

ADRIANY RODRIGUES BARBOSA

**Análise dos mecanismos de endurecimento do aço AISI 300M
através de ciclos de transformações atérmicas**

Adriany Rodrigues Barbosa

**Análise dos mecanismos de endurecimento do aço AISI 300M
através de ciclos de transformações atérmicas**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Mestre Camila Cristina Silva do Prado

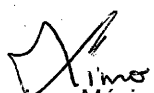
Coorientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein

Barbosa, Adriany Rodrigues
B238a Análise dos mecanismos de endurecimento do aço AISI 300M através
de ciclos de transformações atômicas / Adriany Rodrigues Barbosa –
Guaratinguetá, 2017.
61 f. : il.
Bibliografia: f. 58-61

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade
Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2017.
Orientadora: Me. Camila Cristina Silva do Prado
Co-orientador: Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein

1. Aço – tratamento térmico. 2. Aço de alta resistência.
3. Aço – Análise. 4. Microscopia. I. Título.

CDU 669.14


Luciana Máximo

Bibliotecária-CRB-8/3595

**ANÁLISE DOS MECANISMOS DE ENDURECIMENTO DO AÇO AISI 300M
ATRAVÉS DE CICLOS DE TRANSFORMAÇÕES ATÉRMICAS**

ADRIANY RODRIGUES BARBOSA

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
"GRADUADO EM NOME DO CURSO"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM NOME DO CURSO

Prof. Dr. MIGUEL ÁNGEL RAMÍREZ GIL
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Ms. CAMILA CRISTINA SILVA DO PRADO
Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN
UNESP-FEG


Ms. MAURÍCIO DE OLIVEIRA FILHO
UNESP-FEG

Dezembro de 2017

DADOS CURRICULARES

ADRIANY RODRIGUES BARBOSA

NASCIMENTO	09.08.1992 – Cachoeira Paulista / SP
FILIAÇÃO	Silvio José Barbosa Regina de Fatima Rodrigues Barbosa
2011/2018	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais Universidade Estadual Paulista – “Júlio de Mesquita Filho” Campus de Guaratinguetá.

DEDICATÓRIA

Aos meus familiares e de modo especial meus pais, *Silvio* e *Regina*, por todo incentivo, apoio e paciência.

AGRADECIMENTOS

A princípio agradeço a Deus por ter abençoado minha vida, dando-me oportunidade de aprendizado.

Aos meus pais, *Silvio e Regina*, por todo amor, carinho e auxílio nos momentos difíceis.

Ao meu irmão, *Silvio Junior*, por seu apoio, carinho e paciência.

À minha orientadora, *Mestre Camila Cristina Silva do Prado*, pelo auxílio, apoio e incentivo e entusiasmo na orientação deste trabalho.

Ao Prof. Dr. *Luis Rogerio de Oliveira Hein*, pelo incentivo, dedicação e auxílio neste trabalho.

Aos meus amigos, *Plinio, Geovani, Bruno, Adelvam, Vilmar, Ana Carolina e Amira*, pela amizade, apoio e carinho durante estes anos de faculdade.

Aos professores do Departamento de Materiais, por todo o auxílio e aprendizagem e experiências.

Aos técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, pela disposição e auxílio durante os experimentos.

Aos funcionários da Biblioteca da UNESP do Campus de Guaratinguetá, pela disposição e dedicação.

Agradeço a toda família e a todos que de alguma forma colaboraram para o término deste trabalho.

"A maior recompensa para o trabalho não é o
que se ganha, mas o que ele nos torna."

John Ruskin

RESUMO

O aço AISI 300M é um aço de baixa liga médio carbono e de ultra alta resistência. É derivado do aço SAE 4340, com a principal diferença sendo a adição de elementos de liga como o silício e vanádio. Este aço é amplamente utilizado na indústria aeroespacial, devido a sua excelente resistência à tração, tenacidade à fratura e resistência à fadiga. O objetivo deste trabalho é obter melhores propriedades para este aço, tal qual caracteriza-lo com métodos e equipamentos de fácil acesso e baixo custo. Para esse fim, ciclos de tratamentos térmicos foram realizados, procurando conseguir a nucleação de novos grãos ao final de cada ciclo. Com finalidade de analisar os resultados obtidos, a microscopia óptica foi utilizada com a análise da microestrutura sendo realizada com diferentes ataques químicos. Ensaio de dureza e difração de raios-x foram, do mesmo modo, realizados. A partir dos resultados obtidos, foi analisado que a têmpera em água como o melhor tratamento para refino dos grãos e Nital 3% como o melhor ataque químico.

PALAVRAS CHAVES: Aço AISI 300M. Tratamento térmico. Caracterização microestrutural.

ABSTRACT

AISI 300M steel is a low alloy medium-carbon and ultra-high strength alloy steel. It is derived from SAE 4340 steel, with a major difference being an addition of alloying elements such as silicon and vanadium. This steel is widely used in the aerospace industry due to its excellent tensile strength, fracture toughness and fatigue strength. The objective of this work is to obtain the best properties for this steel, as it characterizes it with methods and equipment of easy access and low cost. For this purpose, cycles of thermal treatments were performed, trying to achieve the nucleation of new grains at the end of each cycle. In order to analyze the obtained results, the optical microscopy was used with the microstructure analysis being carried out with different etchings. Hardness and X-ray diffraction tests were also performed. From the results obtained, it was analyzed that the quenching in water as the best treatment for grain refining and Nital 3% as the best etching.

KEYWORDS: AISI 300M Steel. Heat treatment. Microstructural characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Temperatura inicial martensítica (Ms) em função do teor de carbono nos aços. A geometria da microestrutura predominante também é representada.....	20
Figura 2.	Reprodução do tratamento térmico intercrítico (aquecimento até a temperatura intercrítica, seguido de têmpera).....	22
Figura 3.	Reprodução do tratamento térmico intercrítico (resfriamento a partir da temperatura de austenitização, até a temperatura intercrítica, seguida de têmpera).....	23
Figura 4.	Demonstração de uma difração.....	27
Figura 5.	Representação da difração de raios-x.....	28
Figura 6.	Esquema do funcionamento de um difratômetro de raios-x.....	29
Figura 7.	Representação de um difratograma de um material policristalino.....	30
Figura 8.	Esquema de contraste e de como a luz é refletida por causa do ataque químico....	33
Figura 9.	Diagrama TTT do aço AISI 300M.....	34
Figura 10.	Representação das rotas de tratamento térmico realizados.....	35
Figura 11.	Forno Tipo Mufla EDG Equipamentos 10P-S 7000.....	36
Figura 12.	Durômetro Otto-Wolpert-Weke Dia Testor 2Rc G.m.b.H LUDWIGSHAFEN a. RH.....	37
Figura 13.	Difratômetro Bruker D8 Advance ECO.....	38
Figura 14.	Politriz automática rotativa Allied MetPrep 3.....	39
Figura 15.	Microscópio Óptico Motorizado Zeiss Axio Imager Z2m.....	40
Figura 16.	Fluxograma das atividades e métodos utilizados.....	40
Figura 17.	Gráfico para resultados do ensaio de dureza Rockwell C.....	41
Figura 18.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% - 1 ciclo.....	43
Figura 19.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Picral 4% - 1 ciclo.....	43
Figura 20.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% + Picral 4% - 1 ciclo..	44
Figura 21.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% - 3 ciclo.....	44
Figura 22.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Picral 4% - 3 ciclo.....	45
Figura 23.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% + Picral 4% - 3 ciclo..	45

Figura 24.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% - 5 ciclo.....	46
Figura 25.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Picral 4% - 5 ciclo.....	46
Figura 26.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TA Nital 3% + Picral 4% - 5 ciclo...	47
Figura 27.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% - 1 ciclo.....	48
Figura 28.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Picral 4% - 1 ciclo.....	48
Figura 29.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% + Picral 4% - 1 ciclo...	49
Figura 30.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% - 3 ciclo.....	49
Figura 31.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Picral 4% - 3 ciclo.....	50
Figura 32.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% + Picral 4% - 3 ciclo..	50
Figura 33.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% - 5 ciclo.....	51
Figura 34.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Picral 4% - 5 ciclo.....	51
Figura 35.	Microscopia óptica aço 300M campo claro TB Nital 3% + Picral 4% - 5 ciclo..	52
Figura 36.	Difratograma de raios-x do aço 300M.....	53
Figura 37.	Difratograma de raios-x do aço 300M para TA.....	54
Figura 38.	Difratograma de raios-x do aço 300M para TB.....	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Composição química (% em massa) dos aços AISI 300M e SAE 4340 por ANAZAWA et al., 2012.....	17
Tabela 2.	Composição e uso dos principais reagentes químicos, Nital e Picral.....	33
Tabela 3.	Medidas da Dureza Rockwell C do aço AISI 300M.....	41
Tabela 4.	Tamanho aparente do cristalito para TA e TB.....	56
Tabela 5.	Diferença entre o ciclo 1 e os demais ciclos dos tamanhos aparentes dos cristalitos para TA e TB.....	56
Tabela 6.	Diferença entre os ciclos dos tamanhos aparentes dos cristalitos para TA e TB.....	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira De Normas Técnicas
AISI	American Iron Steel Institute
ASTM	American Society For Testing And Materials
CFC	Cúbica De Face Centrada
ISO	International Organization For Standardization
Mf	Temperatura Final Martensítica
Ms	Temperatura Inicial Martensítica
NBR	Norma Brasileira
SAE	Society For Automotive Engenieers
TCC	Tetragonal De Corpo Centrado
MEV	Microscópio Eletrônico De Varredura
MET	Microscópio Eletrônico De Transmissão
TTT	Tempo Temperatura Transformação
CDP	Corpo De Prova
TA	Tratamento A (900°C)
TB	Tratamento B (760°)
DMT	Departamento De Materiais E Tecnologia
FEG	Faculdade De Engenharia De Guaratinguetá
UNESP	Universidade Estadual Paulista
CF	Como Fornecida
AQ1	Ataque Químico 1 (Nital 3%)
AQ2	Ataque Químico 2 (Picral 4%)
AQ3	Ataque Químico 3 (Nital 3% + Picral 4%)
HRC	Dureza Rockwell C
FWHM	Full Width at Half Maximum

LISTA DE SÍMBOLOS

°	Grau
%	Porcentagem
C	Carbono
S	Enxofre
P	Fósforo
Si	Silício
Mn	Manganês
Cr	Cromo
Ni	Níquel
Mo	Molibdênio
Al	Alumínio
V	Vanádio
Cu	Cobre
Fe	Ferro
α	Ferrita
γ	Austenita
P	Perlita
M	Martensita
λ	Comprimento De Onda
nm	Nanômetro
θ	Ângulo De Incidência
d_{hkl}	Distância Entre Planos Cristalinos
n	Múltiplo Inteiro
H	Hidrogênio
mL	Mililitros
g	Gramas
min	Minutos
h	Horas
s	Segundos
L	Tamanho aparente do cristalito
β	Largura a meia altura (FWHM)
rad	Radianos
nm	Nanometro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	OBJETIVOS.....	16
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
3.1	AÇO AISI 300M.....	17
3.2	TRATAMENTOS TÉRMICO.....	18
3.2.1	Martensita.....	19
3.2.2	Têmpera.....	21
3.2.3	Tratamento intercrítico.....	21
3.2.4	Revenimento.....	23
3.3	ENSAIOS MECÂNICOS.....	24
3.3.1	Ensaio de dureza.....	24
3.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	26
3.5	MICROSCOPIA	30
3.5.1	Ataques químicos.....	32
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	34
4.1	MATERIAL.....	34
4.2	TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	34
4.3	ENSAIO DE DUREZA.....	36
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	37
4.5	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA.....	38
4.6	MICROSCOPIA E ANÁLISE DE IMAGENS.....	39
5	RESULTADOS.....	41
5.1	ENSAIO DE DUREZA.....	41
5.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....	42
5.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	53
6	CONCLUSÕES.....	57
	REFERÊNCIAS.....	58

1 INTRODUÇÃO

A indústria aeroespacial brasileira é uma indústria que agrega significantes benefícios para o progresso nacional, com o desenvolvimento técnico e científico das áreas necessárias à produção de peças e componentes (ANAZAWA, 2007).

Segundo a Associação das Indústrias Aeroespaciais do Brasil (AIAB), a indústria aeroespacial do Brasil está entre as maiores do Hemisfério Sul. Devido ao domínio tecnológico e a qualidade dos produtos, esta compete no mercado mundial. Sendo que a inovação tecnológica é um item muito importante para a competitividade.

Devido a necessidade de tecnologia de ponta para o contínuo progresso desta indústria, os processos de produção, recursos e materiais possuem um alto valor agregado, encarecendo a produção como um todo.

Como materiais, as ligas metálicas têm um papel importante na indústria aeroespacial. Estas são escolhidas devido à alta resistência específica (relação resistência/peso), elevada resistência mecânica à fadiga, soldabilidade e boa tenacidade à fratura. O aço AISI 300M, que é uma evolução do aço SAE 4340, possui estas características. Embora haja concordância o avanço tecnológico do aço 300M em relação ao aço 4340, este segundo ainda é mais utilizado por motivos econômicos como o custo unitário dos componentes (ANAZAWA, 2012).

O objetivo deste trabalho é obter melhores propriedades para o aço AISI 300M, tal qual caracteriza-lo com métodos e equipamentos de fácil acesso e baixo custo, para assim reduzir custos de produção.

2 OBJETIVOS

Analisar o endurecimento superficial de uma liga aeronáutica, AISI 300M, por ciclos de transformações atérmicas, através de ensaios mecânicos e análise de microestruturas por meio de técnicas de microscopia.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇO AISI 300M

O aço AISI 300M pertence a classificação de aços de baixa liga médio carbono e de ultra alta resistência. É um aço derivado do aço SAE 4340 cuja principal diferença é a adição de elementos de liga como o silício e vanádio. Na Tabela 1 pode ser observado as diferenças de composição química entre os dois aços (LIU et al., 2014; LIU et al., 2017).

Tabela 1 – Composição química (% em massa) dos aços AISI 300M e SAE 4340 conforme normas AMS 6419A (1970) e AMS 6359D (1980).

Elemento	Composição (% peso)	
	AISI 300M	SAE 4340
C	0,38-0,45	0,38-0,43
S	0-0,010	0-0,025
P	0-0,010	0-0,025
Si	1,45- 1,80	0,15-0,35
Mn	0,60-0,90	0,60-0,80
Cr	0,70-0,95	0,70-0,90
Ni	1,65-2,00	1,65-2,00
Mo	0,30-0,50	0,20-0,30
Cu	0-0,035	0-0,035
V	0,05-0,10	0

Fonte: AMS 6419A (1970) e AMS 6359D (1980).

A adição de silício aumenta a temperatura de têmpera em até 300°C melhorando assim a resistência do aço. Como resultado da maior temperabilidade ocorre o retardamento das transformações austeníticas, o que favorece o endurecimento por solução sólida. A adição de vanádio é usada para refinar os grãos, restringindo o crescimento do grão de austenita durante o tratamento (BRANDÃO, 2007; LIU et al., 2014; PHILIP, 1978). O molibdênio, por sua vez, melhora a resistência ao impacto após revenido (PRADO, 1990).

O carbono é o principal responsável pela resistência mecânica do aço AISI 300M. Um elevado endurecimento da liga ocorre quando o elemento é utilizado em altas concentrações, o que provoca a perda da tenacidade durante o tratamento térmico de têmpera e

consequentemente a fragilização da estrutura. Sendo assim, é necessária uma maior atenção no controle da concentração de carbono, de modo que esta seja mantida em níveis baixos, proporcionando melhora nas propriedades de soldabilidade e tenacidade à fratura (MEI e SILVA, 2006).

O processamento de fusão por indução a vácuo e refusão de arco em conjunto com estas modificações da liga, permitem que o aço 300M atinja níveis mais elevados de resistência mecânica em relação ao 4340 (ANAZAWA et al., 2012; TOMITA e OKAWA, 1993).

Devido a sua excelente resistência à tração, tenacidade à fratura e resistência à fadiga, o aço 300M é bastante utilizado na indústria aeroespacial. Alguns exemplos são a produção de partes de veículos de sondagem, veículo lançador de satélite e também de motores (propulsores) (ANAZAWA et al., 2006; ANAZAWA, 2007; ANAZAWA et al., 2011). Além da indústria aeroespacial este aço tem sido amplamente utilizado na fabricação de trens de pouso, central fuso, engrenagens de roda, e assim por diante (HE et al., 2012; LIU et al., 2014; LIU et al., 2017).

Apesar de haver consenso sobre o avanço tecnológico do aço 300M em relação ao 4340, o emprego do 4340 ainda predomina na maior parte das aplicações, possivelmente devido a fatores como custo unitário do material (ANAZAWA et al., 2012; SOUZA, 1998).

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Para diminuir os custos de produção, muitos metais não desenvolvem suas propriedades físicas e mecânicas máximas após a conformação, fundição ou laminação. Em geral, a estrutura tem maior influência sobre as propriedades do aço. Sendo que está é modificada, em maior ou menor escala, a partir de tratamentos térmicos (ANAZAWA, 2007).

Segundo MEI e SILVA (2006), o tratamento térmico deseja alterar as propriedades físicas e mecânicas de aços e ligas especiais a partir de ciclos de aquecimento e resfriamento. De acordo com condições controladas de atmosfera, temperatura, tempo e velocidade de resfriamento.

Dentro dos processos industriais, extensas faixas de temperaturas são utilizadas em tratamentos térmicos. Variando desde valores abaixo de zero (para estabilização) até 1280°C (para austenitização de aços rápidos) (MEI e SILVA, 2006).

É importante notar que, geralmente, a melhora de uma propriedade por meio de tratamento térmico é conseguida com a piora de outra, desse modo, o tratamento térmico deve ser escolhido e aplicado de forma criteriosa (ANAZAWA, 2007).

3.2.1 Martensita

A possibilidade de se desenvolver combinações ótimas de resistência e tenacidade é uma das características mais importantes nos aços como materiais de construção mecânica. Sendo que a estrutura martensita revenida é, principalmente, a que permite tais combinações (MEI e SILVA, 2006).

Martensita é o termo generalizado para microestruturas formadas por transformação de fase sem difusão. As fases dos pais e dos produtos em uma transformação martensítica têm uma relação cristalográfica específica. Em aços, isto ocorre de tal maneira que a austenita CFC experimenta uma transformação polimórfica para uma martensita TCC (ASM, 2004).

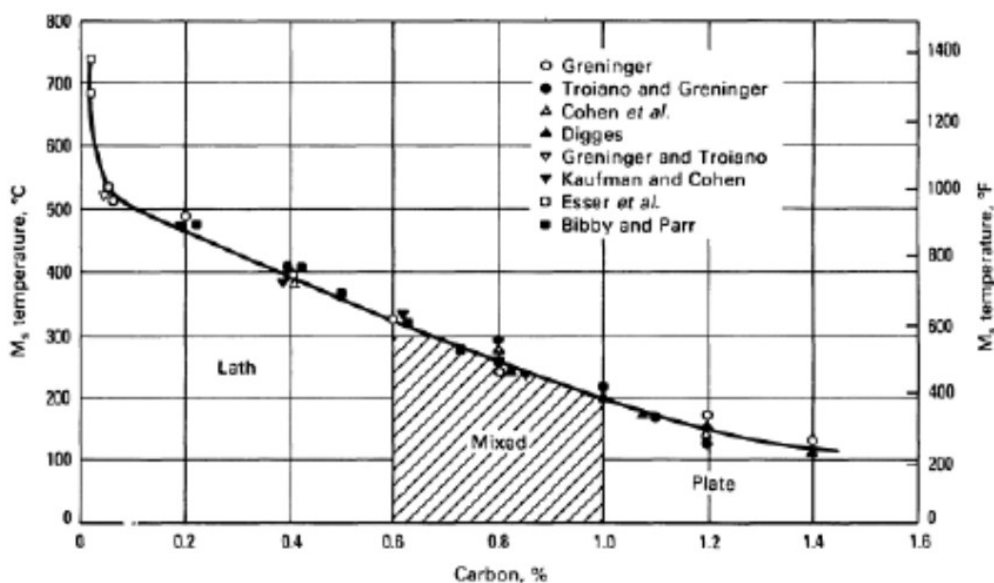
Existe uma variada gama para transformação martensítica, estruturas e subestruturas cristalinas de unidades martensíticas, nas quais todas podem variar de acordo com a composição de cada material. No geral, a martensita em aços possui mais carbono ou outros elementos de liga, que podem ser contidos, em condições de equilíbrio, na fase de ferrita.

Em ligas a base de ferro, a martensita é gerada por rápido resfriamento da austenita, a fase original. O rápido e ininterrupto resfriamento é necessário para evitar a decomposição da austenita por processos de difusão, que formariam produtos como ferrita ou perlita (CALLISTER, 2006).

A temperatura na qual a transformação martensítica começa, durante o resfriamento contínuo, é denominada como temperatura inicial martensítica (M_s). Sendo a M_s a quantidade de força motriz termodinâmica necessária para iniciar a transformação de cisalhamento de austenita em martensita. Geralmente, para aços, as temperaturas M_s estão entre 500°C e 200°C (ASM, 2004).

Na Figura 1 pode ser constatado como a M_s diminui consideravelmente com o aumento do teor de carbono em ligas de ferro-carbono e aços. Também é representada a geometria da microestrutura, sendo “*Lath*” (em forma de ripas), predominante em aços com baixo teor de carbono e “*Plates*” (em forma de agulhas), predominante em aços com alto teor de carbono.

Figura 1. Temperatura inicial martensítica (M_s) em função do teor de carbono nos aços. A geometria da microestrutura predominante também é representada.



Fonte: ASM (2004).

A temperatura final martensítica (M_f) é a temperatura na qual a transformação da martensita, em uma dada liga, está completa. Está é aproximadamente 120°C abaixo da M_s , apesar de que essa margem variar com a quantidade de carbono. Uma característica geral da transformação martensítica é que a quantidade de martensita formada depende principalmente da temperatura à qual a amostra é resfriada, e não do tempo na temperatura de transformação (ASM, 2004).

A transformação martensítica ocorre praticamente instantaneamente, visto que é uma transformação que não envolve difusão, os grãos de martensita se nucleiam e crescem em alta velocidade dentro da matriz de austenita. Portanto, para meios práticos, a taxa de transformação martensítica é independente do tempo (CALLISTER, 2006).

De acordo com a ASM (2004), os principais motivos para a alta resistência da martensita são:

- Alto grau de supersaturação de carbono alcançado na martensita;
- Tamanho do grão fino e subestrutura fina da martensita;
- Presença de elementos de liga de substituição.

3.2.2 Têmpera

De acordo com CHIAVERINI (2005), a têmpera consiste no rápido resfriamento do aço de uma temperatura superior à sua temperatura crítica em um meio, possuindo como objetivo a obtenção da estrutura martensítica.

Os meios mais utilizados para o resfriamento são água, óleo, salmoura ou mesmo ar, embora outros meios líquidos e gasosos possam ser empregados. A diferença entre estes são as capacidades de extração de calor distintas. Além do meio de têmpera, a taxa de extração de energia calorífica é influenciada pela geometria e pelo tamanho da amostra. Isto ocorre, pois, a energia calorífica deve ser transportada para a superfície antes de ser dissipada no meio de têmpera, havendo uma variação da taxa de resfriamento no interior da amostra (CALLISTER, 2006).

Como consequência da têmpera há redução da ductilidade, da tenacidade e o aparecimento de tensões internas consideráveis. Porém estes inconvenientes são eliminados ou atenuados ao realizar um tratamento térmico para alívio de tensões, como o revenimento.

As tensões internas são resultado do gradiente de calor entre o centro e a superfície da amostra. Para uma mesma amostra, estes gradientes serão maiores proporcionalmente quanto mais severo for o meio da têmpera. Estas tensões internas estão relacionadas com a contração do aço durante o resfriamento, a expansão referente à transformação martensítica, e a mudanças bruscas de secção e outros concentradores de tensões (MEI e SILVA, 2006).

Deformação plástica, ruptura e tensões residuais podem ocorrer devido as tensões resultantes das combinações destas tensões.

3.2.3 Tratamento intercrítico

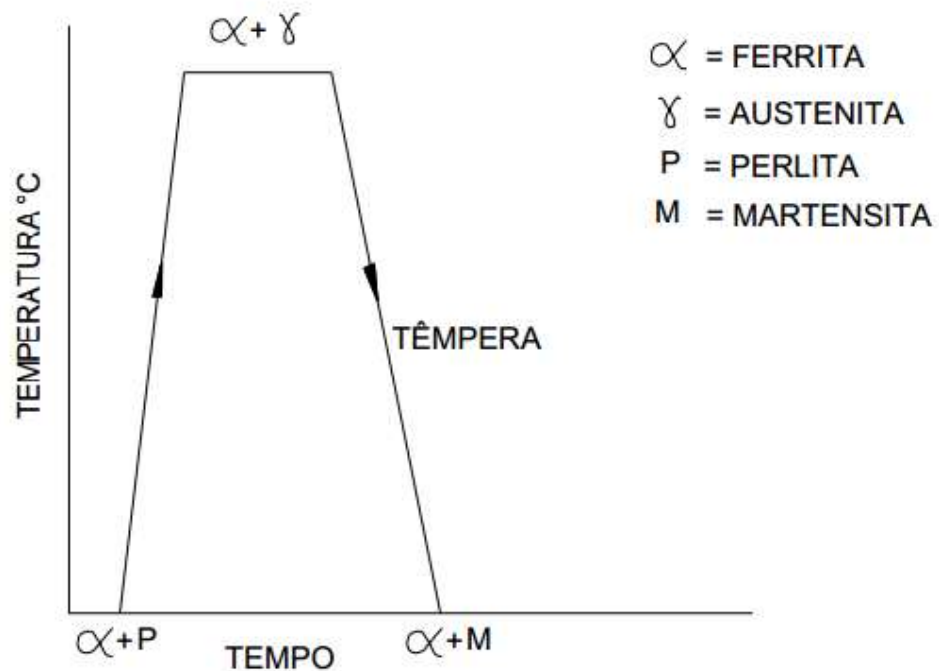
Conforme TAVARES et al. (1999), o tratamento térmico intercrítico constitui-se do recozimento intercrítico, seguido de um rápido resfriamento, com o intuito de promover a transformação da austenita em martensita. A temperatura empregada no tratamento intercrítico é baseada na composição química do aço e encontra-se na região de coexistência da ferrita e austenita.

Este processo é acessível e simples, e pode alcançar alta resistência, com estrutura de ferrita e martensita, para aços com baixo teor de carbono.

Para atingir uma microestrutura bifásica em aços de baixo carbono, o tratamento térmico intercrítico pode ser realizado de duas formas. No primeiro tratamento ocorre o aquecimento

até a temperatura intercrítica, seguido de têmpera, como é mostrado na Figura 2. Desta forma a microestrutura final obtida é composta de uma fase martensítica contínua, isolando as ilhas da fase ferrita (HASHIMOTO, 1989).

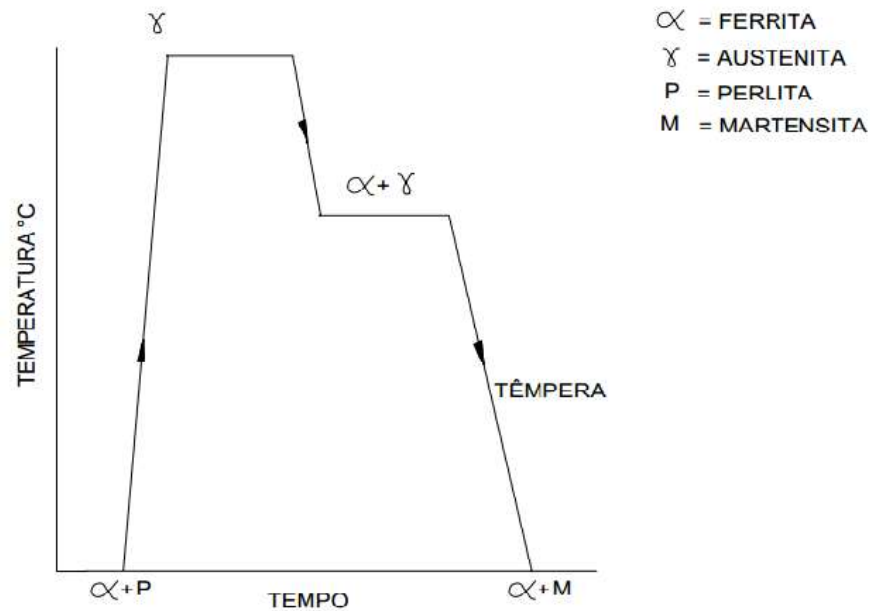
Figura 2. Reprodução do tratamento térmico intercrítico (aquecimento até a temperatura intercrítica, seguido de têmpera).



Fonte: Adaptado de Hashimoto (1989).

Na Figura 3 é demonstrado o segundo tratamento, onde ocorre resfriamento a partir de uma temperatura de austenitização, até uma temperatura intercrítica, em seguida ocorre a têmpera. Desta forma, a microestrutura final obtida é composta de uma matriz contínua de ferrita, isolando as ilhas de martensita. (HASHIMOTO, 1989).

Figura 3. Reprodução do tratamento térmico intercrítico (resfriamento a partir da temperatura de austenitização, até a temperatura intercrítica, seguida de têmpera).



Fonte: Adaptado de Hashimoto (1989).

3.2.4 Revenimento

A martensita quando temperada é muito dura e extremamente frágil, ao ponto de não ser aplicada na maioria dos casos. O alto tensionamento interno, introduzido durante a têmpera, tem um efeito enfraquecedor, com grande risco de trincar. Porém, com o revenimento as tensões internas podem ser aliviadas, aumentando a ductilidade e tenacidade do material (MEI e SILVA, 2006).

O tratamento térmico revenimento consiste no aquecimento de um aço martensítico até uma temperatura abaixo da temperatura eutetóide por um determinado período de tempo. Frequentemente é realizado na faixa entre 250 e 650°C, no entanto, as tensões podem ser aliviadas em 200°C.

O revenimento permite, por processos de difusão, a transformação da martensita (TCC) para martensita revenida (fases α + Fe_3C). Ou seja, a monofase supersaturada em carbono (martensita TCC) converte-se em fases estáveis de ferrita e cementita (martensita revenida).

Onde pequenas e uniformes partículas de cementita estão embutidas em uma matriz contínua de ferrita (CALLISTER, 2006).

As mudanças nas propriedades variam de acordo com o tempo e a temperatura de revenimento. A diminuição da dureza durante os primeiros minutos é intensa, mas depois de duas horas a queda da dureza é inexpressiva (MEI e SILVA, 2006).

A resistência mecânica e a dureza da martensita revenida podem ser esclarecidas pela grande área de contorno de fases entre ferrita e cementita, por unidade de volume, que há para partículas de cementita, inúmeras e muito finas. A cementita reforça a matriz de ferrita ao longo dos contornos de grão e estes agem como obstáculos para o movimento das discordâncias durante a deformação. Por sua vez, a fase ferrita é muito dúctil e moderadamente tenaz, o que justifica a otimização destas propriedades na martensita revenida (CALLISTER, 2006).

3.3 ENSAIOS MECÂNICOS

Através de uma variada gama de ensaios mecânicos, as propriedades dos materiais podem ser determinadas. Frequentemente estes ensaios são destrutivos por promoverem a ruptura ou a inutilização do material. Porém, existem ensaios não destrutivos, utilizados para definir algumas propriedades e também para detectar falhas internas no metal.

A seleção do ensaio mecânico mais apropriado ou vantajoso, depende da finalidade do material, dos tipos de esforços que o material pode vir a sofrer e das propriedades mecânicas que se interessa medir. Geralmente existem especificações para produtos metálicos e também instruções de como os ensaios mecânicos devem ser realizados. Outros fatores determinantes na escolha do tipo de ensaio mecânico são o tamanho e o número das amostras (SOUZA, 1982).

A publicação e estabelecimento destas especificações são usualmente coordenados por sociedades profissionais, como a ASTM - American Society for Testing and Materials, organização mais ativa nos Estados Unidos (CALLISTER, 2006). Outros exemplos são a ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas e ISO – International Organization for Standardization.

3.3.1 Ensaio de dureza

Uma propriedade mecânica relevante é a dureza, que é uma medida da resistência de um material à deformação plástica local. Em testes mecânicos de materiais a dureza retrata a resistência à penetração de um material duro em outro. Sendo que também revela uma quantidade específica facilmente medida que fornece alguma informação sobre a resistência de um metal ou o seu tratamento térmico (DIETER, 1981).

De acordo com SOUZA (1982), dependendo de como o teste é realizado, existem três tipos de medidas de dureza:

- Dureza ao risco;
- Dureza à penetração;
- Dureza dinâmica ou de rebote.

A dureza ao risco é utilizada pelos mineralogistas, com essa medida de dureza vários minerais são relacionados com outros materiais pela sua capacidade de riscar uns aos outros. Por sua vez a dureza dinâmica é expressa como energia de impacto, onde uma bilha é lançada em uma superfície metálica. Porém, somente a dureza à penetração possui grande relevância para os metais usados em engenharia (DIETER, 1981).

O ensaio de dureza mais utilizado é a dureza Rockwell, sua grande receptividade é devida a sua velocidade, simplicidade, capacidade de diferenciar pequenas diferenças de dureza em aços duros e o pequeno tamanho da impressão, de forma que as amostras acabadas termicamente tratadas podem ser testadas sem danos (DIETER, 1981).

Variadas escalas podem ser aplicadas a partir de diferentes combinações de uma vasta gama de indentadores e diferentes cargas. O que possibilita potencialmente o ensaio de todos os metais e ligas. Assim, o número de dureza é estipulado determinado pela diferença na profundidade de penetração decorrente da aplicação de uma carga inicial menor seguida por uma carga maior, sendo que a aplicação de uma carga menor melhora a precisão do teste. De acordo com a grandeza das cargas, tanto maior quanto menor, existem 2 tipos de ensaios; Rockwell e Rockwell superficial. Para Rockwell, as cargas maiores são 60, 100 e 150 kg, enquanto a carga menor é 10 kg. E cada escala é representada por uma letra do alfabeto. Para se especificar estas durezas, o número de dureza e o símbolo da escala devem ser identificados. O símbolo HR designa a escala, sendo este seguido pela apropriada identificação da escala (CALLISTER, 2006).

Dependendo da situação, os números de durezas podem variar até 130. Contudo, independente da escala, à medida em que os valores de dureza alcançam valores acima de 100 ou abaixo de 20, elas se tornam imprecisas e, uma vez que as escalas têm alguma superposição, nesta situação é recomendado usar a próxima escala mais dura ou mais mole (CALLISTER, 2006).

A norma brasileira para o ensaio de dureza é a NBR-6671, e a norma internacional mais utilizada no país é a ASTM E-18. Segundo DIETER (1981), para evitar imprecisões alguns cuidados devem ser tomados como:

- Além de limpos, o penetrador e o suporte devem bem assentados;
- A superfície a ser ensaiada deve estar limpa e seca, lisa e livre de óxidos;
- A superfície deve estar plana e perpendicular ao penetrador;
- Medidas em superfícies cilíndricas darão leituras menores; o erro depende da curvatura, carga, penetrador e dureza do material;
- É recomendado que a espessura seja pelo menos 10 vezes a profundidade da impressão. Os testes devem ser feitos em apenas uma amostra do material sem a utilização do artifício de superposição;
- O espaçamento entre as impressões deve ser três a cinco vezes o diâmetro da penetração;
- A velocidade de aplicação da carga deve ser padronizada. Isso é feito pelo ajuste de um amortecedor na máquina de medir dureza Rockwell.

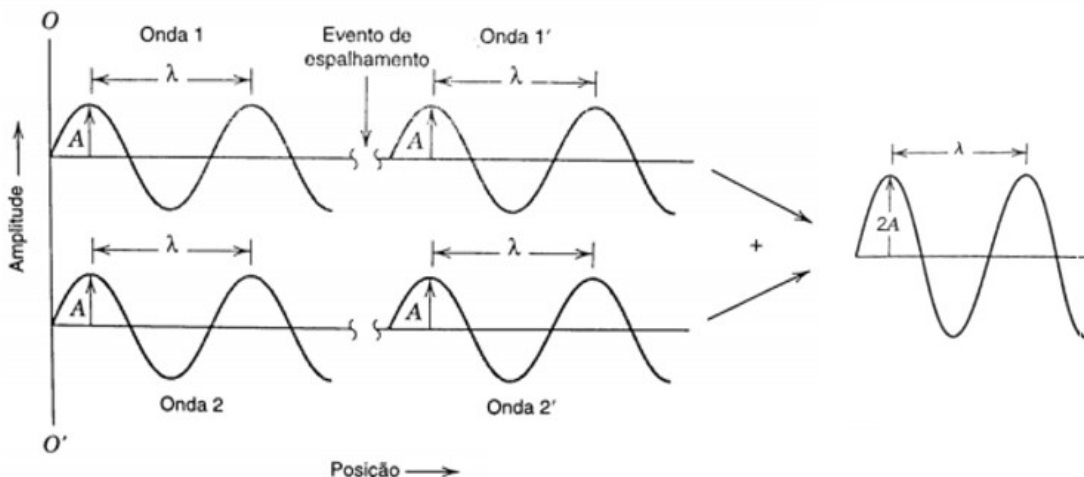
3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

De acordo com CALLISTER (2006), difração é um resultado de conexões físicas específicas que são determinadas entre duas ou mais ondas que foram espalhadas por obstáculos. Está ocorre quando uma onda se depara com uma sequência de obstáculos uniformemente espaçados que são possíveis de espalhar a onda e possuem espaçamentos compatíveis, em magnitude, ao comprimento de onda.

Na Figura 4 é apresentada uma difração. Nota-se que as ondas 1 e 2 possuem o mesmo comprimento de onda (λ) e estão em fase. Após o evento de espalhamento, em que ambas percorram caminhos diferentes, nota-se que as mesmas ainda estão em fase. Com o encontro das mesmas, ocorre uma interferência construtiva, elas se reforçam reciprocamente, e suas

amplitudes são somadas resultando em uma única onda. Um grande número de ondas espalhadas, que se reforçam de forma mútua, tem o nome de feixe difratado.

Figura 4. Demonstração de uma difração.



Fonte: Adaptado de Callister (2006).

Com os métodos de difração é possível obter informações sobre a natureza e os parâmetros do reticulado, do mesmo modo pormenores sobre a orientação, perfeição e tamanho dos cristais. Sendo assim possível determinar a estrutura cristalina dos materiais. Segundo PADILHA (1996), difração de elétrons, difração de nêutrons e difração de raios-x são os principais métodos de difração. O método que é mais empregado é a difração de raios-x, visto que as câmaras de Debye-Scherrer e os difratômetros de raios-x são equipamentos mais acessíveis. Atualmente, a difração de elétrons é feita praticamente em conjunto com a microscopia eletrônica de transmissão. Por sua vez, a difração de nêutrons requer uma fonte de nêutrons de alta intensidade, praticamente somente gerada por um reator nuclear de pesquisas, portanto, sua disponibilidade é limitada.

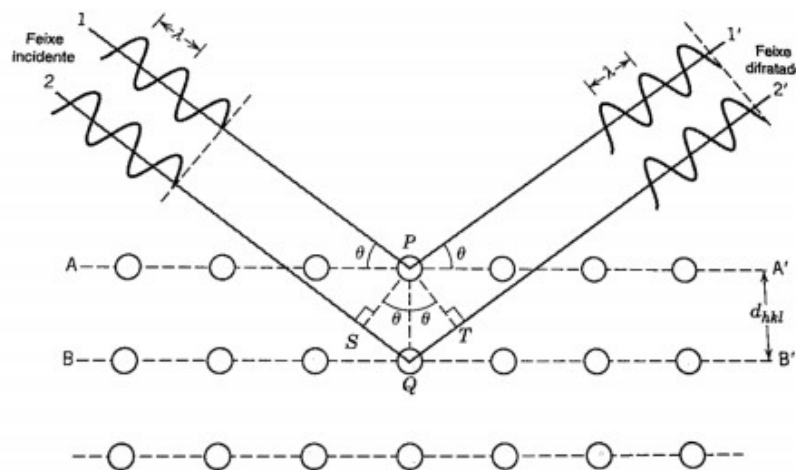
Os raios-x são ondas eletromagnéticas com um pequeno comprimento de onda, na faixa de 0,01 a 1,0 nm. Estes possuem energia suficiente para atravessar sólidos finos, e viajam na velocidade da luz em linha reta (GRAEF e McHENRY, 2007).

Quando um feixe de raios-x com um determinado λ (ou frequência) incide sobre um átomo isolado ocorre o espalhamento de raios-x, onde o feixe é espalhado em todas as direções. Isto

ocorre, pois, os elétrons deste átomo serão excitados e vibrarão com a mesma frequência do feixe incidente. Para pesquisar materiais policristalinos, o feixe de raios-x deve possuir um único comprimento de onda e estar em fase, ou seja, deve ser monocromático (PADILHA, 1996)

Na Figura 5 é retratada a difração de raios-x, isto é, um feixe monocromático de raios-x, com comprimento de onda λ , incidindo com um ângulo θ em um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d_{hkl} .

Figura 5. Representação da difração de raios-x.



Fonte: Adaptado de Callister (2006).

A reflexão só ocorrerá se a distância percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ . Portanto, a condição para que a difração ocorra está expressada pela Equação 1:

$$n\lambda = d_{hkl}\sin\theta + d_{hk}\sin\theta = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (1)$$

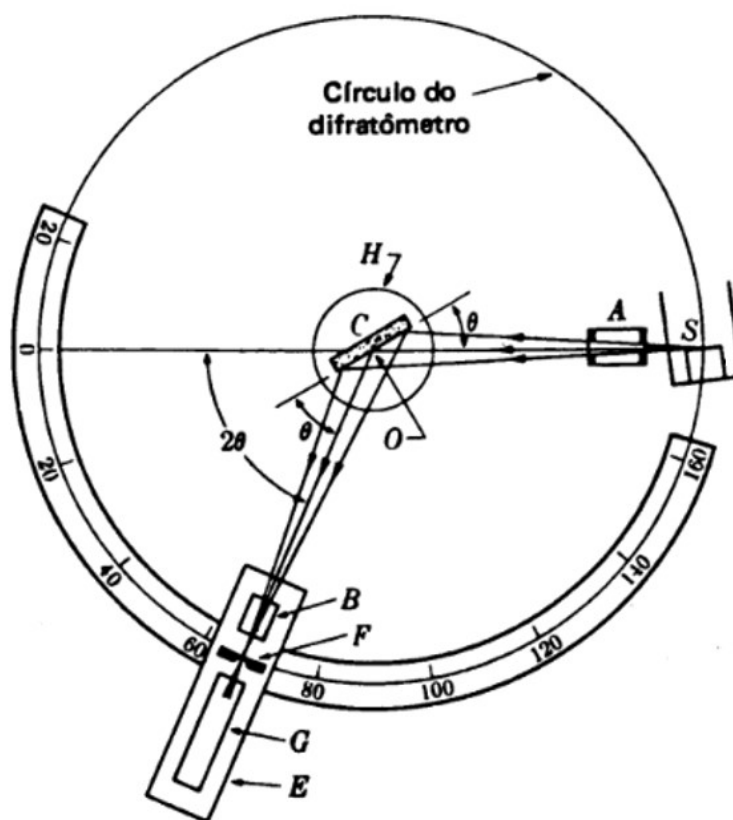
Onde:

- n = Múltiplo inteiro;
- λ = Comprimento de onda;
- d_{hkl} = Distância entre planos cristalinos;
- θ = Ângulo de incidência.

A lei de Bragg, retratada na Equação 1, descreve quando a difração ocorrerá para células unitárias contendo átomos posicionados apenas nas extremidades das células. Porém, quando um átomo está em uma posição diferente, este atua como centros extras de espalhamento, podendo produzir espalhamento fora de fase em determinados θ . Por isso, esta lei é uma condição necessária, mas não suficiente para ocorrer a difração em cristais reais. (CALLISTER, 2006).

Um esquema do funcionamento de um difratômetro de raios-x é representado pela Figura 6.

Figura 6. Esquema do funcionamento de um difratômetro de raios-x.



Fonte: Adaptado de Padilha (1996).

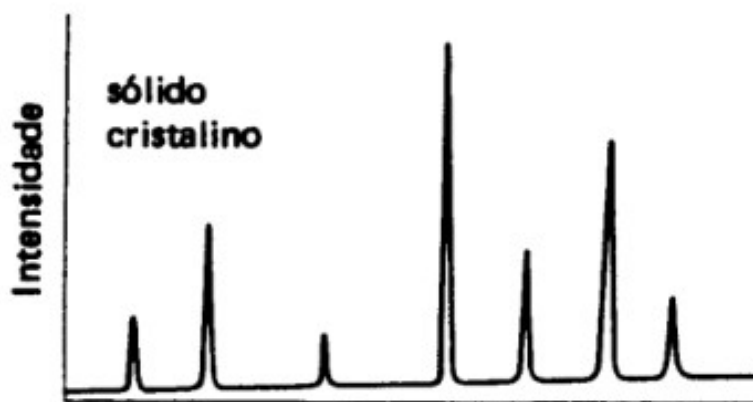
Onde:

- S = Fonte de raios-x;
- A = Colimador;
- θ = Ângulo de incidência;

- H = Suporte da amostra;
- C = Amostra;
- O = Eixo perpendicular ao plano do Papel;
- B = Colimador;
- F = Colimador;
- G = Detector de raios-x
- E = Suporte do detector;

Como pode-se observar no esquema dado na Figura 6, um feixe de raios-x incide na amostra e é difratado para o detector, sendo que a amostra sofre um movimento de rotação em torno do eixo O, com os suportes garantindo que o ângulo de incidência e de reflexão são iguais à metade do ângulo de difração. O detector mede a intensidade do feixe difratado, e para este é possível varrer toda faixa de ângulos em velocidade constante. Além de ter uma superfície plana, a amostra deve estar livre de tensões (PADILHA, 1996; GRAEF e McHENRY, 2007). Na figura 7 tem-se uma representação de um difratograma típico de um material policristalino, este é o resultado quando ocorre a difração.

Figura 7. Representação de um difratograma de um material policristalino.



Fonte: Adaptado de Padilha (1996).

3.5 MICROSCOPIA

Geralmente, uma única superfície de uma amostra é preparada para a investigação da microestrutura. De acordo com a ASM (2004), existe uma infinidade de técnicas para esta análise, e todas as técnicas envolvem o reflexo de alguma forma de radiação da superfície da seção e uma imagem formada a partir da radiação refletida que possibilita diferenciar as mudanças na composição sobre a superfície ou estrutura do cristal. Normalmente a luz visível é utilizada para esta análise, com a superfície podendo ser observada com ou sem ampliação. Como exemplo tem-se a macrografia e a microscopia óptica.

Atualmente, mesmo com a evolução de ferramentas eletrônicas, o microscópio óptico ainda é a técnica mais significativa para o estudo da microestrutura. O microscópio eletrônico de varredura (MEV) e o microscópio eletrônico de transmissão (MET) também são ferramentas muito utilizadas, mas estas técnicas são aplicadas em conjunto com a microscopia óptica e não de forma substitutiva.

Com o auxílio do microscópio óptico, a maior parte das microestruturas pode ser observada e identificada baseando-se em suas características. Para um estudo eficaz da microestrutura a partir do microscópio óptico, os exames precisam começar com baixa ampliação, seguida de ampliações cada vez maiores para análise das características básicas do material (ASM, 2004).

O campo claro é uma das técnicas mais utilizadas para a observação com o microscópio óptico. Nesta operação, a luz passa através da objetiva e atinge a superfície da amostra perpendicularmente, provocando a iluminação da área estudada. Quando a superfície possui características perpendiculares à luz incidente, a luz é refletida através da objetiva para as oculares, sendo que estas características aparecem brilhantes. Quando as superfícies são obliquas, menos luz é refletida pela objetiva, e as características aparecem mais escuras, dependendo do ângulo (BARKER, 2002).

Amostras simplesmente polidas ou que sofreram ataques químicos também podem ser observadas no microscópio óptico. Alguns componentes como: inclusões, nitretos, variados carbonetos e fases intermetálicas podem ser prontamente observados sem ataque químico, dado que não são obscurecidos por detalhes de corrosão. Porém, para isto ocorrer a amostra deve passar por um processo adequado de polimento. Na maior parte dos casos, contudo, para analisar a microestrutura um ataque deve ser utilizado (ASM, 2004).

O objetivo do ataque é criar mecanismos de contraste para visualizar a estrutura da amostra. Estes métodos são classificados como destrutivos, que provocam alterações na

superfície, e não destrutivos, que não causam mudanças na superfície. A luz será refletida, em uma superfície polida, de forma uniforme, dificultando a análise da estrutura pois o olho não consegue distinguir pequenas diferenças na refletividade. Portanto, para examinar a microestrutura da amostra, a presença do contraste é muito importante. Estes mecanismos podem ser mecânicos, ópticos ou químicos (LIMA FILHO, 2013).

3.5.1 Ataques químicos

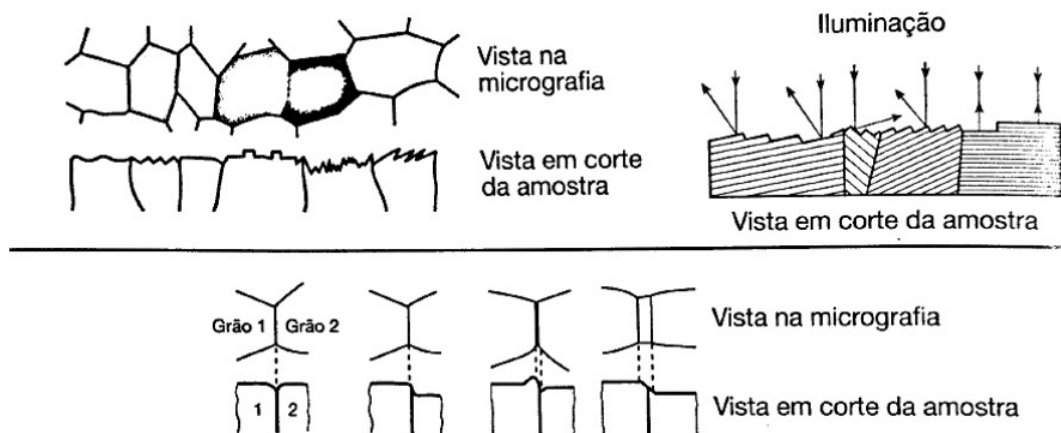
O ataque químico é o mecanismo de contraste mais empregado atualmente, mesmo sendo um método destrutivo. Este é utilizado principalmente para revelar a microestrutura de uma amostra sob o microscópio óptico, por meio de reagentes químicos. Durante este processo, o reagente reage com a amostra e o ataque ocorre por dissolução seletiva de acordo com as características da estrutura. Ácidos, bases, soluções neutras, misturas de soluções, sais fundidos e gases, podem ser reagentes para o ataque químico, sendo que a maioria dessas fórmulas foram desenvolvidas empiricamente (ASM, 2004).

Na Figura 8 é apresentado um esquema que representa os contrastes criados por causa do ataque químico. A Luz é refletida em diferentes direções devido à superfície atacada. Desnível, deposição de camada ou a própria orientação dos cristais podem causar estas irregularidades (COLPAERT, 2008).

Em virtude da variação dos potenciais de oxidação-redução com o tempo, a estabilidade dos reagentes é limitada. Portanto, deve ocorrer o descarte do mesmo depois de determinado tempo.

A duração do ataque químico pode variar de segundos a horas, dependendo do reagente escolhido e do material da amostra atacada. Quando não se tem instruções, a duração é avaliada pela aparência da superfície, frequentemente, a superfície se tornará mais fosca (menos reflexiva) com o progresso do ataque químico. Para diminuir o tempo ataque é possível aumentar a temperatura do reagente. Entretanto, esta não é uma ação recomendada uma vez que o contraste pode ficar não uniforme se a taxa de ataque for muito rápida. Por este motivo, a maioria dos ataques químicos são aplicados em temperatura ambiente. O ataque químico deve ocorrer logo após o polimento final. Na Tabela 2 é listado os principais reagentes utilizados para aços carbono, Nital e Prical. (ASM, 2004).

Figura 8. Esquema de contraste e de como a luz é refletida por causa do ataque químico.



Fonte: Colpaert (2008).

Tabela 2. Composição e uso dos principais reagentes químicos, Nital e Picral.

Reagente	Composição	Observações	Uso
Nital	2 mL de HNO_3 e 98 mL de etanol ou metanol (95% ou absoluto, também álcool amílico)	Não é tão bom quanto o picral para o trabalho de alta resolução com estruturas tratadas termicamente; excelente para delinear limites de grãos de ferrita; tempo de gravura: alguns s-1 min	Para aços de carbono; dá contraste máximo entre perlita e uma rede de ferrita ou cementite; revela limites de ferrita; diferencia ferrita de martensita
Picral	4g de ácido picrico, 100 mL de etanol ou metanol (95% ou absoluto, use álcool absoluto somente quando o ácido contém 10% ou mais de umidade) e 4 ou 5 gotas 17% de cloreto de zephiran (agente molhante)	Não é tão bom quanto o nital para revelar limites de grãos de ferrita; proporciona uma resolução superior com pérola fina, martensita, martensita temperada e estruturas bainíticas; detecta carbonetos; tempo de gravura: alguns s-1 min ou mais	Para todos os graus de aços carbono; recozido, normalizado, temperado e temperado, esferoidizado, austemperado

Fonte: Adaptado ASM (2004).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

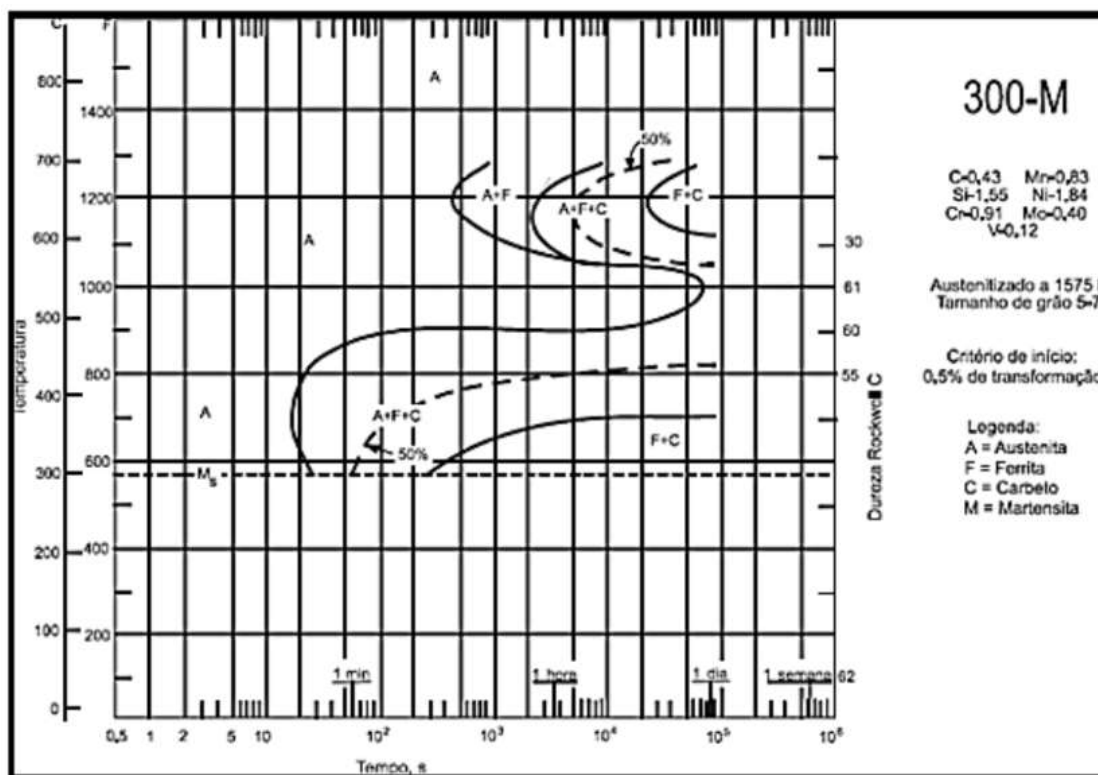
O aço AISI 300M foi o material utilizado neste trabalho. Este foi fornecido, na forma de tarugo, pela empresa Villares Metals S.A., em negociação com a Embraer S.A, na pessoa do Engenheiro Valdemir Soares de Campos.

4.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Revenimento, têmpera e tratamento intercrítico foram os tratamentos térmicos realizados nas amostras. A partir do diagrama TTT do aço AISI 300M, representado na Figura 9, foram escolhidas as temperaturas para a realização dos tratamentos.

As amostras sofreram ciclos de tratamento térmico para têmpera ou tratamento intercrítico, de 1 a 5 ciclos. Em seguida os corpos de prova (CPDs) foram revenidos duas vezes.

Figura 9. Diagrama TTT do aço AISI 300M.



Fonte: Adaptado de Ericsson et al. (1976).

Os tratamentos realizados para as amostras, e ilustrados pela Figura 10, foram:

- Tratamento A [TA (Ciclos de Têmpera seguido de dois revenimentos)]: aquecimento a 900° C, por 20 min, resfriamento em água; aquecimento a 320° C, por 4h, resfriamento em ar em temperatura ambiente;
- Tratamento B [TB (Ciclos de Tratamento Intercrítico seguido de dois revenimentos)]: aquecimento a 760° C, por 20 min, resfriamento em água; aquecimento a 320° C, por 4h, resfriamento em ar em temperatura ambiente;

Figura 10. Representação das rotas de tratamento térmico realizados.



Fonte: Autora.

A taxa de aquecimento empregada foi 20° C/min. Todos os tratamentos foram executados no DMT/ FEG/ UNESP, no forno tipo mufla EDG equipamentos 10P-S 7000 apresentado na Figura 11.

Figura 11. Forno Tipo Mufla EDG Equipamentos 10P-S 7000



Fonte: Tecnal Equipamentos Científicos (2017).

4.3 ENSAIO DE DUREZA

Para analisar o comportamento das amostras depois dos tratamentos térmicos realizou-se nos CPDs o ensaio de Dureza Rockwell C. O ensaio foi efetuado no DMT/ FEG/ UNESP pelo durômetro Otto-Wolpert-Weke Dia Testor 2Rc G.m.b.H LUDWIGSHAFEN a. RH. Na Figura 12 o forno é exibido 12.

O ensaio foi realizado conforme a norma ASTM E-18/2005, tomando os cuidados descritos na seção 3.3.1, sendo que dez aferições foram executadas em cada CDP para cada ciclo dos tratamentos. O ensaio também foi realizado em uma amostra que não sofreu tratamento térmico, ou seja, como fornecida (CF) para melhor comparação dos efeitos dos tratamentos térmicos.

Figura 12. Durômetro Otto-Wolpert-Weke Dia Testor
2Rc G.m.b.H LUDWIGSHAFEN a. RH.



Fonte: Autora

4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Os ensaios de difração de raios-x foram realizados no DMT/FEG/UNESP pelo difratrômetro Bruker D8 Advance ECO indicado na Figura 13. Todas as amostras foram ensaiadas com radiação $\text{CuK}\alpha$, $\lambda=0,154060\text{nm}$, a partir de $2\theta=30^\circ$ até $2\theta=90^\circ$, com acréscimos de $0,01^\circ$.

Figura 13. Difratrômetro Bruker D8 Advance ECO.



Fonte: Autora

4.5 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Os CPDs foram cortados pela serra de precisão Allied TechCut 4 em baixa velocidade. O lixamento foi feito a partir de lixas com granulação de #200 a #2000 e o polimento foi feito com sílica 0,05 μm . Ambos os procedimentos foram efetuados na Politriz automática rotativa Allied MetPrep 3, apresentada na Figura 14.

Após o polimento diferentes ataques químicos foram efetuados. O primeiro ataque realizado foi com Nital 3% (AQ1). Após um novo polimento as amostras foram atacadas com Picral 4% (AQ2). Com a expectativa de conseguir um contraste melhor, os CPDs foram atacados novamente (depois de polidos) com Nital 3% seguido de Picral 4% (AQ3).

Todos os ataques foram realizados com duração de 15 segundos tomando os cuidados necessários.

Figura 14. Politriz automática rotativa Allied MetPrep 3.



Fonte: Allied High Tech (2017).

4.6 MICROSCOPIA E ANALISE DE IMAGENS

As imagens dos CPDs foram obtidas através do microscópio óptico motorizado Zeiss Axio Imager Z2m, este é indicado na Figura 15. Uma observação da microestrutura foi realizada por diferentes ataques químicos para posterior comparação com a difração de raios-X.

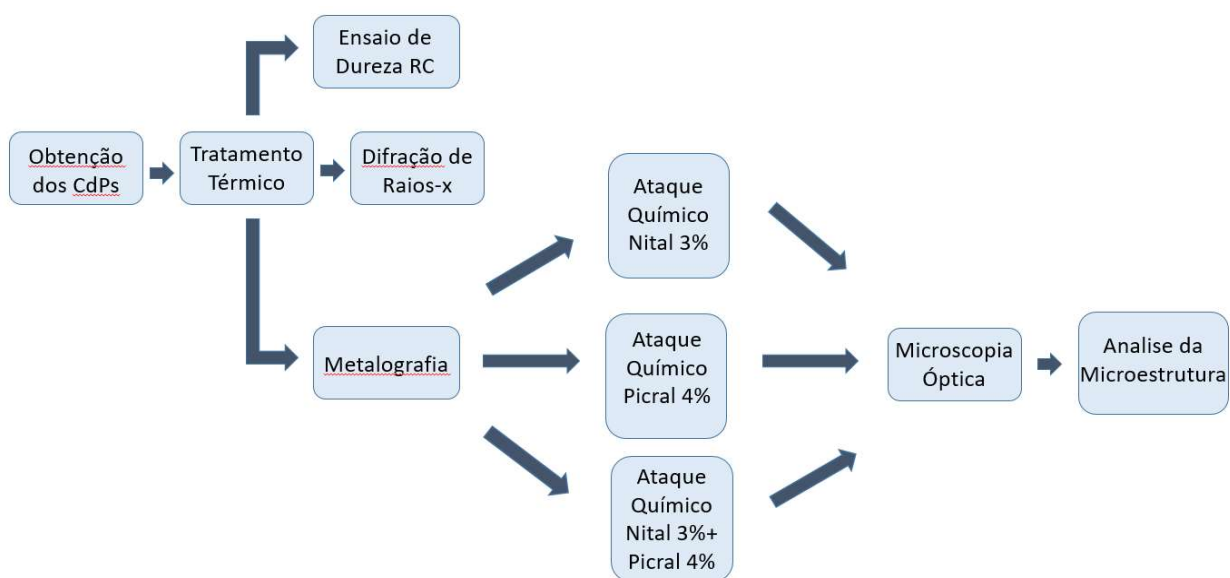
Figura 15. Microscópio Óptico Motorizado Zeiss Axio Imager Z2m



Fonte: ZEISS (2017)

Na Figura 16 é apresentado um fluxograma das atividades realizadas para o presente trabalho.

Figura 16. Fluxograma das atividades e métodos utilizados.



Fonte: Autora.

5 RESULTADOS

5.1 ENSAIO DE DUREZA

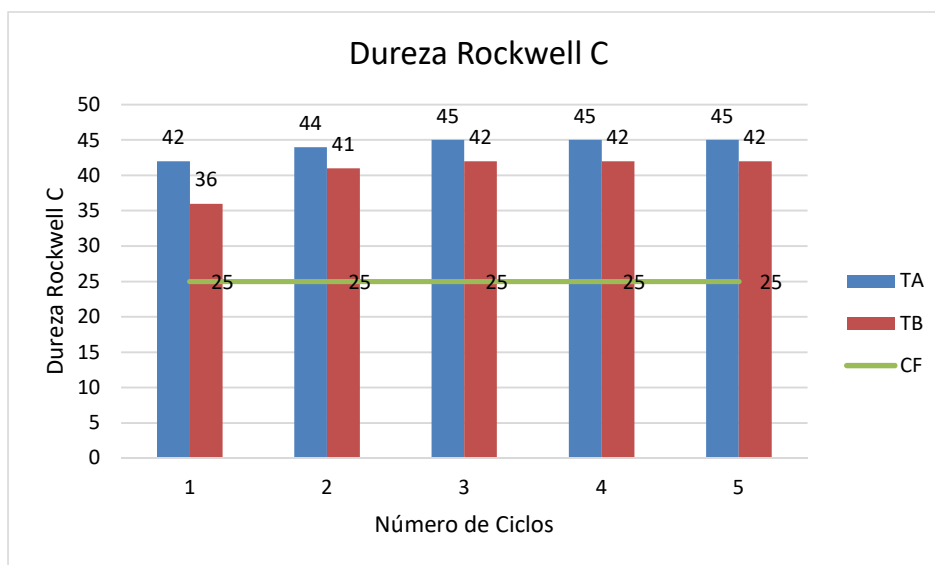
Os resultados obtidos do ensaio de dureza Rockwell C (HRC) estão apresentados na Tabela 3. Os dados da média para cada tratamento e ciclo foram plotados no gráfico indicado na Figura 17.

Tabela 3. Medidas da Dureza Rockwell C do aço AISI 300M

HRC	CF	TA					TB				
Medida/Ciclo	0	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1	25	43	43	44	44	47	33	40	40	42	39
2	23	42	40	44	45	44	39	41	41	44	41
3	24	42	39	46	45	45	38	41	43	43	42
4	26	41	44	45	46	46	37	42	43	40	42
5	25	42	45	45	45	44	36	41	41	42	41
6	24	41	44	44	45	43	37	40	42	41	40
7	26	41	43	45	46	45	35	40	43	41	44
8	25	42	46	47	45	44	35	41	42	40	43
9	26	41	46	45	45	48	36	41	40	42	42
10	25	41	45	46	46	45	37	42	42	41	43
Média	25	42	44	45	45	45	36	41	42	42	42

Fonte: Autora.

Figura 17. Gráfico para resultados do ensaio de dureza Rockwell C.



Fonte: Autora.

Com o auxílio do gráfico representado na Figura 17 nota-se que ambos os tratamentos (TA e TB) foram eficientes para aumentar a dureza do aço em comparação com as amostras sem tratamento térmico (CF). Como esperado, os resultados de TA (Têmpera) foram maiores que TB (Tratamento intercrítico), uma vez que no tratamento intercrítico o produto final é Martensita isolando ilhas de Ferrita, em comparação na têmpera o resultado é Martensita contínua.

No início do aumento do número de ciclos observa-se que a dureza aumenta, porém, depois do terceiro ciclo os resultados foram muito próximos, com pouca variação. Isto ocorre tanto para TA quanto para TB demonstrando a estabilização do comportamento.

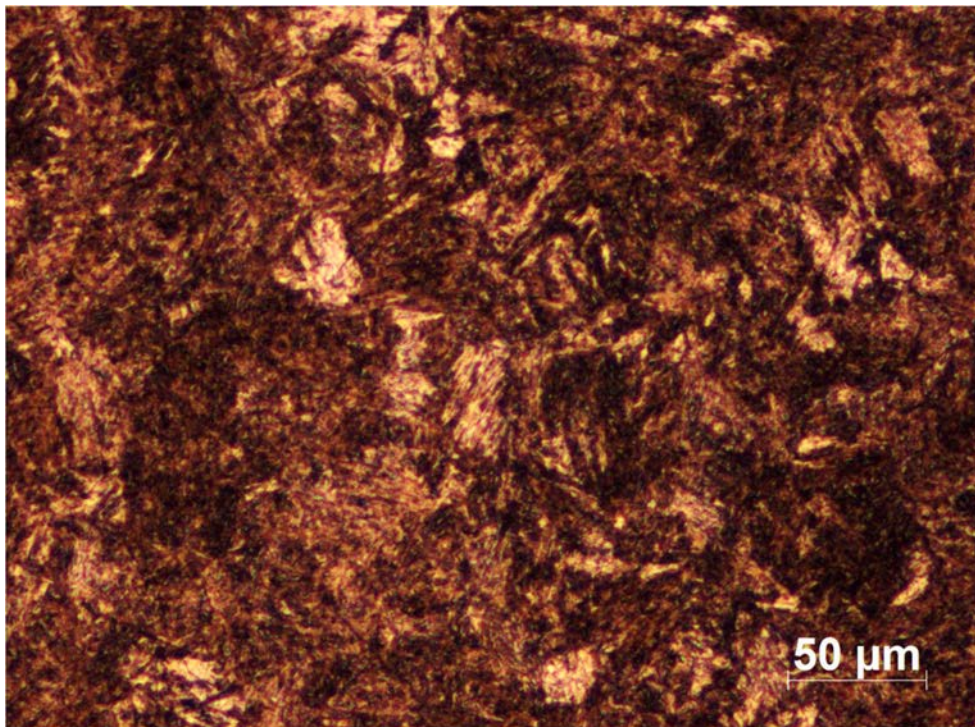
Para TA em 1 ciclo há um aumento de 68% da dureza em relação ao CF. Em 2 ciclos há um aumento de 76% e no 3º ciclo existe um aumento de 80%. Depois, no 4º e 5º ciclo, o aumento de 80% em relação ao CF se mantém constante.

Para TB em 1 ciclo há um aumento de 44% da dureza em relação ao CF. Em 2 ciclos há um aumento de 64% e no 3º ciclo existe um aumento de 68%. Depois, no 4º e 5º ciclo, o aumento de 68% em relação ao CF se mantém constante.

5.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

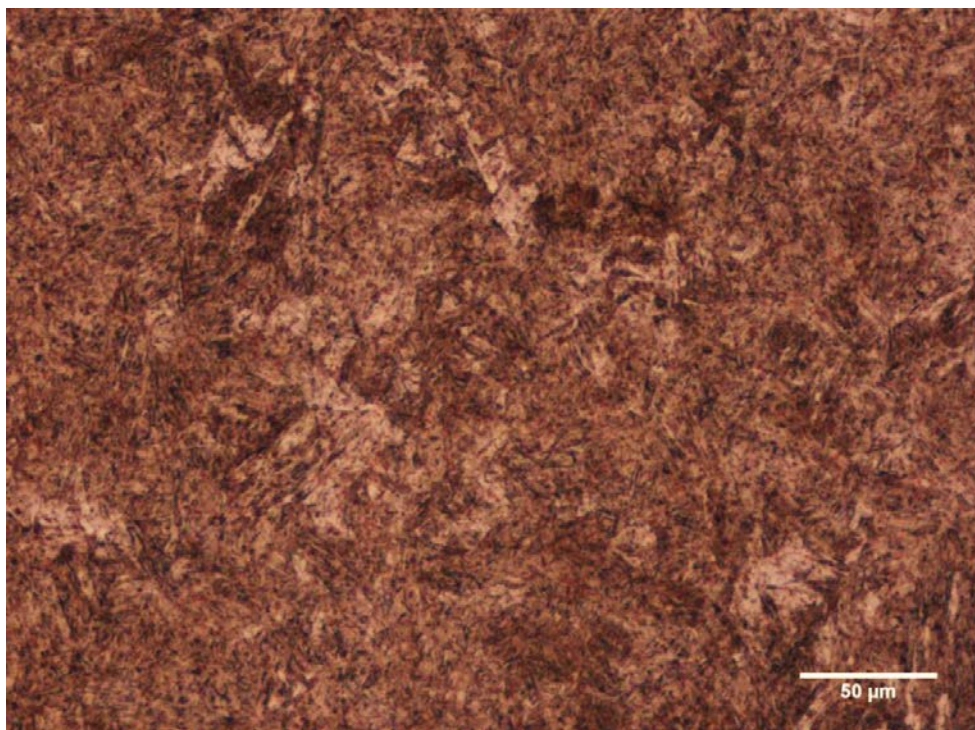
Nas Figuras 18, 19 e 20 são apresentadas a microestrutura para o aço 300M para o tratamento TA (900º) submetido a 1 ciclo. Os CPDs submetidos a 3 ciclos são apresentados nas figuras 21, 22 e 23. Para 5 ciclos as imagens da microestrutura são apresentados nas figuras 24, 25 e 26. Sendo que as Figuras 18, 21 e 24 são para o AQ1 (Nital 3%), as Figuras 19, 22 e 25 são para AQ2 (Picral 4%) e as Figuras 20, 23 e 26 são para o AQ3 (Nital 3% + Picral 4%).

Figura 18. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% - 1 ciclo



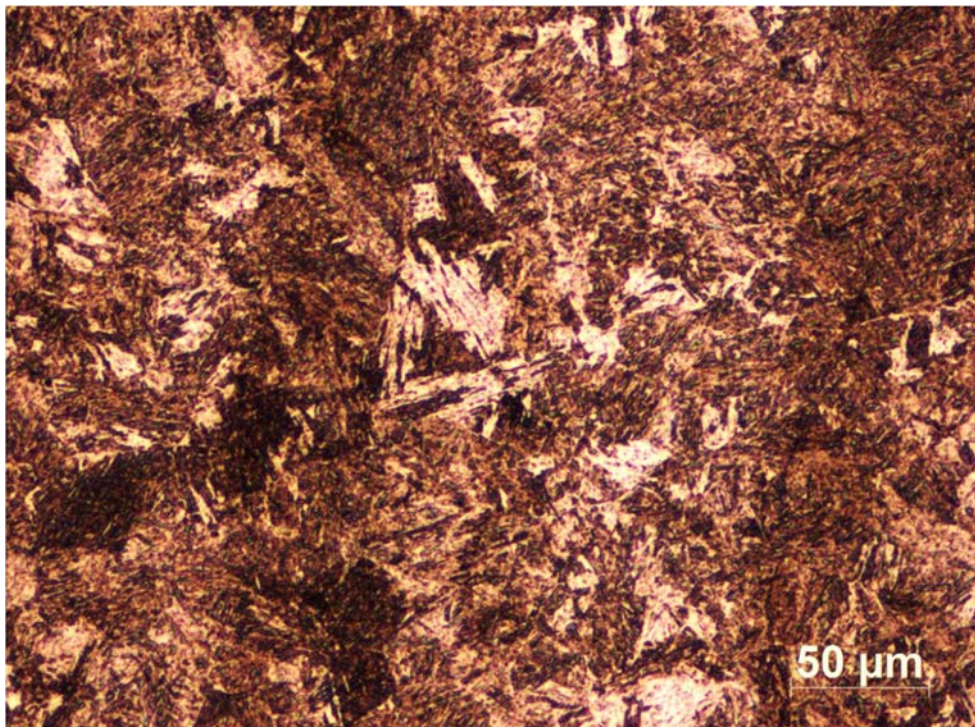
Fonte: Autora

Figura 19. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Picral 4% - 1 ciclo



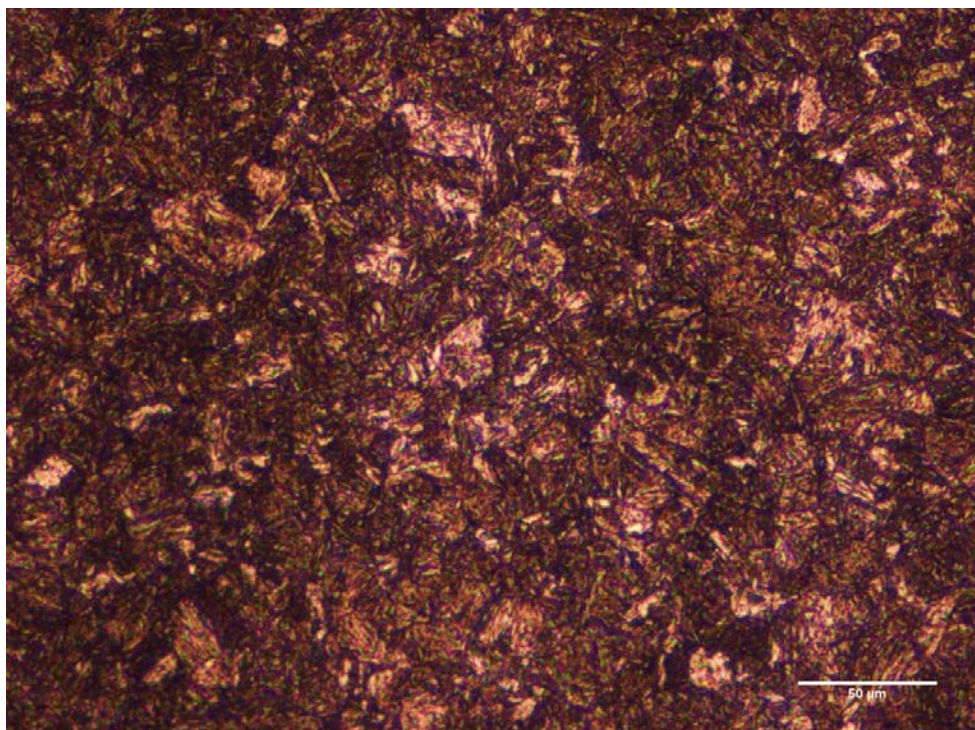
Fonte: Autora

Figura 20. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% + Picral 4% - 1 ciclo



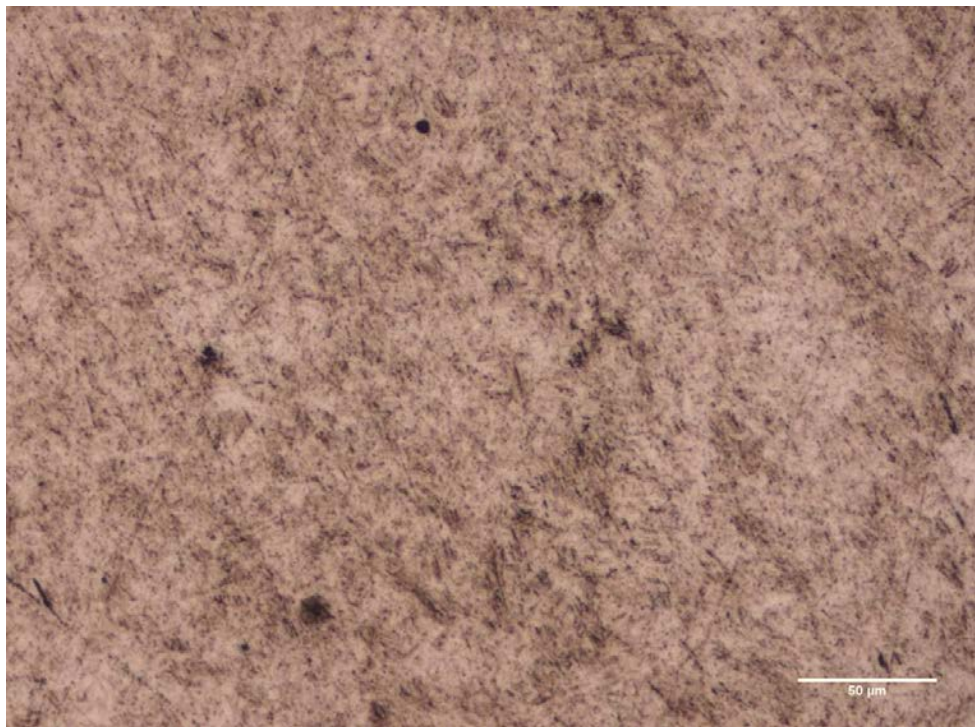
Fonte: Autora

Figura 21. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% - 3 ciclo



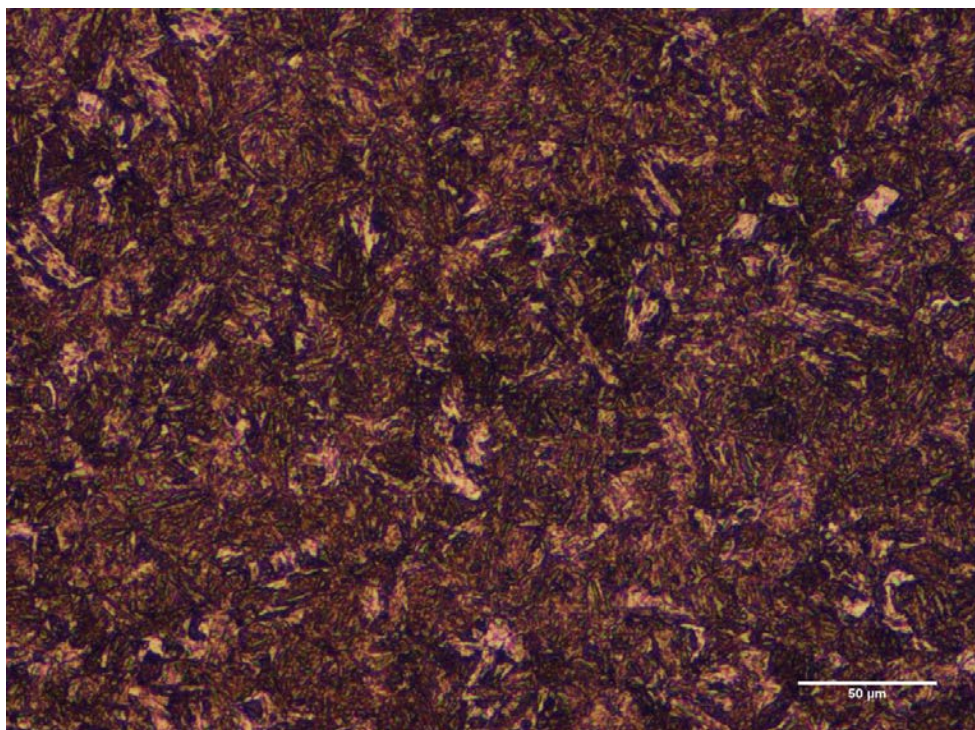
Fonte: Autora

Figura 22. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Picral 4% - 3 ciclo



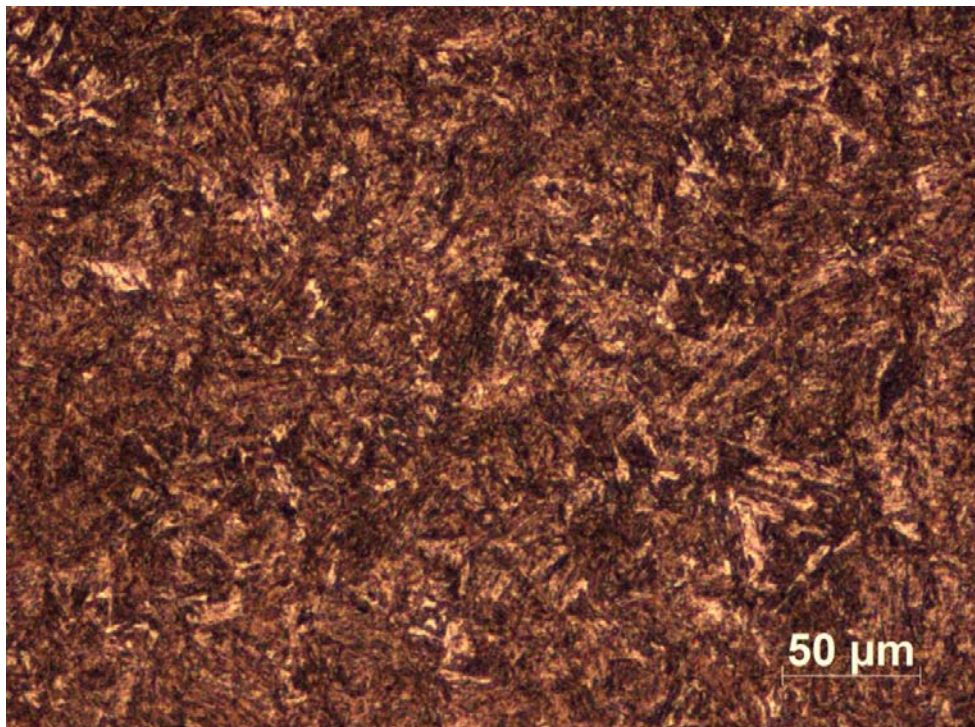
Fonte: Autora

Figura 23. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% + Picral 4% - 3 ciclo



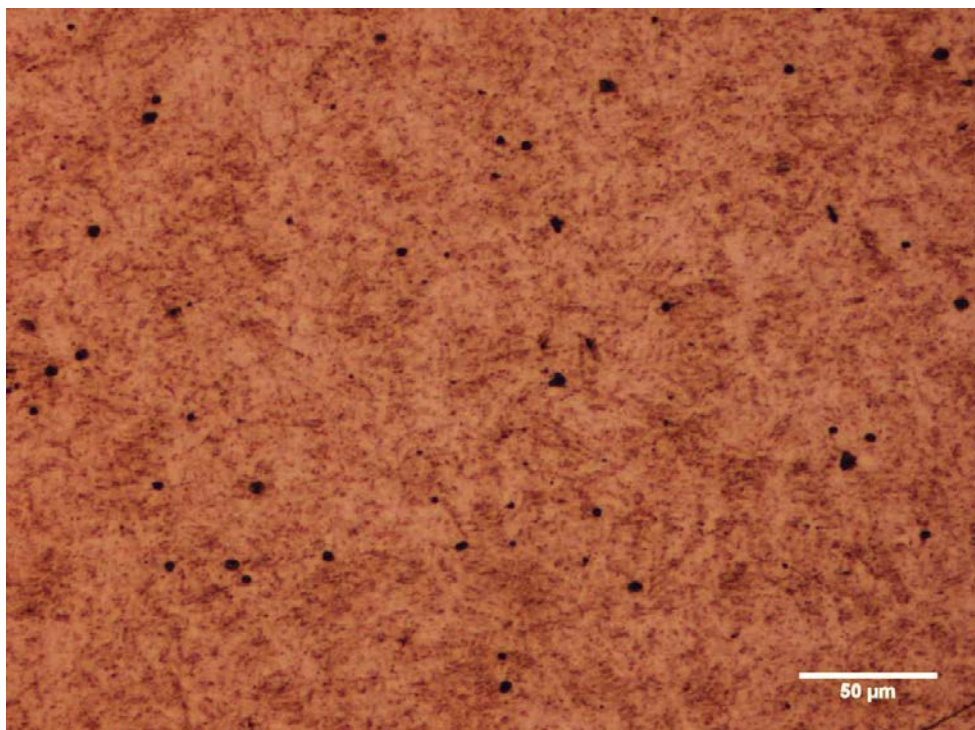
Fonte: Autora

Figura 24. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% - 5 ciclo



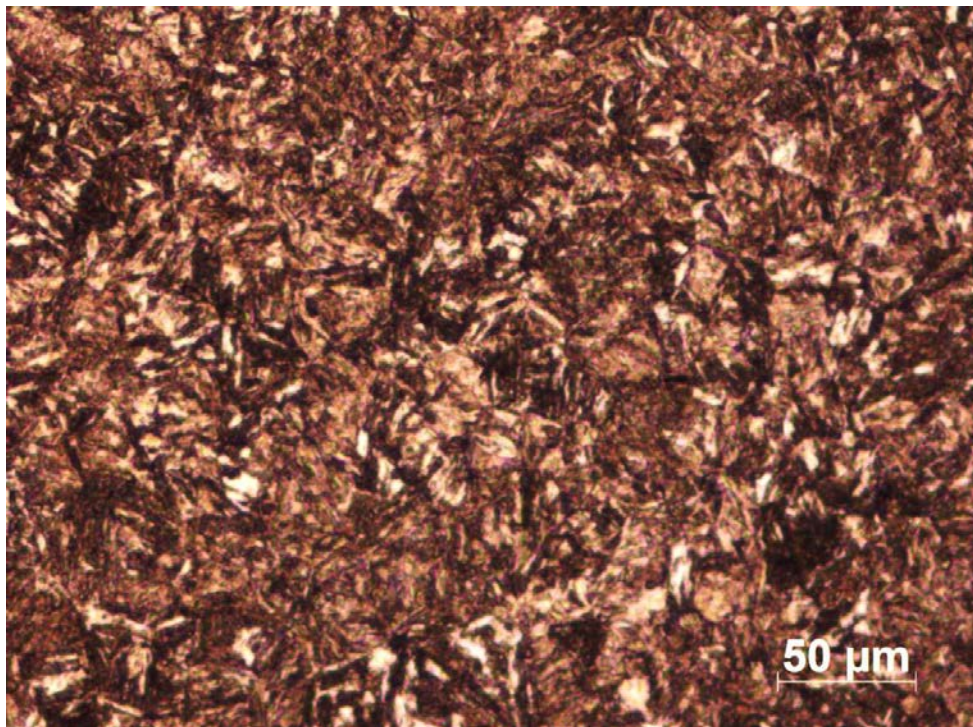
Fonte: Autora

Figura 25. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Picral 4% - 5 ciclo



Fonte: Autora

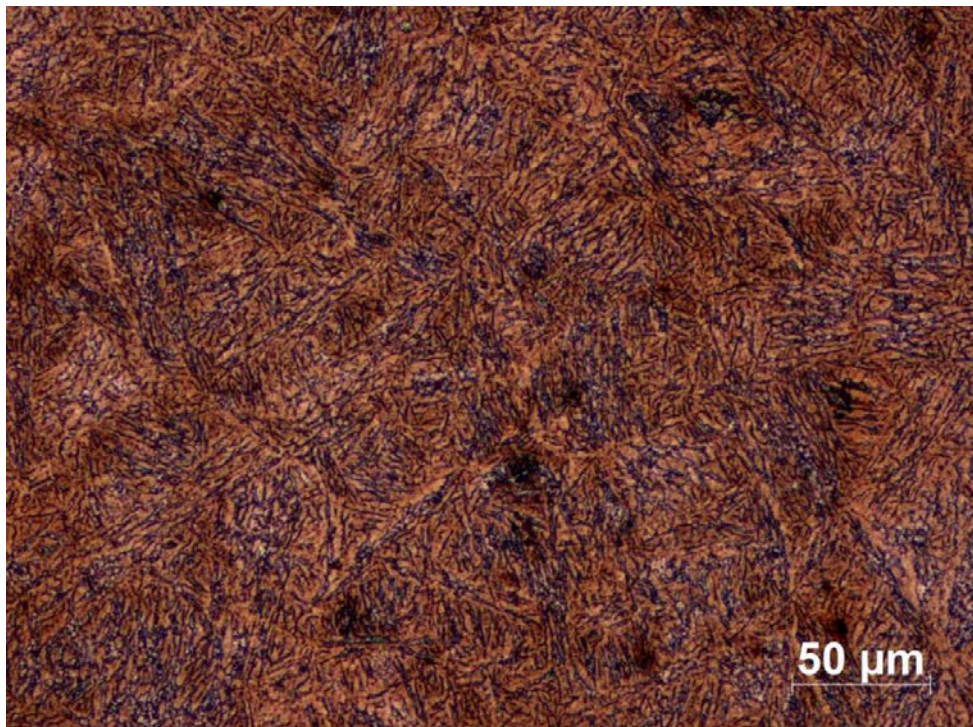
Figura 26. Microscopia óptica aço 300M campo claro 900° Nital 3% + Picral 4% - 5 ciclo



Fonte: Autora

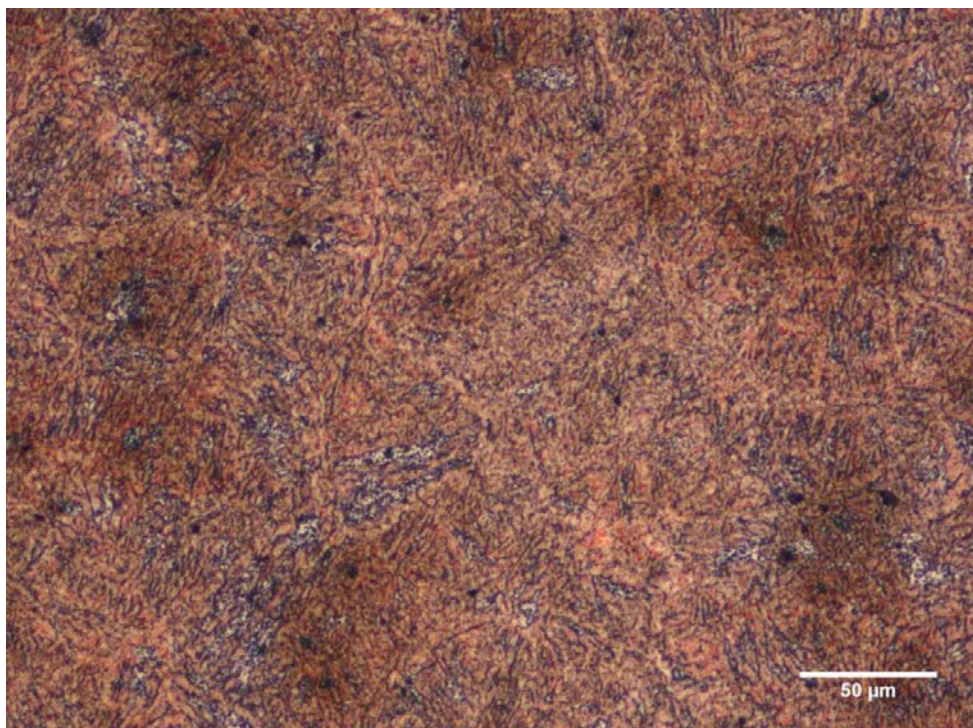
Nas Figuras 27, 28 e 29 são apresentadas a microestrutura para o aço 300M para o tratamento TB (760°) submetido a 1 ciclo. Os CPDs submetidos a 3 ciclos são apresentados nas figuras 30, 31 e 32. Para 5 ciclos as imagens da microestrutura são apresentados nas figuras 33, 34 e 35. Sendo que as Figuras 27, 30 e 33 são para o AQ1 (Nital 3%), as Figuras 28, 31 e 34 são para AQ2 (Picral 4%) e as Figuras 29, 32 e 35 são para o AQ3 (Nital 3% + Picral 4%).

Figura 27. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% - 1 ciclo



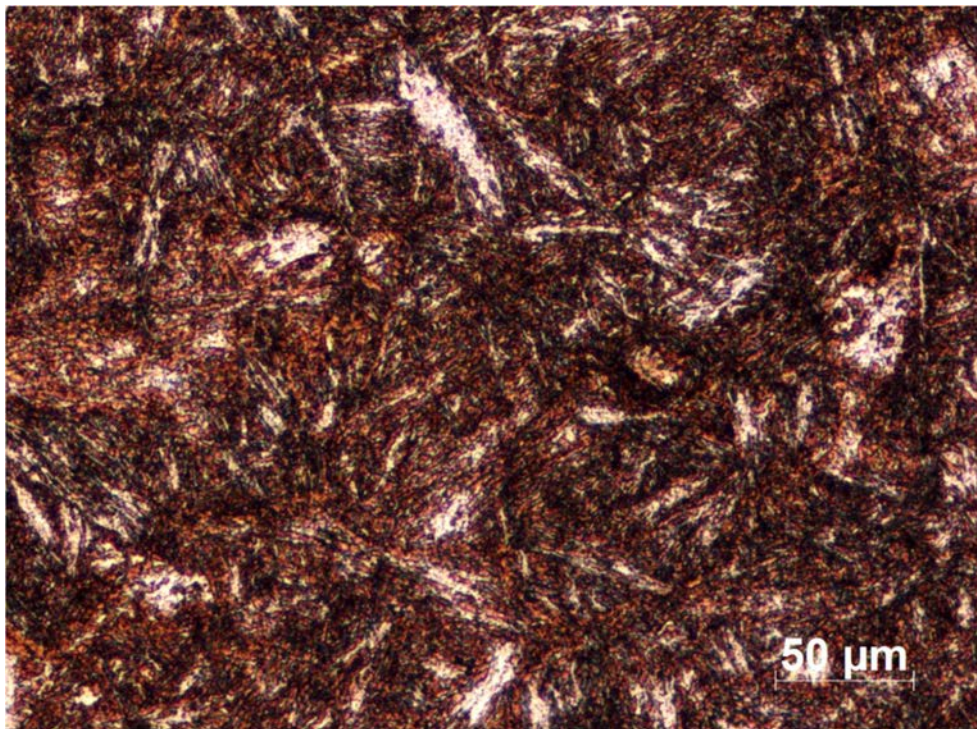
Fonte: Autora

Figura 28. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Picral 4% - 1 ciclo



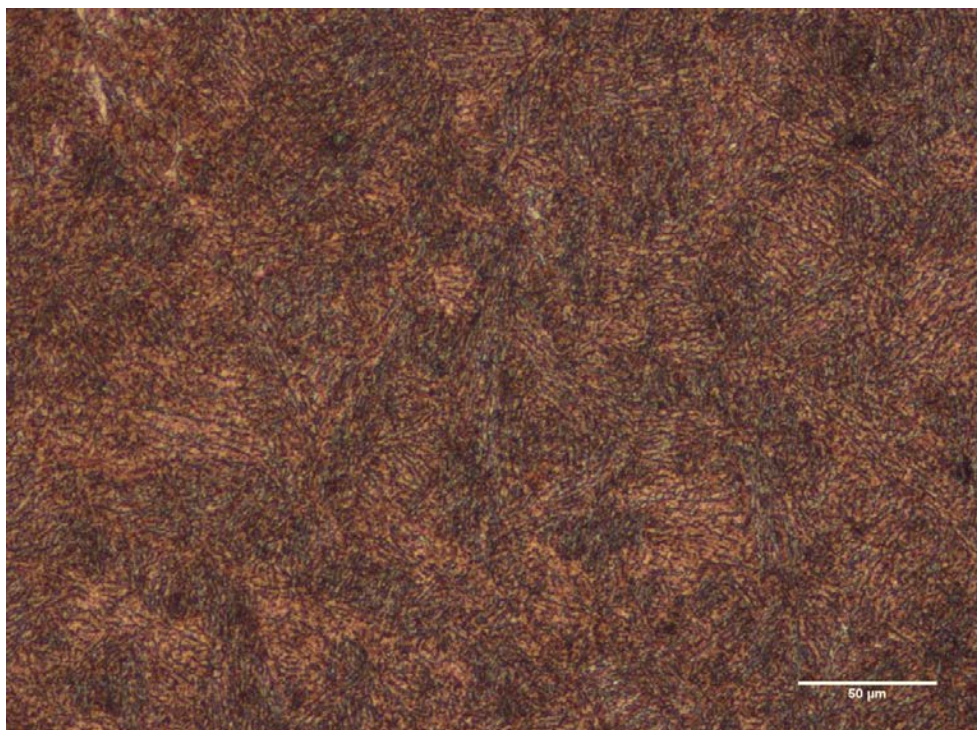
Fonte: Autora

Figura 29. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% + Picral 4% - 1 ciclo



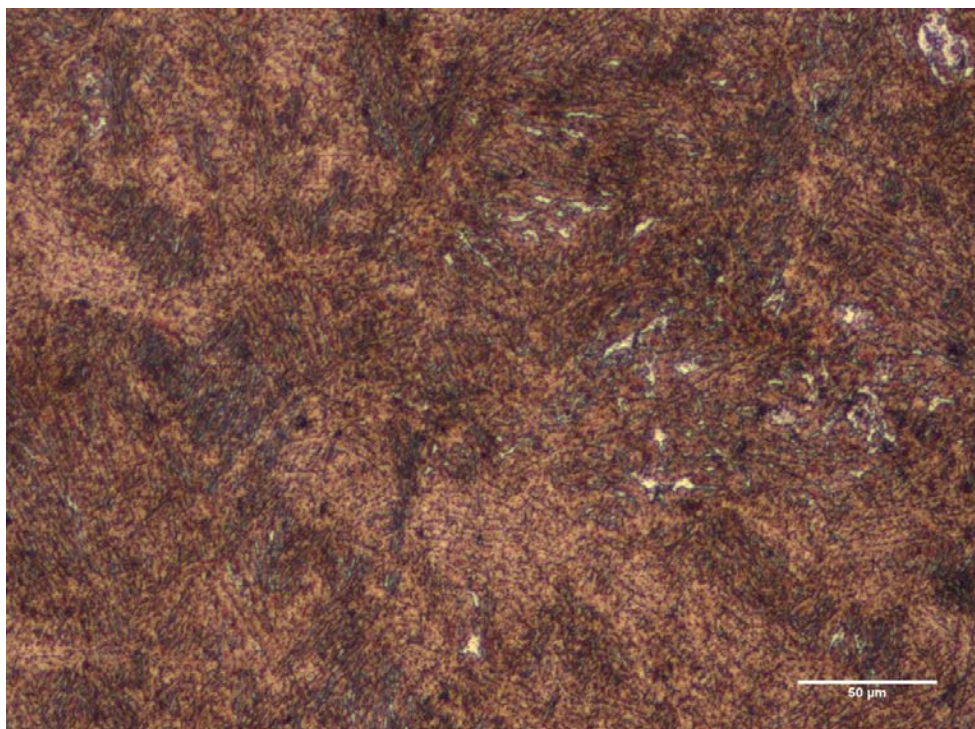
Fonte: Autora

Figura 30. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% - 3 ciclo



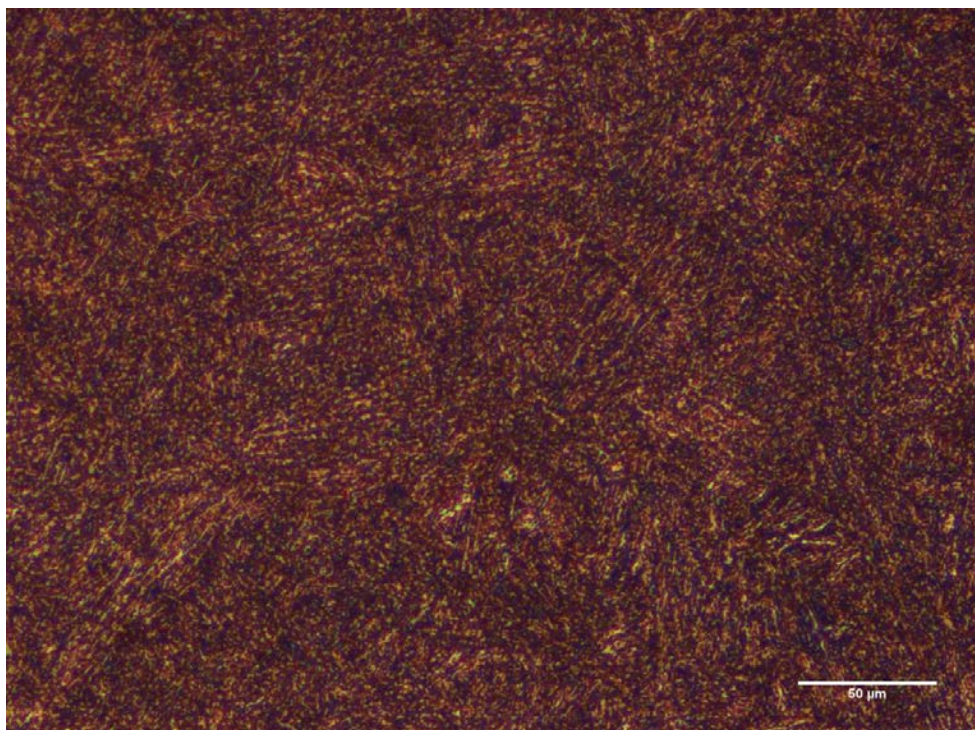
Fonte: Autora

Figura 31. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Picral 4% - 3 ciclo



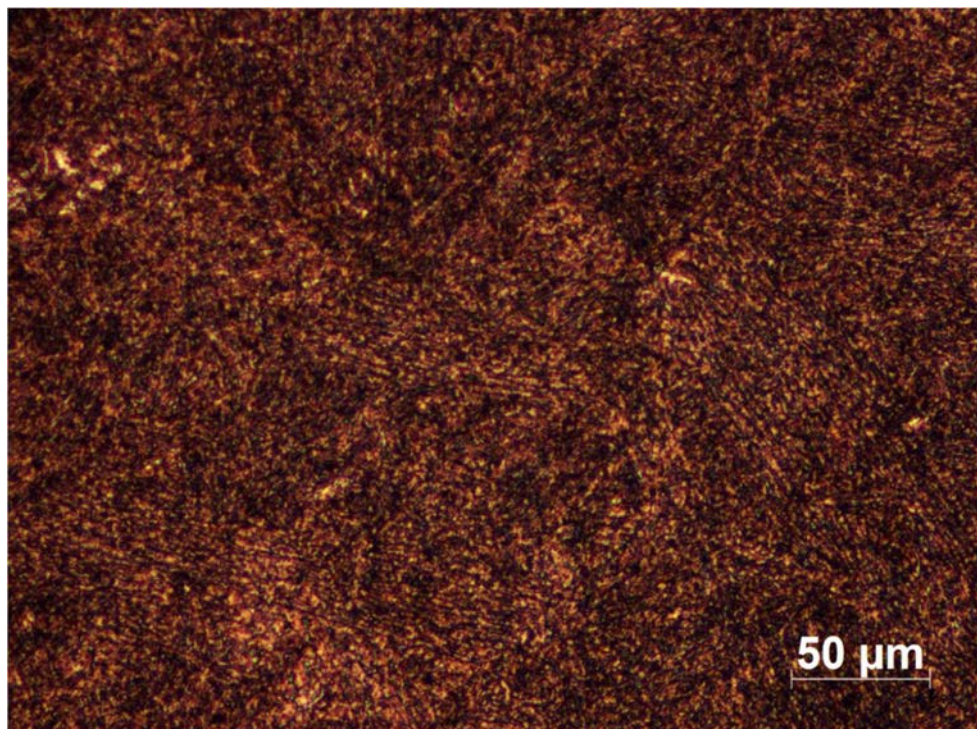
Fonte: Autora

Figura 32. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% + Picral 4% - 3 ciclo



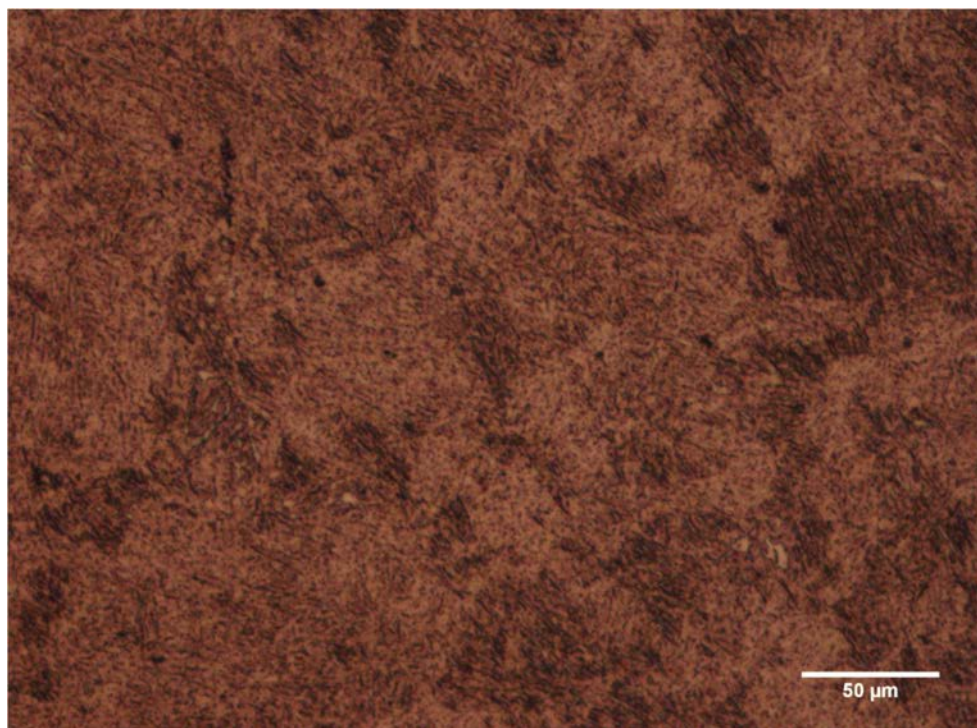
Fonte: Autora

Figura 33. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% - 5 ciclo



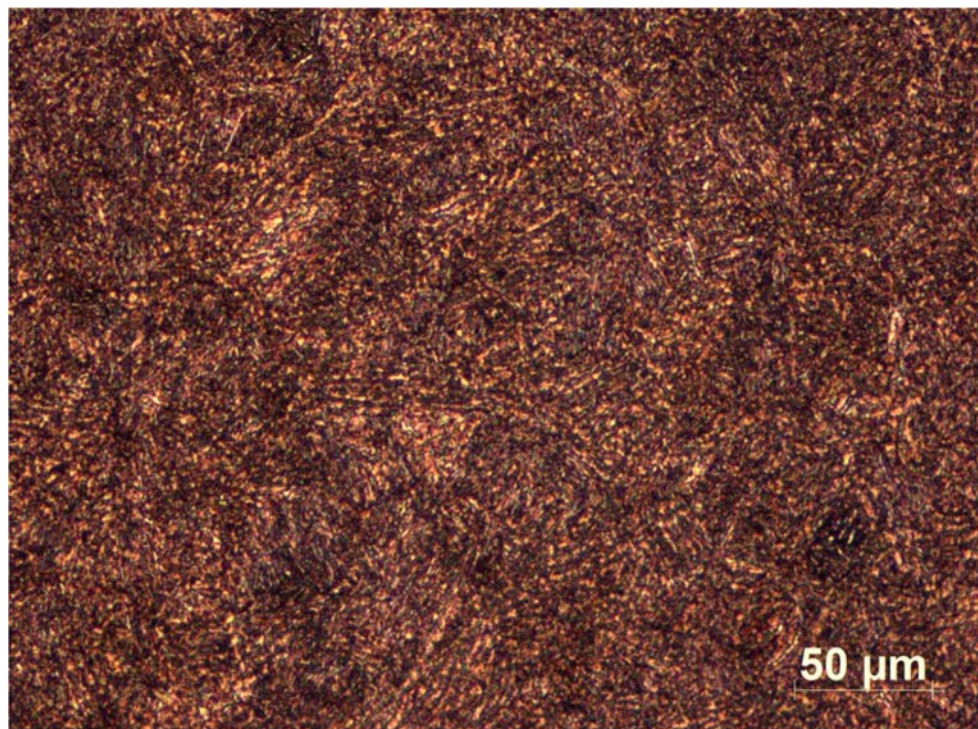
Fonte: Autora

Figura 34. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Picral 4% - 5 ciclo



Fonte: Autora

Figura 35. Microscopia óptica aço 300M campo claro 760° Nital 3% + Picral 4% - 5 ciclo



Fonte: Autora

Com a microscopia óptica é possível observar a predominância da martensita, tanto para TA quanto para TB, indicando o sucesso de ambos os tratamentos térmicos na mudança da microestrutura com a obtenção da martensita. Pode-se observar também um pouco de austenita retida, estrutura que não se transformou durante o resfriamento e que apresenta coloração mais clara nas imagens.

Nota-se que a quantidade de martensita aumenta com o número de ciclos, com um aumento mais nítido em 900°C em comparação com 760°C. Porém, mesmo com diferentes ataques químicos não é possível identificar outras fases presentes, sendo necessários outros ataques para destacar as mesmas.

Ao todo, entre os ataques químicos, o Nital 3% apresentou melhores resultados para o destaque do contorno de grão, porém, estes ainda são insuficientes para determinar o tamanho do grão a partir dos contornos. Os ataques feitos com Picral 4% não apresentaram resultados satisfatórios para revelar a microestrutura. A combinação destes, da mesma forma, não apresentou resultados satisfatórios.

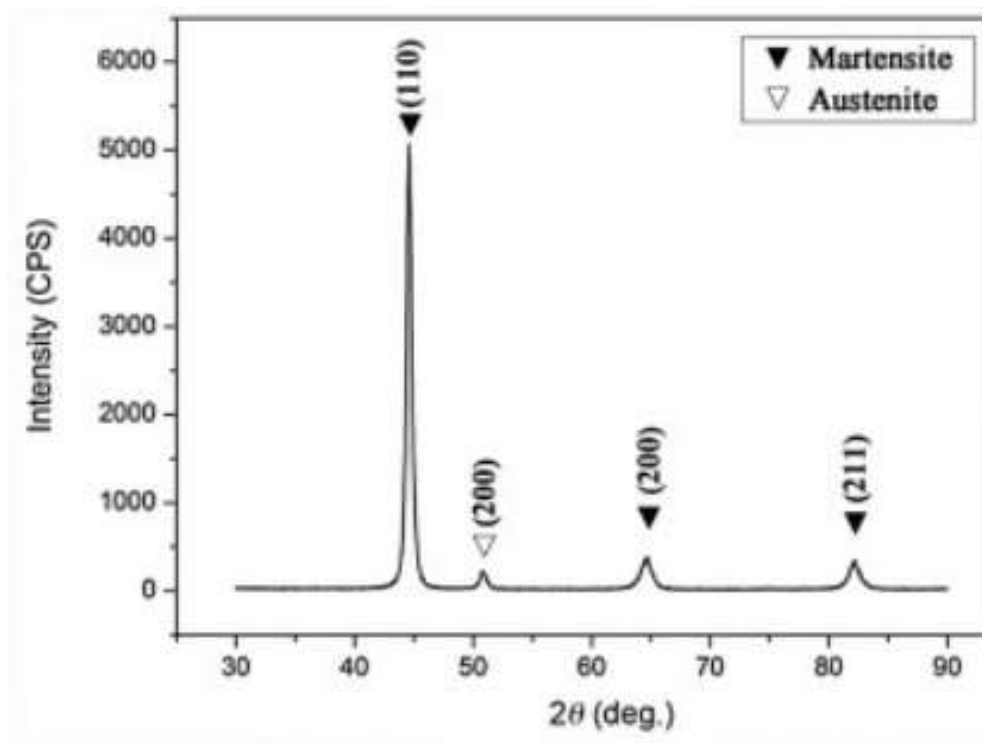
Apesar de não ser possível medir o tamanho dos grãos nota-se que houve uma diminuição do tamanho médio do mesmo, quando as imagens dos ciclos 1 e ciclos 5, para Nital 3%, são comparadas, isto ocorre para 900° e para 760° .

Comparando as imagens do ciclo 1 ciclo 3, da mesma forma, é possível observar que ocorreu o mesmo comportamento de refinamento dos grãos. Porém, comparando as imagens do ciclo 3 e ciclo 5 não é possível constatar um refinamento significativo do grão. Estas comparações são verificadas em ambos os tratamentos térmicos.

5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

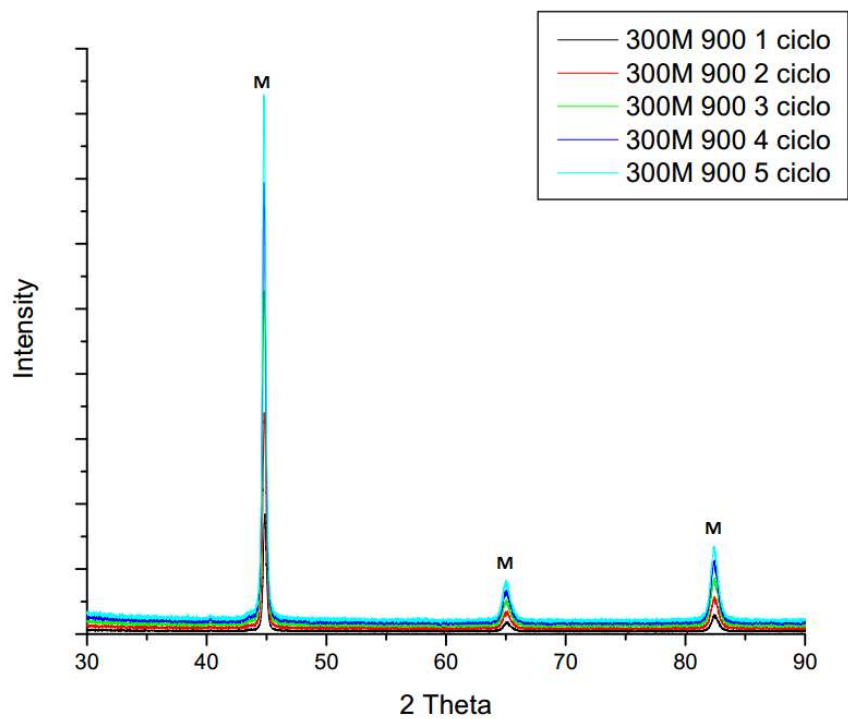
Uma difratometria do aço 300M revestido com uma camada de aço AerMet100 à laser é apresentada na Figura 36. De acordo com LIU et al (2017), os picos que representam a martensita ocorrem em aproximadamente $2\theta = 44^\circ$, $2\theta = 65^\circ$ e $2\theta = 82^\circ$. A austenita por sua vez ocorre em $2\theta = 52^\circ$.

Figura 36. Difratoograma de raios-x do aço 300M.

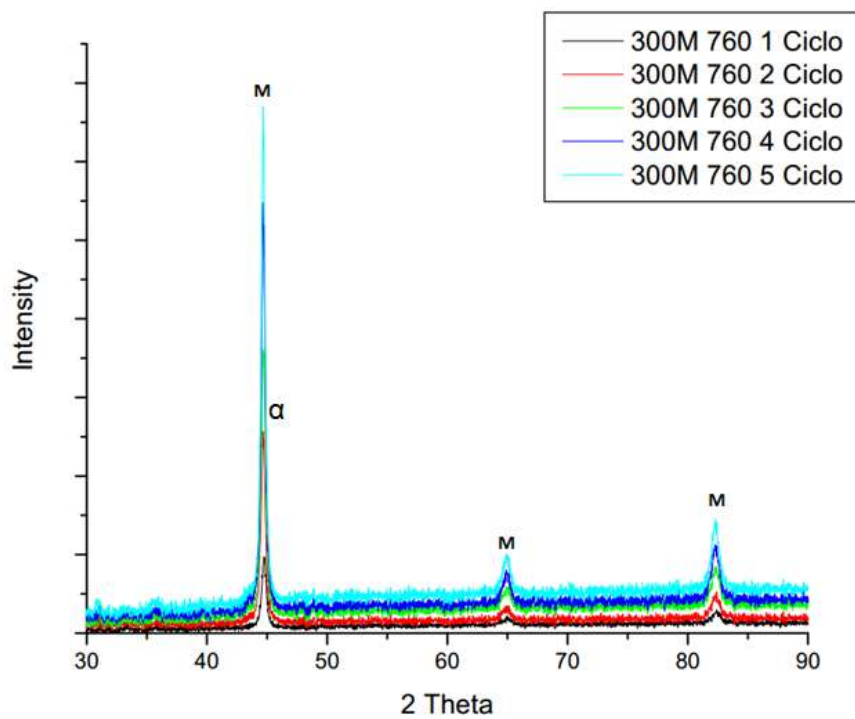


Fonte: Adaptado LIU et al, 2017.

Nas Figuras 37 e 38 são apresentados os difratogramas obtidos para este trabalho nas condições especificadas anteriormente, onde todos os ciclos são comparados.

Figura 37. Difratoograma de raios-x do aço 300M para TA.

Fonte: Autora

Figura 38. Difratoograma de raios-x do aço 300M para TB.

Fonte: Autora

A partir do difratograma da Figura 37, pode-se observar que os 3 picos presentes são de martensita e que todos estes estão de acordo com a literatura. Não foi identificada outra fase além da martensita para TA.

A partir do difratograma da Figura 38, pode-se observar que os 2 últimos picos presentes são de martensita e que o primeiro pico é composto por martensita e ferrita, uma vez que os picos de ferrita também ocorrem em aproximadamente 44° (ANAZAWA, 2007). Isto ocorre em TB, pois este é um tratamento intercrítico e apenas uma parte da microestrutura se transforma em martensita.

Nota-se que a quantidade de martensita foi aumentando de acordo com o aumento do número de ciclos, isto ocorre tanto para têmpera quanto para tratamento intercrítico. Pode-se constatar também que a quantidade de martensita para 900° é maior que a quantidade de martensita em 760° .

Uma vez que não foi possível delimitar com nitidez os contornos dos grãos e medir o tamanho dos mesmos, uma análise sobre o tamanho do cristalito foi realizada a partir da equação de Scherrer e da medida da largura a meia altura do pico (Full Width at Half Maximum - FWHM). A Alternativa utilizada foi proposta por De Keijser et al (1982).

A equação 2 representa a equação de Scherrer, que é a formula que relaciona o tamanho aparente do cristalito L e a FWHM.

$$L = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Onde:

L = Tamanho aparente do cristalito

λ = Comprimento de onda do raio-X

β = largura a meia altura (FWHM)

θ = Ângulo de Bragg

O parâmetro β é corrigido através da seguinte equação:

$$\beta = \sqrt{\beta_{exp}^2 - \beta_{inst}^2} \quad (3)$$

Onde β_{inst} é a largura instrumental da meia altura do pico extraída da amostra padrão que tenha um tamanho de partícula muito grande ($\sim 10 \mu m$), e β_{exp} é a largura experimental da meia altura do pico da amostra a ser analisada.

Neste trabalho foi-se considerado $\beta = \beta_{exp}$.

Tendo em vista que $\lambda = 0,15406 nm$ e $\theta = 0,390416 rad$ tem-se os seguintes valores de L descritos na tabela 4.

Tabela 4. Tamanho aparente do cristalito para TA e TB

Ciclo	β 900°C (rad)	β 760°C (rad)	L 900°C (nm)	L 760°C (nm)
1	0,00692	0,00543	24,074	30,632
2	0,00701	0,00576	23,745	28,897
3	0,00782	0,00579	21,303	28,738
4	0,00785	0,00586	21,199	28,424
5	0,00793	0,00591	21,001	28,151

Fonte: Autora.

Tabela 5. Diferença entre o ciclo 1 e os demais ciclos dos tamanhos aparentes dos cristalitos para TA e TB

Relação	900°C	760°C
1--2	0,329	1,734
1--3	2,770	1,893
1--4	2,874	2,207
1--5	3,073	2,480

Fonte: Autora.

Tabela 6. Diferença entre os ciclos dos tamanhos aparentes dos cristalitos para TA e TB

Relação	900°C	760°C
1--2	0,329	1,734
2--3	2,441	0,158
3--4	0,104	0,313
4--5	0,198	0,273

Fonte: Autora.

A partir da Tabela 4 percebe-se que o tamanho do cristalito diminui conforme o aumento do número de ciclos, como já era previsto. De acordo com a Tabela 5, ocorre um refinamento maior do cristalito em 900°C (TA).

Com base na Tabela 6 nota-se que para TA a maior diferença está entre os ciclos 2 e 3, havendo uma diminuição pequena, para o tamanho do cristalito, após o ciclo 3. Entre os ciclos 1 e 2 está a maior diferença para TB, acontecendo uma pequena diminuição, contudo mais significativa do que ocorreu para TA, após o ciclo 3.

6 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos em relação à caracterização mecânica e microestrutural do aço AISI 300M, as seguintes conclusões podem ser apresentadas:

- A microscopia óptica mostrou-se uma ferramenta bastante útil e de fácil acesso para a caracterização do material. Sendo interessante integrar a microscopia eletrônica de varredura (MEV) para dar maior nitidez aos contornos de grãos e fases presentes.
- A Equação de Scherrer revelou-se uma técnica conveniente para o estudo do cristalito a partir da Difração de raios X.
- Ambos os tratamentos térmicos foram eficientes para a obtenção de martensita, viabilizando uma microestrutura que possibilita propriedades mecânicas melhores para aplicações industriais.
- Nital 3% (AQ1) foi o ataque químico que apresentou melhores resultados.
- Com o aumento no número de ciclos houve um aumento da quantidade de martensita nos dois tratamentos térmicos.
- O Tratamento A (TA), têmpera a 900°C com resfriamento em água, apresentou melhores resultados.
- Ocorre um refino significativo do grão até o ciclo 3. A partir deste, o refino é limitado, portanto não haveria necessidade de realizar 5 ciclos.

REFERÊNCIAS

- ALLIED HIGH TECH. **Metprep 3TM grinder/Polisher with power head**. Disponível em: <<http://www.alliedhightech.com/Equipment/metprep-3-grinder-polisher-with-powerhead/>>. Acesso em: 09 out. 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metallography and Microstructures**. Materials Park/Ohio: ASM International, 2004.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Properties and selection: irons steels and high performance alloys**. Materials Park/Ohio: ASM International, 1993.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E8M/13a**: standard test method for testing of metallic materials. West Conshohocken, PA, 2001.
- ANAZAWA, R. M. **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica**. 2007. 193 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.
- ANAZAWA, R. M. et al. Efeito dos tratamentos intercrítico e isotérmico sobre as propriedades mecânicas e a microestrutura no aço 300M. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, São Paulo, v.25 n. 2, p. 93-97, 2006.
- ANAZAWA, R. M. et al. Estudos das propriedades mecânicas do aço 300M devido à utilização de retífica após tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 6. 2011, Caxias do Sul - RS. **Associação Brasileira de Engenharia de Materiais**. São José dos Campos: Instituto de Estudos Avançados do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial – IEAv/DCTA, 2011.
- ANAZAWA, R. M. et al. Estudo comparativo das propriedades mecânicas em aços 4340 e 300M submetidos a tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, São Paulo, v.31 n.1-2, p. 32-37, 2012.
- ARAUJO, J. C. et al. Determinação dos parâmetros microestruturais de amostras de caulinitas usando o método de refinamento do perfil de difração de raios X. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 58, n. 4, p. 299-307, 2005.
- ASSOCIAÇÃO DAS INDÚSTRIAS AEROESPACIAIS DO BRASIL. **Objetivos da AIAB**. Disponível em: <<http://www.aiab.org.br/objetivos.asp>>. Acesso em: 12 out. 2017.
- BARKER, K. **Na bancada**: manual de iniciação científica em laboratórios de pesquisas biomédicas. Porto Alegre: Artmed, 2002. 478 p.
- BRANDÃO, S. A. A. **Influência da deformação plástica sobre a estabilidade mecânica da austenita retida em aços 300M**. 2007. 103 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)

– Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá/SP, 2007.

CALLISTER JUNIOR, W. D. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais: uma abordagem integrada**. Local: Rio de Janeiro. Editora LTC, 2006. 702p.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7.ed. Local: São Paulo. Editora ABM, 2005. 599 p.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. São Paulo: Blucher, 2008. 652p.

DE KEIJSER, Th.H et al. Use of the voigt function in a single-line method for the analysis of x-ray diffraction line broadening. **Journal of Applied Crystallography**, Chester, v. 15, n. 3, p. 308-314, 1982.

DIETER, G.E. **Metalurgia mecânica**. 2.ed. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara Dois, 1981. 653p.

ERICSSON, C.E. et al. Isothermal studies of bainitic and martensitic transformations in some low alloy steels. **Metallurgical and Materials Transactions**, Pittsburgh, v. 7A, p. 1801-1803, 1976.

GRAEF, M.; McHENRY, M. E. **Structure of materials: an introduction to crystallography, diffraction, and symmetry**. New York: Cambridge University Press, 2007. 844 p.

HASHIMOTO, T.M. **Fadiga de aço de baixo carbono com microestrutura bifásica**. 1989. 150 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1989.

HE, X. et al. Quenching microstructure and properties of 300M ultra-high strength steel electron beam welded joints. **Materials and Design**, Atlanta, v. 40, p. 386-391, 2012.

KLUNG, H.; ALEXANDER, L. **In X-ray diffraction procedures**. New York: Wiley, 1962. p. 495.

LIMA FILHO, H.M.R. **Análise de ataques químicos para revelação de microestrutura de soldas dissimilares de aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos**. 2013. 77f. Monografia (Bacharel em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.

LIU, F. et al. Effect of tempering temperature on microstructure and mechanical properties of laser solid formed 300M steel. **Journal of Alloys and Compounds**, Shenyang, v. 689, p. 225-232, 2016.

LIU, F. et al. Microstructure and mechanical properties of laser solid formed 300M steel. **Journal of Alloys and Compounds**, Shenyang, v. 621, p. 35-41, 2014.

LIU, J.; et al; Microstructures and tensile properties of laser cladded AerMet100 steel coating on 300 M steel. **Journal of Materials Science & Technology**, Shenyang, v. 27, p. 643-652, 2017.

MEI, P.R.; SILVA, A.L.C. **Aços e ligas especiais**. 2 ed. Sumaré, Editora Blücher, 2006. 646 p.

MEIRA FILHO, L. G.; FORTES, L. T. G.; BARCELOS, E. D. Considerações sobre a Natureza Estratégica das Atividades Espaciais e o Papel da Agência Espacial Brasileira. **Parcerias Estratégicas**, Brasília, v. 7, p. 7-20, 1999.

MORAIS, N.W.S.; VIANA, N.F.; DE ABREU, H.F.G. Comparação entre as técnicas de segmentação de imagens, difração de raios x e ferritoscopia na quantificação da martensita induzida por deformação no aço AISI 301L. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 16, n. 4, p. 836-841, 2011.

NICOLETTI, J.C. **Caracterização microestrutural e mecânica de aços bifásicos de ultra-alta resistência com médio teor de carbono**. 2004. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Curitiba, Hemus Editora Ltda. 1996. 349p.

PHILIP, T.V. **Ultrahigh-strength steels: properties and selection: iron and steels**. 9. ed. Local: Washington, Metals Handbook/ASM, 1978. v. 1, 1978. 2521p.

PRADO, C. C. S. **Avaliação dos mecanismos de endurecimento da liga AISI 300M submetida a diferentes ciclos de transformações martensíticas**. 2015. 83 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

PRADO, J.S.A. **Tratamento térmico e tenacidade de aços 300M e Maraging 300**. 1990. 159 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA/CTA, São José dos Campos, 1990.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, Chester, v. 2, p. 65-71, 1969.

RIETVELD, H. M., Line profile of neutron powder diffraction peaks for structure refinement. **Acta Crystallographica**, Chester, v. 22, p. 151, 1997.

SOUZA, R. C. **Estudo do comportamento em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com carbetto de tungstênio pelo sistema HVOF/HP**. 1998. 158 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG/ UNESP, Guaratinguetá, 1998.

SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos: fundamentos teóricos e práticos**. 5. ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, 1982. 287p.

TECNAL EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS. **Forno Mufla Microprocessado 7000-10P**. Disponível em: <<http://tecnal.com.br/produtos/forno-mufla-microprocessado-700/>>. Acesso em: 09 out. 2017.

TOMITA, Y.; OKAWA, T. Effect of Microstructure on Mechanical Properties Of isothermally Bainite Transformed 300M Steel. **Material and Engineering. A**, Osaka, v. 172, p. 145-151, 1993.

VANDER VOORT, G. F. Color etching, In: ASM Handbook - Metallography and Microstructures. **ASM Internacional**, Ohio, v. 9, p. 139-142, 1995.

VANDER VOORT, G. F. Color Metallography, In: ASM Handbook - Metallography and Microstructures. **ASM International**, Ohio, v. 9, p. 332-354, 2004.

YOUNG, R. A. **The Rietveld method**. Chester, Oxford: University Press, 1993. 312p.

ZEISS. **Axio imager 2 for life science research**. Disponível em: <<https://www.zeiss.com/microscopy/us/products/light-microscopes/axio-imager-2-for-biology.html>>. Acesso em: 09 out. 2017.