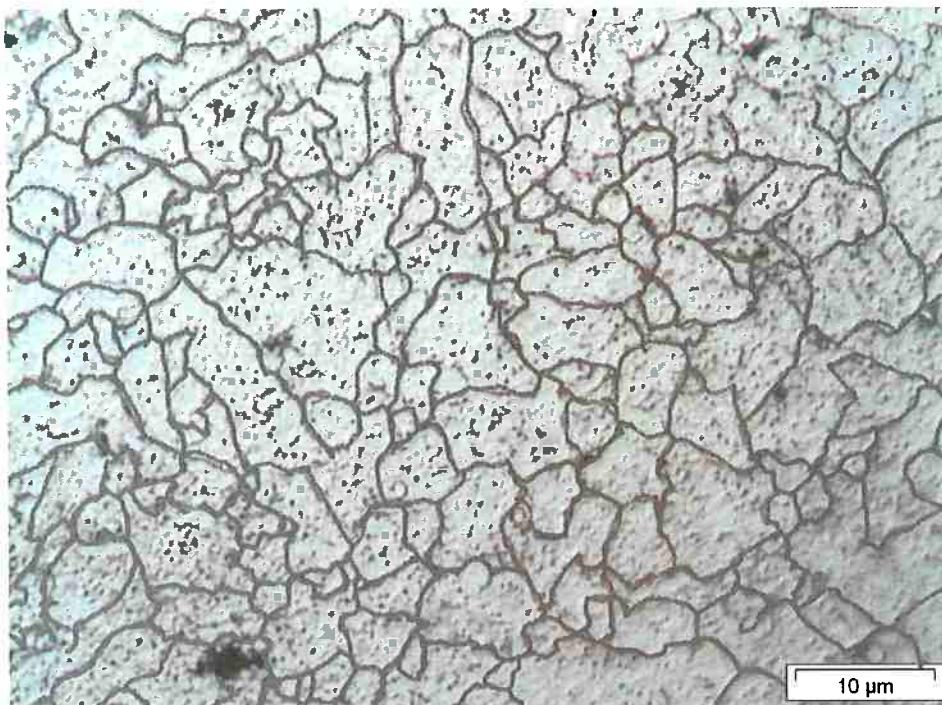


Figura 6 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 0,5 hora. Esta amostra, conforme ressalva na pág.26, abaixo da tabela 1, sofreu austenitização a 800 °C por 20 minutos e têmpera em água. A micrografia acima se refere ao seu estado final. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico.

Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 55,5 \quad d_{\gamma} = 4,24 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza antes da têmpera final: 525 HV.

Resultado obtido no ensaio de dureza após a têmpera final em água: 944 HV.

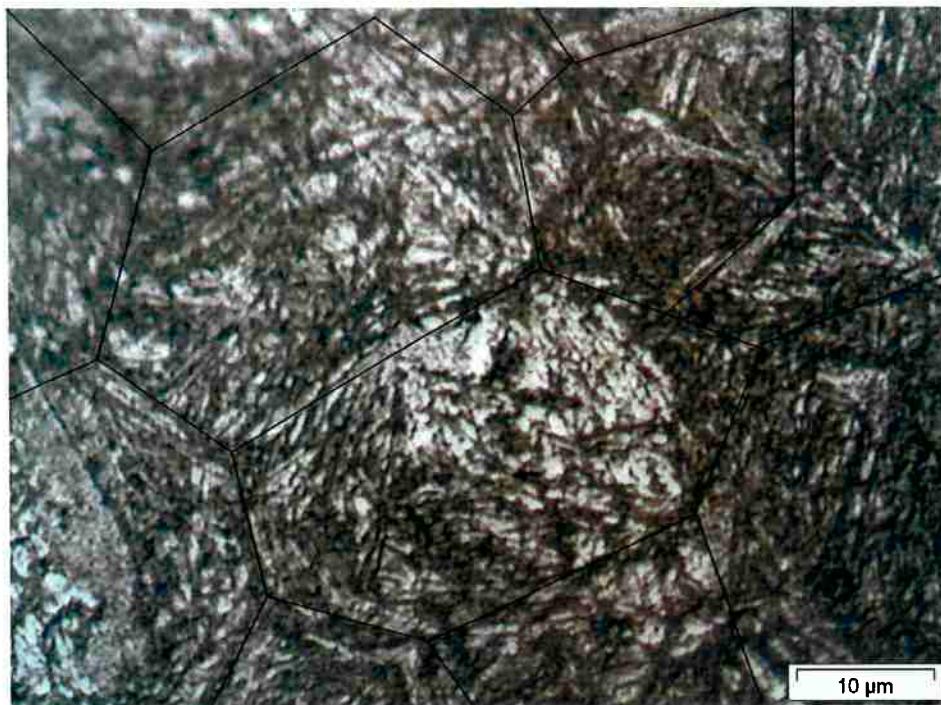
**AMOSTRA 6.1:** beneficiamento a 620°C por 1 hora

Figura 7 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 1 hora. Estrutura de martensita beneficiada. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férlico. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 8,6 \quad d_{\gamma} = 2,7 \times 10^{-5} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza: 510 HV.

**AMOSTRA 7.1T:** beneficiamento a 620°C por meia hora após 2º sub-zero

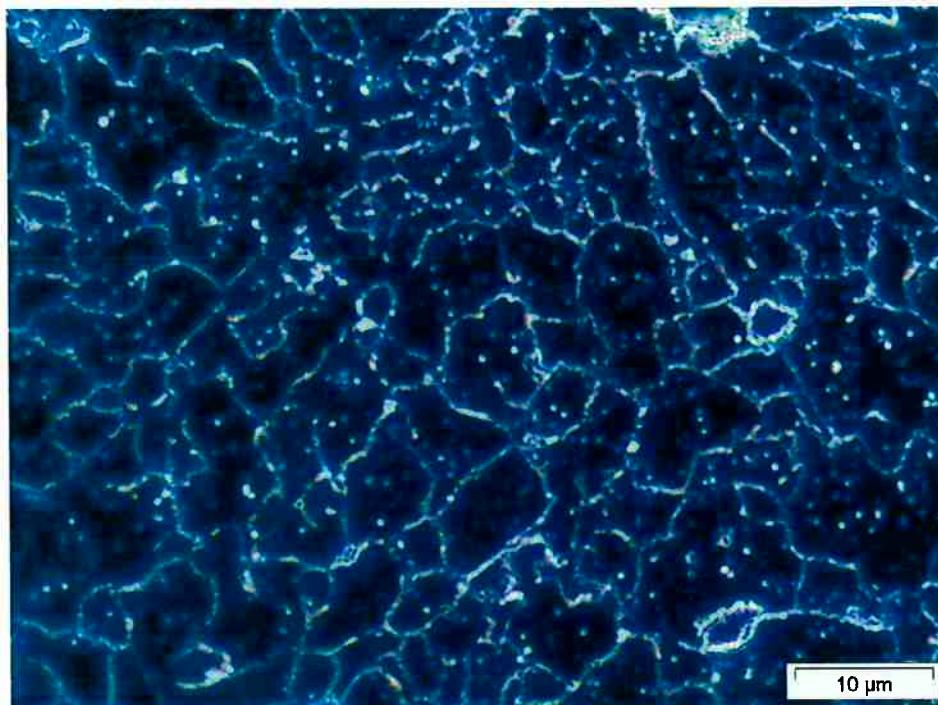


Figura 8 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 0,5 hora após subzero. Esta amostra, conforme ressalva na pág.26, abaixo da tabela 1, sofreu austenitização a 800 °C por 20 minutos e têmpera em água. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Campo escuro. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 54,7 \quad d_{\gamma} = 4,3 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza após têmpera final em água: 895 HV.

A micrografia óptica em questão foi obtida em campo escuro (DF), que em alguns casos (dependendo da agressividade do ataque) pode ser utilizada, o que facilita muito a visualização dos contornos.

**AMOSTRA 8.1:** beneficiamento a 620°C por 1 hora após 2º sub-zero.

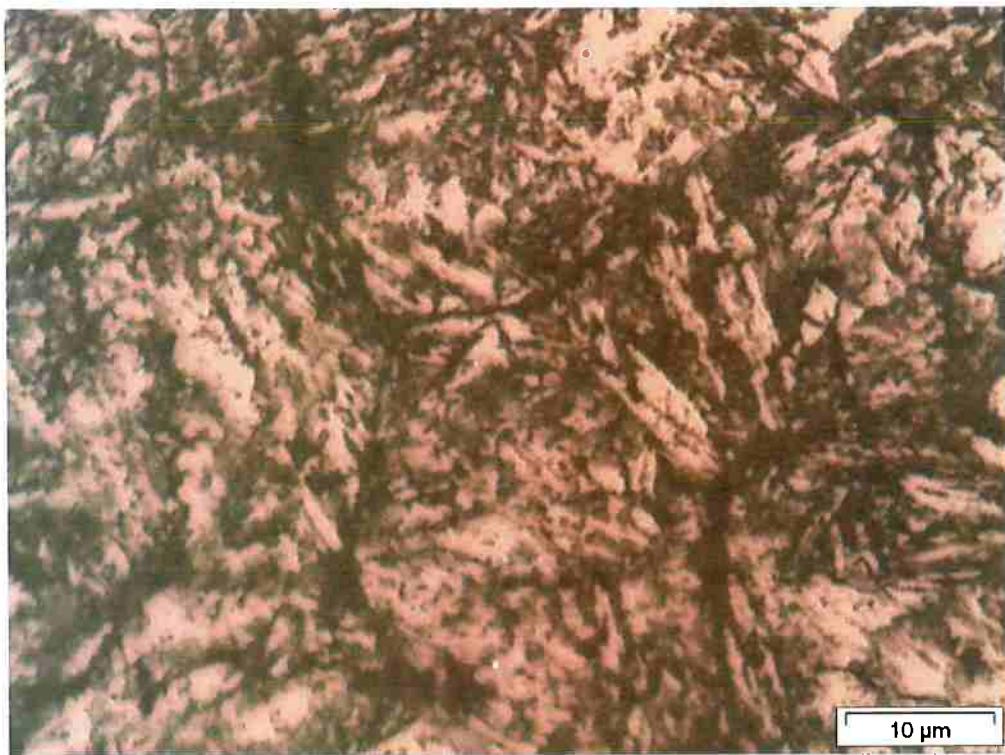


Figura 9 - Micrografia obtida em microscópio óptico do material solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiado a 620°C por 1 hora após subzero. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férlico. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 7,9 \quad d_{\gamma} = 2,9 \times 10^{-5} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza: 374 HV.

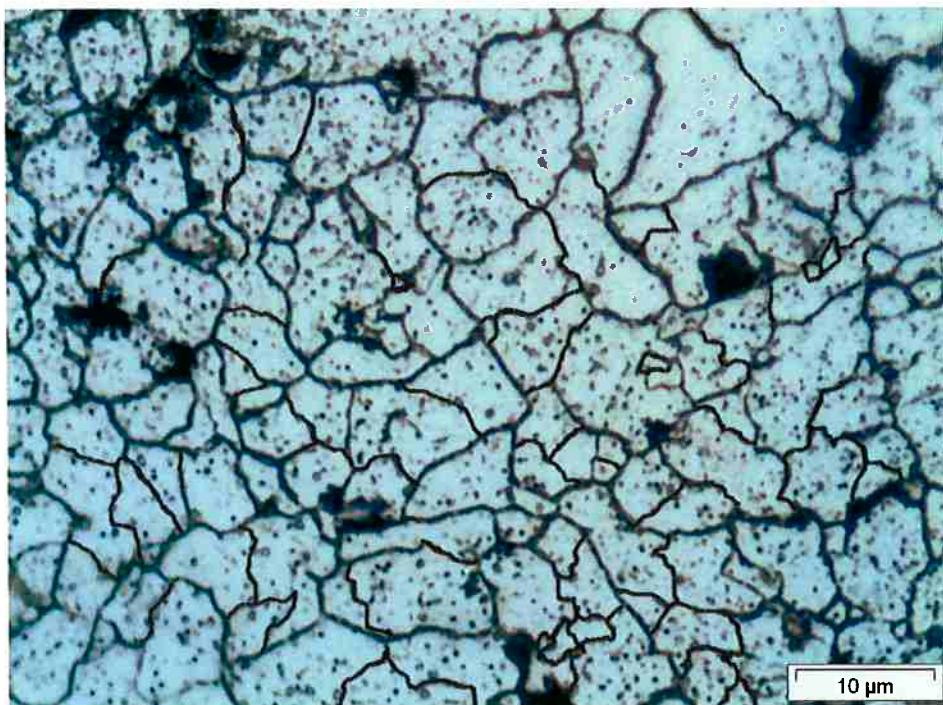
**AMOSTRA 9.1T: beneficiamento a 730°C por meia hora**

Figura 10 -Micrografia obtida em microscópio óptico do material beneficiado solubilizado a 1050°C e temperado em água, beneficiamento a 730°C por 0,5 hora. Os contornos dos antigos grãos austeníticos estão evidenciados. Figura alterada com software de imagem para facilitar a visualização do grão.

Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férreo. Aumento: 1000X.

$$\bar{P} = 44,3 \quad d_{\gamma} = 5,3 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Resultado obtido no ensaio de dureza antes da têmpera final: 288 HV.

Resultado obtido no ensaio de dureza após têmpera final em água: 929 HV.

## MEV - SE

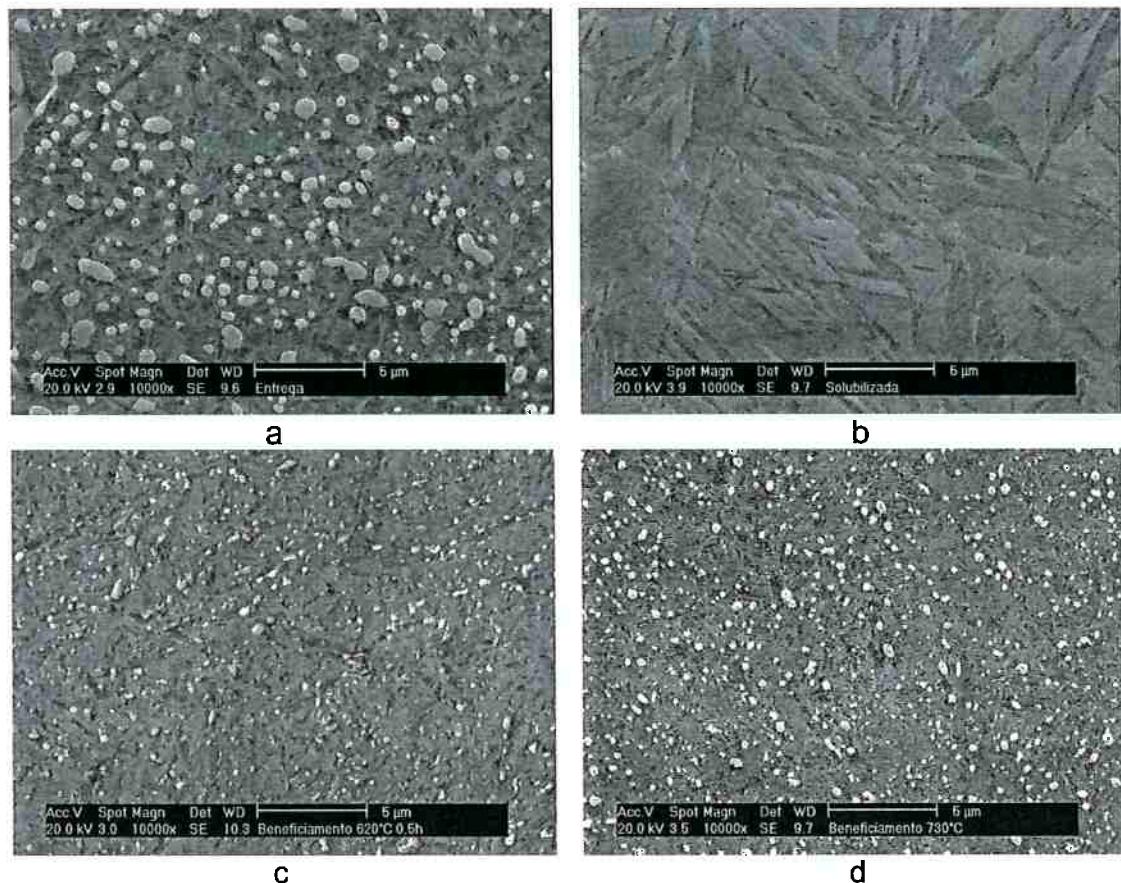


Figura 11 – Microscopias eletrônicas de varredura, obtida a partir de elétrons secundários para, respectivamente: (a) estado de entrega (amostra 1.1), (b) solubilizada (amostra (2.1), (c) beneficiamento 620°C (amostra 8.1) e (d) beneficiamento 730°C (amostra 9.1).

Foi possível verificar o refinamento dos carbonetos nas amostras tratadas com relação à amostra de entrega. A microscopia da amostra solubilizada somente demonstra a ausência de carbonetos como segunda fase no corpo de prova.

Não foi feito um estudo detalhado quanto ao refinamento dos carbonetos, porém, através das microscopias e dos resultados de dureza mostrados a seguir consideramos que amostras tratadas à 620°C obtiveram carbonetos menores e mais dispersos, o que afetaria o crescimento do grão (alterando a dureza) além da própria contribuição do carboneto ao aumento da dureza.

### 3.3 Discussão dos resultados - Beneficiamentos: tempo e temperatura

Tabela 2 - Resultados de dureza obtidos ao longo da primeira etapa do projeto

Amostra	Dureza (HV)
1.1	220
2.1	811
3.1	862
4.1	566
5.1	525
6.1	510
8.1	374
9.1	288

Para comparação dos resultados obtidos devemos considerar, num primeiro caso, as amostras que sofreram austenitização a 800°C seguida de têmpera em água. Na tabela 2, estão representados os valores de dureza obtidos anteriormente à têmpera final. Esses valores são importantes, pois influem na trabalhabilidade do material, no que diz respeito a forjamento, usinagem, etc.

Tabela 3 - Resultados obtidos após a última etapa do processo de fabricação do corpo rolante (austenitização e têmpera em água)

Amostra	Tamanho de grão médio ( $\mu\text{m}$ )	Dureza (HV)
3.1	8,20	862
5.1T	4,24	944
7.1T	4,30	895
9.1T	5,30	929

Os dados da tabela 3 mostram um significativo aumento da dureza em relação ao material submetido aos tratamentos convencionais, sendo este aumento resultado da diminuição do tamanho de grão e refinamento dos carbonetos.

Relacionando os dados das duas tabelas verifica-se que na amostra 9.1T, que sofreu beneficiamento a 730°C, correspondeu ao esperado possuindo maior dureza em seu estado final (temperado) do que o tratamento convencional. Diferente das outras, tratadas a 620°C (valores de dureza entre 400 e 550 HV), que não apresentaram uma

dureza elevada após o beneficiamento (288HV), o que permitiria a aplicação deste tratamento para a fabricação de rolamentos.

A tabela 4 contém os dados que permitem relacionar o tamanho de grão encontrado com a dureza. O tratamento executado e o estado final das amostras estão referenciados na tabela 1.

Tabela 4 – Relação entre o tamanho de grão e a dureza

Amostra	Tamanho de grão médio ( $\mu\text{m}$ )	Dureza (HV)
2.1	13,00	811
3.1	8,20	862
5.1T	4,20	944
7.1T	4,30	895
9.1T	5,30	929

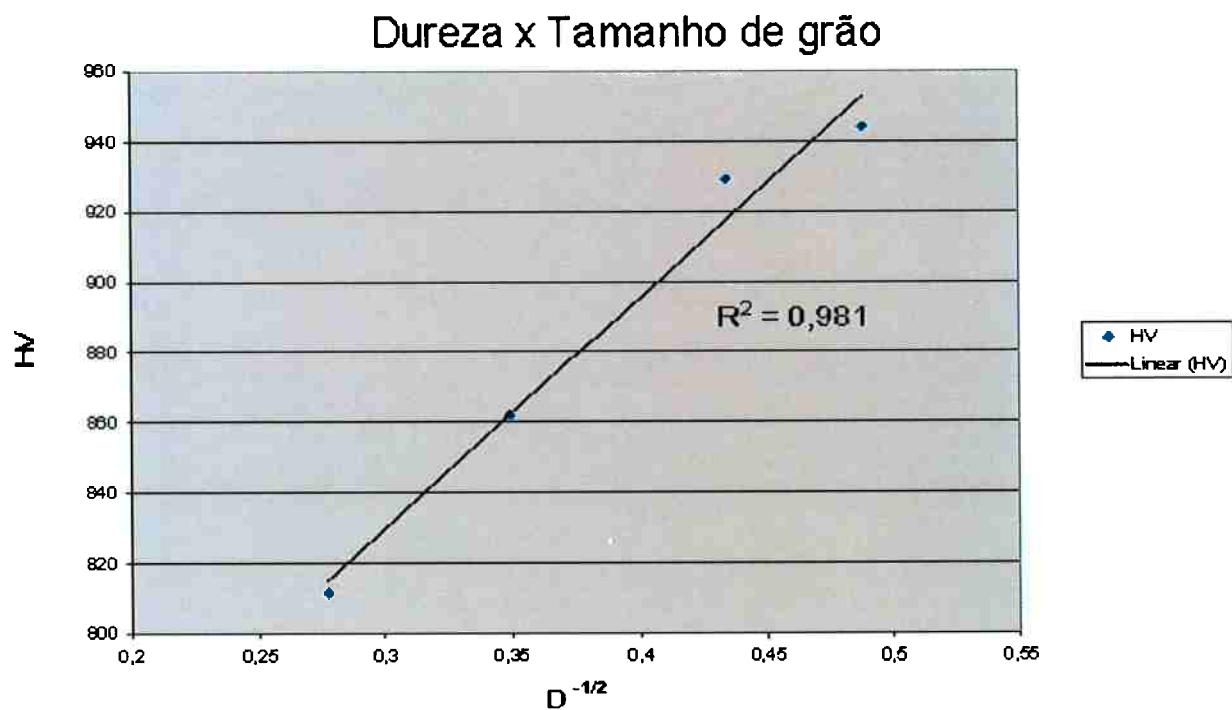


Figura 12 - Gráfico que mostra a relação entre dureza e tamanho de grão (HV x D)

O gráfico da figura 12 foi plotado para relacionar tamanho de grão e dureza, além de mostrar suas relações através de Hall-Petch. Neste caso, traça-se a linha de tendência que relaciona  $HV$  e  $D^{-1/2}$ . O valor de  $R^2=0,981$  confirma a relação.

As amostras utilizadas neste caso foram: 2.1, 3.1, 5.1T e 9.1T.

Apesar de todas as amostras utilizadas possuírem matriz martensítica, a amostra 2.1 deve possuir um teor de austenita retida elevado, o que influencia na dureza obtida.

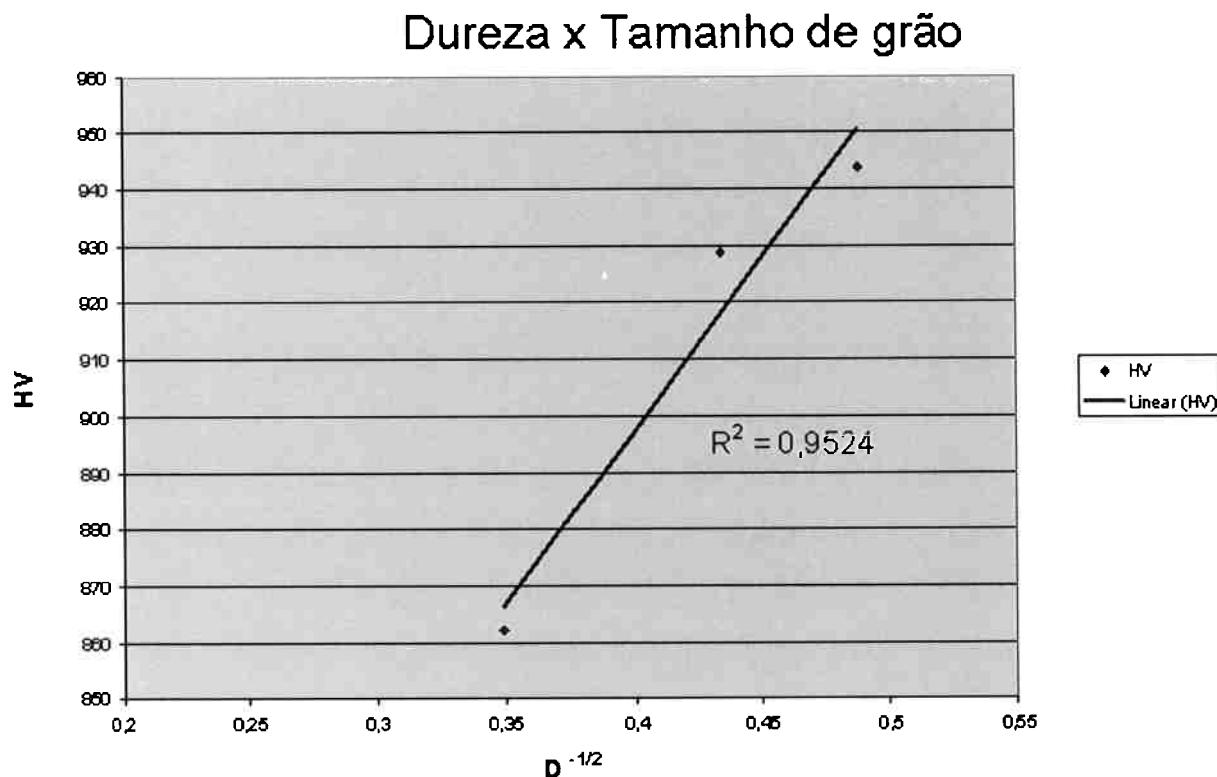


Figura 13 - Gráfico que mostra a relação entre dureza e tamanho de grão ( $HV \times D$ ), neste caso, com as mesmas amostras utilizadas no gráfico da figura 12, exceto a amostra 2.1.

Percebe-se que a ausência desta amostra altera bastante o gráfico. O valor de  $R^2$ , cai para 0,9524.

## 4 Etapa 2

### 4.1 Materiais e Métodos

#### 4.1.1 Temperatura mínima de austenitização

Convencionalmente os tratamentos feitos na fábrica de rolamentos conferem ao material, sem deformação alguma, uma dureza HV de 840 - 860, com grãos de tamanho médio de  $8\mu\text{m}$ [13].

De acordo com os conceitos apresentados anteriormente e o item 2.3 *Tratamentos térmicos intermediários* deste projeto, esperamos alterar os valores de tamanho de grão e dureza com a adição de um tratamento térmico intermediário.

Para descobrir a temperatura que poderíamos fazer as austenitzações precisávamos de um mapa de fases ou um diagrama de fase Fe-C que fosse referente à composição do material em mãos, já que quando são adicionados elementos de liga, temos alteração no diagrama Fe-C conhecido. Para isto, foi utilizado o software ThermoCalc.

O ThermoCalc, é um software no qual entramos com dados de composição e faixas de temperatura, obtendo como retorno aproximações matemáticas de como seriam as curvas **AC<sub>I</sub>**, **A<sub>e</sub>** e **A<sub>III</sub>**, além das solidus e liquidus e outras informações como porcentagem de carbono na austenita.

#### 4.1.2 Tempos de austenitização

Os tempos de austenitização são de grande importância, quando se trata de refinamento de grão. Tempos de austenitização muito longos podem levar a um crescimento de grãos elevado, prejudicando propriedades, como a dureza do material.

Tabela 5 - Tempos de austenitização que serão utilizados no trabalho.

Tempos de austenitização	
Amostra	Tempo (s)
1.2	2
2.2	5
3.2	10
4.2	15
5.2	20
6.2	30
7.2	60
8.2	120
9.2	240
10.2	480
11.2	960
12.2	1920
13.2	3840

Esperava-se que com estes tempos de austenitização muito baixos (amostras 1.2 a 6.2) conseguíssemos conter o crescimento dos grãos austeníticos, provocando o aparecimento de grãos muito pequenos (talvez nanométricos) que endureceriam o material por um mecanismo de Hall-Petch, compensando o menor teor de C da martensita se comparada aos tratamentos convencionais.

Tomadas estas decisões, precisávamos agora de um meio viável para tratar as amostras em tempos tão curtos. O tratamento em banho de sal foi escolhido para que a condução de calor entre a amostra e o meio em que estaria imersa fosse o melhor possível e o mais homogêneo possível. Através de pesquisas em handbooks decidimos utilizar um sal composto de 70% em massa de cloreto de bário ( $BaCl_2$ ) e 30% em massa de cloreto de sódio ( $NaCl$ ). A montagem do forno foi a seguinte:

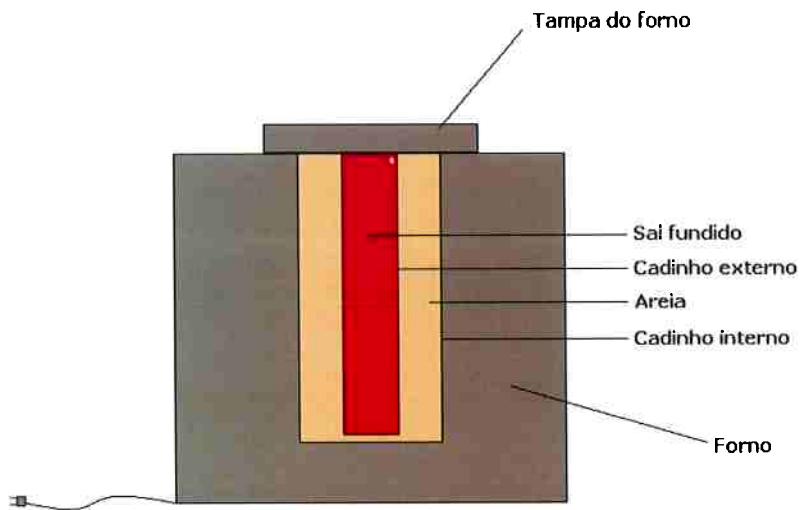


Figura 14 – Esquema do forno montado para a realização do banho de sal.

Os corpos de prova amarrados com fio de níquel-cromo para a execução do tratamento, que consistia em mergulhar as amostras até o fundo do cadinho (pois a calibração do forno foi feita de acordo com a temperatura do fundo), e depois retirá-los rapidamente e mergulhá-los em óleo.

Após os tratamentos os corpos eram cortados ao meio, embutidos, lixados e polidos. O ataque de nital permitia observação da microestrutura e ataque do tipo “teepol” permitia a observação dos tamanhos de grão.

## 4.2 Resultados

### 4.2.1 Temperatura mínima de austenitização – Aplicação do software ThermoCalc

Foi definida, então, uma rota que começa com a solubilização do material a 1050°C, seguida de têmpera em óleo, pois algumas amostras apresentaram trincas após a têmpera em água, e beneficiamento a 700°C durante 30 minutos, com resfriamento ao

ar, seguidos de austenitizações cujo tempo varia. As etapas de revenimento foram retiradas por tornar os tratamentos muito complexos.

A temperatura de 700°C foi estimada, devido à dureza elevada das amostras beneficiadas à 620°C antes da têmpera final. O que significa que tais amostras apresentariam dificuldades no momento da fabricação dos corpos rolantes. Em contrapartida, a amostra beneficiada (amostra 9.1 da tabela 1) a 730°C apresentou baixo valor de dureza, adequado para conformação a frio, mas já com algum crescimento de carbonetos.

Conforme explicado no item 4.1.1, o software ThermoCalc pode ser utilizado para mapeamento das fases, dada a composição do material (representada no topo do gráfico). Os resultados destes cálculos estão representados nos gráficos a seguir.

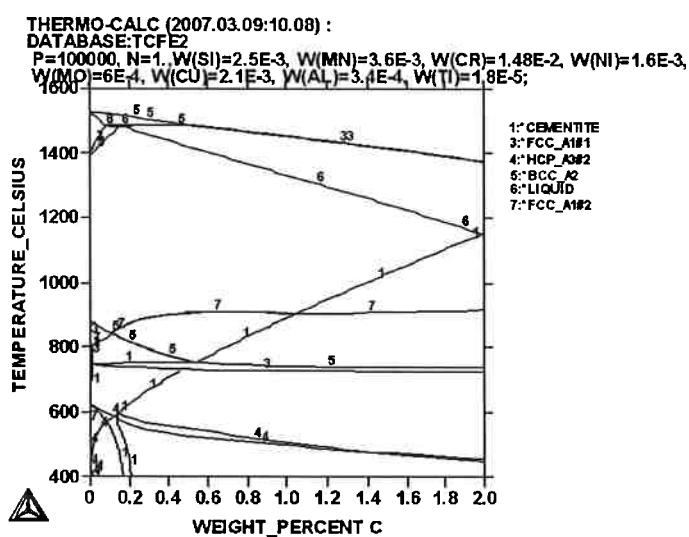


Figura 15 – Isopleta do aço 52100 utilizado no projeto. Os números acima das linhas representavam as respectivas fases que passam a se formar abaixo da linha. 1 – Cementita. 3 – Austenita. 4 – Carboneto ε. 5 – Ferrita. 6 – Líquido.

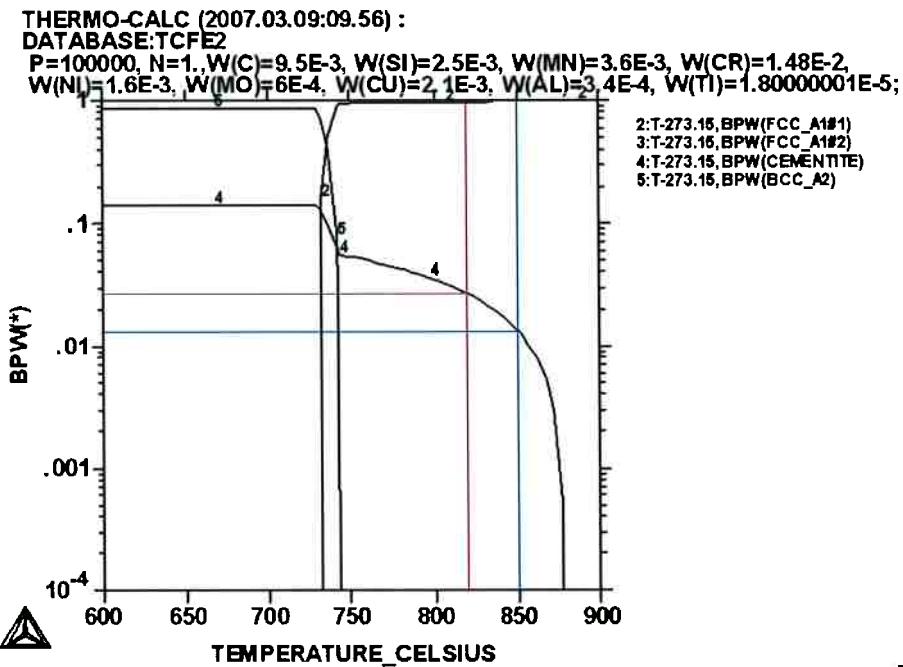


Figura 16 – Mapa de fases do aço 52100 utilizado no projeto. Os números acima das linhas representavam as respectivas fases que passam a se formar a esquerda da linha durante o resfriamento. 2 – Austenita. 4 – Cementita. 5 – Ferrita. A linha vermelha faz o cruzamento da temperatura escolhida de 820°C, e seu cruzamento no eixo Y, a fração mássica de fases. Por sua vez, a linha azul representa segue o mesmo raciocínio, porém, para o tratamento convencional.

Analizando as figuras 15 e 16, escolhemos a temperatura de austenitização de 820°C. A figura 15 mostra que nesta temperatura estamos no campo da austenitização. Na figura 16, fazemos o cruzamento da temperatura escolhida e a fração mássica de fases. Percebe-se, que a fração mássica de cementita varia de, aproximadamente, 1,5% para 3%, com a alteração da temperatura.

#### 4.2.2 Tempos de austenitização – Micrografias e valores de dureza obtidos

Desenvolvemos, então, uma seqüência de tratamentos:

Tabela 6 – Tratamentos térmicos realizados em busca de um tempo ótimo de austenitização

Amostra	Solubilização (tempo) TO*	Beneficiamento (tempo) Tar**	Tempo de austenitização TO* (s)
1.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	2
2.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	5
3.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	10
4.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	15
5.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	20
6.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	30
7.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	60
8.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	120
9.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	240
10.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	480
11.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	960
12.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	1920
13.2	1050°C (1h)	700°C (0,5h)	3840

\* - Têmpera em óleo

\*\* - Resfriamento ao ar

Pela tabela 6, podemos ver que teremos 13 amostras que sofrerão a austenitização após solubilização a 1050°C, têmpera em óleo, beneficiamento a 700°C e resfriamento ao ar. A austenitização das amostras será feita a 820 °C seguida de têmpera em óleo.

Vale lembrar, que como o trabalho se encontra dividido em 2 etapas, estas amostras referem-se a segunda etapa do projeto. Por este motivo, o segundo algarismo que define a amostra é o 2.

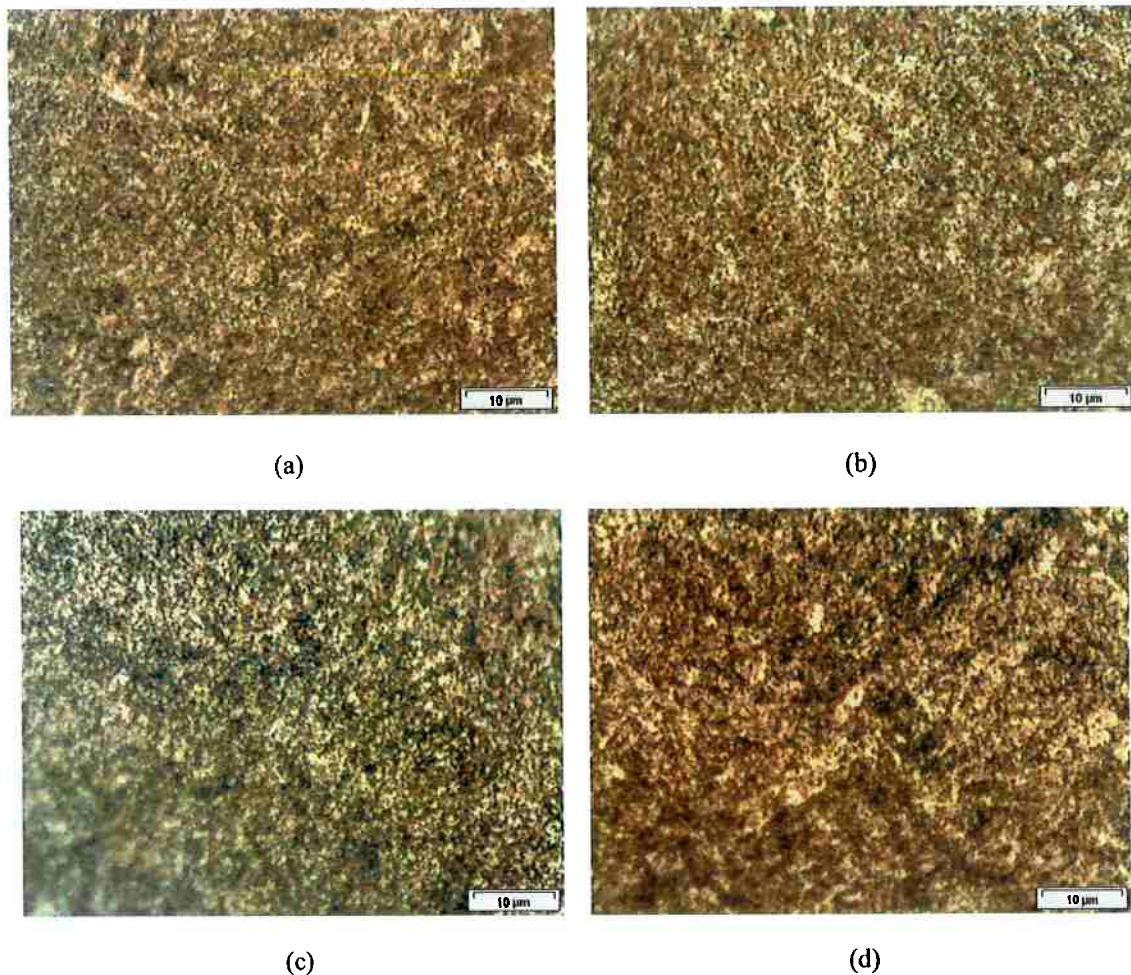


Figura 17 – Amostras que sofreram solubilização a 1050 °C por 1h seguida de têmpera em óleo, beneficiamento a 700 °C por 0,5h seguido de resfriamento ao ar e: (a) não sofreu austenitização (b) austenitização por 2s; (c) austenitização por 5 s; (d) austenitização por 10s. Todas as amostras foram temperadas em óleo. As amostras apresentaram uma austenitização incompleta. Ataque com Nital.

Aumento: 1000X.

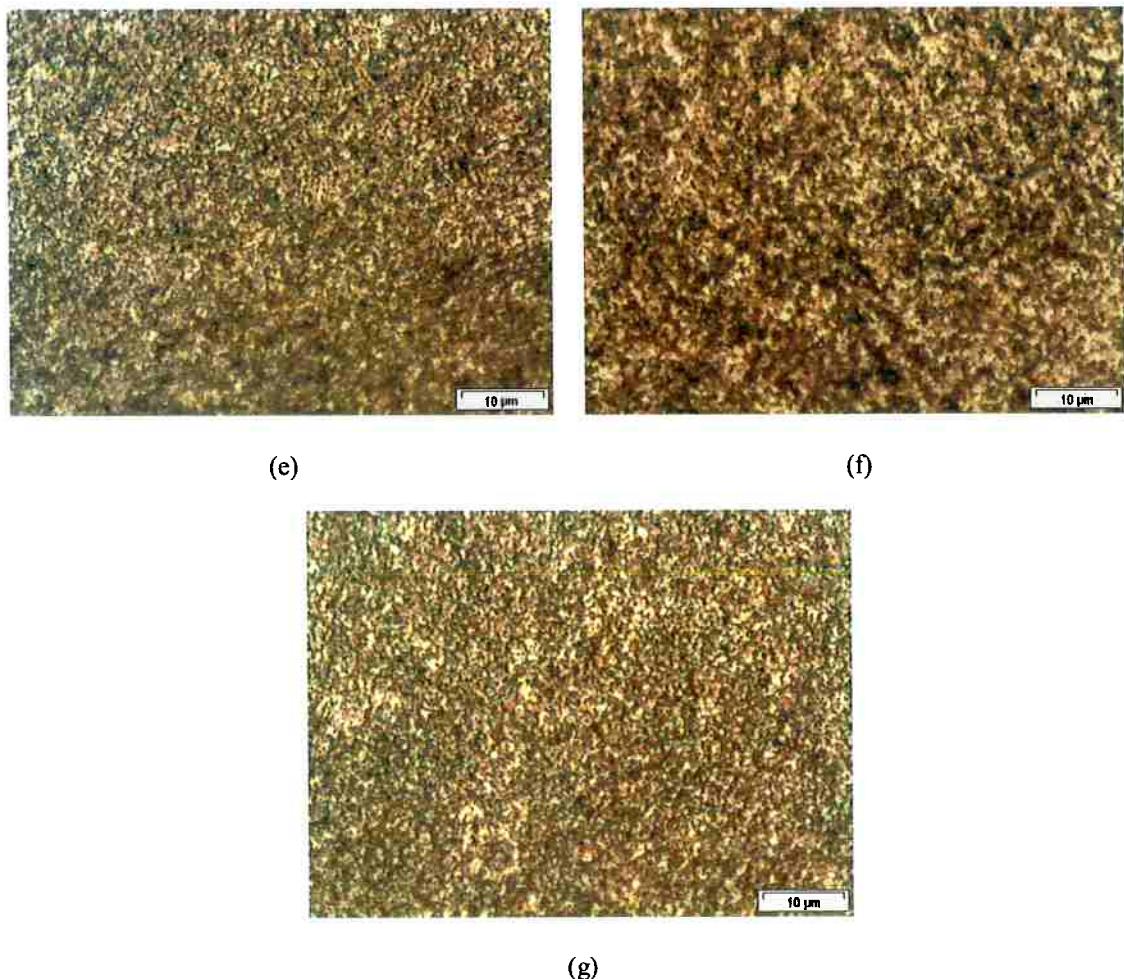


Figura 18 – Amostras que sofreram solubilização a 1050 °C por 1h seguida de têmpera em óleo, beneficiamento a 700 °C por 0,5h seguido de resfriamento ao ar e: (e) austenitização por 15 s; (f) austenitização por 20 s; (g) austenitização por 30 s. Todas as amostras foram temperadas em óleo. As amostras apresentaram uma austenitização incompleta. Ataque com Nital. Aumento: 1000X.

Nas figuras 17 e 18, temos representadas as seguintes amostras: (a) amostra beneficiada, (b) amostra austenitizada por 2 segundos, (c) amostra austenitizada por 5 segundos, (d) amostra austenitizada por 10 segundos, (e) amostra austenitizada por 15 segundos, (f) amostra austenitizada por 20 segundos e (g) amostra austenitizada por 30 segundos. O ataque utilizado foi o Nital e o aumento de 1000X.

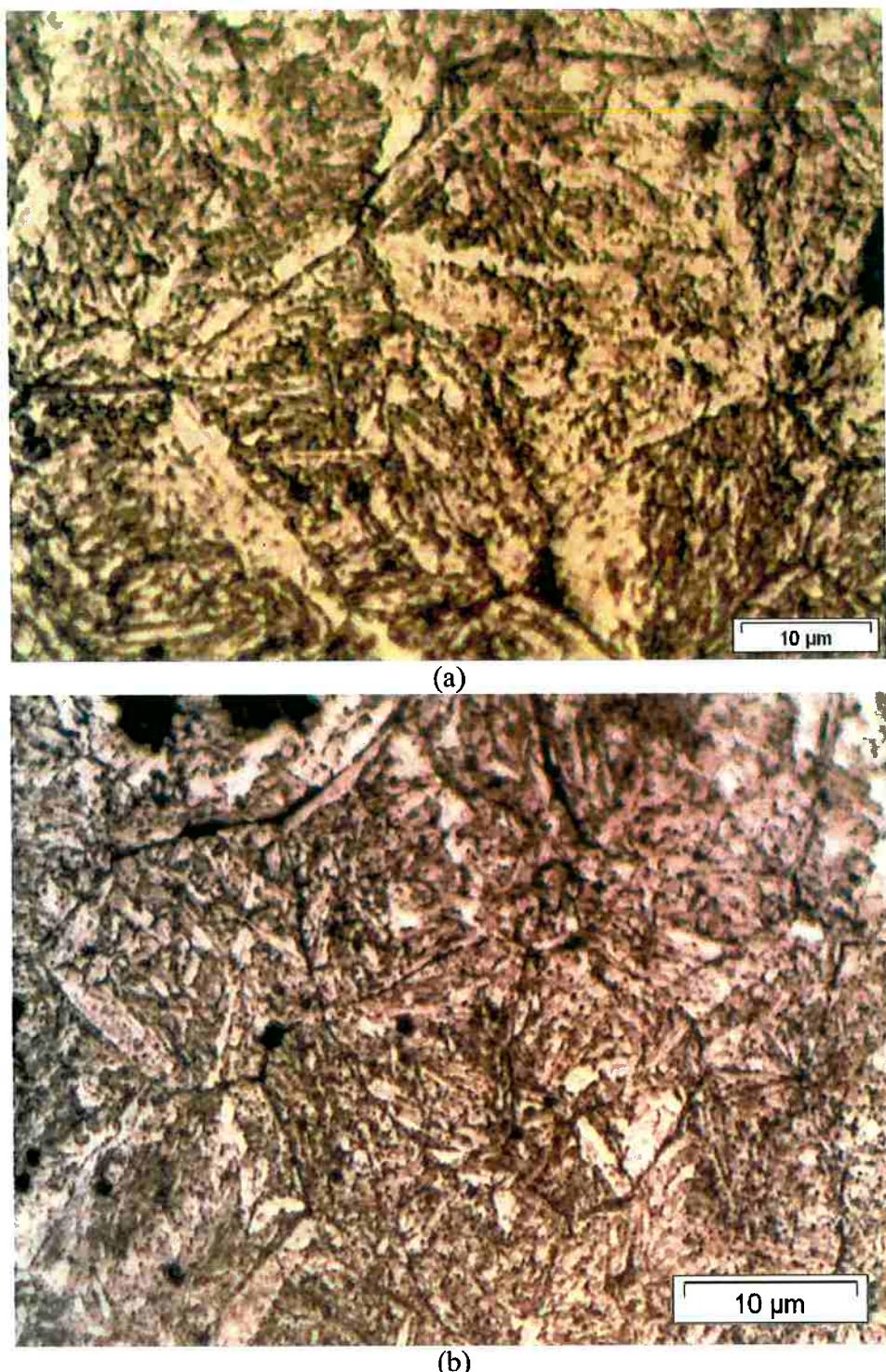


Figura 19 – (a) Microscopia óptica com o material solubilizado a 1050°C por 1 hora, têmpera em óleo, beneficiamento a 700°C, resfriamento ao ar; (b) Microscopia óptica com o material austenitizado a 820°C por 30 segundos e têmpera em óleo. Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férlico. Aumento: 1000X.

Dando continuidade aos tratamentos, passamos aos tratamentos mais longos que trouxeram resultados melhores em relação aos de tempos muito curtos. A tabela 7 mostra os resultados de dureza para os tratamentos com duração de 4 a 64 minutos.

Tabela 7 – Resultados dos ensaios de dureza para amostras beneficiadas.

Amostra	Tempo de austenitização a 820°C (s)	Dureza (HV)
9.2	240	753
10.2	480	784
11.2	960	829
12.2	1920	829
13.2	3840	798

Obtidos estes resultados, decidimos fazer austenitizações, seguindo os tempos que se referem a algumas amostras presentes na tabela 7, com corpos de prova não beneficiados, para efeito de comparação.

Tabela 8 – Resultados dos ensaios de dureza para amostras não beneficiadas.

Amostra	Tempo de austenitização a 820°C (s)	Dureza (HV)
14.2	240	630
15.2	480	637
16.2	960	634
17.2	1920	694

As curvas representadas na figura 20 mostram o aumento de dureza da amostra beneficiada em relação às amostras não beneficiadas.

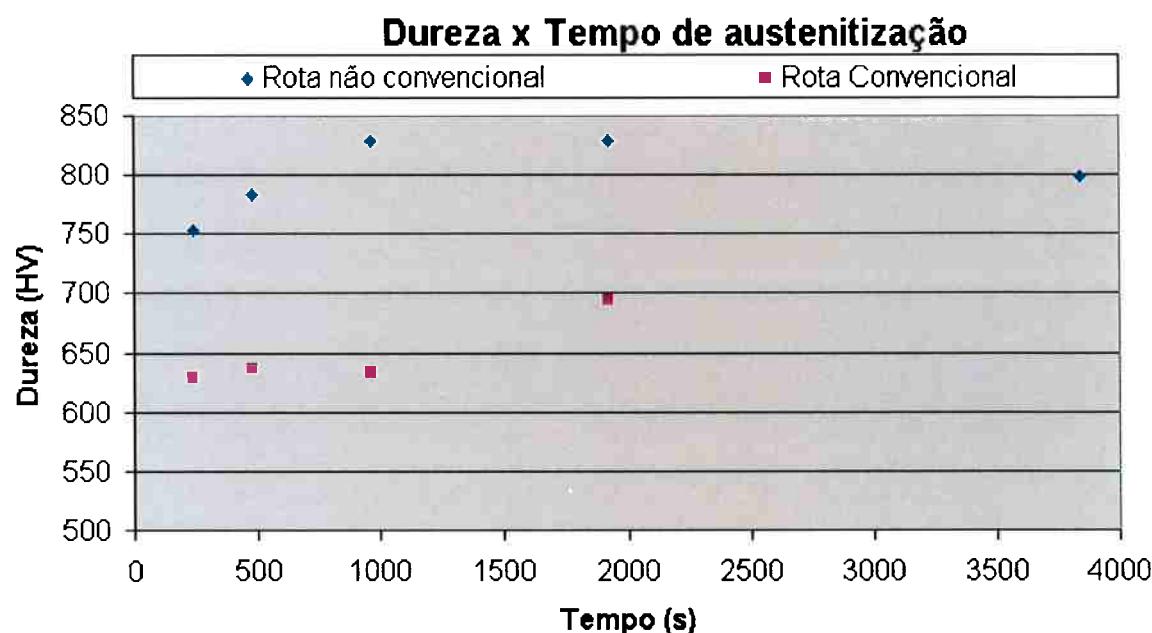


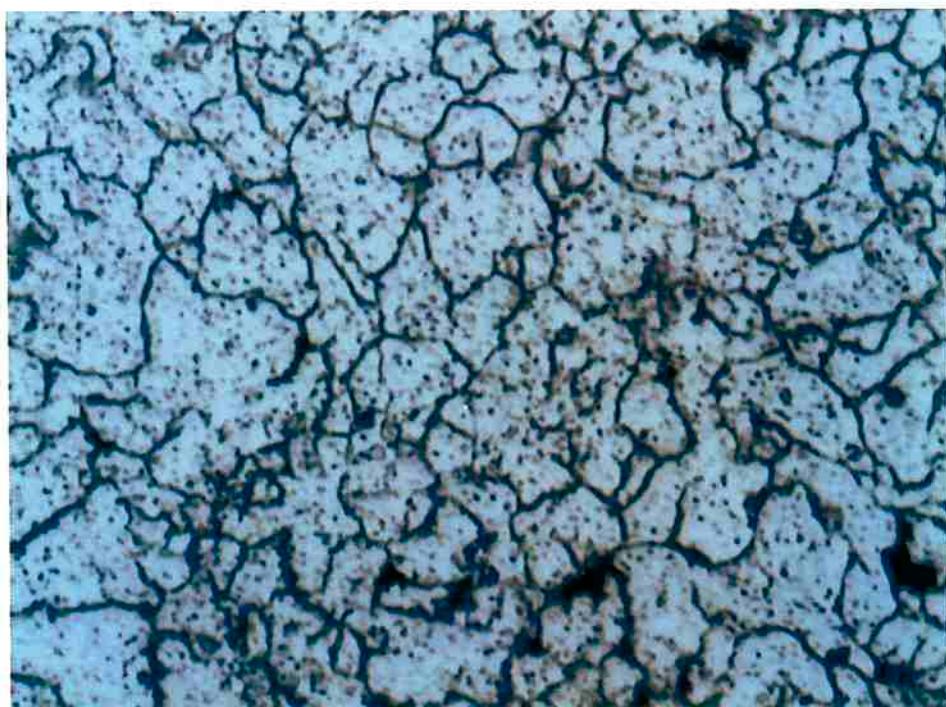
Figura 20 - Gráfico com os resultados de dureza obtidos para os tratamentos mais longos

É interessante apontar a diferença entre os valores de dureza obtidos entre as amostras em azul (rota de tratamento não convencional) e rosa (rota de tratamento convencional).

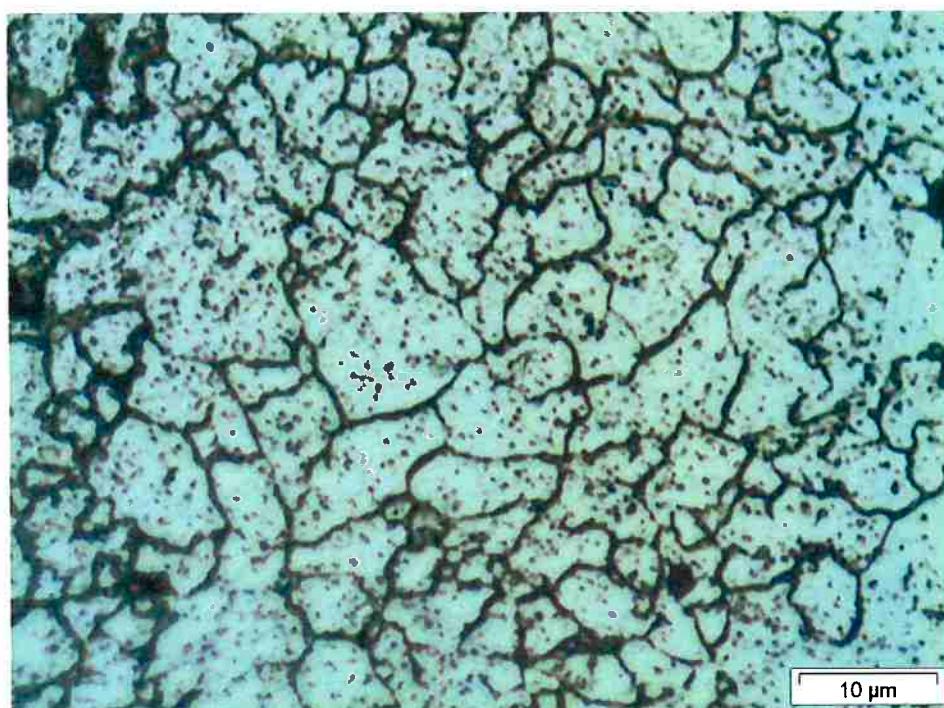
A seguir, são mostrados os resultados de tamanho de grãos obtidos para as amostras que apresentaram as durezas mais elevadas e que evidenciam a existência deste ponto ótimo de tempo de austenitização para o antigo grão austenítico atacado com teepol.

Tabela 9 – Tamanhos de grão obtidos pelo método de Hilliard.

Amostra	Tempo de austenitização a 820°C (s)	Tamanho de grão médio (μm)
10.2	480	5,14
11.2	960	5,06
12.2	1920	5,07
13.2	3840	5,23

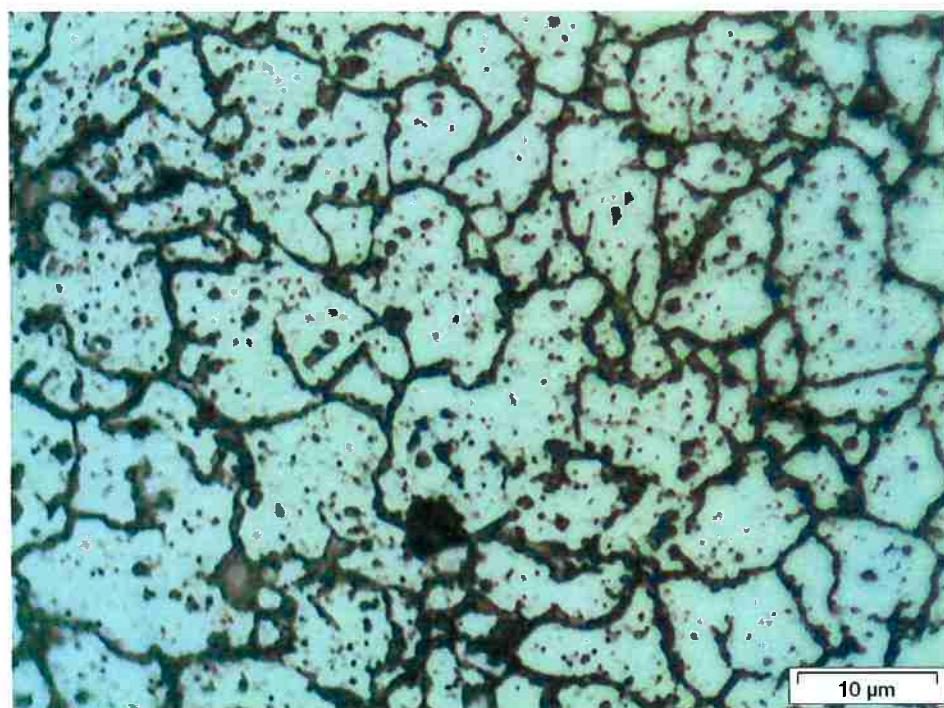


(a)

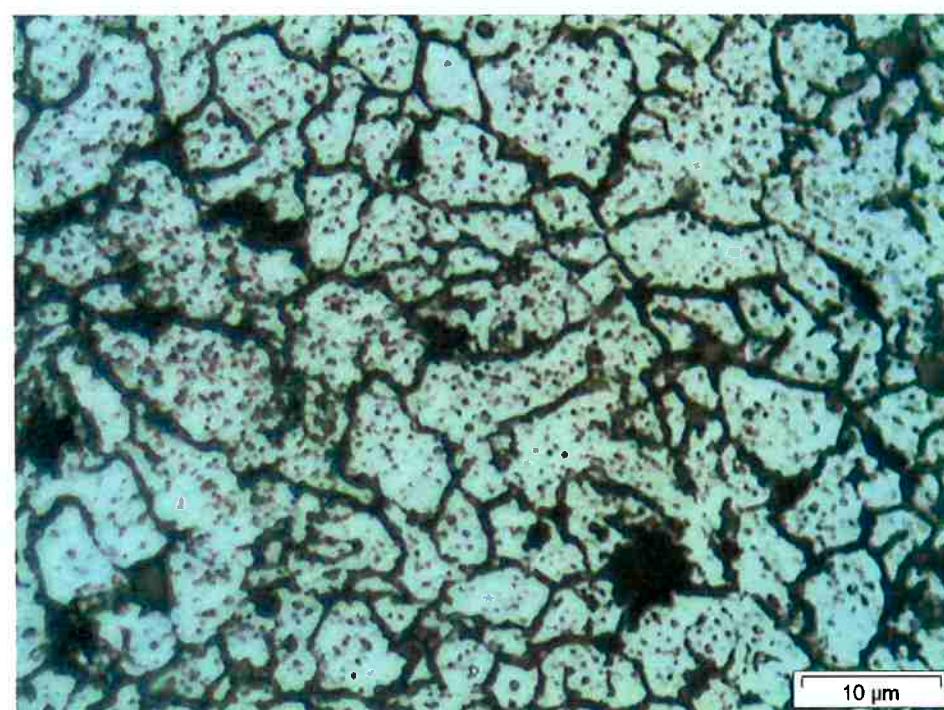


(b)

Figura 21 – Microscopia óptica. (a) 8 minutos de austenitização (amostra 10.2), (b) 16 minutos de austenitização (amostra 11.2). Ataque: solução de ac. Pícrico e cloreto férrico. Aumento: 1000X.



(a)



(b)

Figura 22 – Microscopia óptica. (a) 32 minutos de austenitização (amostra 12.2), (b) 64 minutos de austenitização (amostra 13.2). Ataque: solução de ac. Picrico e cloreto férlico. Aumento: 1000X.

Como última etapa da pesquisa foi feita a observação de algumas amostras selecionadas utilizando MEV.

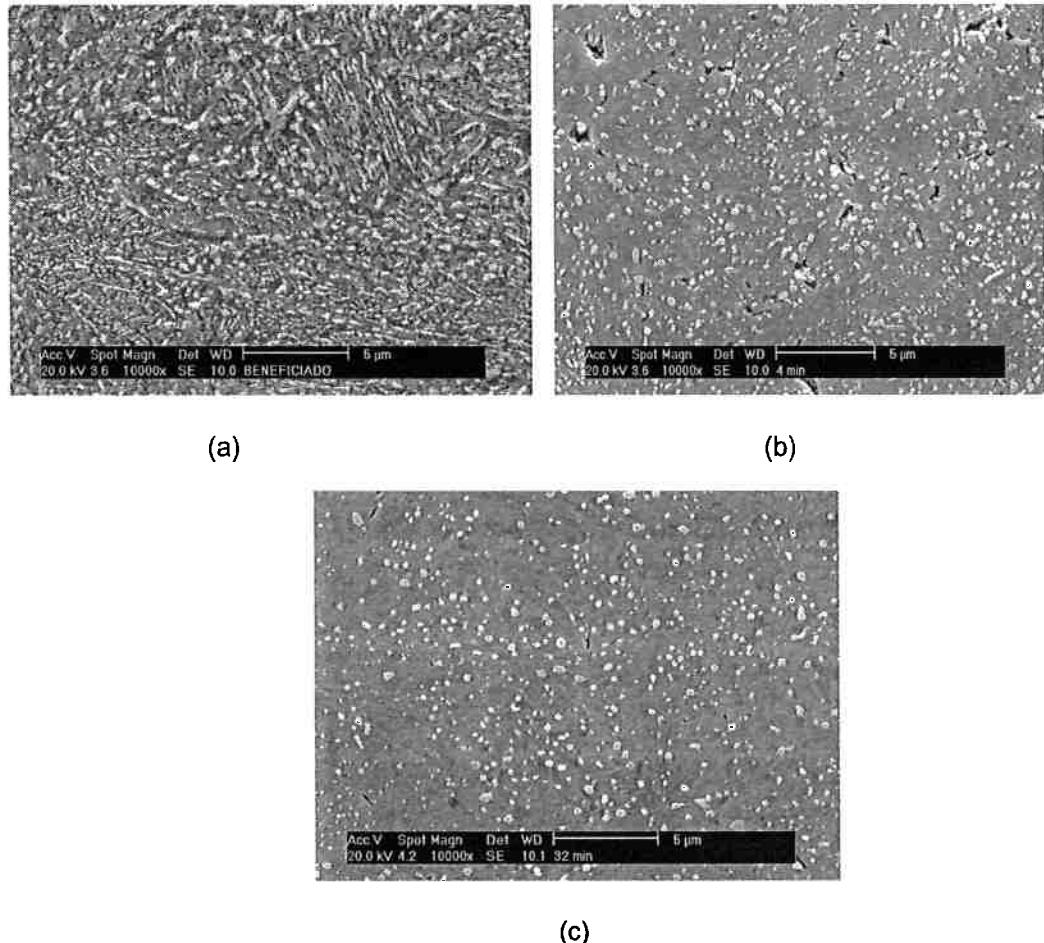


Figura 23 – Microscopia eletrônica de varredura. (a) amostra beneficiada, (b) 4 minutos de austenitização (amostra 9.2) e (c) 32 minutos de austenitização (amostra 12.2). Ataque: Nital. Aumento: 10000X.

#### 4.3 Discussão dos resultados - Tempo ótimo de austenitização

Após o término dos tratamentos térmicos, os resultados obtidos através de ensaio de dureza das primeiras oito amostras, mostram que é possível não ter havido austenitização o que é evidenciado pela observação das amostras com microscópio óptico evidenciam isto.

Todas as amostras que foram austenitizadas no máximo por 120 segundos a 820°C apresentavam durezas por volta de 300 HV. Como foi constatado que as amostras não foram austenitizadas totalmente, é possível que os tempos tenham sido curtos demais. Um dos fatores que influencia neste tipo de tratamento é a condução de calor entre o banho e a amostra. Neste caso, para garantir a austenitização, ou seja, que a amostra tenha atingido a temperatura esperada e tenha havido transformação precisaríamos controlar a temperatura da amostra, e não somente a temperatura do forno.

Estes resultados nos permitem afirmar que as estruturas encontradas não são martensíticas, pois são durezas muito baixas, já que o esperado eram valores por volta de 800 HV. Ainda que os resultados apresentados acima sejam suficientes, foi feita a análise das microestruturas.

Os resultados obtidos não nos possibilitam afirmar tanto sobre o tamanho dos carbonetos, porém é possível perceber que há homogeneidade. A matriz em questão é ferrítica, com os carbonetos esferoidizados, sem precipitação de contorno. Esperava-se, já que as amostras não atingiram temperaturas suficientes para a têmpera, que tivesse aumentado o tamanho médio de carbonetos em relação à amostra beneficiada.

Os resultados obtidos para estes tratamentos curtos (até 2 min) mostram que não houve uma grande alteração da amostra beneficiada para a austenitizada, e os tamanhos de grão (ferríticos) encontrados foram todos próximos de 23  $\mu\text{m}$  (sofrem variação pequena creditada ao erro da contagem).

Pelos resultados obtidos no ensaio de dureza (tabela 7) podemos observar que o topo da curva dureza versus tempo de tratamento, para as amostras previamente beneficiadas, encontra-se entre 16 e 32 minutos.

Para as amostras tratadas em tempos muitos curtos (até 2 minutos) pode-se afirmar que não houve austenitização através da análise da dureza (resultados muito baixos para amostras temperadas), e de microscopia óptica, que mostrou a semelhança entre a amostra beneficiada e as austenitizadas em tempos muito curtos (figura 19). As figuras 17 e 18 mostram que até os 2 minutos, não houve austenitização completa (percebe-se heterogeneidade).

A partir de 4 minutos começamos a observar uma têmpera que apresenta melhores resultados (tamanhos de grão menores e durezas mais elevadas) e para o tempo de 16 minutos ( $820^{\circ}\text{C}$ ) já conseguimos um bom resultado, 829 HV, para uma temperatura de austenitização baixa, se comparada à temperatura utilizada na indústria.

É possível verificar a partir das microscopias da figura 23, a variação do tamanho dos carbonetos com o tempo de austenitização, fato importante que suporta o aumento de dureza mostrado na tabela 7 e no gráfico representado na figura 20.

## 5 CONCLUSÃO

- A definição de uma temperatura ótima para o tratamento intermediário baseou-se nos resultados da primeira etapa. A temperatura de 700°C foi escolhida como a temperatura que promovia o menor tamanho de grão e a menor dureza no aço, o que mantinha uma boa trabalhabilidade do material. O valor absoluto desta temperatura foi estimado de acordo com as temperaturas utilizadas nos ensaios (620°C e 730°C)
- Apesar de não atingirmos o objetivo do trabalho que era a obtenção de grão ultrafino, vale ressaltar que para a temperatura utilizada, a dureza encontrada foi elevada, e talvez possa ser maior, se considerarmos que existe um tempo ótimo entre 16 e 32 minutos. Este tempo ótimo seria o tempo no qual houve austenitização completa (não há mais presença de ferrita) com uma imediata interrupção do crescimento de grão (têmpera).
- Embora não tenham sido realizadas medidas de outras propriedades mecânicas além da dureza, espera-se que estas amostras apresentem melhor desempenho em relação à tenacidade à fratura e fadiga, uma vez que a martensita é de menor teor de carbono, se comparada à têmpera convencional a 860°C Isto é, o teor de martensita escorregada deve ser superior ao teor de martensita maclada, além de menor tamanho de grão austenítico e consequentemente, menor tamanho de placas e pacotes de martensita [19].
- Obteve-se um refino comparado com o material tratado a partir do como recebido. Este refino pode ser um indicio de que com uma melhoria do processo será possível obter grãos ultrafinos.
- A figura 20 mostra que os materiais que sofreram um tratamento intermediário antes da austenitização a 820°C apresentaram valores de dureza superiores em relação aos austenitizados a partir da estrutura ferrítica com carbonetos esferoidizados. Novamente na figura 20, podemos ver que esta afirmação é válida para tempos de austenitização até 1920 segundos.

## REFERÊNCIAS

- 1) H. GOLDENSTEIN; W. G. SILVA; R. S. CUMINO. Estudo Comparativo entre um Tratamento Isotérmico Abaixo do Ms Seguido de Revenimento e a Têmpera e Revenimento Convencionais do Aço DIN 100Cr6. In: I Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico 01/13, 2003. v. 01.
- 2) T. MAKI: Materials Science and Technology, vol. 71 (2001), 771.
- 3) S. TAGASHIRA, K. SAKAI, T. FURUHARA and T. MAKI: ISIJ Int., 40 (2000), 1149.
- 4) W. J. NAM, C. M. BAE, J. SEI. Oh and S-J. KWON: Scripta Materialia, 42 (2000), 457.
- 5) H. PAQUETON and A. PINEAU: J. Iron Steel Inst., 209 (1971), 991.
- 6) T. MAKI and T. FURUHARA: Proc. the 21st RisØ Int. Symp. on Material Science, ed. by N. Hansen, X. Huang and D. Juul Jensen, E. M. Lauridsen, T. Leffers, W. Pantleon, T. J. Sabin and J. A. Wert, RISØ National Laboratory, Roskilde, Denmark, (2000), 125.
- 7) T. MIZOGUCHI, T. FURUHARA, T. MAKI: Proc. Int. Symp. on Ultrafine Grained Alloys (ISUGS 2001), ISIJ, Tokyo, (2001), 198.
- 8) T. FURUHARA, E. SATO, T. MIZOGUCHI, S. FURIMOTO and T. MAKI: Grain boundary character and superplasticity of fine-grained ultra-high carbon steel. Materials Transactions, JIM, 43 (2002), 2455.
- 9) T. SAKUMA, N. WATANABE and T. NISHIZAWA: Trans. Jpn. Inst. Met., 21 (1980), 159.
- 10) H. TASHIRO and H. SATO: Bull. Jpn. Inst. Met., 10 (1991), 1078.
- 11) M. MEIER: The Hall-Petch Relationship, Department of chemical engineering and materials science, University of Clifornia, Davis, september 13<sup>th</sup>, 2004.

Texto extraído do site <http://www.matsci.ucdavis.edu/MatSciLT/EMS-174L/Files/HallPitch.pdf>, no dia 8 de dezembro de 2008.

- 12) E.O.HALL, Proc. Phys. Soc., Ser. B, Vol. 64, pp. 747-753, (1951). *apud* 11
- 13) N.J.PETCH, J. Iron and Steel Institute, pp. 25-28, May 1953. *apud* 11
- 14) K.TSUZAKI, H. MATSUYAMA, M. NAGAO and T. MAKI, Mater. Trans. JIM 31 (1990) 983.
- 15) T. FURUHARA, E. SATO, T. MIZOGUCHI, S. FURIMOTO and T. MAKI, Mater. Trans. 43 (2002) 2455.
- 16) R. CUMINO, Estudo comparativo das características mecânicas e microestruturais do aço rolamento DIN 100Cr6 obtidas a partir de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento e de austêmpera, 2005.
- 17) Z. JIEWU, X. YAN, Y. LIU, Lath martensite in 1.4% C ultra-high carbon steel and its grain size effect, Materials Science and Engineering A 385 (2004), 440 – 444.
- 18) G. KRAUSS, ISIJ International, Vol. 35 (1 995), No. 4, pp. 349-359.
- 19) G. KRAUSS, Materials Science and Engineering A273–275 (1999) 40–57.
- 20) A. P. TSCHIPTSCHIN, A. SINATORA, H. GOLDENSTEIN, Metalografia dos aços, Ed. ABM, 1988.
- 21) W. S. SILVA, Estudo da influência da austenita retida sobre a tenacidade à fratura do aço DIN 100 Cr-6 (AISI 52100), Congresso anual da ABM, 2000.