

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE – FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA – EE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA – PPMec

RAFAEL CÉSAR LAMIM MARTINS DE OLIVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DA APLICAÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE
TÊMPERA E PARTIÇÃO NO AÇO SAE 4340**

Rio Grande - RS

2018

RAFAEL CÉSAR LAMIM MARTINS DE OLIVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DA APLICAÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE
TÊMPERA E PARTIÇÃO NO AÇO SAE 4340**

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade Federal do Rio Grande.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl.

Coorientador: Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros.

Rio Grande - RS

2018



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec



Ata nº 13/2018 da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte e um dias do mês de agosto de dois mil e dezoito, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às oito horas e trinta minutos no Mini auditório do prédio da Fabricação Mecânica no Campus Carreiros desta Universidade, a que se submeteu o mestrando Rafael César Lamim Martins de Oliveira, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de Soldagem e Materiais do PPMec, com o seguinte título: **DESENVOLVIMENTO DA APLICAÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO NO AÇO SAE 4340**. Referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores: Vinicius Martins, Jorge Luis Braz Medeiros e Fabio Augusto Dornelles do Amaral, sob a presidência do Professor Luciano Volcanoglo Biehl. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Vinicius Martins: APROVADO
2. Luciano Volcanoglo Biehl: APROVADO
3. Jorge Luis Braz Medeiros: APROVADO
4. Fabio Augusto Dornelles do Amaral APROVADO

Foi concedido um prazo de 30 dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

1. Vinicius Martins
CPF: 971.591.310-53
2. Luciano Volcanoglo Biehl
CPF: 575.195.100-00
3. Jorge Luis Braz Medeiros
CPF: 588.871.210-87
4. Fabio Augusto Dornelles do Amaral
CPF: 905.700.220-53

Rafael César Lamim Martins de Oliveira: Rafael

Olga Corrêa Lamim (*In Memoriam*)

AGRADECIMENTOS

Aos Professores Dourotes Luciano Volcanoglo Biehl e Jorge Luis Braz Medeiros pela orientação e contribuição essencial para o desenvolvimento deste trabalho;

À minha família e à minha namorada pelo carinho e suporte nos momentos difíceis;

Aos laboratórios de metalografia, ensaios mecânicos e metalurgia pelo suporte ao andamento desta pesquisa.

Aos colegas, alunos, estagiários e demais pessoas que de alguma forma ajudaram para a conclusão deste trabalho.

*A lei suprema da invenção humana é
que apenas se inventa trabalhando.*

(Émile-Auguste Chartier)

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Perspectiva da utilização dos AHSS para os veículos norte-americanos. ...	4
Figura 2 - Representação esquemática dos AHSS de primeira geração.	4
Figura 3 - Relação entre alongamento e a tensão de ruptura para diversos aços.	6
Figura 4 - Representação da lacuna esperada a ser ocupada pelos AHSS de terceira geração.	6
Figura 5 - Frações de austenita retida: (a) QT = 50 °C; (b) QT = 100 °C.	8
Figura 6 - Representação da quantidade carbono presente na austenita retida: (a) QT = 50 °C; (b) QT = 100 °C.	8
Figura 7 - Demonstração de cálculos baseados no conceito de ECC para um material com 0,5% C.	10
Figura 8 - Ilustração dos mecanismos de resfriamento.	11
Figura 9 - Comparação entre os processos de resfriamento para diferentes meios: a) óleo mineral; b) solução aquosa de polímero.	12
Figura 10 - Diferentes taxas de resfriamento para os corpos de prova: a) resfriamento em óleo; b) resfriamento em solução de polímero.	13
Figura 11 - Esquema do processo de Têmpera e Partição. C_i , C_γ , C_m representam a concentração de carbono na liga, na austenita e na martensita respectivamente. ...	14
Figura 12 - Quantidade prevista de austenita retida para diferentes %C.	15
Figura 13 - (a) Efeito da temperatura de Partição na quantidade de austenita retida realizados em um processo de uma etapa (QT=PT); (b) Efeito da temperatura de têmpera na quantidade de austenita retida para PT igual a 425°C (realizados em um aço com 0,34 (in wt.) % de C e 0,74 (in wt.) % de Si).	16
Figura 14 - MEV de um aço tratado por T&P: contendo ferrita (F), austenita retida (RA) e martensita (M).	17
Figura 15 - Identificação das fases por difração de elétrons retroespalhados com a austenita em amarelo e a martensita em azul: em (a) PT = 300 °C, (b) PT = 350 °C, (c) PT = 400 °C.	17
Figura 16 - Comparação das curvas de equilíbrio das frações de austenita retida a depender da quantidade de Ni para diferentes temperaturas PT.	18
Figura 17 - Comparação de frações de austenita retida para dois materiais, diferenciando-se pela adição de 0,25 in wt. % de Mo, na cor verde, em diferentes	

temperaturas de partição, pela ordem quadrado, círculo e triângulo correspondem a 350, 400 e 450 °C, respectivamente.	19
Figura 18 - Representação dos estágios propostos pelo estudo de Qu.	20
Figura 19 - Representação dos resultados obtidos por Qu. CA indica austenitização completa; IA, intercrítica.	21
Figura 20 - Organograma da metodologia pretendida.	22
Figura 21 - Variação de dureza para diferentes temperaturas para o aço SAE 4340. Amostras temperadas de 845 °C a partir de óleo e revenidas por duas horas.	25
Figura 22 - Diagrama TTT para o aço SAE 4340 austenitizado a 845 °C e tamanhos de grão 7-8 ASTM.	26
Figura 23 - Esquema do processo de T&P para diferentes tempos de resfriamento pós-austenitização e partição realizada a temperatura PT.	27
Figura 24 - Resultado da MO na amostra inicial em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	29
Figura 25 - Resultado do MEV na amostra inicial em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	29
Figura 26 - Análise EDS na amostra inicial – Ferrita (F)	31
Figura 27 - Análise EDS na amostra inicial – Carbonetos (CB).	31
Figura 28 - Resultado do ensaio de DRX na amostra inicial.	32
Figura 29 - Resultado da MO na amostra P10A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	33
Figura 30 - Resultado da MO na amostra P10B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	34
Figura 31 - Resultado da MO na amostra P10C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	34
Figura 32 - Resultado do MEV na amostra P10A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	35
Figura 33 - Análise de EDS na amostra P10A – Carbetos.	36
Figura 34 - Resultado do ensaio de DRX na amostra P10A.	36
Figura 35 - Resultado da MO na amostra P30A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	38
Figura 36 - Resultado da MO na amostra P30B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	39

Figura 37 - Resultado da MO na amostra P30C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	39
Figura 38 - Resultado do MEV na amostra P30A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	40
Figura 39 - Resultado do ensaio de DRX na amostra P30A.	41
Figura 40 - Resultado da MO na amostra P90B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	42
Figura 41 - Resultado da MO na amostra P90A: (a) aumento 200x e (b) aumento 500x.	43
Figura 42 - Resultado da MO na amostra P90C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	43
Figura 43 - Resultado do MEV na amostra P90B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	44
Figura 44 - Resultado do ensaio de DRX na amostra P90B.	45
Figura 45 – Resultado da MO na amostra TRC em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	46
Figura 46 – Resultado da MO na amostra TRA em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	47
Figura 47 - Resultado da MO na amostra TRB em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	47
Figura 48 - Resultado do MEV na amostra TRC: em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.	48
Figura 49 - Resultado do ensaio de DRX na amostra TRC.	49
Figura 50 - Comparação entre os resultados de MEV. Onde: (a) Partição em 10 s, (b) Partição em 30 s, (c) Partição em 90 s e (d) Têmpera e Revenimento.	52
Figura 51 - Comparação do resultado da análise de DRX em todos os ciclos térmicos realizado, além da amostra inicial. Na imagem: P90, P30, e P10 são oriundas da T&P com tempos de partição de 90 s, 30 s e 10 s, respectivamente; TR para Têmpera e Revenimento e, N, amostra inicial.	53
Figura 52 - Comparação dos resultados da análise de microdureza. Na imagem: P90, P30, e P10 são oriundas da T&P com tempos de partição de 90 s, 30 s e 10 s, respectivamente; TR para Têmpera e Revenimento e, N, amostra inicial.	56
Figura 53 - Diagrama de caixa das amostras P10 variando a carga no ensaio de microdureza Vickers.	56

LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Planos cristalográficos das fases ferrita/martensita (α) e austenita (γ)	24
Tabela 2 - Resultado da avaliação química na amostra inicial.....	28
Tabela 3 - Resultado da análise de microdureza Vickers na amostra inicial.....	32
Tabela 4 - Resultado da análise de microdureza nas amostras T&P em 10s.	37
Tabela 5 - Resultado da análise de microdureza nas T&P em 30 s.....	41
Tabela 6 - Resultado da análise de microdureza nas T&P em 90 s.....	45
Tabela 7 - Resultado da análise de microdureza nas T&P em 90 s.....	49
Tabela 8 - Análise proporcional entre os picos de fase indicados entre as diversas amostras.....	54

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

AHSS	-	Advanced High Strength Steels
ASTM	-	American Society for Testing and Materials
N	-	Amostras em condições como recebidas
YR	-	Austenita Retida
CB	-	Carbonetos
DRX		Difração de Raios-X
ECC	-	Equilíbrio Constrito de Carbono
F	-	Ferrita
f_y	-	Fração de Austenita
Mn	-	Manganês
M	-	Martensita
MA	-	Martensita-Austenita
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	-	Megapascal
MO	-	Microscopia Óptica
Ni	-	Níquel
P10	-	Partição em 10 s
P30	-	Partição em 30 s
P90	-	Partição em 90 s
PT	-	Partitioning Temperature
PAG	-	Polialquilene Glicol
PSA	-	Polisódio Acrilato
PVP	-	Polivinilpirrolidona
QT	-	Quenching Temperature
SAE	-	Society of Automotive Engineers
T&P (Q&P)	-	Têmpera e Partição (Quenching and Partitioning)
TR	-	Têmpera e Revenimento
Mf	-	Temperatura de fim de transformação de martensita
Ms	-	Temperatura de início de transformação de martensita
TRIP	-	Transformation Induced Plasticity
TWIP	-	Twinning-Induced Plasticity steel

RESUMO

Um novo tratamento térmico foi apresentado recentemente, então denominado têmpera e partição (T&P), com o intuito de criar aços com austenita retida estável em sua microestrutura. Inicialmente, esse tratamento foi realizado em aços de alto silício, não obstante, seu potencial alcança outros diversos materiais como os de baixa liga contendo níquel ou mangânes – o qual consiste em realizar a têmpera entre temperaturas inicial (M_s) e final (M_f) da transformação martensítica, seguidos por um reaquecimento a um estágio isotérmico durante um certo período. Neste trabalho, foi realizado a T&P no aço SAE 4340, austenetizados a 850 °C durante 30 min, então temperado em polímero ao patamar de 240 °C e por fim, particionado em três tempos distintos: 10 s, 30 s, e 90 s. Ainda, foi feito a têmpera e revenimento (TR) no mesmo material para comparações entre as microestruturas e propriedades mecânicas, através de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-x (DRX), além de ensaios de microdureza Vickers. Observou-se uma microestrutura complexa nas amostras oriundas da T&P, diferentemente dos corpos de prova da TR. A partir do DRX, obteve-se indícios de que o tempo de 30 s para o processo de partição foi o mais efetivo em estabilizar a austenita retida. Soma-se a isso, a alta dureza alcançada, chegando ao nível de 696HV1.

Palavras-chave: aços de baixa liga, austenita retida, microestrutura, martensita, propriedades mecânicas.

ABSTRACT

A new heat treatment was presented recently, denominated then as quenching and partitioning (Q&P), in order to stabilize the retained austenite in the microstructure of steels. Initially, this treatment was carried out on high-silicon-steels, although, its potential reaches other materials with low alloys containing nickel or manganese - which consists of a quenching between M_s and M_f temperatures, followed by a reheating to a isothermal stage over a period of time. In this work, the Q&P was conducted on SAE 4340 steel, austenitized at $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 30 min, then quenching in polymer up to $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ and partitioned into three different times: 10 s, 30 s, and 90 s. Also, a quenching and tempering (TR) treatment was conduct on the same material to evaluate and compare the microstructures and mechanical properties obtained in both processes, through optical microscopy, scanning electron microscopy, x-ray diffraction (XRD), as well as Vickers microhardness tests. A complex microstructure was observed in the samples from Q&P, unlike TR specimens. From the XRD, indications was obtained that the time of 30 s for the partitioning process was the most effective in stabilizing the retained austenite. Added to this, the high hardness reached, 696HV1.

Keywords: low alloy steels, retained austenite, microstructure, martensite, mechanical properties.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVO	2
2.1. Objetivos Específicos	2
3. REVISÃO DA LITERATURA	3
3.1 Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS)	3
3.1.1 AHSS de Terceira Geração	5
3.2 A Supressão da Formação de Carbeto e a Estabilização da Austenita Retida ...	6
3.3 Partição de Carbono e o Equilíbrio Constrito de Carbono	9
3.4 Solução Aquosa de Polímero como Fluido de Têmpera	10
3.5 Tratamento de Têmpera e Partição: recentes avanços	13
3.5.1 A Influência dos Elementos de Liga no Processo	18
3.5.2 Variações do Tratamento de T&P	20
4. MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1 Material	23
4.1.1 Avaliação Química	23
4.1.2 Microscopia Ótica (MO)	23
4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	23
4.1.4 Ensaio de Microdureza Vickers	24
4.1.5 Difração de Raios-X (DRX)	24
4.2 Procedimento Experimental	25
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	28
5.1 Caracterização Inicial	28
5.2 Têmpera e Partição	33
5.2.1 Partição em 10 s	33
5.2.2 Partição em 30 s	37
5.2.3 Partição em 90 s	41
5.3 Têmpera e Revenimento	45
5.4 Comparação entre os Tratamentos	49
6 CONCLUSÕES	57
6.1 Sugestões para Trabalhos Futuros	58
REFERÊNCIAS	59

1 INTRODUÇÃO

A necessidade de se obter materiais com propriedades mecânicas elevadas para atender a crescente demanda do mercado global por segurança e eficiência nos projetos fez com que os pesquisadores nas últimas décadas buscassem desenvolver materiais que unissem diferentes fases constituintes, a fim de se obter um composto com as melhores qualidades possíveis. Por meio de tratamentos térmicos específicos, tornou-se tangível prosperar uma nova classe de aços – os aços avançados de alta resistência.

A indústria automobilística foi um dos grandes financiadores desse novo grupo de materiais, especialmente pela oportunidade de reduzir o consumo de combustível e permitir um excelente comportamento em absorção de impactos. Inicialmente, aços como o Dual Phase, TRIP e TWIP foram alvos dessa demanda. Não obstante, em 2003, foi proposto um novo tratamento térmico que permitia a alguns materiais de composições químicas específicas obterem excelentes propriedades a custos menores aos outrora desenvolvidos [1-3].

Essa nova técnica, então denominada Têmpera e Partição [10], passou a chamar a atenção rapidamente da comunidade científica a qual buscou compreender os fenômenos associados a ela. Os materiais resultantes desse tratamento são compostos, essencialmente, por martensita e austenita retida estável. Para isso, a austenita retida deve ser enriquecida de carbono advindo da martensita supersaturada a fim de estabilizá-la à temperatura ambiente. Pelo fato de usar o carbono como agente estabilizador, esses aços ganharam um forte incentivo no quesito financeiro.

Diferentes rotas foram elaboradas para permitir a partição do carbono e a consequente estabilização da austenita retida, estando em aberto a capacidade máxima possível de carbono nesse constituinte. Assim, esse presente trabalho aspira contribuir por meio de uma análise qualitativa dos microconstituintes no aço SAE 4340 em roteiros distintos de temperaturas e tempos a fim de se observar a possível capacidade do material em estabilizar a austenita retida, dado sua composição química, além de avaliar e comparar a consequência desse novo tratamento nas propriedades mecânicas com às obtidas pelo tratamento convencional de têmpera e revenimento.

2 OBJETIVO

O objetivo geral do trabalho é avaliar a capacidade do material SAE 4340 em ser tratado termicamente por Têmpera e Partição ao passo que no fim do processo se obtenha austenita retida estabilizada.

2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Analisar a capacidade do aço SAE 4340 em ser tratado termicamente por têmpera e partição.
2. Estudar a relação de rotas de temperatura e tempo na estabilização da austenita retida.
3. Avaliar a relação dos microconstituintes como efeito nas propriedades mecânicas do material e comparar as propriedades mecânicas obtidas entre o processo de Têmpera e Partição e Têmpera e Revenimento.

3 REVISÃO DA LITERATURA

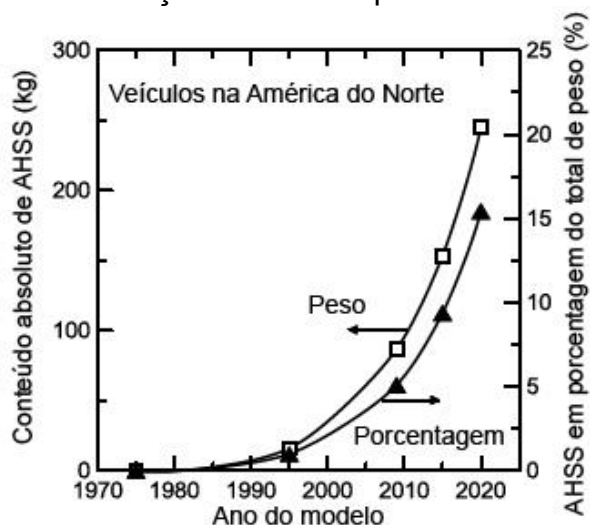
A fim de situar o assunto desse trabalho no cenário atual, foi realizado a revisão de literatura seguindo o raciocínio de apresentar os aços avançados de alta resistência em um primeiro momento; seguido pelos princípios e fenômenos para obtenção de uma classe desses e por fim introduzido o tratamento de têmpera e partição, somado aos recentes avanços praticados nos últimos anos.

3.1 AÇOS AVANÇADOS DE ALTA RESISTÊNCIA (AHSS)

A indústria automobilística, em busca de projetos otimizados, tanto para o peso do veículo quanto para a performance, passou a utilizar uma combinação de materiais de alta resistência nas montagens dos automóveis. Na última década se dobrou o número de materiais diferentes usados nas carrocerias dos carros, aumentando o limite de resistência, aproximadamente, de 200 MPa para 300 MPa [1]. Nesse contexto, desenvolveu-se os aços avançados de alta resistência (AHSS), aços avançados de alta resistência. Esses, viabilizaram redução de peso e economia de combustível, atendendo a crescente demanda de segurança dos projetos pela alta resistência apresentada. Portanto, é esperado uma ampliação na utilização desses aços nos próximos anos (Figura 1) motivado por três principais razões, são elas [1-3]:

- i. A redução do peso do carro pelo uso de chapas mais finas, permitida graças ao aumento da resistência mecânica. Assim, obtendo redução de combustível e consequente emissões;
- ii. A melhora na segurança dos veículos, isso é, avanço no comportamento do automóvel em colisões;
- iii. A forte competição entre os materiais leves como as ligas de Al e Mg, além de plásticos

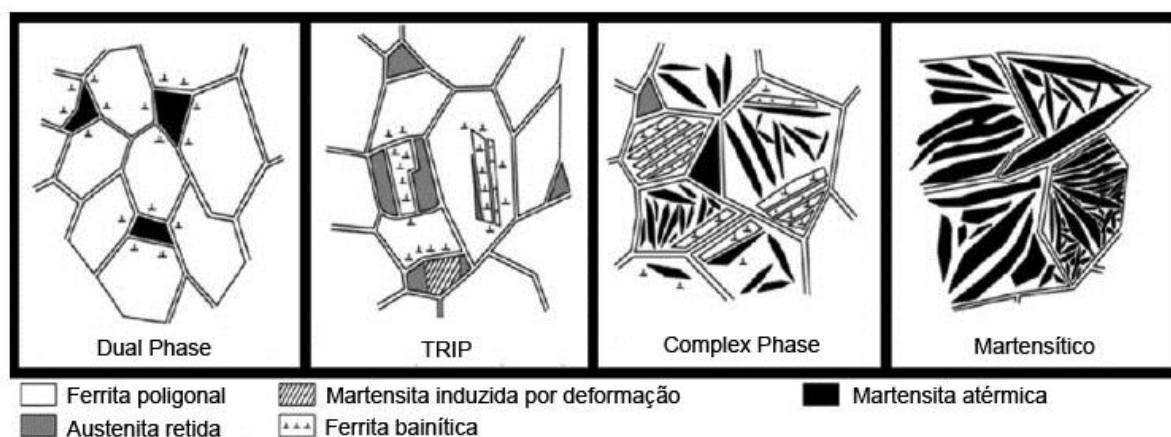
Figura 1 – Perspectiva da utilização dos AHSS para os veículos norte-americanos.



Fonte: modificado de [4].

Os AHSS se diferem dos aços convencionais de alta resistência pela capacidade de combinar alta dureza e ductilidade. Suas propriedades mecânicas, a grosso modo, são definidas em >300 MPa para o limite elástico e >600 MPa, o limite de tração [3]. A classificação dessa nova classe de material pode ser dada em gerações. A primeira geração engloba aqueles primordialmente baseados em uma microestrutura ferrítica, são exemplos os Aços TRIP (*transformation induced plasticity*), Dual Phase (DP), Complex Phase (CP) e Aços Martensíticos, cuja as microestruturas estão representadas na Figura 2. A segunda geração é caracterizada por uma estrutura austenítica, tais como os aços TWIP (*twinning induced plasticity*), L-IP (*lightweight steels with induced plasticity*) e aços austeníticos de alta resistência.

Figura 2 - Representação esquemática dos AHSS de primeira geração.



Fonte: modificado de [3].

Por fim, a terceira geração é dada por materiais de elevada combinação de dureza e ductilidade, cuja as propriedades são melhores quando comparado aos

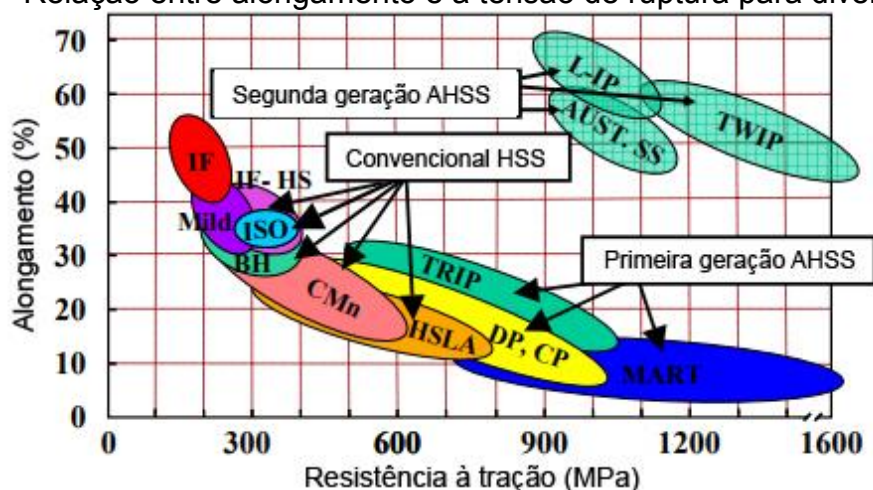
AHSS de primeira geração e menos custosos se confrontados contra os de segunda geração. Os aços resultantes de processos como a têmpera e partição (T&P, ou, *Quenching and Partitioning*, Q&P) se enquadram na terceira geração, os quais possuem grande potencial para reduzirem ainda mais o peso das estruturas de aço [5].

3.1.1 AHSS de Terceira Geração

Apesar dos aços de segunda geração apresentarem propriedades mecânicas excelentes, o custo envolvido em sua elaboração graças ao alto custo envolvido na adição de elementos de liga para produzir uma microestrutura austenítica desfavorece sua utilização. Por esse motivo, a tendência é o enfoque nos AHSS de terceira geração por estarem em uma situação intermediária entre os aços de primeira e segunda geração. Segundo Matlock e Speer [1] o desenvolvimento dessa classe de material requererá uma combinação única entre elementos de liga e microestrutura a fim de alcançar as propriedades necessárias. Estudos [6] indicam que os aços de terceira geração serão formados por uma microestrutura complexa, uma fase dura (e.g. martensita ou bainita) e quantidades significantes de uma fase dúctil (e.g. austenita).

É possível dizer que os aços de terceira geração são uma combinação de uma estrutura multifásica, característica dos aços de primeira geração, e uma fase austenítica, especialmente utilizada para conceder ao material particularidades de interesse da indústria, característica dos aços de segunda geração. As Figuras 3 e 4 apresentam uma visão geração dos atributos mecânicos desses aços e ressaltam a lacuna que será ocupada pelos AHSS de terceira geração.

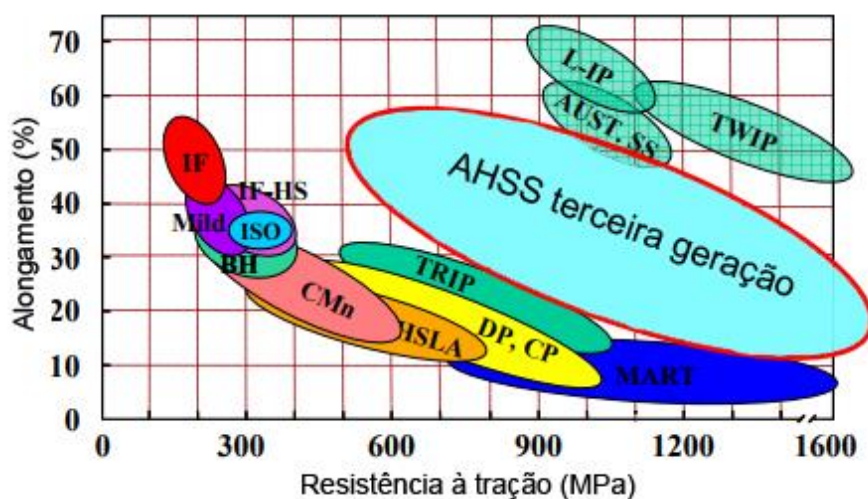
Figura 3 - Relação entre alongamento e a tensão de ruptura para diversos aços.



Fonte: modificado de [7,8].

Fica claro a partir dessas duas figuras a evolução entre as gerações dos AHSS, onde a terceira geração (obtida a partir da T&P) possui um amplo espaço de propriedades mecânicas para ser explorado. Ainda que apresente qualidades abaixo aos de segunda geração, trazem um custo menor na sua obtenção.

Figura 4 – Representação da lacuna esperada a ser ocupada pelos AHSS de terceira geração.



Fonte: modificado de [7,8].

3.2 A SUPRESSÃO DA FORMAÇÃO DE CARBETOS E A ESTABILIZAÇÃO DA AUSTENITA RETIDA

Conforme já elucidado, os AHSS de terceira geração podem ser obtidos por meio da T&P. Para tanto, o processo requer algumas ponderações – sendo a supressão da formação de carbeto uma parte crítica. Essa classe de material

necessita em meio a microestruturas mais duras, obrigatoriamente ter ao menos uma microestrutura dúctil, papel assumido pela austenita retida enriquecida de carbono. Para obter esse constituinte, durante a T&P deve ser evitado processos competitivos no que tange a utilização do carbono particionado da martensita (e.g. formação de carbeto) [10].

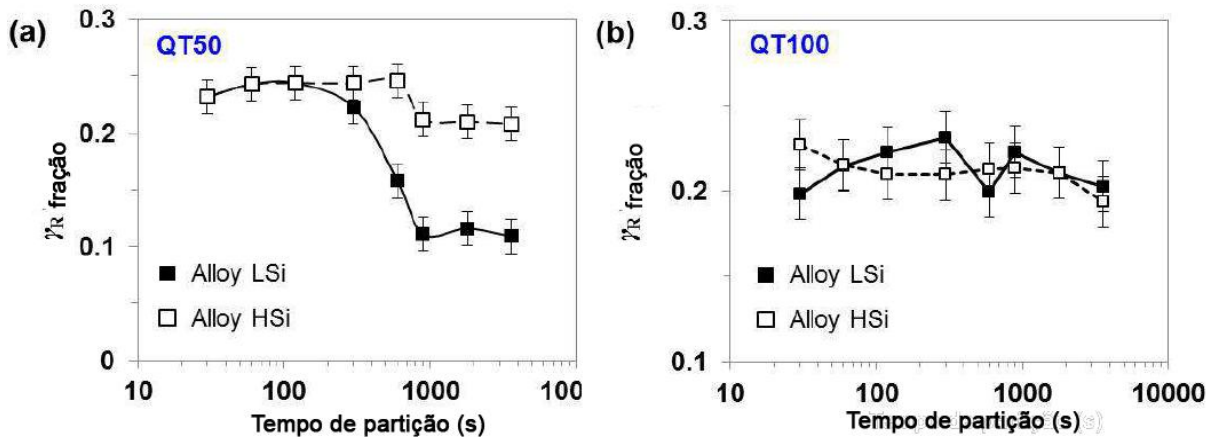
A supersaturação de carbono promove a austenita retida estabilização térmica permitindo um estado de metaestável a temperatura ambiente. Portanto, estudos buscaram aços com composições químicas específicas que pudessem suprir a formação de carbeto. O silício por possuir baixa solubilidade na cementita faz com que regiões enriquecidas desse elemento sejam criadas em volta do carbeto em crescimento e assim, evitando o seu desenvolvimento [11-13]. Outro elemento que demonstrou efetividade similar nesse papel foi o alumínio que ao elevar a temperatura e o tempo necessário para formação de carbeto dificulta o avanço desse. Entretanto, é notável que o Al apresenta menos eficiência nesse quesito (principalmente em materiais com alto teor de carbono) e por vezes é comum citar a utilização de fósforo em comunhão àquele. O fósforo reduz a cinética da precipitação da cementita, além de auxiliar no endurecimento do material. Contudo, excesso da quantidade desse elemento atua de forma deletéria na ductilidade do aço por segregar nos contornos de grão [1,13,15].

Em um trabalho realizado por Kim *et al.* [16] em 2017, realizou diversas rotas de têmpera e partição em dois materiais, um com alto teor de silício e outro, com baixo teor, para dar luz ao papel desse elemento na estabilização da austenita retida. Foi relatado que em ambos os casos ocorreram a precipitação de carbeto, entretanto o silício aparenta aumentar a estabilidade da austenita e inibir sua decomposição durante a partição do carbono.

Seguindo na mesma pesquisa, em duas rotas de têmpera, 50 °C e 100 °C (Figura 5), traduziram diferentes quantidades de martensita a depender do conteúdo de silício do material (LSi indica um material com 0,01% em peso, enquanto HSi aponta 1,98% - demais elementos químicos são similares). É possível inferir que na primeira situação na Figura 5 (a), a quantidade de austenita retida da liga LSi após um curto período de tempo de partição passou a ser reduzida de forma drástica, enquanto na liga HSi isso ocorre de forma branda. Esse resultado é consistente com estudos já mencionados e especialmente, como o de Soumail *et al.* [17] (2016), em que se esclarece o papel do Si no processo de decomposição da austenita. Ainda, foi

observado que, para a situação em que a têmpera foi realizada a 100 °C, *i.e.* Figura 5 (b), a fração de austenita retida permaneceu a mesma, independente da condição de partição.

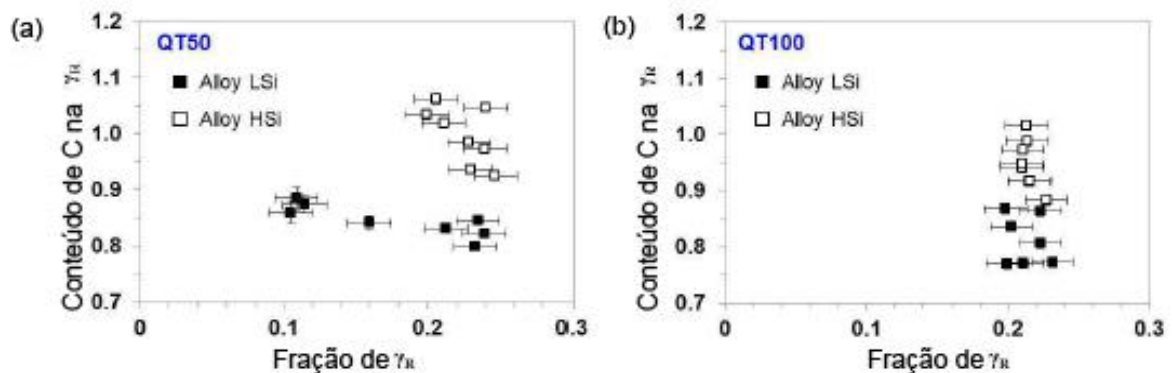
Figura 5 – Frações de austenita retida: (a) QT = 50 °C; (b) QT = 100 °C.



Fonte: modificado de [16].

Em um segundo momento, Kim *et al.* avaliou a quantidade de carbono presente nas fases em consequência do processo de partição (Figura 6). Para as amostras temperadas a 50 °C, a fração de austenita retida (YR) tendeu a diminuir enquanto a quantidade de carbono tendeu a aumentar. O autor ainda ressalta que tal fenômeno pode ser explicado pela decomposição da austenita acontecer em um mesmo estágio durante a partição e que isso indica a existência de regiões com diferentes graus de enriquecimento de carbono, sendo as com menores índices ao fim da partição tenderão a se transformar em ferrita-bainítica; já, a fração de austenita retida com maior índice de carbono resistirá a essa transformação.

Figura 6 – Representação da quantidade carbono presente na austenita retida: (a) QT = 50 °C; (b) QT = 100 °C.



Fonte: modificado de [16].

3.3 PARTIÇÃO DE CARBONO E O EQUILÍBRIO CONSTRIITO DE CARBONO

A partição de carbono em tratamentos tradicionais a altas temperaturas já é de conhecimento elementar. No entanto, nos casos em que há martensita, não existe completa unanimidade em relação a esse fenômeno – sendo por vezes discutida as particularidades na formação da bainita [10]. Além disso, é irrefutável que a formação da martensita ocorra de forma adifusional e por consequência, ter-se-á uma fase supersaturada em carbono.

Ao longo da história se utilizou a têmpera e revenimento para as mais diversas aplicações, não obstante a partição do carbono para a austenita retida era, geralmente, ignorada por ocorrer em temperaturas baixas ao ponto de promover difusões significativas. Somado a isso, processos competitivos, como a formação de carbeto durante o revenimento, consumiam o carbono supersaturado da martensita.

Entretanto, em 2003, Speer *et al.* [10] propôs um novo conceito de tratamento que se valia da supressão da formação de carbeto oferecida por elementos de liga como o silício (*vide* item 2.2) – chamado então de têmpera e partição. Nesse procedimento, é viável a partição de carbono para a austenita retida e, como consequência, ocorre sua estabilização a temperatura ambiente [10,18].

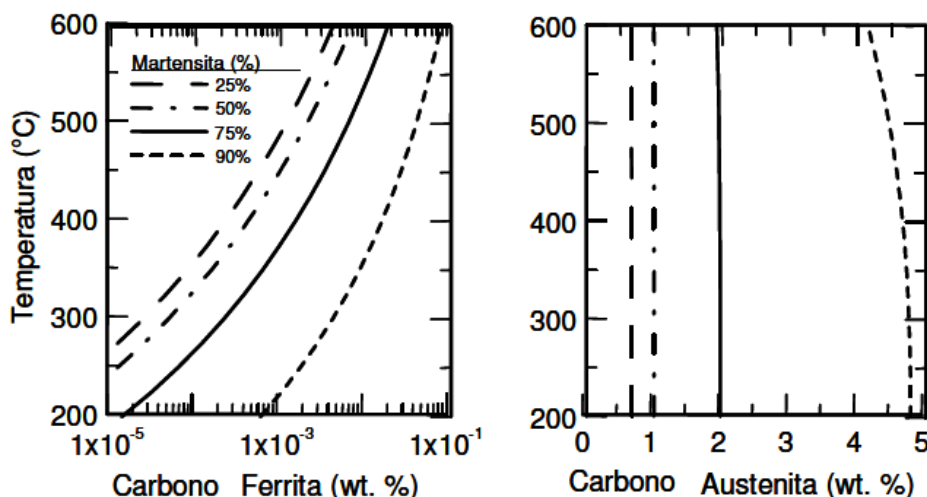
No mesmo trabalho, foi proposto um novo modelo termodinâmico para explicar esse fenômeno. A cinética do processo não é descrita, em vez disso é dado o ponto final para a partição quando o equilíbrio metaestável (entre a martensita e austenita) é atingido. O ponto de começo para os cálculos é obtido pelas frações iniciais de martensita e austenita, consequência direta da temperatura do início de formação da martensita. Esse modelo se baseia no fato de que em baixas temperaturas, as difusões intersticiais deverão ser protagonistas e que pela adição de elementos de liga ocorrerá a supressão da formação de cementita.

Em sistemas convencionais, o equilíbrio é atingido por um ajuste entre o potencial químico de seus componentes em cada fase, por meio do movimento de interfaces. Contudo, no caso da transformação martensítica, essa interface é considerada fixa e, assim, não ocorre o movimento de átomos substitucionais. Dado essa premissa, Speer e colaboradores [10] propuseram o conceito de Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC) – onde é admitido apenas difusão de átomos de carbono.

Mais além na mesma pesquisa, foi aplicado o conceito de ECC para demonstrar que quase todo o carbono disponível se encontrava na austenita,

enriquecendo-a. Analisando a Figura 7, é possível perceber um limite prático de enriquecimento possível, apesar do alto índice de carbono presente na fase. Ademais, conclui-se a dependência em se determinar a composição da ferrita e austenita pela fração inicial de martensita e pelas diferentes temperaturas de partição [10, 18-20].

Figura 7 – Demonstração de cálculos baseados no conceito de ECC para um material com 0,5% C.



Fonte: modificado de [10].

3.4 SOLUÇÃO AQUOSA DE POLÍMERO COMO FLUIDO DE TÊMPERA

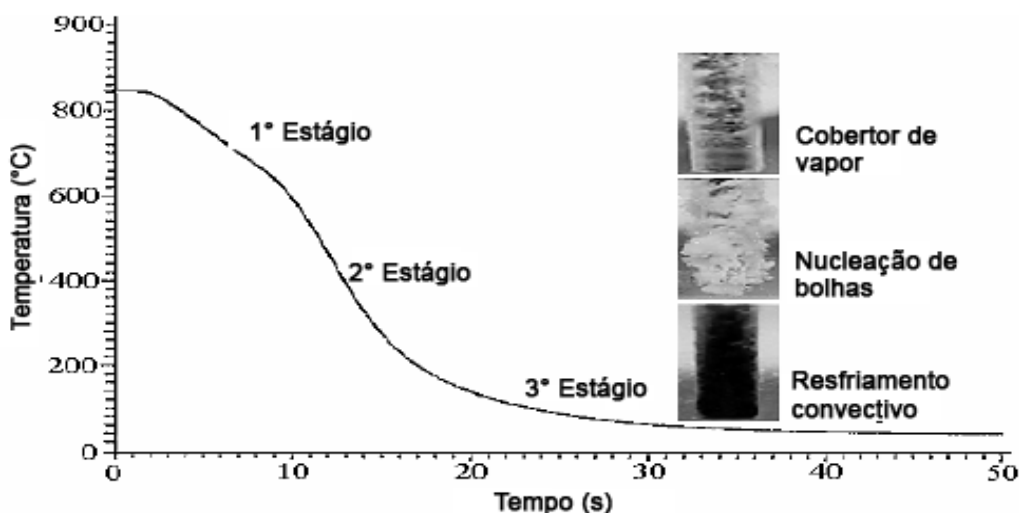
O resfriamento de interesse na têmpera ocorre em três estágios distintos. No primeiro estágio, chamado fase de vapor, a peça na temperatura de austenitização entra em contato com o meio de resfriamento. Devido ao gradiente acentuado de temperaturas, o fluido envolvente à peça é vaporizado e esse passa a recobri-la como um isolante térmico. Nesse instante, o mecanismo de radiação torna-se protagonista pela alta resistência térmica do filme formado – acarretando em taxas de resfriamentos relativamente baixas [33, 35].

O segundo estágio se dá quando uma temperatura específica, denominada Temperatura de Leidenfrost, é atingida, acarretando no rompimento do filme de vapor. Dessa maneira, o fluido de resfriamento evapora ao entrar em contato direto com a superfície do metal, resultando na maior taxa de transferência de calor entre os estágios [33, 35].

Na última etapa, o mecanismo de transferência de calor predominante é a convecção. Nessa fase a temperatura da superfície do metal é inferior a necessária para formação de vapor do fluido. Esse último estágio é o responsável pela

transformação da austenita em martensita, sendo de interesse que esse fenômeno ocorra lentamente fim de minimizar os efeitos de fissuras causados pelo aumento abrupto de volume [33, 35]. Na Figura 8, os três estágios estão representados.

Figura 8 - Ilustração dos mecanismos de resfriamento.

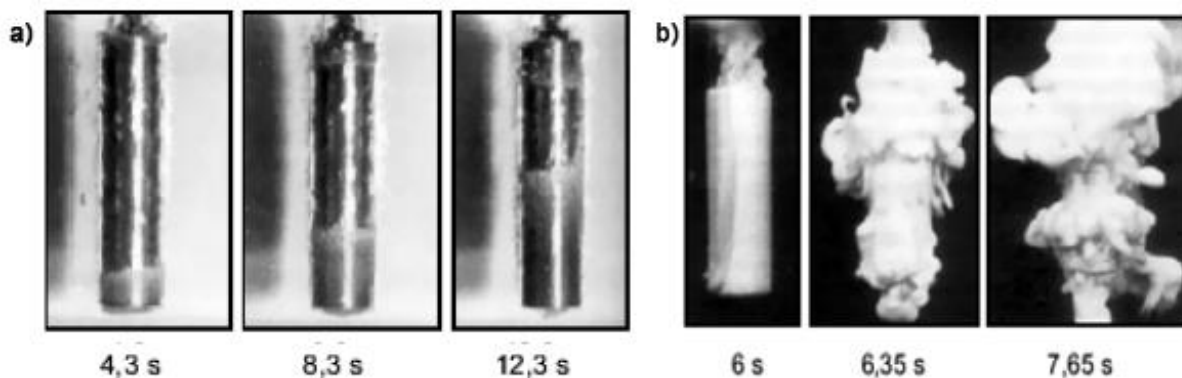


Fonte: modificado de [35].

Posto os mecanismos responsáveis pela rápida transferência de calor necessária ao tratamento de têmpera, os óleos minerais se tornaram os meios mais difundidos. Entretanto, esses apresentam várias desvantagens, como: limitação quanto a variedade de taxas de resfriamento possíveis, perigos de incêndio e transtornos ambientais no descarte [34]. Somado a esses problemas, Toten *et al* [34] demonstrou que, em um corpo de prova cilíndrico temperado verticalmente em óleo de têmpera, apresenta diferentes taxas de resfriamento entre as extremidades, pelo rompimento descontínuo do filme de vapor.

Em contrapartida, na mesma pesquisa, utilizando soluções aquosas de polímeros, observou-se a formação de bolhas simultaneamente a presença do filme de vapor. Dessa forma, um filme de polímero envolve a peça e garante o rompimento uniforme do filme de vapor – resultando em propriedades mecânicas mais homogêneas se comparados ao óleo de têmpera (Figura 9).

Figura 9 - Comparação entre os processos de resfriamento para diferentes meios: a) óleo mineral; b) solução aquosa de polímero.



Fonte: modificado de [37].

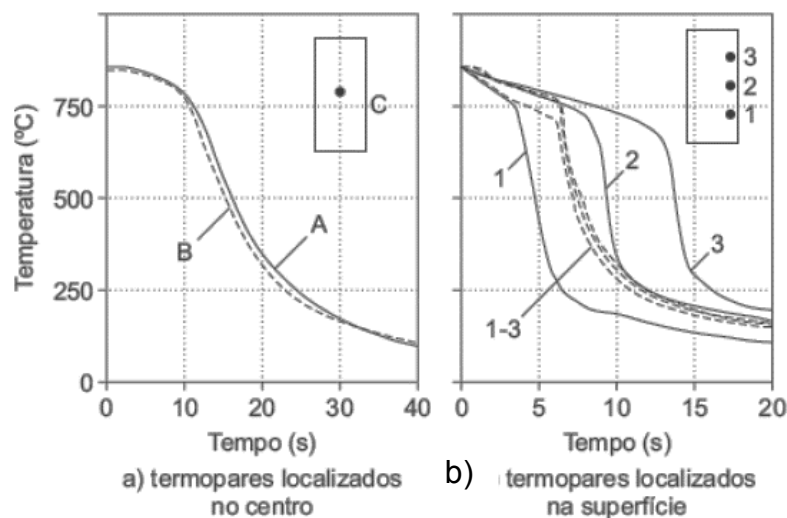
É observado na figura acima o processo moroso até ser alcançado o ponto em que ocorrerá o resfriamento convectivo para a situação com óleo mineral; utilizando a solução aquosa de polímero, há o colapso do filme de polímero que se formou ao redor da peça em poucos segundos, resultando em taxas de resfriamento elevadas.

Além disso, a utilização de polímeros manifesta outras importantes vantagens, por não agredirem o meio-ambiente – tampouco externa perigos de incêndios [34, 36].

A Figura 10 ilustra os diferentes gradientes de temperatura, comparando a têmpera a óleo com a têmpera em solução de polímero. Como é possível observar, a segunda opção garante taxas de resfriamentos mais uniformes em todo seu comprimento; já, a têmpera em óleo apresenta taxas distintas, indicando um resfriamento heterogêneo no corpo de prova, o qual resulta em propriedades mecânicas inferiores ao comparar com a têmpera em solução de polímero.

Entre os principais polímeros utilizados como fluido de têmpera, destacam-se: polímeros à base de polialquile glicol (PAG), polivinilpirrolidona (PVP) e polímeros superabsorventes (PSA). Sendo a taxa de resfriamentos dessas soluções influenciadas pela concentração, temperatura de fluido e o grau de agitação [34].

Figura 10 – Diferentes taxas de resfriamento para os corpos de prova: a) resfriamento em óleo; b) resfriamento em solução de polímero.



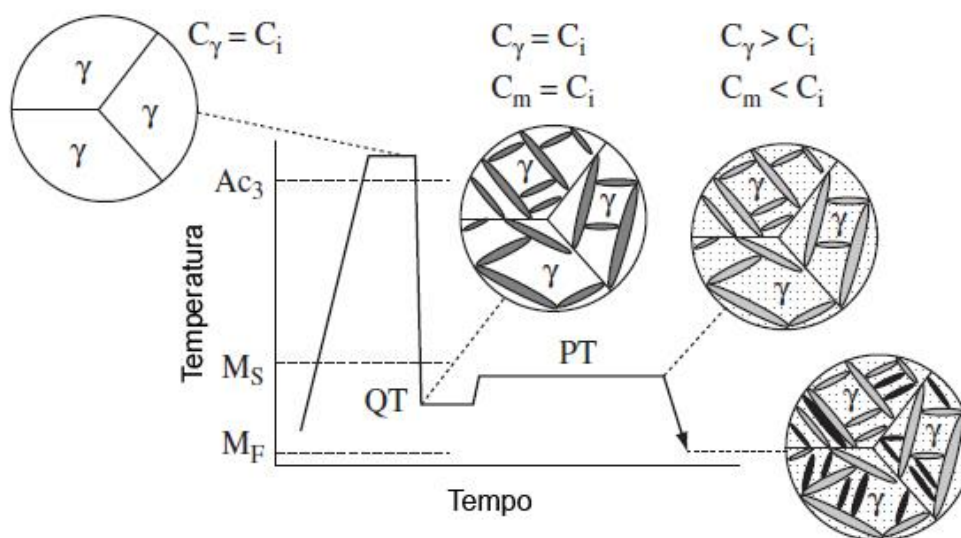
Fonte: modificado de [37].

3.5 TRATAMENTO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO: RECENTES AVANÇOS

Uma vez compreendido o papel dos elementos de liga na supressão de carbeto e, por conseguinte, partição do carbono da martensita supersaturada para a austenita retida, concedendo-a um estado de metaestável a temperatura ambiente – passa a ser necessário determinar o tratamento possível a permitir esses fenômenos. Conforme citado anteriormente, Speer *et al.* [10] propôs que a Têmpera e Partição (T&P) seria uma rota viável para tal.

Matlock *et al.* [21] em um trabalho posterior detalharam mais esse tratamento, inferindo que passos importantes seriam a austenitização do material, seguido por um rápido resfriamento para uma temperatura específica de têmpera (QT) entre o início da formação de martensita (M_s) e fim da formação da mesma (M_f) com a intenção de criar quantidades mensuráveis desse constituinte e por fim, um tratamento de partição, elevando a temperatura (PT) ao ponto de ocorrer o enriquecimento da austenita pelo carbono. Esse tratamento difere metalurgicamente dos convencionais pela supressão da formação de carbeto de forma intencional e estabilização da austenita ao invés da sua decomposição. Um exemplo desse método é mostrado na Figura 11.

Figura 11 – Esquema do processo de Têmpera e Partição. C_i , C_γ , C_m representam a concentração de carbono na liga, na austenita e na martensita respectivamente.



Fonte: modificado de [21].

Durante a etapa de têmpera, a austenita transforma parcialmente em martensita a depender da temperatura (QT) abaixo de M_s . A fração de austenita transformada é dada pela Equação 1 [22]. Além disso, é possível determinar a temperatura M_s por meio da Equação 2 [22].

$$fm = 1 - \exp[-0.011 \cdot (M_s - QT)] \quad (1)$$

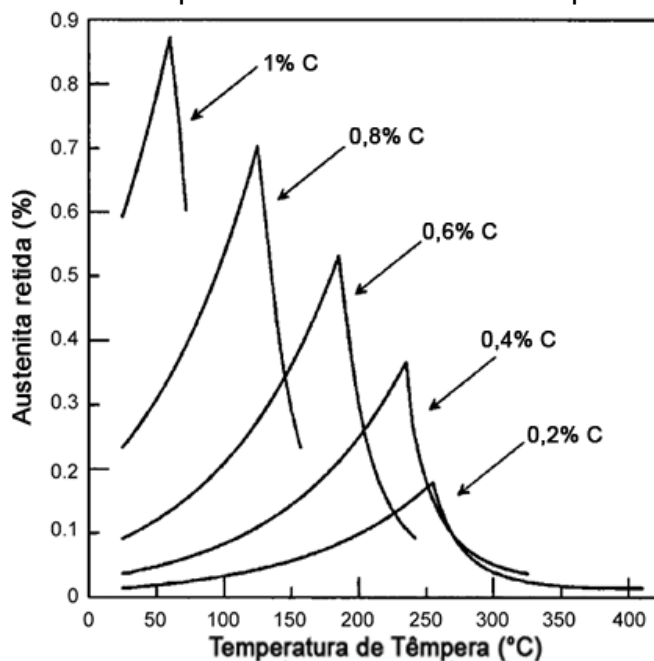
$$M_s (^\circ C) = 539 - 423C - 30,4Mn - 12,1Cr - 17,7Ni - 7,5Mo \quad (2)$$

Diversos trabalhos passaram, então, a buscar temperaturas de têmpera (QT) e combinações de temperaturas de partição (PT) aliados a períodos de tempo para diversos materiais no intuito de descrever a relação entre a presença de austenita retida estável e sua consequência nas propriedades mecânicas do material [18, 21, 23].

Edmonds *et al.* [38] indicaram a existência de uma temperatura QT ideal em que ocorre a formação necessária de martensita a qual irá enriquecer a austenita não transformada na etapa de partição. Na Figura 12 são mostrados para os aços com diferentes percentuais de carbono esse ponto otimizado. Para temperas acima desse ponto, haverá quantidade demasiada de austenita não transformada e o carbono presente na baixa quantidade de martensita não será suficiente para estabilizá-la; já, ao caso de uma temperatura QT abaixo do ponto ideal, haverá

redução exagerada na quantidade de austenita não transformada – desfavorecendo o processo.

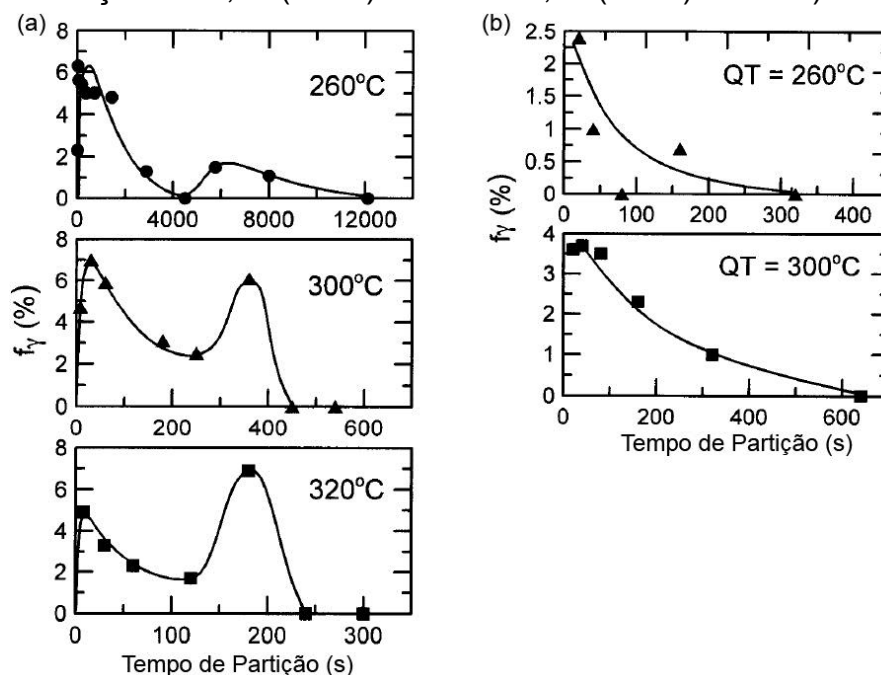
Figura 12 – Quantidade prevista de austenita retida para diferentes %C.



Fonte: modificado de [38].

Na Figura 13 (a) foi avaliada a partição em apenas uma etapa ($QT=PT$), em que se percebeu um pico na fração de austenita (f_γ) no início da partição e decrescendo até zero para longos períodos. Em um segundo momento, na Figura 13 (b), avaliou-se a alteração mediante a variação da temperatura QT – mantendo fixo PT em $425\text{ }^\circ\text{C}$ –, além disso, conforme o resultado em uma etapa, foi mantido a temperatura QT por 30 s antes de se realizar a partição. Pode-se inferir desse estudo que para o material apreciado, a QT de $300\text{ }^\circ\text{C}$ apresenta maiores frações de austenita ao fim do processo [21].

Figura 13 – (a) Efeito da temperatura de Partição na quantidade de austenita retida realizados em um processo de uma etapa (QT=PT); (b) Efeito da temperatura de têmpera na quantidade de austenita retida para PT igual a 425°C (realizados em um aço com 0,34 (*in wt.*) % de C e 0,74 (*in wt.*) % de Si).

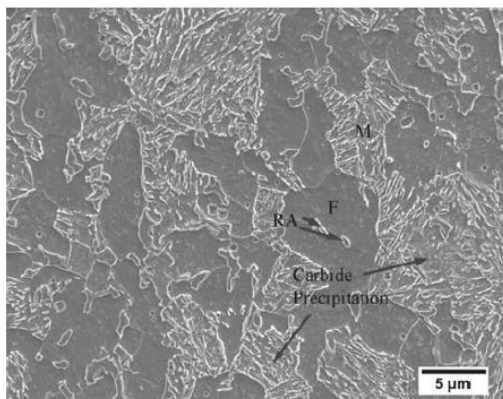


Fonte: modificado de [21].

Em todas temperaturas, a fração volumétrica final de austenita apresenta dois picos, com um máximo logo no início e decrescendo até zero para longos períodos. Além disso, conforme é aumentado a QT é observado uma diminuição no tempo para se alcançar o segundo pico.

Dessa forma, novas pesquisas utilizando técnicas mais avançadas ratificaram a efetividade do processo T&P em estabilizar a austenita. Em 2013, Wang e Speer [20] por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) apresentaram um material (Figura 14) contendo ferrita, austenita retida e martensita resultante desse tratamento.

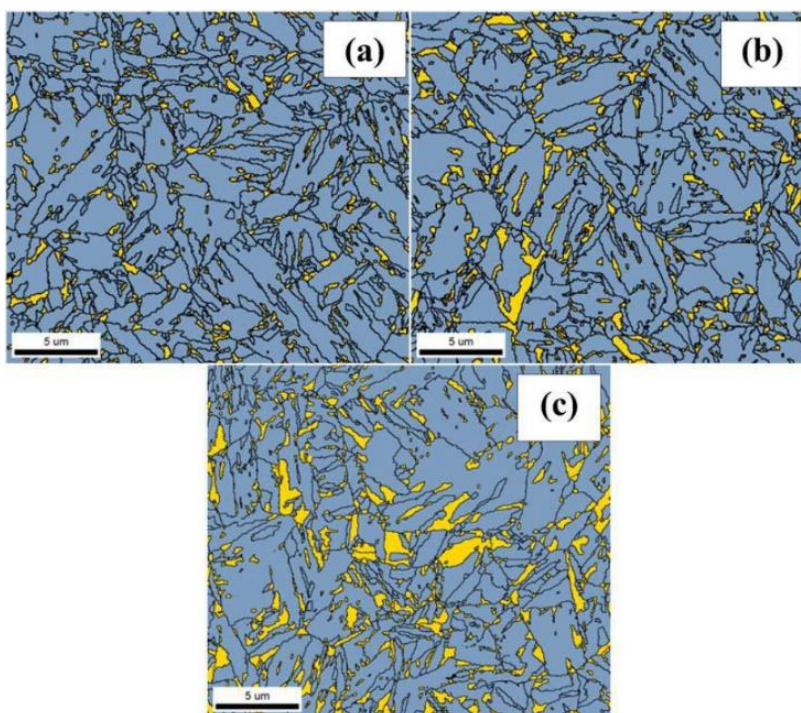
Figura 14 – MEV de um aço tratado por T&P: contendo ferrita (F), austenita retida (RA) e martensita (M).



Fonte: modificado de [20].

Em outra pesquisa em 2014 [23], por meio de difração de elétrons retro espalhados (EBSD), avaliou-se a quantidade de austenita para diferentes temperaturas de partição. Percebeu-se que para o material analisado a PT a qual permitiu maior partição de carbono, sem favorecer processos competitivos, foi 400 °C – para um aço de composição química nominal de 0,25% C, 5% Si e 3% Mn (Figura 15 (c)).

Figura 15 - Identificação das fases por difração de elétrons retroespalhados com a austenita em amarelo e a martensita em azul: em (a) PT = 300 °C, (b) PT = 350 °C, (c) PT = 400 °C.



Fonte: modificado de [23].

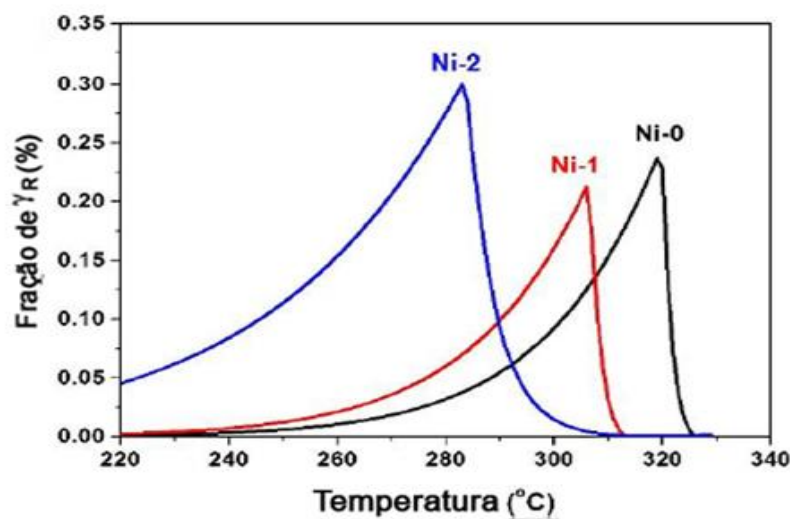
3.5.1 A Influência dos Elementos de Liga no Processo

Apesar do silício assumir o papel protagonista pela capacidade de suprimir a formação de carbeto, outros elementos de liga, tais como Mn, Ni e Mo, vêm sendo utilizados em pesquisas no âmbito da T&P por beneficiarem as frações de austenita retida estáveis [26].

Nesse quesito, o manganês foi empregado a diferentes materiais em novos estudos de T&P [20, 26-29]. Podem-se destacar como efeitos desse elemento, a estabilização da austenita, aumento da temperabilidade, redução das temperaturas de austenitização (Ac_3) e Ms, além do aumento geral na resistência do aço [26, 27].

Somado a essa substância, o níquel possui efeito semelhante quanto a estabilização da austenita. Kim e Lee [9], em 2017, realizaram uma pesquisa comparando um mesmo material (Figura 16), modificando a quantidade de níquel desse. Isso posto, constataram que além da redução da temperatura Ms, ocorreu refino de grão – assim, aumentando a quantidade de austenita retida após a T&P pelo favorecimento do enriquecimento de carbono.

Figura 16 – Comparação das curvas de equilíbrio das frações de austenita retida a depender da quantidade de Ni para diferentes temperaturas PT.

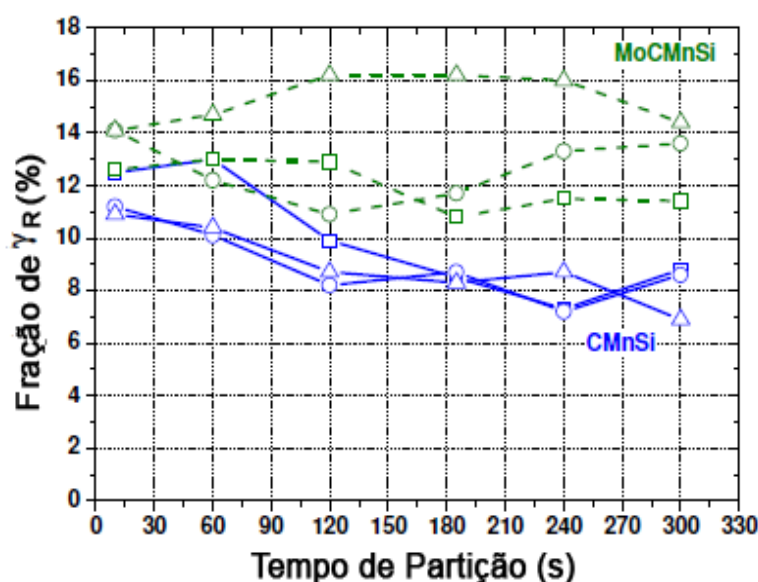


Fonte: modificado de [9].

Observa-se na figura acima o aumento do percentual volumétrica de austenita conforme se adiciona níquel ao material, atingindo o melhor resultando com 2 %. Além disso, esse pico acontece em temperaturas mais brandas do que os picos máximo aos materiais com menores índices desse elementos de liga.

Moor *et al.* [14], concluíram que pequenas adições de molibdênio contribuíram significativamente para o aumento da fração de austenita retida, conforme a Figura 17 demonstra. Além disso, o Mo é dado como um formador de carbeto – esses são muito finos e se distribuem uniformemente pelas camadas de martensita, aumentando a resistência do aço. Por essa razão, comparado à formação de cementita, é esperado que o mesmo não seja tão deletério no processo de saturação da austenita pelo carbono [25,26].

Figura 17 - Comparação de frações de austenita retida para dois materiais, diferenciando-se pela adição de 0,25 *in wt. %* de Mo, na cor verde, em diferentes temperaturas de partição, pela ordem quadrado, círculo e triângulo correspondem a 350, 400 e 450 °C, respectivamente.



Fonte: modificado de [14].

Conforme citado anteriormente, a temperatura A_{c3} é modificada pelos elementos de liga e essa se torna importante para estabelecer parâmetros do processo de T&P. Através da Equação 3 [30] se pôde entender que se aumentar a quantidade dos elementos de liga (com exceção do Si e Mo), esses tendem a diminuir essa temperatura.

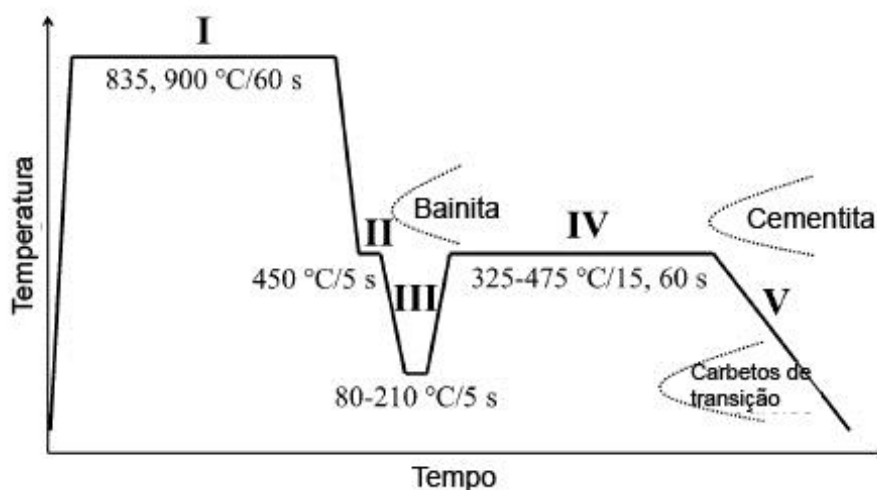
$$A_{c3} = 910 - 230\sqrt{C} + 44,7Si - 30Mn - 15,2Ni + 31,5Mo \quad (3)$$

3.5.2 Variações do Tratamento de T&P

Qu em 2014 [24] propôs uma variação da T&P modificando as etapas do processo, dividindo-as em cinco estágios. A essa técnica, denominou-se *Dual Stabilization Heat Treatment (DSHT)*, ou Tratamento Térmico de Dupla Estabilização.

Os estágios constituem de austenização do material (estágio 1), seguida de uma primeira têmpera acima da temperatura M_s por um curto período (estágio 2). Prontamente, uma segunda têmpera é realizada a uma temperatura abaixo de M_s de forma a controlar a formação fracionária de martensita (estágio 3). Logo depois, no estágio 4 é realizada a partição de carbono e por fim, termina-se o tratamento com resfriamento ao ar. Tal procedimento é esquematizada na Figura 18.

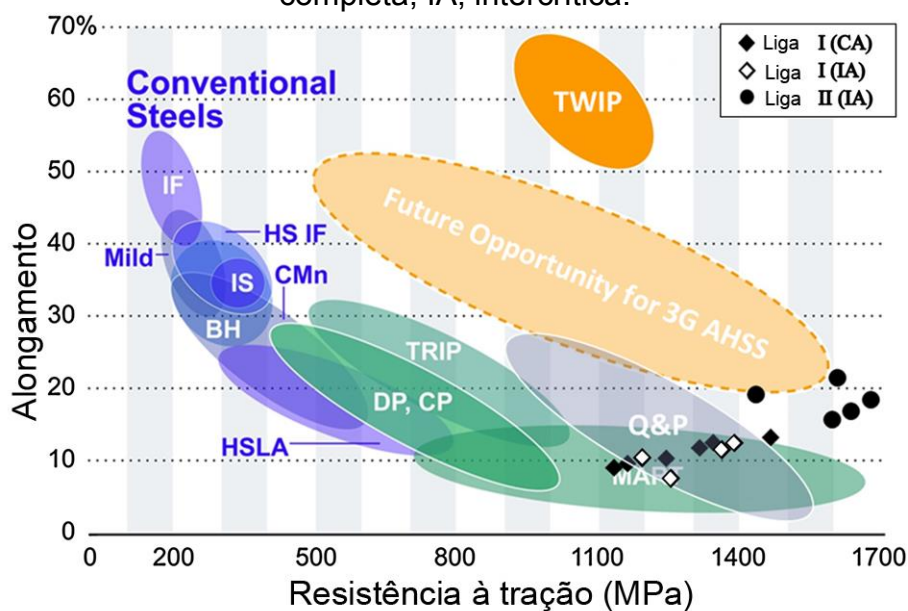
Figura 18 - Representação dos estágios propostos pelo estudo de Qu.



Fonte: modificado de [24].

Os resultados obtidos nesse tratamento são apresentados na Figura 19. Comparando as Figura 3 e 4, é possível inferir que as propriedades mecânicas finais por vezes ultrapassaram o esperado da T&P.

Figura 19 – Representação dos resultados obtidos por Qu. CA indica austenetização completa; IA, intercrítica.



Em outra variação, HSU [39] propôs o tratamento de têmpera-partição-revenimento (Q-P-T). A ideia é buscar aumentar a resistência mecânica através da precipitação de carbeto, uma vez que para a T&P esse mecanismo é excluído. Portanto, por meio de elementos formadores de carbeto – como o nióbio – tornou-se possível explorar o efeito do refinamento de grão e o endurecimento por precipitação. No entanto, esse processo requer um aumento na quantidade de carbono no material devido ao crescimento de consumo por parte da formação de carbeto [39,40].

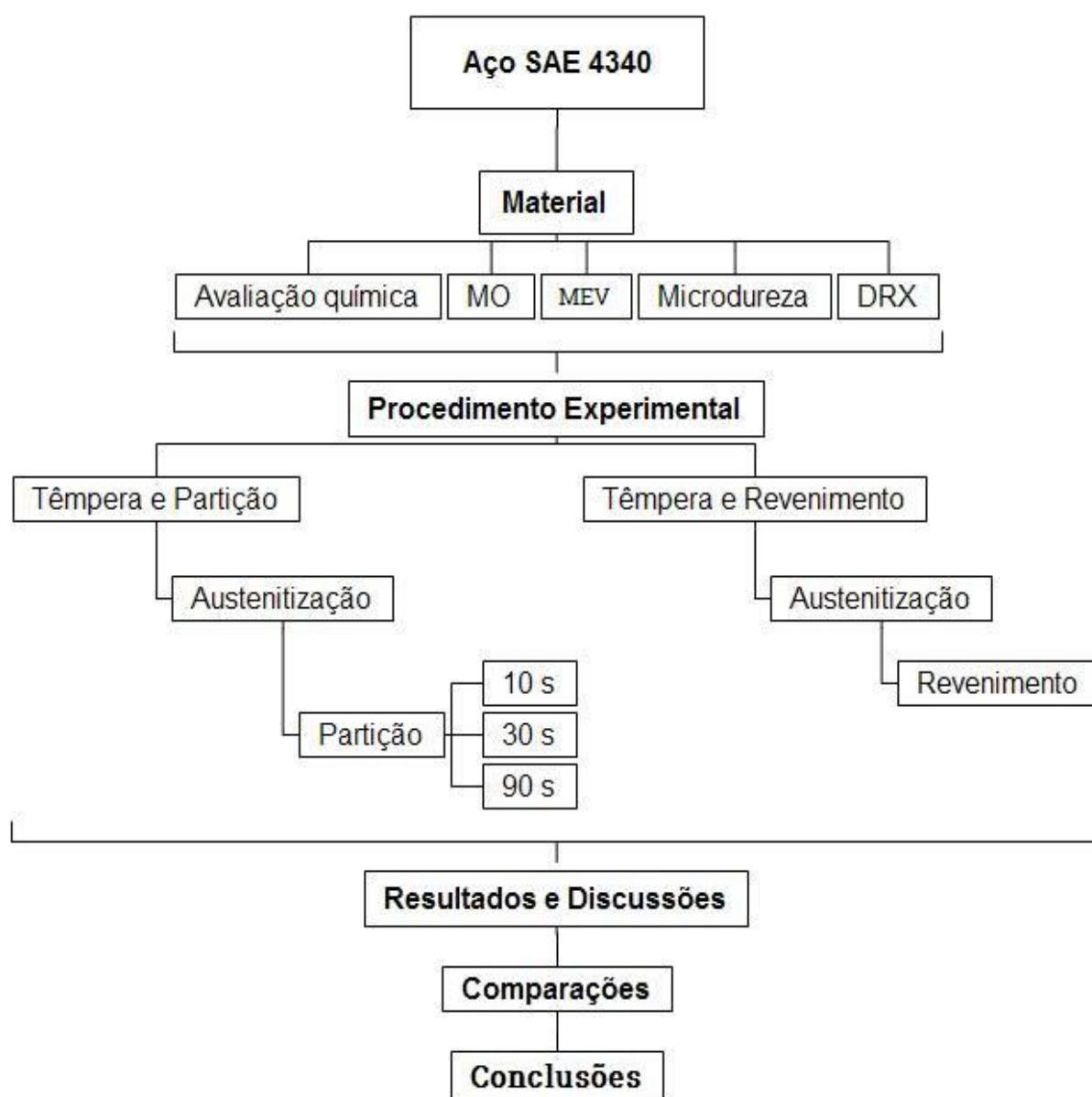
O tratamento Q-P-T foi aplicado em um aço Fe–0.485C–1.195Mn–1.185Si–0.98Ni–0.21, o qual se obteve propriedades como 2000 MPa para a tensão de ruptura com alongamento de 10%. Assim, mediante a uma microestrutura formada por camadas de martensita, austenita retida estável e uma dispersão uniforme de carbeto se obteve excelentes propriedades mecânicas [40,41].

Dessa forma, percebe-se o potencial da T&P e os tratamentos gerados a partir dela em permitir a obtenção de uma microestrutura complexa de diversos componentes – potencializando, assim, as propriedades mecânicas do material.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de apresentar de forma sucinta a metodologia que foi aplicada neste trabalho foi desenvolvido um organograma, exposto na Figura 20.

Figura 20 - Organograma da metodologia pretendida.



Fonte: próprio autor.

4.1 MATERIAL

O material desse estudo se apresentava como barra laminada recozida com diâmetro de 28,57 mm. Para elaboração dos corpos de prova, foram feitos cortes a fim de obter semicírculos com 5 mm de espessura. Todas as preparações e ensaios foram realizados nos laboratórios da engenharia mecânica na Universidade Federal do Rio Grande (FURG).

As amostras foram classificadas em normal, àquelas que se apresentaram em condições normais como recebidas – sendo indicadas por N. Em P10, P30, e P90 as amostras resultantes do tratamento de T&P, variando o tempo de partição em 10 s, 30 s e 90 s respectivamente. Por fim, os corpos de prova do tratamento de têmpera e revenimento foram denominadas TR. Ainda, para cada classificação acima, há 3 exemplares – diferenciando-se por A, B e C.

4.1.1 Avaliação Química

A composição química foi analisada por meio de um espectrômetro ótico, modelo Foundry-Master Pro (fabricante Oxford Instruments), de forma que esses dados serão comparados aos teóricos indicados pela norma SAE J404.

4.1.2 Microscopia Óptica (MO)

As amostras foram examinadas utilizando um microscópio óptico de luz refletida, modelo Olympus GX 51S, preparadas conforme especificações da ASTM E3 [49], de modo a ser realizada uma avaliação inicial da morfologia.

Somado a isso, tem-se uma ferramenta para escolha das amostras a serem analisadas por métodos de caracterizações futuras, e por fim, permite a observação e comparação da microestrutura final de forma abrangente.

4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras escolhidas para serem analisadas por MEV, previamente preparadas conforme a norma descrita no item 4.1.2, foram polidas com alumina em suspensão e atacadas com nital 5%. Foi utilizado microscópio eletrônico de varredura, modelo JSM-6610LV (fabricante JEOL), a fim de permitir uma caracterização microestrutural passível de ser identificada minuciosamente as diferentes fases.

Utilizou-se em conjunto com a análise química por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

Essa etapa foi realizada após os procedimentos experimentais, fazendo parte da caracterização final e foi utilizada para comparar a morfologia resultante entre a T&P e o processo de têmpera convencional.

4.1.4 Ensaio de Microdureza Vickers

Esse ensaio serviu como parte da comparação entre resultados, sendo medida nas amostras em carácter inicial e, também, após os ensaios. Demonstrou-se a evolução da dureza do material. Assim, para realizar a análise de microdureza Vickers, foi seguido a norma ASTM E92 em um microdurômetro, modelo Shimadzu HMV 2T, em que se avalia o tamanho da impressão feita por um penetrador de diamante em formato piramidal a temperatura ambiente.

4.1.5 Difração de Raios-X (DRX)

A difração de Raios-X permitiu uma análise qualitativa de fases, por meio de refinamento matemático pelo Método de Rietveld [31]. Esse ensaio foi realizado nas amostras nas etapas iniciais e finais do projeto através de um difratômetro modelo D8 Advance, do fabricante Bruker, utilizando um tubo de cobre (Cu), voltagem 40 kV, corrente 40 mA.

As seções das amostras foram varridas de forma contínua na banda de 30° a 120°, com passo de 0.05 e tempo de 1 s. Os picos {111}, {200}, {222} da austenita, bem como os {110}, {200}, {211} e da ferrita, indicados na Tabela 1, foram analisadas usando um programa de ajustes.

Tabela 1 – Planos cristalográficos das fases ferrita/martensita (α) e austenita (γ)

Fase	$2\Theta[^\circ]$, Cu K α 1 (λ = 0.154056 nm)
(111) γ	43.58
(200) γ	50.79
(222) γ	96.840
(110) α	44.62
(211) α	82.18
(200) α	64.92

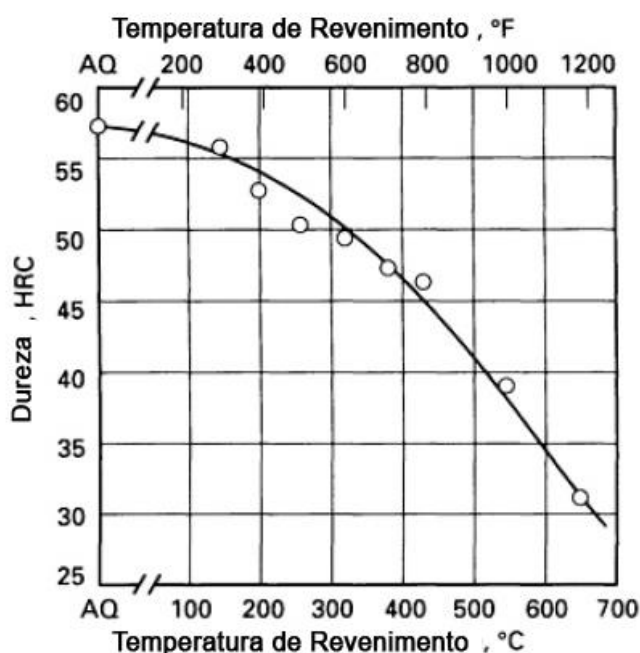
Fonte: [44, 45].

4.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental se fundou no tratamento de T&P e Têmpera e Revenimento. Cada etapa foi realizada com um trio de amostras

O material foi aquecido a uma temperatura acima da A_{c3} , calculada pela Equação 3, cujo valor foi igual a 850 °C. Assim, para garantir a austenitização completa, foi elevado levemente a temperatura ao patamar de 870 °C. Conforme, indica o *ASM Handbook* [33], a amostra foi mantida nessa temperatura por um período de 30 minutos. No processo de Têmpera e Revenimento, foi efetuado o resfriamento rápido em uma solução polimérica PVP com 20% de concentração e então conduzido para a etapa de Revenimento. Essa, constituiu em um segundo aquecimento à temperatura de 400 °C, a fim de se evitar a suscetível fragilização desse procedimento, por duas horas. A Figura 21 assinala a evolução da dureza conforme o aumento de temperatura.

Figura 21 – Variação de dureza para diferentes temperaturas para o aço SAE 4340. Amostras temperadas de 845 °C a partir de óleo e revenidas por duas horas.



Fonte: modificado de [33].

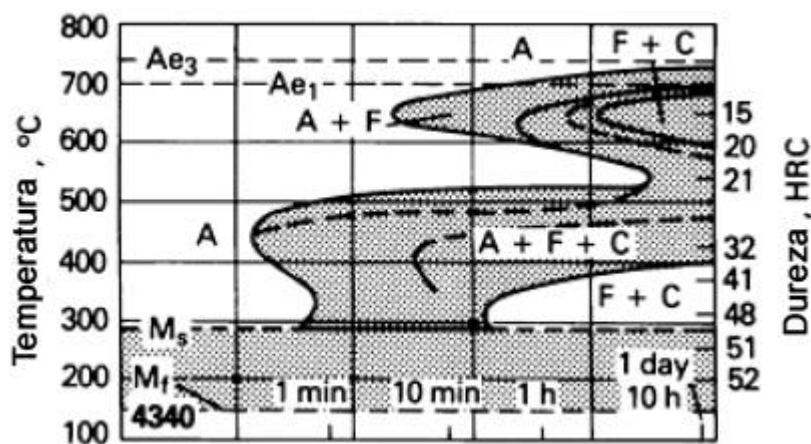
Na Têmpera e Partição, diferenciou-se do processo anterior após a austenitização completa – pois, as amostras foram resfriadas até a temperatura de 240 °C (QT). Essa, é um patamar intermediário entre as temperaturas M_s e M_f a qual resulta em aproximadamente 50% de austenita transformada, segundo a Equação 1. A temperatura M_s foi calculada pela Equação 2, resultando em 308 °C.

Segundo a literatura [34], a temperatura QT de 240 °C para um aço de 0,4% C resulta numa quantidade ideal de constituintes os quais favorecem o enriquecimento da austenita retida pelo carbono.

Mantida a temperatura QT, foi realizada a partição em três tempos distintos a fim de avaliar a capacidade do aço SAE 4340 em sustentar a estabilização da austenita retida. Os tempos decorrentes foram 10 s, 30 s e 90 s.

Com a disposição de permitir uma visão abrangente do material, é mostrado na Figura 22 o diagrama transformação-tempo-temperatura (TTT) do material – sendo importante observar o campo a ser evitado da transformação bainítica.

Figura 22 – Diagrama TTT para o aço SAE 4340 austenitizado a 845 °C e tamanhos de grão 7-8 ASTM.

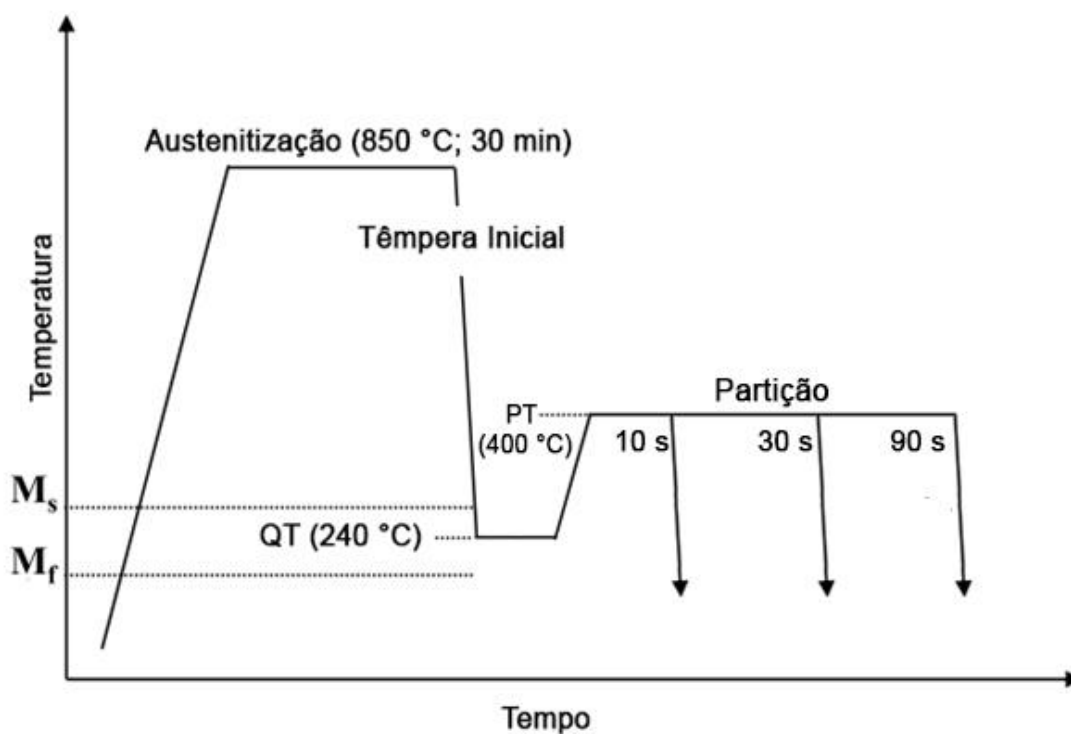


Fonte: modificado de [33].

O diagrama acima informa a evolução da microestrutura pelas diferentes curvas numa transformação isotérmica. Ainda, é possível estimar o início e fim da transformação adifusional, bem como as temperaturas onde resultarão em regiões bainíticas.

Na Figura 23 é esboçado o ensaio de T&P proposto por esse projeto, em que se diferencia por tempos diferentes de partição, após a etapa de têmpera inicial.

Figura 23 – Esquema do processo de T&P para diferentes tempos de resfriamento pós-austenitização e partição realizada a temperatura PT.



Fonte: o próprio autor.

Conforme citado anteriormente, após o processo de têmpera até a temperatura de 240 °C, realizou-se a partição em tempos crescentes; originando-se as amostras P10, P30 e P90.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nessa seção serão apresentados os resultados dos ciclos térmicos realizados nesse trabalho. Inicialmente, é caracterizado o material como foi recebido – exibindo-se sua composição química, microestrutura e dureza. Em seguida, é feito o relato do resultado dos tratamentos térmicos efetuados. Por fim, é comparado os resultados, salientando-se de forma objetiva as diferenças encontradas.

5.1 CARACTERIZAÇÃO INICIAL

A Tabela 2 apresenta o resultado da avaliação química, bem como os parâmetros estipulados pela norma SAE J404g. Percebe-se a consonância das composições dentro das faixas estipulas.

Tabela 2 - Resultado da avaliação química na amostra inicial.

Elemento (% <i>in wt.</i>)	Norma SAE J404g SAE 4340	Aço utilizado
Carbono	0,38-0,43	0,396
Manganês	0,60-0,80	0,665
Fósforo	0,035	0,0062
Enxofre	0,04	0,0108
Silício	0,15-0,35	0,242
Níquel	1,65-2,00	1,79
Cromo	0,70-0,90	0,747
Molibidênio	0,20-0,30	0,221

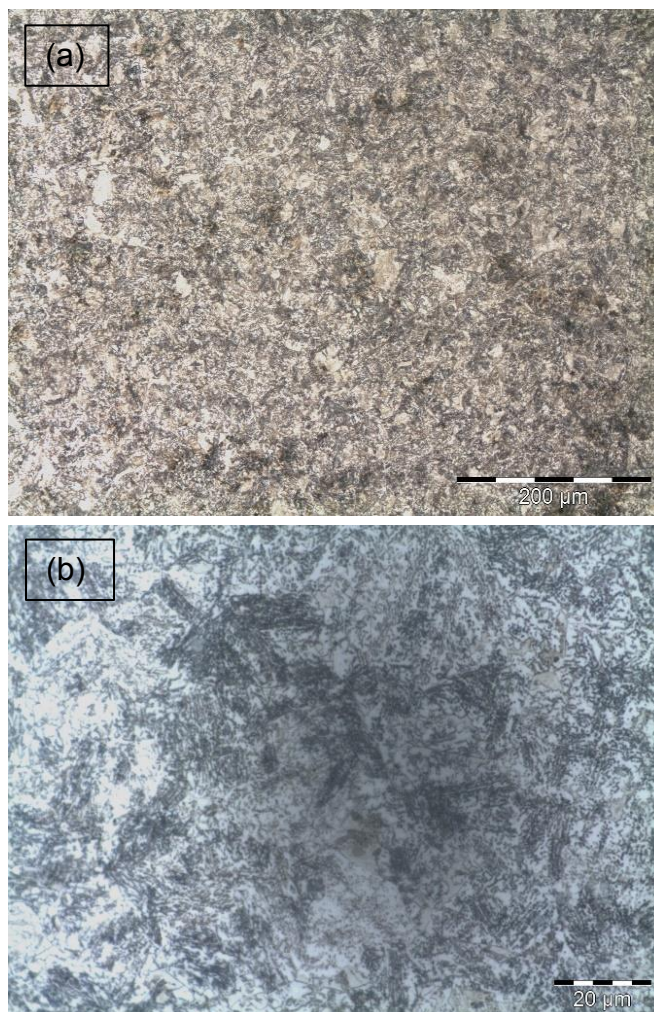
Fonte: o próprio autor.

Apesar da não eficiência o ensaio para revelar os contornos de grão, foi admitido o tamanho de grão 7-8 ASTM informado pela fornecedora do material.

A partir da análise de MO, Figura 24 (a) e (b), é possível identificar uma microestrutura formado por perlita e ferrita proeutetóide. Essa disposição é condizente com o fato do aço SAE 4340 ser hipoeutóide e passar por um processo de recozimento em sua fabricação.

Observando a Figura 25, obtidas por MEV, fica mais visível a microestrutura, principalmente as lamelas de perlita. Nas figuras 26 e 27 são observados os resultados do EDS, apontando para microconstituintes como ferrita e carbeto, respectivamente.

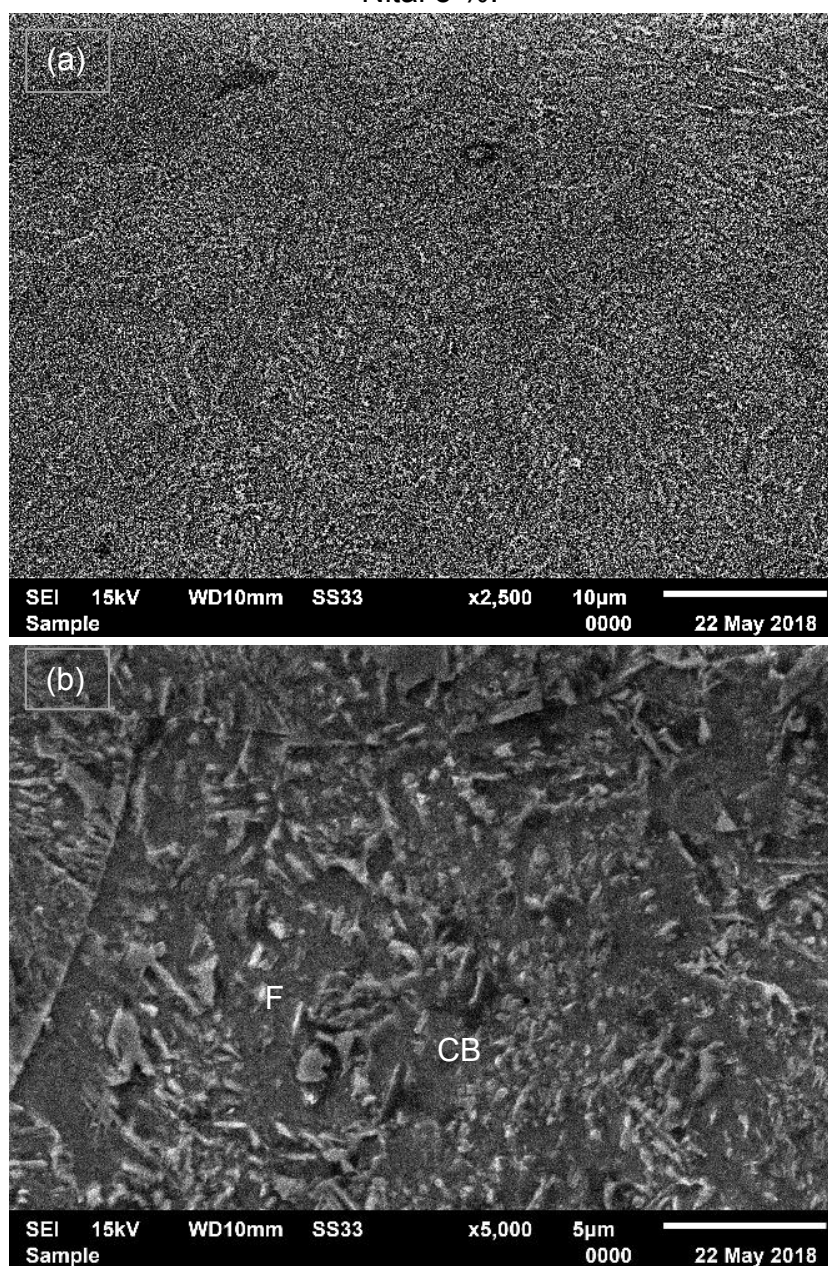
Figura 24 – Resultado da MO na amostra inicial em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

A figura acima é marcada pela presença de ferrita proeutetóide e perlita, microestrutura resultante do seu processo de fabricação e natureza do material, essa esta de acordo com o esperado segundo o ASM Handbook v.8 [50].

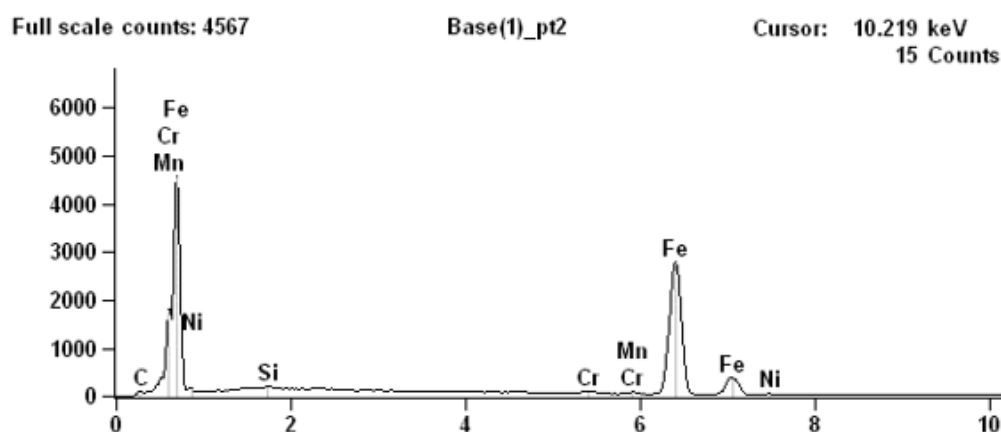
Figura 25 – Resultado do MEV na amostra inicial em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor

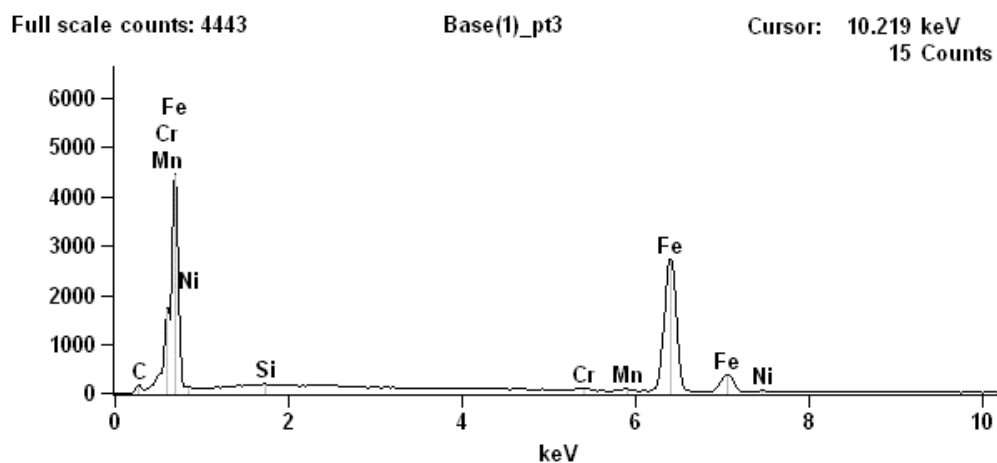
Na Figura 25 além dos constituintes mostrados de acordo com o resultado do EDS, fica mais visível a identificação das lamelas de perlita.

Figura 26 – Análise EDS na amostra inicial – Ferrita (F)



Fonte: o próprio autor.

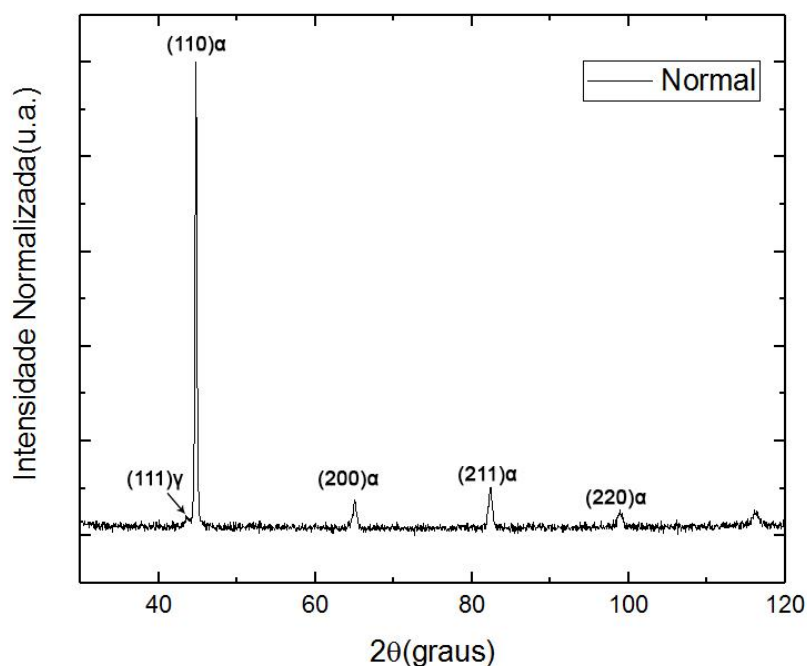
Figura 27 – Análise EDS na amostra inicial – Carbonetos (CB).



Fonte: o próprio autor.

A Figura 28 é o resultado da análise de DRX realizada na amostra inicial, denominada como normal para ressaltar o estado sem os tratamentos térmicos desse trabalho. É possível identificar a presença de picos nas direções características de Fe- α (ferrita), fato já esperado e verificado nas Figuras 24 e 25. Há, ainda, a presença de uma quantidade residual de austenita.

Figura 28 – Resultado do ensaio de DRX na amostra inicial.



Fonte: o próprio autor.

A Tabela 3 apresenta o resultado da microdureza Vickers realizada na caracterização inicial do material. Essa dureza serviu como parâmetro para evolução da propriedade mecânica no restante do estudo.

Tabela 3 - Resultado da análise de microdureza Vickers na amostra inicial.

Microdureza inicial			
	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Leituras	329	320	322
	319	337	329
	330	347	324
Média	329	337	324
Desvio padrão	6,08	13,65	3,61
Dureza média	329HV0,5		

Fonte: o próprio autor.

Para o trio de amostra do material como recebido, obteve-se uma dureza média total de 329HV0,5. Um resultado dentro do esperado pela composição química e natureza do processo de fabricação do aço em questão [33].

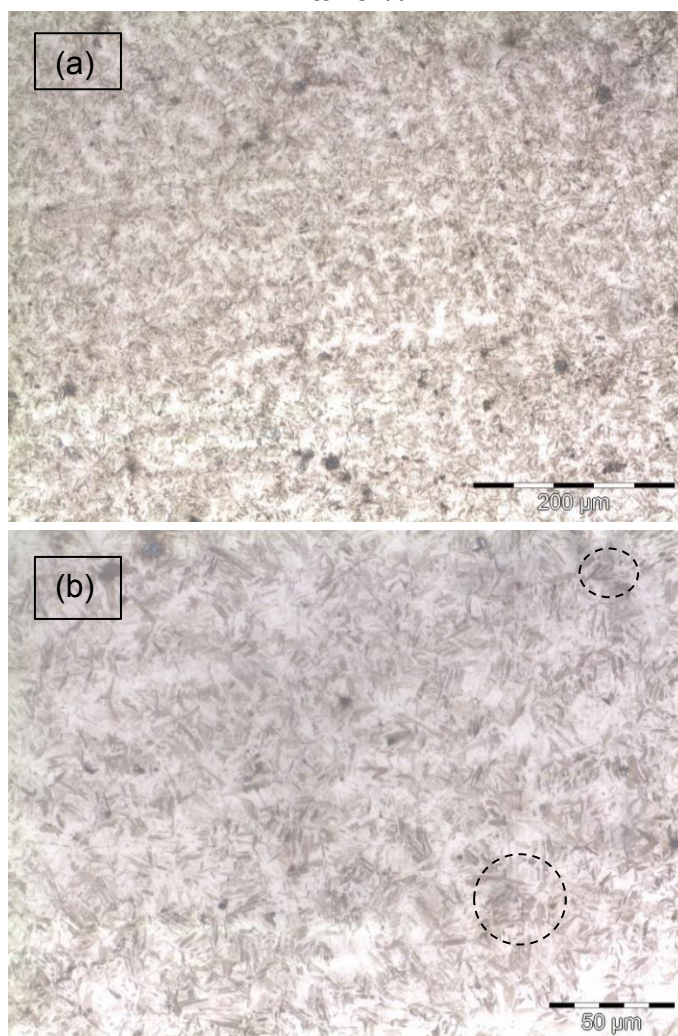
5.2 TÊMPERA E PARTIÇÃO

Conforme mencionado no item 4.2, a T&P foi efetuado em três tempos distintos de partição, permanecendo os demais parâmetros do processo constantes. Nesse primeiro momento será apresentado o resultado objetivo do tratamento, deixando para o item 5.4 a comparação dos mesmos.

5.2.1 Partição em 10 s

As Figuras 29, 30 e 31 representam o tratamento de T&P efetuado em corpos de provas distintos. Foi escolhido a amostra P10A para a realização do ensaio de MEV e DRX.

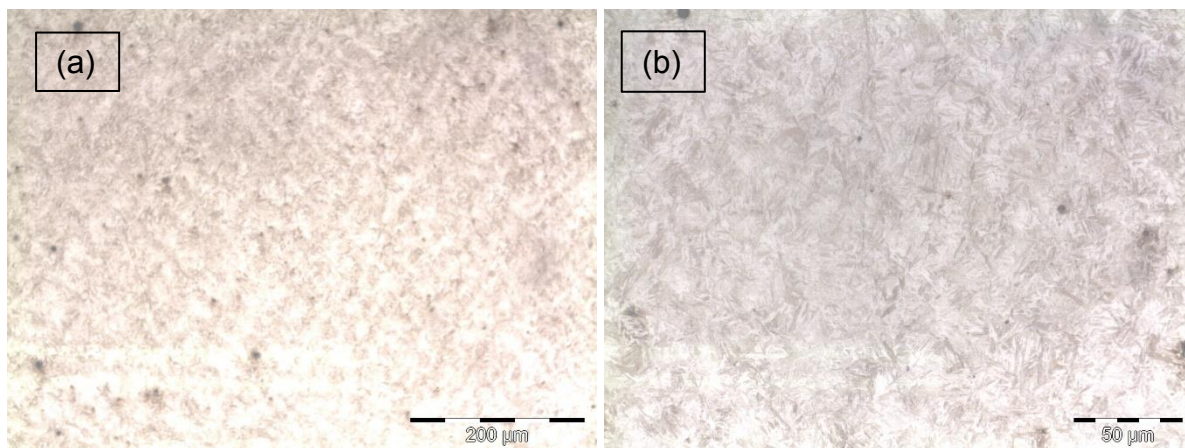
Figura 29 - Resultado da MO na amostra P10A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

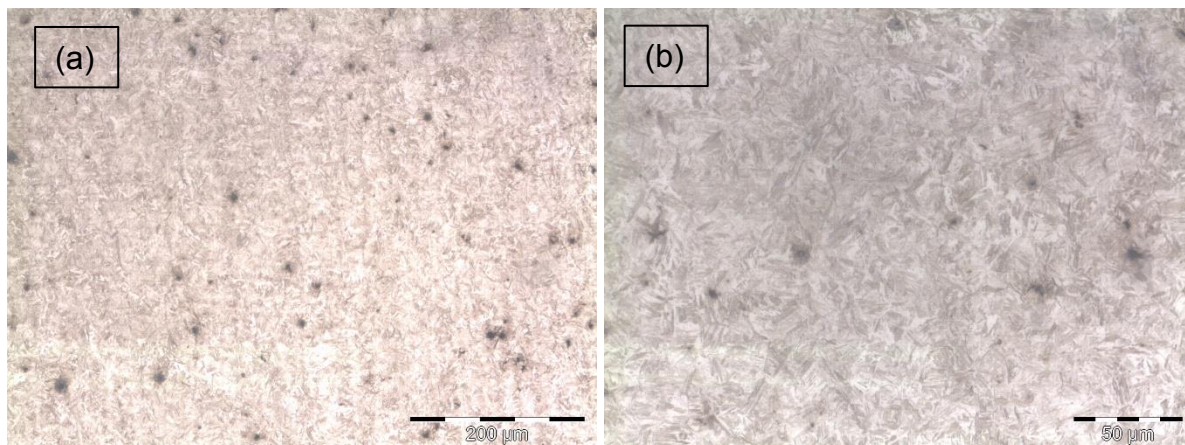
A microestrutura resultante do tratamento térmico dessa seção se repete para os demais tempos de partição, e está semelhante a trabalhos nesse âmbito com materiais semelhantes [46-47]. Essa microestrutura se repetirá nas amostras de têmpera e partição, sendo observada apenas uma sutil mudança na aparência. A diferença maior é dada pelo ensaio de DRX.

Figura 30 – Resultado da MO na amostra P10B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

Figura 31 – Resultado da MO na amostra P10C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.

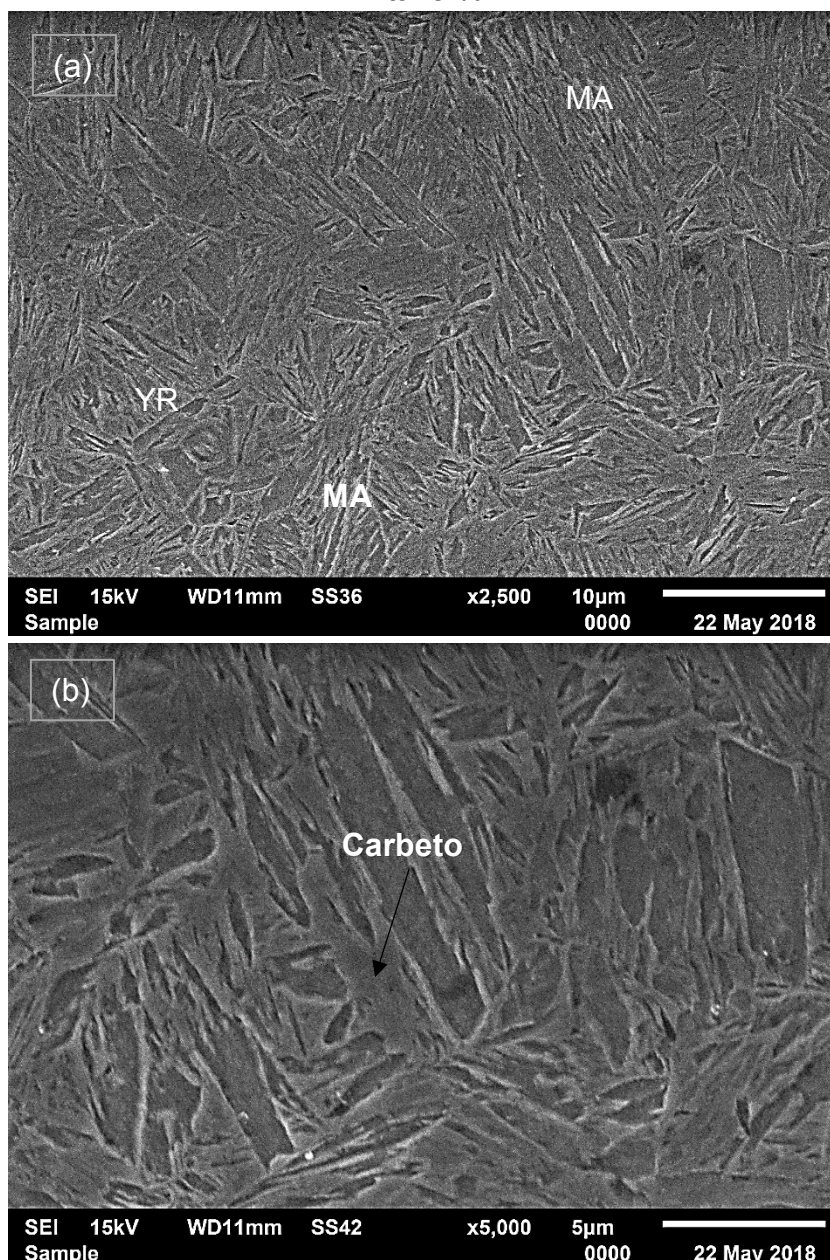


Fonte: o próprio autor.

Observando as imagens resultantes do ensaio de MO, constata-se uma microestrutura bastante complexa. É visível a matriz martensítica, com alguns aglomerados de ripas finas indicadas na Figura 29. Na Figura 32, verifica-se com mais nitidez a formação das ripas de martensita, aparenta coexistir diferentes tipos desse constituinte causado pelo processo de partição. Ainda, nas imagens de MEV, observa-se blocos de martensita além de provável martensita-austenita (MA) [42].

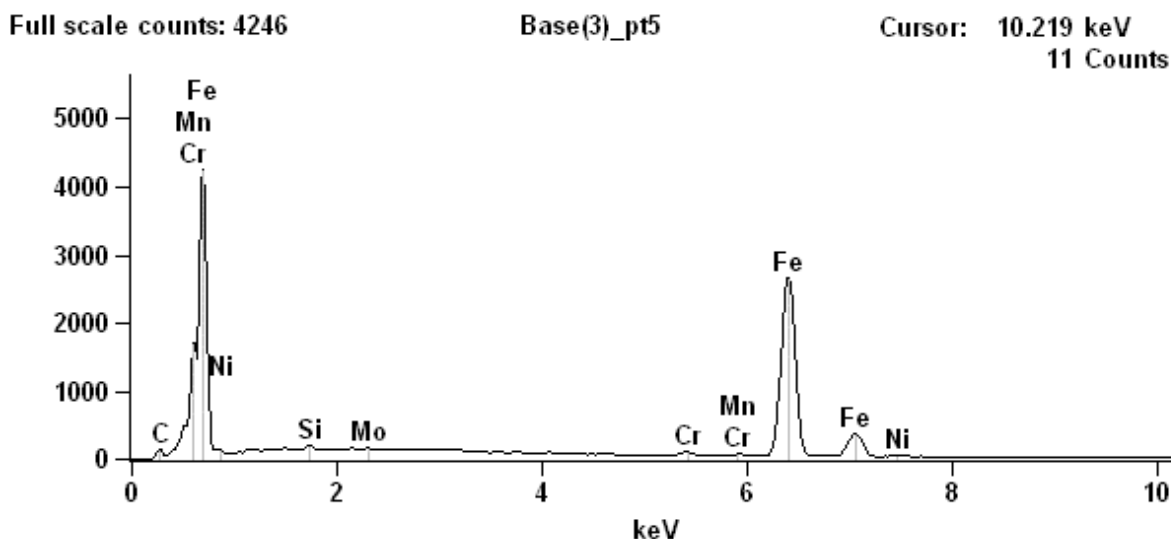
Além disso, aparenta existir austenita retida (YR) localizados em blocos ou em filmes entre as ripas de martensita. Essa composição é ideal para acomodar as deformações na microestrutura, fornecendo ao material um aumento ao desgaste. Com o auxílio do EDS (Figura 33), notou-se pequenos pontos de precipitação de carbeto, como indicados na Figura 34 [43].

Figura 32 – Resultado do MEV na amostra P10A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

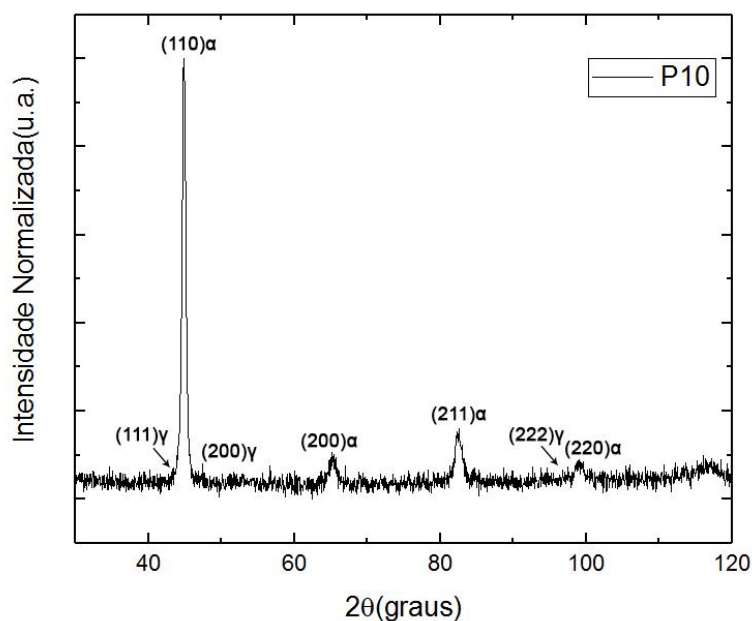
Figura 33 – Análise de EDS na amostra P10A – Carbetto.



Fonte: o próprio autor.

O resultado do ensaio de DRX nessa amostra originada pela partição em 10 s aparenta para existência de picos de austenita, ainda que presentes, reduzidos.

Figura 34 – Resultado do ensaio de DRX na amostra P10A.



Fonte: o próprio autor.

A Tabela 4 apresenta as respostas da análise de microdureza realizado no primeiro tempo de partição. Foi utilizado uma carga de 1 kgf a fim de se obter menores dispersões dos valores.

Tabela 4 – Resultado da análise de microdureza nas amostras T&P em 10s.

Microdureza T&P 10 s			
Amostra	P10A	P10B	P10C
Leitura	786	764	725
	745	751	675
	786	740	679
	734	669	724
	780	684	684
	721	735	649
	736	716	711
	721	757	699
	739	681	703
Média	739,0	735,0	699,0
Desvio padrão	26,9	35,9	24,9
Dureza média	735,0HV1		

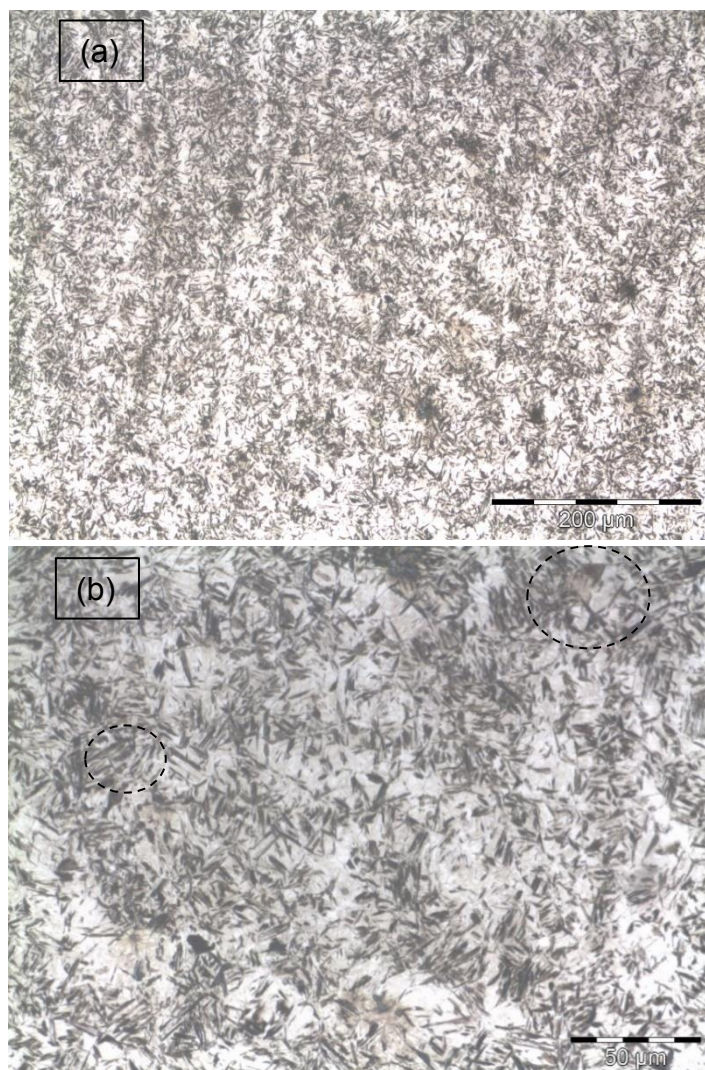
Fonte: o próprio autor.

Dessa forma, obteve-se uma dureza média de 735HV1 para as amostras realizadas com 10 s de partição.

5.2.2 Partição em 30 s

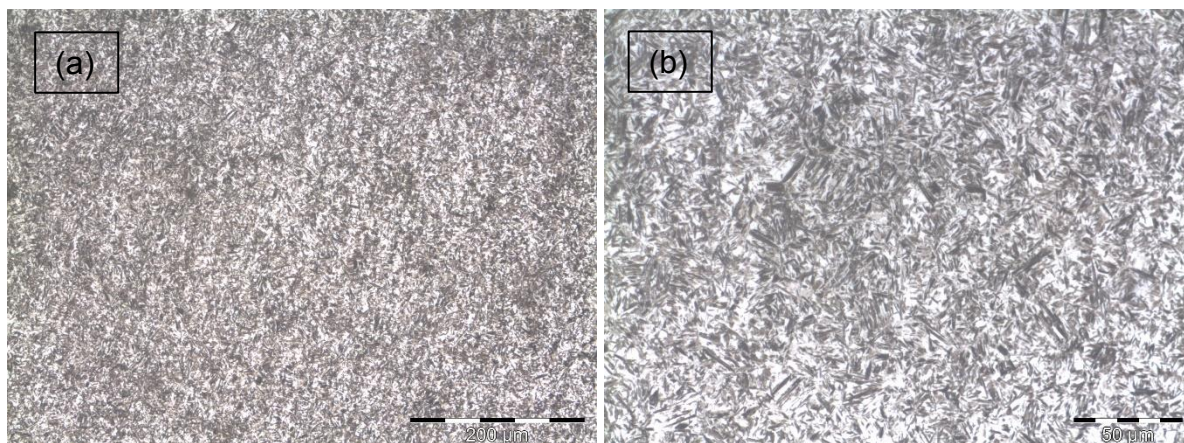
As Figuras 35, 36 e 37 representam o tratamento de T&P efetuado em corpos de provas distintos. Foi escolhido a amostra P30A para a realização do ensaio de MEV e DRX. A fim de se evitar repetimento, do que já foi anunciado no item 5.2.1, e pela microestrutura semelhante, cabe a esse item apenas demonstrar os resultados específicos para o tratamento de T&P com a a partição em 30s. Observa-se na figura abaixo regiões de agulhas finas de martensita, demarcadas pelo pontilhado, e outras regiões com agulhas mais espaçadas. Essa resultado já era esperado, segundo Speer *et. al.* [10] ocorre diferenças desse constituintes graças ao processo de partição.

Figura 35 – Resultado da MO na amostra P30A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

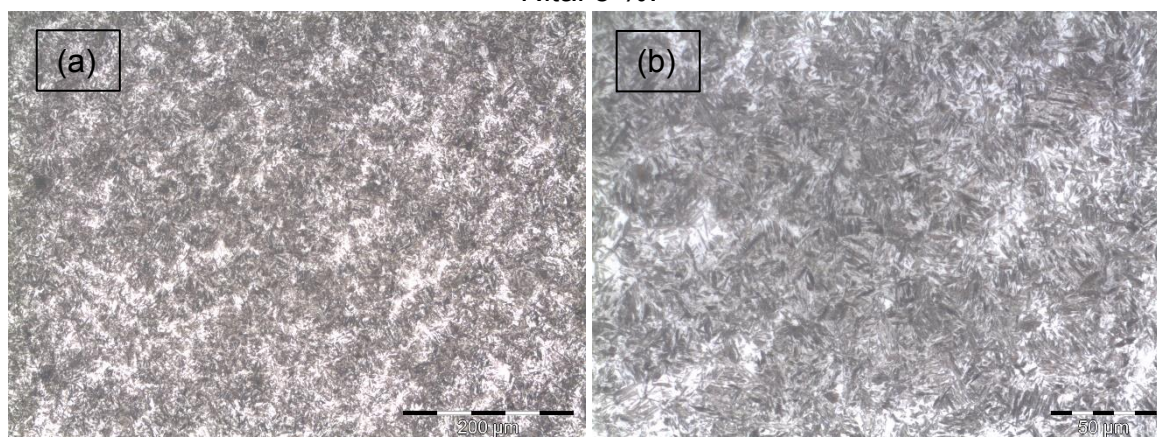
Figura 36 – Resultado da MO na amostra P30B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

As Figuras 36 e 37 são resultando da MO dos corpos de provas que não foram utilizados nos demais ensaios, mas ainda é possível observar

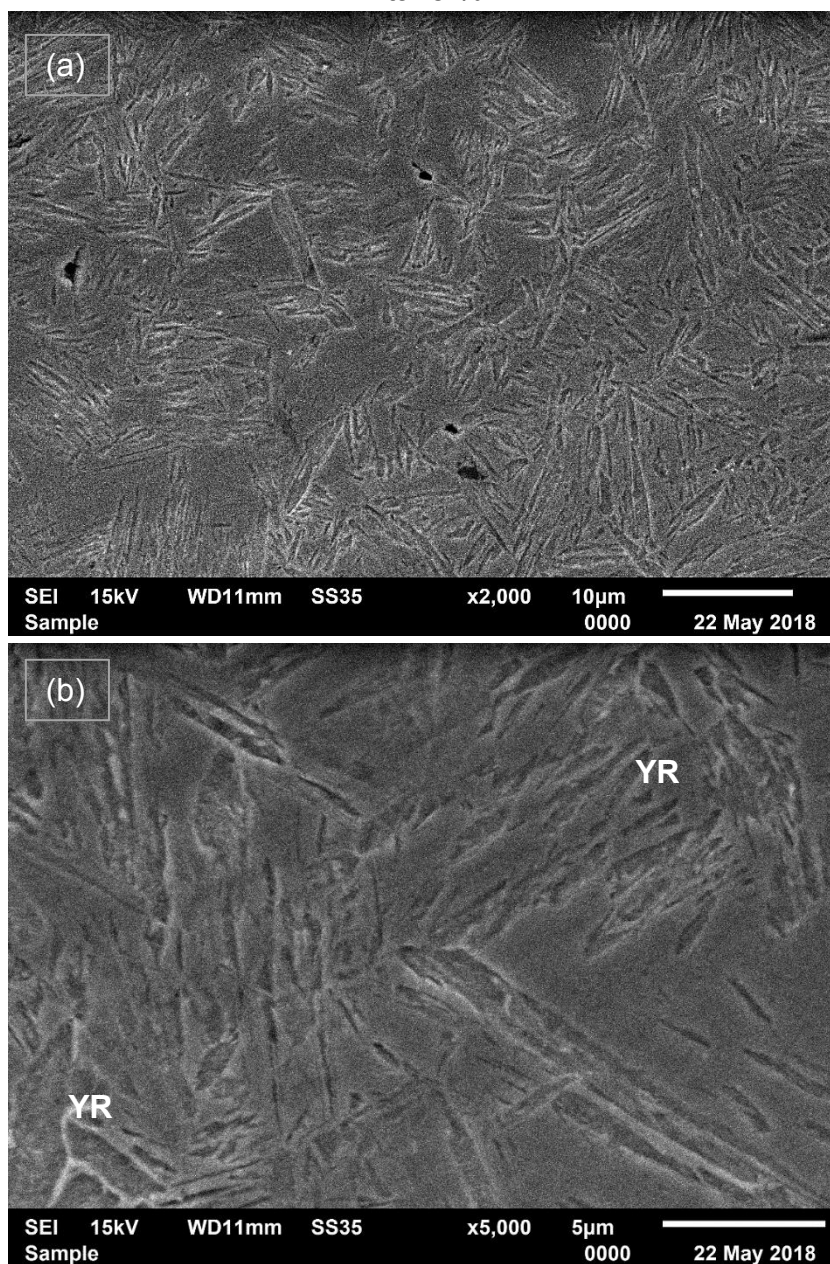
Figura 37 – Resultado da MO na amostra P30C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

As imagens resultantantes de MO desse ciclo térmico, mostraram ripas de martensita, alguns aglomerados de ripas finas (indicado na Figura 35) e diversos espaçamentos claros apontando para microconstituintes como ferrita (F) ou austenita retida (YR). Nas Figuras 38, ressalta-se uma provável aparição de austenita retida em blocos entre as ripas de martensita. Identifica-se da mesma forma, a dispersão desse constituinte intervalado ao longo da martensita.

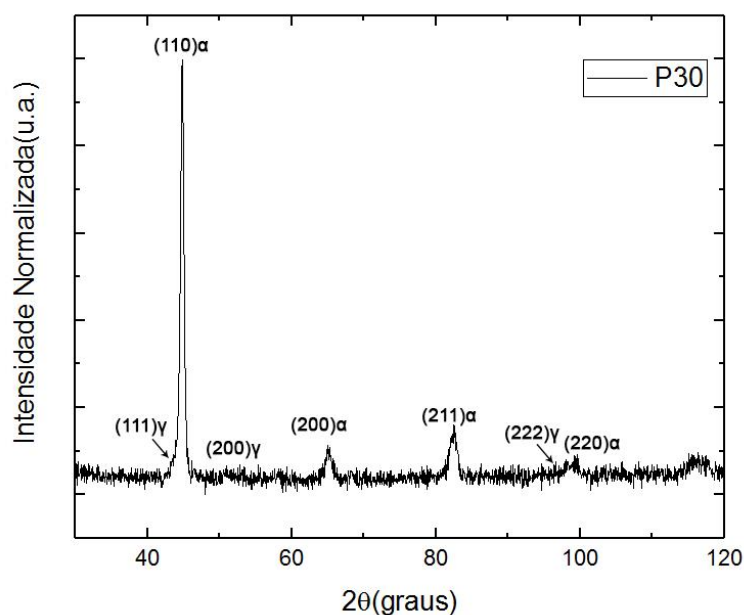
Figura 38 – Resultado do MEV na amostra P30A em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

A Figura 39 apresenta o resultado da análise de DRX da amostra P30A. Observa-se alguns ressaltos nas direções comuns a austenita, conforme estão descritas na imagem.

Figura 39 – Resultado do ensaio de DRX na amostra P30A.



Fonte: o próprio autor.

A Tabela 5 apresenta o resultado da análise de microdureza realizado em todas as amostras de T&P com partição em 30 s. Obteve-se uma dureza média de 696 HV1.

Tabela 5 – Resultado da análise de microdureza nas T&P em 30 s.

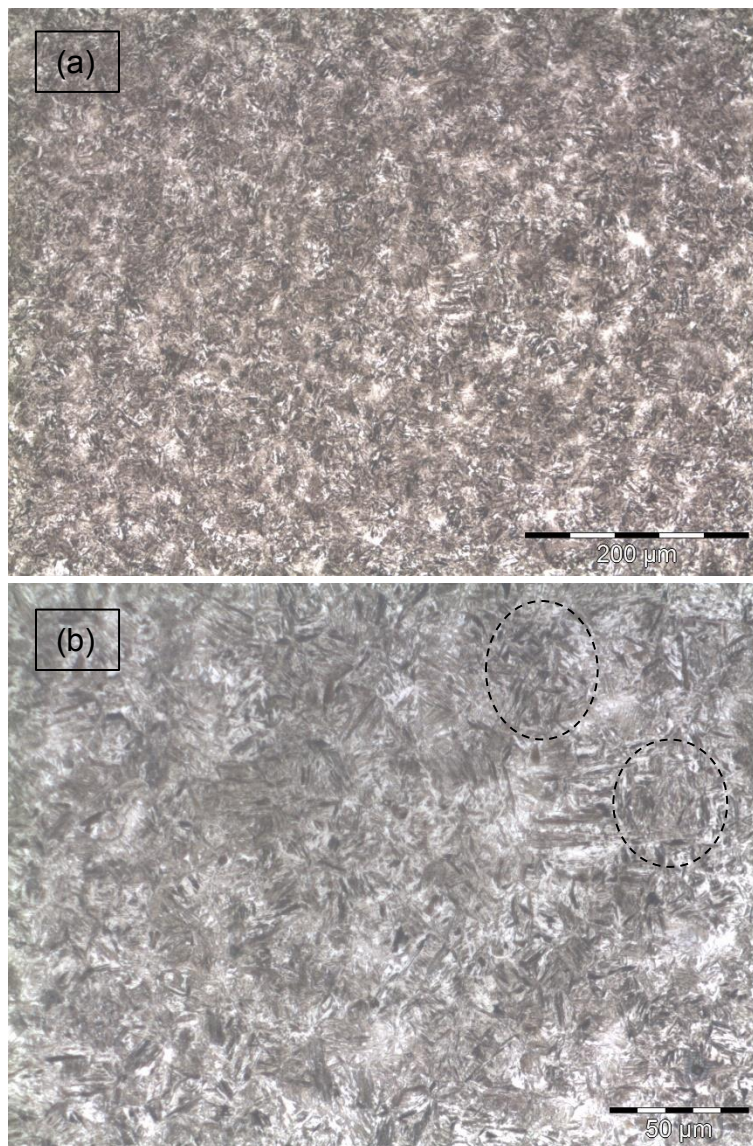
Microdureza T&P 30 s			
Amostra	P30A	P30B	P30C
Leitura	717	672	661
	656	699	620
	671	702	631
	773	707	602
	666	730	640
	696	713	616
	704	737	633
	696	749	640
	660	767	642
Média	696,0	713,0	633,0
Desvio padrão	36,7	29,0	17,2
Dureza média	696,0HV1		

Fonte: o próprio autor.

5.2.3 Partição em 90 s

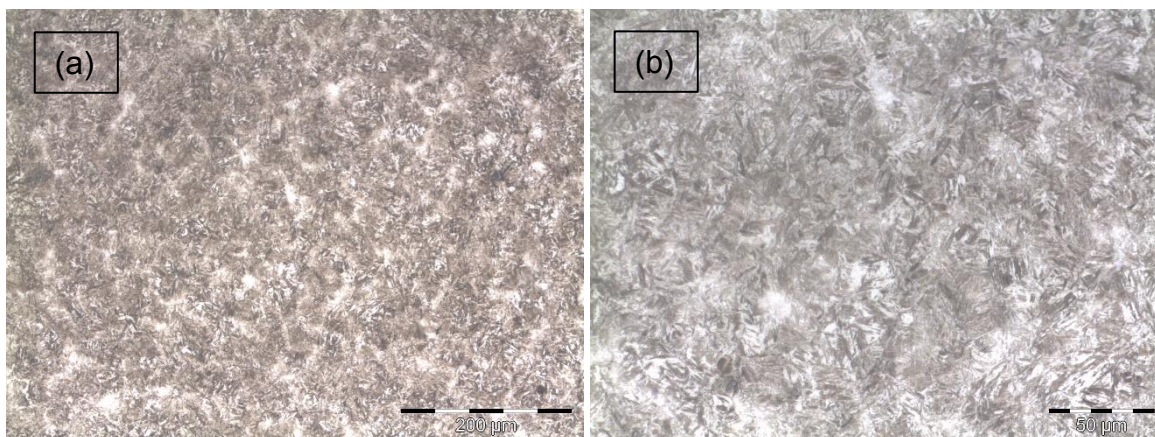
As Figuras 40, 41 e 42 representam o tratamento de T&P efetuado em corpos de provas distintos no tempo de partição em 90 s. Foi escolhido a amostra P90B (indicada abaixo) para a realização do ensaio de MEV e DRX.

Figura 40 – Resultado da MO na amostra P90B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



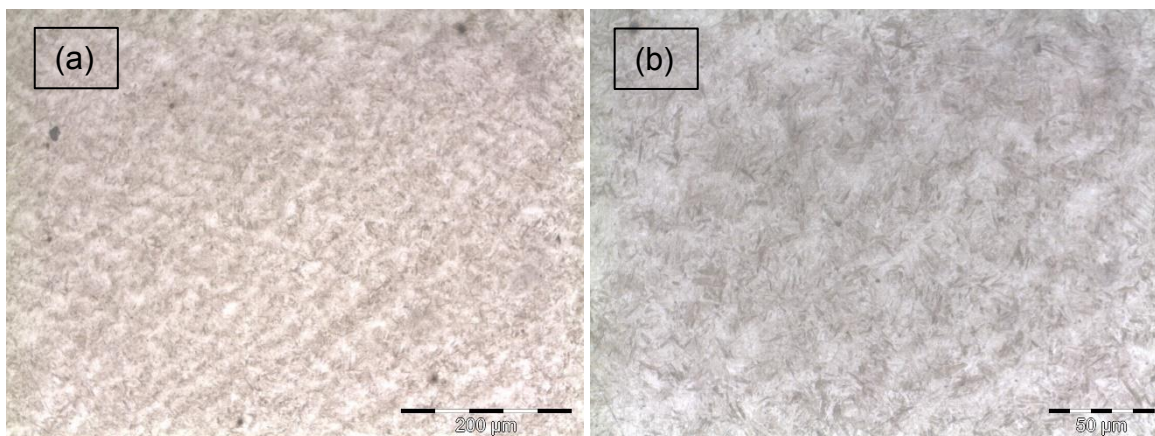
Fonte: o próprio autor.

Figura 41 – Resultado da MO na amostra P90A: (a) aumento 200x e (b) aumento 500x.



Fonte: o próprio autor.

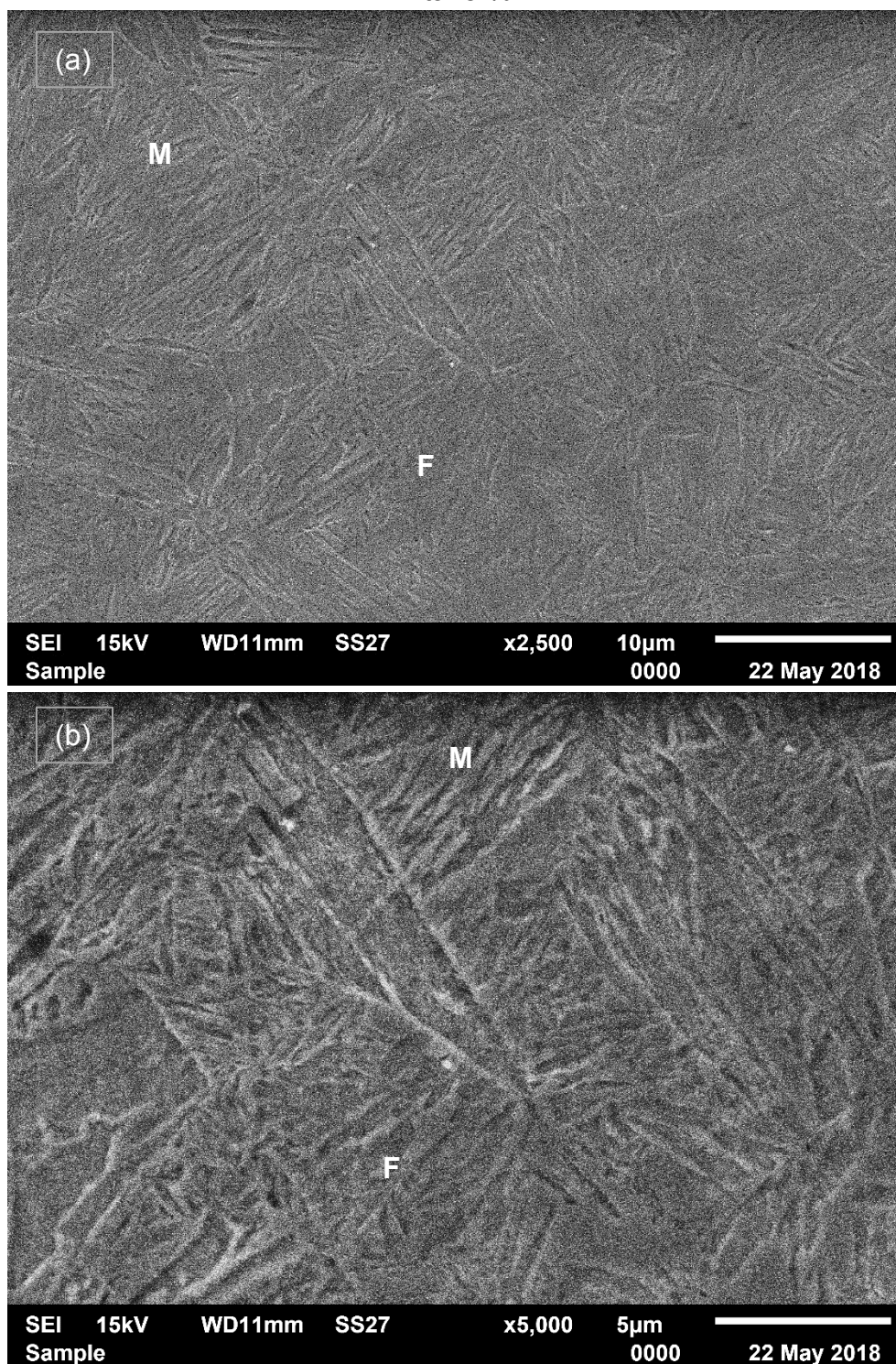
Figura 42 – Resultado da MO na amostra P90C em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

Assim como citado nos dois últimos itens, observou-se uma matriz martensítica, com forte aglomerado (mostrado na Figura 40). Aparenta possuir leve dispersão de austenita retida (YR) entre as ripas de martensita. É possível aferir-se a presença de ferrita livre (F) indicado na Figura 43.

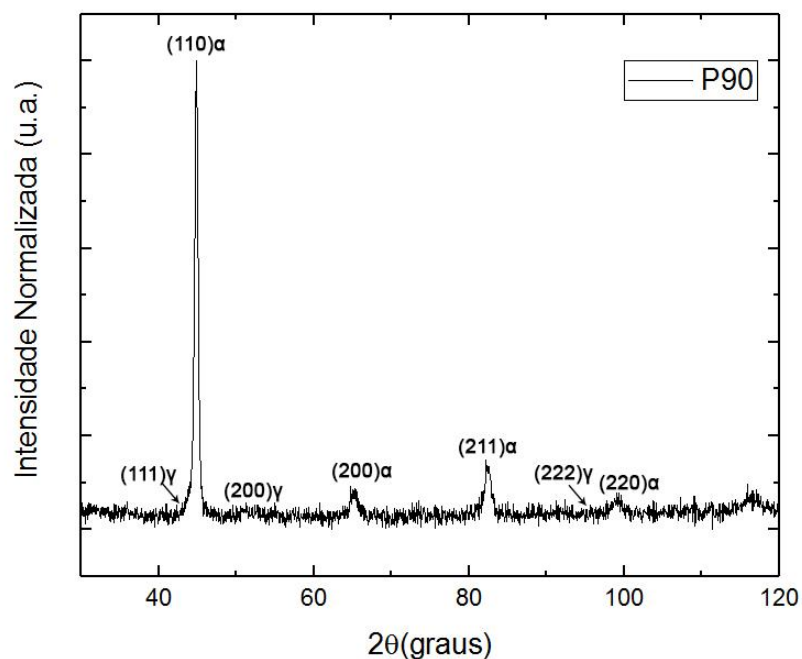
Figura 43 – Resultado do MEV na amostra P90B em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

A Figura 44 apresenta os resultados da análise de DRX, assim como feito anteriormente, são indicadas as direções características da ferrita e austenita.

Figura 44 – Resultado do ensaio de DRX na amostra P90B.



Fonte: o próprio autor.

Em seguida é apresentado na Tabela 6 os dados coletados no ensaio de microdureza, obtendo-se uma dureza média de 667 HV1.

Tabela 6 – Resultado da análise de microdureza nas T&P em 90 s.

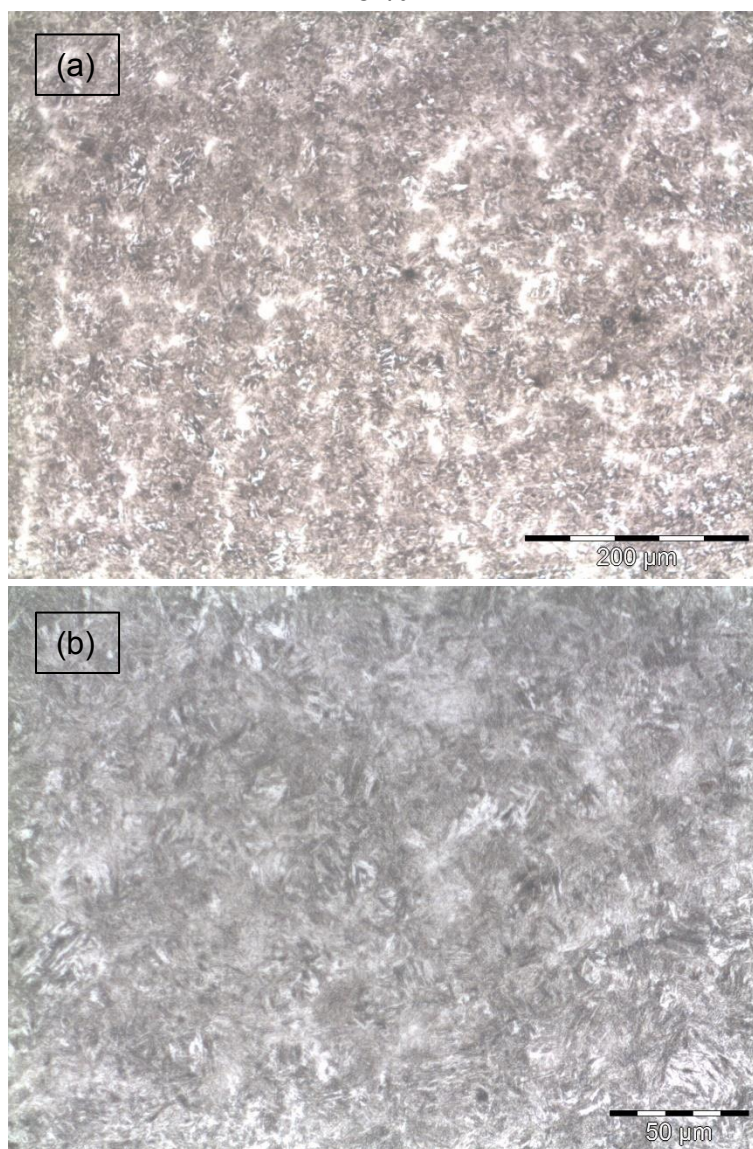
Microdureza T&P 90 s			
Amostra	P90A	P90B	P90C
Leitura	666	696	656
	677	663	655
	689	697	662
	657	703	633
	686	665	649
	687	667	645
	700	632	646
	702	688	651
	665	640	646
Média	686,0	667,0	649,0
Desvio padrão	15,8	25,5	8,3
Dureza média	667,0HV1		

Fonte: o próprio autor.

5.3 TÊMPERA E REVENIMENTO

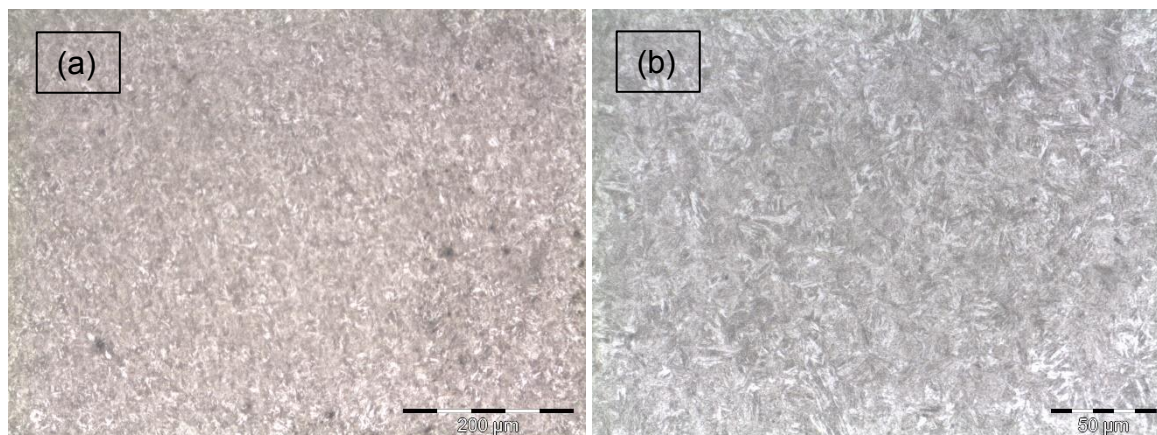
As Figuras 45, 46 e 47 representam o tratamento de Têmpera e Revenimento (TR) efetuado em corpos de provas distintos. Foi escolhido a amostra TRC, mostrada abaixo, para a realização do ensaio de MEV e DRX.

Figura 45 – Resultado da MO na amostra TRC em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



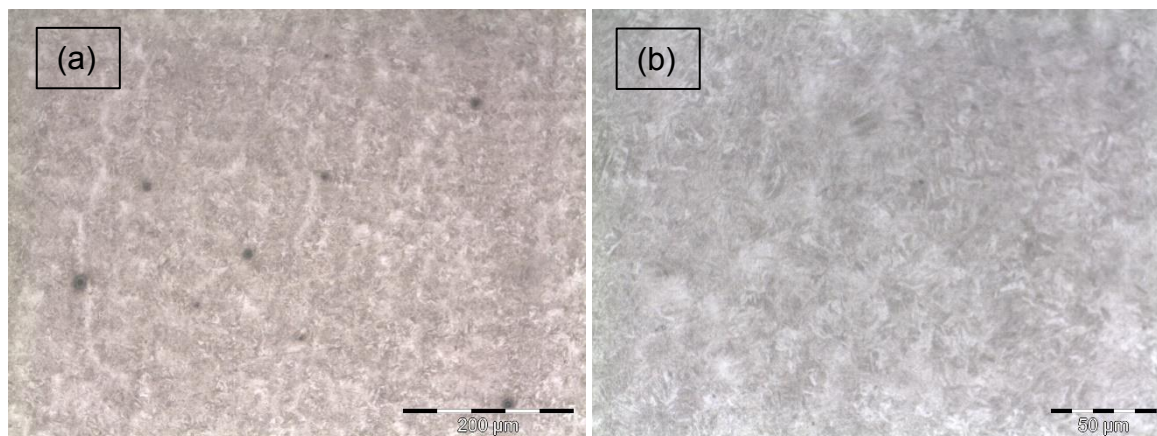
Fonte: o próprio autor.

Figura 46 – Resultado da MO na amostra TRA em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

Figura 47 – Resultado da MO na amostra TRB em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



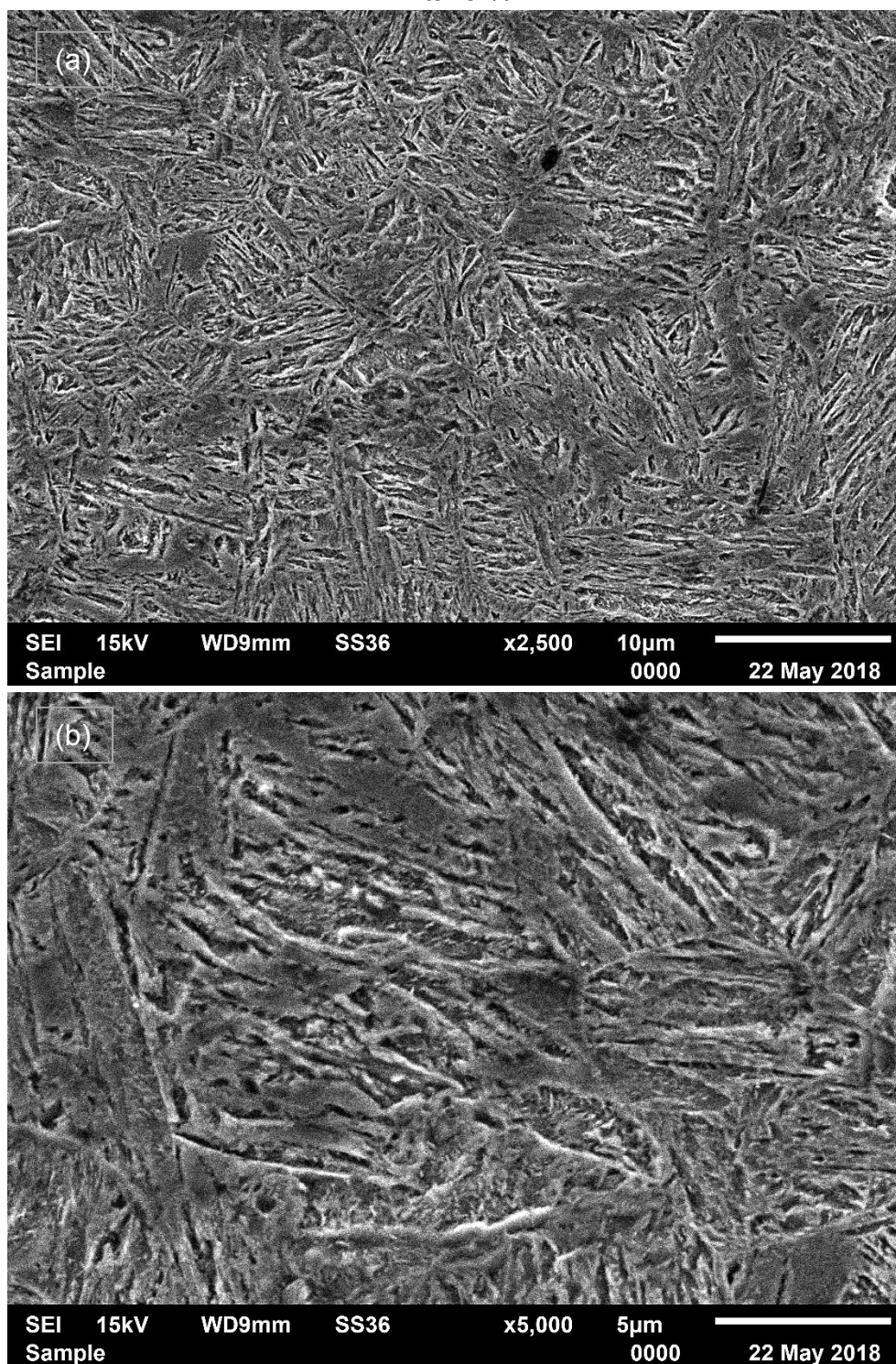
Fonte: o próprio autor.

A microestrutura obtida a partir do tratamento de Têmpera e Revenimento consiste em na obtenção da martensita revenida (fase $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$), essa pode ser melhor observada na Figura 48.

Além disso, na Figura 49 é apresentado o resultado da análise de DRX, indicando em sua maioria picos na direção características de ferrita e em menor escala austenita residual.

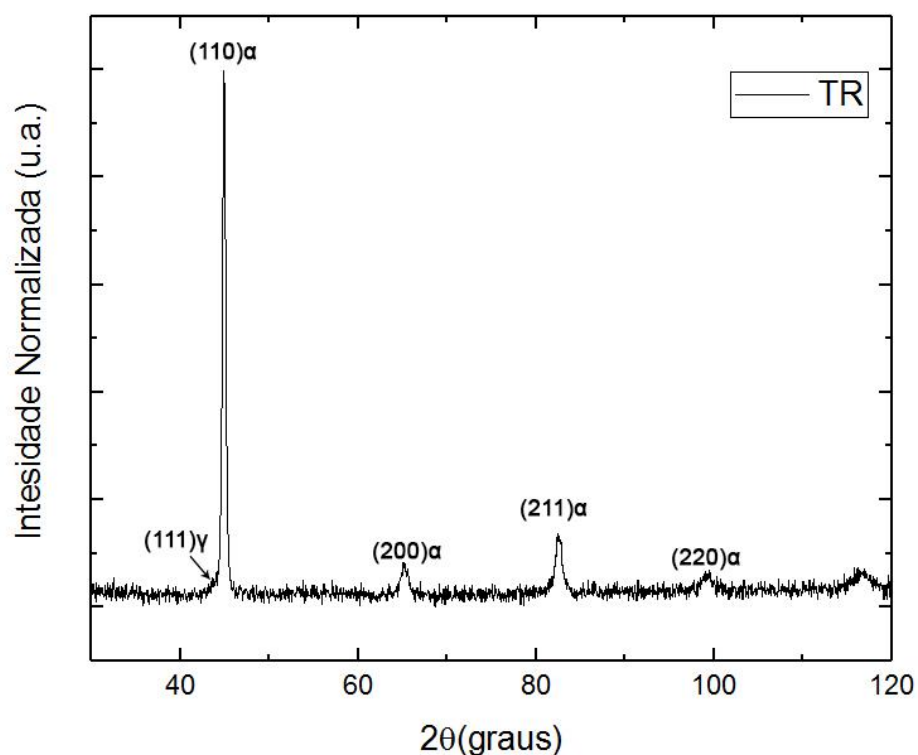
Observando os dados da Tabela 7, percebe-se que a dureza média obtida de 557HV1 está um sutilmente acima do esperado em [33].

Figura 48 – Resultado do MEV na amostra TRC: em diferentes aumentos. Ataque Nital 5 %.



Fonte: o próprio autor.

Figura 49 – Resultado do ensaio de DRX na amostra TRC.



Fonte: o próprio autor.

Tabela 7 – Resultado da análise de microdureza nas T&P em 90 s.

Microdureza Têmpera e Revenimento			
Amostra	TRA	TRB	TRC
Leitura	561	587	550
	589	520	640
	612	503	643
	576	545	525
	560	517	596
	542	519	562
	559	518	542
	562	526	557
	593	545	553
Média	562,0	520,0	557,0
Desvio padrão	21,7	24,9	42,5
Dureza média	557,0HV1		

Fonte: o próprio autor.

5.4 COMPARAÇÃO ENTRE OS TRATAMENTOS

A Figura 50 apresenta as imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura das amostras tratadas termicamente. Observa-se de maneira geral que as amostras oriundas da T&P, independente do tempo de partição, apresentaram uma região martensítica e uma região complexa, provável, de ferrita-carbetos-austenita.

A precipitação de regiões ferríticas é um indício da descarbonetação da martensita ocorrida durante o processo de partição. A mesma região comum a (a), (b) e (c) da Figura 50 não compete ao material tratado por Têmpera e Revenimento (TR), mostrado na Figura 50 (d). Essa microestrutura assemelha-se ao encontrado em [51] ao realizar a T&P num aço SAE 4140.

Em relação as ripas de martensita, aparenta ocorrer um agrupamento de diversas larguras – causado provavelmente pela diferença percentual de carbono ocorrida nas diferentes regiões pelo processo de partição. Constanta-se que na amostra proveniente da TR, ocorreu maior homogeneização desse microconstituente, parecendo possuírem o mesmo tamanho.

Outro importante ponto a se destacar é o fluido a base de polímero utilizado, demonstrou-se de fácil manuseio e capaz de produzir diferentes microestruturas, além de outras vantagens já apresentadas anteriormente.

Ademais, montou-se a Figura 51 para indicar o comparativo dos resultados da análise por DRX realizados nas diversas amostras, cujo objetivo fora, de forma qualitativa, apresentar as fases resultantes. A diferença obtida é muito sutil, e dado essa dificuldade, foram medidos os picos indicados na imagem e comparados entre si. Essas medições são apresentadas na Tabela 8.

Em um primeiro momento não é apropriado realizar comparações diretas entre as amostras com esses dados justamente pela origem normalizada desses. A análise é válida quanto a proporção entre os picos para cada corpo de prova, sendo assim, possível explorar o comportamento das fases de austenita e ferrita no tratamento em questão.

Dessa maneira, observou-se uma mudança de comportamento entre os tempos de partição. O primeiro tempo 10 s (P10), assemelha-se com o terceiro de 90 s (P90). Aparentemente, o tempo de partição de 30 s (P30) é o que apresenta maior proporção da fase de austenita quando comparado à fase de ferrita. Isso pode ser resultado da alta temperatura de partição utilizada, acarretando numa elevada

sensibilidade quanto ao tempo – aparentando que os segundos iniciais não são efetivos para estabilização da austenita e para o último tempo de partição utilizado, mecanismos competitivos, como a precipitação de carbeto, podem ter prejudicado a consolidação da austenita retida [10].

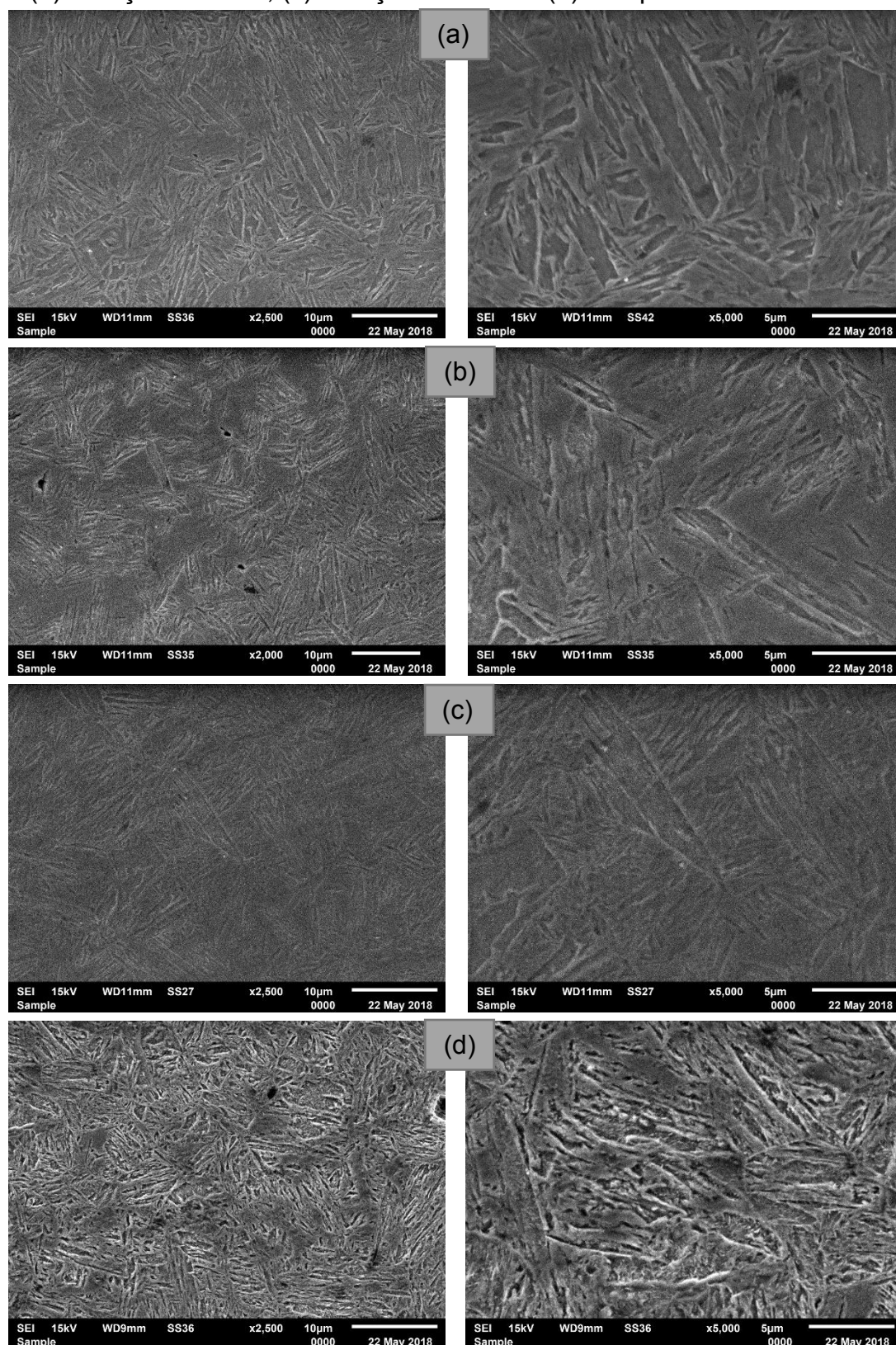
A principal questão a se destacar na T&P é a escolha dos elementos de liga do material que deverão assumir os papéis de supressão da formação de carbeto, de permitir (facilitar) a difusão do carbono para a austenita retida a fim de estabilizá-la à temperatura ambiente, além de constituir uma solução sólida a fim de alcançar alta resistência mecânica.

Nesse caminho, o níquel ao lado do mangânes, presente em quantidades relativamente altas no aço SAE 4340, possuem potencial para assumirem essas funções, onde resultados em [9, 28, 29] comprovaram essas circunstâncias. É fato a notável dependência das temperaturas QT e PT. Nesses mesmos trabalhos e em outros como [10, 21] nos quais variações de elementos de liga alteraram as temperaturas supracitadas e com isso se originaram outros parâmetros específicos.

Assim, com o auxílio dos resultados de DRX, percebe-se que a estabilização da austenita passa ocorrer logo nos segundos iniciais [21], entretanto foi a utilização de um tempo intermediário que apresentou potenciais melhores – como observado por Speer *et al.* [10].

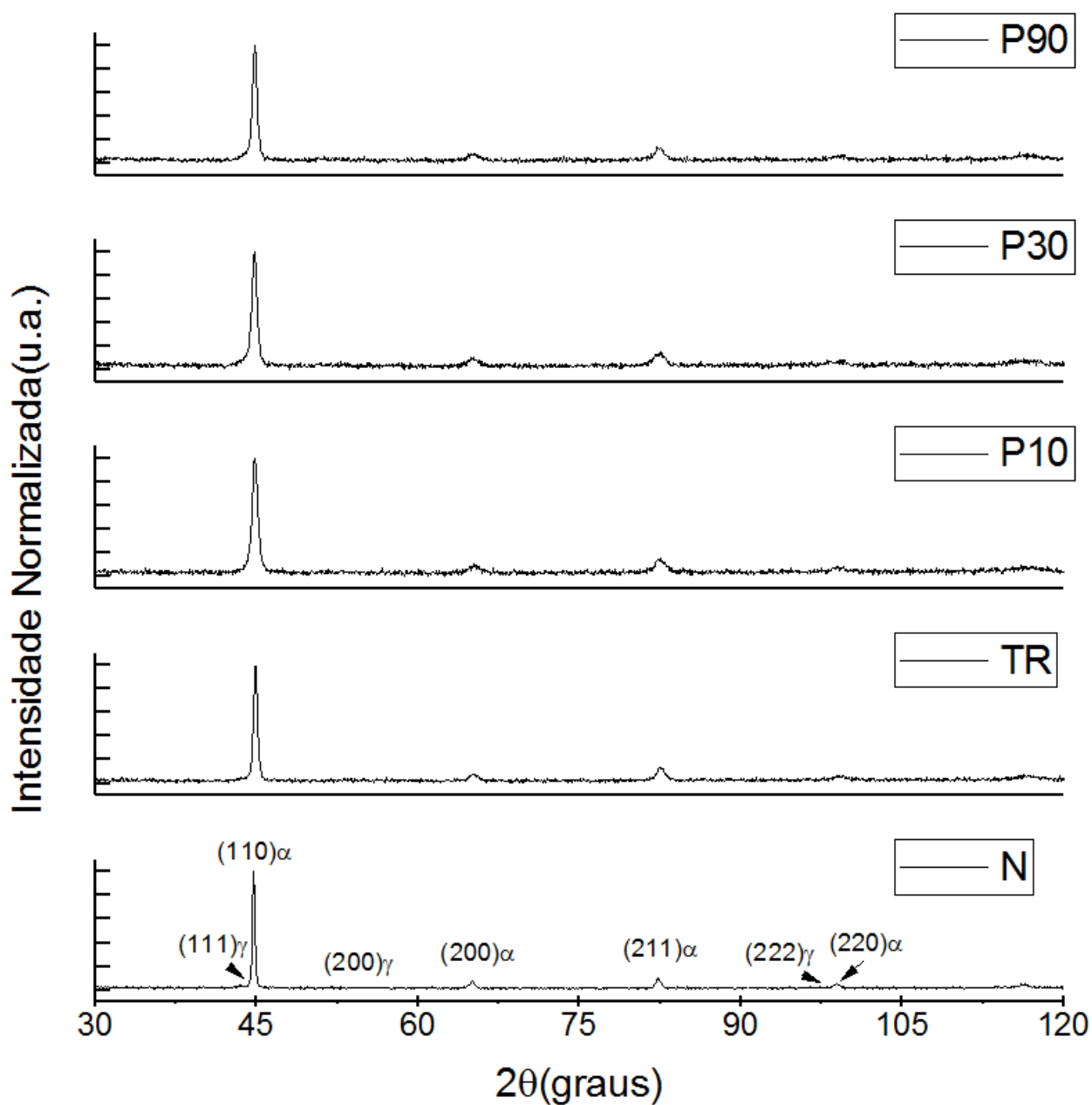
Por meio de outras pesquisas com materiais semelhantes [46-48], há divergências quanto a QT responsável por permitir frações maiores de austenita retida, no entanto a PT de 400 °C aparenta ser a mais indicada para a partição nesse material. Em [47], utilizando banho de sal, alcançou-se resultados semelhantes a atual pesquisa – onde a faixa de 30 s revelou frações significativas de austenita retida.

Figura 50 – Comparação entre os resultados de MEV. Onde: (a) Partição em 10 s, (b) Partição em 30 s, (c) Partição em 90 s e (d) Têmpera e Revenimento.



Fonte: o próprio autor.

Figura 51 – Comparação do resultado da análise de DRX em todos os ciclos térmicos realizado, além da amostra inicial. Na imagem: P90, P30, e P10 são oriundas da T&P com tempos de partição de 90 s, 30 s e 10 s, respectivamente; TR para Têmpera e Revenimento e, N, amostra inicial.



Fonte: o próprio autor.

Tabela 8 – Análise proporcional entre os picos de fase indicados entre as diversas amostras onde: P90, P30, e P10 são oriundas da T&P com tempos de partição de 90 s, 30 s e 10 s, respectivamente; TR para Têmpera e Revenimento e, N, amostra inicial.

Amostra	Plano Cristalino	Intensidade normalizada	Proporção dos planos indicados (%)
N	(111) γ	0,0399	(111) γ /(110) $\alpha \rightarrow$ 4,0
	(222) γ	0,0323	
	(200) γ	0,02375	(220) γ /(200) $\alpha \rightarrow$ 36,6
	(110) α	1	
	(211) α	0,08818	(200) γ /(211) $\alpha \rightarrow$ 31,4
	(200) α	0,07566	
TR	(111) γ	0,05349	(111) γ /(110) $\alpha \rightarrow$ 5,3
	(222) γ	0,03776	
	(200) γ	0,03401	(220) γ /(200) $\alpha \rightarrow$ 29,1
	(110) α	1	
	(211) α	0,12961	(200) γ /(211) $\alpha \rightarrow$ 40,3
	(200) α	0,08436	
P10	(111) γ	0,06141	(111) γ /(110) $\alpha \rightarrow$ 6,1
	(222) γ	0,06706	
	(200) γ	0,0497	(220) γ /(200) $\alpha \rightarrow$ 44,0
	(110) α	1	
	(211) α	0,15234	(200) γ /(211) $\alpha \rightarrow$ 52,8
	(200) α	0,09418	
P30	(111) γ	0,1254	(111) γ /(110) $\alpha \rightarrow$ 12,5
	(222) γ	0,07528	
	(200) γ	0,06697	(220) γ /(200) $\alpha \rightarrow$ 46,4
	(110) α	1	
	(211) α	0,16229	(200) γ /(211) $\alpha \rightarrow$ 61,8
	(200) α	0,10834	
P90	(111) γ	0,10246	(111) γ /(110) $\alpha \rightarrow$ 10,2
	(222) γ	0,05068	
	(200) γ	0,04266	(220) γ /(200) $\alpha \rightarrow$ 37,7
	(110) α	1	
	(211) α	0,13455	(200) γ /(211) $\alpha \rightarrow$ 48,7
	(200) α	0,08751	

Fonte: o próprio autor.

No tocante aos resultados da análise de microdureza, a Figura 52 apresenta um comparativo. Percebe-se que para as amostras de T&P, pela natureza do baixo tempo de partição, houve um alto ganho de dureza quando comparado a amostra de TR. A linha indicativa da dureza da amostra inicial, permite compreender o potencial da T&P. Caso se obtenha uma fase dúctil ao ponto de permitir certo alongamento ao material, é possível, então, alcaçar um novo patamar de propriedades mecânicas.

Além disso, as amostras de T&P demonstraram um comportamento já esperado de decréscimo da dureza conforme o aumento do tempo de partição. Em [47], utilizando o mesmo material, a dureza foi sensivelmente inferior a alcançada por essa pesquisa. Isso pode ser causado pela variação da composição química e por elementos residuais originais da fabricação do material.

Outro comportamento em relação a natureza do ensaio passa pela carga do equipamento. Inicialmente, o ensaio foi testado com a carga de 0,3 kgf nas amostras P10, entretanto, apresentou-se uma grande dispersão de valores (Figura 53). Para contornar isso, foi aumentado a carga para 1 kgf – obtendo-se uma distribuição mais simétrica dos dados. Esse comportamento pode ter sido causado pela microestrutura complexa oriunda do tratamento térmico em questão.

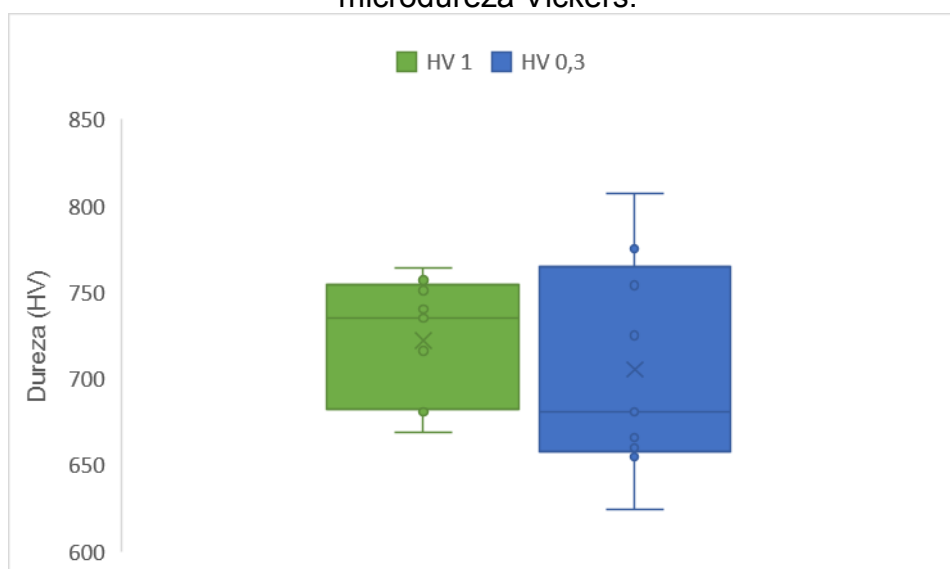
Figura 52 – Comparação dos resultados da análise de microdureza. Na imagem: P90, P30, e P10 são oriundas da T&P com tempos de partição de 90 s, 30 s e 10 s, respectivamente; TR para Têmpera e Revenimento e, N, amostra inicial.



Fonte: o próprio autor.

O gráfico acima apresenta de forma objetiva a comparação da dureza alcançada nos diferentes ciclos térmicos realizados nesse trabalho. É possível observar a evolução a dureza entre os tratamentos, bem como o decréscimo quando levado em conta aumento do tempo na T&P.

Figura 53 – Diagrama de caixa das amostras P10 variando a carga no ensaio de microdureza Vickers.



Fonte: o próprio autor.

Percebe-se ao diminuir a carga do ensaio de microdureza a diferença encontrada entre as amplitudes do ensaio, dessa maneira se justificou-se a carga de 1 kgf nas amostras oriundas dos tratamentos térmicos.

6 CONCLUSÕES

As seguintes conclusões podem ser retiradas da presente pesquisa:

1. O tratamento de têmpera e partição é viável como rota para a obtenção de austenita retida estável à temperatura ambiente para o aço SAE 4340, mostrando-se capaz de responder de maneira semelhante aos materiais de alto silício.
2. A temperatura de 400 °C se mostrou capaz de permitir o enriquecimento da austenita retida advindo do carbono da martensita supersaturada. Alguns pontos de formação de carbeto aparentam existirem, fato que desfavorece o objetivo principal do tratamento. O tratamento de têmpera e partição se mostrou sensível ao tempo de partição, obtendo diferenças nas microestruturas mesmo em variações pequenas desse parâmetro. O tempo de partição em 30 s à 400 °C foi o intervalo que apresentou maiores indicações da fase de austenita presente no material à temperatura ambiente; já para os tempos de partição em 10 s e 90 s à 400 °C apresentaram um percentual menor da fase de austenita, indicando que há desfavorecimento ao tratamento nesses intervalos.
3. É possível observar uma diferença significativa nas microestruturas resultantes entre os tratamentos de têmpera e revenimento frente a têmpera e partição. O primeiro apresenta uma microestrutura homogênea de seus constituintes, ao passo que o segundo há certa complexidade. A presença de uma microestrutura complexa formada por regiões de martensita e outras, prováveis de ferrita-carbeto-austenita concederam ao material alta dureza quando comparadas ao tratamento convencional de têmpera e revenimento.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O tratamento de têmpera e partição demonstrou alto potencial em alcançar propriedades mecânicas elevadas, destarte, é necessário revelar os melhores parâmetros desse processo. Assim, mais estudos devem ser feitos alterando as temperaturas QT e PT. Uma outra alternativa, é realizar a austenitização intercrítica e apreciar as consequências no material.

Outros ensaios para mapear as propriedades mecânicas do aço SAE 4340 tratados por T&P devem ser realizados, como o ensaio de tração e o ensaio de impacto. Além disso, está em aberto as consequências desse tratamento quanto à resistência à corrosão para o material em questão.

REFERÊNCIAS

- [1] **PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE ON MICROSTRUCTURE AND TEXTURE IN STEELS AND OTHER MATERIALS**, 2008, India. Microstructure and Texture in Steels and Other Materials. Jamshedpur: Springer, 2009. 483 p
- [2] B. C. D. Cooman: '**Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite**', Curr. Opin. Solid State Mater. Sci., 2004, 8, 285–303.
- [3] R. Kuziak, R. Kawalla and S. Waegler: '**Advanced high strength steels for automotive industry**', Arch. Civil Mech. Eng., 2008, 7, 103–117.
- [4] R.A. Schultz and A.K. Abraham: **Great Designs in Steel**, (2009) www.autosteel.org
- [5] M Pouranvari & S P H Marashi (2013) **Critical review of automotive steels spot welding: process, structure and properties**, Science and Technology of Welding and Joining, 18:5, 361-403, DOI: 10.1179/1362171813Y.0000000120
- [6] GRAJCAR, A.; KUZIAK, R.; ZALECKI, W.. **Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry**. Archives Of Civil And Mechanical Engineering, [s.l.], v. 12, n. 3, p.334-341, set. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.acme.2012.06.011>.
- [7] D. K. Matlock and J.G. Speer, "**Design Considerations for the Next Generation of Advanced High Strength Sheet Steels**," *Proc. of the 3rd International Conference on Structural Steels*, ed. by H.C. Lee, the Korean Institute of Metals and Materials, Seoul, Korea, 2006, pp. 774-781.
- [8] "**Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines**," *International Iron & Steel Institute*, Committee on Automotive Applications, available online at www.worldautosteel.org.
- [9] Kibum Kim and Seok-Jae Lee, **Effect of Ni addition on the mechanical behavior of quenching and partitioning (Q&P) steel**, Materials Science & Engineering A, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.030>
- [10] Speer JG, Matlock DK, Cooman BC and Schroth JG. **Carbon partitioning into austenite after martensite transformation**. Acta Materialia. 2003; 51(9):2611-2622. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00059-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00059-4).

- [11] Bhadeshia HKDH. **Bainite in Steels**, London: The Institute of Materials; 2001.
- [12] Bhadeshia HKDH, Edmonds DV. **The bainitic transformation in a silicon steel. *Metallurgical Transactions***. 1979.
- [13] Clarke, A. “**Carbon Partitioning into Austenite from Martensite in a Silicon containing High Strength Sheet Steel**”. Tese de Doutorado, Colorado School of Mines, CO. 2006.
- [14] E. De Moor, J. G. Speer, C. Föjer, and J. Penning, “**Effect of Si, Al, Mo Alloying on Tensile Properties Obtained by Quenching and Partitioning,**” in Proc. of Materials Science and Technology (MS&T), 2009, pp. 1554–1563.
- [15] Leslie, W.C. e Rauch, G.C. “**Precipitation of Carbides in Low-carbon Fe-Al-C**”. Met.Trans. A. 9q. pp.343-349. 1978.
- [16] B. Kim, J. Sietsma, M.J. Santofimia, **The role of silicon in carbon partitioning processes in martensite/austenite microstructures**, (2017), doi:10.1016/j.matdes.2017.04.080
- [17] T. Sourmail, M. Millot-M'ehoux, **Thermal and mechanical stability of retained austenite in 1%C bearing steels with varying Si contents**, Mater. Sci. Tech. 32 (2016) 1126–1132.
- [18] SPEER, John G. et al. **Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation**. Current Opinion In Solid State And Materials Science, [s.l.], v. 8, n. 3-4, p.219-237, jun. 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cossms.2004.09.003>.
- [19] SPEER, John G. et al. **The “Quenching and Partitioning” Process: Background and Recent Progress**. Materials Research, [s.l.], v. 8, n. 4, p.417-423, dez. 2005. <http://dx.doi.org/10.1590/s1516-14392005000400010>.
- [20] WANG, Li; SPEER, John G.. **Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment**. Metallography, Microstructure, And Analysis, [s.l.], v. 2, n. 4, p.268-281, 26 jul. 2013. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s13632-013-0082-8>.
- [21] D. K. Matlock et al., “**Application of the Quenching and Partitioning (Q&P) Process to a Medium-Carbon, High-Si Microalloyed Bar Steel**”, Materials Science Forum, Vols. 426-432, pp. 1089-1094, 2003

- [22] G.Krauss, **Steels: Heat Treatment and processing Principles**, ASM, Materials Park, OH, 1990, pp. 53-54.
- [23] KNIJF, D. de et al. **Study of heat treatment parameters and kinetics of quenching and partitioning cycles**. Materials Science And Technology, [s.l.], v. 31, n. 7, p.817-828, 11 nov. 2014. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1179/1743284714y.0000000710>.
- [24] QU, Hao; MICHAL, Gary M.; HEUER, Arthur H.. **Third Generation 0.3C-4.0Mn Advanced High Strength Steels Through a Dual Stabilization Heat Treatment: Austenite Stabilization Through Paraequilibrium Carbon Partitioning**. Metallurgical And Materials Transactions A, [s.l.], v. 45, n. 6, p.2741-2749, 27 fev. 2014. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-014-2232-2>.
- [25] HAUSEROVÁ, D. et al. **Properties of Advanced Experimental CMnSiMo Steel Achieved by QP Process**. Procedia Engineering, [s.l.], v. 10, p.2961-2966, 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2011.04.491>.
- [26] Kähkönen, Joonas. **QUENCHING AND PARTITIONING RESPONSE OF CARBON-MANGANESE-SILICON SHEET STEELS CONTAINING NICKEL, MOLYBDENUM, ALUMINUM AND COPPER ADDITIONS** by Joonas. 2016. 194 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Metallurgical And Materials Engineering, Colorado School of Mines, Colorado, 2016.
- [27] B. Mašek et al., "The Effect of Mn and Si on the Properties of Advanced High Strength Steels Processed by Quenching and Partitioning", Materials Science Forum, Vols. 654-656, pp. 94-97, 2010
- [28] A. di Schino et al., "Manganese Effect on Q&P CMnSi Steels", Materials Science Forum, Vol. 879, pp. 430-435, 2017
- [29] MOOR, Emmanuel de et al. **Effect of Carbon and Manganese on the Quenching and Partitioning Response of CMnSi Steels**. Isij International, [s.l.], v. 51, n. 1, p.137-144, 2011. Iron and Steel Institute of Japan. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.51.137>.
- [30] G. Krauss, **Steels - Processing, Structure, and Performance**, 4th ed. ASM International, 2012.

- [31] RIETVELD, H. M.. **A profile refinement method for nuclear and magnetic structures**. Journal Of Applied Crystallography, [s.l.], v. 2, n. 2, p.65-71, 2 jun. 1969. International Union of Crystallography (IUCr). <http://dx.doi.org/10.1107/s0021889869006558>.
- [32] ASTM E23-16b, **Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- [33] ASM HANDBOOK, **Vol. 04 Heat Treating**, ASM International The Materials Information Company, 1991.
- [34] TOTTEN, G. E.; BATES, C. E.; CLINTON, N. A. **Polymer quenchant**. Chapter 5. In: Handbook of quenchants and quenching technology. ASM, 1993.
- [35] Totten, G.E. **Polymer Quenchants: The Basics**. Adv. Mat. & Proc. p 51-53. 1990.
- [36] TENSI, H. M.; CANALE, L. C. F.; TOTTEN, G. E. **The quenching process: an overview of the fundamental physics properties of liquid quenching**. In: CONGRESSO ANNUAL DA ABM, 58., 2003, Rio de Janeiro, RJ. 2003.
- [37] CANALE, Lauralice de Campos Franceschini. TOTTEN, George Edward. CANALE, Antonio Carlos. **Polímeros de têmpera à base de PAG**. Minerva, São Carlos, v. 3, n. 2, p.209- 214, 2006.
- [38] EDMONDS, D.v. et al. Quenching and partitioning martensite—A novel steel heat treatment. Materials Science And Engineering: A, [s.l.], v. 438-440, p.25-34, nov. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.133>.
- [39] T.Y. Hsu and Z. Y. Xu, "**Design of Structure, Composition and Heat Treatment Process for High Strength Steel**", Materials Science Forum, Vols. 561-565, pp. 2283-2286, 2007
- [40] WANG, X.d. et al. Novel ultra high-strength nanolath martensitic steel by quenching–partitioning–tempering process. Journal Of Materials Research, [s.l.], v. 24, n. 01, p.260-267, jan. 2009. Cambridge University Press (CUP). <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2009.0029>.
- [41] HUANG, Xuefei et al. **Effect of a quenching-long partitioning treatment on the microstructure and mechanical properties of a 0.2C% bainitic steel**. Journal Of Materials Processing Technology, [s.l.], v. 222, p.181-187, ago. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.03.010>.

- [42] FERREIRA, H. M. et al. **Aspectos cinéticos e microestruturais da transformação bainítica incompleta em ferros nodulares austemperados**. Rem: Revista Escola de Minas, Escola de Minas de Ouro preto, v. 65, n. 2, p. 217-224, abril/junho. 2012.
- [43] XU, P.G.; FANG, H.S.; BAI, B.Z.; WANG, Z.J.; YANG, Z.G.; HUANG, J.F. Journal of Iron Steel Research Institute, v. 9, 2002.
- [44] Crystallography Open Database, COD, 9012706, 1955.
- [45] Crystallography Open Database, COD, 9013472, 1955.
- [46] WIJANARKO, Wahyu et al. **EXPERIMENTAL STUDY OF THE INFLUENCE OF QUENCHING AND PARTITIONING TEMPERATURE VARIATION ON RETAINED AUSTENITE FRACTION IN AISI 4140 STEEL**. Journal Of Engineering And Applied Sciences, India, v. 11, n. 2, jan. 2016. Disponível em: <www.jrrset.com>. Acesso em: 27 jun. 2018.
- [47] INAM, Aqil et al. **QUENCHING AND PARTITIONING OF AISI 4340 STEEL**. Journal Of Faculty Of Engineering & Technology, Pakistan, v. 24, n. 2, p.47-56, jun. 2017. Disponível em: <<http://journals.pu.edu.pk/journals/index.php/jfet/article/view/1128>>. Acesso em: 27 jun. 2018.
- [48] MARTINS, Ana Rosa Fonseca de Aguiar. **Têmpera e Partição em Aços de Alta Resistência contendo Ni: Modelagem Cinética, Microestrutural e Propriedades Mecânicas**. 2007. 164 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica, Ciência dos Materiais e Metalurgia, PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2007
- [49] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **E3 – 11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens**. 2017.
- [50] ASM HANDBOOK, **Vol. 09 Metallography and Microstructures**, ASM International The Materials Information Company, 2004.
- [51] SOUZA, Rosenilda Rodrigues de. **COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL E MECÂNICO DO AÇO 4140 APÓS TRATAMENTO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P)**. 2017. 89 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Unisociesc, Joinville, 2017.