

unesp  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

RODRIGO YOKOYAMA XAVIER

**INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA NO TRATAMENTO TÉRMICO DE
HOMOGENEIZAÇÃO DE UM AÇO FERRAMENTA PARA TRABALHO A FRIO**

Guaratinguetá - SP
2017

Rodrigo Yokoyama Xavier

**INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA NO TRATAMENTO TÉRMICO DE
HOMOGENEIZAÇÃO DE UM AÇO FERRAMENTA PARA TRABALHO A FRIO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luís Rogério de Oliveira Hein
Coorientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

Guaratinguetá - SP
2017

X3i

Xavier, Rodrigo Yokoyama

Influência da deformação plástica no tratamento térmico de
homogeneização de um aço ferramenta para trabalho a frio / Rodrigo
Yokoyama Xavier – Guaratinguetá, 2017.

101 f : il.

Bibliografia: f. 91-101

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá, 2017.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein

Coorientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

1. Solidificação. 2. Segregação. 3. Laminação (Metalurgia) I. Título

CDU 621.771(043)

RODRIGO YOKOYAMA XAVIER

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

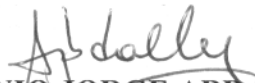


Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. PETERSON LUIZ FERRANDINI
UNESP/FEG



Prof. Dr. ANTONIO JORGE ABDALLA
UNESP/FEG



Prof. Dr. RICARDO RISSO CHAVES
UNIFEI

Janeiro de 2017

DADOS CURRICULARES

RODRIGO YOKOYAMA XAVIER

NASCIMENTO	19.07.1985 – Pimenta Bueno / RO
FILIAÇÃO	Raimundo Lima Xavier Elizabete Kazue Yokoyama Xavier
2005/2009	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais – Materiais Cerâmicos Universidade Federal de São Carlos – UFSCar
2005/2010	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais – Materiais Metálicos Universidade Federal de São Carlos – UFSCar

Dedico este trabalho de modo especial ao meu pai Raimundo e minha mãe Elizabete que sempre foram fonte de inspiração e incentivo para que continuasse meus estudos.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho só foi possível graças ao apoio de várias pessoas, que através de conselhos, discussões e atitudes ajudaram no desenvolvimento do trabalho, bem como meu desenvolvimento pessoal.

Aos meus pais e irmãs que desde o começo foram fontes de inspiração e incentivo para tudo na minha vida.

À minha noiva Beatriz pela paciência e apoio nos diversos finais de semana que precisei ficar distante para me dedicar a este trabalho.

A todos os amigos de Cilindros da Gerdau Pindamonhangaba pelo apoio no desenvolvimento do trabalho, em especial ao Luis Fernando Marini pelo incentivo, orientação e ajuda desde o início da minha carreira, e ao Mario Vitor Leite pela orientação do trabalho e filosofia de vida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein, de quem sem a ajuda não seria possível finalizar este trabalho.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini pelas diversas noites de trabalho, orientação e conversas, que foram parte primordial da caminhada para a realização deste estudo.

Ao Prof. Dr. Oscar Balancin e ao Técnico Rover Belo pela ajuda na laminação das amostras.

Ao pessoal do laboratório metalúrgico da Gerdau Pindamonhangaba, pela ajuda nos tratamentos térmicos, preparação e análise das amostras.

A todos que contribuíram de forma direta ou indireta para este trabalho.

Meu mais sincero Obrigado!

“Só sabemos com exatidão quando sabemos pouco; à medida que vamos adquirindo conhecimento, instala-se a dúvida.”

Goethe

RESUMO

O nível de qualidade de peças produzidas a partir de grandes lingotes está intimamente relacionado à qualidade dos lingotes em si. Dentre os diversos defeitos inerentes ao processo de solidificação, destacam-se as microsegregações de elementos de liga, que causam uma deterioração nas propriedades do produto final. Uma maneira de reduzir o dano causado pela microsegregação é através do Tratamento Térmico de Homogeneização, este por sua vez demanda elevados tempos de processo, elevando custos e tempos de fabricação. Uma das formas de reduzir os tempos de homogeneização, uma vez que este apresenta caráter difusional, é através da redução do espaçamento interdendrítico. Neste trabalho foi analisada a influência da deformação plástica como forma de reduzir o espaçamento entre dendritas no tratamento térmico de homogeneização. Para tal fim, utilizou-se um lingote fundido em aço ferramenta de composição química similar ao AISI A2. As amostras foram retiradas do núcleo do lingote no estado bruto de solidificação e sofreram deformações de 0,6 e 1,3 através do processo de laminação a quente, sendo temperadas em água na sequência. Após laminadas as amostras passaram por um tratamento térmico de homogeneização na temperatura de 1200°C por 8h ou 16h e foram novamente temperadas em água. As análises foram feitas através de Microscopia Óptica, Dureza Vickers, Difratometria de Raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura. Foi observado em todas as amostras a presença de microrechupes, e uma microestrutura composta predominantemente por dendritas oriundas da solidificação, identificadas pela fase martensítica, envoltas por uma matriz formada de austenita retida, contendo carbonetos e sulfetos. Com a deformação plástica foi possível quebrar a estrutura dendrítica a aproximar as regiões segregadas das não segregadas. O tratamento térmico por um tempo de 8h não foi suficiente para homogeneizar a microestrutura e reduzir as microsegregações, independentemente do estado de deformação das amostras. O tratamento térmico por 16h apresentou os melhores resultados em relação à homogeneidade química, sendo tanto melhor o resultado quanto maior a deformação imposta às amostras.

PALAVRAS-CHAVE: Solidificação. Segregação. Estrutura Dendrítica. Homogeneização.

ABSTRACT

The quality of pieces produced from large ingots is closely related to the quality of ingots itself. Among the various defects inherent to the solidification process, there is the microsegregation of alloying elements, causing a deterioration in the properties of the final product. One way to reduce the damage caused by microsegregation is through the homogenization heat treatment, this in turn demands long time of process, increasing costs and lead-times for manufacture. One way to reduce the homogenization time, since it has a diffusive character, is by reducing the interdendritic spacing. In this study was analyzed the influence of plastic deformation as a mean to reduce the spacing between dendrites in the homogenization heat treatment. For this purpose it was used a cast ingot of chemical composition similar to the AISI A2 tool steel. Samples were cut from the ingot center in the as-cast state and suffered deformations of 0.6 and 1.3 through the hot rolling process and quenched in water in the sequence. After rolling the samples passed through a homogenization heat treatment at a temperature of 1200°C for 8h and 16h and again were quenched in water. Analyses were performed by Optical Microscopy, Vickers Hardness, X-Ray Diffractometry and Scanning Electron Microscopy. It was observed in all samples the presence of microcavities, and a microstructure consisting predominantly by solidifications dendrites identified by a martensitic phase, involved by a retained austenite matrix containing carbides and sulfides. The plastic deformation broke the dendritic structure, and approached the segregated regions to the non-segregated regions. The heat treatment for 8h was not sufficient to homogenize the microstructure and reduce the microsegregation, independently of the deformation state of the samples. The heat treatment for 16h presented the best results in relation to the chemical homogeneity, and the better the result as the greater the deformation imposed on the samples.

KEYWORDS: Solidification. Segregation. Dendritic Structure. Homogenization.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Representação esquemática do: (a) diagrama de equilíbrio apresentando a solubilidade dos elementos no sólido e no líquido e (b) perfil de composição química heterogêneo do sólido sendo formado. T_L - temperatura <i>liquidus</i> ; T^* - temperatura entre a <i>liquidus</i> e <i>solidus</i> ; C_S^* - composição do sólido formado na temperatura T^* ; C_L^* - composição do líquido formado na temperatura T^* e C_0 – composição nominal da liga.	28
Figura 2 – Representação esquemática da estrutura dendrítica.	29
Figura 3 – Representação esquemática da: (a) superfícies de mesma concentração (<i>coarsening</i>) em um crescimento dendrítico e (b) diagrama de equilíbrio apresentando o caminho da solidificação e a composição do sólido formado em diferentes temperaturas. C_0 – composição nominal da liga; C_1 – composição do sólido formado na temperatura T_1 ; C_2 – composição do sólido formado em uma temperatura intermediária entre T_1 e T_3 ; C_3 – composição do sólido formado na temperatura T_3	30
Figura 4 – Análise da microsegregação entre um braço dendrítico secundário de um aço ferramenta AISI H13 logo após solidificação.	31
Figura 5 – Estrutura formada por martensita (fase escura) e austenita retida (fase clara).	34
Figura 6 – Microestrutura após ataque com Nital 2%: (a) Microestrutura dendrítica martensítica e região interdendrítica austenítica e (b) regiões de concentração de carbonetos.	34
Figura 7 – Formação de microporosidade. As setas contínuas indicam o fluxo de líquido para compensar a contração de solidificação. As setas pontilhadas indicam o sentido de crescimento do braço dendrítico secundário. O ponto P indica a região na qual ocorrerá microporosidade se o fluxo de líquido for restrito.	35
Figura 8 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura de um aço ferramenta para trabalho a quente temperado, apresentando as fases martensita, austenita e carbonetos em contorno de grão.	36
Figura 9 – Segregação de Ni e Cr em um braço dendrítico.	37
Figura 10 – Curva Tensão x Deformação para um aço baixo carbono com estruturas homogênea e heterogênea.	39
Figura 11 – Bandeamento típico observado em peças forjadas.	40
Figura 12 – Bandeamento em aço após deformação plástica. O contraste branco o preto é produzido pela presença de elementos de liga após ataque.	40

Figura 13 – Mapa da concentração de Cr obtido através de WDS mostrando o alinhamento da segregação de Cr na direção de laminação.	41
Figura 14 – Curva tensão x deformação para um aço TRIP mostrando a diferença na resistência mecânica em função da microestrutura.....	41
Figura 15 – Principais tipos de macrossegregação encontrados em um lingote fundido.	43
Figura 16 – Representação esquemática mostrando a formação da segregação em “V”.	44
Figura 17 – Seção longitudinal de um lingote de 65 t: (a) Macrossegregação positiva e negativa do carbono e (b) Macrossegregação em “A” e em “V”.	45
Figura 18 – Estruturas de grãos e os perfis de temperaturas correspondentes à sua cristalização: 1) Zona coquilhada; 2) Zona colunar; 3) Zona equiaxial; Tf – Temperatura de fusão.....	46
Figura 19 – Microestrutura de um aço H13 forjado: (a) corte transversal sem homogeneização, (b) corte longitudinal sem homogeneização, (c) corte transversal com homogeneização e (d) corte longitudinal com homogeneização.....	47
Figura 20 – Efeito da temperatura de homogeneização no volume de carbonetos.....	48
Figura 21 – Influência da temperatura no coeficiente de difusão do Cr (D_{Cr}) no aço.	51
Figura 22 – Redução do Índice de Microsegregação para o Cr após tratamento térmico de homogeneização.....	52
Figura 23 – Ilustração esquemática da distância de difusão em uma estrutura dendrítica.	53
Figura 24 – Efeito da distância de difusão (representada através do espaçamento dendrítico) no Índice de Microsegregação Residual para o Mn.	54
Figura 25 – Variação do índice de Microsegregação do P em função do tempo e temperatura de tratamento térmico de homogeneização e deformação plástica.	55
Figura 26 – Ilustração da mudança de estrutura cristalina envolvida na transformação martensítica.	57
Figura 27 – Representação da formação de uma placa de martensita em matriz austenítica. .	58
Figura 28 – Morfologias da martensita: (a) Martensita Ripada; (b) Martensita Lenticular.....	58
Figura 29 – Morfologia da martensita em função da %C.....	59
Figura 30 – Curva CCT para o aço AISI A2.....	60
Figura 31 – Influência da %C nas temperaturas M_s e M_f	61
Figura 32 – Influência da %C na temperatura M_s , % austenita retida e % Martensita ripada. 62	62
Figura 33 – Relação entre a temperatura de austenitização e a fração de austenita retida em um aço alto C-alto Cr.	63

Figura 34 – Microestruturas formadas por martensita e austenita retida associadas às condições: (a) 12%Cr x austenitização 1050°C; (b) 12%Cr x austenitização 1150°C; (c) 8%Cr x austenitização 1050°C; (d) 8%Cr x austenitização 1150°C.	64
Figura 35 – Fluxo de produção do lingote utilizado no trabalho.....	65
Figura 36 – Local de retirada das amostras.	66
Figura 37 – Amostra retirada do núcleo do lingote mostrando a existência de várias regiões com vazios formados durante a solidificação.....	66
Figura 38 – Forno (a) e laminador (b) utilizados para deformação plástica da amostra.	67
Figura 39 – Esquematização do ciclo termomecânico utilizado para deformação das amostras.	67
Figura 40 – Influência da temperatura de conformação na redução de área de um aço AISI A2.	68
Figura 41 – Amostras laminadas e temperadas: (a) 22D e (b) 11D.	70
Figura 42 – Amostras amarradas e envoltas em cavaco de ferro fundido cinzento.	71
Figura 43 – Ciclos de tratamento térmico de homogeneização utilizados.	71
Figura 44 – Forno utilizado para os tratamentos térmicos.	72
Figura 45 – Direção de análise das amostras.....	73
Figura 46 – Microscópios Ópticos utilizados para análise das amostras: (a) LEICA modelo DMLM e (b) Zeiss AxioImager Z2m.	74
Figura 47 – Difrátômetro de raios-X utilizado para caracterização das fases.	74
Figura 48 – Durômetro utilizado para medição de dureza.	75
Figura 49 – Microscópio eletrônico de varredura utilizado para caracterização.....	76
Figura 50 – Amostra não deformada e sem homogeneização (Amostra ND-0h).	77
Figura 51 – Carbonetos na região interdendrítica (Amostra ND-0h).....	78
Figura 52 – (a) Imagem obtida no MEV para análise dos precipitados; (b) Mapa de distribuição do elemento Cr; (c) Mapa de distribuição do elemento S; (d) Mapa de distribuição do elemento Mn.....	79
Figura 53 – Precipitados formados na região de contorno de grão durante a solidificação (Amostra ND-0h). Imagem obtida utilizando contraste por interferência circular (C-DIC)....	80
Figura 54 – Martensita lenticular de alto carbono (Amostra ND-0h).	81
Figura 55 – Amostra não deformada com 8h de homogeneização (Amostra ND-8h).....	82
Figura 56 – Carbonetos e sulfetos precipitados na região interdendrítica (Amostra ND-8h). .	82
Figura 57 – Amostra não deformada com 16h de homogeneização (Amostra ND-16h).....	83

Figura 58 – Carbonetos e sulfetos precipitados na região interdendrítica (Amostra ND-16h).	83
Figura 59 – Amostra com 0,6 de deformação sem homogeneização. Observa-se o bandejamento da estrutura e alinhamento dos precipitados na direção de laminação (Amostra 22D-0h).....	84
Figura 60 – Amostra com 0,6 de deformação com 8h de homogeneização (Amostra 22D-8h).	85
Figura 61 – Amostra com 0,6 de deformação com 16h de homogeneização (Amostra 22D-16h).	85
Figura 62 – Amostra com 1,3 de deformação sem homogeneização. Observa-se o bandejamento da estrutura e alinhamento dos precipitados na direção de laminação (Amostra 11D-0h).....	86
Figura 63 – Amostra com 1,3 de deformação com 8h de homogeneização (Amostra 11D-8h).	86
Figura 64 – Amostra com 1,3 de deformação com 16h de homogeneização (Amostra 11D-16h).	87
Figura 65 – Difrátograma de raios-X da amostra com 1,3 de deformação e 8h de homogeneização (Amostra 11D-8h).	88
Figura 66 – Dureza Vickers das regiões martensíticas.	89
Figura 67 – Dureza Vickers das regiões austeníticas.....	89
Figura 68 – Mapas de distribuição do elemento Cr na microestrutura das amostras: (a) sem deformação e 0h de homogeneização (Amostra ND-0h); e (b) 1,3 de deformação e 0h de homogeneização (Amostra 11D-0h).	90
Figura 69 – Quantificação do Cr através de análise por área em diferentes regiões: (a) amostra, (b) braços dendríticos e (c) regiões interdendríticas (Amostra 11D-16h).	91
Figura 70 – Variação do índice de microsegregação (I_s) para o Cr, em função da deformação e do tempo de tratamento térmico de homogeneização.	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Coeficiente de partição para vários elementos presentes no aço.	32
Tabela 2 – Concentração dos elementos nos braços dendríticos secundários (D) e na região interdendrítica (I) e Índices de Microsegregação para os elementos após solidificação.	37
Tabela 3 – Equações para determinação da M_s	60
Tabela 4 – Composição química do aço utilizado neste trabalho (% em peso).	65
Tabela 5 – Plano de passes utilizado para conformação das amostras.	69
Tabela 6 – Dimensões das amostras e deformações totais ao final da conformação.	70
Tabela 7 – Condição das amostras após tratamento térmico.	72
Tabela 8 – Percentual médio de Cr na: amostra (A), braços dendríticos (D) e regiões interdendríticas (I).	91
Tabela 9 – Valores do índice de microsegregação (I_s) para o Cr calculado para as diferentes deformações e tempo de tratamento térmico.	92

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CCT	Transformação sob Resfriamento Contínuo
AISI	American Iron and Steel Institute
A2	Classe de Aços Ferramentas para Trabalho a Frio
H13	Classe de Aços Ferramentas para Trabalho a Quente
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
WDS	Espectroscopia de Comprimento de Onda Dispersivo
C-DIC	Contraste por Interferência Circular

LISTA DE SÍMBOLOS

k	Coeficiente de Partição do Solute no Equilíbrio
C_s	Concentração do soluto no sólido na temperatura T
C_L	Concentração do soluto no líquido na temperatura T
C_o	Composição química inicial da liga
f_s	Fração Sólida
I_s	Índice de Microsegregação
$C_{máx}$	Concentração máxima de soluto na região interdendrítica
$C_{mín}$	Concentração mínima de soluto no centro do braço dendrítico
%p	Percentual em peso
δ	Índice de Microsegregação Residual
D_s	Coeficiente de difusão do soluto na temperatura de tratamento térmico
λ	Distância de difusão
M_s	Temperatura de início de transformação martensítica
M_f	Temperatura de fim de transformação martensítica
γ_{ret}	Austenita retida
φ	Deformação Verdadeira
θ	Ângulo de varredura no raios-X

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LISTA DE SÍMBOLOS

1	INTRODUÇÃO	25
1.1	OBJETIVOS	26
1.2	JUSTIFICATIVA	26
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1	SOLIDIFICAÇÃO DE METAIS	27
2.1.1	Microsegregação	27
2.1.1.1	Observação e Quantificação da Microsegregação	33
2.1.1.2	Defeitos causados pela microsegregação	38
2.1.1.2.1	<i>Formação de precipitados de segunda fase</i>	38
2.1.1.2.2	<i>Bandeamento</i>	39
2.1.2	Macrosegregação.....	42
2.2	TRATAMENTO TÉRMICO DE HOMOGENEIZAÇÃO	47
2.2.1	Difusão em metais.....	49
2.2.2	Influência do tempo, temperatura e distância de difusão no tratamento térmico de homogeneização	50
2.3	TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA.....	57
2.3.1	A Martensita	57
2.3.2	A Austenita Retida	62
3	MATERIAIS E MÉTODOS	65
3.1	MATERIAL UTILIZADO	65
3.2	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS INICIAIS.....	65
3.3	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	67
3.4	TRATAMENTOS TÉRMICOS	70

3.5	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	73
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	77
4.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	77
4.1.1	Análise microscópica	77
4.1.1.1	Amostras não deformadas	77
4.1.1.2	Amostras deformadas.....	84
4.1.2	Ensaio de Dureza e Difratação de Raios-X.....	87
4.2	CARACTERIZAÇÃO DA MICROSEGREGAÇÃO E HOMOGENEIZAÇÃO	90
5	CONCLUSÕES	94
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	96
	REFERÊNCIAS	97

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, o nível de qualidade de peças produzidas a partir de grandes lingotes vem aumentando devido às exigências de desempenho elevado das mesmas em máquinas e equipamentos de grande importância, por períodos que podem variar de alguns anos até décadas (PONTES FILHO; CARROZZO, 1998).

As primeiras etapas do processo de fabricação da grande maioria dos produtos metálicos são caracterizadas pela existência do metal na forma líquida, sendo seguida por uma etapa de solidificação. Durante a solidificação ocorrem diversos fenômenos físico-químicos que levam a heterogeneidades no metal sólido. Dentre estas, a microsegregação se apresenta como uma heterogeneidade química entre posições da estrutura separadas da ordem da distância interdendrítica. Esta heterogeneidade gerada na etapa de solidificação muitas vezes se mantém na estrutura do metal sólido, e mesmo após diversas etapas de fabricação, como conformações mecânicas e tratamentos térmicos, ainda é possível verificar seus efeitos na estrutura e propriedades dos produtos metálicos. Como exemplo pode-se citar o bandeamento em estruturas de peças metálicas que passaram por etapas de forjamento ou laminação, que levam à anisotropia e deterioração nas propriedades das peças (PENHA *et al.*, 2015).

Uma das maneiras de minimizar a microsegregação é alterando parâmetros relacionados à solidificação, como taxa de resfriamento, e superaquecimento (GARCIA, 2007), visando otimizar a estrutura de solidificação e reduzir a microsegregação. Porém, quando se trata de grandes lingotes, devido às características dimensionais dos mesmos, é quase impossível a alteração de tais parâmetros. Nestes casos, lança-se mão de um tratamento térmico preliminar às etapas de conformação, conhecido como tratamento térmico de homogeneização. A homogeneização visa reduzir as microsegregações através da difusão dos elementos segregados das regiões interdendríticas para o centro dos braços dendríticos, tornando o metal mais homogêneo (CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978). Este tratamento térmico, apesar de eficiente, demanda tempos de processo muito longos, encarecendo demasiadamente os produtos.

Uma forma de reduzir os tempos deste tratamento térmico é através da conformação plástica previamente à homogeneização, visando reduzir as distâncias de difusão. Porém, diversos autores (KOHN; DOURMEC, 1955; WEINBERG; BUHR, 1969) chegaram a resultados contraditórios em relação à influência da conformação plástica no tratamento térmico de homogeneização, sendo que, em alguns trabalhos conseguiu-se reduzir o tempo de

tratamento para atingir uma mesma condição de homogeneidade das microsegregações, enquanto em outros, este efeito não foi detectado.

1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da deformação plástica prévia na homogeneização microestrutural de um lingote fabricado em aço ferramenta para trabalho a frio após o tratamento térmico de homogeneização.

1.2 JUSTIFICATIVA

A constante busca por aumento de produtividade e redução de custos, aliada à necessidade de se ter produtos com cada vez melhores qualidade e desempenho em operação, torna necessário que os processos de fabricação sejam revistos e aprimorados continuamente.

O tratamento térmico de homogeneização de grandes lingotes pode representar até 80% do custo de fabricação de grandes peças de aço, e impactar diretamente nos tempos de produção, visto os elevados tempos necessários para a homogeneização. Além disso, este tratamento muitas vezes é o único responsável por garantir que segregações provenientes da solidificação sejam eliminadas e não afetem o produto final.

Uma forma de melhorar a eficiência deste tratamento térmico é através da pré-deformação dos lingotes antes do início do tratamento, porém a literatura apresenta resultados contraditórios quanto ao uso deste procedimento. Soma-se a isso a falta de referências específicas sobre o tema quando se trata de grandes lingotes de aços ferramentas.

A justificativa deste trabalho está na possibilidade de redução do tempo de tratamento térmico de homogeneização em grandes lingotes de aço através da alteração da rota de fabricação, com reduções de custo e melhorias na qualidade do produto final.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SOLIDIFICAÇÃO DE METAIS

As primeiras etapas do processo de fabricação da grande maioria dos produtos metálicos são caracterizadas pela existência do metal na forma líquida, devido à fusão de uma mistura de matérias-primas pré-selecionadas, buscando uma distribuição de temperatura e composição química relativamente homogênea em toda a massa fundida. A etapa subsequente de fabricação é a solidificação do metal líquido. Este processo se inicia após o resfriamento do metal líquido atingir uma temperatura inferior à temperatura *liquidus*.

Apesar do caráter homogêneo do metal líquido, durante a solidificação ocorrem diversos fenômenos físico-químicos que levam a heterogeneidades no metal sólido. Algumas destas heterogeneidades podem ser facilmente eliminadas nos processos subsequentes, já outras podem não ser totalmente eliminadas, apenas minimizadas, levando a variações nas propriedades mecânicas do metal (WANG *et al.*, 2006). Do ponto de vista da qualidade do produto final, estas heterogeneidades podem ser classificadas como defeitos, podendo levar à rejeição da peça caso não atinjam níveis satisfatórios.

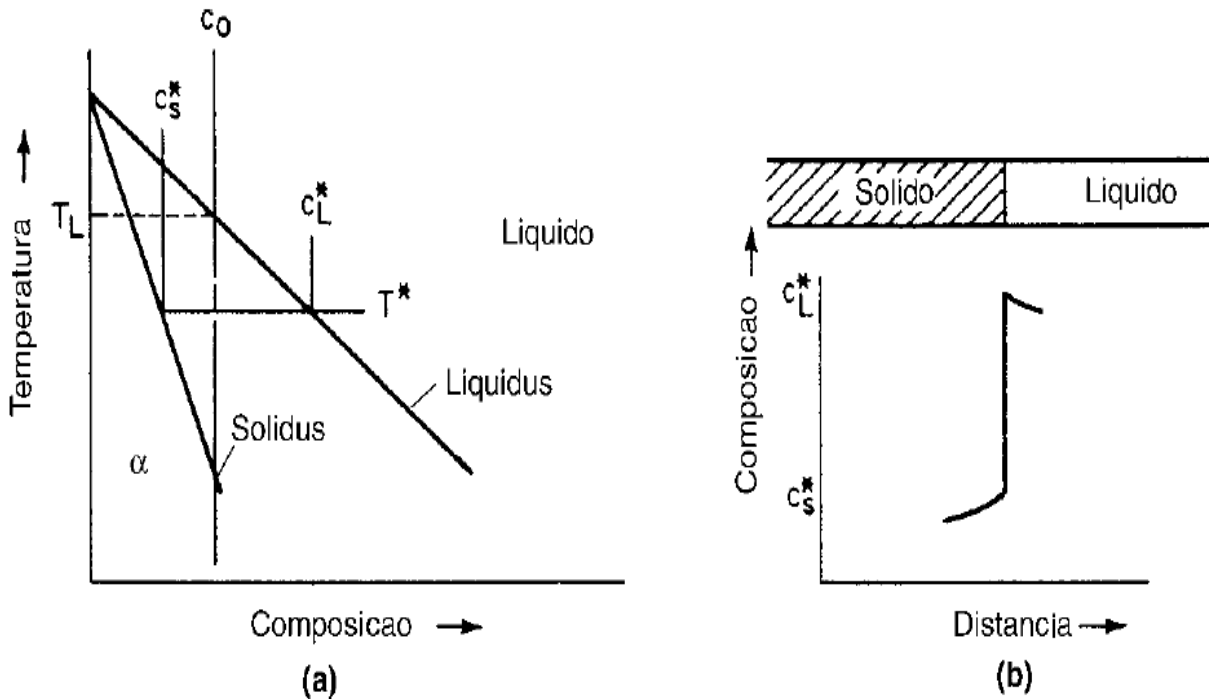
Um destes defeitos originados durante a solidificação é a microsegregação, que é a diferença de composição química entre posições da estrutura separadas da ordem da distância interdendrítica, resultado das várias maneiras com que os elementos solutos são redistribuídos na estrutura solidificada. Além disso, intimamente ligada à microsegregação, está a macrosegregação, outro defeito originado na solidificação, que é a diferença de composição química entre posições da estrutura separadas da ordem da dimensão da peça.

Os tópicos a seguir tratam mais detalhadamente destes fenômenos.

2.1.1 Microsegregação

Durante a solidificação da maioria das ligas metálicas, há a rejeição de soluto do sólido sendo formado, para o líquido remanescente, produzindo uma heterogeneidade na distribuição dos elementos químicos que é inerente aos produtos completamente solidificados (KRAUSS, 2003). Esta rejeição se dá devido à menor solubilidade dos elementos no sólido do que no líquido, e resulta em sólidos com um perfil de composição química heterogênea, conforme pode ser observado esquematicamente na Figura 1.

Figura 1 – Representação esquemática do: (a) diagrama de equilíbrio apresentando a solubilidade dos elementos no sólido e no líquido e (b) perfil de composição química heterogêneo do sólido sendo formado. T_L - temperatura *liquidus*; T^* - temperatura entre a *liquidus* e *solidus*; C_S^* - composição do sólido formado na temperatura T^* ; C_L^* - composição do líquido formado na temperatura T^* e C_0 – composição nominal da liga.

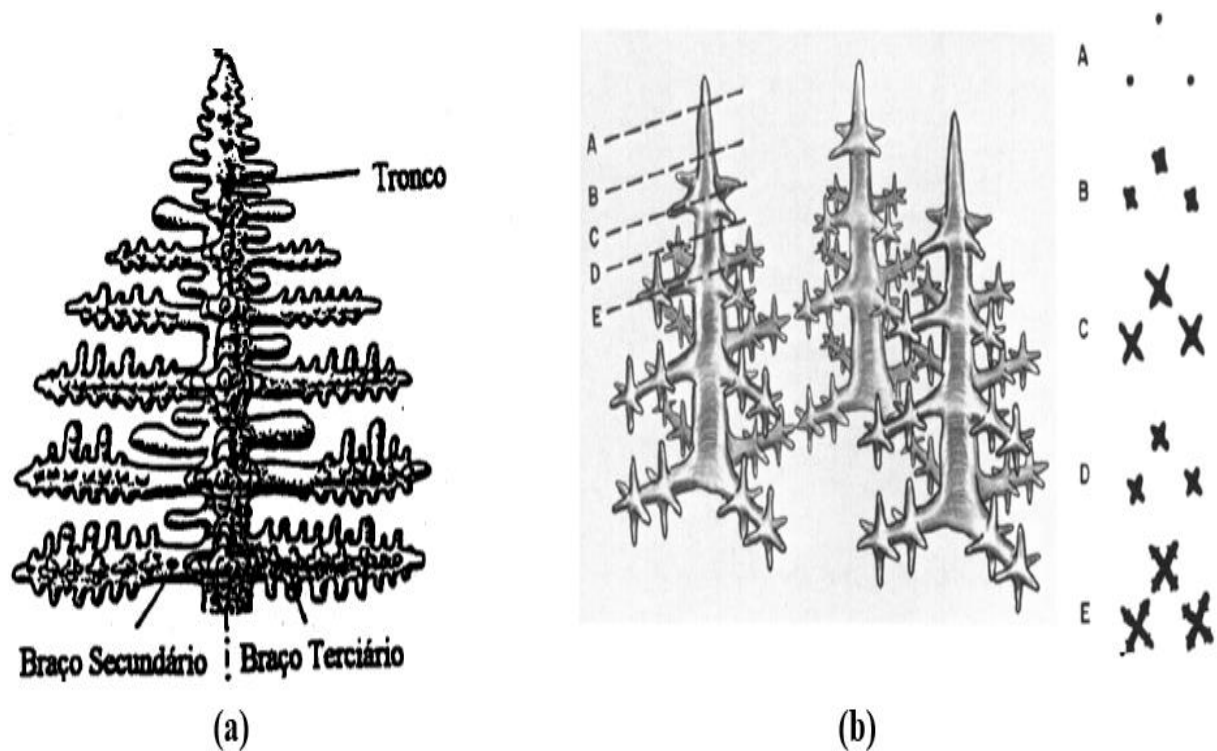


Fonte: (KRAUSS, 2015).

O resfriamento da liga de composição C_0 a partir da temperatura *liquidus* dá início à solidificação. O primeiro sólido a se formar apresenta a composição química da linha *solidus* em T_L , sendo esta composição menor do que a composição nominal da liga. Após a solidificação do primeiro sólido, o líquido remanescente apresenta uma composição química maior do que C_0 , devido a segregação de soluto do sólido ao se solidificar. Assim a solidificação aconteceria com a composição química do sólido e líquido acompanhando as linhas *solidus* e *liquidus*, respectivamente, até que todo o líquido se solidifique. Considerando um instante em que a temperatura seja T^* , a composição do sólido e líquido são C_S^* e C_L^* , e o perfil de composição química do sólido e do líquido é o apresentado na Figura 1 (b). Caso não haja uma difusão significativa, com a continuação da solidificação, este perfil de concentração se intensifica, fazendo com que o sólido formado apresente um perfil de composição química heterogênea, e o líquido a sua frente fique cada vez mais rico em soluto (KRAUSS, 2015).

Quando a quantidade de soluto segregado aumenta além de um valor crítico, e em função do gradiente de temperatura no líquido, há a formação da estrutura dendrítica. Esta estrutura é típica em aços solidificados, e pode ser observada na Figura 2.

Figura 2 – Representação esquemática da estrutura dendrítica.

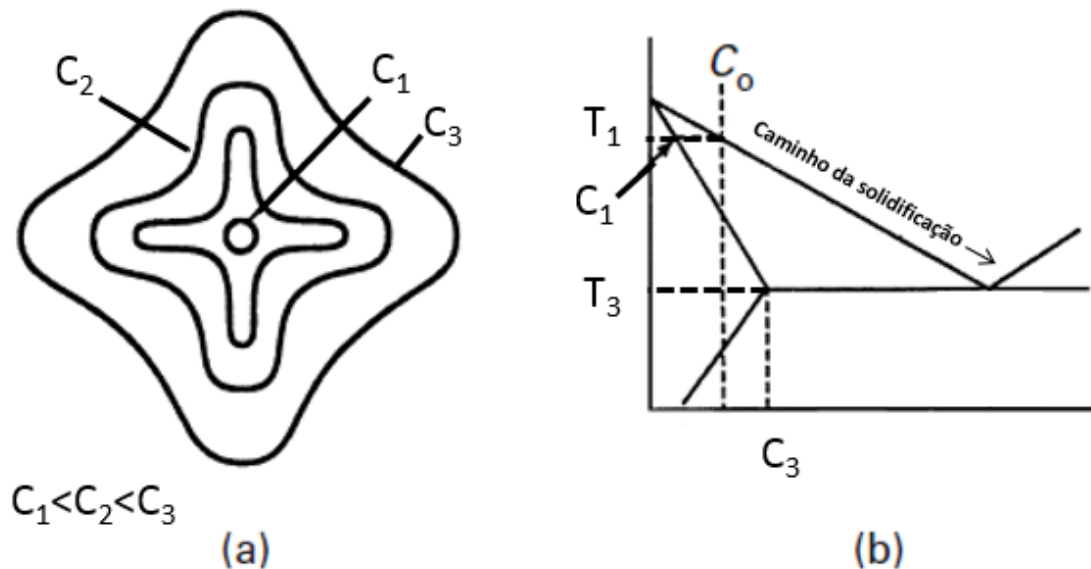


Fonte: ((a) MARTORANO; CAPOCCHI, 2000; (b) COLE, 1971;).

Como pode ser observado na Figura 2, a estrutura característica da dendrita é composta por um tronco (ou braço primário), que é definido como sendo aquele que cresce aproximadamente na direção do fluxo de calor; braços secundários, que crescem a partir do braço primário; e braços terciários, que crescem a partir do braço secundário e assim sucessivamente (MARTORANO; CAPOCCHI, 2000).

O perfil de segregação de um sólido solidificado através de uma estrutura dendrítica é bastante complexo, uma vez que esta estrutura tridimensional apresenta níveis de segregação diferentes entre os troncos, braços secundários, braços terciários, e, além disso, existe diferença na segregação no interior do próprio braço dendrítico, causada pelo engrossamento da espessura da estrutura com a queda de temperatura durante o processo, fenômeno conhecido como *ripening* ou *coarsening* (FLEMINGS, 2001). A Figura 3 apresenta o fenômeno do *coarsening*.

Figura 3 – Representação esquemática da: (a) superfícies de mesma concentração (*coarsening*) em um crescimento dendrítico e (b) diagrama de equilíbrio apresentando o caminho da solidificação e a composição do sólido formado em diferentes temperaturas. C_0 – composição nominal da liga; C_1 – composição do sólido formado na temperatura T_1 ; C_2 – composição do sólido formado em uma temperatura intermediária entre T_1 e T_3 ; C_3 – composição do sólido formado na temperatura T_3 .



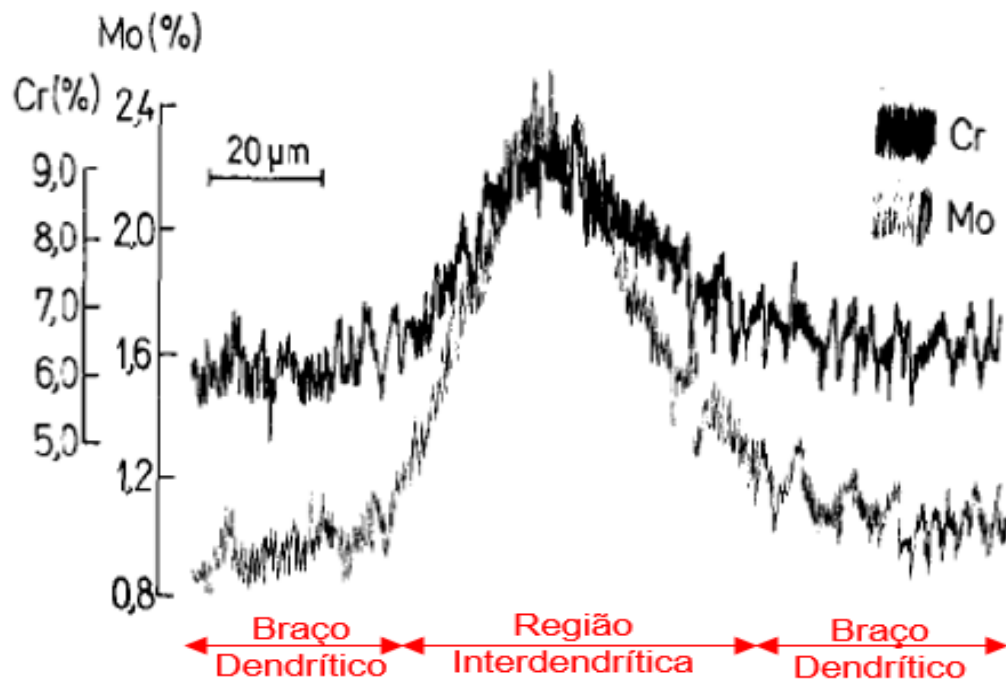
Fonte: (Adaptado FLEMINGS, 2001).

Conforme descrito anteriormente, com o resfriamento da liga e o início da solidificação, a composição química do sólido e do líquido seguem as linhas *solidus* e *liquidus*, respectivamente, aumentando gradativamente a concentração do soluto nestas 2 fases, e originando as linhas de mesma composição (*coarsening*) no braço dendrítico apresentado na Figura 3.

Se no sólido formado existe uma heterogeneidade química ao longo da espessura da dendrita, esta diferença é muito mais acentuada quando comparado um braço dendrítico com o seu entorno. Esta região interdendrítica apresenta uma diferença elevada de concentração do soluto mesmo após solidificar.

Torkar e Vodopivec (1993) analisaram a segregação de Cr e Mo em um aço ferramenta AISI H13 após solidificação. A Figura 4 apresenta a microanálise através de EDS entre um braço dendrítico secundário realizada pelos autores, na qual pode-se observar a microsegregação de Cr e Mo na região interdendrítica.

Figura 4 – Análise da microsegregação entre um braço dendrítico secundário de um aço ferramenta AISI H13 logo após solidificação.



Fonte: (Adaptado TORKAR; VODOPIVEC, 1993).

A análise apresentada na Figura 4 foi realizada partindo do centro de um braço dendrítico e caminhando até o centro do braço dendrítico adjacente, passando assim por uma região interdendrítica que separa estes braços. Como pode ser observado, na região interdendrítica há um aumento expressivo na concentração de Cr e Mo, quando comparado com os braços dendríticos, evidenciando a ocorrência de segregação durante a solidificação do aço. É possível ainda observar que os diversos solutos não se segregam na mesma intensidade. No caso do aço H13 apresentado na Figura 4, enquanto a diferença na concentração de soluto entre os braços dendríticos e a região interdendrítica foi de 50% para o Cr, o Mo apresentou uma tendência maior à segregação, sendo a diferença de concentração para este elemento de 200%.

A intensidade da segregação do soluto é função das linhas *liquidus* e *solidus* no diagrama de equilíbrio, em uma dada temperatura. Considerando as linhas *liquidus* e *solidus* retas, como na Figura 1, é definido o Coeficiente de Partição do soluto no equilíbrio, k , conforme abaixo (KRAUSS, 2015):

$$k = \frac{C_S}{C_L} \quad (1)$$

No qual:

C_S – Concentração do soluto no sólido na temperatura T

C_L – Concentração do soluto no líquido na temperatura T

Os diversos solutos encontrados nas ligas metálicas se segregam em diferentes intensidades. Da Equação (1) conclui-se que quanto menor o valor k , para $k < 1$ indicando segregação do soluto para o líquido, maior tendência à segregação o elemento apresenta. Na Tabela 1 estão listados valores do coeficiente de partição para alguns elementos tipicamente encontrados em aços.

Tabela 1 – Coeficiente de partição para vários elementos presentes no aço.

Elemento	k
P	0,14
Mn	0,71
Al	1,02
Si	0,63
Cr	0,33

Fonte: (Adaptado ENNIS, B. L. *et al.*, 2016).

Além do valor do coeficiente de partição, o teor do elemento presente no aço também é um fator importante. Como um exemplo, o elemento manganês, por possuir concentrações muito maiores que as do fósforo nos aços comerciais, tem maior efeito na segregação, mesmo possuindo maior valor de k .

Utilizando o parâmetro k , pode-se estimar a concentração do sólido formado com o aumento da fração solidificada. Uma equação que pode ser utilizada para realizar esta estimativa, é chamada de “regra das alavancas de não-equilíbrio”, conhecida como “Equação de Scheil” (KRAUSS, 2003):

$$C_S = kC_o(1-f_S)^{k-1} \quad (2)$$

Na qual:

C_S – Concentração do sólido na interface sólido-líquido

C_o – Composição química inicial da liga

f_s – Fração sólida formada

A Equação de Scheil é baseada em diversas simplificações, como ausência de difusão no sólido e completa difusão no líquido, além de k constante ao longo da solidificação (KRAUSS, 2003), porém demonstra claramente o enriquecimento de soluto no sólido com o progresso da solidificação, sendo resultado de um líquido mais rico em soluto devido a microsegregação. Através da Equação de Scheil é possível estimar como será o *coarsening* da fração solidificada, conforme ilustrado na Figura 3, no qual $C_1 = kC_o$ no início da solidificação.

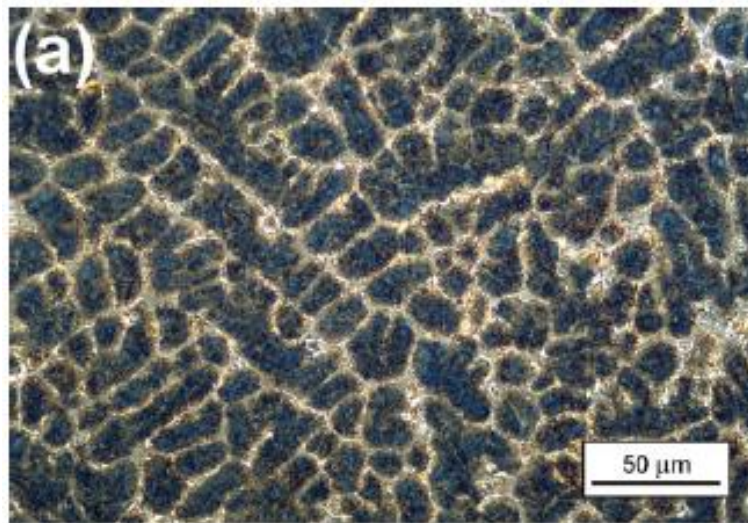
Vale ressaltar ainda que diversos outros modelos e equações para a distribuição do soluto durante a solidificação foram propostos, como nos trabalhos de Tiller *et al.* (1953), que estudaram a segregação em diferentes condições de solidificação, Kobayashi (1988), que estudou a segregação considerando difusão na fase sólida durante a solidificação, Yoo e Viskanda (1997) que, utilizando a Equação de Scheil, estudaram a segregação considerando o *coarsening* durante a solidificação, Flemings (2001), que trabalhou com previsão de microsegregação em aços, Tourret e Gandin (2009), que estudaram a segregação durante a solidificação de ligas com a interação da formação de mais de uma fase, e Thuinet e Combeau (2009), que propuseram um modelo para previsão de microsegregação que leva em conta equilíbrios termodinâmicos entre fases.

2.1.1.1 Observação e Quantificação da Microsegregação

A microsegregação gera um material com composições químicas diferentes, e estas por sua vez levam a formação de diferentes fases. Assim, técnicas de caracterização que possibilitem a distinção entre estas fases podem ser utilizadas para caracterizar a microsegregação, uma vez que fases diferentes reagem diferentemente ao ataque químico (CELADA *et al.*, 2013).

Hufenbach *et al.* (2012) utilizou o reagente Behara I para analisar a microestrutura dendrítica de um aço rápido após solidificação e têmpera. Os autores observaram a existência de uma estrutura dendrítica formada pela fase martensítica, permeada por austenita retida, formada na região interdendrítica. O resultado obtido está apresentado na Figura 5.

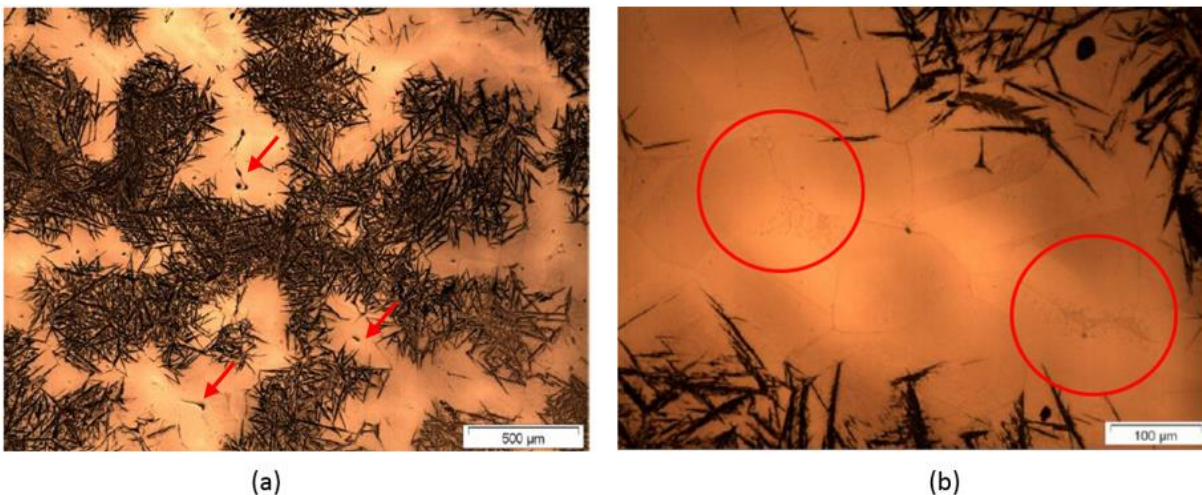
Figura 5 – Estrutura formada por martensita (fase escura) e austenita retida (fase clara).



Fonte: (HUFENBACH *et al.*, 2012).

Pereira (2015), utilizou o reagente Nital com concentração 2% para analisar a microestrutura de um aço ferramenta para trabalho a frio, utilizado para fabricação de cilindros de laminação. Foram analisadas amostras no estado bruto de fundição e após diversos tratamentos térmicos de homogeneização seguido de têmpera, variando o tempo e a temperatura de tratamento. Foi possível diferenciar duas microestruturas bases diferentes formadas também pela fase martensítica na região onde previamente haviam os braços dendríticos, rodeada pela fase austenítica, na região onde previamente se encontrava a região interdendrítica, além da presença de carbonetos. A Figura 6 apresenta o resultado encontrado neste trabalho.

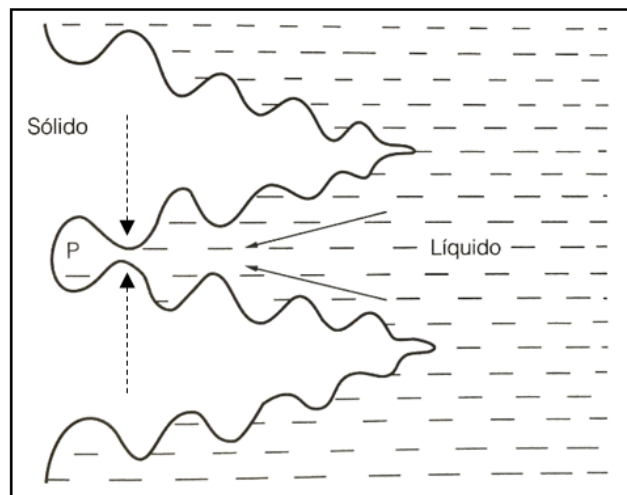
Figura 6 – Microestrutura após ataque com Nital 2%: (a) Microestrutura dendrítica martensítica e região interdendrítica austenítica e (b) regiões de concentração de carbonetos.



Fonte: (PEREIRA, 2015).

Além das fases martensita e austenita, é possível perceber na Figura 6 (a) a presença de microvazios, ou microporosidades, na região austenítica, conforme indicado pelas setas. Esta microporosidade surge quando há falhas de alimentação do metal líquido entre as ramificações dendríticas, e se forma quando o metal se contrai durante a solidificação. A Figura 7 mostra esquematicamente como é formada uma microporosidade: à medida que os braços dendríticos secundários crescem em sentido opostos, o ponto P ficará isolado da massa líquida, não havendo alimentação adicional e promovendo a formação de uma microporosidade.

Figura 7 – Formação de microporosidade. As setas contínuas indicam o fluxo de líquido para compensar a contração de solidificação. As setas pontilhadas indicam o sentido de crescimento do braço dendrítico secundário. O ponto P indica a região na qual ocorrerá microporosidade se o fluxo de líquido for restrito.



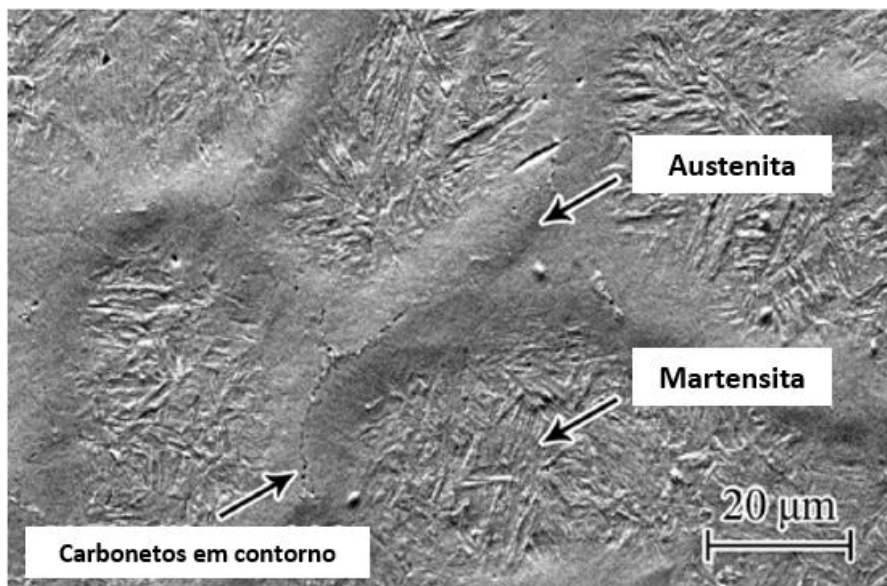
Fonte: (Adaptado COSTA E SILVA; MEI, 2010).

Os carbonetos encontrados por Pereira (2015), mostrados na Figura 6 (b), apresentam-se concentrados nas regiões do contorno do grão austenítico. Devido a estas regiões terem sido originadas de regiões interdendríticas, e estes serem locais de intensa segregação durante a solidificação, em casos extremos, pode haver a formação de partículas de segunda fase nestes pontos, ou uma maior quantidade de partículas do que a prevista para a composição média da liga.

Meng, Sugiyama e Yanagimoto (2014) também encontraram um resultado semelhante trabalhando com um aço ferramenta para trabalho a quente no estado temperado. Através de análises de raios-X foram detectadas a presença das fases martensita e austenita, além de

carbonetos, sendo estas várias microestruturas originadas da segregação ocorrida durante a solidificação. A Figura 8 mostra uma imagem em MEV do resultado encontrado pelos autores, evidenciando as fases martensita, austenita e a presença de carbonetos nos contornos de grão.

Figura 8 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura de um aço ferramenta para trabalho a quente temperado, apresentando as fases martensita, austenita e carbonetos em contorno de grão.

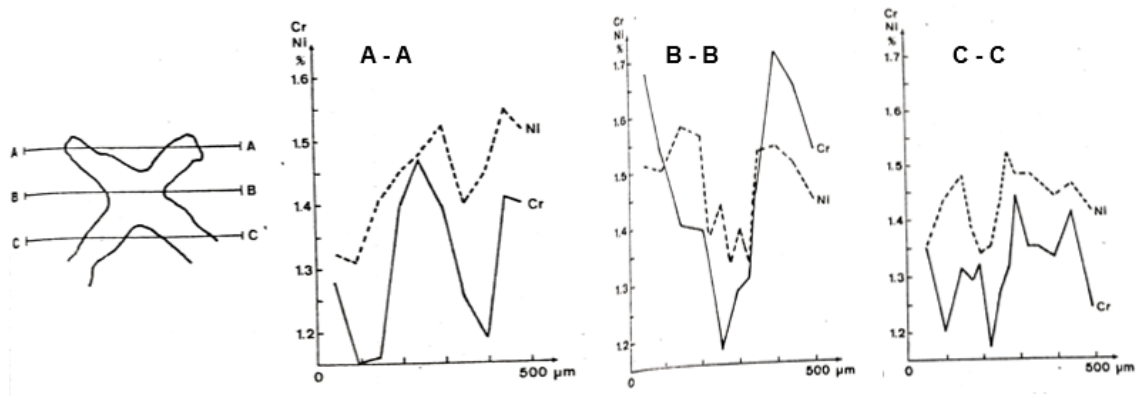


Fonte: (Adaptado MENG; SUGIYAMA; YANAGIMOTO, 2014).

As técnicas de análise de imagem são muito úteis para indicar a presença da microsegregação, porém não são recomendadas para quantificação do fenômeno. Para este fim, diversos procedimentos foram desenvolvidos no intuito de se mensurar a microsegregação. Estes procedimentos são baseados em medições da concentração de solutos nas regiões de segregação.

Um destes procedimentos já foi apresentado na Figura 4, e baseia-se na medição da concentração de elementos de liga nos braços dendríticos e regiões interdendríticas utilizando técnicas de microanálises através de uma linha reta (*line scan*). As diferenças de concentração dos solutos analisados aparecem como picos no gráfico ao longo da estrutura analisada. Larén e Fredriksson (1972) também utilizaram esta técnica para caracterização da microsegregação na estrutura dendrítica em diferentes regiões de um lingote de uma liga de aço contendo 0,36%C, 0,35%Si, 0,68%Mn, 1,48%Cr, 1,44%Ni e 0,20%Mo após solidificação. O resultado para os elementos Ni e Cr estão apresentados na Figura 9 e mostram que na região do braço dendrítico a concentração dos elementos é muito menor do que na região interdendrítica.

Figura 9 – Segregação de Ni e Cr em um braço dendrítico.



Fonte: (Adaptado LARÉN; FREDRIKSON, 1972).

Através das técnicas de medição da microsegregação é possível calcular índices que representam a sua intensidade. Um dos índices mais utilizados para se mensurar a microsegregação é o chamado Índice de Microsegregação, I_s , (COLE, 1971), calculado conforme abaixo:

$$I_s = \frac{C_{\text{máx}}}{C_{\text{mín}}} \quad (3)$$

No qual:

$C_{\text{máx}}$ – Concentração máxima de soluto na região interdendrítica

$C_{\text{mín}}$ – Concentração mínima de soluto no centro do braço dendrítico

Para a análise da microsegregação apresentada na Figura 4, os valores do I_s estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Concentração dos elementos nos braços dendríticos secundários (D) e na região interdendrítica (I) e Índices de Microsegregação para os elementos após solidificação.

Cr (%p)		Mo (%p)		$I_s = C_{\text{máx}}/C_{\text{mín}}$	
D	I	D	I	$I_s(\text{Cr})$	$I_s(\text{Mo})$
5,8	8,98	0,84	2,42	1,54	2,88

Fonte: (TORKAR; VODOPIVEC, 1993).

2.1.1.2 Defeitos causados pela microsegregação

Diversos defeitos podem ser resultados da microsegregação de soluto durante a solidificação. Dentre estes defeitos, podem ser citados: formação de precipitados de segunda fase e bandeamento. O conhecimento destes defeitos gerados pela microsegregação é de extrema importância, uma vez que levam à deterioração das propriedades dos produtos finais, podendo inviabilizar o seu uso.

2.1.1.2.1 Formação de precipitados de segunda fase

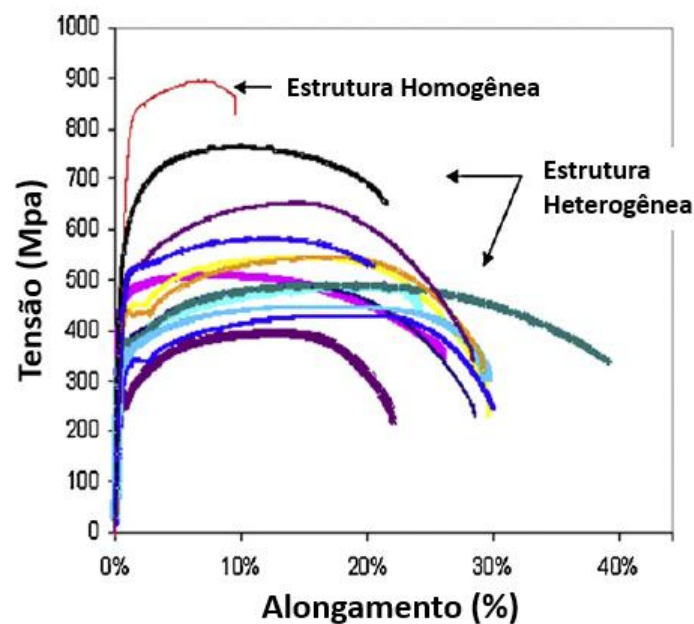
Nos processos de solidificação usuais, a hipótese de completa difusão no líquido, e, portanto, completa homogeneidade química, não ocorre. Com o progresso da solidificação a concentração de soluto no líquido aumenta devido a rejeição do soluto de sólido formado, sendo a mais alta concentração de soluto presente no último líquido a se solidificar. Como já citado anteriormente, durante o crescimento dendrítico, em casos extremos, a microsegregação pode se apresentar tão intensa a ponto de propiciar a formação de segundas fases nas regiões interdendríticas em quantidades maiores do que o previsto no diagrama de equilíbrio, ou ainda precipitação de fases não previstas no diagrama de equilíbrio, como sulfetos, carbonetos e óxidos (COLE, 1971).

A formação destas fases na região interdendrítica leva a uma deterioração das propriedades mecânicas dos aços. Como exemplo, pode-se citar a formação de sulfetos de manganês durante a solidificação que leva a uma menor redução de área, energia absorvida no impacto e piora a vida em fadiga dos materiais. Gosh *et al.* (2014) estudaram a influência do MnS na energia absorvida no ensaio de impacto em aços microligados, e concluíram que a presença do MnS tem um efeito deletério na energia absorvida no impacto, pois estas inclusões são responsáveis pela formação de microvazios grosseiros, resultado da separação da inclusão e da matriz.

O enriquecimento do líquido interdendrítico também pode ser responsável pela formação de precipitados grosseiros, que podem atuar como concentradores de tensão e promover a formação de trincas, ou podem afetar a distribuição e formação de precipitados menores, que muitas vezes são gerados propositadamente através da utilização de Al, Ti, Nb, para atuarem como refinadores de grão durante as etapas de conformação. Esta alteração na morfologia e distribuição destes precipitados pequenos pode levar a variações no efeito de ancoragem do contorno de grão, levando a um crescimento anormal de grão e gerando uma estrutura de

tamanho de grão heterogênea, também causando variações nas propriedades mecânicas do produto (LAGE; COSTA E SILVA, 2015). Patra *et al.* (2012) estudaram a influência da heterogeneidade do tamanho de grão nas propriedades mecânicas de um aço baixo carbono laminado, e concluíram que grãos heterogêneos levam a uma deterioração na tensão de ruptura do material, porém apresentam um efeito benéfico no alongamento, este resultado está apresentado na Figura 10.

Figura 10 – Curva Tensão x Deformação para um aço baixo carbono com estruturas homogênea e heterogênea.



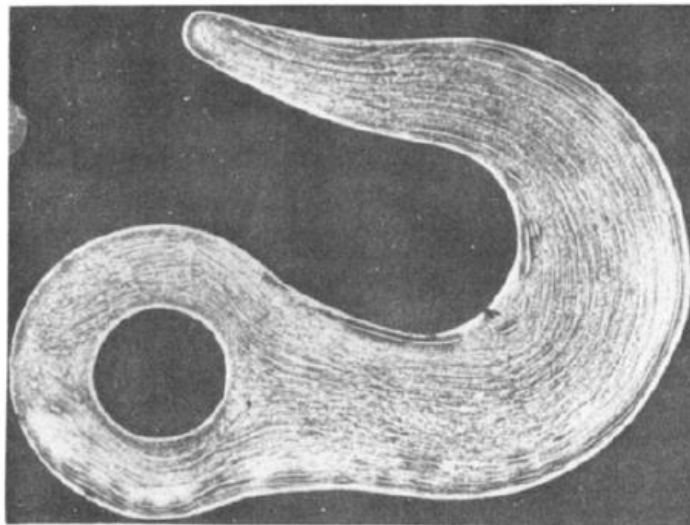
Fonte: (Adaptado PATRA *et al.*, 2012).

2.1.1.2.2 *Bandeamento*

Outro defeito causado pela microsegregação é conhecido como bandeamento. Este defeito ocorre quando uma estrutura dendrítica que apresenta elevada segregação é deformada plasticamente. A deformação alinha a variação química interdendrítica na direção do fluxo de metal, produzindo regiões alternadas de altas e baixas concentrações de vários elementos de soluto. Estas regiões com composições químicas locais diferentes originam microestruturas diferentes, e causam alterações nas propriedades mecânicas dos materiais, conforme evidenciado por Narasaiah e Ray (2005), que identificaram que a nucleação de trincas se dava nos contornos de fases da estrutura bandeada em aços para aplicação em tubos.

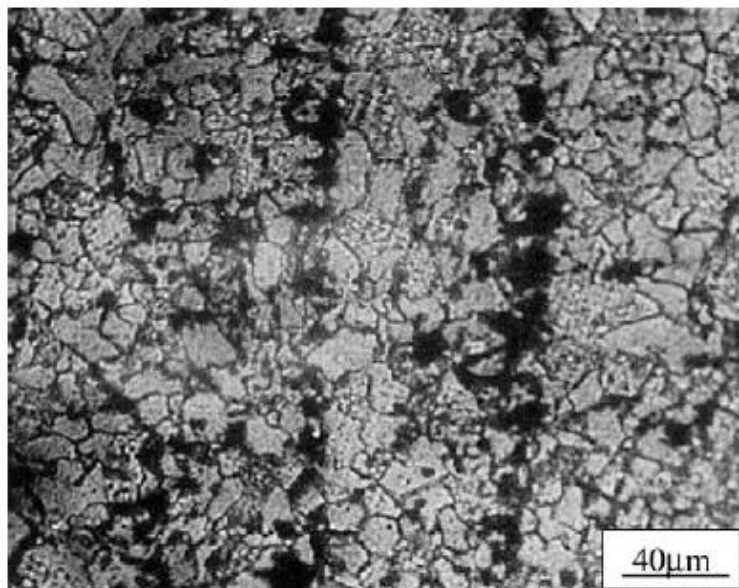
O fenômeno do bandeamento em aços está ilustrado na Figura 11 e Figura 12. Percebe-se o claro alinhamento das diferentes microestruturas na mesma direção do fluxo do metal. Já na Figura 13 está apresentado o resultado de microanálise obtido por Celada *et al.* (2013), que mostra a orientação química do Cr segregado durante a solidificação causada pelo bandeamento em uma amostra de aço inoxidável laminada quando analisada através do mapa de concentração do elemento obtido por WDS.

Figura 11 – Bandeamento típico observado em peças forjadas.



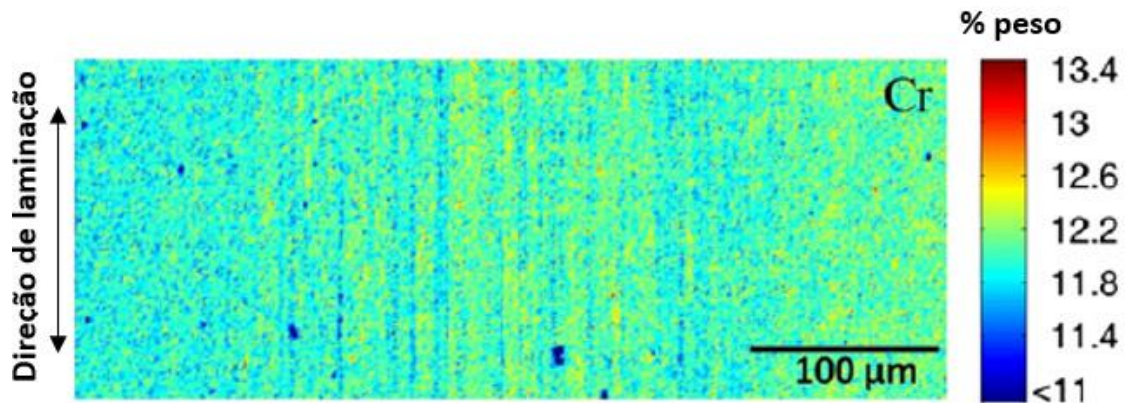
Fonte: (COLE, 1971).

Figura 12 – Bandeamento em aço após deformação plástica. O contraste branco o preto é produzido pela presença de elementos de liga após ataque.



Fonte: (NARASIAH; RAY, 2005).

Figura 13 – Mapa da concentração de Cr obtido através de WDS mostrando o alinhamento da segregação de Cr na direção de laminação.

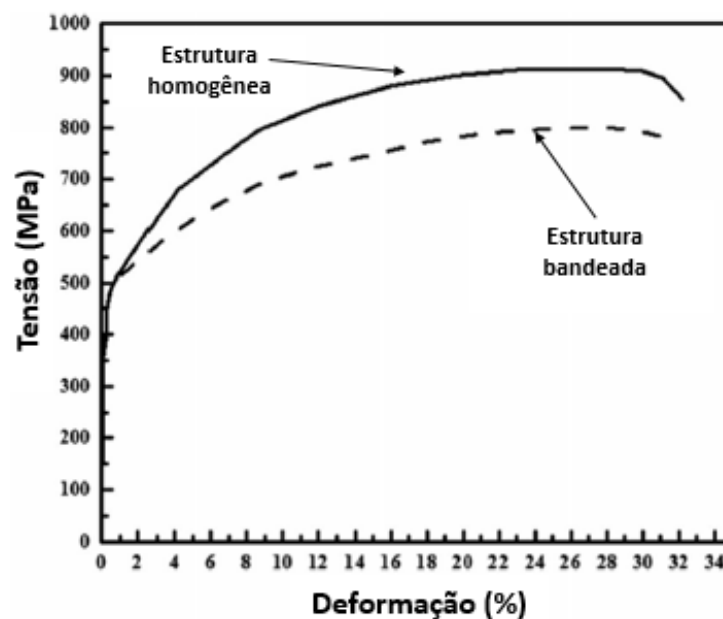


Fonte: (Adaptado CELADA *et al.*, 2013).

Esta diferença de composição química mostrada na Figura 13 causa uma heterogeneidade na microestrutura do produto final, e conseqüentemente nas suas propriedades, seja pela formação de fases mais frágeis, pela criação de um contorno de fase contínuo ou pela precipitação de outras fases, como já citado anteriormente.

A influência do bandeamento nas propriedades mecânicas pode ser observada na Figura 14 para um aço TRIP.

Figura 14 – Curva tensão x deformação para um aço TRIP mostrando a diferença na resistência mecânica em função da microestrutura.



Fonte: (Adaptado RAMAZANI *et al.*, 2016).

Pode-se perceber na Figura 14 que o aço com estrutura homogênea apresenta uma maior resistência mecânica do que o aço com estrutura bandeada, apesar da ductilidade ser a mesma para os dois materiais.

2.1.2 Macrossegregação

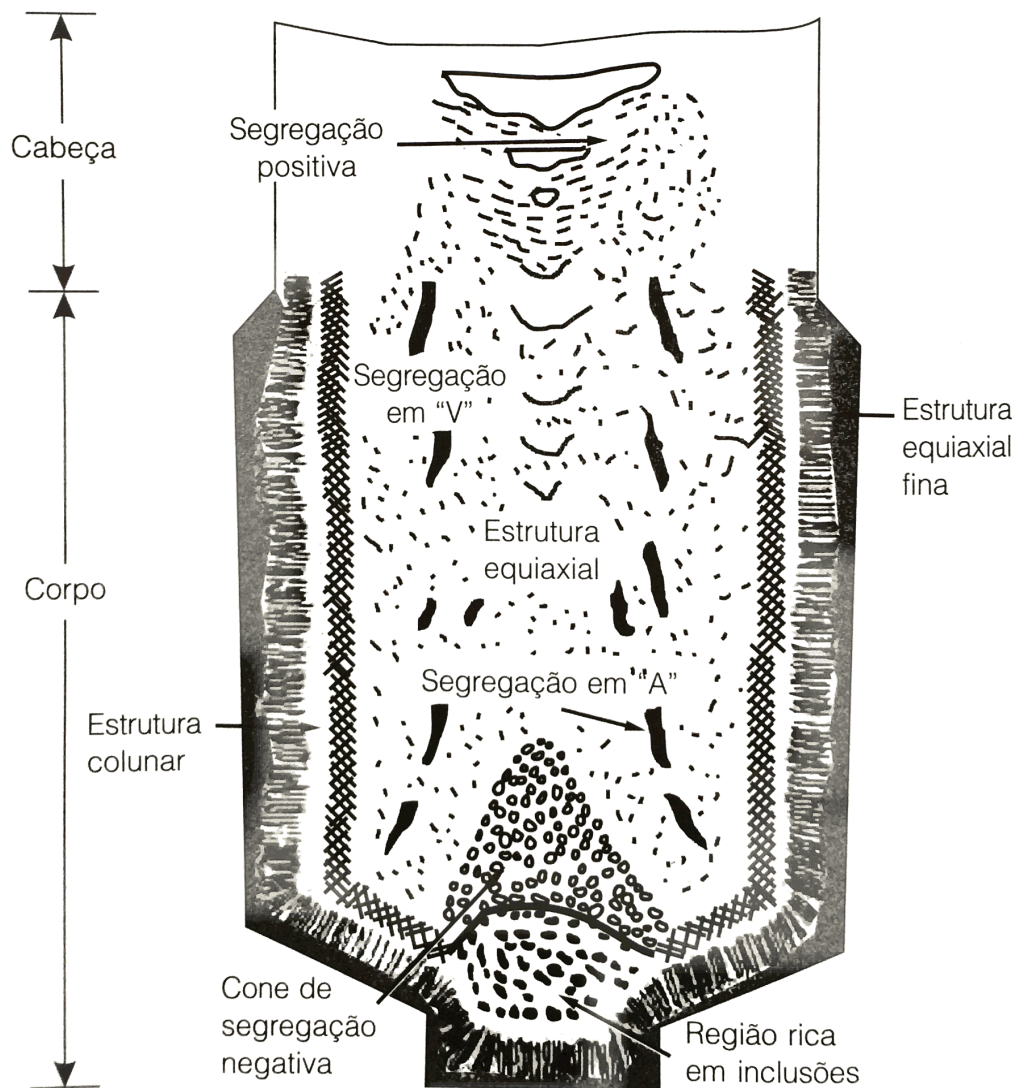
Enquanto a microsegregação é a diferença de composição química entre posições da estrutura separadas da ordem da distância interdendrítica, à macrossegregação associam-se distâncias entre posições com diferenças de composição química, da ordem de vários espaços interdendríticos, ou seja, distâncias na escala do produto inteiro, podendo chegar a centímetros ou metros, no caso de grandes lingotes.

A macrossegregação pode ser entendida como um dos efeitos da microsegregação, uma vez que esta heterogeneidade acontece como resultado do transporte de soluto segregado na interface líquido/sólido para outras regiões do lingote durante a solidificação, ou então pela movimentação de fase sólida ou líquida no líquido. Diversas são as fontes geradoras da macrossegregação, e estas podem atuar simultaneamente ou independentemente, dentre as quais as principais são (GE *et al.*, 2016; LI *et al.*, 2014; SANG; KANG; LI, 2010; CAO; CHEN; LI, 2016):

- Fluxo do fluido interdendrítico;
- Convecção natural do metal líquido devido à temperatura e composição;
- Convecção induzida pela formação de gases;
- Flotação ou sedimentação de cristais ou inclusões durante a solidificação;
- Fluxo do metal devido a contração durante a solidificação e alimentação do massalote;
- Agitação mecânica ou eletromagnética;
- Deformação do esqueleto sólido.

Existem diversos tipos de macrossegregação que podem ocorrer durante a solidificação de lingotes, os principais estão apresentados na Figura 15.

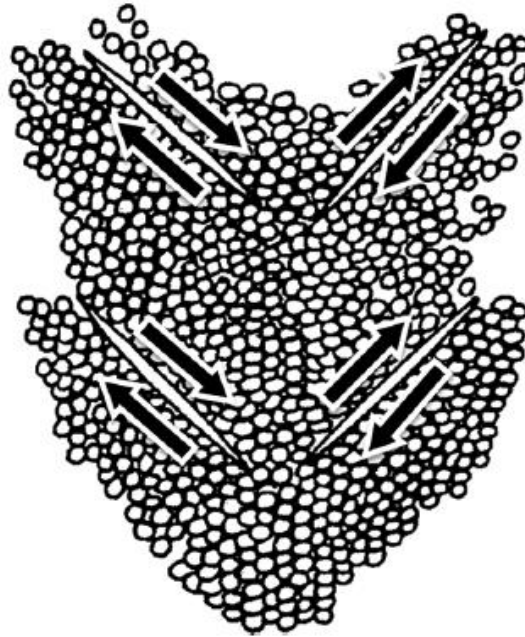
Figura 15 – Principais tipos de macrossegregação encontrados em um lingote fundido.



Fonte: (COSTA E SILVA, 2010).

- Segregação em “A” – é formada durante a solidificação do lingote devido à menor densidade do líquido interdendrítico, rico em soluto. Este líquido de menor densidade “flutua”, formando canais de fluxo preferencial, que resultam nas segregações em “A”.
- Segregação em “V” – é formada pelo aprisionamento de líquido rico em soluto na zona central do lingote ao final da solidificação. Durante a solidificação desta região, devido à contração do metal, há um movimento da última fração de líquido a se solidificar no sentido da gravidade, este fluxo pode causar o aparecimento de canais a 45°, resultando na segregação em “V” (PICKERING, 2013), ilustrada na Figura 16.

Figura 16 – Representação esquemática mostrando a formação da segregação em “V”.



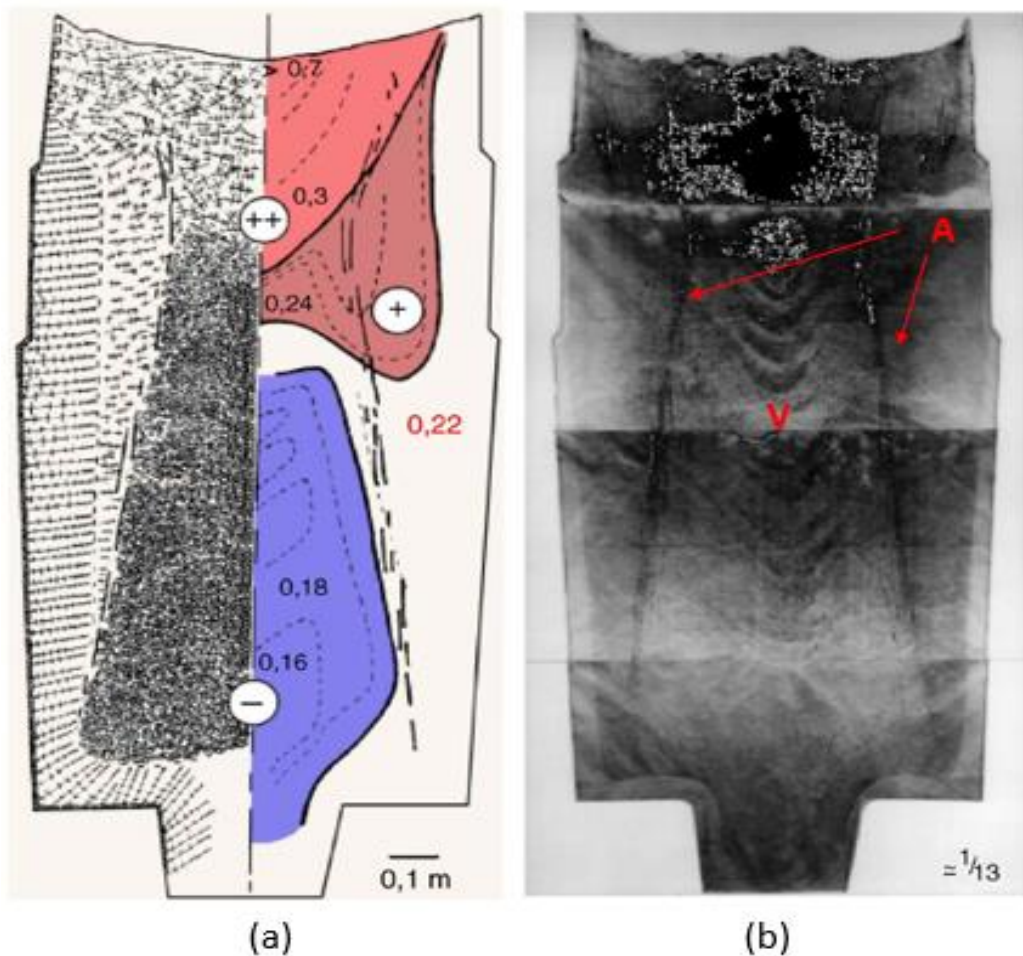
Fonte: (PICKERING, 2013).

- Segregação Positiva e Negativa – Para a maioria dos metais, uma vez que a solubilidade do soluto no líquido é maior do que no sólido, tanto as segregações em “A” quanto em “V” formam regiões de segregação positiva, ou seja, a composição química local é maior do que a global. Além disso, outros mecanismos podem gerar regiões de segregação positiva, como correntes de convecção transportando o líquido rico em soluto da frente de solidificação para outras regiões, ou a flutuação de produtos formados durante a solidificação com menor densidade, como óxidos e fases ricas em C.

Regiões de segregação negativa também podem ser formadas através de correntes convectivas ou pela gravidade. Ambos os mecanismos podem levar à flutuação de fases de menor densidade, ou decantação de fases mais densas e puras (primeiras fases a se nuclearem na interface sólido/líquido) na base do lingote, seja pela quebra das pontas das dendritas primárias, ou pela nucleação sobre inclusões.

A Figura 17 mostra um corte longitudinal de um lingote de 65 t de um aço com 0,22%C, na qual é possível identificar os principais tipos de macrosegregação descritas acima.

Figura 17 – Seção longitudinal de um lingote de 65 t: (a) Macrossegregação positiva e negativa do carbono e (b) Macrossegregação em “A” e em “V”.

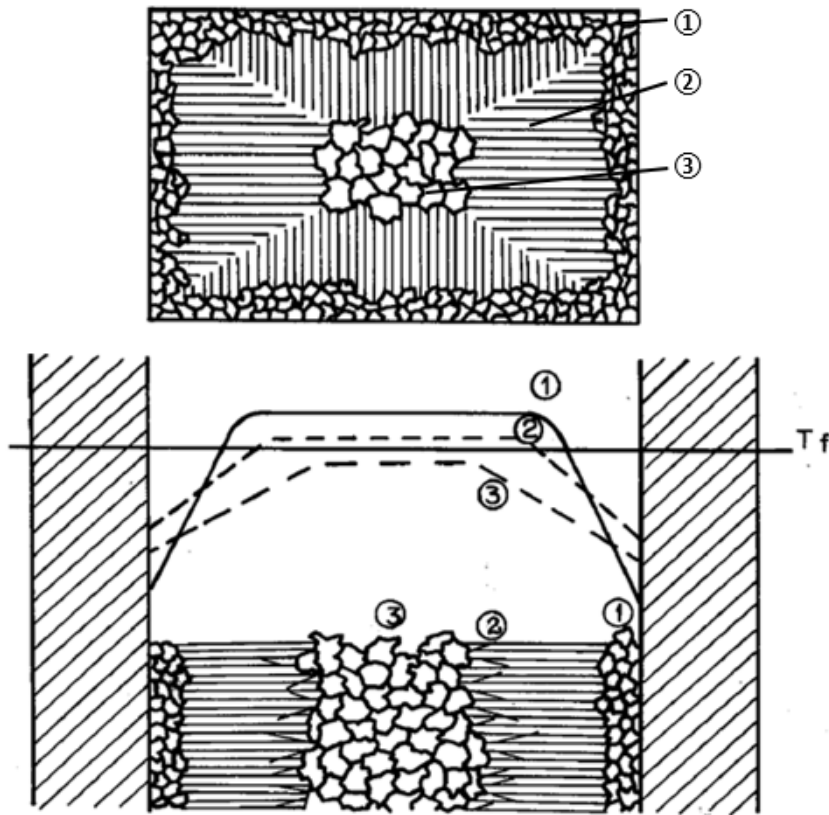


Fonte: (LESOULT, 2005).

Também na Figura 17 (a) está mostrado esquematicamente o padrão de estrutura de grãos: zona colunar perto da superfície, com composição química homogênea e muito próxima da nominal, e grãos equiaxiais no centro do lingote, sendo que na parte inferior a composição química local é menor do que a nominal, formando a segregação negativa, e na parte superior a composição é maior do que a nominal, formando a segregação positiva.

Esta diferença na estrutura dos grãos em diferentes posições do lingote é devida a diferentes taxas de extração de calor que cada região sofre, solidificando-se com diferentes velocidades. Tipicamente as estruturas encontradas em lingotes fundidos são: zona coquilhada, zona colunar e zona equiaxial, e estão mostradas na Figura 18.

Figura 18 – Estruturas de grãos e os perfis de temperaturas correspondentes à sua cristalização:
 1) Zona coquilhada; 2) Zona colunar; 3) Zona equiaxial; T_f – Temperatura de fusão.



Fonte: (Adaptado TSCHIPTSCHIN; GOLDSTEIN; SINÁTORA, 1988).

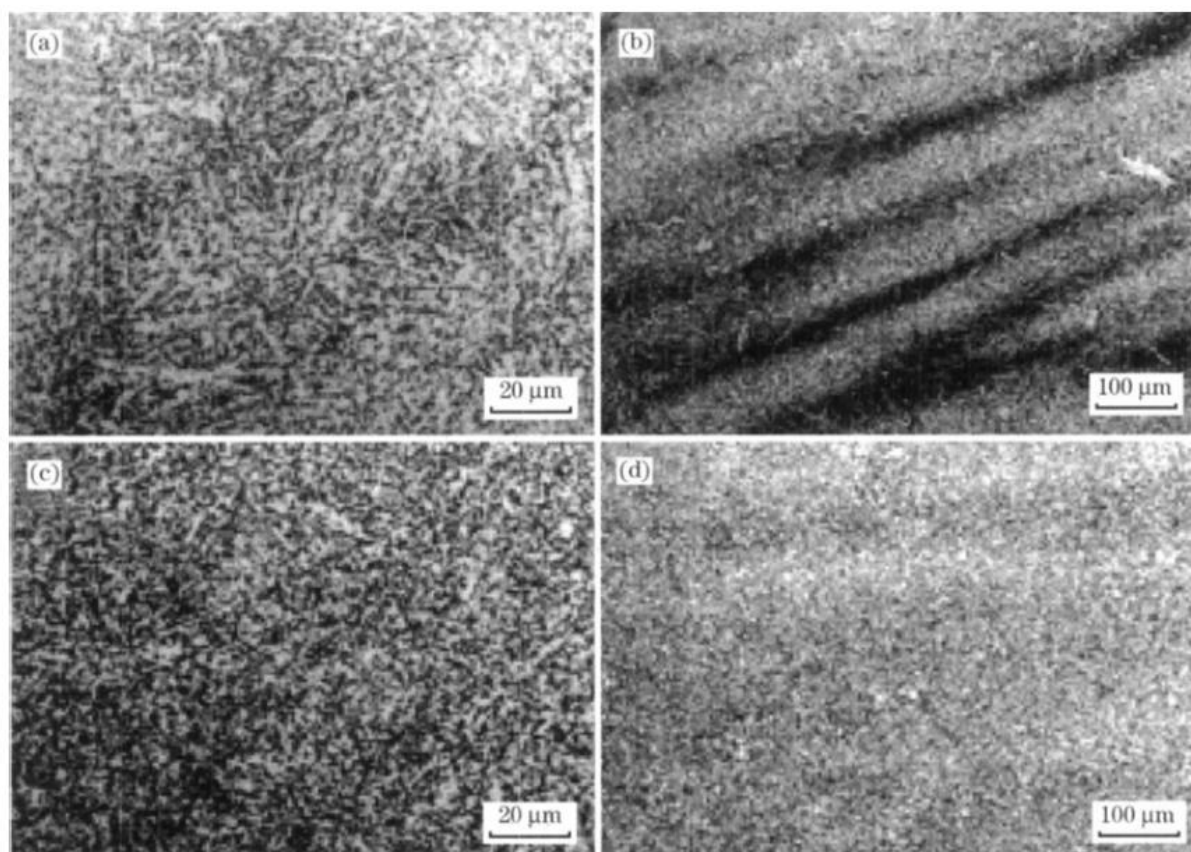
Segundo Krauss (2003), as características destas três zonas são: i/ zona coquilhada – pequenos cristais equiaxiais orientados aleatoriamente. Elevada taxa de nucleação devido contato com o líquido super-resfriado adjacente ao molde; ii/ zona colunar – cristais colunares devido crescimento em uma direção cristalográfica preferencial, e com os principais eixos paralelos à direção do fluxo de calor; iii/ zona equiaxial: grandes grãos equiaxiais, comumente encontrada em grandes lingotes. Os cristais equiaxiais são produzidos por nucleação no líquido e por quebras dos cristais colunares devido à convecção do metal líquido.

Diferentemente dos outros defeitos causados pela microsegregação, é praticamente impossível reduzir a macrosegregação de um lingote após a solidificação (PICKERING, 2013), assim, os efeitos maléficos causados pela macrosegregação nas propriedades dos produtos não podem ser eliminados ou até mesmo minimizados. Para os outros tipos de defeitos causados pela microsegregação, é possível lançar mão de um tratamento térmico de homogeneização, realizado a altas temperaturas e por longos períodos de tempo, para que seja facilitada a difusão dos solutos segregados e se atinja a homogeneidade no material.

2.2 TRATAMENTO TÉRMICO DE HOMOGENEIZAÇÃO

A microsegregação de uma peça de estrutura dendrítica pode ser reduzida ou até eliminada através de um tratamento térmico a altas temperaturas denominado homogeneização. O objetivo deste tratamento térmico é fornecer energia para o metal sólido a fim de possibilitar a difusão dos solutos segregados e provocar a homogeneização do material, fazendo com que a liga atinja uma concentração mais uniforme. A Figura 19 mostra a influência de um tratamento térmico de homogeneização, realizado a 1200°C por 8 h, em um aço H13 antes do forjamento.

Figura 19 – Microestrutura de um aço H13 forjado: (a) corte transversal sem homogeneização, (b) corte longitudinal sem homogeneização, (c) corte transversal com homogeneização e (d) corte longitudinal com homogeneização.



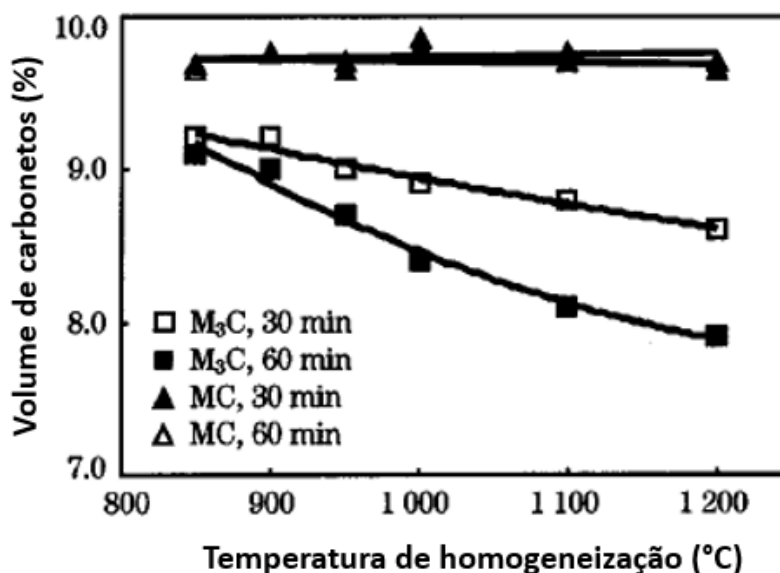
Fonte: (MA *et al.*, 2009).

Comparando as microestruturas apresentadas em (a) e (b) com as microestruturas em (c) e (d) na Figura 19, pode-se perceber que estas duas últimas apresentam uma estrutura mais homogênea, com um menor nível de bandeamento quando comparadas com as microestruturas

não homogeneizadas, graças à difusão a alta temperatura realizado antes do forjamento. O tratamento térmico de homogeneização foi responsável pela redução do gradiente de concentração local dos elementos de liga, aliviando o bandejamento dos produtos após forjados.

Além de reduzir microsegregações, o tratamento térmico de homogeneização também pode levar à dissolução de carbonetos formados durante a solidificação que se apresentam como precipitados no material. Exemplo deste efeito que o tratamento térmico de homogeneização exerce nos precipitados foi relatado por Kheirandish *et al.* (2010), que trabalhou com o aço ferramenta para trabalho a frio AISI D3 no estado bruto de fundição e verificou uma redução na fração de alguns tipos de carbonetos após homogeneização em diferentes tempos e temperaturas. O resultado deste trabalho está mostrado na Figura 20.

Figura 20 – Efeito da temperatura de homogeneização no volume de carbonetos.



Fonte: (Adaptado KHEIRANDISH *et al.*, 2010).

Da Figura 20 pode-se perceber que tempos e temperaturas maiores levam a um menor volume final de carbonetos. Isto acontece, pois, maiores temperaturas de homogeneização levam à maior dissolução dos carbonetos na matriz devido a maior solubilidade dos elementos de liga em maiores temperaturas, assim como maiores tempos de tratamento térmico também implicam em maiores dissoluções. Também pode-se notar que nem todos os carbonetos se comportam da mesma forma, enquanto as temperaturas utilizadas não foram suficientes para dissolver os carbonetos do tipo MC, os carbonetos do tipo M₃C começaram a se dissolver em temperaturas baixas, na faixa de 900°C.

2.2.1 Difusão em metais

Ao fenômeno de transporte de material através do movimento de átomos se dá o nome de difusão. Este movimento de átomos ocorre através da migração dos mesmos de uma região de maior concentração para uma região de menor concentração, sendo então a diferença de concentração dos átomos, a força motriz para que ocorra o fenômeno de difusão.

Adolf Fick estabeleceu duas equações que regem o processo de difusão, conhecidas como Leis de Fick (SMALLMAN; NGAN, 2014):

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad (4)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (5)$$

Nas quais:

J – Fluxo de átomos

D – Coeficiente de difusão

C – Concentração do átomo

x – Distância de difusão

t – Tempo de tratamento térmico

A Equação (4), conhecida como a Primeira Lei de Fick, estabelece que haverá um fluxo de átomos sempre que houver um gradiente de concentração deste átomo, e a taxa que este fluxo de átomos acontece está diretamente relacionada ao coeficiente D. O sinal negativo nesta equação descreve que o fluxo de átomos se dá no sentido contrário ao gradiente de concentração, ou seja, o fluxo de átomos se dá da região de maior concentração para a de menor concentração. Então, é possível concluir, que sempre que houver um gradiente de concentração em um metal, a difusão irá ocorrer (SMALLMAN; NGAN, 2014).

A Primeira Lei de Fick apenas é válida para uma difusão em estado estacionário, ou seja, o fluxo de átomos não varia ao longo do tempo, pois o gradiente de concentração permanece constante. Na maioria dos processos nos quais a difusão ocorre, e inclui-se nestes processos o tratamento térmico de homogeneização, esta situação de estado estacionário não é válida, sendo que o fluxo de átomos e o gradiente de concentração variam ao longo do tempo para uma mesma

posição. Assim, a melhor maneira para se descrever estes processos, é através da Segunda Lei de Fick (LEAL, 1988; NOGUEIRA, 1995), descrita na Equação (5). Como pode-se perceber nesta equação, a concentração dos átomos depende do tempo de tratamento térmico e da distância de difusão, sendo que, quanto maior o tempo de tratamento e menor a distância de difusão, mais homogêneo será o material.

Outro parâmetro muito importante no processo de difusão é o coeficiente de difusão (D), apresentado nas duas leis de Fick, que quantifica a tendência (facilidade) de um elemento se difundir, sendo que quanto maior o D, maior é a tendência à difusão do elemento, e vice-versa. O coeficiente de difusão é influenciado profundamente pela temperatura, sendo este também um dos principais parâmetros utilizados para acelerar o processo de difusão, reduzindo assim os tempos de processo. Porém, existe um limite para o aumento de temperatura nos tratamentos térmicos que envolvem a difusão, sendo para os metais este limite igual a temperatura de fusão do material. A dependência do coeficiente de difusão em relação a temperatura está apresentada na equação abaixo (SMALLMAN; NGAN, 2014).

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad (6)$$

Na qual:

D_0 – Constante independente da temperatura

Q_d – Energia de ativação para difusão

R – Constante dos gases

T – Temperatura absoluta

2.2.2 Influência do tempo, temperatura e distância de difusão no tratamento térmico de homogeneização

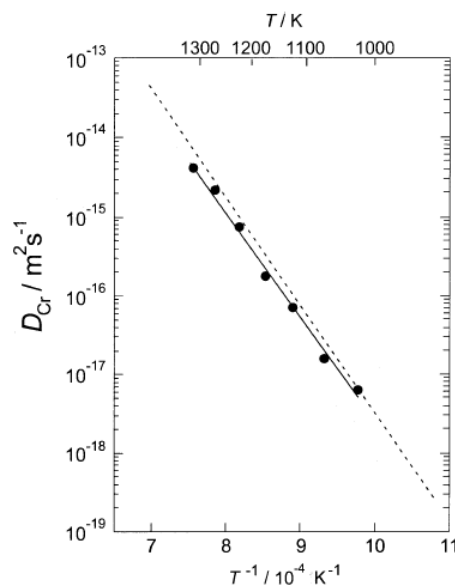
Grandes lingotes e peças na condição bruta de fundição apresentam elevada segregação, demandando tempos de tratamento térmico também elevados. Miao *et al.* (2011) citam ter atingido uma homogeneização completa apenas após um tratamento térmico de 40 h a 1140°C na liga INCONEL718 bruta de fundição. Pereira (2015) cita em seu trabalho que para um aço ferramenta para trabalho a frio utilizado na fabricação de cilindros de laminação, foi necessário um tratamento térmico de homogeneização a 1200°C por 16h para garantir a qualidade do produto. Como pode ser observado nos dois casos citados anteriormente, os tempos de

tratamento são muito longos, assim, o conhecimento das variáveis que afetam este processo é de extrema importância para que se possa atuar na redução destes tempos.

Como citado anteriormente, a homogeneização, por ser regida por processos difusionais, é beneficiada pelo aumento da temperatura, tempo de tratamento, e redução das distâncias de difusão, no sentido de reduzir os tempos de processo.

Assim, deve-se objetivar a máxima temperatura de difusão possível, respeitando o limite estabelecido pela fusão incipiente dos contornos de grão. Este aumento na eficiência do tratamento térmico devido ao aumento da temperatura é explicado pelo aumento do coeficiente de difusão dos solutos com a temperatura, conforme mostrado na Equação (6). Na Figura 21 está exemplificado a influência da temperatura no coeficiente de difusão para o Cr no aço, e percebe-se que uma diferença de aproximadamente 100K na temperatura de difusão aumenta uma ordem de grandeza no coeficiente de difusão.

Figura 21 – Influência da temperatura no coeficiente de difusão do Cr (D_{Cr}) no aço.

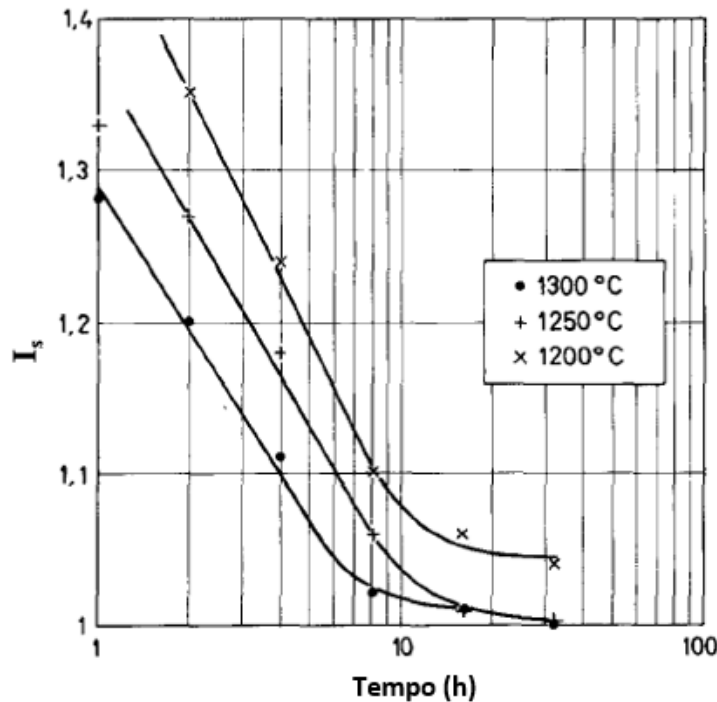


Fonte: (Adaptado TAKASAWA *et al.*, 2002).

A Figura 22 apresenta um dos resultados obtidos por Torkar e Vodopivec (1993) quando analisaram a influência do tratamento térmico de homogeneização em diversas temperaturas e tempos de processo na microsegregação em um aço H13 após solidificação. Nela é possível verificar como a temperatura pode afetar o I_s do Cr após o tratamento térmico. Para curtos tempos de tratamento térmico, até aproximadamente 6 h, um aumento de 100°C na temperatura pode levar a uma melhoria de 14% no I_s . Para longos tempos de tratamento térmico, maiores

do que 30 h, como o gradiente de concentração se encontra bem mais reduzido ($I_s \sim 1,05$), a influência da temperatura fica ainda mais pronunciada, não se atingindo a total homogeneização no tratamento a 1200°C .

Figura 22 – Redução do Índice de Microsegregação para o Cr após tratamento térmico de homogeneização.

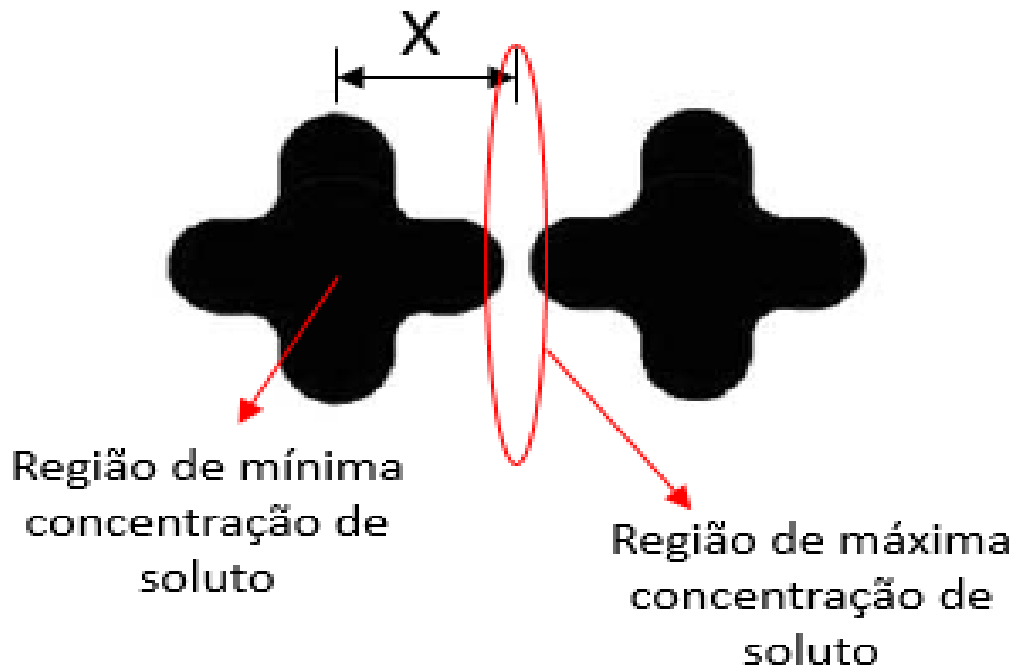


Fonte: (Adaptado TORKAR; VODOPIVEC, 1993).

Outro parâmetro importante que pode ser observado na Figura 22 é o tempo de tratamento térmico, ou tempo de difusão. Tempos maiores de processo levam a uma redução significativa da segregação independentemente da temperatura utilizada, até um certo valor de $I_s \sim 1,05$, sendo que após este valor a temperatura é predominante para se prosseguir o processo de homogeneização.

Enquanto o tempo e temperatura de homogeneização são parâmetros facilmente estabelecidos, a distância de difusão é resultado de todo o processo prévio a que o material foi submetido, e de muito mais difícil controle. No caso do tratamento térmico de homogeneização de peças fundidas, a distância de difusão é tida como metade do espaçamento entre 2 braços dendríticos, que no material fundido representa a distância entre o ponto de maior e menor concentração de soluto, ou o maior gradiente de concentração. A Figura 23 ilustra a distância de difusão em uma estrutura dendrítica.

Figura 23 – Ilustração esquemática da distância de difusão em uma estrutura dendrítica.



Fonte: (Adaptado SEMIATIN *et al.*, 2004).

Em sua revisão sobre a origem de heterogeneidades e seu controle via solidificação, Cole (1971) apresenta um gráfico mostrando a influência da distância de difusão no tratamento térmico de homogeneização através da análise do Índice de Microsegregação Residual, δ , que é definido conforme abaixo (CAMPBELL, 2003):

$$\delta = \frac{C_M - C_m}{C_M^0 - C_m^0} \quad (7)$$

No qual:

C_M – Concentração máxima de soluto na região interdendrítica após certo tempo de tratamento térmico.

C_m – Concentração mínima de soluto no centro do braço dendrítico após certo tempo de tratamento térmico.

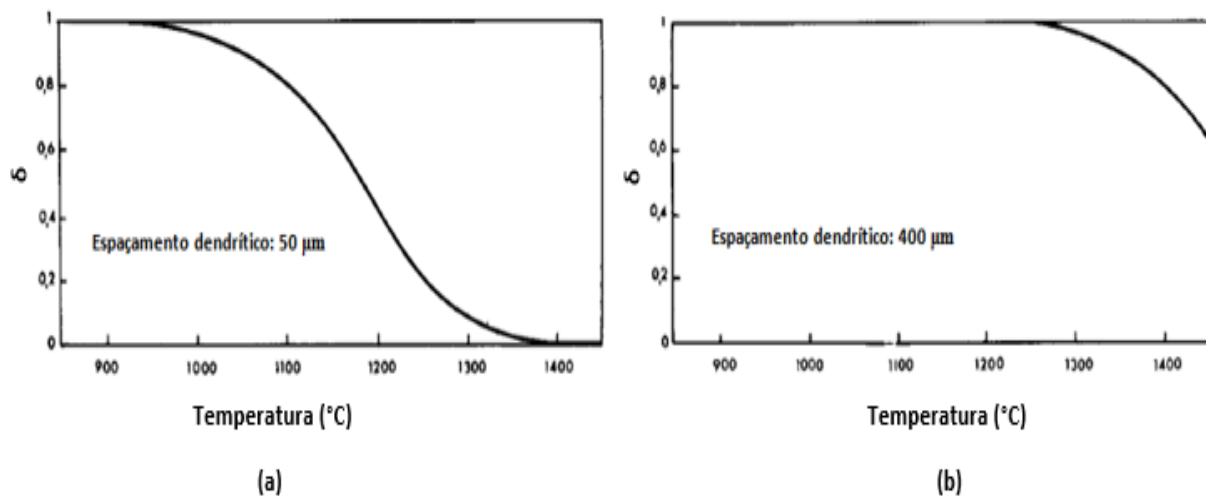
C_M^0 – Concentração máxima de soluto na região interdendrítica antes do tratamento térmico.

C_m^0 – Concentração mínima de soluto no centro do braço dendrítico antes do tratamento térmico.

Assim, antes do processo de homogeneização $\delta_{t=0}=1$, enquanto para completa homogeneização $\delta_t=0$.

O resultado encontrado por Cole (1971) autor está apresentado na Figura 24, na qual pode ser observado que, por exemplo, para o espaçamento dendrítico de 50 μm , o tratamento térmico a 1200°C foi suficiente para reduzir o δ para aproximadamente 0,4, enquanto que no caso do espaçamento dendrítico de 400 μm , nenhuma melhoria na homogeneização foi observada ($\delta=1$). Todas as amostras foram homogeneizadas por 1h em cada temperatura.

Figura 24 – Efeito da distância de difusão (representada através do espaçamento dendrítico) no Índice de Microsegregação Residual para o Mn.

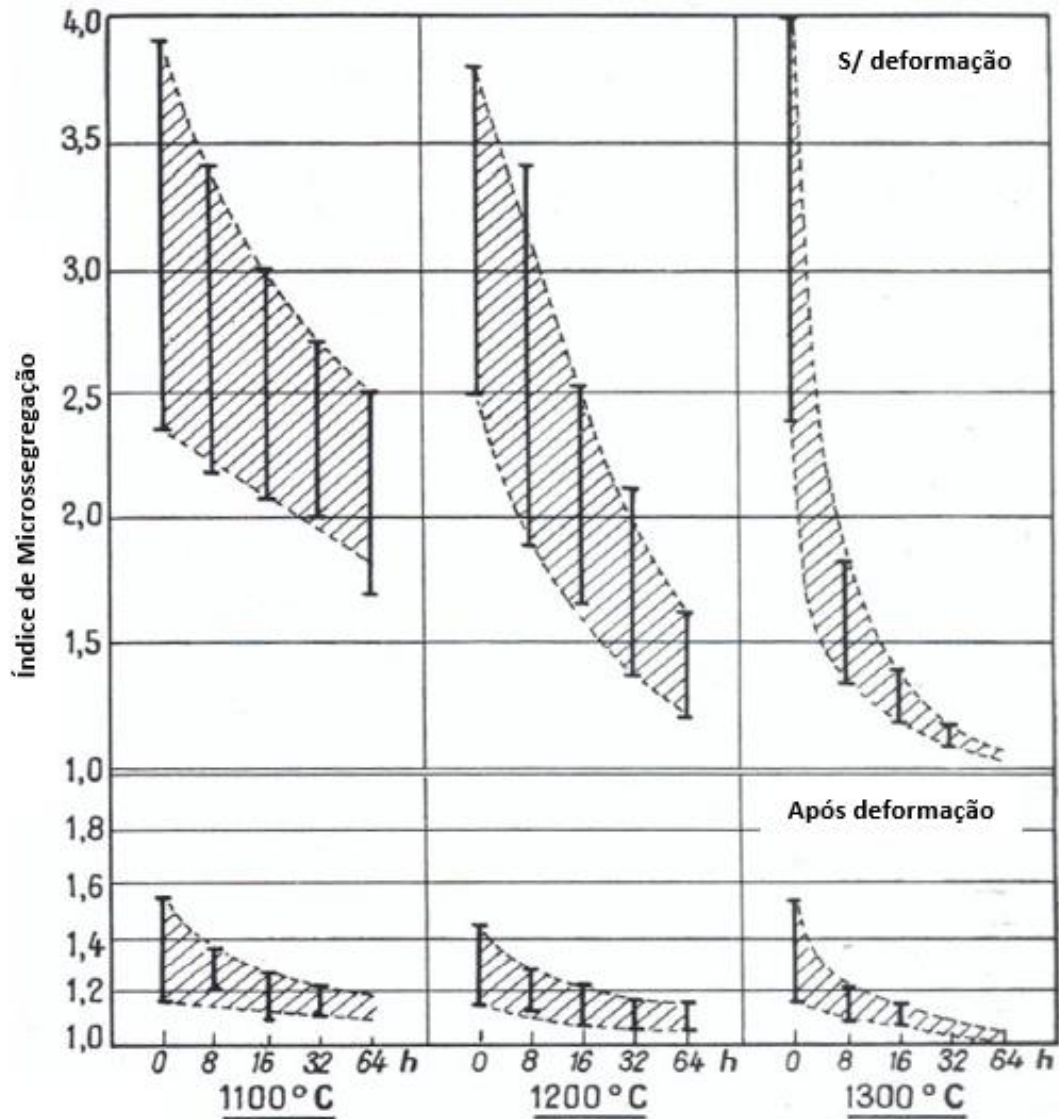


Fonte: (Adaptado COLE, 1971).

Devido a esta relação entre a distância de difusão com o tempo de homogeneização, alguns autores sugerem existir uma influência benéfica em se realizar uma deformação plástica prévia no material antes de realizar o tratamento térmico de homogeneização, pois a compressão atuaria no sentido de aproximar as distâncias entre as dendritas, reduzindo a distância de difusão e conseqüentemente o tempo de tratamento. Porém, este efeito benéfico da deformação plástica prévia na homogeneização não foi observado em todos os trabalhos neste campo.

Cole (1971) cita em seu trabalho uma redução no índice de segregação do Cr em aços de 4 para 2 em amostras forjadas. Kohn e Dourmec (1955) fizeram uma análise da influência do forjamento a quente na segregação do P em um aço com 0,42% C, após um tratamento térmico de homogeneização em diversos tempos e temperaturas. O resultado deste trabalho está mostrado na Figura 25.

Figura 25 – Variação do índice de Microsegregação do P em função do tempo e temperatura de tratamento térmico de homogeneização e deformação plástica.



Fonte: (Adaptado KOHN; DOURMEC, 1955).

Diversas conclusões podem ser tiradas da Figura 25. Apenas o aumento no tempo de tratamento térmico não é suficiente para que ocorra a homogeneização do P no material, uma vez que, para a temperatura mais baixa (1100°C), mesmo 64h de tratamento não reduziram o I_s para valores abaixo de 1,5 nas amostras brutas de fundição (sem deformação). Analisando o mesmo grupo de amostras, observa-se a forte influência da temperatura na homogeneização, uma vez que a taxa de redução do I_s com o tempo de tratamento aumenta significativamente com o aumento da temperatura de difusão.

Quando analisado o grupo de amostras deformadas, percebe-se claramente a influência benéfica da deformação no I_s . Mesmo antes do tratamento térmico, o I_s é reduzido para valores menores do que 1,6. Este fato é relacionado à difusão que ocorre dinamicamente durante a deformação, uma vez que a mesma foi realizada a 1110°C. A deformação também reduz os tempos de tratamento térmico significativamente. Conforme pode ser observado, no tratamento térmico a 1200°C, as amostras sem deformação atingem valores de I_s próximos a 1,2 apenas após 64 h de tratamento, enquanto nas amostras previamente deformadas, estes índices são atingidos após 8 h. Além disso, apenas através da deformação plástica é possível atingir valores de I_s abaixo de 1,2 nas temperaturas de 1100°C e 1200°C, evidenciando o efeito benéfico deste processo quando se objetiva a qualidade dos produtos.

Apesar dos resultados apresentados anteriormente mostrarem a influência da deformação na homogeneização, outros autores não evidenciaram esta alteração. Weinberg e Buhr (1969) trabalharam com amostras de um aço AISI 4340 no estado bruto de fundição e após conformação plástica através de laminação e forjamento, e não observaram mudanças significativas na segregação de P. Após laminação ou forjamento não foi possível detectar uma alteração na segregação das amostras, apenas o alinhamento desta segregação na direção do fluxo do metal. Após um tratamento térmico de homogeneização de 8h a 1235°C, a taxa de redução da segregação encontrada nas amostras deformadas foi a mesma de amostras não deformadas. Apesar destes autores não terem feito análises quantitativas para verificar a alteração do perfil de segregação, no trabalho conclui-se não haver relação direta entre a conformação plástica e o tratamento de homogeneização.

Visto a falta de literatura sobre o tema, e esta discrepância nos resultados encontrados pelos autores citados acima, e sabendo da importância que o tratamento térmico de homogeneização tem na qualidade dos produtos, bem como o impacto deste tratamento nos tempos de processo e conseqüentemente nos custos de produção, novos estudos devem ser feitos no intuito de determinar a real influência da deformação na homogeneização de cada tipo de material, conforme as diversas rotas de fabricação.

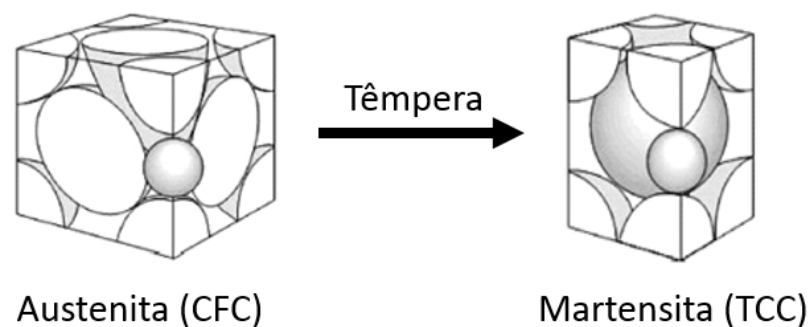
Porém, cabe ressaltar que, apesar dos efeitos benéficos causados pelo tratamento térmico de homogeneização, não podem ser negligenciadas alguns efeitos indesejados causados por este tratamento, que muitas vezes também podem levar à deterioração de outras propriedades dos produtos (TORKAR, VODOPIVEC, 1993; AHMED *et al.*, 1997): i/ uma temperatura de tratamento muito alta pode causar fusão nos contornos de grão; ii/ elevada perda de material por carepa devido às altas temperaturas; iii/ aumento do tamanho de grão.

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA

2.3.1 A Martensita

O resfriamento rápido de um aço a partir de uma estrutura austenítica pode levar a formação da estrutura martensítica, uma fase extremamente dura na qual o C, previamente dissolvido na austenita, continua em solução sólida na nova fase. Este processo de formação da martensita se dá por reações no estado sólido e ocorre sem a presença de difusão atômica (não há alteração de composição química das fases), através do deslocamento nanométrico de átomos em relação a seus vizinhos, e envolve a deformação polimórfica da estrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) da austenita para uma estrutura Tetragonal de Corpo Centrado (TCC), conforme ilustrado na Figura 26. Esta transformação ocorre de maneira muito rápida, sendo próxima à velocidade do som no aço, em torno de 1100 m/s, e é acompanhada de aumento de volume (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006).

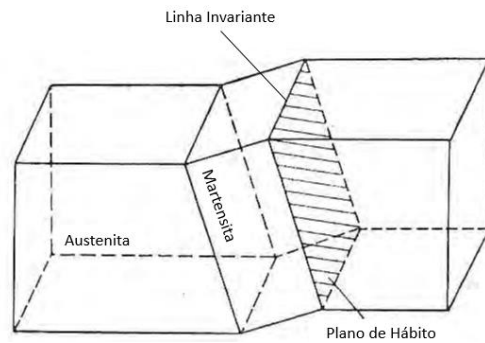
Figura 26 – Ilustração da mudança de estrutura cristalina envolvida na transformação martensítica.



Fonte: (Adaptado PETERSEN, 2012).

Outra característica da transformação martensítica é a presença de um Plano de Hábito, nome dado ao plano de interface entre a austenita e a martensita, que é invariante durante a transformação. Os cristais de martensita têm planos de hábito mais ou menos definidos com relação à rede cristalina da fase primária austenítica, que apresentam orientação cristalográfica semi-coerente com o cristal que o originou, com uma direção da interface permanecendo completamente coerente, que recebe o nome de Linha Invariante (NISHIYAMA, 1978). A Figura 27 ilustra o plano de hábito e a linha invariante existentes na transformação martensítica.

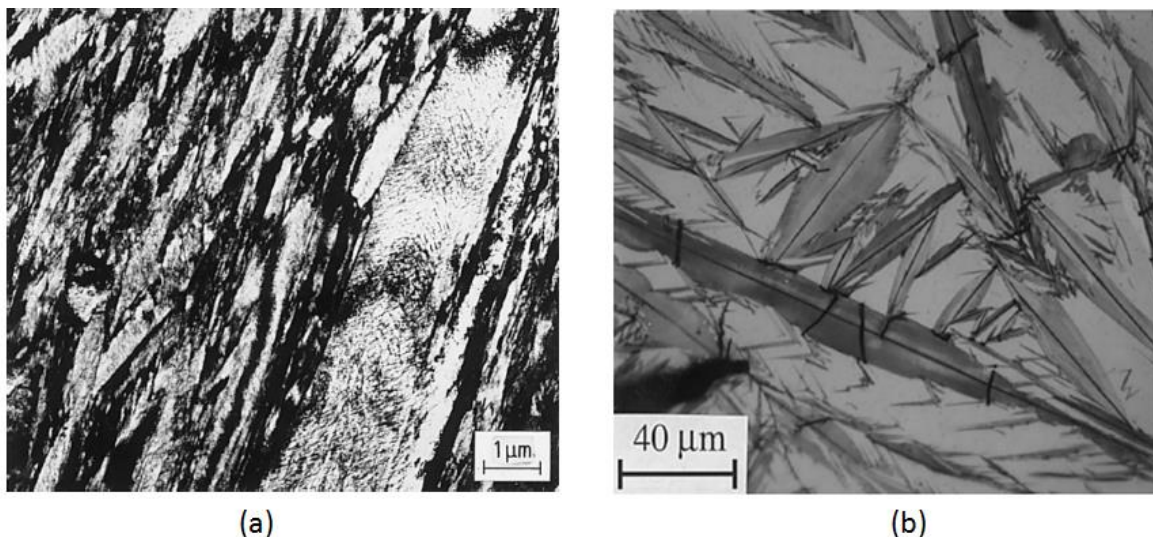
Figura 27 – Representação da formação de uma placa de martensita em matriz austenítica.



Fonte: (Adaptado DEL SANT, 2010).

Quando a martensita formada fica grosseira o suficiente, é possível observá-la no microscópio óptico. Duas morfologias distintas de martensita podem ser observadas em aços: para aços contendo baixo percentual de carbono, os cristais martensíticos se apresentam como ripas, e a martensita é do tipo ripada (*Lath*). A martensita ripada consiste em uma estrutura contendo placas (ripas) longas e finas, empilhadas lado a lado, alinhadas de forma paralela, com a presença de austenita retida entre as ripas de martensita. Já em aços com alto percentual de carbono, há a presença de martensita lenticular (*Plate*). Os cristais de martensita lenticular são formados por agulhas (lentes) arranjadas de forma não paralelas, contendo austenita retida entre as agulhas, além de apresentarem nervuras ou *midribs*, que são linhas retas no centro das agulhas (KRAUSS, 1999). Para percentuais intermediários de carbono, há a existência de uma mistura entre os dois tipos de morfologia. As duas formas de martensita estão apresentadas na Figura 28.

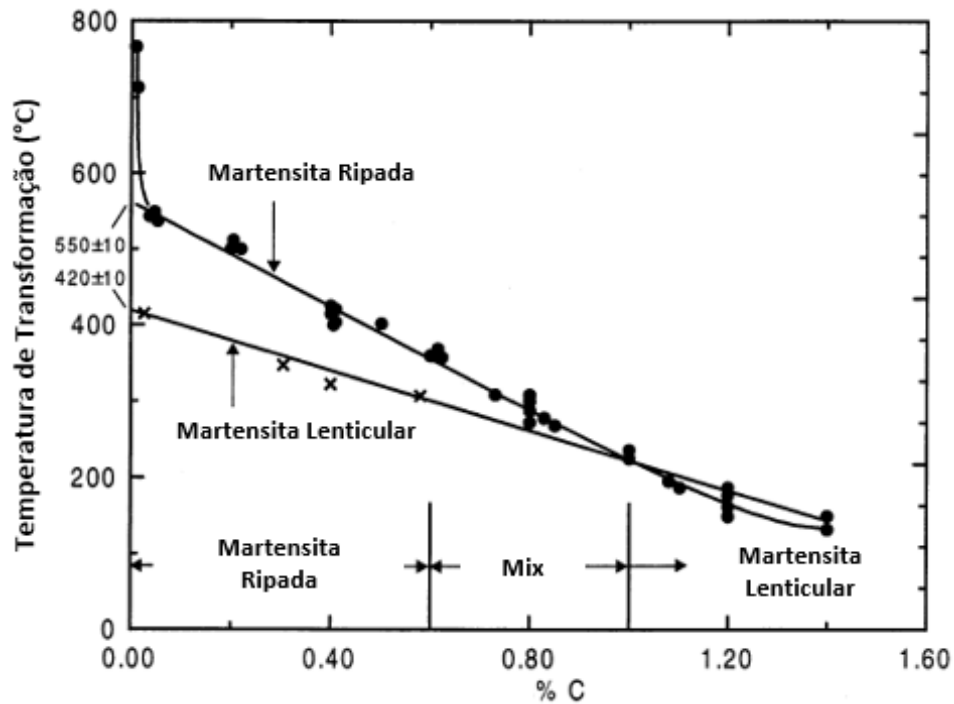
Figura 28 – Morfologias da martensita: (a) Martensita Ripada; (b) Martensita Lenticular.



Fonte: (KRAUSS, 1999).

A Figura 29 mostra a faixa carbono em que os diferentes tipos de martensita podem ser encontrados, assim como as temperaturas de transformação iniciais para a formação de cada morfologia.

Figura 29 – Morfologia da martensita em função da %C.

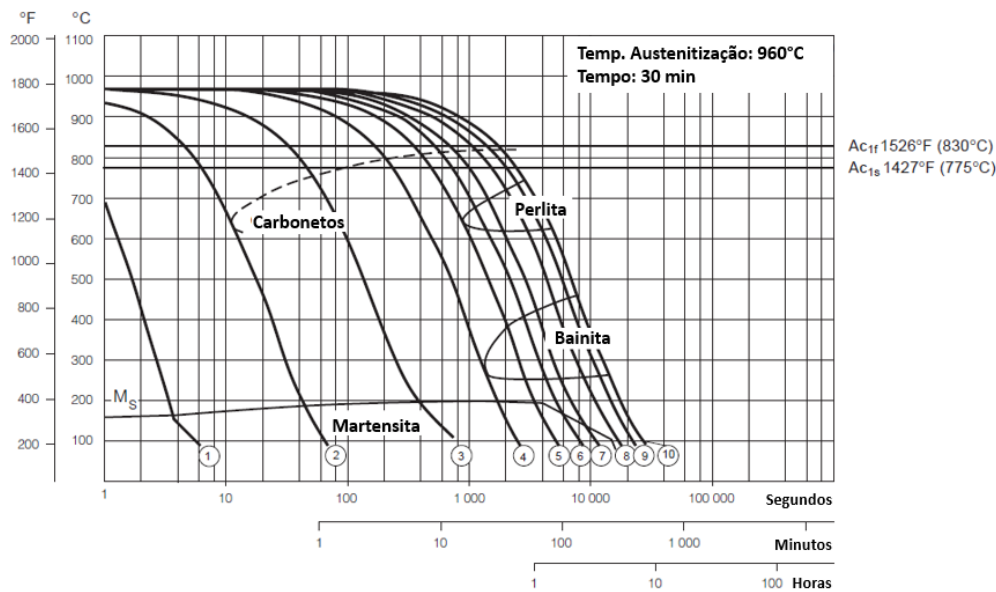


Fonte: (Adaptado KRAUSS, 1999).

Como pode ser observado na Figura 29, para baixos percentuais de carbono a temperatura de transformação da martensita ripada é maior do que a lenticular, favorecendo a formação do tipo ripado (temperaturas maiores). Com o aumento do %C há uma inversão nesta tendência, uma vez que a temperatura de início de transformação do tipo lenticular passa a ser maior do que a do tipo ripado, favorecendo então a formação da morfologia lenticular.

Para garantir a formação da estrutura martensítica, independentemente da morfologia, a taxa de resfriamento deve ser tal que não possibilite transformação difusiva de outras fases no material sendo temperado. Em outras palavras, a taxa de resfriamento deve ser suficiente para que a curva de resfriamento não cruze os cotovelos da curva CCT até que se atinja a temperatura de início de transformação martensítica (temperatura abaixo da qual ocorre a transformação martensítica), representada pela linha M_s . Um exemplo de curva CCT para o aço AISI A2 está apresentado na Figura 30.

Figura 30 – Curva CCT para o aço AISI A2.



Fonte: (Adaptado Site UDDEHOLM).

Assim, para a curva CCT mostrada na Figura 30, a taxa mínima de resfriamento para que ocorra apenas a transformação martensítica é de aproximadamente $23^{\circ}\text{C}/\text{s}$, representada pela linha 2. Sendo a temperatura de início de transformação martensítica para este aço de aproximadamente 190°C .

A M_s é função da composição química do aço, e como regra geral, quanto mais elementos solutos existem na liga, menor será esta temperatura. A relação de M_s com o teor de carbono do aço pode ser observada na Figura 29, na qual o eixo das ordenadas no gráfico representa o M_s da liga.

Algumas fórmulas empíricas para determinar a temperatura de início de transformação martensítica foram propostas por diferentes autores, e podem ser observadas na Tabela 3.

Tabela 3 – Equações para determinação da M_s .

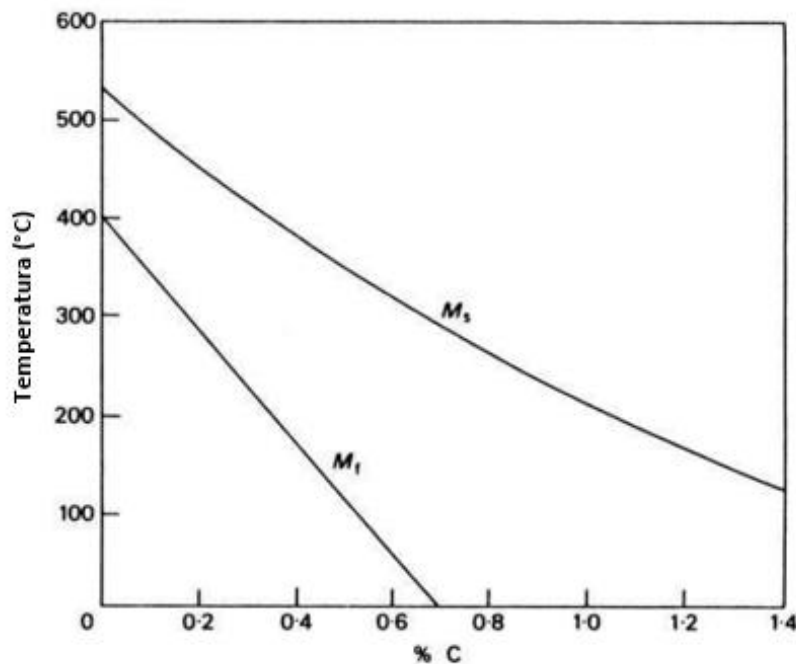
Autor	Equação
Stevens e Haynes (1956)	$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo$ $M_f = M_s - 215$
Andrews (1965)	$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 12,1Cr - 17,7Ni - 7,5Mo$ <i>Limitado a: <0,6C, <4,9Mn, <5Cr, <5Ni, <5,4Mo</i>

Fonte: (Adaptado DURAND-CHARRE, 2003).

Após cruzar a temperatura de início de transformação martensítica se dá o início da reação, e a fração volumétrica de martensita depende unicamente da temperatura final do tratamento térmico, sendo que maiores frações de martensita são obtidas quanto menor for a temperatura. Para uma dada temperatura a fração de martensita se mantém constante, e esta aumenta gradativamente com o abaixamento da temperatura através de nucleação de martensita adicional até que se atinja a temperatura de fim de transformação martensítica (M_f), determinada pela transformação de 95% da austenita em martensita (BHADESHIA, HONEYCOMBE, 2006).

Assim como a M_s , a M_f também diminui com o aumento dos elementos de liga, a Figura 31 apresenta a influência da %C nas temperaturas M_f e M_s .

Figura 31 – Influência da %C nas temperaturas M_s e M_f .



Fonte: (Adaptado BHADESHIA; HONEYCOMB, 2006).

Apesar de tanto a M_s quanto a M_f apresentarem a mesma tendência de diminuir com o aumento do teor de elementos de liga, isto ocorre a taxas diferentes. A temperatura final de transformação apresenta uma elevada taxa de queda, tornando-se negativa em aproximadamente 0,7% C, dificultando atingir o fim da transformação e impossibilitando que toda a austenita se transforme em martensita, resultando na presença de uma fase conhecida como austenita retida no material.

2.3.2 A Austenita Retida

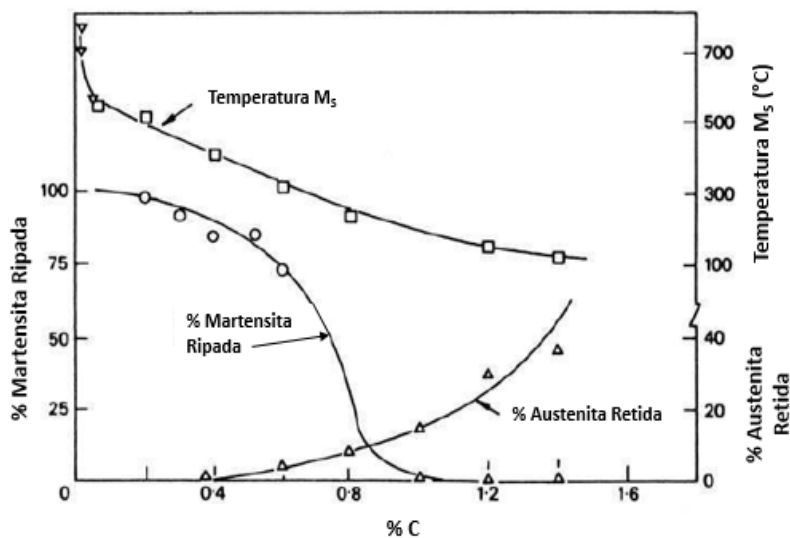
Quando a t mpera   interrompida entre as temperaturas M_s e M_f ,   fra o da austenita que n o se transformou   dado o nome de austenita retida, γ_{ret} . Estas regi es n o transformadas podem ser observadas na microestrutura ap s o tratamento t rmico (KRAUSS, 1999).

Como citado anteriormente, a fra o de martensita transformada   tanto maior quanto mais pr xima de M_f a t mpera for realizada, ou mais abaixo de M_s as temperaturas sejam atingidas. Assim, todos os fatores que influenciem nas temperaturas de in cio e fim de transforma o martens tica, influenciar o na fra o de austenita retida.

Dois fatores muito importantes que influenciam M_s e M_f , e conseq entemente a fra o de austenita retida, podem ser citados: composi o qu mica e temperatura de austenitiza o (NISHIYAMA, 1978; YASO *et al.*, 2008; FERREIRA, MODENESI, SANTOS, 2015).

A composi o qu mica do material sendo temperado   dos mais influentes fatores nas temperaturas de in cio e fim de transforma o austen tica, conforme j  foi poss vel observar na Figura 31 para o C, por m, todos os elementos de liga, com exce o do Co e do Al, reduzem M_s e M_f da mesma maneira (BHADESHIA; HONEYCOMB, 2006). A influ ncia direta do C no volume de austenita retida pode ser observada na Figura 32.

Figura 32 – Influ ncia da %C na temperatura M_s , % austenita retida e % Martensita ripada.



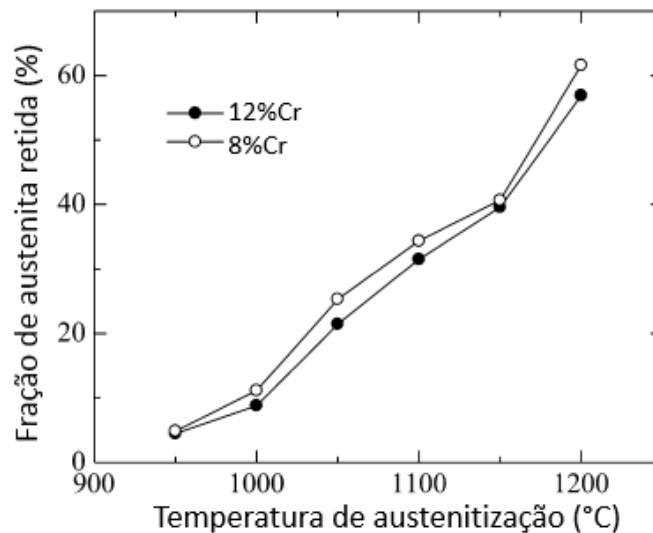
Fonte: (Adaptado BHADESHIA; HONEYCOMB, 2006).

Da Figura 32   poss vel notar o aumento da fra o de γ_{ret} com o aumento do %C, e esse efeito se d  devido ao abaixamento de M_s . Tamb m   poss vel observar que o aumento do volume de austenita retida acompanha a mudan a da morfologia da martensita de ripada para

lenticular (ilustrada no gráfico pela redução da fração de martensita ripada), sendo então possível se esperar maiores frações de austenita retida na morfologia de maior %C.

A temperatura de austenitização tem influência direta na quantidade de elementos de liga dissolvidos na matriz, alterando assim a composição química da matriz, e modificando M_s e M_f . Este efeito pode ser observado analisando o trabalho de Yaso *et al.* (2008), no qual a microestrutura da martensita e austenita retida em um aço alto C-alto Cr foi avaliada alterando-se a temperatura de austenitização, seguida por têmpera ao ar. A Figura 33 mostra a influência da temperatura de austenitização na fração de austenita retida para o aço em questão.

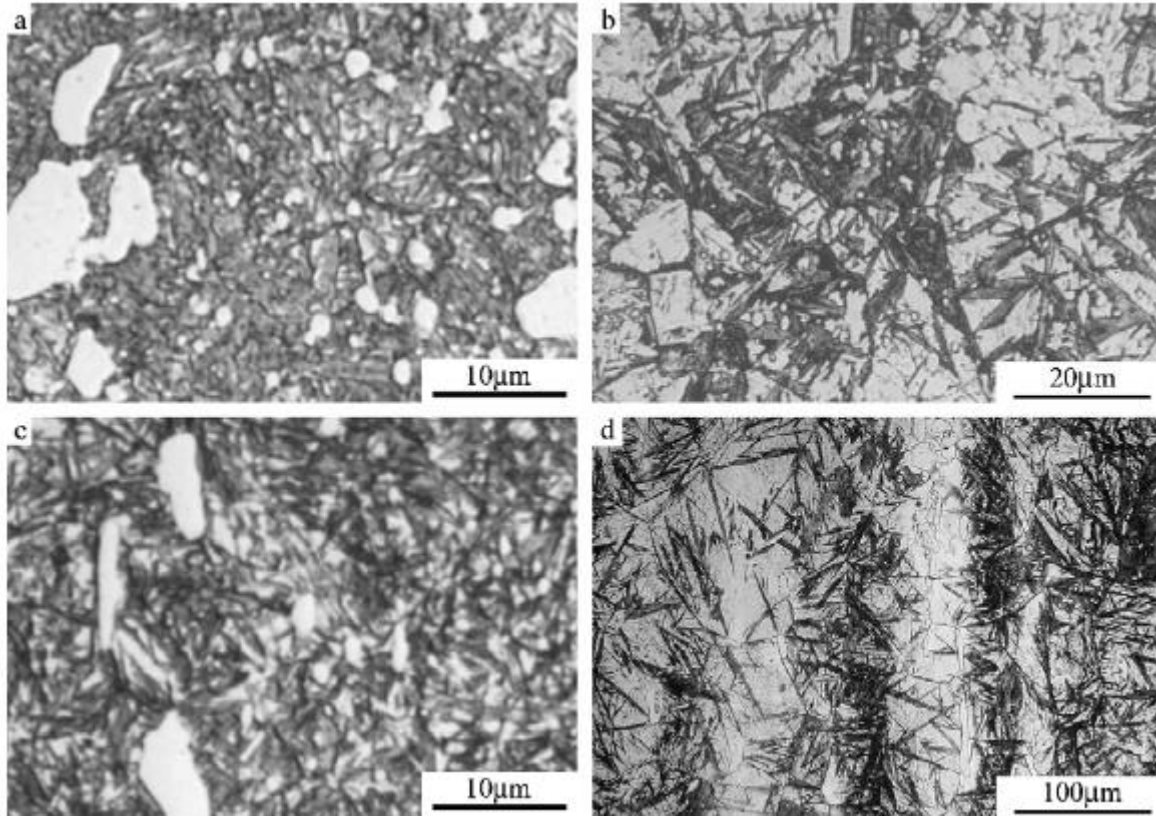
Figura 33 – Relação entre a temperatura de austenitização e a fração de austenita retida em um aço alto C-alto Cr.



Fonte: (Adaptado Yaso *et al.*, 2008).

Segundo os autores, o aumento da temperatura de austenitização está associada com a dissolução de carbonetos de Cr na matriz, enriquecendo-a de C, reduzindo M_s e M_f e aumentando a fração de γ_{ret} . O aumento na fração de austenita retida observado foi independente da %Cr da liga, uma vez que tanto a liga com 12%Cr quanto a liga com 8%Cr apresentaram frações de γ_{ret} muito similares, nas mesmas temperaturas de austenitização. Isto supõe que, para a faixa de temperatura de austenitização utilizada pelos autores, já foi alcançado o limite de solubilidade do Cr naqueles aços. A %C calculada neste trabalho para as temperaturas de austenitização de 1050°C e 1150°C foi de 0,64% e 0,88% para a liga com 12%Cr, e de 0,65% e 0,92% para a liga com 8%Cr. As microestruturas associadas a estas condições estão apresentadas na Figura 34.

Figura 34 – Microestruturas formadas por martensita e austenita retida associadas às condições: (a) 12%Cr x austenitização 1050°C; (b) 12%Cr x austenitização 1150°C; (c) 8%Cr x austenitização 1050°C; (d) 8%Cr x austenitização 1150°C.



Fonte: (Yaso *et al.*, 2008).

É possível observar a alteração da morfologia da martensita de ripada (Figura 34 (a) e (c)) para a morfologia lenticular (Figura 34 (c) e (d)) com o aumento da temperatura de austenitização. Além disso, é claro o aumento da fração de austenita retida (fase clara) associada à alteração da morfologia/temperatura de austenitização.

Fica claro com o exposto acima que a presença de elementos de liga leva à uma maior tendência à formação de austenita retida, podendo então a presença desta fase ser considerada um indício de maior concentração de elementos de liga no material, como já observado na Figura 5, Figura 6 e Figura 8 apresentadas na discussão sobre a microsegregação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL UTILIZADO

O material utilizado neste trabalho foi obtido de um lingote produzido em aço ferramenta para trabalho a frio similar ao AISI A2 fornecido pela empresa GERDAU S.A. – Aços Especiais Brasil, unidade de Pindamonhangaba/SP. A composição química nominal deste aço, conforme catálogo de produto da fabricante, está apresentada na Tabela 4.

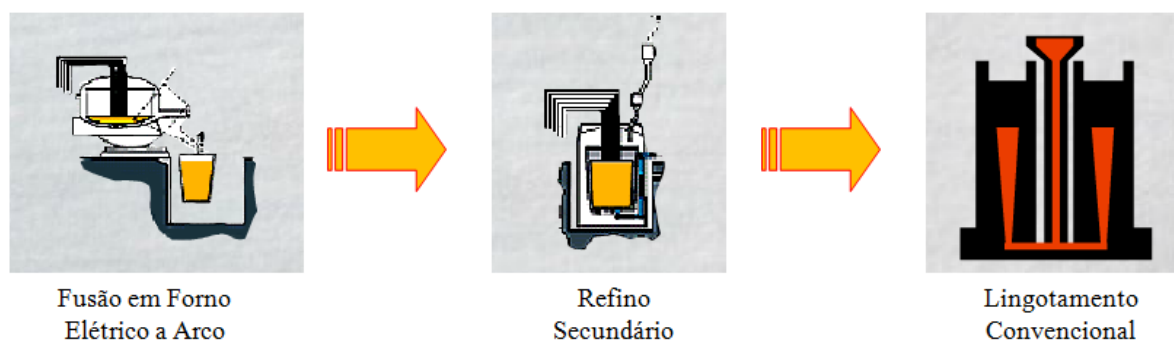
Tabela 4 – Composição química do aço utilizado neste trabalho (% em peso).

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
Mín	0,71	0,10	-	2,2	0,20	0,04
Máx	0,94	0,70	0,70	3,8	0,53	0,15

Fonte: (Site Villares Rolls).

O lingote utilizado apresentava 9,5 toneladas e foi fabricado através das etapas de fusão das matérias-primas, refino, lingotamento convencional e solidificação natural. O fluxo de produção do lingote pode ser visto na Figura 35.

Figura 35 – Fluxo de produção do lingote utilizado no trabalho.



Fonte: (Autor).

3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS INICIAIS

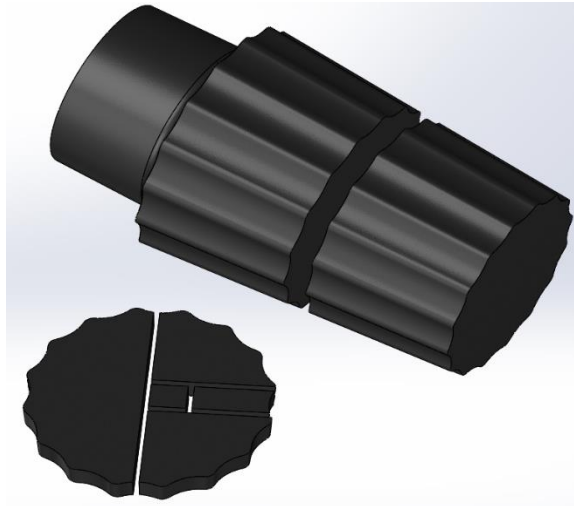
Após solidificação e resfriamento o lingote foi cortado transversalmente com o auxílio de maçarico para obtenção de um disco de 300 mm de espessura da região central. Para evitar

os efeitos do aquecimento com maçarico, deste disco foi utilizado uma espessura de 100 mm da região central para obtenção das amostras.

Para retirada das amostras o disco foi cortado com serra de fita, utilizando refrigeração e com velocidade e avanço controlado. Foram retiradas três amostras prismáticas de 47 x 44 x 60 mm do centro do disco, representando a região central do lingote. Esta região para retirada das amostras foi escolhida por ser a região mais segregada do lingote, assim, o local mais crítico para a homogeneização.

A Figura 36 mostra esquematicamente a posição de retirada das amostras.

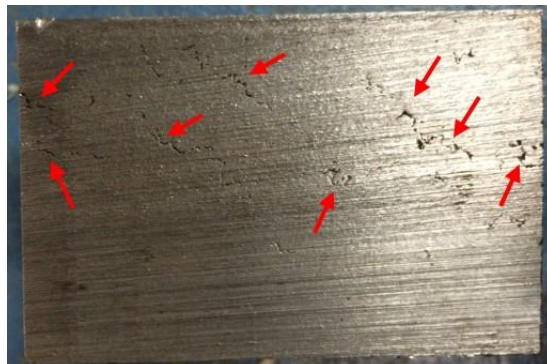
Figura 36 – Local de retirada das amostras.



Fonte: (Autor).

Na Figura 37 está mostrada uma amostra retirada do centro do lingote. Pode-se observar a existência de vazios de solidificação (microrechupes) por toda a amostra.

Figura 37 – Amostra retirada do núcleo do lingote mostrando a existência de várias regiões com vazios formados durante a solidificação.

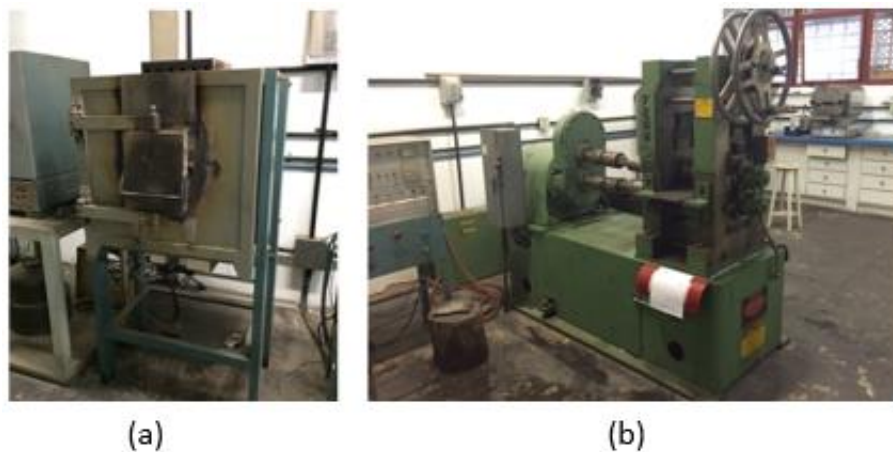


Fonte: (Autor).

3.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

A deformação das amostras foi realizada através do processo de laminação a quente. A laminação foi realizada no Laboratório Termomecânico existente no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos utilizando um forno elétrico e um laminador laboratorial FENN, mostrados na Figura 38.

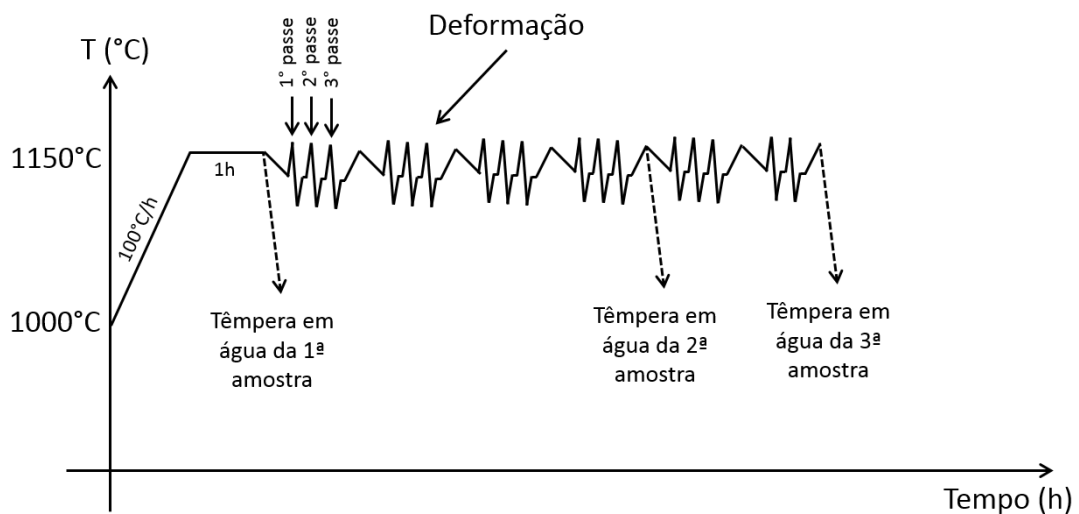
Figura 38 – Forno (a) e laminador (b) utilizados para deformação plástica da amostra.



Fonte: (Autor).

A deformação foi realizada conforme o ciclo termomecânico esquematizado na Figura 39.

Figura 39 – Esquematização do ciclo termomecânico utilizado para deformação das amostras.

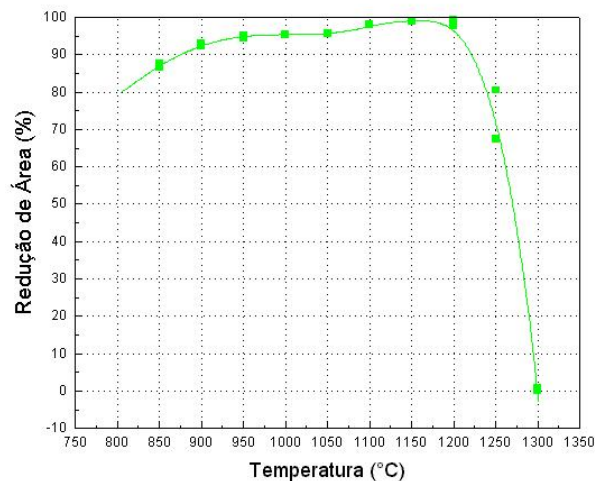


Fonte: (Autor).

O ciclo iniciou-se com o enformamento das amostras com o forno previamente aquecido a 1000°C. Após o enformamento a temperatura do forno foi elevada até 1150°C para realizar a laminação, à taxa de 100°C/h.

A temperatura para laminação escolhida foi baseada nos trabalhos de Imbert e MCQueen (2001), que trabalharam com conformação a quente do AISI A2 entre as temperaturas de 900 – 1150°. Quando analisada a curva “Redução de Área x Temperatura” para um aço AISI A2, mostrada na Figura 40, observa-se que a faixa de temperatura citada está adequada para o material.

Figura 40 – Influência da temperatura de conformação na redução de área de um aço AISI A2.



Fonte: (Autor).

Da Figura 40, observa-se que a redução de área do material é maior do que 90% para a faixa de temperatura de 900°C a 1200°C, indicando que o material possui uma elevada capacidade de se deformar plasticamente nesta faixa de trabalho. Porém, para temperaturas imediatamente acima de 1200°C, ocorre uma drástica queda na redução de área, ocasionada pela fusão incipiente do contorno de grão, tornando a deformação do material próximas a esta temperatura arriscada, pois além das variações de temperaturas que podem ocorrer nos fornos de aquecimento, o próprio aquecimento gerado pelo trabalho de conformação pode levar à fusão incipiente do contorno de grão (SCHAEFFER, 2006). Assim, trabalhando com a temperatura de aquecimento de 1150°C garante-se uma adequada deformação plástica e elimina-se o risco da fusão do contorno de grão.

O tempo de patamar na temperatura de conformação foi de 1h, sendo este tempo estipulado para garantir a completa homogeneização da temperatura nas amostras, porém sem que ocorresse difusão significativa. Depois de finalizado o tempo de patamar, a primeira

amostra foi retirada do forno e resfriada em água, a fim de evitar precipitações de carbonetos. Esta amostra foi intitulada “Não deformada” (ND) e representa a segregação no núcleo do lingote após solidificação.

As outras duas amostras foram laminadas, uma a uma. O processo de laminação consistiu em uma sequência de três passes no laminador (com exceção do 6º aquecimento da amostra 11D que atingiu a dimensão desejada após dois passes, conforme Tabela 5), sendo que ao fim desta sequência as amostras retornaram para o forno para reaquecimento. Este procedimento foi adotado para garantir que as amostras sempre estivessem na faixa de temperatura ideal de conformação. Assim que atingida a dimensão final, as amostras foram reaquecidas a 1150°C, e então também temperadas em água.

A deformação total aplicada em cada amostra foi calculada através da deformação verdadeira, conforme a equação abaixo (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1978).

$$\varphi = \ln \frac{A_o}{A_f} \quad (8)$$

Na qual:

A_o – Área da seção transversal antes da deformação.

A_f – Área da seção transversal após a deformação.

O plano de passes utilizado, as dimensões iniciais e finais das amostras e a deformação aplicada em cada amostra estão apresentados nas Tabela 5 e Tabela 6, respectivamente.

Tabela 5 – Plano de passes utilizado para conformação das amostras.

Nº Aquecimento	Deformação por passe (mm)			
	Passe 1	Passe 2	Passe 3	
1	2,52	2,52	2,10	
2	2,52	2,52	2,10	
3	2,52	2,52	2,10	
4	2,52	2,10	2,10	Saída Amostra 22D
5	2,52	2,52	2,10	
6	2,10	2,10	-	Saída Amostra 11D

Fonte: (Autor).

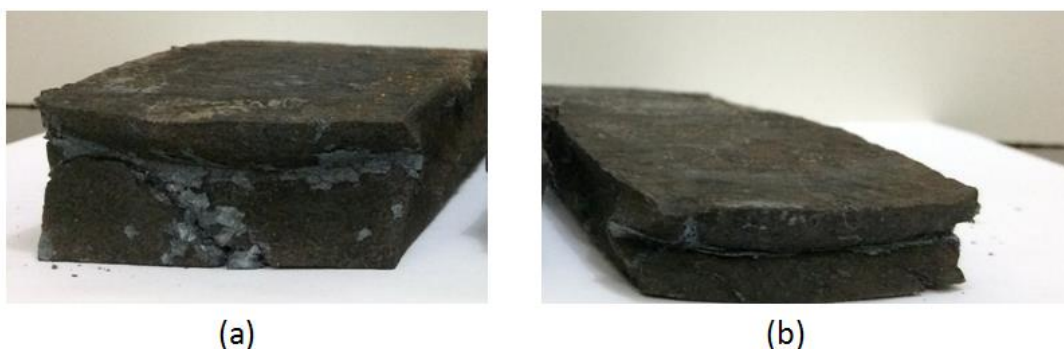
Tabela 6 – Dimensões das amostras e deformações totais ao final da conformação.

	Amostra Não Deformada (ND)	Amostra 22D	Amostra 11D
Altura (mm)	44	22	11
Largura (mm)	47	51	54
Comprimento (mm)	60	108	195
Área Transversal (mm²)	2068	1107	568
Deformação (ϕ)	0,0	0,6	1,3

Fonte: (Autor).

A Figura 41 mostra o aspecto das amostras após conformação e resfriamento.

Figura 41 – Amostras laminadas e temperadas: (a) 22D e (b) 11D.



Fonte: (Autor).

3.4 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Foram realizados dois ciclos de tratamentos térmicos de homogeneização variando o tempo de patamar em dois grupos de amostras. Cada grupo foi composto por uma amostra não deformada - ND, uma amostra laminada – 22D e uma amostra laminada – 11D.

Para realizar os tratamentos térmicos, foram cortadas amostras de 20 mm de espessura das amostras utilizando uma cortadora metalográfica Teclago, modelo CM800. As amostras foram amarradas com arame de alumel e acondicionadas em cadinho cerâmico envoltas em cavaco de ferro fundido cinzento para evitar a oxidação durante o tratamento térmico, conforme mostrado na Figura 42.

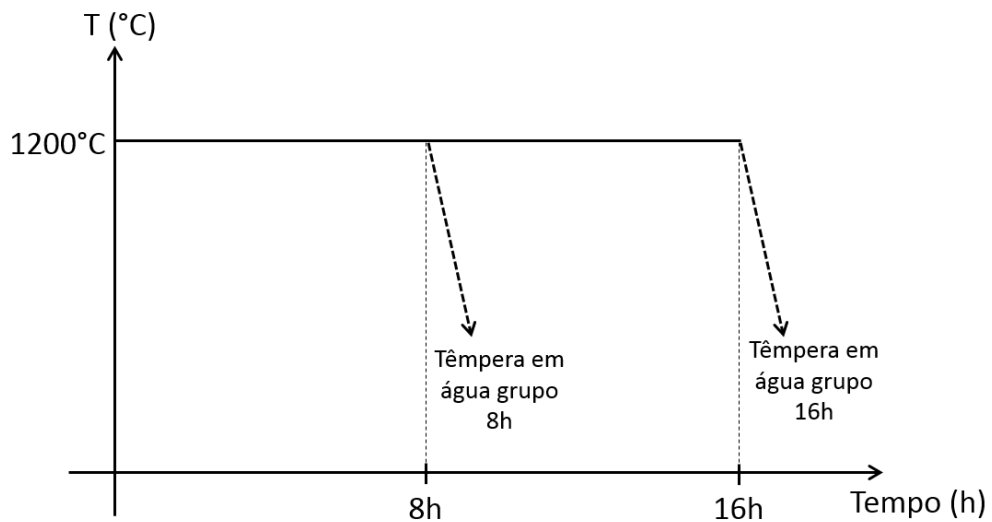
Figura 42 – Amostras amarradas e envoltas em cavaco de ferro fundido cinzento.



Fonte: (Autor).

Os ciclos de tratamentos térmicos realizados estão apresentados na Figura 43, a temperatura e os tempos de patamar foram escolhidos com base no trabalho de Pereira (2015), que, trabalhando com o mesmo aço utilizado neste trabalho, conclui que um tratamento térmico de 16h a 1200°C é suficiente para homogeneização de regiões do núcleo de lingotes. Além disso, analisando a Figura 40, observa-se que temperaturas acima de 1200°C levam a deterioração da estrutura do material (fusão incipiente de contorno de grão), o que pode ter uma influência negativa no tratamento térmico de homogeneização, uma vez que o metal líquido pode levar à concentração do soluto, pois a solubilidade destes é maior no líquido do que no sólido.

Figura 43 – Ciclos de tratamento térmico de homogeneização utilizados.



Fonte: (Autor).

O tratamento térmico foi realizado em um forno Nabertherm, modelo N81, mostrado na Figura 44, pertencente ao laboratório metalúrgico da empresa GERDAU S.A. – Aços Especiais Brasil, unidade de Pindamonhangaba/SP.

Figura 44 – Forno utilizado para os tratamentos térmicos.



Fonte: (Autor).

As amostras foram enfiadas com o forno na temperatura de 1200°C. Um grupo de amostras realizou 8h de patamar e em seguida foi temperado em água. O outro grupo de amostras realizou 16h de patamar e em seguida foi temperado em água.

A Tabela 7 mostra as condições a que cada uma das amostras foi submetida.

Tabela 7 – Condição das amostras após tratamento térmico.

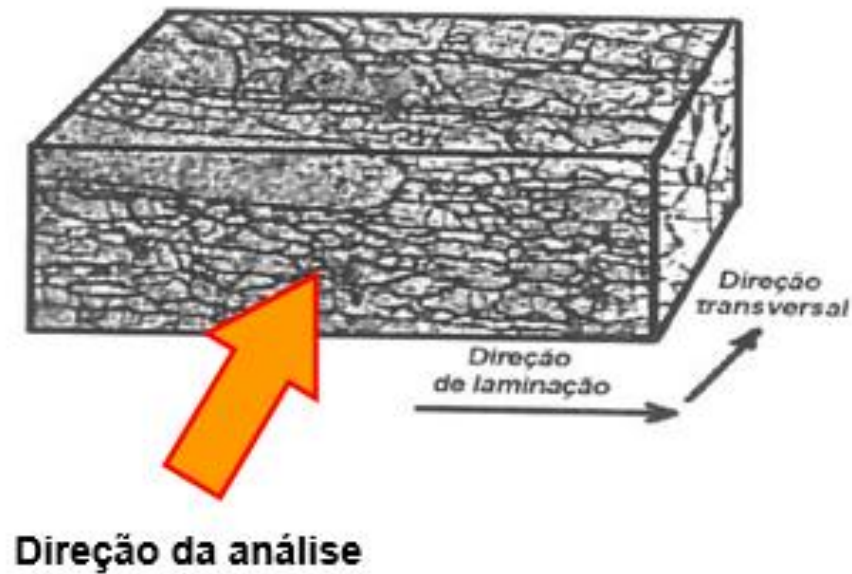
Nomenclatura da Amostra	Deformação (ϕ)	Tempo de Patamar
ND-0h	0	0 h
ND-8h	0	8 h
ND-16h	0	16 h
22D-0h	0,6	0 h
22D-8h	0,6	8 h
22D-16h	0,6	16 h
11D-0h	1,3	0 h
11D-8h	1,3	8 h
11D-16h	1,3	16 h

Fonte: (Autor).

3.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Após temperadas as amostras foram cortadas com cortadora metalográfica Teclago, modelo CM800 e embutidas a quente em baquelite. Para que fosse possível verificar a influência da deformação na microestrutura, as amostras deformadas foram cortadas e analisadas paralelamente à direção de laminação, conforme Figura 45.

Figura 45 – Direção de análise das amostras.



Fonte: (Autor).

Para se realizar a análise metalográfica o procedimento de preparação consistiu em lixamento sucessivo com lixas d'água de granulometria 220, 400, 600 e 1200, seguido por polimento com pasta de diamante de 0,3 μ m e 0,1 μ m. Depois de finalizado o polimento, as três amostras com deformações iguais, e tempos diferentes de tratamento térmico, foram atacadas em conjunto, utilizando reagente Nital com concentração de 3% a fim de revelar a microestrutura existente. As amostras foram submetidas à observação e análise de fases em microscópio óptico LEICA modelo DMLM, e Zeiss AxioImager Z2m, sendo este último utilizado no modo de contraste por interferência circular (C-DIC). Ambos microscópios estão mostrados na Figura 46.

Figura 46 – Microscópios Ópticos utilizados para análise das amostras: (a) LEICA modelo DMLM e (b) Zeiss AxioImager Z2m.



(a)



(b)

Fonte: (Autor).

As fases encontradas foram caracterizadas através de difratometria de raios-X e dureza por microindentação Vickers. A identificação das fases através da técnica de difratometria de raios-X foi realizada utilizando um difratômetro de raios-X Bruker, modelo D8 Advance, mostrado na Figura 47. Os dados foram coletados utilizando um tubo de radiação de Cu, com o ângulo 2θ na faixa de 30° a 90° .

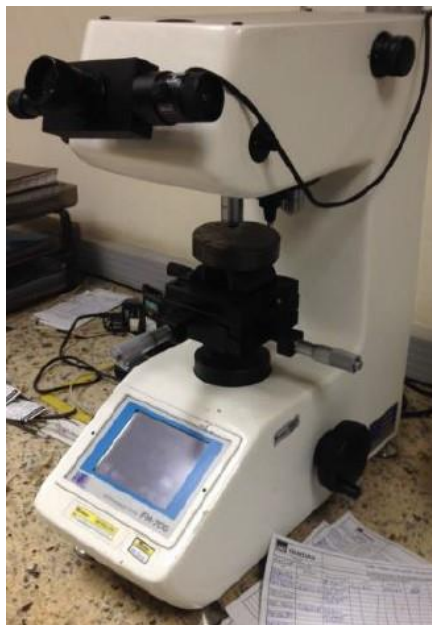
Figura 47 – Difratômetro de raios-X utilizado para caracterização das fases.



Fonte: (Autor).

As durezas foram medidas utilizando um durômetro Future Tech, modelo FM700, mostrado na Figura 48. Para a determinação da dureza foram realizadas 5 medidas aleatórias sobre cada fase, utilizando uma carga de 100gf (980,7 mN) com um tempo de aplicação de 10s à temperatura ambiente.

Figura 48 – Durômetro utilizado para medição de dureza.



Fonte: (Autor).

Para a análise quantitativa da composição química, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura ZEISS, modelo EVO LS15, e microanálise com espectrômetro EDS Oxford, modelo INCA x-act e software INCA Energy 250, mostrado na Figura 49. O procedimento de preparação das amostras para a análise através do MEV e EDS consistiu em lixamento sucessivo com lixas d'água de granulometria 220, 400, 600, 1200, 1500 e 2000 seguido por polimento com pasta de alumina de 1 μ m e 0,3 μ m e com sílica coloidal de 0,05 μ m. Para esta etapa não foi realizado ataque químico nas amostras.

A determinação da composição química foi realizada com EDS através de uma análise por área. Foi considerado a média de no mínimo 3 pontos em cada região das amostras, com exceção da medida da composição química global da amostra, que foi obtida com apenas uma medição. Para a realização destas análises não foi considerado o elemento C devido à limitação do método para a quantificação de elementos de baixo peso atômico.

Figura 49 – Microscópio eletrônico de varredura utilizado para caracterização.



Fonte: (Autor).

Os equipamentos utilizados nesta etapa são de propriedade da GERDAU Pindamonhangaba, ou do LaDiF – Laboratório de Difração e Fluorescência de Raios-X e LaIMat – Laboratório de Imagens e Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

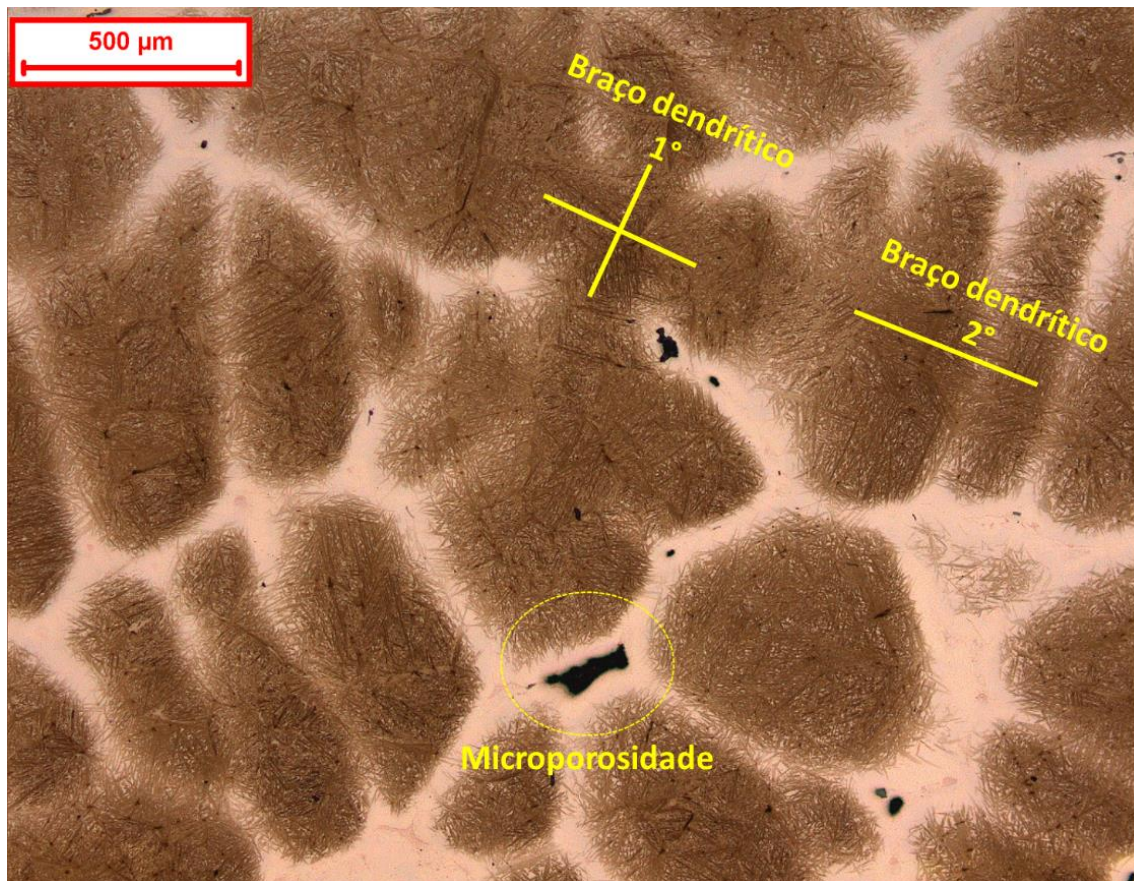
4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

4.1.1 Análise microscópica

4.1.1.1 Amostras não deformadas

A Figura 50 apresenta a microestrutura da amostra sem deformação e sem tratamento térmico (ND-0h), após têmpera conforme explicado nos materiais e métodos.

Figura 50 – Amostra não deformada e sem homogeneização (Amostra ND-0h).



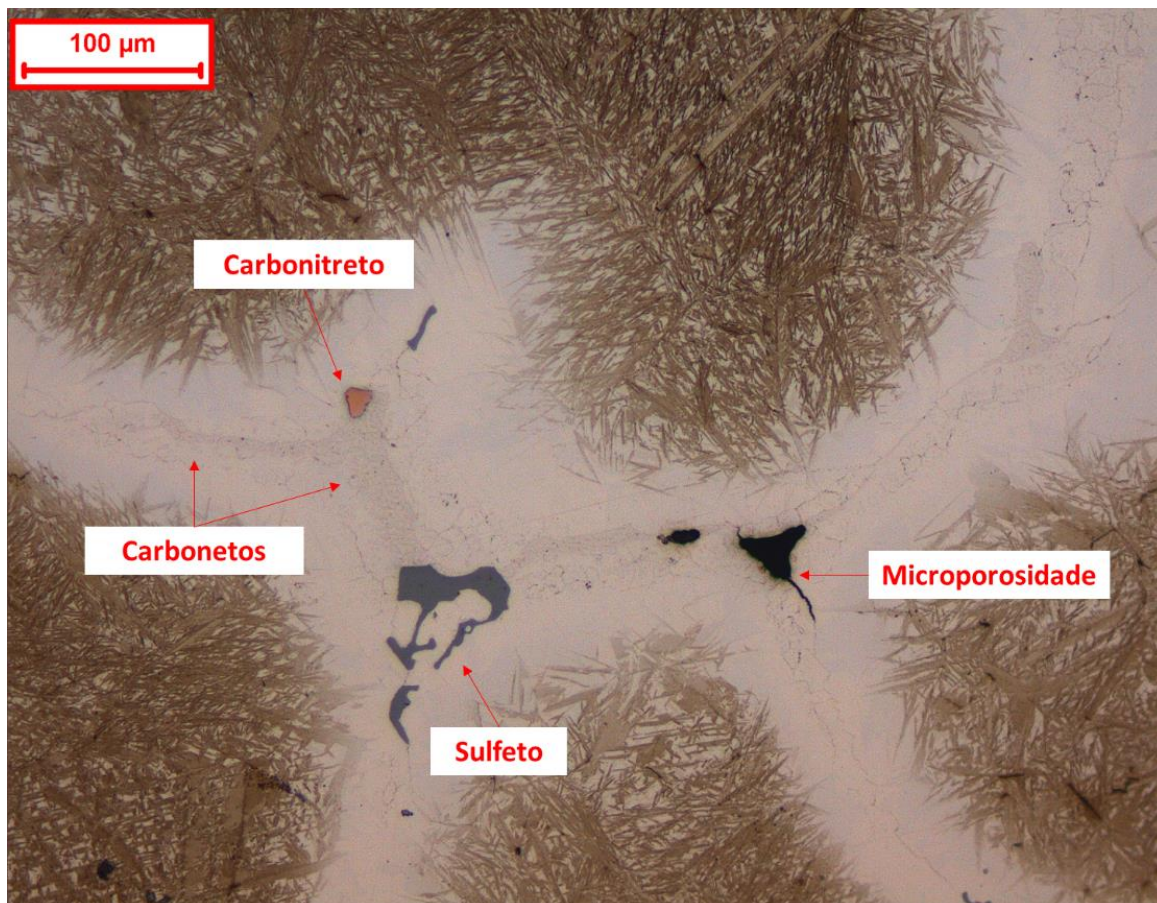
Fonte: (Autor).

Pode-se notar claramente na Figura 50 a morfologia da estrutura dendrítica em coloração marrom, sendo possível observar a presença de braços dendríticos primários e secundários. Neste caso, o braço primário da dendrita está com a direção de crescimento no sentido

perpendicular ao plano da folha, podendo ser observado na forma de um “X” no corte transversal. Os braços secundários aparecem com direção de crescimento paralela ao plano da folha, tendo início no braço dendrítico primário, e estão destacados na imagem. A região interdendrítica aparece como uma fase clara permeando os braços dendríticos. Além disso, é facilmente notada a presença de microporosidades causadas pelo crescimento dendrítico, formadas através dos mecanismos ilustrados na Figura 7.

Quando se observam as microestruturas com maior aumento é possível notar também a presença de diversos precipitados nas regiões interdendríticas, conforme mostrado na Figura 51.

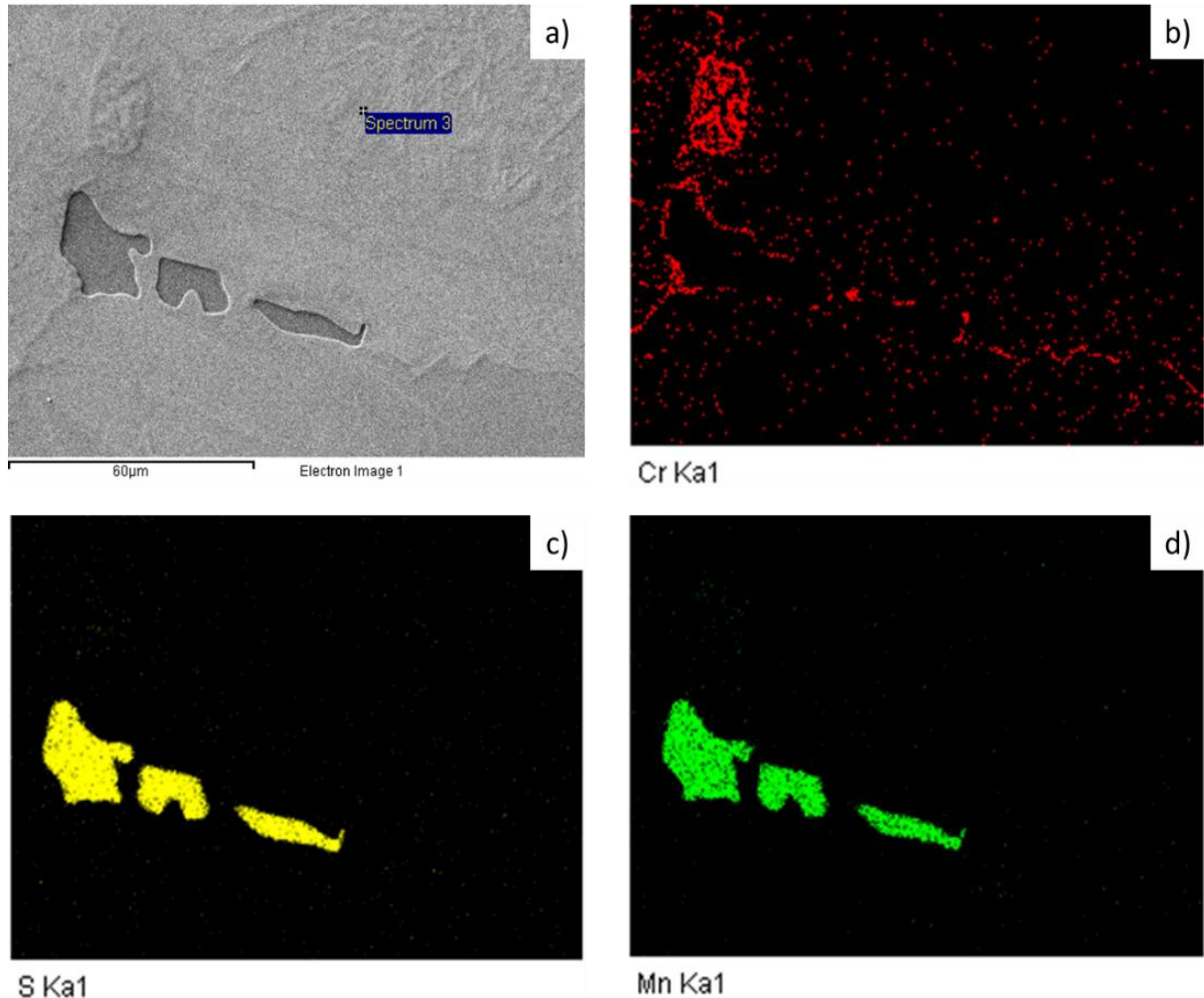
Figura 51 – Carbonetos na região interdendrítica (Amostra ND-0h).



Fonte: (Autor).

Para analisar os precipitados foram criados mapas dos elementos químicos presentes utilizando o MEV e EDS. Um exemplo deste mapa está mostrado na Figura 52.

Figura 52 – (a) Imagem obtida no MEV para análise dos precipitados; (b) Mapa de distribuição do elemento Cr; (c) Mapa de distribuição do elemento S; (d) Mapa de distribuição do elemento Mn.



Fonte: (Autor).

Da Figura 52 pode-se concluir que os precipitados encontrados são carboneto de Cr e sulfeto de manganês. Estes carbonetos e sulfetos se formam nas regiões de contornos de grão, que também são regiões interdendríticas ricas em elementos de liga, segregados durante a solidificação. Além dos carbonetos e sulfetos, nota-se também a presença carbonitretos de titânio na região interdendrítica (KHEIRANDISH *et al.*, 2010), mostrado na Figura 51. Na Figura 53, pode-se notar o alinhamento dos precipitados com o contorno de grão, bem como sua morfologia, evidenciando sua origem a partir do metal líquido.

Figura 53 – Precipitados formados na região de contorno de grão durante a solidificação (Amostra ND-0h). Imagem obtida utilizando contraste por interferência circular (C-DIC).

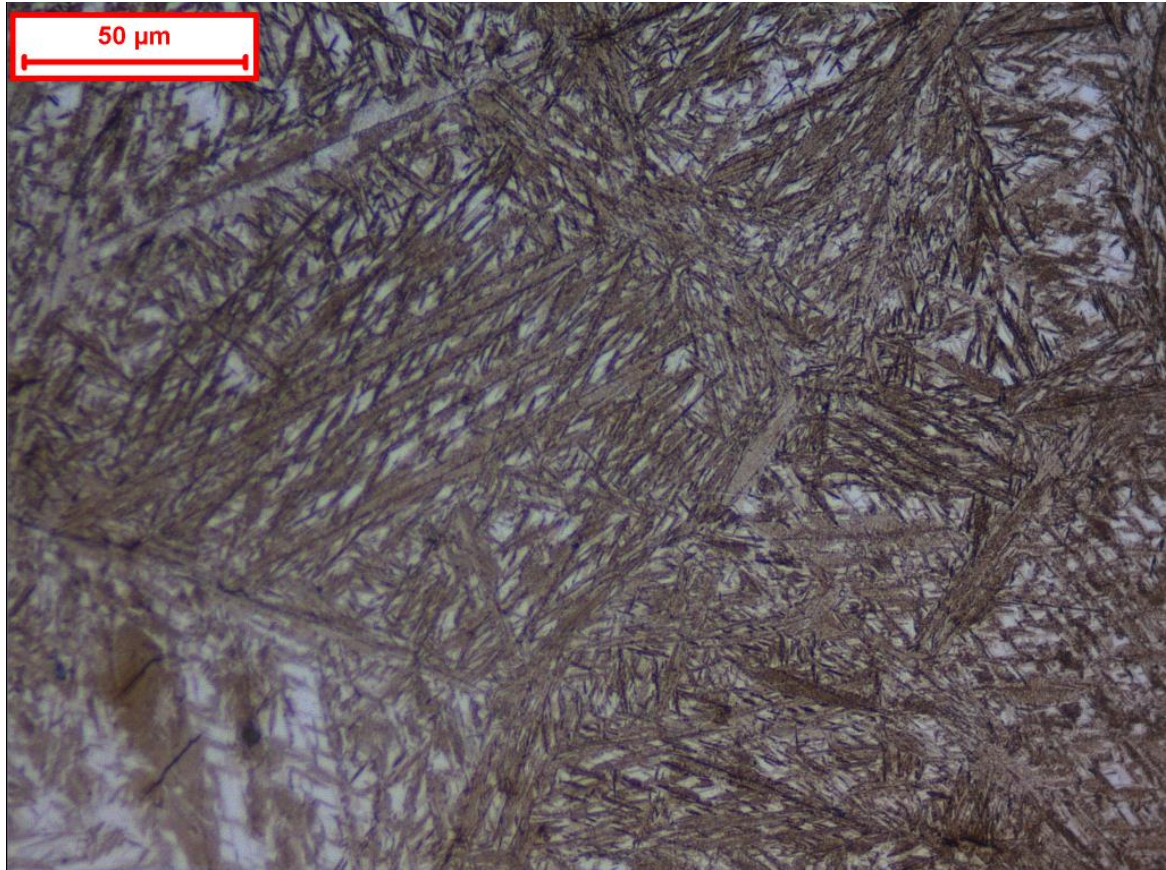


Fonte: (Autor).

Analisando as micrografias apresentadas na Figura 50 e Figura 51, e comparando com as microestruturas encontradas nos trabalhos de Hufenbach et al. (2012) e Pereira (2015), é possível supor que as regiões interdendríticas (fase clara na Figura 50 e Figura 51) são formadas por uma matriz composta de austenita retida, que não se transformou durante a têmpera, pois a maior quantidade de elementos de liga nesta região levou a um abaixamento de M_s e M_f , conforme equações apresentadas na Tabela 3, impossibilitando a transformação martensítica. Utilizando o mesmo raciocínio, os braços dendríticos (fase marrom na Figura 50 e Figura 51) são, então, resultado da transformação martensítica, uma vez que a segregação durante a solidificação levou ao empobrecimento de elementos de liga nestas regiões, que conseqüentemente apresentam maiores valores de M_s e M_f , possíveis de serem atingidos no tratamento térmico de têmpera realizado.

Devido ao elevado teor de C contido na liga utilizada no trabalho, a martensita encontrada nestas amostras é do tipo lenticular, com presença de austenita retida entre as agulhas de martensita, além de *midribs*, como pode ser observado na Figura 54.

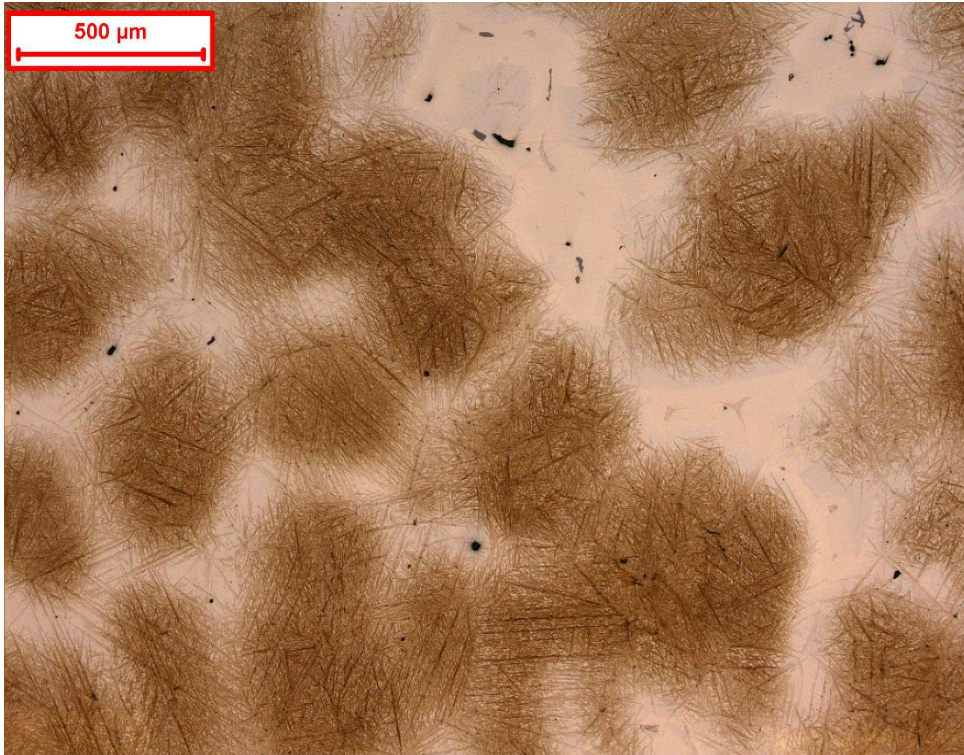
Figura 54 – Martensita lenticular de alto carbono (Amostra ND-0h).



Fonte: (Autor).

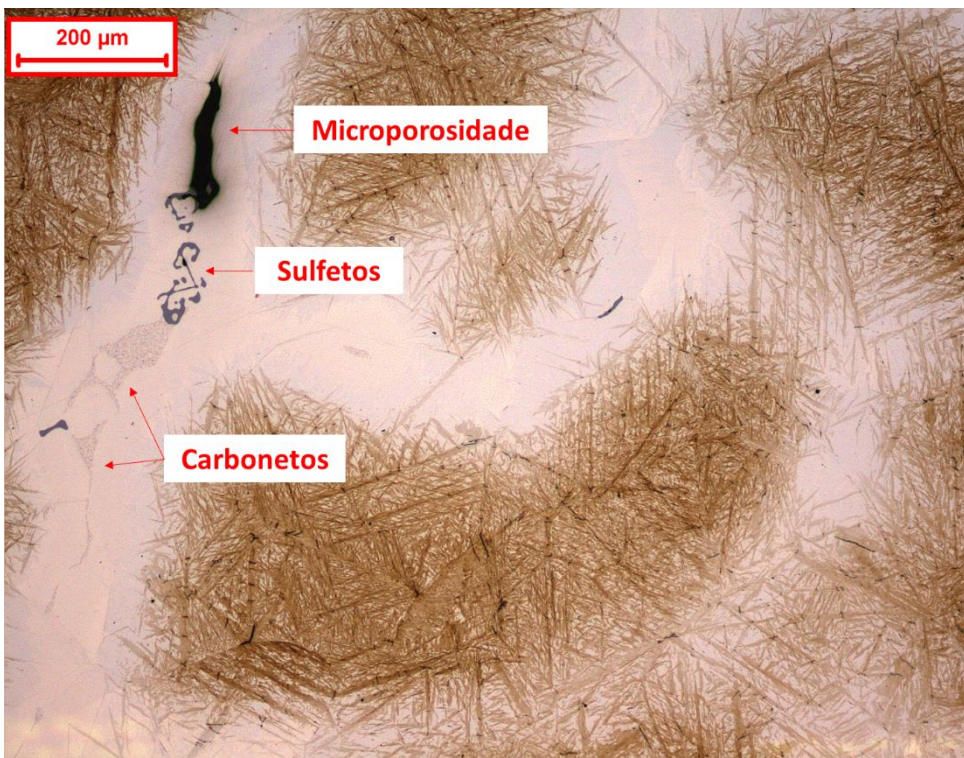
Quando analisadas as amostras sem deformação após o tratamento térmico por 8h ou 16h a 1200°C, é possível notar uma pequena diferença quando comparadas às amostras sem tratamento térmico. A microestrutura predominante continua sendo formada pelas fases martensita do tipo lenticular nos braços dendríticos e austenita na região interdendrítica, com a presença de microvazios, carbonetos e sulfetos na região interdendrítica, porém, percebe-se uma maior nitidez entre as fases martensita e austenita, além de um engrossamento das agulhas martensíticas, sendo indício da ocorrência de uma alteração microestrutural nas amostras após os tratamentos térmicos. Além disso, houve uma pequena alteração na quantidade de carbonetos nas regiões interdendríticas. Tais alterações podem ser explicadas pelos longos períodos em alta temperatura, que levaram a uma dissolução dos carbonetos existentes e aumento na %C na matriz. A Figura 55 e a Figura 56 mostram a microestrutura da amostra após 8h de homogeneização e a Figura 57 e Figura 58 após 16h de homogeneização.

Figura 55 – Amostra não deformada com 8h de homogeneização (Amostra ND-8h).



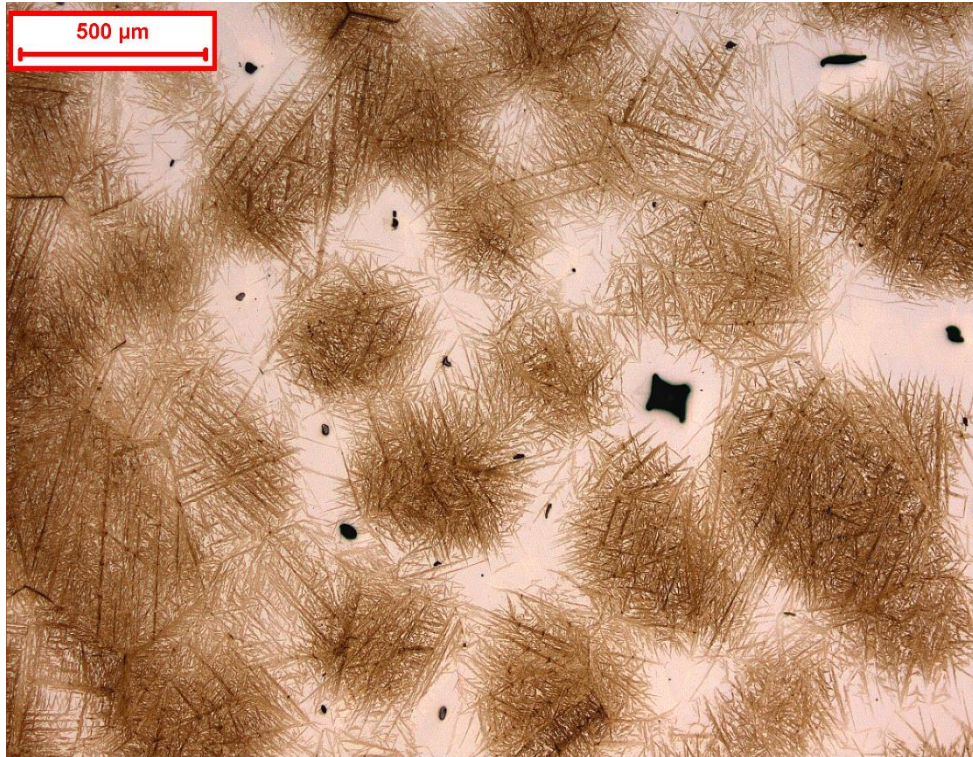
Fonte: (Autor).

Figura 56 – Carbonetos e sulfetos precipitados na região interdendrítica (Amostra ND-8h).



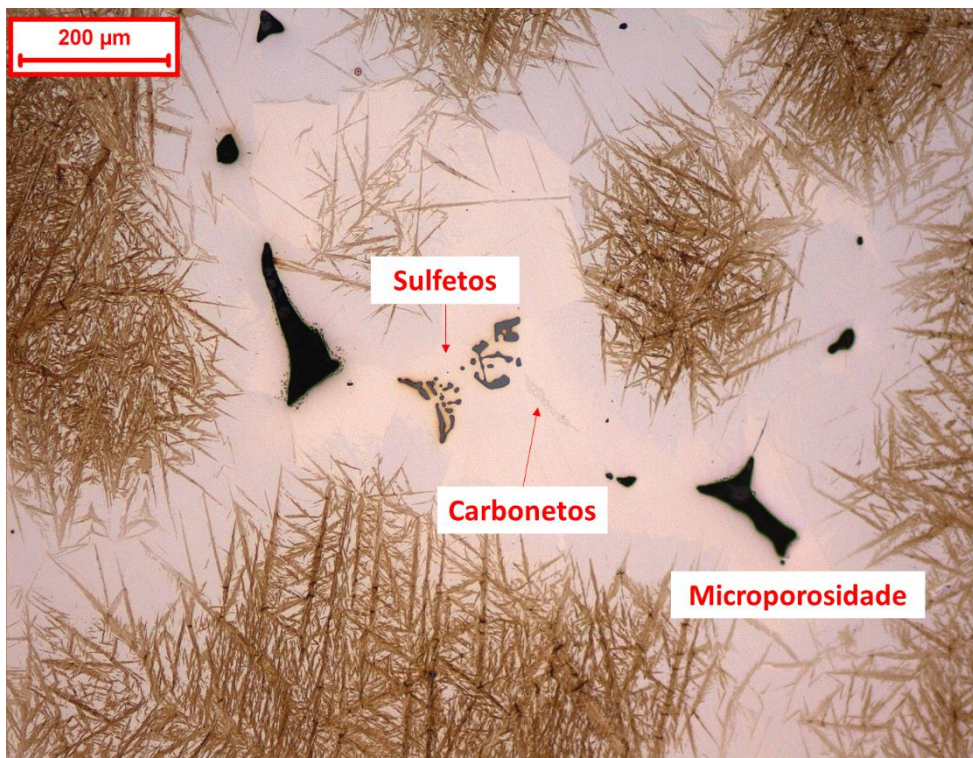
Fonte: (Autor).

Figura 57 – Amostra não deformada com 16h de homogeneização (Amostra ND-16h).



Fonte: (Autor).

Figura 58 – Carbonetos e sulfetos precipitados na região interdendrítica (Amostra ND-16h).

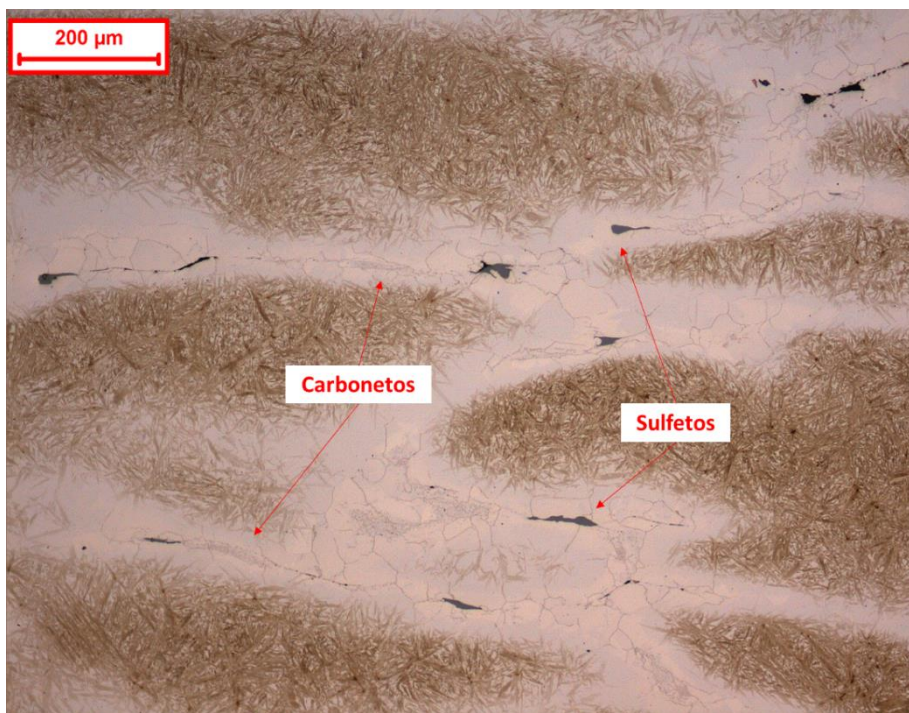


Fonte: (Autor).

4.1.1.2 Amostras deformadas

Nas amostras deformadas plasticamente as fases encontradas foram as mesmas das amostras não deformadas, independentemente do tempo de tratamento térmico realizado, composta pelas fases martensita do tipo lenticular nos braços dendríticos e austenita na região interdendrítica, além da presença de microvazios, carbonetos e sulfetos na região interdendrítica. Porém, devido à deformação imposta nas amostras, os braços dendríticos não são mais observados, pois foram destruídos durante a laminação, que também causou o bandejamento da estrutura. Além disso, a laminação imposta nas amostras também foi responsável pelo alinhamento dos carbonetos, microvazios e sulfetos no sentido da deformação. A Figura 59, Figura 60 e Figura 61 mostram as microestruturas da amostra com 0,6 de deformação com 0h, 8h e 16h de homogeneização, respectivamente. As microestruturas para as amostras com 1,3 de deformação com 0h, 8h e 16h de homogeneização pode ser observada na Figura 62, Figura 63 e Figura 64, respectivamente. Assim como nas amostras não deformadas, nota-se uma maior nitidez entre as fases martensita e austenita, além do engrossamento das agulhas martensíticas e uma redução na quantidade de carbonetos, efeitos provocados pelo tratamento térmico em alta temperatura.

Figura 59 – Amostra com 0,6 de deformação sem homogeneização. Observa-se o bandejamento da estrutura e alinhamento dos precipitados na direção de laminação (Amostra 22D-0h).



Fonte: (Autor).

Figura 60 – Amostra com 0,6 de deformação com 8h de homogeneização (Amostra 22D-8h).



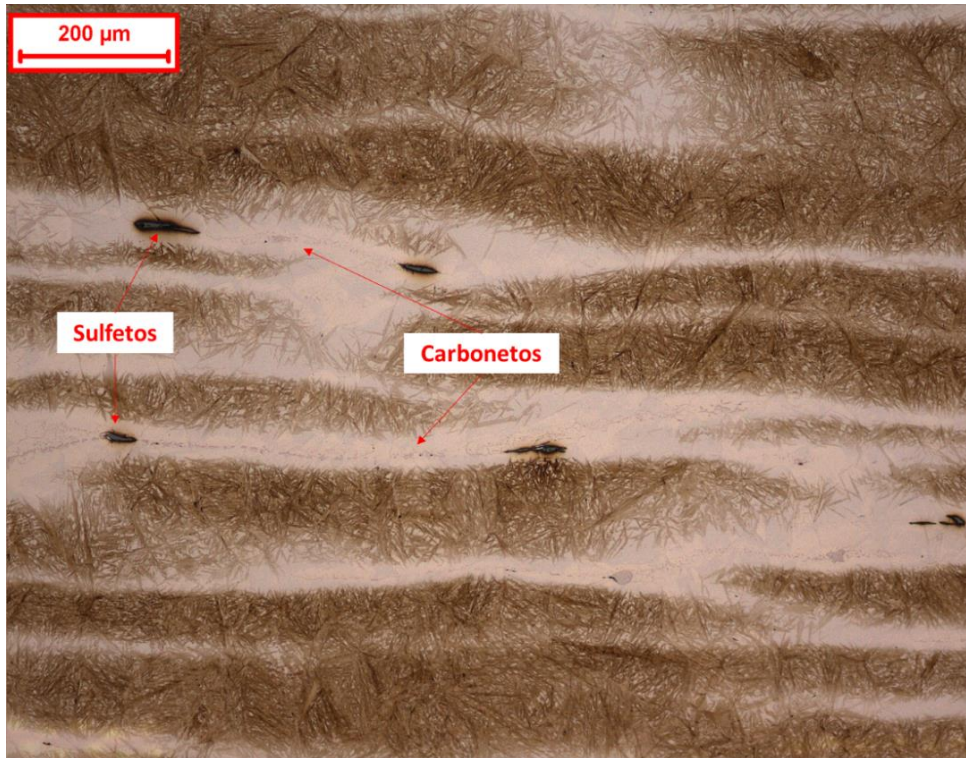
Fonte: (Autor).

Figura 61 – Amostra com 0,6 de deformação com 16h de homogeneização (Amostra 22D-16h).



Fonte: (Autor).

Figura 62 – Amostra com 1,3 de deformação sem homogeneização. Observa-se o bandejamento da estrutura e alinhamento dos precipitados na direção de laminação (Amostra 11D-0h).



Fonte: (Autor).

Figura 63 – Amostra com 1,3 de deformação com 8h de homogeneização (Amostra 11D-8h).



Fonte: (Autor).

Figura 64 – Amostra com 1,3 de deformação com 16h de homogeneização (Amostra 11D-16h).



Fonte: (Autor).

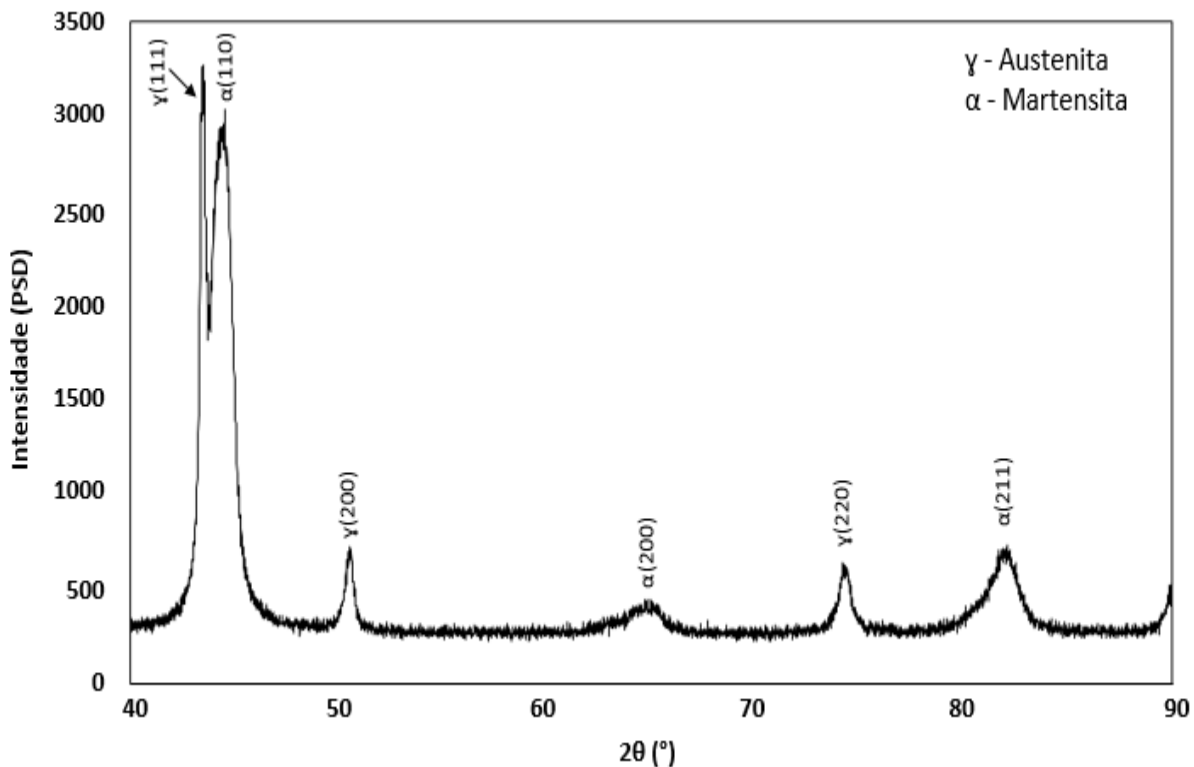
Importante notar nas figuras acima o fato da laminação ter sido responsável pela aproximação das distâncias entre duas regiões martensíticas (ou austeníticas), e como era de se esperar, quanto maior foi a deformação imposta, mais próximas estas regiões se encontravam, como pode ser observado na Figura 59 e Figura 62. Do ponto de vista do processo difusivo, esta aproximação de duas regiões da mesma fase acarreta na redução da distância de difusão, que neste caso se dá pela aproximação do centro da região interdendrítica com o centro da região martensítica. Esta redução da distância de difusão promovida pela deformação deve atuar no sentido de acelerar o processo difusivo, reduzindo os tempos para que ocorra a homogeneização do material, objetivo final de estudo deste trabalho.

4.1.2 Ensaios de Dureza e Difratomia de Raios-X

Para auxiliar na caracterização das fases martensita e austenita, foi realizado difratometria de raios-X e medições de dureza por microindentação Vickers.

Os difratogramas de raios-X obtidos para todas as amostras apresentam as mesmas características, ou seja, os picos foram detectados nas mesmas posições de varredura (ângulo 2θ). A Figura 65 mostra o difratograma obtido para a amostra com 1,3 de deformação e 8h de tratamento térmico.

Figura 65 – Difratograma de raios-X da amostra com 1,3 de deformação e 8h de homogeneização (Amostra 11D-8h).

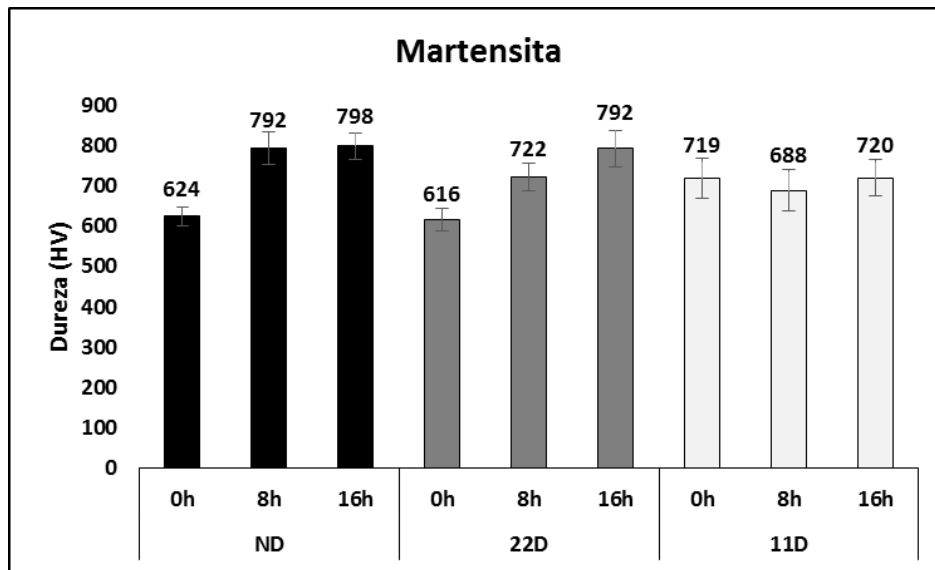


Fonte: (Autor).

Nos difratogramas obtidos foi detectada a presença das fases martensita e austenita, corroborando com o observado nas análises microestruturais. Porém, não foram detectados nos difratogramas picos relacionados aos carbonetos encontrados nas análises com microscópio óptico. Tal fato pode estar relacionado ao pequeno volume de carbonetos presentes na amostra, não apresentando picos com intensidades observáveis.

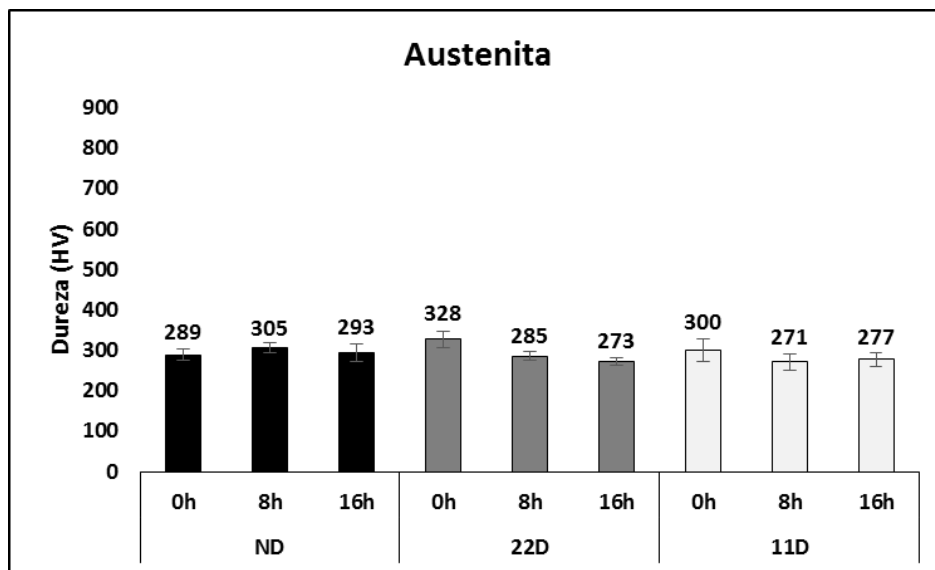
As durezas encontradas nas regiões martensíticas e austeníticas estão apresentadas na Figura 66 e Figura 67, respectivamente.

Figura 66 – Dureza Vickers das regiões martensíticas.



Fonte: (Autor).

Figura 67 – Dureza Vickers das regiões austeníticas.



Fonte: (Autor).

Os valores de dureza encontrados para a fase martensítica estão coerentes com o relatado de Meng, Sugiyama e Yanagimoto (2014), que encontraram valores de dureza entre 625 e 750 HV em um aço ferramenta temperado e não revenido. Analisando as durezas obtidas para as amostras ND e 22D observa-se que o aumento no tempo de tratamento térmico levou à um aumento na dureza das amostras, fato que não foi observado nas amostras 11D, nas quais, independentemente do tempo de tratamento térmico, a dureza permaneceu constante.

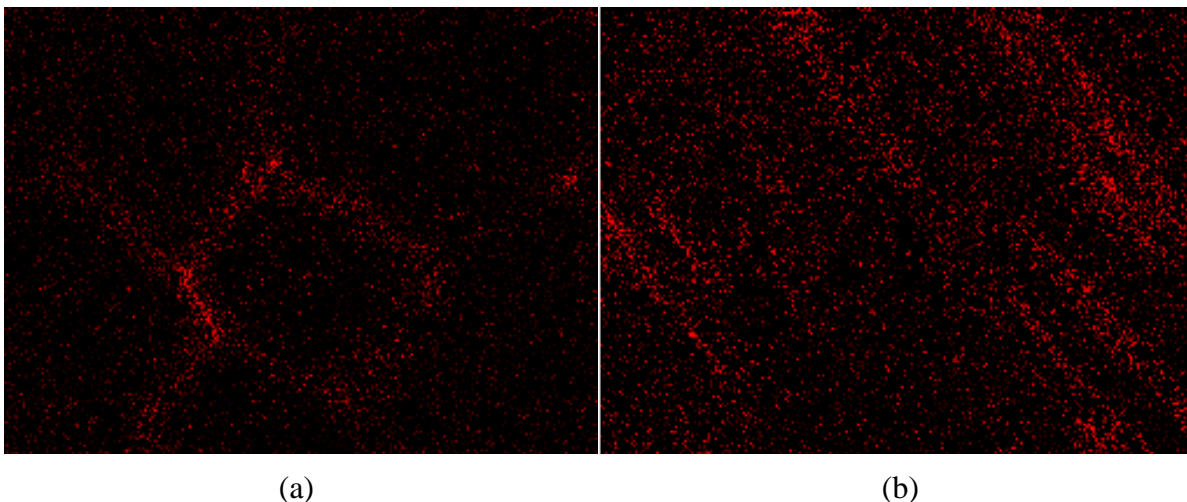
As durezas encontradas para a fase austenita estão de acordo como trabalho de Roa *et al.* (2015) que encontraram valores de dureza para a fase austenita em torno de 319 HV em um aço inoxidável austenítico. Diferente do observado para a fase martensita, os valores de dureza da fase austenita não apresentaram variação em relação à deformação sofrida pelas amostras ou o tempo de tratamento térmico.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA MICROSEGREGAÇÃO E HOMOGENEIZAÇÃO

Foi utilizado MEV e EDS para realizar uma análise qualitativa e quantitativa do elemento Cr presente nas dendritas e na região interdendrítica, fases martensíticas e austeníticas respectivamente. Para a diferenciação das 2 fases, foi utilizado o método de elétrons retroespalhados.

Por meio de uma análise qualitativa de mapeamento do elemento Cr, é possível observar como este elemento se encontra distribuído na microestrutura do material. A Figura 68 mostra este mapeamento para a amostra não deformada e com 1,3 de deformação ambas com 0h de homogeneização.

Figura 68 – Mapas de distribuição do elemento Cr na microestrutura das amostras: (a) sem deformação e 0h de homogeneização (Amostra ND-0h); e (b) 1,3 de deformação e 0h de homogeneização (Amostra 11D-0h).



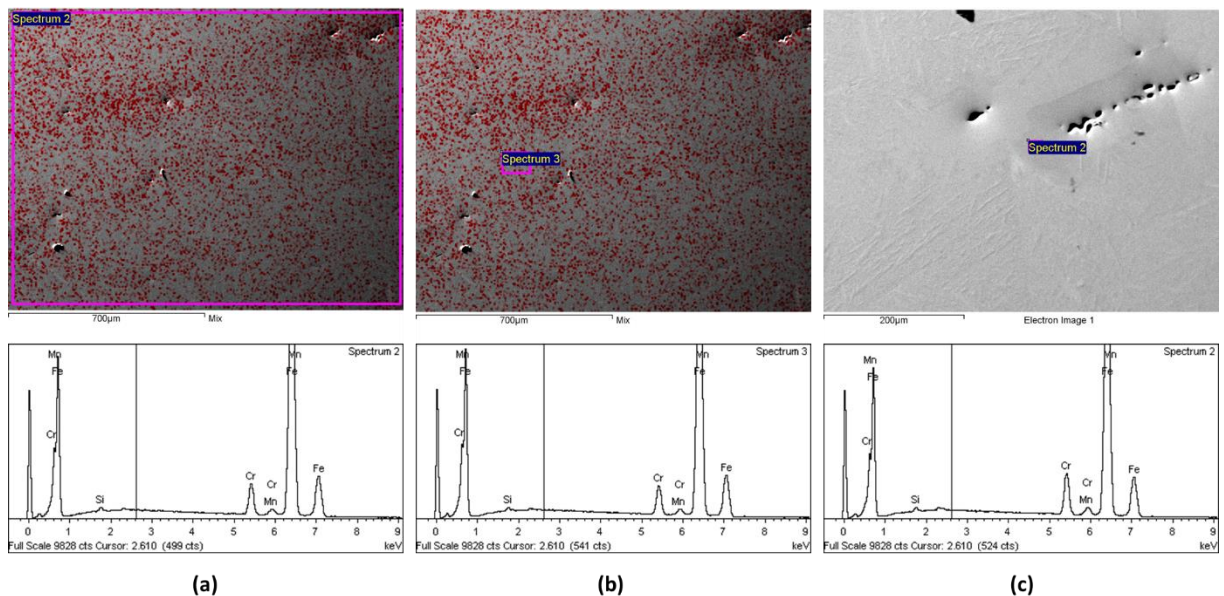
Fonte: (Autor).

É possível observar na Figura 68 que na amostra não deformada o Cr se apresentava concentrado no contorno de grão. Também se notam pontos nos contornos de grão com uma concentração de Cr ainda maior do que no resto do contorno, sugerindo a presença de um

carboneto. Além disso, a diferença entre a concentração de Cr no interior do grão e no contorno é nítida, evidenciando a segregação ocorrida durante a solidificação. Já na amostra deformada, o Cr se apresenta distribuído na forma de linhas paralelas, alinhadas com o sentido de laminação, porém, a distância entre regiões mais e menos concentradas do elemento são menores quando comparadas com a amostra sem deformação.

Para a determinação quantitativa do teor de Cr nas amostras e em diferentes regiões da mesma, foi realizado uma análise por área com EDS, conforme ilustrado na Figura 69.

Figura 69 – Quantificação do Cr através de análise por área em diferentes regiões: (a) amostra, (b) braços dendríticos e (c) regiões interdendríticas (Amostra 11D-16h).



Fonte: (Autor).

Os valores encontrados estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 – Percentual médio de Cr na: amostra (A), braços dendríticos (D) e regiões interdendríticas (I).

Região	ND			22D			11D		
	0h	8h	16h	0h	8h	16h	0h	8h	16h
A	4,8	4,9	5,0	5,0	5,0	5,4	4,8	5,1	5,1
D	4,2±0,1	4,2±0,3	4,5±0,2	4,2±0,2	4,4±0,2	4,5±0,2	4,2±0,2	4,3±0,3	4,6±0,1
I	7,0±0,4	6,9±0,1	6,9±0,2	7,1±0,2	6,9±0,4	7,1±0,1	7,1±0,1	7,0±0,4	6,8±0,3

Fonte: (Autor).

Pode-se observar que devido à segregação que ocorre no lingote durante a solidificação, as concentrações globais de Cr nas amostras (região A na Tabela 8) são maiores do que a composição química especificada para a liga (Tabela 4). Conforme esperado, também se pode observar um teor de Cr ainda mais elevado na região interdendrítica, proveniente da microsegregação do elemento para estas regiões durante a solidificação, esta segregação faz com que o teor de Cr nas regiões interdendríticas aumente em até 70% quando comparado com a região dendrítica.

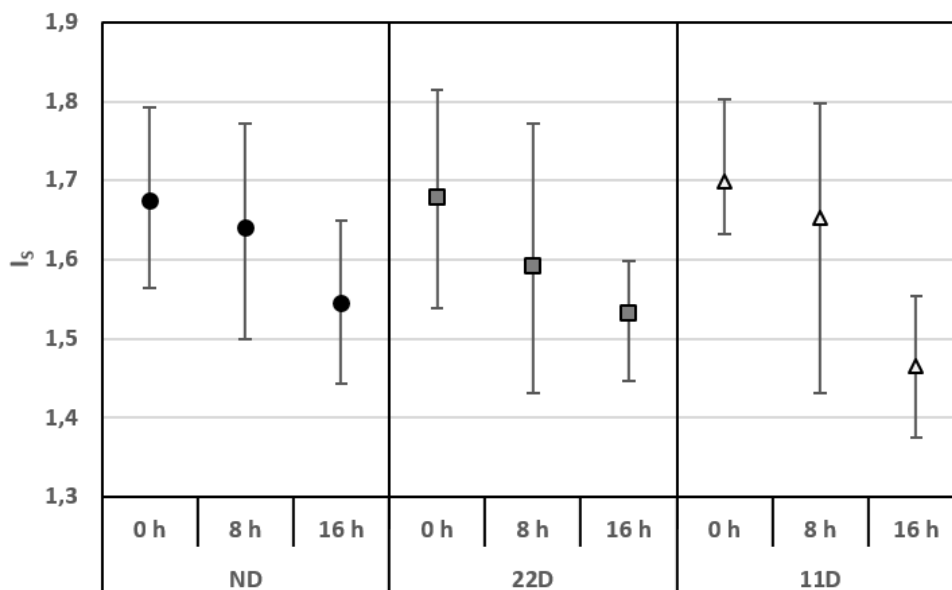
Utilizando os teores de Cr obtidos nas diferentes regiões foi calculado o índice de microsegregação (I_s) para cada amostra. Os resultados estão apresentados na Tabela 9 e também na Figura 70, a fim de facilitar a interpretação.

Tabela 9 – Valores do índice de microsegregação (I_s) para o Cr calculado para as diferentes deformações e tempo de tratamento térmico.

I_s	ND			22D			11D		
	0h	8h	16h	0h	8h	16h	0h	8h	16h
Máximo	1,8	1,8	1,6	1,8	1,8	1,60	1,8	1,8	1,5
Médio	1,7	1,6	1,5	1,7	1,6	1,5	1,7	1,6	1,5
Mínimo	1,6	1,5	1,4	1,5	1,4	1,4	1,6	1,4	1,4

Fonte: (Autor).

Figura 70 – Variação do índice de microsegregação (I_s) para o Cr, em função da deformação e do tempo de tratamento térmico de homogeneização.



Fonte: (Autor).

Analisando a Figura 70 percebe-se que apenas a influência da deformação plástica não é suficiente para alterar o índice de microsegregação do Cr significativamente, como o resultado mostrado na Figura 25 para o P. Todas as amostras antes do tratamento de homogeneização apresentaram valor de I_s médio muito próximos, de aproximadamente 1,7. Chen *et al.* (2011) concluiu em seu trabalho que, durante a deformação a quente de um aço 1Cr0.5Mo, o Cr apresenta uma taxa de segregação muito baixa, e não apresenta diferença de concentração no contorno de grão em amostras no estado deformado e não deformado. Assim, era de se esperar que apenas a deformação não alterasse o I_s do Cr, e este resultado está de acordo com o observado neste trabalho.

Quando analisado a influência do tempo de tratamento térmico, percebe-se a tendência de melhora na homogeneização (menores I_s) em todas as amostras com o aumento no tempo de homogeneização, isso se deve, pois, o aumento do tempo de tratamento significa maiores tempos para que a difusão aconteça. Para as três condições de deformação, com 8h de homogeneização houve uma redução no I_s da ordem de 4%, quando comparadas amostras com mesma quantidade de deformação, porém sem o tratamento térmico, ficando o valor de I_s de aproximadamente 1,6. A melhora no I_s com este tempo de tratamento térmico não foi significativa em relação às amostras sem tratamento térmico. Assim, conclui-se que 8h não são suficientes para que ocorra uma significativa homogeneização das microsegregações, independentemente do grau de deformação das amostras. Esse resultado está de acordo com o observado por Pereira (2015). Diferentemente do tratamento térmico com 8h, para tempos de tratamento de 16h houve uma redução significativa no I_s , da ordem de 10%, mostrando a influência que o tempo de tratamento tem no tratamento térmico de homogeneização.

Quando analisado em conjunto os efeitos da deformação plástica com o tempo de tratamento térmico de 16h pode-se perceber a influência benéfica que a deformação pode causar na homogeneização. O melhor valor de I_s (1,47) foi obtido na amostra com 1,3 de deformação e 16h de tratamento térmico (condição prévia mais favorável para que houvesse uma homogeneização mais rápida), sendo este valor 15% menor quando comparado com a amostra sem deformação e sem tratamento térmico, mostrando uma melhora significativa na homogeneização do material. Além disso, a amostra 11D-16h foi a única que apresentou condição de deformação e tempo de tratamento térmico na qual as variações dos valores do I_s não se sobrepõem, quando comparado com a amostra na mesma condição de deformação, porém sem tratamento térmico (11D-0h).

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi utilizado um lingote de grande porte (9,5t) fundido em uma liga de aço ferramenta para trabalho a frio similar ao AISI A2 para avaliar a influência da deformação plástica prévia no tratamento térmico de homogeneização. Foram caracterizadas as microestruturas de amostras da região central do lingote antes e após os tratamentos térmicos realizados a 1200°C por 8h ou 16h, nas condições sem deformação, com 0,6 ou 1,3 de deformação. O Índice de Microsegregação (I_s) foi calculado para cada amostra para avaliar os tratamentos térmicos nas diversas condições de deformação. Através dos resultados obtidos pode-se concluir:

- A concentração de Cr na região central do lingote é aproximadamente 67% maior do que o valor global da liga. Esse aumento na concentração de Cr é devido à segregação que ocorre durante a solidificação.
- A microestrutura das amostras retiradas da região central do lingote é composta por uma estrutura dendrítica com a presença de microporosidades, carbonetos de cromo e sulfetos de manganês formados durante a solidificação do lingote, conforme foi mostrado pela concentração dos elementos, quando analisados através de mapas de distribuição, precipitados na região interdendrítica, preferencialmente nos contornos de grãos.
- Após a têmpera, os braços dendríticos se apresentam como uma microestrutura martensítica do tipo lenticular, típica de aços com elevado percentuais de C, e a região interdendrítica como uma estrutura formada por austenita retida, não transformada em martensita durante a têmpera devido ao abaixamento de M_s e M_f promovido pela maior concentração de elementos de liga segregados para estas regiões.
- A deformação plástica alterou a estrutura eliminando o aspecto dendrítico da mesma, alinhando as microestruturas martensíticas e austeníticas na direção de deformação, causando o bandeamento da microestrutura.
- O tratamento térmico alterou a morfologia da estrutura dendrítica, tornando as fases martensita e austenita mais nítidas, além de ter provocado o engrossamento das agulhas martensíticas.
- Apenas a deformação das amostras não foi suficiente para alterar a homogeneização do Cr no material, não havendo alteração do I_s para este elemento.

- Tempos maiores de tratamento térmico a 1200°C levaram a melhores condições de homogeneização, reduzindo o I_s médio em 4% e 10% para os tratamentos térmicos por 8h e 16h, respectivamente, independentemente do nível de deformação imposto às amostras (com exceção da amostra com 1,3 de deformação e 16h de tratamento térmico, na qual o I_s médio reduziu em 15%).
- Nas condições de deformação estabelecidas, não foi possível observar um efeito na homogeneização significativo para tempos de tratamento térmico menores do que 16h.
- O melhor valor de I_s foi obtido na amostra com 1,3 de deformação e 16h de homogeneização, sendo a única condição de deformação na qual a variação dos valores de I_s não se sobrepôs aos valores obtidos para a amostra com o mesmo nível de deformação e sem tratamento térmico, mostrando influência benéfica que a deformação pode causar no tratamento térmico de homogeneização.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Utilizar outras técnicas para caracterização da homogeneização em lingotes de aço, como:

- Medição da fração de austenita retida;
- Medição das propriedades mecânicas;
- Avaliação de outros elementos segregados.

REFERÊNCIAS

- AHMED, M. *et al.* Influence of Banded Structure on the Mechanical Properties of a High-Strength Maraging Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 6, 165-171 p., Apr. 1997.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook: Forming and Forging**. 9th ed. Ohio: ASM, 1978. 2110 p.
- BADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. **Steels Microstructure and Properties**. Ed. 3. Elsevier, 2006.
- CAMPBELL, J. **Structure, defects and properties of the finished casting**. Ed. 2. Oxford, Butterworth-Heinemann, 2003.
- CAMPOS FILHO M.P.; DAVIES, G.J. **Solidificação e fundição de metais e suas ligas**. 1ª Ed. São Paulo, SP: Editora da Universidade de São Paulo, 1978.
- CAO, Y. F.; CHEN, Y.; LI, D. Z. Li. Formation mechanism of channel segregation in carbon steels by inclusion flotation: X-ray microtomography characterization and multi-phase flow modeling. **Acta Materialia**, 107 v., 325–336 p., Apr. 2016.
- CELADA, C. *et al.* Chemical banding revealed by chemical etching in a cold-rolled metastable stainless steel. **Materials Characterization**, v. 84, 142–152 p., Oct. 2013.
- CHEN, X. M. *et al.* Solute grain boundary segregation during high temperature plastic deformation in a Cr–Mo low alloy steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, 25–26 n., 7663–7668 p., Sep. 2011.
- COLE, G.S. Inhomogeneities and Their Control via Solidification. **Metallurgical Transactions**, v. 2, 357-370 p., Feb. 1971.
- COSTA E SILVA, A.L.V.; MEI, P.R. **Aços e Ligas Especiais**. 3ª Ed. São Paulo, SP: Editora Blucher, 2010.
- DEL SANT, R. **Estudo da transformação da austenita retida em martensita induzida por deformação plástica em aços multifásicos**. 2010. 160 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica na área de Projetos e Materiais) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.
- DURAND-CHARRE, M. **Microstructure of Steels and Cast Irons**. Ed. Springer, 2003.
- ENNIS, B. L. *et al.* The role of aluminium in chemical and phase segregation in a TRIP-assisted dual phase steel. **Acta Materialia**, v. 115, 132–142 p., Aug. 2016.
- FERREIRA, C. B.; MODENESI, P. J.; SANTOS, D. B. Crescimento anormal do grão austenítico e sua influência na fração volumétrica de austenita retida após a têmpera de um aço ABNT 5135. **Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração**, 12 v., n. 1, 50–57 p., 2015.

FLEMINGS, M.C. Solute Segregation. **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**, 8752-8755 p., 2001.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. 2ª Ed. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2007.

GE, H.; LI, J.; HAN, X.; XIA, M.; LI, J. Dendritic model for macrosegregation prediction of large scale castings. **Journal of Materials Processing Technology**, 227 v., 308–317 p., Jan. 2016.

GOSH, A. *et al.* Effect of microstructural parameters, microtexture and matrix strain on the Charpy impact properties of low carbon HSLA steel containing MnS inclusions. **Materials Science and Engineering: A**, 613 v., 37–47 p., Sep. 2014.

HUFENBACH, J. *et al.* Effect of short-term tempering on microstructure and mechanical properties of high-strength FeCrMoVC. **Acta Materialia**, v. 60, n. 11, June 2012, 4468-4476 p., Jun. 2012.

IMBERT, C.A.C.; MCQUEEN H.J. Dynamic recrystallization of A2 and M2 tool steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 313, 104-116 p., Aug. 2001.

KHEIRANDISH, S. *et al.* Effect of Heat Treatment on Microstructure of Modified Cast AISI D3 Cold Work Tool Steel. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 17, n. 9, 40-45 p., Sep. 2010.

KOBAYASHI, S. Solute redistribution during solidification with diffusion in solid phase: a theoretical analysis. **Journal of crystal growth**, v. 88, 87-96 p., Apr. 1988.

KOHN, A.; DOURMEC, J. Etude autoradiographique de l'influence du forgeage sur la ségrégation dendritique du phosphore dans les lingots d'acier. **Revue de Metallurgie**, v. 2, n. 3, 1955.

KRAUSS, G. Martensite in steel: strength and structure. **Materials Science and Engineering: A**, v. 273–275, 40-57 p., Dec. 1999.

KRAUSS, G. Solidification, Segregation, and Banding in Carbon and Alloy Steels. **Metallurgical and Material Transactions AIME**, v. 34B, 781-792 p., Dec. 2003.

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. 2ª Ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2015.

LAGE, M.G.; COSTA E SILVA, A.L.V. Evaluating segregation in HSLA steels using computational thermodynamics. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 4, n. 4, 353–358 p., Oct. 2015.

LARÉN, I.; FREDRIKSSON, H. Relation between Ingot Size and Microsegregation. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, Stockholm, v. 1, 59-68 p., 1972.

LEAL, J. F. **Microsegregação e Tratamentos Térmicos de Homogeneização em Ligas Urânio-Nióbio (U-Nb)**. 1988. 82 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) - Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 1988.

LESOULT, G. Macroseggregation in steel strands and ingots: Characterization, formation and consequences. **Materials Science and Engineering: A**, 413–414 v., 19–29 p., Dec. 2005.

LI, J.; WU, M.; LUDWIG, A.; KHARICHA, A. Simulation of macrosegregation in a 2.45-ton steel ingot using a three-phase mixed columnar-equiaxed model. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, 72 v., 668–679 p., May 2014.

MA, D. *et al.* Influence of Thermal Homogenization Treatment on Structure and Impact Toughness of H13 ESR Steel. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 16, n. 5, 56-60 p., Sep. 2009.

MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J.D.T. **Microsegregação Em Ligas Metálicas Binárias**. EPUSP, 2000.

MENG, Y.; SUGIYAMA, S.; YANAGIMOTO, J. Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Cr–V–Mo steel processed by recrystallization and partial melting method. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 214, n. 1, 87-96 p., Jan. 2014.

MIAO, Z. *et al.* Quantitative analysis of homogenization treatment of INCONEL718 superalloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 21 v., n. 5, 1009–1017 p., May 2011.

NARASIAH, N.; RAY, K. K. Small crack formation in a low carbon steel with banded ferrite–pearlite structure. **Materials Science and Engineering: A**, 392 v., n. 1–2, 269–277 p., Feb. 2005.

NISHIYAMA, Z. **Martensitic Transformation**. 1ª Ed. New York, NY: Academic Press Inc., 1978.

NOGUEIRA, R. A. **Estudo da segregação e da homogeneização na liga Cu-50% Ni: influência da deformação e da recristalização na homogeneização**. 1995. 110 f. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

PATRA, S. *et al.* Effect of bimodal distribution in ferrite grain sizes on the tensile properties of low-carbon steels. **Materials Science and Engineering: A**, 538 v., 145–155 p., Mar. 2012.

PENHA, R.N.; VATAVUK, J.; COUTO, A.A.; PEREIRA, S.A de L.; SOUSA, S.A. de; CANALE, L. de C.F. Effect of chemical banding on the local hardenability in AISI 4340 steel bar. **Engineering Failure Analysis**, v.53, 59-68 p., Apr. 2015.

PEREIRA, L.F.M. **Influência do tratamento térmico de homogeneização na microestrutura de um aço utilizado na fabricação de cilindros de laminação para trabalho a frio.** 2015. 75 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

PETERSEN, J. R. B. **Determinação do coeficiente de transferência de calor em um aço ABNT/SAE 1045 através do ensaio Jominy.** 2012. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2012.

PICKERING, E.J. Macrosegregation in Steel Ingots: The Applicability of Modelling and Characterization Techniques. **ISIJ International**, Cambridge, v. 53, n. 6, 935-949 p., 2013.

PONTES FILHO, C.S; CARROZZO, G.T.M. A Tecnologia da fabricação de grandes peças forjadas. **Metalurgia –ABM**, v. 44, n. 364, 232-238 p., mar. 1998.

RAMAZANI, A. *et al.* The effect of martensite banding on the mechanical properties and formability of TRIP steels. **Materials Science and Engineering: A**, 651 v., 160–164 p., Jan. 2016.

ROA, J. J. *et al.* Dependence of nanoindentation hardness with crystallographic orientation of austenite grains in metastable stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, 645 v., 188–195 p., Oct. 2015.

SANG, B.; KANG, X.; LI, D. A novel technique for reducing macrosegregation in heavy steel ingots. **Journal of Materials Processing Technology**, 210 v., n. 4, 703–711 p., Mar. 2010.

SCHAEFFER, L. **Forjamento: Introdução ao Processo.** 2ª Ed. Porto Alegre, RS: Imprensa Livre, 2006.

SEMIATIN, S. L. *et al.* Analysis of the homogenization of a nickel-base superalloy. **Scripta Materialia**, 51 v., n. 6, 491–495 p., Sep. 2004.

SMALLMAN, R.E.; NGAN, A.H.W. **Modern Physical Metallurgy.** 8ª Ed. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2014.

TAKASAWA, K. *et al.* Diffusion of Cr and Fe in a High-Purity Fe-50 mass%Cr-8mass%W Alloy. **Materials Transaction: Japan Institute of Metals**, 43 v., n. 2, 178-181 p., 2002.

TILLER, W.A. *et al.* The redistribution of solute atoms during the solidification of metals. **Acta metallurgica**, v. 1, n. 4, 428-437 p., Jul. 1953.

THUINET, L.; COMBEAU, H. A new model of microsegregation for macrosegregation computation in multicomponent steels. Part I: theoretical formulation and algorithm. **Computational Materials Science**, v. 45, n. 2, 294–304 p., Apr. 2009.

TORKAR, M.; VODOPIVEC, F. Analysis of segregation in as-cast X40CrMoV51 steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 173, 313-316 p., Dec. 1993.

TOURRET, D.; GANDIN, C.-A. A generalized segregation model for concurrent dendritic, peritectic and eutectic solidification. **Acta Materialia**, v. 57, 2066–2079 p., Apr. 2009.

TSCHIPTSCHIN, A.P.; GOLDENSTEIN, H.; SINATORA, A. **Metalografia dos aços**. 1988.

WANG *et al.* Improvement of center segregation in high-carbon steel billets using soft reduction. **Journal of University of Science and Technology Beijing**, Beijing, v. 13, n. 3, 49-496 p., Dec. 2006.

WEINBERG, F.; BUHR, R. K. Homogenization of a low-alloy steel. **Journal of the Iron and Steel Institute**, Aug. 1969.

www.uddeholm.com – acessado em 12/11/2015.

www.villaresrolls.com – acessado em 17/06/2016.

YASO, M. *et al.* Microstructure of martensite in Fe–C–Cr steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 481–482, 770-773 p., May 2008.

YOO, H.; VISKANTA, R. Solute redistribution limit in coarsening dendrite arms during binary alloy solidification. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 40, n. 16, 3875-3882 p., Oct. 1997.