## CAPÍTULO 5- DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

## 5.1 ASPECTOS CINÉTICOS E TERMODINÂMICOS DA PARTIÇÃO

# 5.1.1 Distribuição de Carbono durante a Partição

Os resultados da simulação realizada pelo DICTRA<sup>™</sup> e apresentados na Figura 4.18 mostram que para uma ferrita com 0,2µm e uma austenita com 0,126µm a descarbonetação da ferrita ocorreu em cerca 1s na temperatura de 350 °C. Esse tempo foi reduzido para cerca de 0,3s a 400 °C, e após 0,1s a 450 °C. Uma vez que a escala utilizada nos gráficos não permite uma exata observação do valor da concentração de carbono em função da distância, os valores mais precisos foram obtidos a partir das tabelas de resultados geradas pelo DICTRA<sup>™</sup>. De forma bastante simples é possível observar que o tempo necessário para descarbonetação completa da ferrita aumenta à medida que a temperatura de partição diminui, uma vez que a difusão é mais rápida em temperaturas mais elevadas. Os resultados também mostram que a concentração de carbono na ferrita após a completa descarbonetação é ligeiramente maior nas temperaturas mais altas devido ao aumento da solubilidade do carbono com a elevação da temperatura [1,57].

Com relação ao comportamento da austenita, a Figura 4.18 indica, para o aço Q1, um enriquecimento inicial de carbono próximo à interface, para todas as temperaturas. À medida que o tempo aumenta, a concentração de carbono vai se tornando homogênea ao longo da célula de austenita, tendendo um valor próximo a 0,95%C. Vale aqui lembrar que o enriquecimento máximo previsto é de 0,97%C, considerando uma situação ideal onde todo o carbono presente no sistema se difunde para a austenita, deixando a ferrita completamente empobrecida. O tempo necessário para completa homogeneização da austenita foi de cerca de 40s à temperatura de 350°C, 12s a 400°C e 4s a 450°C, para as dimensões aqui consideradas. Como previsto, o tempo necessário para a austenita atingir o grau de enriquecimento previsto pelo ECC de forma uniforme, ao longo de toda a célula aumenta à medida que a temperatura diminui. Por outro lado, por conta da diminuição da solubilidade de carbono na ferrita, um maior enriquecimento da austenita é previsto à medida que a temperatura de partição é reduzida.

Os perfis de concentração de carbono calculados, para uma condição de temperatura de têmpera de 167°C, estão apresentados na Figura 4.19. Para essa condição, mais uma vez, foi considerado que o tamanho de metade da

ferrita é de 0,1  $\mu$ m, enquanto, para a austenita de acordo com os cálculos realizados, metade da austenita possui a 0,045  $\mu$ m. Comparando as Figuras 4.18 e 4.19 é possível observar que os perfis da concentração do carbono na austenita, para as duas situações, são diferentes em função da diferença do tamanho do filme de austenita. Os resultados mostram que para a completa homogeneização da austenita, apresentando dimensão de 0,090  $\mu$ m, na temperatura de 450 °C foram necessários 2s, contra os aproximadamente 4s necessários para homogeneização de um filme de austenita com 0,125  $\mu$ m. De acordo com os cálculos, uma redução na temperatura de têmpera promove uma diminuição no tamanho da austenita, uma vez que corresponde a uma menor fração de austenita retida presente no sistema.

A Figura 4.20 apresenta o perfil de concentração de carbono na ferrita e na austenita, para a liga Q1, para uma temperatura de partição de 450°C, assumindo uma dimensão da célula de ferrita e da austenita de 2µm, e 1,25µm, respectivamente, sendo assim, uma ordem de grandeza superior ao apresentado na Figura 4.18. O objetivo dessa simulação é ilustrar o efeito das dimensões das ripas/placas de ferrita e da austenita no mecanismo de partição do carbono. Após partição a 450°C, a Figura 4.20, mostra que os tempos necessários para descarbonetação da ferrita e homogeneização da austenita são cerca de 10s e 400s, respectivamente, sendo esses valores 100 vezes quando comparados com o tempo necessário para a homogeneização da ferrita e da austenita nas condições apresentadas na Figura 4.18.

Na Figura 5.1 são apresentados resultados semelhantes aos já aqui analisados apenas utilizando um recurso gráfico que facilita a visualização de todo o sistema. Nessa simulação são apresentadas as dimensões integrais da ferrita e da austenita, e não apenas metade das células conforme o resultado apresentado nas Figuras anteriores. Para realização dos cálculos foi considerada uma temperatura de têmpera de 167 °C, o que, de acordo com a metodologia de cálculo empregada, forneceria uma fração de austenita de 31%. A temperatura de partição utilizada nos cálculos foi de 400°C. Para essa fração de austenita, e considerando a ferrita com 0,15 μm, o filme de austenita presente é de 0,068μm e o enriquecimento observado na austenita após homogeneização de cerca de 1,17% de carbono.



continua na próxima página



**Figura 5.1** Perfis de concentração de W(C) x distância para a liga Q1 para diferentes tempos. Temperatura de partição de 400 °C. Considerando a célula de ferrita com 0,15μm e de austenita com 0,068μm. A concentração inicial de carbono é de 0,37%.

#### 5.1.2 Atividade e Fluxo de Carbono

Após o tratamento de têmpera a microestrutura é composta por uma mistura de martensita e austenita apresentando igual concentração de carbono em ambas as fases, mas com diferentes atividades químicas. Uma vez que atividade do carbono é muito maior na ferrita supersaturada do que na austenita, durante o tratamento de partição o sistema busca equilibrar a

atividade do carbono na interface, o que por sua vez gera um fluxo de carbono da ferrita em direção a austenita [1,2,57-59]. A evolução desse processo pode ser visualizado na Figura 5.2 que apresenta uma montagem gráfica da variação do perfil atividade do carbono ao longo das células de ferrita e da austenita, para uma temperatura de 400°C, para diferentes tempos. Uma vez que os valores de atividade do carbono nas duas fases são muito diferentes no tempo inicial, foi aplicado um corte no eixo y do diagrama para permitir uma melhor visualização do sistema. Como já discutido, a atividade do carbono na interface assume diferentes valores dados pela condição de equilíbrio constrito de carbono até que o equilíbrio final seja alcançado. A montagem, apresentada na Figura 5.2, permite observar as diferentes atividades químicas do carbono nas duas fases para o tempo inicial, e a convergência para um valor comum na interface para tempos muito curtos. A Figura 5.3 ilustra a variação da atividade do carbono na ferrita e na austenita, na região da interface, em função do tempo. Conforme ilustrado durante o processo de partição, a interface vai assumindo diferentes valores de atividade, e conseqüentemente de composição (Figura 5.1), a fim de ajustar à diferença do fluxo de carbono proveniente da ferrita. Com o andamento do processo as regiões centrais começam a sofrer a influência do fluxo de carbono, o que provoca alterações nos valores de atividade e de concentração de carbono.





**Figura 5.2** Perfis de atividade do carbono x distância para a liga Q1 para diferentes tempos. Temperatura de partição de 400 °C. Considerando a célula de ferrita com 0,15μm e de austenita com 0,068μm.



**Figura 5.3** Gráfico ilustrando a variação da atividade química do carbono na interface ferrita-austenita em função do tempo.

Uma vez que, de acordo com as restrições impostas pela condição de equilíbrio constrito de carbono, a interface ferrita/austenita é considerada imóvel, o fluxo de carbono que sai da ferrita supersaturada é igual ao que chega na austenita [1,7,59]. A Figura 5.4 apresenta curvas ilustrando o fluxo de carbono, e a atividade, ao longo da interface, em função do tempo, para uma temperatura de 450 ℃, e considerando a ferrita com dimensões de 0,2µm e austenita com 0,12µm. Para essas mesmas condições a Figura 5.5 apresenta a evolução da concentração do carbono, em função do tempo ( $\sqrt{t}$ ) ao longo da interface evidenciando a existência de um acúmulo de carbono na interface do lado da austenita, para os tempos iniciais do processo. Esse acúmulo de carbono na interface da austenita é causado pela diferença na difusividade do carbono nas fases envolvidas. Para os momentos iniciais, o fluxo de carbono que chega à interface da austenita, proveniente da ferrita, é muito maior que a taxa com que esse carbono se difunde para o centro da austenita, causando assim acúmulo na interface. Essas diferenças entre as taxas explicam as mudanças observadas na inclinação das curvas de atividade e de concentração de carbono. A representação gráfica desse fenômeno está indicada nas Figuras 5.4 e 5.5 e corresponde ao período de tempo entre t<sub>0</sub> e t<sub>1</sub>. Para um período de tempo entre t1 e t2, as Figuras mostram que o fluxo de carbono proveniente da ferrita já está muito reduzido, de modo que fluxo que chega na interface da austenita, é muito próximo da taxa com que a interface libera carbono para o centro da célula de austenita. Para esse período as curvas mostram a existência de uma mudança na inclinação da curva de atividade, o que por sua vez provoca uma mudanca no perfil da concentração. Para tempos maiores que t2, o fluxo de carbono proveniente da ferrita já está tão reduzido que a austenita não consegue mais manter a mesma concentração de carbono na interface. A partir desse momento, a atividade do carbono na interface da austenita começa a cair, levando a uma mudança na concentração da ferrita, que se ajusta com o propósito de manter a mesma atividade de carbono, na interface, em ambas as fases.



**Figura 5.4** Variação do fluxo, e da atividade de carbono na interface, durante a partição a 450°C, para um tamanho de ferrita de 0,2 μm e de austenita de 0,12 μm. O tempo está apresentado na escala log para facilitar a visualização de todo o processo.



**Figura 5.5** Concentração de carbono (em peso) na interface para a ferrita (a) e para a austenita (b) em função do tempo. Temperatura de  $450^{\circ}$ C, tamanho de ferrita de 0,2 µm e de austenita de 0,12 µm. A concentração inicial de carbono é 0,37.

#### 5.1.3 Influência dos Parâmetros Dimensionais nas Condições de Equilíbrio

Uma vez que em função da aplicação de diferentes parâmetros de tratamentos térmicos diversas frações de ferrita e austenita podem estar presentes na microestrutura, as Figuras 5.6 a 5.8 apresentam alguns resultados de atividade e concentração de carbono, a fim de verificar a influência das dimensões das fases, nas condições de equilíbrio constrito de carbono.

Os resultados apresentados na Figura 5.6 foram calculados para uma ferrita com dimensões de 0.1, 0.15, 0.20  $\mu$ m, e considerando para todas essas situações a austenita com dimensão de 0.1  $\mu$ m. As curvas mostram que a composição da interface, tanto para a ferrita quanto para a austenita, é dependente do tamanho da ferrita. Tal evidência está relacionada com uma maior transferência de carbono à medida que o tamanho da ferrita aumenta.



continua na próxima página



Figura 5.6 Concentração de carbono (wt%) na interface da ferrita (a) e da austenita (b) em função do tempo. Temperatura de 400°C. Ferrita com dimensões de 0.1, 0.15 e 0.2µm e austenita com 0.1 µm. O tempo está apresentado na escala log para facilitar a visualização de todo o processo. A concentração inicial de carbono é 0,37%.

De acordo com os resultados apresentados, a concentração de carbono na interface da ferrita, e da austenita, ao longo do processo de partição, é função das dimensões da própria ferrita [57]. Conforme esperado, os resultados mostram que quanto maior a dimensão da ferrita, maior o enriquecimento final atingido na austenita. Nos momentos iniciais do processo, o mecanismo controlador é o transporte de carbono da ferrita para a austenita. Já num segundo momento, a concentração na interface, tanto da ferrita quando da austenita, é controlada pela concentração de carbono na interface da austenita. Uma vez que, conforme mostrado na Figura 5.3, as atividades do carbono são iguais nas duas fases, a concentração de carbono na ferrita sofre ajustes a fim de equilibrar a atividade. O comportamento da concentração, e da atividade, entre os trechos identificados por t<sub>1</sub> e t<sub>2</sub> indicam que quanto maior a fração de ferrita, por mais tempo a interface da austenita permanece com a máxima concentração de carbono alcançada pelo sistema.

Na Figura 5.7 está ilustrada a dependência entre o tamanho da austenita e a composição das fases na interface. Os resultados mostram que para uma ferrita com 0,2 µm e considerando austenita com diferentes dimensões (0,05-

 $0,15 e 0,2\mu m$ ), quanto menor a austenita, maior o enriquecimento atingido, para todos os tempos ao longo do processo.



**Figura 5.7** Concentração de carbono (wt%) na interface da ferrita (a) e da austenita (b) em função do tempo. Temperatura de 450°C. Ferrita com dimensões de 0.2μm e austenita com dimensão de 0.05, 0.15 e 0.20μm. O tempo está apresentado na escala log para facilitar a visualização de todo o processo.

Para ilustrar a etapa controladora do processo, com relação ao momento  $t_2$ , onde a interface da austenita começa a perder carbono para o centro da célula, a Figura 5.8 apresenta os resultados obtidos para uma ferrita com 0,1 µm e considerando a austenita com dimensões de (0,05 - 0,15 e 0,2µm). Comparando esses resultados com os apresentados na Figura 5.7 fica claro que o mecanismo que controla o momento em que a interface da austenita começa a perder carbono para o centro da célula, é o tamanho da ferrita adjacente.



Figura 5.8 Concentração de carbono (wt%) na interface da ferrita (a) e da austenita (b) em função do tempo. Temperatura de 450°C. Ferrita com dimensões de 0.1 μm e austenita com dimensão de 0.05, 0.15 e 0.20μm. O tempo está apresentado na escala log para facilitar a visualização de todo o processo.

# 5.1.4 Influência da Temperatura nas Condições de Equilíbrio

Um outro ponto que merece ser analisado diz respeito à variação da concentração de carbono na interface para as diferentes temperaturas de partição estudadas. A Figura 5.9 apresenta esses resultados, para uma austenita com 0,1µm e uma ferrita com dimensão de 0,2µm e temperaturas de 350, 400 e 450 ℃.

Os resultados apresentados na Figura 5.9 mostram uma redução na solubilidade da ferrita com a diminuição da temperatura, sendo dessa forma os

maiores valores de concentração de carbono na interface foram obtidos para a temperatura de 450 °C e os menores para 350 °C. De acordo com os conceitos de equilíbrio constrito de carbono [1], e em concordância com as equações utilizadas para o cálculo do equilíbrio termodinâmico proposto por Lobo [28,29], (e apresentadas e de forma esquemática na Figura 5.10 [1]), os resultados obtidos na Figura 5.9 confirmam a dependência entre a composição da ferrita e da austenita, com a temperatura.

Uma outra informação contida nessas curvas está relacionada com a variação do fluxo de carbono, ao longo da interface, com a temperatura. O que se observa é que nas temperaturas mais elevadas o enriquecimento da interface é mais rápido, ficando dessa forma a ferrita empobrecida em carbono para tempos mais curtos. Como conseqüência a austenita começa a perder carbono mais rapidamente para o centro da célula (conforme indicado pelo tempo t<sub>2</sub> na Figura 5.9*b*) sendo esse processo controlado pela difusividade do carbono na austenita.





**Figura 5.9** Concentração de carbono na interface da ferrita (a) e da austenita (b) em função do tempo, para as temperaturas de 350, 400 e 450°C, considerando a ferrita com 0,2 μm e de austenita de 0,1 μm.



**Figura 5.10** Gráfico ilustrando a variação da composição da ferrita e da austenita, considerando atividades idênticas para o carbono, para temperaturas entre 200 e 600ºC [1].

#### 5.1.5 Precipitação de Carbetos

Nesta seção será discutida a influência do teor de carbono, e sua distribuição, na precipitação de carbetos durante o processo de partição. A Figura 5.11(a) ilustra a variação da concentração de carbono no centro da ferrita em função do tempo, para uma temperatura de 450 °C. Os resultados mostram que praticamente toda a difusão na ferrita ocorre em 0,1 segundos, para as dimensões aqui empregadas. Considerando uma possível precipitação de carbetos nessa fase, os resultados da simulação mostram que a precipitação poderá ocorrer já nos momentos iniciais do processo, quando a ferrita está supersaturada em carbono. Por outro lado, o centro da ferrita é a última região a se descarbonetar, sendo portanto a região que fica mais tempo suscetível a precipitação de carbetos.

Analisando o comportamento da austenita, os resultados mostraram a existência de um acúmulo de carbono na interface, para os tempos iniciais do processo. Devido à formação de um grande gradiente de concentração de carbono próximo à interface, uma hipótese a se considerar seria a viabilidade de precipitação de carbetos nessa região. Conforme mostrado na Figura 5.11(b), para essas dimensões de austenita e de ferrita, e para a temperatura de 450°C, o centro da austenita precisa de mais de 5 segundos para atingir a composição final. As informações presentes nas Figuras 5.7 e 5.8 ilustram ainda que quanto maior o tamanho da ferrita, maior o enriquecimento observado na interface da austenita, que por sua vez, assim permanece por tempos mais longos.

De forma resumida, podemos considerar que baseado na abordagem cinética do processo de partição do carbono entre a ferrita e austenita, e considerando que a precipitação de carbetos não foi completamente suprimida, os cálculos cinéticos sugerem que a precipitação dos carbetos deva ocorrer nos momentos inicias do processo de partição, preferencialmente no centro da ferrita ou na interface da austenita.



**Figura 5.11** Concentração de carbono na região central da célula de ferrita (a) e de austenita (b) em função do tempo. Temperatura de 450°C, tamanho de ferrita de 0,2  $\mu$ m e de austenita de 0,12  $\mu$ m. O eixo *x* está apresentando na escala log para facilitar a visualização de todo o processo.

#### 5.1.6 Informações Complementares relativas ao Equilíbrio Constrito de Carbono

A partir do conhecimento da concentração e atividade do carbono na região da interface para a ferrita e para a austenita é possível ilustrar por meio de diagramas de energia livre x composição, como se desenvolve o equilíbrio constrito de carbono durante a partição. De acordo com o modelamento proposto para o processo de têmpera e partição, o empobrecimento de carbono na ferrita, e o seu enriquecimento na austenita vão gerar infinitas possibilidades de equilíbrio satisfazendo o ECC. Dependendo das condições de temperatura, teor de carbono da liga e das dimensões relativas das fases adjacentes, o sistema vai escolher um conjunto de pares de composições que possuam idêntica atividade de carbono nas duas fases, e esta condição será mantida até que o equilíbrio final seja atingido.

A Figura 5.12 apresenta um diagrama esquemático de energia livre de Gibbs x composição, relacionando a atividade do carbono com a composição da ferrita e da austenita, na interface, e como variam para diferentes tempos de partição. Todos os valores apresentados na figura, tanto para a atividade do carbono e do ferro, quanto para a composição da ferrita e da austenita, foram gerados a partir das simulações realizadas pelo DICTRA<sup>™</sup>. Neste diagrama fica evidente que durante a condição proposta de equilíbrio constrito de carbono (ECC) a atividade química do ferro, na interface não é a mesma

nas duas fases. Isto decorre da condição atuante no processo de partição do carbono, quando estão envolvidas as fases ferrita e austenita, em temperaturas onde não ocorre difusão de átomos substitucionais.



continua na próxima página



**Figura 5.12** Diagrama esquemático de Energia Livre de Gibbs x composição, relacionando a atividade do carbono com a respectiva composição para diferentes tempos de partição.

# 5.2 MICROESTRUTURA E FRAÇÃO DE AUSTENITA

Alguns aspectos preliminares relativos à avaliação da microestrutura e do teor de austenita já foram apresentados no Capítulo 4 e serão agora analisados

e discutidos com base nos parâmetros de tratamento térmicos empregados, e nos possíveis efeitos composicionais de cada uma das ligas estudadas.

Conforme ilustrado nas Figuras 4.23, 4.25, 4.27, 4.30 e 4.31, para quase todas as condições de têmpera e partição, as frações de austenita medidas foram inferiores as frações teóricas calculadas, ilustradas na curva orientativa. As Figuras mostram ainda que os valores de austenita retida medidos são pouco influenciados pela temperatura de têmpera empregada, estando todos dentro de uma faixa de valores restrita. Muito provavelmente ambas as observações estão relacionadas tanto com os aspectos relativos à metodologia de cálculo (como, por exemplo, a expressão utilizada para o cálculo de Ms), quanto pela ocorrência de mecanismos/reações competitivas que consomem ou aprisionam o carbono, ocasionando dessa forma uma partição incompleta.

De uma forma geral os maiores valores de austenita retida foram encontrados para a liga Q3, e as menores frações para a liga Q2. Tais resultados são compatíveis com a composição das ligas, uma vez que a diferença básica na formulação composicional dessas ligas está relacionada aos elementos C e Ni, possuindo a liga Q3 0,39%C e 4,83%Ni, enquanto a liga Q2 possui a menor quantidade de elementos de liga, sendo os teores de C e de Ni, 0,22% e 1,39%, respectivamente. Essas diferenças vão influir no valor de Ms e conseqüentemente na fração de austenita estável à temperatura ambiente, conforme indicado pela expressão proposta por Koistinen-Marburger [32].

A fim de melhor analisar a influência dos parâmetros de tratamento térmico nos valores de austenita retida e no enriquecimento pelo carbono, as Figuras 5.13 a 5.20 apresentam os resultados obtidos, para cada condição de têmpera, em função da temperatura de partição, para cada uma das ligas estudadas. As Figuras mostram que, de uma forma geral, os níveis mais baixos de enriquecimento da austenita pelo carbono foram para as amostras da liga Q3, que por sua vez apresentaram os maiores valores de fração de austenita retida. Os resultados apresentados nessas figuras mostram que, independente da liga e da temperatura de têmpera, as menores frações de austenita retida foram obtidas para as amostras que sofreram partição a 350 °C e as maiores para as amostras submetidas à partição a 450 °C. Apenas 2 condições dentro das 84 avaliadas não confirmam essa observação. As figuras indicam ainda que os maiores valores de enriquecimento foram observados para as ligas que sofreram partição a 450 °C por tempos longos. Os resultados mostram ainda uma tendência à estabilização da concentração de carbono na austenita para tempos

162

mais longos, indicando assim a ocorrência de partição incompleta para tempos curtos.

Esses resultados indicam que a realização do tratamento de partição em temperaturas elevadas resulta numa maior fração volumétrica de austenita estável à temperatura ambiente, assim como de seu enriquecimento. Existem dois mecanismos possíveis que ajudam a entender esse comportamento, e que estão relacionados com a existência de carbono livre para estabilizar a austenita.

Uma fonte de retenção de carbono na martensita é o aprisionamento deste pelas discordâncias. Um aumento na temperatura de partição promove uma maior mobilidade atômica e conseqüentemente um menor aprisionamento de carbono pelas discordâncias, estando esses livres para se difundir para a austenita [46,47, 60,61]. Essa observação ajuda a explicar o fato da partição na temperatura de 450 °C resultar nos maiores teores de austenita e a 350 °C os menores valores, independente das condições de têmpera empregadas para cada uma das ligas.

Uma outra fonte de retenção de carbono na martensita é a precipitação de carbetos. Conforme indicado nas análises por microscopia de transmissão, foram observadas, para todas as amostras analisadas, a presença desses precipitados. No entanto, não foi possível fazer uma quantificação da fração de carbetos existentes para cada uma das condições, uma vez que a técnica de microscopia de transmissão não é a mais adequada para esse objetivo. Nos resultados de difração de raios-x não foi observada a presença de picos característicos de carbetos para as amostras analisadas, indicando assim que a fração presente é menor que o limite de detecção da técnica (1%). Considerando então uma abordagem mais teórica, e tomando como base os valores obtidos pelo Thermo-Calc® para o cálculo da força motriz para precipitação de carbetos na ferrita (Figuras 4.14 a 4.17), as curvas mostram que um aumento na temperatura de partição promove uma redução na força motriz disponível para a precipitação de carbetos.

A conjunção desses dois fatores parece indicar que a realização de partição em temperaturas elevadas pode ser mais eficiente do que em temperaturas mais baixas, onde tanto a precipitação de carbetos é favorecida, como o aprisionamento de carbono pelas discordâncias, implicando assim numa maior retenção de carbono na ferrita e numa redução no enriquecimento da austenita em carbono, resultando numa maior estabilidade à temperatura ambiente.



Figura 5.13 Liga Q1, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 167 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30 e 100s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.14 Liga Q1, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 187 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30, 100 e 1000s nas temperaturas de 350, 400 e 450 °C. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.15 Liga Q1, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 207 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30 e 100s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.16 Liga Q2, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 182 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30, 100 e 1000s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.17 Liga Q3, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 182 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30 e 100s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.18 Liga Q3, amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 182 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30 e 100s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.19 Liga Q4. (a) Fração de austenita em função do tempo de partição. Para amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 147 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30,100 e 1000s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.20 Liga Q4 (a) Fração de austenita em função do tempo de partição.Para amostras austenitizadas a 890 ℃, temperadas a 167 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30,100 e 1000s nas temperaturas de 350, 400 e 450 ℃. (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.

Conforme descrito no item 3.4, a liga Q4 foi submetida a um tratamento intercrítico com o objetivo de obter na microestrutura uma fração de ferrita intercrítica. A Figura 5.21 apresenta os resultados obtidos para a fração de austenita, e a concentração de carbono na austenita em função do tempo de partição, para as amostras austenitizadas a 735 ℃ por 1800s, temperadas a 147 ℃ por 10s, seguido do tratamento de partição a 400 ℃ por 10, 30, 100 e 1000s. Para facilitar a visualização, e comparação dos resultados, a Figura 5.22 apresenta os valores para as amostras submetidas a austenitização plena e intercrítica.

As frações obtidas de austenita retida para as amostras tratadas termicamente na temperatura intercrítica se mostraram superiores, para todos os tempos estudados, quando comparados com os valores obtidos pelas amostras que sofreram austenitização plena. Essa constatação pode ser atribuída ao enriquecimento de carbono da austenita intercrítica, tornando-a mais estável, aliada ao enriquecimento oriundo da partição, contribuindo assim para as elevadas quantidades de austenita observadas nas amostras austenitizadas intercríticamente.



Figura 5.21 (a) Fração de austenita em função do tempo de partição.para amostras austenitizadas uma temperatura intercrítica 735 ℃ por 1800s, temperadas a 147 ℃ por 10s e submetidas à partição por 10, 30, 100 e 1000s nas temperaturas de 400 ℃. (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.



Figura 5.22 (a) Fração de austenita em função do tempo de partição.para amostras austenitizadas uma temperatura intercrítica 735 ℃ e 890 ℃. A têmpera de todas as amostras foi a 147 ℃ por 10s e m seguida submetidas à partição por 10, 30, 100 e 1000s nas temperaturas de 400 ℃. (b) Percentual de carbono na austenita em função do tempo de partição.

### 5.3 ASPECTOS MECÂNICOS E MICROESTRUTURAIS

Os resultados obtidos serão comparados e analisados com base nas informações fornecidas pela análise microestrutural e pela observação das superfícies de fratura no microscópio de varredura. Por fim, as propriedades em tração serão comparadas com as apresentadas por aços do grupo TRIP, Dual-Phase e Martensíticos.

A partir dos resultados mecânicos, microestruturais, e ainda da observação da superfície de fratura, foi possível separar as ligas estudadas em dois grupos com características microestruturais e mecânicas bastante distintas entre si, Figura 5.23. O primeiro grupo, cujos resultados serão analisados e comparados, é composta pelas liga Q1 e Q4. Os aspectos microestruturais e mecânicos desse grupo serão então confrontados com os resultados apresentados pela liga Q3.

As ligas identificadas por Q1 e Q4 apresentaram, para todas as condições estudadas, elevados valores de tensão de escoamento e de ruptura e uma ductilidade, verificada através da medida de alongamento na fratura, reduzida, para a grande maioria dos casos. Deve-se destacar que, provavelmente, os valores de alongamento na fratura obtidos nos ensaios são inferiores aos valores reais, uma vez que os corpos de prova apresentavam uma curvatura de cerca de 10<sup>o</sup> causada pela a etapa de laminação e que por problemas operacionais, não foi eliminada na etapa seguinte. Essa curvatura limitou a interpretação dos resultados relativos à deformação.



Figura 5.23 Valores de alongamento na fratura em função da tensão de ruptura para amostras da liga Q1, Q3 e Q4 em diferentes condições de têmpera e partição.

Embora a composição química das ligas Q1 (0,37%C e 1,4% Ni) e Q4 (0,28%C e 5,0%Ni) apresentem valores bem diferentes de C e Ni, a microestrutura observada ao final do tratamento de têmpera e partição se mostrou bastante semelhante com relação às fases, e à morfologia na qual essas se apresentam. Aplicando uma proposta para o cálculo do carbono equivalente [6] foram obtidos os valores de 0,67%C e 0,64%C, para as ligas Q1 e Q4, respectivamente. Para esses valores de carbono equivalente, e considerando as temperaturas de têmpera empregadas, a literatura relata que a martensita formada será preferencialmente na forma de ripas enquanto a austenita estará presente na forma de filmes finos entre as ripas de martensita [62,63].

As técnicas de caracterização microestrutural empregadas indicaram, para essas ligas, a presença, de uma mistura de martensita, austenita e em algumas amostras foi possível observar regiões apresentando ferrita. As amostras analisadas por microscopia de transmissão deixaram evidente a presença de martensita apresentando maclas. A presença desse constituinte está geralmente associada com uma martensita de alto carbono, sugerindo assim que austenita sofreu um enriquecimento de carbono durante a etapa de partição, mas não o suficiente para estabilizá-la completamente, levando assim à formação de martensita durante o resfriamento final.

Conforme quantificado pela análise de difração de raios-X, as microestruturas de ambas as ligas apresentaram uma grande faixa de percentuais de austenita. A observação realizada na microscopia de transmissão mostrou, para todas as amostras analisadas, a presença de austenita na forma de filmes. Foi também observada a precipitação de carbetos de transição do tipo epsilon ( $\epsilon$ ) na ferrita. Estudos mostram que esses carbetos estão associados com as primeiras etapas do revenido em aços contendo C e Ni [6,63]. Já para a austenita, mesmo esta apresentando alta concentração de carbono, após a partição, não foi observada precipitação de carbetos. Tal fato é respaldado pelos cálculos termodinâmicos, uma vez que a força motriz para a precipitação desses carbetos na ferrita/martensita é cerca de duas vezes a disponível para a precipitação dessa fase na austenita.

Embora o desenvolvimento dessa ligas tenha tido como meta a não ocorrência de precipitação de carbetos, a presença dessa fase foi evidenciada na microscopia de transmissão, mas não na difração de raios-X, onde os picos detectados fazem referência apenas a ferrita/martensita e a austenita. Dessa forma podemos considerar que a fração volumétrica de carbetos é no mínimo inferior ao limite de detecção da técnica de DR-X que é de aproximadamente 1% em volume.

Em algumas situações, tanto para a liga Q1 quanto para a Q4, foi observada, na análise por microscopia de transmissão, a presença de ferrita na microestrutura. Esta ferrita teria se originado a partir da martensita que sofreu descarbonetação durante o processo de partição. Esse constituinte também deve ser levado em consideração quando da análise da relação entre as propriedades mecânicas e a microestrutura, uma vez que sua presença promoveria um aumento na ductilidade do material acompanhado por uma perda nos limites de resistência. No entanto, uma vez que no processo ocorreram variações simultâneas de vários constituintes microestruturais, os efeitos específicos de cada um deles sobre as propriedades mecânicas não puderam ser analisados de modo separado e criteriosamente.

O comportamento em tração dessas duas ligas foi bastante semelhante com relação à variação de alguns parâmetros de tratamento térmico. Tanto para as ligas Q1 quanto Q4 os valores da tensão limite de escoamento e de ruptura apresentaram uma pequena redução com o aumento do tempo de partição, considerando a análise para cada grupo de temperatura de partição empregada, Figuras 4.75 a 4.82, 4.85 a 4.88 e 4.91 a 4.94. Esse comportamento, provavelmente, está relacionado com o fenômeno de recuperação da subestrutura de discordâncias durante a etapa de partição, o qual se torna mais acentuado para tempos mais longos, promovendo dessa forma uma redução da tensão de escoamento e de ruptura [6,55].

Embora para algumas situações de têmpera e partição tenham sido observados uma diminuição da tensão de escoamento e de ruptura com um aumento no teor de austenita, na grande maioria dos casos o valor de tensão de ruptura alcançado parece ser independente do teor de austenita presente na microestrutura, Figura 5.24 a 5.26.



**Figura 5.24** Fração de austenita (%) em função da tensão de ruptura para amostras da liga Q1, Q3 e Q4 em diferentes condições de têmpera e partição.





Figura 5.25 Fração de austenita (%) em função da tensão de ruptura para amostras da liga Q1 em diferentes condições de têmpera e partição.



Figura 5.26 Fração de austenita (%) em função da tensão de ruptura para amostras da liga Q4 em diferentes condições de têmpera e partição.

Comparando as superfícies de fratura dos corpos de prova rompidos em tração é possível, mais uma vez, observar as semelhanças entre as amostras da liga Q1 e Q4, em contra ponto às amostras da liga Q3. De uma forma geral, a fratura das ligas Q1 e Q4 indicaram uma predominância de micromecanismos mistos de fratura ao longo de toda a seção analisada. Foi observada a presenças de microcavidades rasas, e de pequenas dimensões (Figuras 4.83*a* e 4.84*a*) com algumas regiões apresentando facetas mais frágeis (Figuras 4.84*b* e 4.97*b*). A presença de diferentes micromecanimos de fratura nesse material é esperada, uma vez que coexistem na microestrutura fases com diferentes características de resistência e ductilidade.

Essas observações estão de acordo com o relato da literatura [55,56] que indica que aços martensíticos com elevados teores de carbono, que não tenham sofrido tratamento de revenido, apresentam micromecanimos de fratura de baixa energia. Dessa forma, as facetas de fratura de baixa energia observadas estão, provavelmente, relacionadas com a presença de martensita rica em carbono que se formou durante o resfriamento final após o tratamento de partição. Essa martensita não passou por nenhuma das etapas envolvidas num tratamento de revenido apresentando assim baixa ductilidade.

Todas as microestruturas analisadas da amostra Q3, diferentemente do observado para as liga Q1 e Q4 apresentaram uma martensita na forma de placas, Figuras 4.52 a 4.55. A mudança na morfologia da martensita de ripas, conforme observado para as demais ligas, para a morfologia de placas está relacionada com fatores tais como: diminuição da temperatura de transformação, aumento da concentração de carbono, e de outros elementos substitucionais (principalmente Ni) e ainda função da resistência e capacidade de acomodação da matriz austenítica [55,64]. Para a composição química apresentada pela liga Q3, o teor de carbono equivalente calculado, é cerca de 0,77% [6] favorecendo assim a formação de martensita na forma de placas, para as temperaturas de têmpera aqui empregadas. Associada à formação de martensita na forma de placas, está a presença de austenita que fica aprisionada entre as placas de martensita e possuem dessa forma uma morfologia granular[62,63].

Os resultados apresentados no item 4.3.3 indicaram, para as amostras temperadas a 147ºC, e que foram submetidas ao tratamento de partição a 450 °C, um aumento na fração de austenita com o aumento do tempo de partição. Por sua vez o resultados mecânicos mostram que para essa temperatura de partição ocorre uma redução na tensão de escoamento e de ruptura para tempos mais longos.

Para as amostras que sofreram partição a 400 ℃, uma diminuição no valor da austenita promove um ligeiro aumento nos valores de resistência à fratura. Comportamento similar é observado na Figura 5.27 para amostras que sofreram partição a 167ºC.

Assim como para as amostras da liga Q1 e Q4, para algumas situações de têmpera e partição foi observados uma diminuição da tensão de ruptura com um aumento no teor de austenita, conforme ilustrado na Figura 5.27*a*. Já para as amostras temperadas a 167°C (Figura 5.27*b*) os valores de tensão de ruptura perecem ser independente do teor de austenita presente na microestrutura.

Os baixos valores de alongamento na fratura observados para as amostras da liga Q3, para todas condições de têmpera e partição, muito provavelmente estão relacionados com a morfologia na qual a martensita e a austenita se apresentam. Estudos descrevem a instabilidade mecânica da austenita, durante a aplicação de esforços, quando esta se apresenta na forma de placas de grandes dimensões ("blocky austenite") [42,65-68]. Os trabalhos mostram que sob a influência de tensões de baixa magnitude a austenita tende a se transformar em martensita [6]. No caso das amostras submetidas ao tratamento de têmpera e partição, a martensita que vai se formar com a aplicação de esforços mecânicos, terá alto carbono, não revenida, possuindo dessa forma um efeito fragilizante no material. Esse fenômeno pode esclarecer a baixa ductilidade apresentada pelos corpos de prova da liga Q3.

Por sua vez a austenita, quando presente na microestrutura na forma de filmes, dispersa na matriz martensítica, conforme observado nas ligas Q1 e Q4, possui um comportamento muito mais estável, tanto em função da sua alta concentração de carbono, mas muito fortemente devido à restrição à transformação causada pela matriz [67,70]. A literatura apresenta estudos que descrevem uma situação limite para a relação entre a fração de austenita na forma de filmes e na forma de placas, sugerindo que altos valores de resistência e de tenacidade podem ser alcançados se a fração de austenita na forma "granular" for inferior a 10% da fração de austenita presente na forma de filmes [64,71]. A presença na microestrutura de quantidades de austenita na forma "granular" superior a esse limite promove o aparecimento de mecanismos fragilizantes que acabam por comprometer a resistência e a ductilidade do material [64,67-71].



**Figura 5.27** Fração de austenita (%) em função da tensão de ruptura para amostras da (*a*) liga Q3 temperadas a  $147 \degree C$  e (*b*) temperadas a  $167 \degree C$ .

A fim de verificar a influência do campo de tensão atuante na transformação da austenita, foi preparada a seção longitudinal de um corpo de

prova rompido em tração. A amostra foi preparada de tal forma que a análise foi conduzida próxima à metade da espessura do corpo de prova. A Figura 5.28 ilustra a microestrutura em diferentes posições a partir da superfície de fratura, após a realização do ensaio de tração. É possível observar um aumento na quantidade de martensita (fase escura) à medida que se aproxima da superfície de fratura, como resultado da transformação progressiva da austenita (fase clara) por conta da deformação crescente produzida em cada região [67,68]. Nessa situação a fratura vai se propagar numa microestrutura contendo grandes quantidades de martensita, enriquecida em carbono, apresentando um comportamento frágil. Essa observação ajuda a explicar o baixo alongamento na fratura na fratura e resistência obtida para esse grupo de amostras.

As superfícies de fratura dos corpos de prova da liga Q3 rompidos em tração, e que foram analisados por microscopia de varredura, apresentaram na sua grande maioria mecanismos de fratura de baixa energia com regiões apresentando fratura intergranular. As Figuras 4.38 e 4.39 ilustram alguns dos micromecanimos de fratura observados nas diferentes amostras.



continua na próxima página



Figura 5.28 Micrografia da seção longitudinal do corpo de prova ensaiado em tração da liga Q3. (a) região próxima à superfície de fratura. (b) região afastada 0,1mm da superfície de fratura. (c) região afastada superfície de fratura.

### Comparação com outros Aços de Alta Resistência

A aplicação do processo de têmpera e partição nos aços aqui estudados produziu microestruturas que apresentaram, em tração, alta resistência e resultados de alongamento na fratura bastante variados. A Figura 5.29 apresenta os valores de alongamento na fratura total em função da tensão de ruptura obtidos para todos os corpos de prova ensaiados.

As amostras do grupo Q3 apresentaram um comportamento bastante distinto das demais, tendo sido obtida uma combinação de baixa resistência e baixa ductilidade. Conforme discutido nas seções anteriores, a presença de frações de austenita na forma "granular" entre 20 e 34%, contribuiu para a perda

da resistência mecânica desse grupo de amostras. Por sua vez a grande quantidade de austenita presente nesse grupo em nada contribuiu para um ganho de ductilidade do material, conforme já discutido anteriormente.

Os altos valores de resistência mecânica apresentados pelas ligas Q1 e Q4 estão associados à presença de grandes frações de martensita presentes na microestrutura, conforme indicado nos resultados apresentados nas seções anteriores.

Os resultados apresentados na Figura 5.29 confirmam o potencial do processo de têmpera e partição para a obtenção de uma combinação bastante desejável de propriedades mecânicas, dentro do mesmo grupo de amostras. Ao que tudo indica, a aplicação de tratamento intercrítico, poderia promover um aumento da ductilidade e uma redução nos níveis de resistência mecânica devido à presença de uma quantidade significativa de ferrita intercrítica na microestrutura. Essa combinação de propriedades pode ser interessante uma vez que os níveis de resistência apresentados pelas ligas Q1 e Q4 são bastante elevados e uma redução de, por exemplo, 20% no valor de resistência, com ganho de ductilidade, pode ser benéfico para a aplicação em questão.

A Figura 5.29 ilustra o alongamento na fratura total em função da tensão limite de resistência para as amostras estudadas nesse trabalho e ainda, para efeito comparativo, as propriedades mecânicas apresentadas por aços TRIP, aços "Dual-Phase" (DP), aços martensíticos (M). As informações relativas a esses últimos materiais foram obtidas a partir das informações publicadas pela ULSAB (Ultra-Light Steel Auto-Body Program [72] e Ispat-Inland [73]. Os valores de alongamento na fratura apresentados fazem referência ao alongamento na fratura uma vez que essa era a referência disponível para comparação.

Os resultados indicam que o processo de têmpera e partição, quando aplicados nas ligas aqui estudadas, levaram a uma extensão considerável da faixa de resistência dos aços TRIP. Com relação à ductilidade, os resultados indicam uma perda considerável no alongamento na fratura quando comparado com os valores apresentados pelos aços TRIP. Duas considerações devem ser feitas com relação a essa observação. Primeiramente, conforme já discutido anteriormente, os corpos de prova apresentavam uma falta de planicidade que compromete parcialmente os resultados do alongamento na fratura. O outro ponto diz respeito às microestrutruras. Tanto os aços TRIP, quanto os "Dual-Phase", cujas propriedades estão apresentadas na Figura 5.29, continham frações consideráveis de ferrita intercrítica na microestrutura, explicando assim o alto alongamento na fratura observado.

Muito recentemente, aços extremamente resistentes (1.59Si-1.94Mn-1.33Cr-0,3Mo) apresentando uma microestrutura bainítica têm sido desenvolvidos por Bhadeshia, Caballero e colaboradores [42,43] através do tratamento isotérmico na faixa de temperatura entre 125 a 325 °C por tempos da ordem de dias. A microestrutura desse material consiste de ripas de ferrita com dimensões entre 20 e 40nm, e filmes de austenita ainda mais finos localizados entre as ripas de ferrita. A fração de austenita é de cerca de 11%. Valores de resistência em torno de 2400MPa, e um alongamento na fratura na fratura de cerca de 14%, tem sido relatados para essa microestrutura para tratamento de austêmpera por 14 dias. Embora o nível de resistência desse material seja superior ao obtido pelo tratamento de têmpera e partição quando aplicado nas liga Q1 e Q4, o tempo necessário para a produção dessa microestrutura é muito longo, podendo, do ponto de vista de processamento industrial, tornar o processo de têmpera e partição atraente à medida que uma otimização das propriedades seja realizada.



Figura 5.29 Valores de resistência e alongamento na fratura na fratura total obtido para os corpos de prova submetidos ao processo de têmpera e partição, quando comparados com diferentes grupos de aço (TRIP,Dual-Phase e Martensítico).