# CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLOGICA DE MINAS GERAIS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

JOÃO PAULO ELEUTÉRIO SILVA

# ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO VANÁDIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURA DO AÇO SAE-9254

BELO HORIZONTE

2016

## JOÃO PAULO ELEUTÉRIO SILVA

### ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO ELEMENTO DE LIGA VANÁDIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURA DO AÇO SAE-9254

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

Orientador: Elaine Carballo Siqueira Corrêa

Coorientador: Wellington Lopes

**BELO HORIZONTE** 

## JOÃO PAULO ELEUTÉRIO SILVA

### ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO VANÁDIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURA DO AÇO SAE-9254

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

Aprovado em 08/12/2016

### BANCA EXAMINADORA

Prof.: Dr(a). Elaine Carballo Siqueira Corrêa - Orientador

Prof.: Dr. Wellington Lopes - Coorientador

Prof.: Me. Aline Silva Magalhães

Eng.: Cintia Braga

### AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos aqueles que estiveram envolvidos de alguma maneira para a realização deste trabalho, seja por meio de conselhos dados, conselhos pedidos e puxões de orelhas merecidos.

À Prof. Dr. Elaine Carballo Siqueira Corrêa agradeço pela orientação, paciência, gentileza e incentivo, mas acima de tudo pela amizade, carinho e por me deixar caminhar com minhas próprias pernas. Obrigado mãe!

Ao Prof. Dr. Wellington Lopes, pelos conselhos e ajuda, desde a época de iniciação científica.

Aos amigos Matheus Ocelli, Rafael Moura e Rodrigo Vasconcellos que iniciaram esta caminhada comigo, agradeço pelo companheirismo, incentivos e ajuda nos momentos difíceis. Agradeço ao Lucas Paixão por não me deixar esquecer o que mais importa e todos vocês, amigos, aqui não citados de alguma forma sempre me fizeram prosperar.

À minha namorada, Rita, por ser minha maior incentivadora e acreditar sempre em mim, mesmo quando eu mesmo não o faço.

Ao pessoal do laboratório de caracterização, que aceitaram esse intruso como mais um da família. Ao pessoal do laboratório de metalografia pelos conselhos e gentileza de sempre.

À minha família pelo incentivo, em especial à minha irmã Tâmisa pelas consultorias na madrugada.

Às Prof. Aline Silva Magalhães e Eng. Cíntia Braga pelos conselhos oportunos, e por aceitarem fazer parte desta banca.

À Gerdau Pindamonhangaba pelos materiais doados.

#### RESUMO

Neste trabalho foi estudada influência do elemento de liga vanádio nas propriedades mecânicas e microestrutura do aço SAE 9254. O material utilizado foi cedido pela Gerdau Pindamonhangaba na forma de fio-máquina, sendo que a principal diferença em constituição química é a presença de 0,18pp% de V no aço SAE 9254v e de apenas 0,01pp% de V no aço SAE 9254. Os materiais foram caracterizados como recebidos, através de micrografia com diferentes reagentes, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de raios-X por dispersão em energia, difração de raios-X e microdureza. As amostras com maior teor de vanádio apresentaram maior proporção de austenita retida; estruturas mais refinadas, independente dos constituintes presentes; maior proporção de bainita e ferrita, precipitados em maior quantidade e tamanho. Devido à essa estrutura distinta, os aços apresentaram diferentes comportamentos quando estudadas as suas durezas. Ambos os aços tiverem redução em sua dureza a partir do revenimento de 200°C, porém o aço SAE 9254V teve quedas mais sutis que o SAE 9254, resultando em uma diferença de dureza quando revenidos a 600°C de 109HV. Os precipitados maiores foram caracterizados com forte presença de silício, estando presente nas duas amostras, apesar da maior proporção no aco SAE 9254V. Precipitados de Cr de dimensão superior aos de Si foram observados para amostras do aço SAE 9254, enquanto no aço SAE 9254V foram observados precipitados circulares de 1nm., caracterizados como carbonetos, nitretos e carbo-nitretos de vanádio (partículas V(C,N).

#### ABSTRACT

The influence of the alloying element V on the SAE 9254 steel's mechanical properties and microstructure was studied in this work. The material used was endowed by Gerdau Pindamonhangaba in wire rod form, being the main chemical composition difference the 0.18wt % vanadium content in SAE 9254V steel while SAE 9254 steel only present 0.01% wt of vanadium. The materials were characterized as received by micrographs with different reagents, scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, X-ray diffraction and microhardness. Samples with higher vanadium content showed a higher retained austenite proportion; more refined structures, independently of the constituents present; greater bainite and ferrite proportion, greater quantity and size of precipitates. Due to this distinct structure, the steels presented different behaviors when their hardness was studied. Both steels exhibited hardness reduction from 200°C tempering until 600°C, but SAE 9254V steel had subtler decays than SAE 9254, resulting in a difference in hardness when tempered at 600°C of 109HV. Larger precipitates were characterized with strong presence of silicon, being present in both samples, despite the higher proportion in SAE 9254V steel. Cr-precipitates larger than the Si precipitates were observed for SAE 9254 steel samples, while SAE 9254V steel showed 1nm circular precipitates, characterized as vanadium carbides, nitrides and carbo-nitrides (V (C, N) particles)

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Ilustração da estrutura CCC	5
Figura 2 - Ilustração estrutura CFC	5
Figura 3 - Influência da temperatura no parâmetro α	6
Figura 4- Representação dos espaços intersticiais da estrutura CFC	7
Figura 5- Representação dos espaços intersticiais da estrutura CCC	7
Figura 6 - Diagrama de equilíbrio Fe-Fe3C	9
Figura 7 - Micrografias dos constituintes ferrita e cementita	10
Figura 8 - Micrografia do constituinte perlita	11
Figura 9 - Mecanismos de formação dos principais constituintes do aço	12
Figura 10 - Esquema dos diferentes estágios do encruamento-recozimento	14
Figura 11 - Faixas de temperatura de austenitização dos aço e Curva de solubilização da perlita	ı em
aço eutetóide	15
Figura 12 - Curva de transformação isotérmica da austenita	16
Figura 13 - Curva de transformação a taxa de resfriamento contínuo da austenita	16
Figura 14 - Relação tensão limite de escoamento com temperatura de recozimento	17
Figura 15 - Faixas de temperatura e teor de carbono para formação de diferentes constituintes.	. 18
Figura 16 - Faixas usuais para tratamentos térmicos de aços	19
Figura 17 – Diagrama esquemático da operação de normalização	20
Figura 18 - Curvas ITT para aço-carbono e aço-liga	21
Figura 19 - Esquema representativo dos diferentes estágios no resfriamento rápido	22
Figura 20 - Esquema de estágio crítico de formação de tensões durante a transforma	ação
martensítica	24
Figura 21 - Esquema de tratamento térmico de têmpera seguido de revenimento	26
Figura 22- Micrografia de martensita revenida	26
Figura 23 - Alterações no diagrama Fe-Fe3C, decorrente da adição de ligantes	29
Figura 24 - Diagrama Fe-C-Mn	32
Figura 25 - Diagrama ternário Fe-C-Si	33
Figura 26 - Diagrama ternário Fe-C-V	34
Figura 27 - Principais aplicações do aço mola.	36
Figura 28 - Esquema da fabricação do aço mola conformado em fio-máquina	37

Figura 29 - Esquema de operação de uma trefila combinada	38
Figura 30 - Influência da deformação em relação à curva tensão versus deformação, para	barras de
baixo carbono	
Figura 31 - Relação de trabalho a frio (redução da seção transversal) com diversas prop	oriedades
mecânicas	39
Figura 32 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254	40
Figura 33 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254V	41
Figura 34 - Esquema de trabalho desenvolvido	42
Figura 35 - Esquema dos tratamentos realizados	43
Figura 36 - Forno de realização dos tratamentos térmicos	44
Figura 37 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254 adaptada.	45
Figura 38 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254V adaptada	46
Figura 39 - Máquina de corte utilizada no corte do fio-máquina e na preparação das amos	tras após
tratamento térmico	47
Figura 40 - Exemplo de corpo de prova utilizado no trabalho	47
Figura 41 - Microscópio utilizado no trabalho	48
Figura 42 - Equipamento de DRX utilizado no trabalho	49
Figura 43 - MEV da marca Shimadzu, modelo SSX550	50
Figura 44 - Microdurômetro utilizado no trabalho	51
Figura 45 - Marcações utilizadas durante a caracterização mecânica	51
Figura 46 - Esquema de apresentação das micrografias	53
Figura 47 - Micrografia dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, ambos na condição como rec	ebido.55
Figura 48 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos temperados	59
Figura 49 -Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 100°C	63
Figura 50 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 200°C	65
Figura 51 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 300°C	67
Figura 52 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 400°C	69
Figura 53 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 600°C	
Figura 54 - Difratogramas para as amostras do aço SAE 9254	
Figura 55 - Valores obtidos para austenita retida nas amostras do aço SAE 9254	
Figura 56 - Redução percentual de austenita retida nas amostras do aço SAE 9254	

Figura 57 – Difratogramas para as amostras do aço SAE 9254V
Figura 58 - Valores obtidos para austenita retida nas amostras do aço SAE 9254V
Figura 59 - Comparativo da austenita retida nas amostras dos aços SAE 9254V e SAE 9254 77
Figura 60 - Redução percentual de austenita retida nas amostras do aço SAE 9254V 79
Figura 61 -Comparativo da redução percentual de austenita retida nas amostras dos aços SAE 9254
e SAE 9254V
Figura 62 - Comparação da dureza do aço SAE 9254 para os diferentes tratamentos térmicos 83
Figura 63 - Comparação da dureza do aço SAE 9254V para os diferentes tratamentos térmicos. 85
Figura 64 - Curva comparativa das durezas obtida para os aços SAE 9254 E SAE 9254V 86
Figura 65 -Dados de redução de HV por temperatura de revenimento para os aços SAE 9254 e SAE
9254V
Figura 66 - EDS das amostras como recebidas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V91
Figura 67 - EDS das amostras temperadas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V 92
Figura 68 - EDS das amostras revenidas a 100° dos aços SAE 9254 e SAE 9254V
Figura 69 - EDS das amostras revenidas a 600° dos aços SAE 9254 e SAE 9254V
Figura 70 - Comparativo de precipitados de vanádio

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação entre o raio atômico do carbono e os interstícios da estrutura do ferro	8
Tabela 2 - Velocidades de resfriamento para diferentes meios de têmpera e diâmetros	24
Tabela 3 - Composição química do aço SAE 9254	40
Tabela 4 - Composição química do aço SAE 9254V	41
Tabela 5 - Composição química usada na confecção das curvas TTT	42
Tabela 6 - Parâmetros de tratamento térmico.	44
Tabela 7 - Dureza Vickers do aço SAE 9254 com diferentes tratamentos térmicos	83
Tabela 8 - Dureza Vickers do aço SAE 9254V com diferentes tratamentos térmicos	85

# SUMÁRIO

1	IN	NTRODUÇÃO1				
2	OB	OBJETIVOS				
3	RE	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA				
	3.1	Aço.		4		
	3.2	Trata	amentos Térmicos	8		
	3.2	.1	Recozimento 1	2		
	3.2	.2	Normalização 1	8		
	3.2	.3	Têmpera 2	20		
	3.2	.4	Revenimento2	25		
	3.3	Influ	ência dos Elementos de Liga 2	28		
	3.3	.1	Manganês	32		
	3.3	.2	Silício 3	33		
	3.3	.3	Vanádio 3	34		
	3.4	Aço	mola: AISI/SAE 9254 3	35		
4	MA	<b>ATERI</b>	IAL E MÉTODOS 4	10		
	4.1	Mate	erial4	10		
	4.2	Desc	rição Geral do Trabalho Desenvolvido 4	12		
	4.3	Trata	amentos Térmicos 4	13		
	4.4 Corpos de Prova					
	4.5	Cara	cterização Microestrutural 4	18		
	4.6	Cara	cterização Mecânica 5	50		
	4.7	Cara	cterização Química	52		
5	RE	SULT	ADOS E DISCUSSÃO	53		

5.1	Caracterização Microestrutural	53
5.2	Caracterização Mecânica	83
5.3	Caracterização Química	90
6 CO	NCLUSÃO	96
7 RE	FERÊNCIAS	98

# 1 INTRODUÇÃO

Guiados pelo aumento na eficiência do combustível e pelo aumento da segurança do automóvel, aços com elevado nível de resistência mecânica, associada uma boa conformabilidade, têm sido estudados para aplicações na indústria automotiva (SANTOS, 2008).

Recentemente, duas linhas principais de estudo têm sido abordadas para a obtenção de aços de elevada resistência mecânica. Uma baseia-se no processo de têmpera seguida de enriquecimento de carbono da austenita (partição), que consiste em uma microestrutura martensítica contendo austenita retida (KANG *et al.*, 2016).

A segunda, baseia-se na teoria de transformação de fases e projeta aços bainíticos livres de carbonetos com elevada resistência e tenacidade. Nessa linha, os aços seguem o processo convencional de aquecimento e resfriamento, alcançando combinações favoráveis de resistência mecânica e ductilidade superiores, quando comparadas aos aços martensíticos temperados e revenidos (ROMEIRO, 2013). A grande diferença encontra-se no fato de que para os aços bainíticos esse processo pode ser feito para componentes de grandes dimensões, diferentemente dos martensíticos, devido à distribuição não uniforme de martensita.

Essa combinação de propriedades, mesmo para peças de grandes dimensões, advém da microestrutura formada de finos feixes de bainita intercalados por austenita retida, rica em carbono. A microestrutura pode ainda conter alguma martensita, durante o resfriamento final, onde a temperatura atinge valores abaixo do início da transformação martensítica (M<sub>S</sub>). A formação de carbonetos é prevenida através da adição de ligantes, tais como o Si e o Al, em alto teor (ROMEIRO, 2013)

A austenita retida nessa estrutura pode ser transformada em martensita durante a deformação devido ao efeito de plasticidade induzida por transformação (TRIP). Este fenômeno consiste basicamente no aumento da ductilidade devido à transformação da austenita retida em martensita, quando o aço é deformado plasticamente. O efeito TRIP pôde ser observado em aços da classe SAE 9254, em trabalhos anteriores, quando deformado em temperatura ambiente (KANG *et al.*,

2016). Em geral, a bainita é obtida por meio de um tratamento isotérmico chamado austêmpera, porém sua presença pode ser obtida através de tratamentos térmicos abaixo de  $M_S$  e/ou através de resfriamento lento.

Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo investigar a influência da adição de um alto teor de vanádio (0,18% wt) no aço SAE 9254, quando tratado pelo processo convencional de aquecimento e resfriamento, seguido de revenimento em diferentes temperaturas, na microestrutura final, na dureza e formação de carbonetos.

### **2 OBJETIVOS**

### Objetivo geral:

O objetivo desse trabalho foi investigar a influência do aumento no teor de vanádio no aço SAE 9254 na formação da microestrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita, em diferentes faixas de temperatura de revenimento.

Objetivos específicos:

- Correlacionar a microestrutura e seu comportamento mecânico com o ensaio de dureza vickers;
- Investigar a formação de carbonetos, especialmente o de vanádio, assim como sua forma e coalescência;
- Comparar os resultados com os resultados obtidos para os mesmos aços, no estado como aplicado industrialmente;

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Aço

#### Aço pode ser definido como:

"[...]ligas ferro-carbono e são eles que, na realidade, mais se prestam às operações de tratamento térmico, porque sua estrutura pode sofrer profundas modificações, acarretando, em consequência, propriedades de alto significado para suas aplicações na indústria e na engenharia em geral" (CHIAVERINI, 2010, p. 13).

Ainda segundo Chiaverini (2010), o carbono é o elemento de liga básico, com teores variando de 6,67% (Fe<sub>3</sub>C) até 0,008%, entretanto, as ligas mais comuns têm as seguintes faixas aproximadas de teor de carbono: i) aços - 0,05% até 1,50% de C e ii) ferros fundidos - 2,50% até 4,00% de C. Os aços podem ser classificados de acordo com sua composição química, conforme Souza (2008), um aço-carbono consiste em um aço sem a adição proposital de outros elementos, contendo apenas carbono e os elementos residuais dos processos de fabricação: manganês, silício, fósforo e enxofre.

Um aço-liga representa um aço com suficientes elementos químicos incorporados modificando algumas propriedades em relação ao aço-carbono simples. De acordo com Souza (2008), a quantidade de elementos de liga em um aço pode variar muito, sendo que o principal "elemento de liga" responsável pela dureza e resistência mecânica deste, seria o carbono, especialmente após tratamentos térmicos. Considera-se um aço baixa liga aquele que possui menos de 10%, em peso, de elementos de liga e, portanto, de alta liga, aços que possuem um teor de elementos de liga igual ou superior a 10%; ainda é possível encontrar aços especiais que possuem elevadas porcentagens de certos elementos de liga e que são produzidos em menor escala, de acordo com a propriedade que se deseja alterar (SOUZA, 1989).

O outro elemento principal dos aços é o ferro, um elemento cujo o reticulado cristalino é cúbico e que ao ser aquecido a partir da temperatura ambiente, apresenta alotropia, mudando sua estrutura de Cúbica de Corpo Centrado (CCC) para Cúbica de Face Centrada (CFC) a 912°C, conforme Silva

& Mei (2010). Caso o aquecimento seja continuado até 1394°C, ocorre um a nova mudança na forma, passando de CFC para CCC novamente. Essas estruturas são ilustradas na Figuras 1 e 2:



Figura 1 - Ilustração da estrutura CCC.

FONTE: SILVA, 2008.





FONTE: SILVA, 2008.

A Figura 3 ilustra que à medida que a temperatura é elevada, aumenta-se também a vibração atômica e, consequentemente, o parâmetro de rede  $a_3$  o que torna a solubilidade de um outro átomo, como por exemplo o carbono, uma função da temperatura.

Nota-se ainda que a alteração no parâmetro de rede não ocorre de forma igual para as diferentes estruturas que podem ser exibidas com o aumento da temperatura. As inclinações das linhas correspondentes às estruturas CCC, CFC e novamente CCC, são distintas, uma vez que as diferentes fases têm diferentes dinâmicas de comportamento.



Figura 3 - Influência da temperatura no parâmetro α.

Para se medir a densidade de célula unitária do ferro, ou seja, a porcentagem do volume da célula realmente ocupada pelos átomos, utiliza-se o Fator de Empacotamento (FE) (SILVA & MEI, 2010), dado por:

$$FE = \frac{n \times V_a}{V_c} \tag{I}$$

Em que:

n = número de átomos inteiros dentro da célula;

V<sub>a</sub> = volume do átomo;

V<sub>c</sub> = volume da célula;

Para as estruturas cúbicas supracitadas, obtém-se:

$$FE = 0,68 CCC$$
  $FE = 0,74 CFC$ 

Conclui-se então que "na estrutura cúbica de corpo centrado, 68% do volume é ocupado por átomos, já na estrutura cúbica de face centrada, 74% do volume é ocupado por átomos, sendo vazio o restante" (SILVA & MEI, 2010, p. 5).

Figura 4- Representação dos espaços intersticiais da estrutura CFC.



FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Isso é justificado, como indicado em Silva & Mei (2010), pelo fato de o carbono, quando em solução com o ferro, alojar-se nos espaços vazios (solução sólida intersticial), no caso do ferro, os vãos disponíveis são octaédricos e tetraédricos, ilustrados na Figura 4 e na Figura 5 para estruturas CFC e CCC, respectivamente.

Figura 5- Representação dos espaços intersticiais da estrutura CCC.



FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Uma propriedade importante advinda dessas diferenças anteriormente evidenciadas, como indicado em Callister e Rethwisch (2010), é que a forma alotrópica gama (CFC) pode manter em solução quantidades muito maiores de carbono do que a forma alfa (CCC), mesmo que o fator de empacotamento (FE) desta seja menor, como indicado acima.

Quando comparado o espaço disponível e o tamanho do átomo de carbono, fica evidente, como apresentado na Tabela 1, que a solubilidade de carbono na estrutura CFC é baixa e que no caso da estrutura CCC ela é quase nula.

Ferro				Carbono		
			Intersticial		Substitucional	Raio do
Temperatura	Estrutura	Raio Fe	Raio vão	Raio vão	$\pm$ 15% do raio	carbono
°C	LStrutura	(Å)	Octaédrico	Tetraédrico	de Fe	(Å) a
			(Å)	(Å)	(Å)	15°C
500	CCC	1,25	0,19	0,36	1,06 - 1,44	0,71
1000	CFC	1,29	0,53	0,29	1,10 - 1,48	

Tabela 1 - Comparação entre o raio atômico do carbono e os interstícios da estrutura do ferro

FONTE: SILVA & MEI, 2010, p. 7.

### 3.2 Tratamentos Térmicos

Na produção industrial do aço a solidificação e o resfriamento são rápidos demais para que o equilíbrio termodinâmico seja alcançado. Dessa forma, ocorre a formação de uma fase metaestável, a cementita (Fe<sub>3</sub>C), em detrimento da grafita, que embora seja metaestável, em termos práticos é considerada estável. Uma vez que, à temperatura ambiente, o coeficiente de difusão do carbono no ferro é muito baixo e a transformação da cementita em grafita é praticamente nula, como afirmado em Silva & Mei (2010).

Devido a esse fato, o estudo do comportamento das ligas metálicas durante o resfriamento/aquecimento a partir do estado líquido é feito usando-se os diagramas de fase, sendo o diagrama de equilíbrio ferro-cementita, usado para o caso do aço, apresentado na Figura 6:



Figura 6 - Diagrama de equilíbrio Fe-Fe3C.

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Para obtenção desses diferentes constituintes e diferentes proporções, operações de aquecimento e resfriamento controlados são aplicados aos aços e ligas, visando alterar suas características, sendo essas operações denominadas tratamentos térmicos. Caso haja uma posterior conformação mecânica, são chamados tratamentos termomecânicos.

Tratamentos térmico de aços e ligas representam uma das mais amplas faixas de temperaturas dentre os processos industriais, desde de subzero (abaixo de 0°C) para estabilização até austenitização de alguns tipos de aços rápidos a 1280°C. Além disso, diversas taxas de resfriamento são empregadas para obtenção da estrutura desejada, como informado em Silva & Mei (2010).

As fases apresentadas no diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C são melhores detalhadas abaixo:

A *ferrita* ( $\alpha$ ) é uma solução sólida de carbono em ferro CCC, existente até a temperatura de 912°C, nessa estrutura, como afirmado anteriormente a solubilidade do carbono no ferro é muito baixa, chegando ao máximo de 0,020% a 727°C, de acordo com Silva & Mei (2010).

Ainda de acordo com Silva & Mei (2010), a austenita ( $\gamma$ ) é uma solução sólida de carbono em ferro CFC, existindo entre as temperaturas de 727°C e 1495°C, que apresenta solubilidade máxima de carbono de ferro de 2,11% a 1148°C.

A *ferrita* ( $\delta$ ) é uma solução sólida de carbono em ferro CCC, estável até 1538°C, quando o ferro se liquefaz, que ocorre para pequenos teores de carbono quando a temperatura alcança o valor de 1394°C. Ela é apresentada na Figura 7 e como a temperatura a qual essa estrutura CCC está submetida é maior do que a da ferrita  $\alpha$ , a solubilidade máxima de carbono acaba sendo um pouco maior também, com o valor, como indicado em Chiaverini (2010), de 0,09%.

Figura 7 - Micrografias dos constituintes ferrita e cementita.



**Figura 7** - Ferrita equiaxial representada em a) (parte branca) e cementita representada pela perlita (parte preta). Ferrita acicular, representada em b) (agulhas brancas). FONTE: SILVA & MEI, 2010.

A *cementita* ( $Fe_3C$ ) é apresentada na Figura 7 e é definida como um carboneto de ferro com estrutura ortorrômbica, com 12 átomos de ferro e 4 átomos de carbono sitiados nos interstícios, e de alta dureza, segundo Chiaverini (2010). A cementita dá origem a um constituinte de extrema importância no estudo dos aços, a perlita, descrita abaixo.

A perlita é uma microestrutura produzida a partir da austenita ( $\gamma$ ) durante o resfriamento de aços, de acordo com Aggen *et al.* (2005), que constitui uma reação eutetóide, ou seja, uma fase sólida que se transforma em duas outras fases sólidas, como apresentado na equação abaixo:

$$\gamma (0,77 pp\% C) \leftrightarrow \alpha (0,02 pp\% C) + Fe_3C (6,67 pp\% C)$$

No caso dos aços, a ferrita ( $\alpha$ ) e a cementita (Fe<sub>3</sub>C) formam um lamela praticamente paralela, produzindo uma estrutura bifásica lamelar, a Figura 8 apresenta uma exemplo de estrutura perlítica para um aço percentual de carbono próximo do eutetóide, 0,77 pp% C.



Figura 8 - Micrografia do constituinte perlita.

FONTE: Aggen et al. (2005).

Sob condições de equilíbrio, aproximadas através do resfriamento lento, a reação perlítica ocorre a 727°C, já que a austenita não é estável abaixo dessa temperatura. Entretanto, a perlita é formada via difusão, um processo dependente de tempo; os átomos de carbono se difundem das regiões que formam a ferrita para as regiões que formam a cementita. Por isso, durante resfriamento rápido, que representa menos tempo para difusão, a formação de perlita acontece a temperaturas mais baixas, como indicado em Aggen *et al.* (2005).

Como indicado no diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C, para a faixa considerada aço, durante o resfriamento o primeiro constituinte formado é a austenita, sua transformação em outros constituintes pode ocorrer por difusão, cisalhamento ou uma mistura dos dois mecanismos. (SILVA & MEI, 2010).

O processo de difusão é definido por Callister & Rethwisch (2010), como transporte de massa no interior do sólido por uma lenta movimentação atômica, enquanto o cisalhamento é definido como praticamente instantâneo, envolvendo apenas a deformação da rede cristalina. A Figura 9 apresenta os constituintes e seus respectivos mecanismos de formação.



Figura 9 - Mecanismos de formação dos principais constituintes do aço.

Bainita, ferrita acicular e martensita são constituintes que se originam devido à combinação dos dois mecanismos (ferrita acicular e bainita) ou somente do processo de cisalhamento (martensita) e representam estruturas de alta dureza. (SILVA & MEI, 2010).

Os principais tipos de tratamentos térmicos são apresentados, abaixo:

### 3.2.1 Recozimento

"O recozimento visa diminuir a dureza do aço, aumentar sua usinabilidade, facilitar o trabalho a frio ou atingir a microestrutura ou as propriedades desejadas" (SILVA & MEI, 2010, p. 83). De maneira geral, o recozimento elimina o encruamento do aço, regularizando a textura bruta de fusão, aprimorando a ductilidade e a usinabilidade, reduzindo os limites de escoamento e resistência do

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

aço; essencialmente anulando o efeito de quaisquer tratamentos térmicos ou mecânicos previamente aplicados a este. (CHIAVERINI, 2010).

O resfriamento pode ocorrer dentro do próprio forno e, em geral obtém-se ferrita + perlita (aço hipoeutetoide), perlita (aço eutetóide) ou perlita + cementita (aço hipereutetoide), sendo que redução do tamanho de grão, homogeneização química e, nos casos de aços de médio e alto teor de carbono, um aumento da resistência mecânica em relação ao aço no estado bruto de fusão podem ser, também, resultados desse tratamento (SOUZA, 1989, CHIAVERINI, 2008).

O recozimento pode ser compreendido em três estágios distintos: recuperação, recristalização e crescimento de grão. O processo de recuperação é verificado a temperaturas baixas, onde ocorre um rearranjo das discordâncias, levando a configurações mais estáveis, embora não haja mudança na quantidade dos defeitos presentes. Não há modificações estruturais sensíveis, entretanto, as tensões introduzidas durante o encruamento, são diminuídas, devido ao rearranjo das discordâncias, sendo esse estágio também conhecido como "recozimento para alívio de tensões", (SOUZA., 1989; CHIAVERINI., 2008; SILVA & MEI., 2010).

O fenômeno da recristalização ocorre imediatamente depois da recuperação, em temperaturas mais elevadas, induzindo grande alteração da microestrutura do metal. Consiste no surgimento de novos e pequenos cristais, de composição e estrutura idênticas aos grãos originais não deformados. Assim como apresentado em Chiaverini (2008), esses cristais são grãos equiaxiais poligonais que aparecem preferencialmente nas partes mais intensamente deformadas; caracterizando a recristalização como um fenômeno de nucleação.

Por fim, o crescimento de grão acontece a temperaturas elevadas, quando os grãos recristalizados tendem a crescer, mediante um mecanismo que consiste na absorção por parte de alguns grãos dos grãos circunvizinhos. A força motriz atuante nesse mecanismo é a energia superficial dos contornos de grão desses novos cristais. "Nos estágios de recuperação e recristalização não ocorre qualquer modificação de fases. Quando a temperatura do processo for de tal ordem que essas transformações de fase se verificam, tem-se o 'recozimento pleno''' (SOUZA, 1989, p. 54). Esse processo é ilustrado na Figura 10.



Figura 10 - Esquema dos diferentes estágios do encruamento-recozimento.

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Existem, basicamente, cinco tipos de recozimento:

- Recozimento pleno ou supercrítico;
- Recozimento isotérmico ou cíclico
- Recozimento para alívio de tensões;
- Recozimento em caixa;
- Esferoidização ou recozimento intercrítico;

O recozimento pleno consiste em:

"[...] austenitizar o aço, resfriando-o lentamente a seguir. A temperatura de recozimento é de mais ou menos 50°C acima da linha  $A_3$  para aços hipoeutetoides e de 50°C acima de  $A_1$  para hipereutetoides. [...] Nos hipereutetoides, não se deve ultrapassar a  $A_{cm}$ , porque no resfriamento posterior, ao ser atravessada novamente esta linha, formar-se-ia cementita nos contornos de grão da austenita, o que fragiliza posteriormente a peça tratada" (SILVA & MEI, 2010, p. 84).

Uma relação entre temperatura de austenitização e homogeneidade da austenita pode ser feita, segundo Silva & Mei (2010). Quanto mais baixa a temperatura de austenitização, mais heterogênea será a austenita para um mesmo tempo de tratamento e quanto mais heterogênea a austenita maiores as chances de nucleação de carbonetos em regiões de teor de carbono mais elevados ou crescimento

de regiões de carbonetos não dissolvido, ao invés da estrutura perlítica-lamelar clássica. A Figura 11, a seguir, ilustra as faixas de temperatura de austenitização e a curva de solubilização da perlita em aço eutetóide:





FONTE: SILVA & MEI, 2010.

A transformação em austenita pode ser completada em temperaturas mais baixas do que a "temperatura de recristalização", em casos em que o tempo de transformação seja excessivo para uma dada temperatura. Nesse caso, pode-se transformar parcialmente em alta temperatura, seguindo-se o restante da transformação em uma temperatura mais baixa, (CHIAVERINI 2010; SILVA & MEI, 2010).



Figura 12 - Curva de transformação isotérmica da austenita.

FONTE: CHIAVERINI, 2008.

"Há, portanto, duas possibilidades na transformação da austenita: (a) transformação isotérmica, ou (b) resfriamento contínuo, normalmente no interior do forno desligado ou em meios isolantes" (SILVA & MEI. 2010, p.86). Sendo a possibilidade (a) representada na Figura 12 e a Figura 13 representando a possibilidade (b), abaixo:

Figura 13 - Curva de transformação a taxa de resfriamento contínuo da austenita.



FONTE: CHIAVERINI, 2008.

Um fato de importante destaque é que enquanto os aços hipoeutetóides (baixo e médio carbono), a temperatura de aquecimento atinge a faixa de austenitização completa, nos aços hipereutetóides (alto carbono), o aquecimento atinge a faixa que corresponde a duas fases: austenita e cementita. Caso estes aços sejam aquecidos acima da linha A<sub>cm</sub>, seria formada, no resfriamento lento posterior, cementita pró-eutetóide nos contornos de grão austenítico. Os carbonetos ali formados tornam-se uma trilha de fratura, tornando o aço frágil (CHIAVERINI 2008).



Figura 14 - Relação tensão limite de escoamento com temperatura de recozimento.

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

O recozimento subcrítico é o usado para o alívio de tensões, recuperando a ductilidade do aço trabalhado a frio (encruado), o que pode levar a sérios defeitos, como empenamento e fissuração. Tanto o aquecimento como o resfriamento nessa operação devem ser levados a efeito lentamente, sobretudo em peças de grandes seções ou grandes conjuntos soldados, para impedir novas tensões residuais de natureza térmicas. (CHIAVERINI, 2010; SILVA & MEI, 2010). A Figura 14, apresenta a relação do limite de escoamento com a temperatura do tratamento.

A esferoidização é utilizada para aumentar a usinabilidade do aço e para evitar a formação de trincas durante o trabalho do aço a frio. (SOUZA, 1989). A Figura 15 mostra um aço eutetóide que ao ser aquecido acima da linha  $A_1$  começa a formar austenita, dependendo da temperatura e do tempo, a austenitização pode ser total ou parcial, como destacado anteriormente.



# Figura 15 - Faixas de temperatura e teor de carbono para formação de diferentes

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

A austenita, ao ser resfriada abaixo de  $A_1$ , dará origem a ferrita e a carbonetos esferoidizados ou ferrita e perlita, dependendo das condições do resfriamento e da estrutura anterior ao resfriamento. A austenita homogênea tende a formar perlita enquanto a heterogênea tende a formar carbonetos esferoidizados, esta estrutura pode ser formada, após a austenitização completa ou parcial, via manutenção por tempo prolongado à temperatura pouco abaixo de  $A_1$ , resfriar lentamente ao passar por  $A_1$  ou ciclar acima e abaixo de  $A_1$ . (CHIAVERINI, 2008).

#### 3.2.2 Normalização

A normalização é um tratamento semelhante ao recozimento, porém com resfriamento mais rápido, geralmente, ao ar. Tem por objetivo o refinamento e a homogeneização da estrutura do aço, além de melhoras as características de usinagem, modificar e homogeneizar as estruturas dendríticas fundidas e conferir ao aço melhores condições para têmpera posterior. (SOUZA *et al.*,1989;

CHIAVERINI, 2008). A Figura 16 ilustra as faixas para os mais usuais tratamentos térmicos de aços:



Figura 16 - Faixas usuais para tratamentos térmicos de aços.

Comparando-se normalização e recozimento, tem-se na normalização ilustrada na Figura 17, segundo Silva & Mei, (2010):

 Em um aço hipoeutetoide, possivelmente menor proporção de ferrita proeutetoide, e perlita mais fina (menor espaçamento entre lamelas). Sem apresentar grande diferenças em propriedades mecânicas, para baixos teores de carbono (C<0,20%), e para maiores teores aumento da dureza e resistência mecânicas, juntamente com a redução da ductilidade, apesar de não ocorrer redução significativa na tenacidade.

FONTE: SOUZA, 1989.



Figura 17 – Diagrama esquemático da operação de normalização

FONTE: CHIAVERINI, 2008.

Em um aço hipereutetoide, presença de menos carbonetos em rede ou massivos, e devido à dissolução mais completa dos carbonetos na austenitização para normalização – temperatura acima de A<sub>cm</sub> – distribuição mais completa desses carbonetos. Como o resfriamento é mais rápido na normalização que no recozimento, a precipitação de cementita proeutetoide no contorno de grão austenítico é minimizada.

### 3.2.3 Têmpera

Essa operação, como descrito em Silva & Mei (2010), consiste em resfriar o aço, após a austenitização, a uma velocidade suficientemente rápida para evitar as transformações perlítica e bainíticas no aço em questão. Dessa forma, obtém-se uma estrutura metaestável martensítica. Diferentes aços apresentam diferentes curvas de transformação isotérmica (ITT), ou seja, taxas de resfriamentos diferentes para a obtenção da martensita (denominada velocidade crítica). A adição de elementos de liga pode alterar a forma da curva ITT, assim como o teor de carbono, assim sendo as velocidades críticas podem variar muito dentre os diversos tipos de aço. (SOUZA, 1989; SILVA & MEI., 2010).

Como citado anteriormente, elementos de liga podem ser adicionados para alterar a forma da curva ITT de um aço, garantindo mudanças na temperabilidade dos aços, um exemplo é apresentado na Figura 18, onde as curvas de transformação isotérmica para um aço AISI/ABNT 1050 e para um aço AISI/ABTN 4340 são comparados.





Já o teor de carbono tem influência na faixa de temperatura de início e fim da formação da austenita em martensita, dessa forma os aços carbono para têmpera devem ter valores de teor de carbono superior a 0,3%, pois abaixo desse valor o efeito de aumento de dureza da têmpera seria muito pequeno (SILVA & MEI, 2010)

Esse tipo de tratamento térmico exige geralmente um resfriamento rápido, portanto, a velocidade de resfriamento é um dos fatores mais importantes a ser analisado e controlado. "Para o controle da taxa de resfriamento utilizam-se diversos meios de têmpera, com diferentes capacidades de extração de calor (severidade)." (SILVA & MEI, 2010, p. 97).

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

O mecanismo do resfriamento parece simples, especialmente para materiais com seção transversal regular, onde a velocidade de resfriamento, nas diversas porções do material, pode ser previsto com certa precisão, como evidenciado em Chiaverini (2010). Entretanto, muitos fatores influenciam o mecanismo de resfriamento, como:

- Forma da peça, afetando diretamente o suprimento de calor no cerne da amostra;
- Superfície da peça;
- Meio de resfriamento, tanto sua capacidade de extração de calor em condições normais quanto em condições adversas, como por exemplo com agitação.

A têmpera em meio liquido acontece em três estágios à medida que o material esfria, como indicado na Figura 19:



Figura 19 - Esquema representativo dos diferentes estágios no resfriamento rápido.

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

 Formação de um filme contínuo de vapor envolvendo a peça. A taxa de resfriamento é baixa, pois o a camada de vapor age como isolante e o resfriamento ocorre por radiação através da camada. Esse estágio pode ser eliminado no caso de soluções de resfriamento não voláteis, como sal fundido; a água apresenta uma estagio de filme contínuo particularmente longo, por isso agitação da peça é indicada para o que o filme seja rompido, (CHIAVERINI. 2008; SILVA & MEI, 2010, CALLISTER, RETHWISCH, 2010).

- 2. As maiores velocidades de resfriamento ocorrem nesse estágio, em que a temperatura da superfície fica levemente reduzida e o filme colapsa, causando rápida ebulição do líquido de resfriamento e, portanto, formação de bolhas na superfície do material. O calor do metal é então removido a alta velocidade. Nesse estágio a agitação do meio ainda é indicada, para que seja evitada a permanência de bolhas sobre o mesmo local por longos períodos, causando pontos resfriados mais lentamente ou pontos moles, (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010; CALLISTER, RETHWISCH, 2010).
- 3. Alcançado quando a temperatura da peça atinge valores abaixo da temperatura de ebulição do meio de revenimento, interrompendo a formação de bolhas de vapor. O resfriamento ocorre então por condução e convecção, sendo basicamente controlado pela capacidade calorífica do meio, condições interfaciais peça/meio e pela agitação. Caso todos os outros fatores sejam mantidos constantes, a taxa de resfriamento diminuirá com o aumento da viscosidade do meio, (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010; CALLISTER, RETHWISCH, 2010).

A escolha do meio de têmpera depende inicialmente da dureza final desejada, capacidade de endurecimento do aço (temperabilidade), forma e dimensões da peça."Em princípio quanto maior a capacidade de resfriamento do meio, maior será a dureza final. Contudo velocidades muito drásticas, proporcionadas por meios de grande capacidade de resfriamento, podem ser prejudiciais em função das dimensões e formas das peças" (CHIAVERINI, 2008).

A temperabilidade é levada então em conta, para que se obtenha compromisso entre dureza final e as restrições impostas pela forma e dimensões da peça. Diferentes meios apresentam diferentes velocidades de resfriamento, como indicado na Tabela 2:

Meio de resfriamento	Velocidade relativa de resfriamento para diâmetros de:				
	1"	2"	3"		
O mais drástico	1,23	0,30	0,14		
teórico					
Água em agitação	1,00	0,27	0,13		
Óleo em agitação	0,40	0,18	0,093		
Corrente de ar	0,032	0,0157	0,0102		
Ar tanquilo	0,0152	0,0075	0,0048		

Tabela 2 - Velocidades de resfriamento para diferentes meios de têmpera e diâmetros.

FONTE: CHIAVERINI, 2008, p. 71.

# Figura 20 - Esquema de estágio crítico de formação de tensões durante a transformação martensítica.



FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Durante o resfriamento, gradientes acentuados de temperatura são evidenciados entre centro e superfície nas peças temperadas, sendo que para uma mesma peça, estes gradientes serão tanto maiores quanto mais severo for o meio da têmpera. De acordo com Silva & Mei (2008), a presença desses gradientes faz surgir na peça tensões internas, associadas: à contração do material durante
o resfriamento, expansão associada a mudança martensítica e mudanças bruscas de secção, entre outros concentradores de tensões.

De acordo com a magnitude das tensões internas, podem surgir na peça: deformação plástica (empeno), ruptura (trincas) e tensões residuais. A Figura 20, ilustra o estágio mais crítico em relação às tensões, sendo este o último estágio, em que ocorre a transformação martensítica.

Idealmente esse estágio deve ser mais lento, pois já não tem o risco de ocorrem as transformações ferrítica-perlítica ou bainítica, e dessa forma, obter-se menos tensão na têmpera, (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2008; SOUZA,1989).

3.2.4 Revenimento

As tensões internas oriundas da têmpera devem ser aliviadas ou eliminadas, para que o aço volte ao equilíbrio. Ao mesmo tempo deve-se corrigir excessos cometidos por aquele tratamento sobre as propriedades mecânicas, sobretudo em relação a ductilidade, sem afetar muito a dureza e resistência adquiridas (CHIAVERINI, 2008; SOUZA,1989).

Essas correções, assim como o alívio das tensões, são conseguidas mediante a aplicação do tratamento térmico de revenimento, que consiste no aquecimento uniforme até uma temperatura abaixo daquela de austenitização, mantendo o aço nessa temperatura por tempo suficiente para a equalização da temperatura e obtenção das propriedades desejadas, de acordo com Chiaverini (2008) e Silva & Mei (2008).

A Figura 21, corresponde ao diagrama esquemático de um tratamento de têmpera e revenimento: As modificações estruturais dos aços dependem do tempo e da temperatura de revenimento. Geralmente, a queda na dureza é acentuada nos primeiros minutos, porém a partir de duas horas de revenimento a perda de dureza não é mais expressiva, como indicado em Silva & Mei (2010) e CHIAVERINI (2008).



Figura 21 - Esquema de tratamento térmico de têmpera seguido de revenimento.

FONTE: SILVA & MEI, 2010.

Sendo a martensita uma estrutura metaestável, o aquecimento facilita a busca de equilíbrio; assim os átomos de carbono que permaneciam nos antigos interstícios austeníticos, adquirem energia suficiente para sua precipitação em forma de carbonetos, o que pode originar a martensita revenida, apresentada na Figura 22.



Figura 22- Micrografia de martensita revenida.

FONTE: CALLISTER, 2010.

Essa precipitação conduz à diminuição da dureza e, o aquecimento proporcional o alívio das tensões (CALLISTER & RETHWISH 2010; SILVA & MEI, 2008). As mudanças estruturais se dão na seguinte sequência:

1. Até 250°C:

Em aço com porcentagem de carbono inferior a 2,0 % pp, ocorre segregação, porém sem precipitação. E aços com teor acima de 2,0% pp, ocorre a precipitação de carboneto  $\varepsilon$  (hexagonal de corpo centrado), na forma de pequenas ripas ou barras redondas o que reduz o teor de carbono da martensita para aproximadamente 0,25%. Isso acarreta a perda parcial da tetragonalidade da martensita, ocorrendo a perda de dureza e iniciando o alívio de tensões. No caso de altos teores de carbono, a precipitação do carboneto  $\varepsilon$ , pode levar ao aumento de dureza, pelo mecanismo de endurecimento por precipitação, (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010).

2. De 200°C até 300°C:

Dureza continua a ser reduzida devido à decomposição da austenita retida em ferrita e cementita com características de bainita. (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010).

3. De 200°C até 350°C:

Precipitação de cementita em forma de barras e a martensita perde sua tetragonalidade, transformando-se em ferrita. A medida que as partículas de cementita crescem, os carbonetos  $\varepsilon$  vão se tornando mais finos (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010).

4. De 350°C até 700°C:

Faixa responsável pelas maiores transformações estruturais e mecânicas. Entre 300°C e 400°C, inicia-se o coalescimento da cementita e esta torna-se totalmente esferoidal a 700°C. Entre 350°C e 600°C, ocorre uma grande redução na densidade de discordâncias e a ferrita formada apresenta os mesmos contornos das antigas ripas martensíticas. Entre 600°C e 700°C, a recristalização

substitui a recuperação, resultando na formação de grãos de ferrita equiaxiais com partículas esferoidais de cementita no seu contorno e interior, (CHIAVERINI, 2008; SILVA & MEI, 2010).

Como destacado em Souza (2008) e em Chiaverini (2008), aços ligados sofrem alteração no seu comportamento durante o revenimento, na faixa de 500°C a 600°C, pois a presença de alguns elementos de liga formadores de carbonetos (Ti, Cr, Mo, V, Nb ou W) pode aumentar a dureza do aço devido ao fenômeno de "endurecimento secundário" e/ou via transformação em martensita de alguma austenita retida, possivelmente acelerada pela presença de núcleos de carbonetos já formados em temperaturas mais baixas do revenimento.

#### 3.3 Influência dos Elementos de Liga no diagrama de equilíbrio Fe-Fe<sub>3</sub>C

Os efeitos dos elementos de liga nos aços e ligas especiais envolve não apenas alterações nas fases ou constituintes presentes no equilíbrio, mas também a cinética de formação destes. Obviamente, a presença desses elementos pode também alterar as próprias características das fases. É evidente, que análise do efeito desses elementos é complexa, mas uma análise mais sistematizada e simplificada sobre os modos de ação desses elementos pode ser feita (SILVA & MEI *et al.*, 2010).

Em geral, as alterações causadas pelos elementos de liga, de acordo com Souza (1989), podem ser listadas como:

- Possibilidade de formação de soluções sólidas ou compostos;
- Alteração da temperatura de ocorrência de transformação de fase;
- Alteração da solubilidade de carbono no ferro γ e do ferro α;
- Alteração da velocidade de reação de transformação da austenita;
- Alteração da velocidade de solubilização da cementita na austenita durante o aquecimento;
- Diminuição do amolecimento causado pelo revenimento;
- Intensificação da ação do teor crescente de carbono no aumento de resistência mecânica;
- Alteração no comportamento mecânico da ferrita, de acordo com seu grau de dissolução e forma como apresentam-se (Ex.: carboneto disperso);

• Atuação como inclusões, principalmente os elementos não metálicos;

Ainda segundo Souza (1989), os ligantes, podem ser classificados em:

- Formadores de carboneto: quando na presença de teores não muito baixos de carbono, os seguintes elementos formam compostos com o carbono, em ordem decrescente: Ti, Nb, V, Ta, W, Mo, Cr e Mn.
- Não formadores de carboneto: tendência muito menor de formação de carbonetos: Si, Al, Cu, Ni, Co, P e Zr.
- 3. Formadores de nitreto: Al, Si e B.
- 4. Formadores de carbonitreto: Cr, V, Nb e Ti.

A Figura 23, exemplifica as diferenças de cada um dos tipos, sendo estabilizadores de austenita marcados como  $A_I$  e  $A_{II}$ , e os estabilizadores de ferrita  $B_I$  e  $B_{II}$ .



Figura 23 - Alterações no diagrama Fe-Fe3C, decorrente da adição de ligantes.

FONTE: SILVA & MEI, 2010

Como indicado em Silva & Mei (2010), os elementos de liga podem, ainda, ser classificados em dois tipos, de acordo com o diagrama de equilíbrio binário do ferro: estabilizadores da austenita e estabilizadores da ferrita.

1. Elementos estabilizadores de austenita tipo A<sub>I</sub> (campo austenítico aberto) "Elementos de liga que aumento a faixa de temperatura para a austenita estável, pela diminuição da temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  e aumentam a temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \delta$ " (SILVA & MEI, 2010, p. 215). Fazem parte desse grupo elementos como níquel, manganês, cobalto e silício, (CAMPBELL, 2008; SILVA & MEI, 2010; SOUZA., 1989).

Elementos estabilizadores de austenita tipo A<sub>II</sub> (campo austenítico expandido)
Elementos desse tipo expandem o campo austenítico até a formação de um composto de ferro.
Carbono e nitrogênio são os dois elementos mais importantes desse grupo (MAALEKIAN, 2007).

3. Elementos estabilizadores de ferrita tipo B<sub>I</sub> (campo austenítico fechado)

Muitos elementos restringem a formação de austenita, favorecendo a expansão do campo ferrítico. Nesse caso, a região ferrítica ( $\alpha$ ) circunda totalmente o campo austenítico ( $\gamma$ ). Silício, alumínio, berílio e fósforo fazem parte desse grupo, juntamente aos elementos fortemente formadores de carbonetos (Titânio, vanádio, molibdênio, cromo) (CAMPBELL, 2008; MAALEKIAN, 2007).

4. Elementos estabilizadores de ferrita tipo B<sub>II</sub> (campo austenítico contraído)

Nesse caso, os elementos causam a interrupção do campo austenítico pela formação de compostos de ferro, como ilustrado na Figura 23. Boro, enxofre, tântalo, zircônio e nióbio fazem parte desse grupo, (SILVA & MEI., 2010; MAALEKIAN, 2007).

Nesse trabalho o aço selecionado foi de médio teor de carbono (0,50 - 0,59%C), nestes aços os seguintes elementos são principalmente incorporados: manganês, silício, níquel, cromo, molibdênio, vanádio, nióbio, boro e alumínio. Estes elementos diminuem a velocidade de

transformação da austenita a temperaturas subcríticas, causando, portanto, maior temperabilidade, (SOUZA, 1989).

Ainda de acordo com Souza (1989), os elementos mais utilizados em ordem decrescente, em aços médio carbono, para o aumento da temperabilidade são: B, V, Nb, Mo, Cr, Mn, Si e Ni. O uso desses elementos permite velocidades mais baixas de resfriamento para uma dada seção da peça, garantindo uma têmpera menos drástica e, portanto, menores distorções e menor possibilidade de formação de trincas. Além disso, em alguns casos esses elementos garantem a possibilidade da aplicação dos tratamentos de martêmpera e austêmpera, que mantêm a um mínimo a formação de trincas resultantes de tensões residuais.

Cromo, molibdênio, tungstênio, vanádio e nióbio, são, em ordem crescente, os ligantes mais comuns usados para a formação de carbonetos, ou seja, formadores de compostos com o carbono, assim como o ferro (LANGNEBORG *et al.*, 2015). Os compostos formados são de difícil dissolução na austenita, necessitando de maior temperatura de austenitização ou maior tempo de tratamento, enquanto os demais elementos dissolvem-se na austenita, não ocasionando esse problema (CAMPBELL, 2008). Como destacado anteriormente, esse tipo de reação cria uma contração do campo austenítico ou até mesmo seu fechamento, por isso o tratamento da têmpera torna-se limitado a um certo intervalo de teor de carbono, já que a austenitização completa é necessária nesse tratamento térmico. Além disso, esses elementos podem causar endurecimento secundário do aço, assim como a transformação de alguma austenita retida em martensita, como citado anteriormente (SILVA & MEI, 2010; SOUZA, 1989).

No revenimento, os elementos de liga ocasionam um retardo da velocidade de amolecimento, assim sendo, para obtenção de uma dada dureza X a temperatura de revenimento deve ser maior para um aço-liga do que para um aço-carbono (CAMPBELL, 2008).

"Os elementos não formadores de carboneto permanecem dissolvidos, endurecem o aço somente por solução sólida, não tendo, pois, efeito predominante no endurecimento após o revenimento. É o caso do níquel, manganês, silício e alumínio." (SOUZA, 1989, p. 25).

De acordo com a composição química do aço estudado no trabalho, a influência de alguns elementos de liga será destacada mais especificamente.

#### 3.3.1 Manganês



Figura 24 - Diagrama Fe-C-Mn

FONTE: ASTM, 1992.

O manganês, quando dissolvido em ferrita, aumenta sua dureza e resistência mecânica, reduzindo pouco sua ductilidade. Em teores mais altos, esse elemento tem a capacidade de refinar o grão de perlita, aumentando a tenacidade do aço, (SOUZA., 1989).

Entretanto, quando presente como elemento de liga, o manganês melhora a ductilidade a esforços estáticos e dinâmicos, além de elevar a resistência do aço; influi na temperabilidade da austenita do aço por abaixar a temperatura eutetóide, além de abaixar também a porcentagem de carbono eutetóide, como definido em Campbell (2008). Assim as propriedades mecânicas de um açocarbono podem ser obtidas para teores de carbono inferiores, para um aço liga contendo suficiente manganês. No resfriamento pós austenitização, diminui a velocidade crítica para formação de produtos aciculares (bainíticas) durante o resfriamento para a tempera. Aumenta, portanto, a temperabilidade do aço (MAALEKIAN, 2007).

No revenimento, dá a martensita dureza maior do que se estivesse presente apenas como elemento residual, para um mesmo tempo à temperatura de revenimento. No entanto, aumenta a austenita retida no resfriamento a óleo. Confere ainda propriedades ao impacto, fazendo a temperatura de transição dúctil-frágil do aço diminuir, (SILVA & MEI, 2010; SOUZA, 1989).

3.3.2 Silício



Figura 25 - Diagrama ternário Fe-C-Si

FONTE: SILVA & MEI, 2010

O silício promove a grafitização, porém somente em teores mais altos, decompondo a cementita (Fe<sub>3</sub>C) em carbono livre. Além disso, diminui o campo austenítico ( $\gamma$ ) até um teor de 2,0 % Si, sendo, pois, um elemento estabilizador da ferrita, se precipitado. (CAMPBELL, 2008).

Para o aquecimento até a região austenítica, o aumento do teor de Si faz exigir temperaturas mais altas de austenitização, como indicado em Souza (1989). O silício tem eficácia mediana na temperabilidade do aço que contenha elementos não grafitizantes.

No revenimento, porém, em teores de ligante, produz aumento da dureza do aço revenido devido ao aumento da resistência da ferrita pelo silício dissolvido. Provoca aparecimento de ferrita em aços revenidos, congruentemente com Hui *et al.* (1987). Pode causar fragilidade ao revenido, quando em combinação com Mn e em aço de teor de carbono de cerca de 0,5%, quando o resfriamento é muito lento.

#### 3.3.3 Vanádio





FONTE: ASTM, 1992

Pincipalmente adicionado para redução dos grãos do aço devido à formação de carbonetos e nitretos de vanádio, estáveis até temperaturas elevadas. O carboneto e o nitreto de vanádio, que se precipitam a temperaturas baixas na ferrita, também impedem o envelhecimento do aço pelo carboneto ou nitreto de ferro, menos estáveis que os de vanádio, de acordo com Campbell (2008).

O vanádio só se dissolve na ferrita caso haja excesso, sendo assim um formador de carbonetos muito forte. Caso o vanádio se dissolva na ferrita, ele aumenta moderadamente a sua dureza, porém somente o carboneto não dissolvido na austenita é que promove o refinamento de grão. A faixa de aquecimento necessária para a dissolução do vanádio é 1100°C até 1150°C, sendo que a precipitação de carboneto começa na austenita e prossegue até temperaturas na faixa de 500°C (LI, MILBOURN, 2013; SOUZA, 1989).

Nos aços de médio e alto carbono, o vanádio aumenta bastante a resistência mecânica, a ductilidade e a tenacidade, mesmo para pequenos teores de Cr, Ni e Mo, devido à estabilização das estruturas de finos grãos nos aços austeníticos durante o aquecimento para têmpera e normalização. Este ligante aumenta o intervalo de endurecimento dos aços perlíticos, (LI, MILBOURN, 2013; MAALEKIAN, 2007).

No resfriamento rápido, o vanádio retarda a transformação da austenita, quando dissolvido nela, porém na forma de carboneto ou nitreto, ele aumenta a velocidade de formação desta fase, uma vez que essas partículas agem como nucleantes.

No revenimento, esse elemento de liga retarda o amolecimento da estrutura martensítica provocando temperaturas bem elevadas para esse tratamento térmico, principalmente na presença de Ni. Pode ocorrer endurecimento secundário a partir 5% V, no intervalo de 500°C a 600°C, (SIILVA & MEI, 2010; SOUZA., 1989). Adicionalmente, o vanádio retém a dureza do aço em temperaturas elevadas e aumenta o limite de resistência a fadiga do material.

#### 3.4 Aço mola: AISI/SAE 9254

Em diversas máquinas e motores o uso de molas que trabalham elasticamente absorvendo esforções e armazenando energia, se torna indispensável. Essa característica de absorção de energia é fundamentada na habilidade que alguns materiais possuem, entre eles o aço, de poderem sofrer grandes deformações elásticas quando submetidas a esforços e recuperarem-se após a retirada destes esforços.

Um alto limite elástico é uma das principais características buscadas, então, para materiais sujeitos a estas aplicações (SANTOS, 2008). Aços mola podem ser encontrados em quatro principais famílias aço para molas de compressão, aço para molas de extensão, aço para amolas de torção e aço mola na forma de fio máquina.

"Uma das classes de molas é a de molas helicoidais, que constituem um dos principais elementos elásticos da suspensão dos veículos, onde em conjunto com elementos estruturais e controladores

de frequência tem como objetivo proporcionar conforto e estabilidade, mantendo a dirigibilidade do veículo" (SANTOS, 2008, p. 4).

Os materiais mais aplicados na confecção das molas helicoidais são aços-liga, num contexto geral, suas propriedades mais importantes são: resistência à tração, dureza e resistência à fadiga (SHIN, 1999). Um importante tipo de aço mola utilizado na indústria automotiva é o aço Cromo-Silício, também classificado ASTM A401, que tem esse nome pelos elevados teores de cromo e silício em sua composição química, de fundamental importância na sua aplicação. O aço estudado neste trabalho pertence a esta classe, uma vez que possui altos teores desses elementos.

A Figura 27 apresenta alguns tipos e aplicações do aço mola.



Figura 27 - Principais aplicações do aço mola.

FONTE: SANTOS, 2008.

O processo de produção do aço SAE 9254 consiste da fusão de sucatas e ligas metálicas em forno elétrico a arco. Após a fusão, ocorre o refino primário que, através da oxidação do aço, controla o teor de elementos como carbono, manganês, silício e fósforo. Posteriormente, o aço passa pelo refino secundário onde são adicionadas ligas, elementos desoxidantes e dessulfurantes (SANTOS, 2008).

Finalmente, o aço líquido é solidificado em uma máquina de lingotamento contínuo em seções quadradas de 150 mm, através da passagem pelo molde e controle de velocidade, temperatura e taxa de resfriamento do aço.



Figura 28 - Esquema da fabricação do aço mola conformado em fio-máquina.

FONTE: SANTOS, 2008

Na laminação, após o processo de reaquecimento pelos fornos, o aço é conformado a quente através da passagem por rolos em uma extensa sequência mudando de uma seção quadrada, para uma redonda e finalmente para a condição fio-máquina, (SANTOS, 2008; CETLIN, HELMAN, 2005). A Figura 28 ilustra a sequência de etapas de fabricação das barras de aço mola, desde aciaria até o processo de trefilação.

Após a obtenção do fio-máquina, este é bobinado e levado para a trefilação. Atualmente, as máquinas modernas seguem um fluxo de produção de linha, em máquinas chamadas trefilas combinadas, realizando em sequência diferentes operações: desbobinamento, pré-endireitamento, jateamento, trefila, corte e endireitamento/polimento (NAKAGIRI, 2001). A Figura 29 mostra de forma esquemática um exemplo de uma máquina de trefila combinada.

Figura 29 - Esquema de operação de uma trefila combinada



FONTE: NAKAGIRI, 2001.

"O processo de trefilação tem como característica aumenta a resistência a tração e tensão de escoamento do material, isto devido ao trabalho (deformação) a frio que o material sofre" (SANTOS, 2008, p. 7).

# Figura 30 - Influência da deformação em relação à curva tensão versus deformação, para barras de baixo carbono.



FONTE: BOYER, 2002.

A Figura 30, mostra a variação da curva tensão versus deformação em relação ao trabalho a frio (trefilação) aplicado.

Pode-se relacionar outras propriedades mecânicas do material à trefilação como pode ser observado na Figura 31, onde ocorre um aumento da resistência a tração e escoamento, em contrapartida, uma redução na estricção e alongamento, (BOYER, 2002; SANTOS, 2008).

Figura 31 - Relação de trabalho a frio (redução da seção transversal) com diversas propriedades mecânicas.



FONTE: DIETER, 1988.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

#### 4.1 Material

Foram utilizados os aços SAE 9254 e SAE 9254V (alto teor de vanádio), na forma de fio-máquina, de diâmetro 13mm e, posteriormente, cortados em cilindros de 20mm e 10mm de comprimento. Sua escolha foi baseada em sua ampla aplicação na indústria automobilística e por apresentarem características distintas, tanto mecânicas quanto à resposta aos tratamentos térmicos, devido a presença do vanádio no aço SAE 9254V. Ambos os aços são utilizados como aços mola na indústria automobilística, tento variações no seu processo de tratamento térmico. Na Tabela 3 e na Tabela 4 são apresentadas as composições químicas (% em peso) dos dois aços estudados, conforme certificado pelo fabricante. Verifica-se que, além da diferença no teor de vanádio, os aços exibem teores de silício , manganês e níquel distintos.

Tabela 3 - Composição química do aço SAE 9254.

Elementos	С	Р	Mn	Si	S	Ti	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	V
% em peso	0,54	0,018	0,70	1,30	0,016	0,003	0,71	0,03	0,01	0,04	0,03	0,01

Fonte: GERDAU Pindamonhangaba.





FONTE: GERDAU Pindamonhangaba.

Tabela 4 -Composição química do aço SAE 9254V.												
Elementos	С	Р	Mn	Si	S	Ti	Cr	Ni	Мо	Cu	Al	V
% em peso	0,53	0,011	0,64	1,45	0,012	0,002	0,7	0,50	0,01	0,03	0,001	0,18

. . CAE 035437 Tabala 1.

Fonte: GERDAU Pindamonhangaba.



Figura 33 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254V

Na Figura 32 e na Figura 33 podem ser observadas as curvas TTT dos aços empregados no trabalho, também fornecidas pelo fabricante.

Ressalta-se que as curvas apresentadas foram elaboradas com os materiais com composição química, ainda que dentro da faixa permitida pela norma, ligeiramente diferente dos aços descritos nas tabelas anteriores, que também estão dentro norma. As composições químicas referentes às figuras são mostradas na Tabela 5, nota-se a diferença entre nos valores de silício, níquel e cromo, sendo que para o níquel essa diferença é grande, em relação à composição química real. O comportamento para composição real dos aços foi estudado e as temperaturas de transformação recalculadas, os resultados são apresentados na seção 2.3.

FONTE: GERDAU Pindamonhangaba.

					SAE 9	254						
Elementos	С	Р	Mn	Si	S	Ti	Cr	Ni	Мо	Cu	Al	V
% em peso	0,57	0,018	0,70	1,39	0,016	0,002	0,71	0,03	0,01	0,04	0,003	-
					SAE 92	54V						
Elementos	С	Р	Mn	Si	S	Ti	Cr	Ni	Мо	Cu	Al	V
% em peso	0,61	0,011	0,64	1,39	0,012	0,002	0,55	0,02	0,01	0,03	0,001	-

Tabela 5 - Composição química usada na confecção das curvas TTT.

Fonte: GERDAU Pindamonhangaba.

#### 4.2 Descrição Geral do Trabalho Desenvolvido

Neste trabalho foi analisado o efeito da presença do elemento de liga vanádio na dureza e na microestrutura do aço SAE 9254, considerando os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento. Dessa forma, o trabalho foi desenvolvido na sequência de etapas apresentadas na Figura 34:

Figura 34 - Esquema de trabalho desenvolvido.



FONTE: Autor.

Inicialmente, o fio-máquina como recebido foi cortado em corpos de prova menores medindo 20mm de comprimento por 13mm de diâmetro. Em seguida, as amostras na condição como recebida foram caracterizadas por meio de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS), difração de raios-x (DRX) e perfil de dureza Vickers (HV). Corpos de prova de mesma dimensão e geometria foram submetidos a tratamentos térmicos de têmpera e revenimento em diferentes condições, a fim de ser obter a curva de revenimento do aço. Finalmente, as amostras tratadas foram caracterizadas por EDS, DRX, HV, MO e MEV.

#### 4.3 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados do seguinte modo: fez-se a têmpera a 850°C, durante 90min., sendo resfriadas em óleo com agitação. Duas amostras então foram separadas para que, de forma semelhante as amostras como recebidas, pudessem ser caracterizadas via MO, MEV, EDS, HV e DRX.

Seguindo o mesmo padrão, tratamentos térmicos de revenimento foram aplicados a cada duas amostras, diferindo somente na temperatura de revenimento. O revenimento ocorreu às temperaturas de 100°C, 200°C, 300°C, 400°C e 600°C, com tempo de encharque de 60min e resfriamento ao ar.



Figura 35 - Esquema dos tratamentos realizados

FONTE: Autor.

A Figura 35 apresenta um gráfico esquemático dos tratamentos térmicos desenvolvidos no trabalho e a Tabela 6, apresenta os tratamentos térmicos realizados nesse trabalho e seus parâmetros.

Tratamento	Temperatura	Tempo de encharque	Resfriamento
Têmpera	850°C	90 min	Óleo
Revenimento	100°C	60 min	Ar
Revenimento	200°C	60 min	Ar
Revenimento	300°C	60 min	Ar
Revenimento	400°C	60 min	Ar
Revenimento	600°C	60 min	Ar

Tabela 6 - Parâmetros de tratamento térmico.

Fonte: Autor.

Todos os tratamentos térmicos, após o recebimento das amostras, foram realizados no forno marca Novus, modelo N1040, apresentado na Figura 36.



Figura 36 - Forno de realização dos tratamentos térmicos.

A temperatura de 500°C não foi utilizada uma vez que segundo Souza (1989), a precipitação e coalescência dos carbonetos de vanádio se inicia nessa temperatura, e que esses fenômenos eram

FONTE: Autor.

desejados, portanto em temperaturas superiores (máx. 850°C) esse fenômeno ocorrer de forma mais acentuada. O tempo de encharque e 60min. foi escolhido, pois segundo referência a partir de 120min. a alteração na dureza, advinda do revenimento ser insignificante, e que acima de 30min ser indicada a precipitação dos carbonetos e carbo-nitretoes de vanádio.

Devido ao fato de as amostras estudadas nesse trabalho terem composição química ligeiramente diferentes das utilizadas para confecção das curvas TTT e, portanto, temperaturas de início de transformação martensítica (M<sub>S</sub>) e bainítica (B<sub>S</sub>) também distintas, esses valores foram recalculados através do software MUCG83, a partir das composições químicas dos aços.

Os valores encontrados foram para o aço SAE 9254 foram: Início de transformação da ferrita de Widmanstattem (W<sub>S</sub>): 460°C Início de transformação da bainita de crescimento limitado (B<sub>g</sub>): 454°C Início de transformação da bainita de nucleação limitada (B<sub>n</sub>): 454°C Início de transformação martensítica (M<sub>S</sub>): 280°C

Essas novas temperaturas de início de transformação foram marcadas nas curvas TTT, fornecidas pela Gerdau Pindamonhangaba para o aço SAE 9254, e são exibidas na Figura 37.



Figura 37 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254 adaptada.

FONTE: Autor.

Os valores encontrados foram para o aço SAE 9254V foram: Início de transformação da ferrita de Widmanstattem ( $W_S$ ): 415°C Início de transformação da bainita de crescimento limitado ( $B_g$ ): 442C Início de transformação da bainita de nucleação limitada ( $B_n$ ): 415°C Início de transformação martensítica ( $M_S$ ): 269°C

Da mesma forma as temperaturas de início de transformação recalculadas foram marcadas nas curvas TTT, fornecidas pela Gerdau Pindamonhangaba para o aço SAE 9254V, e são exibidas na Figura 38.

Figura 38 - Curva TTT para o AÇO SAE 9254V adaptada.



FONTE: Autor.

#### 4.4 Corpos de Prova

Uma vez de posse de todas as amostras tratadas, estas foram cortadas em duas metades iguais de 1cm de comprimento, esse procedimento de corte foi realizado na máquina de corte marca Arotec, modelo Arocor 80, com um disco de corte cerâmico, esse equipamento e apresentado na Figura 39.

Esse procedimento foi feito de forma a se estudar a região mais central do corpo, uma vez que a essa região é creditada uma taxa de resfriamento mais uniforme, quando comparada as regiões mais

próximas das bordas. Um exemplo de corpo de prova é exibido na Figura 40. As amostras então foram embutidas à quente e à frio, sendo essa distinção devido ao embutimento a quente alcançar temperatura de 175°C, o que poderia influenciar amostras com temperatura de encharque próximas a esta.



# Figura 39 - Máquina de corte utilizada no corte do fio-máquina e na preparação das amostras após tratamento térmico

FONTE: Autor.



Figura 40 - Exemplo de corpo de prova utilizado no trabalho.

FONTE: Autor.

Após o embutimento, as amostras foram lixadas e polidas de forma adquirir uma superfície propícia às técnicas de microscopia e DRX. Como havia duas amostras de cada condição de tratamento térmico, uma delas foi destinada à microscopia óptica e à microdureza, enquanto a segunda foi direcionada para a difração de raios-x, espectroscopia de raios-X e à microscopia eletrônica de varredura.

#### 4.5 Caracterização Microestrutural

O processo de microscopia óptica foi realizado no aparelho da marca Fortel, apresentado na Figura 41, sendo utilizados diferentes lentes objetivas de aumento de forma a se obter a melhor e mais representativa imagem das amostras.



Figura 41 - Microscópio utilizado no trabalho.

FONTE: Autor

Dois reagentes de ataque foram utilizados nesse trabalho: o Nital 3%, que consiste de uma solução de 3% de ácido nítrico em álcool etílico; e o reagente Bandoh: mistura de 6ml de uma solução de 7g de metabisulfito de sódio ( $Na_2S_2O_5$ ) em 100ml água, com 6ml de uma solução 5g de ácido pícrico em 100ml de etanol (Picral 5%) e 1ml de uma solução de 3ml de ácido nítrico em 97ml de

etanol (Nital 3%). Os reagentes foram escolhidos segundo VanderVoort (2004) e os constituintes esperados para as amostras e os tratamentos térmicos.

Enquanto isso, as outras metades (amostras de 10mm de comprimento) foram lixadas, polidas e decapadas, isto é, foram mergulhadas durante 120min em ácido clorídrico 38%, para análise de DRX. Esse processo foi feito dessa forma pois espera-se uma quantidade de austenita retida nas diferentes amostras analisadas.

Ao realizar a decapagem, garante-se que as regiões que apresentem austenita retida não sofram transformação martensítica, devido à alta taxa de deformação que ocorre durante o lixamento em lixas de mesh reduzido (eg.: #120, #240, #320 e #400).

As diferentes amostras foram então submetidas à caracterização via DRX, esse processo foi realizado no laboratório de caracterização de materiais do CEFET-MG no aparelho marca Shimadzu, modelo XRD-700. Os parâmetros utilizados nesse ensaio foram ângulo de varredura de 10° até 100°, passe de 0,02s<sup>-1</sup> e velocidade de 2° por minuto, com uso de alvo metálico de cobre.



Figura 42 - Equipamento de DRX utilizado no trabalho.

FONTE: Autor

Posteriormente, as amostras foram metalizadas, isto é, uma fina camada de ouro foi depositada na superfície atacada, de forma a aumentar a resolução das imagens feitas no MEV, observado na Figura 43.



Figura 43 - MEV da marca Shimadzu, modelo SSX550.

FONTE: Autor

#### 4.6 Caracterização Mecânica

Após a metalografia, foi feito o perfil de microdureza das amostras, sendo realizado no equipamento Micro Hardness Tester da marca Shimadzu, apresentado na Figura 44. O processo de análise foi feito da seguinte forma: cada amostra teve seu centro marcado, com o auxílio de um micrometro, e duas linhas perpendiculares foram traçadas na amostra, passando pelo ponto central. Então, 24 indentações de microdureza foram feitas com espaçamento igual (0,5mm), tendo como guia essas duas linhas perpendiculares.

O valor de espaçamento não foi arbitrário, como cada amostra possuía aproximadamente 13mm de diâmetro, foram descontados 0.5mm de cada extremidade das linhas, evitando assim influências de descarbonetação (10% do diâmetro) e quaisquer defeitos na extremidade da amostra devido ao

corte. Dessa forma, sobram 12mm de comprimento útil a ser analisado, que foram divididos novamente em pedaços de 0.5mm de comprimento.



Figura 44 - Microdurômetro utilizado no trabalho.



Os parâmetros de ensaio utilizados foram 300gf aplicados durante 10s. Um exemplo de um corpo de prova após a marcação das linhas perpendiculares e de uma indentação no corpo de prova, são mostrados na Figura 45.



Figura 45 - Marcações utilizadas durante a caracterização mecânica.

**Figura 45** - a) Corpo de prova marcado com as linhas perpendiculares e b) Marcação utilizada para a medida de dureza da peça. FONTE: Autor

### 4.7 Caracterização Química

Finalmente, regiões especificas das amostras foram analisadas com o usa da espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS) acoplada ao MEV de forma a se investigar a presença de carbonetos, impurezas e inclusões. As análises foram feitas pelo método de ponto e os parâmetros para esse ensaio foram 10eV e 10µs, para um tempo total de análise de 1minuto, o equipamento utilizado para esse ensaio foi o espectrógrafo acoplado ao MEV.

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 5.1 Caracterização Microestrutural

As amostras obtidas por microscopia para os dois aços estudados nesse trabalho (9254 e 9254V) nas sete condições empregadas são apresentadas nas figuras abaixo. As imagens apresentadas dizem respeito a condição mais representativa da microestrutura do material, sendo esta verificada em diferentes regiões da amostra.

As figuras: 47, 48, 49, 50, 51, 52, e 53 ilustram a microestrutura das amostras dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, como recebida (CR), temperada (Temp.) e revenidas a: 100°C, 200°C, 300°C, 400°C e 600°C, respectivamente.

Nessa seção os resultados são apresentados de acordo com o tipo de reagente e técnica e caraterização micrográfica segundo o esquema ilustrado na Figura 46.

AÇO SAE 9254	AÇO SAE 9254V
MO - Nital 3%	MO - Nital 3%
(a)	(b)
AÇO SAE 9254	AÇO SAE 9254V
MO - Bandoh	MO - Bandoh
(c)	(d)
AÇO SAE 9254	AÇO SAE 9254V
MEV – Nital 3%	MEV – Nital 3%
(e)	(f)

Figura 46 - Esquema de apresentação das micrografias.

FONTE: Autor

Verifica-se nas micrografias das amostras como recebidas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, atacadas com Nital 3%, uma quantidade maior do constituinte ferrita ( $\alpha$ ) ou austenita retida ( $\gamma$ ), parte clara nas Figuras 47 (a) e (b), nas amostras com maior percentual do elemento de liga vanádio (SAE 9254V). Isso é justificado primeiramente pelo fato de que o vanádio, quando em solução sólida, atrasa a transformação perlítica, parte escura e lamelar das Figuras 47 (a) e (b), na faixa de 400°C – 700°C, estabilizando a austenita (MALEKIAN, 2007).

Essa estabilização fica evidente nas regiões brancas apresentadas nas Figuras 47 (e) e (f), que representam austenita retida ( $\gamma$ ), em (e) essas regiões se apresentam maiores do que em (f), onde são visíveis apenas pequenas manchas brancas. Na faixa de temperatura austenítica e com taxas de resfriamento específicas, os nitretos de vanádio (VN) apresentam pouca solubilidade, tanto na austenita, como na ferrita e, uma vez precipitadas, essas partículas agem como nucleantes para a ferrita durante o resfriamento lento da austenita (ZAJAC, 2013). O equilíbrio metaestável austenita-ferrita gera um aumento do teor de carbono na ferrita, o que leva à precipitação mais abundante de carbonetos, nitretos e carbonitretos de vanádio (partículas V(C,N) na ferrita já formada.

Ainda segundo Zajac (2013), esse efeito é especialmente notável para aços de médio carbono, sendo que quanto maior for o teor de carbono do aço mais atrasada será a transformação da austenita em perlita e maior será a solubilidade do C na ferrita. As micrografias da liga com maior teor de vanádio apresentaram, de forma geral, a presença de precipitados (PC), como indicado nas Figuras 47 (e) e (f), independente do reagente (Nital 3% ou Bandoh) e foram considerados inicialmente as V(C,N) citadas.

Nota-se ainda nas Figuras 47 (e), (f), (g) e (h) que as colônias de perlita (P) são maiores no aço com menor teor de vanádio. Isso ocorre, segundo Hui *et al*. (1987) e Azghandi *et al*. (2015), devido a ação de V(C,N) que precipitam em temperaturas acima de A<sub>3</sub>, no diagrama de equilíbrio dos aços. Esses precipitados servem de núcleo para formação de grãos de austenita, garantindo para um mesmo volume de material, um maior número de sítios de nucleação heterogênea, reduzindo, portanto, o tamanho médio de grão desta fase.

Figura 47 - Micrografia dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, ambos na condição como recebido.



(e)

Verifica-se nas micrografias das amostras como recebidas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, atacadas com Nital 3%, uma quantidade maior do constituinte ferrita ( $\alpha$ ) ou austenita retida ( $\gamma$ ), parte clara nas Figuras 47 (a) e (b), nas amostras com maior percentual do elemento de liga vanádio (SAE 9254V). Isso é justificado primeiramente pelo fato

de que o vanádio, quando em solução sólida, atrasa a transformação perlítica, parte escura e lamelar das Figuras 47 (a) e (b), na faixa de 400°C – 700°C, estabilizando a austenita (MALEKIAN, 2007).

Essa estabilização fica evidente nas regiões brancas apresentadas nas Figuras 47 (e) e (f), que representam austenita retida ( $\gamma$ ), em (e) essas regiões se apresentam maiores do que em (f), onde são visíveis apenas pequenas manchas brancas. Na faixa de temperatura austenítica e com taxas de resfriamento específicas, os nitretos de vanádio (VN) apresentam pouca solubilidade, tanto na austenita, como na ferrita e, uma vez precipitadas, essas partículas agem como nucleantes para a ferrita durante o resfriamento lento da austenita (ZAJAC, 2013). O equilíbrio metaestável austenita-ferrita gera um aumento do teor de carbono na ferrita, o que leva à precipitação mais abundante de carbonetos, nitretos e carbonitretos de vanádio (partículas V(C,N) na ferrita já formada.

Ainda segundo Zajac (2013), esse efeito é especialmente notável para aços de médio carbono, sendo que quanto maior for o teor de carbono do aço mais atrasada será a transformação da austenita em perlita e maior será a solubilidade do C na ferrita. As micrografias da liga com maior teor de vanádio apresentaram, de forma geral, a presença de precipitados (PC), como indicado nas Figuras 47 (e) e (f), independente do reagente (Nital 3% ou Bandoh) e foram considerados inicialmente as V(C,N) citadas.

Nota-se ainda nas Figuras 47 (e), (f), (g) e (h) que as colônias de perlita (P) são maiores no aço com menor teor de vanádio. Isso ocorre, segundo Hui *et al.* (1987) e Azghandi *et al.* (2015), devido a ação de V(C,N) que precipitam em temperaturas acima de A3, no diagrama de equilíbrio dos aços. Esses precipitados servem de núcleo para formação de grãos de austenita, garantindo para um mesmo volume de material, um maior número de sítios de nucleação heterogênea, reduzindo, portanto, o tamanho médio de grão desta fase.

Figura 477: Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

#### FONTE: Autor

Diferentemente das amostras como recebidas, nas amostras temperadas as regiões brancas do ataque com Bandoh Figura 48, podem representar tanto austenita retida ( $\gamma$ ), quanto martensita (m) devido à própria natureza seletiva do reagente, por isso são indicadas por ( $\gamma$ /m) nessa figura.

Na Figura 48 (a) e (b) é notável a diferença no tamanho dos pacotes e das ripas de martensita, com o aumento do teor do ligante V, em a) essas estruturas apresentam-se muito maiores e grosseiras do que em b). Esse fenômeno ocorre devido ao tamanho de grão austenítico prévio à tempera. Como já mencionado anteriormente, a presença do V reduz o tamanho médio de grão da austenita; de acordo com Prawoto *et al.* (2011). O tamanho de grão austenítico menor acarreta na formação de blocos e ripas martensíticas também menores. Nas Figuras 48 (c) e (d) fica evidente a diferença na proporção dos constituintes, em (c) há predominância de austenita/martensita ( $\gamma$ /m) – fase mais clara/amarelada – em relação à ferrita ( $\alpha$ ) – fase azulada – e à bainita ( $\beta$ ) – fase escura/marrom – (Collelouri, D, 1983). Além disso, é possível notar diferentes morfologias para a ferrita tanto em (e) quanto em (f), sendo as morfologias ferrita bainítitica ( $\alpha$ <sub>b</sub>), ferrita acicular ( $\alpha$ <sub>c</sub>) e ferrita idiomorfa ( $\alpha$ ) devidamente indicadas na Figura 48 (ZAJAC, 2013)

De acordo com Liu, Zhao e Bhole (2013), a austenita retida resultada do processo de têmpera no aço SAE 9254 é apresentada, principalmente, na forma de filmes entre os feixes de ferrita bainítica. Morfologia semelhante é indicada por Abbasi e Rainforth (2016) para aços de médio carbono ligados com silício e com presença de vanádio. Essa morfologia é indicada na Figura 48 (e) e (f), para ambos os aços; o que é justificado devido ao elevador teor de Si nas duas composições. Como mencionado anteriormente, o silício retarda a formação de carbonetos, dessa forma durante o processo de transformação da austenita retida em bainita, esse elemento de liga, acima de 1,5% wt, retarda a precipitação de cementita no interior dos filmes de austenita existentes entre os feixes de ferrita bainítica (HUPALO *et al.*, 2012; LIU, ZHAO, BHOLE, 2013)

Assim, a formação de cementita é suprimida e o carbono rejeitado desse constituinte enriquece a austenita, juntamente a isso, o carbono em excesso na ferrita bainítica se difunde para os austenita

adjacente, já que a solubilidade de C na ferrita é menor, tornando a austenita mais estável térmica e mecanicamente (HUPALO *et al.*, 2012).



Figura 48 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos temperados.

**Verifica-se nas** micrografias das amostras como recebidas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V, atacadas com Nital 3%, uma quantidade maior do constituinte ferrita ( $\alpha$ ) ou austenita retida ( $\gamma$ ), parte clara nas Figuras 47 (a) e (b), nas amostras com maior percentual do elemento de liga vanádio (SAE 9254V). Isso é justificado primeiramente pelo fato

de que o vanádio, quando em solução sólida, atrasa a transformação perlítica, parte escura e lamelar das Figuras 47 (a) e (b), na faixa de 400°C – 700°C, estabilizando a austenita (MALEKIAN, 2007).

Essa estabilização fica evidente nas regiões brancas apresentadas nas Figuras 47 (e) e (f), que representam austenita retida ( $\gamma$ ), em (e) essas regiões se apresentam maiores do que em (f), onde são visíveis apenas pequenas manchas brancas. Na faixa de temperatura austenítica e com taxas de resfriamento específicas, os nitretos de vanádio (VN) apresentam pouca solubilidade, tanto na austenita, como na ferrita e, uma vez precipitadas, essas partículas agem como nucleantes para a ferrita durante o resfriamento lento da austenita (ZAJAC, 2013). O equilíbrio metaestável austenita-ferrita gera um aumento do teor de carbono na ferrita, o que leva à precipitação mais abundante de carbonetos, nitretos e carbonitretos de vanádio (partículas V(C,N) na ferrita já formada.

Ainda segundo Zajac (2013), esse efeito é especialmente notável para aços de médio carbono, sendo que quanto maior for o teor de carbono do aço mais atrasada será a transformação da austenita em perlita e maior será a solubilidade do C na ferrita. As micrografias da liga com maior teor de vanádio apresentaram, de forma geral, a presença de precipitados (PC), como indicado nas Figuras 47 (e) e (f), independente do reagente (Nital 3% ou Bandoh) e foram considerados inicialmente as V(C,N) citadas.

Nota-se ainda nas Figuras 47 (e), (f), (g) e (h) que as colônias de perlita (P) são maiores no aço com menor teor de vanádio. Isso ocorre, segundo Hui *et al.* (1987) e Azghandi *et al.* (2015), devido a ação de V(C,N) que precipitam em temperaturas acima de A3, no diagrama de equilíbrio dos aços. Esses precipitados servem de núcleo para formação de grãos de austenita, garantindo para um mesmo volume de material, um maior número de sítios de nucleação heterogênea, reduzindo, portanto, o tamanho médio de grão desta fase.
Figura 478: Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

#### FONTE: Autor.

Como na amostra anterior, na Figura 499 (a) e (b) é notável que na estrutura do aço SAE 9254 os pacotes e ripas se apresentam de forma mais grosseira do que na do aço SAE 9254V. Nas Figuras 49 (c) e (d) é possível notar a grande diferença entre as estruturas (c) com menor teor de vanádio e (d) alto teor de vanádio. Em c) é nítida a maior presença da fase clara ( $\gamma$ /m), baseado no diagrama TTT apresentado na Figura 37 e na temperatura de revenimento, espera-se que essa fase seja predominantemente martensita, uma vez que à 100°C a austenita retida nesse aço tende a se transformar em martensita (VANDERVOORT, 2005, p. 4-9).

Enquanto isso em d) há presença maior da ferrita (fase azulada) de forma dispersa e distribuída, não sendo possível, apenas pela metalografia, saber qual a principal morfologia da ferrita é ali indicada.

A quantidade maior de ferrita em d) é justificada pela maior quantidade de austenita retida nessas amostras e pela estabilização da ferrita/bainita, ambas características devido ao maior teor de vanádio nessa amostra (ZAJAC, 2013; CHEN, 2015). Além disso, segundo Wendler *et al.* (2014), a presença de carbonetos de vanádio, em certos teores, leva a redução da taxa de transformação martensítica diminuindo a proporção desse constituinte e favorecendo a formação da bainita. A grande presença de ferrita, possivelmente ferrita bainítica ou acicular, pode ter ocorrido devido a nucleação e o crescimento dessa fase abaixo da temperatura de M<sub>s</sub> (CRUZ Jr.; SANTOS, 2013). Esse fenômeno foi inicialmente estudado por Radcliff e Rollason (1956), sendo que seu mecanismo se dá através do aumento da energia na interface martensita-austenita durante a transformação martensítica, que permite a nucleação e o crescimento de bainita mesmo a temperaturas abaixo de M<sub>s</sub>. Espera-se, entretanto, que essa nucleação e crescimento sejam seguidas da estase, (parada) da transformação bainítica, devido ao teor de Si do aço SAE 9254V a baixa velocidade difusional do carbono a 100°C, formando portanto, a estrutura chamada ferrita bainítica (HUPALO, M. *et al.*, 2015).

Nas Figuras 49 (e) e (f) é indicado que a quantidade e o tamanho das ripas de martensita, para uma mesma área, são maiores para a amostra do SAE 9254 do que para a amostra do SAE 9254V, o

que é congruente com o resultado das Figuras 49 (a), (b), (c) e (d), apesar dos diferentes tipos de microscopia e ataques realizados.



Figura 49 -Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 100°C.

**Figura 49** -Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 100°C.: Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%. FONTE: Autor

A amostras apresentadas nas Figuras 50 (a) e (b), quando comparadas com as metalografias anteriores, apresentam uma microestrutura um pouco mais fina. Ainda é possível notar estruturas maiores na amostra com menor teor de vanádio, quando comparadas a Figura 50 (a) e a Figura 50 (b). Fato ainda justificado pelo tamanho de grão austenítico anterior.

Além disso, a quantidade de ferrita ainda é maior nas amostras com teor mais elevado de vanádio, como exibido nas Figuras 50 (c) e (d), devido ao vanádio em solução sólida que atrasa a formação de carbonetos como a cementita e aos possíveis VN precipitados, que estabilizam a ferrita, em suas diversas morfologias (HUI, W. *et al.*, 1987).

Nota-se ainda que a distribuição das fases em (c) e (d) foi alterada em relação às amostras revenidas a 100°C, havendo agora em (c) áreas bem delimitadas de austenita/martensita ( $\gamma/\alpha_m$ ), com pequenas regiões ferríticas e bainíticas adjacentes. Enquanto que em (d) há grandes áreas de ferrita ( $\alpha$ ) circundas por austenita/martensita ( $\gamma/m$ ) e bainita ( $\beta$ ).

Quando comparada à amostra anterior, revenida a 100°, é possível notar que a Figura 50 (d) apresenta uma região de martensita/austenita e bainita maior que a Figura 49 (d). Espera-se que na realidade essa área possua uma proporção maior bainita do que a anterior, uma vez que com o aumento da temperatura para 200°C ocorre um aumento da velocidade difusional do carbono intersticial (HUPALO *et al.*, 2012). Isso implica em maior possibilidade de precipitação de carbonetos, mesmo com os teores de Silício e Vanádio apresentados para esse aço, e, portanto, maior probabilidade de formação de cementita no interior da ferrita bainítica, transformando-a em bainita superior (CALLISTER; RETHWISCH, 2010). Isso também quer dizer que a taxa de crescimento dos feixes de bainita será maior na amostra revenida a 200°C, levando a feixes maiores, o que também pode ser notado em uma comparação da Figuras 49 (d) e da Figura 50 (d), como destacada em (Hupalo *et al.*, 2012). As Figuras 50 (e) e (f) indica que a martensita ainda está presente nas amostras, entretanto em (e) alguns feixes de bainita já são visíveis, isso é justificado, como mencionado anteriormente, pelo fato de o vanádio agir como um estabilizador desse constituinte e, portanto, garantir sua transformação a temperaturas mais baixas do que no aço SAE 9254 (HUI *et al.*, 1987; ZAJAC, 2013).



Figura 50 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 200°C.

**Figura 50:** Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

FONTE: Autor

Quando comparadas as Figuras 51 (a) e b), as amostras revenidas a 300°C não apresentaram grandes diferenças entre si, havendo apenas uma presença maior dos precipitados (PC), indicados em b). Uma vez analisadas as Figuras 51 (c) e (d), nota-se uma grande diferença na proporção das fases, mais uma vez isso é justificado pela maior quantidade de vanádio no aço SAE 9254V (HUI, *et al.*, 1987; ZAJAC, 2013). Quando comparadas as Figuras 51 (c) e (d), é notável a maior presença do constituinte ferrita para ambas amostras tratadas a 300°C. Isso é justificado, segundo Bhadeshia; Honeycomb (2006) e Cheng; Zhao (2013), para o aço SAE 9254, pelo fato de a temperatura de início da transformação martensítica (M<sub>s</sub>) real ser de aproximadamente 280°C, não o valor indicado na curva TTT recebida do fornecedor. Como ao ser reaquecida, a austenita retida retorna à transformação de acordo com a curva TTT (VOORT, G., 2005, p. 4-9), ela se transforma em ferrita bainítica/bainita e não em martensita, aumentando a proporção de fases azulada e escura/marrom na Figura 51 (c). Entretanto, não foram encontrados, ainda, indícios de revenimento da martensita, para ambos os aços.

Enquanto isso, na Figura 51 (d) nota-se que a fase mais clara ( $\gamma/\alpha_m$ ) não é mais tão evidente, fato justificado, como anteriormente, pela real temperatura de início de transformação martensítica ser de aproximadamente 270°C (BHADESHIA, HONEYCOMB, 2006; CHENG, ZHAO, 2013). Isso quer dizer que na amostra com alto teor de vanádio a transformação martensítica inicia-se a temperaturas menores e que a transformação bainítica ocorre até temperaturas menores que a do aço com baixo teor de vanádio. O que é congruente com as justificativas de que a presença de V em solução sólida que estabiliza a bainita. É importante notar que a ferrita bainítica ainda será apresentada de forma azulada na Figura 51 (d), dessa forma, a proporção maior de fase azulada pode ser um indício de maior quantidade de bainita na amostra. O fato de a fase mais clara ( $\gamma/\alpha_m$ ) não estar evidente em (d), não significa que esta foi completamente transformada; regiões de tonalidade mais clara azuladas e mesmo da fase considerada bainita (marrom), podem ser regiões com concentração de austenita retida e/ou martensita que não puderam ser evidenciadas devido ao aumento utilizado nas MO's. Partículas precipitadas ainda foram mais evidentes na amostra com maior teor de ligante V. Na Figura 51 é evidenciada a presença de bainita em e) (amostra SAE 9254V), enquanto em f) (amostra SAE 9254) não houve essa evidência, entretanto, em f) as estruturas martensíticas não se apresentam tão grosseiras quanto nas amostras revenidas a temperaturas mais baixas que 300°C.



Figura 51 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 300°C.

Figura 51: Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

FONTE: Autor

Nas Figuras 52 (a) e (b) são apresentadas para a) estruturas não atacadas (brancas) mais grosseiras que em b), porém as microestruturas em si não são muito diferentes. Já nas Figuras 52 (c) e (d) há grande distinção entre as duas amostras, em c) nota-se estruturas azuladas mais coalescidas em relação às anteriores, de mesmo teor de vanádio; porém, quando comparada com f) a proporção de ferrita ainda é notavelmente menor, fato justificado pela transformação bainítica e ferrítica mais estáveis para altos teores de vanádio, uma vez precipitado (HUI *et al.*, 1987). Entretanto, a proporção da fase de austenita retida/martensita parece ser maior para (c) do que para (d), sendo ainda possível notar a formação de precipitados em (d), precipitados esses em maiores quantidades e tamanhos do que nas amostras tratadas a temperaturas mais baixas do que 400°C.

Outra grande diferença entre as duas amostras é o fato de que em (c) há predominância dos constituintes ferrita e austenita/martensita, enquanto em (d) ferrita e bainita têm maior presença, diferença que mais uma vez apoia a pressuposta estabilização de ferrita e bainita via adição de vanádio. É importante ressaltar que essa estabilização só ocorrerá caso o vanádio esteja na forma de partículas V(C,N), portanto, especula-se que nessa temperatura haja, o aumento da densidade dessas partículas no aço SAE 9254V

As Figuras 52 (e) e (f) indicam a presença de grandes ripas de martensita na amostra de menor teor de vanádio e ripas menores para a amostra com maior teor de vanádio, o que condiz com o que foi previamente especulado: as fases claras, apesar de não serem notáveis nos ataques com Nital e Bandoh na amostra revenida a 300°C, ainda estão presentes no aço SAE 9254V. Espera-se, entretanto, que a quantidade de austenita retida, a partir dessa temperatura e para as duas amostras, seja bem reduzida, uma vez que segundo Cruz Jr. *et al.* (2012), para o aço SAE 9254 a decomposição da austenita retida ocorre para tratamentos isotérmicos a 350°C por 30 min. Além disso, a presença de estruturas indicadas como martensita revenida ou que indicam início de revenimento desse constituinte, foram marcadas como m<sub>R</sub> na Figura 52; a presença dessas estruturas é evidência que a esta temperatura, já ocorre revenimento dos aços. Outro ponto que pode ser notado, através das Figuras 52 (e) e (f), é a presença de bainita nos dois casos, o que é congruente com o as temperaturas de início da transformação martensítica calculadas para os aços SAE 9254 e SAE 9254V: 454°C e 440°C, respectivamente (BHADESHIA, HONEYCOMB, 2006; CHENG, ZHAO, 2013).



Figura 52 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 400°C.

**Figura 52:** Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

FONTE: Autor

Finalmente, as amostras revenidas a 600°C são exibidas na Figura 53. Nas Figuras 53(a) e (b) notase que as estruturas da amostra com menor teor de vanádio são mais disformes e maiores do que as presentes em b), porém, não é possível discutir os tipos de constituintes presentes.

Já nas Figuras 53 (c) e (d), notam-se grãos ferríticos (azulados) em uma matriz teoricamente martensítica/austenítica (amarelada) em (c), enquanto em (d) regiões ferríticas (azuladas) em uma matriz teoricamente bainítica (marrom escuro). Essa diferença em relação a estrutura da matriz é, mais uma vez, justificada pela estabilização da bainita devido à presença do vanádio em forma de precipitado (ZAJAC, 2013; HUI, *et al.*, 1987). As morfologias observadas para ass Figura 53 (c) e (d) também difere bastante, em (c) a ferrita se apresenta em estruturas que se assemelham a grãos ferríticos, enquanto (f) não há delimitação tão precisa para os constituintes.

A presença de pontos brancos na Figura 53 (d), principalmente na ferrita sugere que carbonetos extremamente finos se precipitaram nessa fase e/ou que certa porção de austenita retida/martensita ainda permanece no aço. A estabilização da austenita, via vanádio em solução sólida pode ocorrer até em temperaturas superiores que 600°C, segundo Campbell (2008), Langneborg 2014) e Hui *et al.* (1987). Portanto, espera-se que, mesmo que esses pontos brancos nas MO's não representem as estruturas de austenita retida/martensita, estas fases ainda estejam presentes.Nessa figura ainda é possível notar os precipitados (PC) em (d), para essa amostra eles se apresentaram em maior quantidade e dimensão em relação à todas as outras, além disso foram apresentadas manchas pequenas nas regiões da ferrita que também foram considerados precipitados.

Nas Figuras 53 (e) e (f) é notável que as estruturas em e) são mais grosseiras do que em (f), além disso estruturas aciculares são mais evidentes em (e) do que em (f). Em ambas as amostras, é possível perceber a presença da martensita revenida, sendo esta considerada as estruturas arredondadas com um certo alinhamento (CALLISTER & RETHWISH, 2010). Esta é a temperatura de revenimento em que se espera maior taxa de difusão do carbono, portanto, maior precipitação de partículas V(C,N), para o aço SA3 9254V, e redução de dureza, para o aço SAE 9254. As regiões escuras na Figura 53 (e) e (f) são consideradas ferrita idiomorfa e as regiões aciculares martensita e bainita.



Figura 53 - Micrografias dos aços: SAE 9254 e SAE 9254V, ambos revenidos a 600°C.

**Figura 53:** Aço SAE 9254: (a) MO/Nital 3%, (c) MO/Bandoh, (e) MEV/Nital 3%. Aço SAE 9254V: (b) MO/Nital 3%, (d) MO/Bandoh, (f) MEV/Nital 3%.

FONTE: Autor.

Os corpos de prova também foram submetidos a técnica de difração de raios-X, os difratogramas referentes aos diferentes tipos amostras, para o aço SAE 9254, são apresentados na Figura 54:



Figura 54 - Difratogramas para as amostras do aço SAE 9254

FONTE: Autor.

Os valores de 2 $\theta$  admitidos como da austenita ( $\gamma$ ), ferrita ( $\alpha$ ), martensita ( $\alpha$ <sub>m</sub>) e cementita (Fe<sub>3</sub>C) foram baseados em Chen, *et al.* (2011), Cruz Jr., (2011) e Collity, (2013). Os picos de ferrita e martensita ocorrem em regiões muito próximas, consideradas coincidentes, por isso os picos referentes as essas fases foram denotados como  $\alpha$ /  $\alpha$ <sub>m</sub>, não se podendo afirmar com clareza quaisquer alterações em suas proporções. Picos referentes a cementita também foram identificados no difratogramas observado na Figura 54.

A proporção de austenita então foi calculada pelo método indireto, tendo como referência o valor da área total embaixo da curva, a Figura 55 apresenta os valores, em porcentagem, calculados para as diferentes amostras do aço SAE9254. Esse método consistiu-se da criação de uma linha de base nos difratogramas, seguido da identificação de todos os picos presentes; uma vez marcados os picos

e a linha de base, a área entre linha de base e difratogramas em si foi calculada. As áreas das reflexões apontadas pelas referências como da austenita foram então somadas e dividas pela área total, originando a proporção indireta de austenita retida nas amostras.

Esses valores representam a porcentagem de austenita em relação aos picos observados nos difratogramas, como um todo; sendo que dependendo do tratamento térmico planos de orientação específicos da austenita tiveram alteração em sua proporção.



Figura 55 - Valores obtidos para austenita retida nas amostras do aço SAE 9254

Observando-se a Figura 55, como esperado a amostra com maior quantidade de austenita retida foi a temperada, uma vez que durante esse tratamento ocorre a austenitização completa do aço e o posterior resfriamento é tão brusco que não permite que toda a austenita se transforme em fases mais estáveis a temperatura ambiente (SILVA & MEI *et al.*, 2010; CALLISTER, W.; HONEYCOMB, R., 2010). Outro fator importante é que devido à incompatibilidade do teor de carbono nas diferentes fases que podem surgir no resfriamento rápido, a austenita pode acabar se estabilizando com um alto teor de carbono e coexistindo com as demais fases à temperatura ambiente, além disso, a temperatura de transformação final da martensita (M<sub>f</sub>) não foi alcançada durante os tratamentos térmicos, não havendo então a possibilidade de uma estrutura 100% martensítica (CRUZ Jr. *et al.*, 2012).

FONTE: Autor.

Outro fator que influência nisso é o alto teor de silício (1,30pp% Si) nesse aço que leva a uma maior quantidade de austenita retida a partir de uma microestrutura totalmente martensítica, como indicado em Hupalo, M., *et al.* (2012). O Si retarda a precipitação de carbonetos, tais como a cementita, e em teores críticos em combinação com o Mn, o Si torna-se praticamente insolúvel em cementita. O silício então, estabiliza a austenita e faz com que a austenita remanescente se torne estável a alto-carbono, como citado anteriormente. A amostra como recebida, apresentou um valor maior do que as amostras revenidas a 400°C e 600°C, o que está relacionado ao tipo de processamento à qual o aço é submetido na indústria, além disso a presença de austenita retida condiz com a resistência a fadiga exigida de molas, como indicado em Martins, M (2009).



Figura 56 - Redução percentual de austenita retida nas amostras do aço SAE 9254

FONTE: Autor.

Outro resultado esperado era a redução da austenita retida em relação à amostra temperada (maior quantidade de austenita retida) à medida que se aumenta a temperatura do revenimento, observada na Figura 56. Isso é justificado devido ao fato de que a austenita retida, quando submetida a aquecimento, se transforma durante esse segundo tratamento em estruturas mais estáveis, segundo a curva TTT (VOORT, G., 2005, p. 4-9). Esse processo de transformação pode ser difusional e/ou displacivo, dependendo principalmente da temperatura, do tempo e da taxa de resfriamento. No caso desse trabalho acredita-se que durante os 60min de revenimento o principal mecanismo de

transformação seja o difusional, entretanto que durante o resfriamento ao ar a transformação displaciva possa ter um papel mais importante (CHENG *et al.*, 2013; KENNON *et al.*, 1892, CHIAVERINI 2008). Devido a essa consideração é esperado que taxas de difusão maiores tenham ocorrido para temperaturas mais altas, já que a taxa difusional depende, muito fortemente, da temperatura e do tempo do tratamento (CALLISTER, HONEYCOMB, 2010; CHIAVERINI 2008).





FONTE: Autor.

Da mesma forma, a Figura 57 apresenta os difratogramas para o aço SAE9254v. Enquanto isso, a Figura 58 indica os valores, em porcentagem, calculados para as diferentes amostras do aço SAE9254V e a Figura 60 apresenta a redução percentual de austenita, em relação à amostra temperada para os diferentes tratamentos térmicos. Picos de partículas V(C,N) foram observados nesses difratogramas, os valores de ângulo  $(2\Theta)$  foram baseados em Baltusnikas, Levniskas, (2006) e Aghaie-Khafri, Fazlalipour (2008).



Figura 58 - Valores obtidos para austenita retida nas amostras do aço SAE 9254V.

FONTE: Autor.

A primeira informação obtida na Figura 58 é a maior quantidade de austenita retida para a maioria das amostras em relação ao aço SAE 9254, isso é justificado pelo fato de o aço SAE 9254V apresentar, além de um alto teor de silício (1,45%pp), um alto teor de vanádio (0,20%pp) (AZGHANDI *et al.*, 2015; CHEN *et al.*, 2015). Como apontado anteriormente, o vanádio pode estabilizar austenita, entretanto, segundo Chen *et al* (2015), isso só ocorrerá caso o ligante esteja em solução sólida, se ocorrer sua precipitação, independentemente do tipo de partícula V(C,N) formada, uma redução da estabilidade da austenita ocorre e a outras estruturas são favorecidas.

De forma semelhante à Figura 55, a amostra que mais apresentou austenita retida foi a temperada, fato justificado pelos mesmos motivos: não há transformação da estrutura em 100% martensita nesse tratamento, a taxa de resfriamento não permite a transformação para estruturas de acordo com o diagrama de equilíbrio Fe-Fe<sub>3</sub>C, por isso é acontece a retenção de austenita para manutenção do teor de carbono do aço, e a presença do silício (1,45% pp) garante grande porcentagem de austenita retida a partir de uma estrutura austenitizada

Análises comparativas entre os percentuais de austenita retida e de redução percentual em relação à amostra temperada são indicadas na Figura 59 e na Figura 611, para os aços SAE 9254 e SAE 9254V. Os percentuais foram obtidos segundo as equações:

Austenita retida percentual = 
$$\frac{(\gamma_{9254V} - \gamma_{9254})}{\gamma_{9254}} x \ 100$$
 (II)

Onde:  $\gamma_{9254V}$  – o percentual de austenita retida na amostra do aço SAE 9254V;  $\gamma_{9254}$  – o percentual de austenita retida na amostra do aço SAE 9254;

$$Redução de austenita retida percentual = \frac{(R\gamma_{9254V} - R\gamma_{9254})}{R\gamma_{9254}} x \ 100$$
(III)

Onde:  $R\gamma_{9254V}$  – redução percentual de austenita retida na amostra do aço SAE 9254V;  $R\gamma_{9254-}$  redução percentual de austenita retida na amostra do aço SAE 9254;



Figura 59 - Comparativo da austenita retida nas amostras dos aços SAE 9254V e SAE 9254



\*Comparativo da austenita retida nas amostras dos aços SAE9254 e SAE9254V, valor calculado em percentual em relação aos valores obtidos para as amostras do aço SAE 9254.

Acredita-se, portanto, que pelo menos parte do vanádio presente no aço SAE 9254V esteja em solução sólida na austenita devido ao aumento da proporção de austenita retida nas amostras, indicado na Figura 58 e na Figura 59. O mecanismo proposto para tal estabilização ocorre da seguinte forma, segundo Chen *et al* (2015): durante a austenitização e o resfriamento das amostras, ocorre segregação do vanádio nos contornos de grão austenítico, ainda em solução sólida, o que

leva à ocupação dos sítios intersticiais favoráveis. Na faixa de temperatura de transformação da ferrita proeutetoide, a velocidade de difusão do carbono na austenita é fator decisivo no controle da nucleação e crescimento da ferrita.

Entretanto, como os sítios intersticiais favoráveis estão ocupados pelo vanádio a difusão intersticial do carbono (menos energética, portanto a mais provável de ocorrer) é dificultada e eventualmente reduz as taxas de crescimento e nucleação da ferrita. Além disso, o V presente nos contornos de grão preenche os defeitos dessa região, tornando-a menos energética e reduzindo a força motriz para a nucleação da ferrita, nessa região (HUI *et al.*, 1987; ZAJAC, 2013).

Ainda segundo Chen *et al* (2015), a presença do vanádio em solução sólida leva a maior temperabilidade do aço na austêmpera, portanto, é esperado o seguinte comportamento do aço 9254V: quando temperado haverá maior formação de austenita retida, entretanto quando revenido a temperaturas que permitam a transformação martensítica, mais martensita será formada, agora devido as partículas V(C,N). É importante salientar que um teor de 0.34pp% de vanádio, foi considerado suficiente para sua presença tanto em solução sólida, como em forma de precipitados V(C,N) (CHEN *et al.*, 2015), sendo que o aço da referência também apresentava teores de cromo, níquel, molibdênio e alumínio.

O valor negativo apresentado para a amostra revenida a 100°C, significa que para esse tratamento o percentual de austenita retida foi maior no aço SAE 9254. Isso pode ser justificado pelo fato de que nessa temperatura espera-se que ocorra a maior taxa de transformação austenita retida  $\rightarrow$  martensita, para os tratamentos de revenimento, pois nessa temperatura ocorre a menor velocidade difusional do carbono no aço como um todo (CRUZ Jr., SANTOS, 2013; HUPALO *et al.*, 2012). Além disso, é esperado que haja transformação bainítica, porém que seja formada uma bainita extremamente fina (HUPALO *et al.*, 2012).

Acredita-se, ainda que, para a composição química do aço 9254V e para os tratamentos térmicos utilizados, há presença do vanádio tanto em solução sólida, quanto em forma precipitados, estando estes em menor proporção, no aço SAE 9254V. A menor proporção de partículas V(C,N) em relação ao vanádio em solução sólida pode ser justificada pelos teores de alumínio e de silício na

composição química do aço, as quais inibem a formação nitretos, carbonetos e carbo-nitretos de vanádio (CHEN *et al.*, 2015;CAMPBELL, 2008).

Dessa forma, o percentual maior de austenita retida para o aço SAE 9254 quando revenido a 100°C observado na Figura 59 pode ser justificado devido à presença - ainda que seja em teores mínimosde partículas V(C,N) no aço SAE 9254V, especialmente os nitretos de vanádio (VN) - já que o teor de Al (0,001%pp) é muito menor que o de silício (1,45%pp)-, formadas ainda durante a têmpera. A presença dessas partículas leva ao favorecimento na formação de martensita e bainita, de acordo com Wendler *et al.* (2014), Cheng *et al.* (2015), que juntamente à área de contorno de grão maior no aço SAE 9254V geram a uma decomposição da austenita retida maior no aço SAE 9254V.

Nota-se ainda que a maior diferença de proporção de austenita retida entre os aços (37%) foi obtida para as amostras revenidas a 600°C, isso pode ser justificado ainda pela estabilização da austenita devido ao vanádio em solução sólida que, segundo Campbell (2008), Langneborg 2014) e Hui *et al.* (1987), pode ocorrer até temperaturas superiores a 600°C. Ou seja, enquanto nessa temperatura o aço SAE 9254 experimenta a maior taxa de difusão, logo transformação, o aço SAE 9254V ainda consegue manter uma grande quantidade austenita retida.



Figura 60 - Redução percentual de austenita retida nas amostras do aço SAE 9254V

FONTE: Autor.

A redução percentual de austenita em relação à fase temperada foi, de forma geral, maior para o aço 9254V, como é indicado na Figura 60. Esse fato foi justificado pela precipitação de óxidos e outros compostos de silício, estes compostos são na realidade os precipitados (PC) grandes indicados nas metalografias anteriores. Uma vez precipitado o silício, a austenita perde sua estabilidade, reduzindo seu teor de carbono e transformando-se em estruturas mais estáveis (HUPALO *et al.*, 2012; CRUZ Jr. *et al*, 2012). Esses precipitados foram caracterizados via EDS e são apresentados na seção 3.3, juntamente à caracterização de outras partículas encontradas nas amostras de forma geral.

Outro fator que influenciou diretamente nesse decréscimo, foi o fato de os grãos austeníticos do aço com maior teor de vanádio serem menores (PRAWOTO, JASMAWATI, SUMERU, 2011; AZGHANDI e*t al.*, 2015), isso significa que a área de contorno de grão desse aço é maior que a do SAE 9254.

O contorno de grão é uma região de alta energia, o que propicia que fenômenos como nucleação e crescimento de novas fases ocorram preferencialmente nessa região (CALLISTER & HONEYCOMB, 2010), nesse caso para uma mesma área, mais sítios de transformação estavam disponíveis no aço SAE 9254V do que no aço SAE 9254, o que leva a uma proporção de transformação maior para esse aço.

Além disso, é esperado que a medida que a temperatura de revenimento aumenta, mais partículas V(C,N) sejam formadas e com isso mais austenita retida perca sua estabilidade. Isso ocorre pelo fato de a medida que a temperatura aumenta mais austenita retida é transformada e mais silício é precipitado, portanto, mais carbono se torna propício à difusão.

Como foi mencionado anteriormente, esse ligante estabiliza a austenita à um alto carbono, uma vez alcançado o limite de estabilidade a austenita transforma-se em fases mais estáveis, provavelmente precipitando o silício. Ao se transformar em outras fases nem todo o carbono que era comportado na austenita pode ser comportado nas novas estrutura (SILVA & MEI, 2010), esse carbono fica então "livre" para combinar-se com elementos, tais como o vanádio, o silício e etc.

## Figura 61 -Comparativo da redução percentual de austenita retida nas amostras dos aços SAE 9254 e SAE 9254V



FONTE: Autor.

\*Comparativo da redução de austenita retida nas amostras dos aços SAE9254 e SAE9254V, valor calculado em percentual em relação aos valores obtidos para as amostras do aço SAE 9254.

Pode ser observado na Figura 61 que a redução da austenita retida da amostra do aço SAE 9254V foi maior em relação à redução do aço SAE 9254, exceto para a amostra revenida a 600°C. Esse comportamento pode ser explicado, inicialmente, pelos fatos já mencionados da precipitação do silício e do aumento da área de contorno de grão para o aço 9254V.

Entretanto, a amostra revenida a 100°C é aquela cuja a diferença na redução da austenita retida foi a maior, sendo que esta amostra é a que apresenta menor quantidade de precipitados nas análises metalográficas. Como informado anteriormente espera-se que o vanádio em solução sólida aumente a temperabilidade aço SAE 9254V em relação ao SAE 9254. Esse aumento da temperabilidade é dado através do aumento da quantidade de austenita retida que pode ser transformada em martensita, num tratamento térmico subsequente, e pela presença de partículas V(C,N) (CHENG *et al*, 2015).

Portanto, essa grande diferença apresentada paras as amostras revenidas a 100°C pode ser justificada pelos fatos de: a esta temperatura o aço SAE 9254V ter mais austenita a ser transformada do que o SAE 9254; pela presença, mesmo que em baixos teores, de partículas V(C,N) localizadas

principalmente nos contornos de grão e que, para uma mesma área, o aço 9254V apresenta uma maior área de contorno de grão. Isso faz com que tenha ocorrido, nessa faixa de temperatura, uma taxa muito maior transformação para o aço SAE 9254V, quando comparado ao SAE 9254.

Nota-se na Figura 61 que há uma tendência da diminuição da diferença entre as reduções percentuais em relação a amostra temperada dos dois aços estudados, à medida que se aumenta a temperatura de revenimento. Essa tendência atinge o extremo na temperatura de 600°C, onde na realidade o teor de austenita retida em relação à amostra temperada é maior para amostra do aço SAE 9254. Esse resultado é congruente com as expectativas do trabalho, uma vez que a medida que se aumenta a temperatura de revenimento, mais partículas V(C,N) podem ser formadas. A presença dessas partículas irá reduzir a quantidade de austenita retida, em relação à amostra temperada, sendo que quanto mais partículas, menor a quantidade de austenita retida.

A expectativa do aumento da quantidade de partículas V(C,N) é justificada pelo fato de que a precipitação de V(C,N) aleatória ocorre comumente em aços tratados a 550°- 650°C, segundo Zajac (2013) e Souza (1989). Logo, quanto mais próxima dessa temperatura maior a probabilidade da presença dessas partículas na estrutura final do aço, sendo que um aumento no tempo de encharque pode compensar a temperatura mais baixa de tratamento, já que esse fenômeno é difusional (ZAJAC 2013; LAGNEBORG *et al.*, 2014).

Outro fator importante é que durante o revenimento a martensita muda sua estrutura de tetragonal de corpo centrado para partículas de cementita com a mesma orientação das ripas de martensita, em uma matriz de ferrita (CALLISTER & RETHWISH, 2010). Ocorre que como o vanádio é um elemento que forma carbonetos mais estáveis que a cementita, ele acaba atrasando essa transformação e mais partículas V(C,N) podem surgir a medida que mais martensita é revenida (ZAJAC, 2013; LAGNEBORG *et al.*, 2014; CAMPBELL, 2008).

Portanto a redução do teor de austenita retida, em relação à amostra temperada, à medida que se aumenta a temperatura de revenimento para o aço SAE 9254V, ocorre devido a redução do percentual de vanádio em solução sólida, também com o aumento da temperatura de revenimento.

### 5.2 Caracterização Mecânica

Na Tabela 7 são apresentados os valores de dureza Vickers e o erro médio das amostras do aço SAE 9254 com os diferentes tratamentos térmicos realizados, na Figura 62 são apresentados os valores para fins de comparação.

	Como Recebida	Temperada	Revenida a 100°C	Revenida a 200°C	Revenida a 300°C	Revenida a 400°C	Revenida a 600°C
Dureza Vickers	$340\pm3$	830 ± 17	849 ± 10	$715\pm5$	$710\pm4$	$553 \pm 4$	344 ± 2

Tabela 7 - Dureza Vickers do aço SAE 9254 com diferentes tratamentos térmicos.

Fonte: Autor.





FONTE: Autor.

Inicialmente pode ser observado que a medida que se aumenta a temperatura de revenimento, a dureza do aço SAE 9254 diminui. Isso é explicado pelo fenômeno do revenimento da martensita e pela transformação de pelo menos parte da austenita retida em estruturas mais estáveis, porém menos duras, tais como a ferrita (CALLISTER & RETHWISH, 2010; CHIAVERINI, 2008).

Nota-se ainda que a amostra revenida a 100°C apresentou maior dureza que a temperada, o que dá indícios de que a suposição que nessa temperatura ocorre grande proporção de transformação da austenita em martensita e bainita, é verdadeira.

Outra informação importante obtida pela Figura 62 é que as durezas das amostras revenidas a 200°C e a 300°C foram praticamente iguais, o que é congruente mais uma vez com os resultados obtidos para a austenita retida e para as metalografias apresentadas para estas amostras, também similares. Isto está intimamente ligado à curva TTT corrigida, pois, segundo esta curva, nessas temperaturas os constituintes principais serão a austenita retida, martensita e bainita, com presença majoritária de martensita, podendo haver uma pequena presença de ferrita acicular e ferrita bainítica. O que foi confirmado durante as análises apresentadas.

A partir da temperatura de 400°C o revenimento teve influência maior na redução da dureza, isso pode ser justificado, primeiramente, porque a partir dessa temperatura uma maior proporção de estruturas menos duras começam a se formar, de acordo com as curvas TTT recalculadas. Além disso, espera-se que o revenimento da martensita ocorre na faixa de 250°C-650°C, sendo que para temperaturas mais altas espera-se maior taxa de transformação (CALLISTER & RETHWISCH, 2010). Como evidenciado pelas micrografias, pela quantidade de austenita retida e pela dureza, até a temperatura revenimento de 300° não houve grandes alterações dos constituintes no aço SAE 9254, portanto, supõe-se que o revenimento efetivo da martensita só ocorra a partir da faixa de 300°C-400°C para esse aço. Espera-se, entretanto que já haja alívio de tensão a partir da temperatura de 200°C, como indicado por Callister & Rethwisch (2010).

Finalmente pode-se perceber também que a dureza para a amostra como recebida e revenida a 600°C foi similar, apesar de microestruturas muito distintas. Isso ocorre provavelmente pela combinação de martensita revenida, bainita e ferrita formada na amostra revenida a 600°C, essas estruturas apresentam ainda sim certa rigidez, porém são muito menos duras que as presentes nas outras amostras, até mesmo na revenida a 400°C (majoritariamente bainita e martensita revenida, pequena quantidade de ferrita idiomorfa) (CALLISTER & RETHWISCH, 2010; CHIAVERINI, 2008)

Da mesma forma, na Tabela 8 são apresentados os valores de dureza Vickers e o erro médio das amostras do aço SAE 9254V com os diferentes tratamentos térmicos realizados, sendo que na Figura 63 são apresentados os valores para fins de comparação.

 Tabela 8 - Dureza Vickers do aço SAE 9254V com diferentes tratamentos térmicos.

	Como Recebida	Temperada	Revenida a 100°C	Revenida a 200°C	Revenida a 300°C	Revenida a 400°C	Revenida a 600°C
Dureza Vickers	$380\pm7$	705 ± 15	$823\pm7$	$741 \pm 5$	$733\pm4$	660 ± 4	453 ± 2

Fonte: Autor.





FONTE: Autor.

Na Figura 63, pode ser observado que o aço SAE 9254V apresenta comportamento semelhante do aço SAE 9254, isto é, de forma geral ao aumenta-se a temperatura de revenimento ocorre a redução do valor de dureza médio da amostra (SILVA & MEI, 2010).

Nota-se ainda que a amostra que apresentou erro médio maior foi a temperada, assim como no caso do SAE 9254, isso é justificado pelo fato de essa medida ser oriunda de um perfil de dureza. Sendo assim, provavelmente a amostra temperada foi a que apresentou maior diferença na taxa de resfriamento ao longo da seção do corpo de prova e, portanto, maior diferença no valor de dureza, também ao longo da seção da amostra.

De forma geral, apesar da dureza diminuir para aumentos na temperatura de revenimento como no aço SAE 9254, nota-se que no aço com maior teor de vanádio essa redução foi mais sutil. Esse dado pode ser melhor exemplificado quando se analisa a Figura 64:



Figura 64 - Curva comparativa das durezas obtida para os aços SAE 9254 E SAE 9254V

Fica evidente a redução da taxa de têmpera, com a adição do vanádio. Quando comparadas os dois, fica evidente a congruência com os demais resultados, por exemplo, nota-se que a dureza como recebida da amostra do aço SAE 9254V é maior que a da amostra do aço SAE 9254. Isso era esperado devido a maior presença de ferrita na amostra com mais vanádio e pela morfologia da

FONTE: Autor.

perlita, nessa amostra, ser mais fina. Devido a têmpera o valor de dureza das duas amostras é elevado, entretanto a dureza da amostra com menor teor de vanádio é 100HVmaior que a registrada para o aço com maior de teor de vanádio. Isso pode ser um indício de maior formação de martensita no aço 9254 durante a sua têmpera (CAMPBELL 2008; CHIAVERINI 2008), isto vai de encontro às afirmações de que o vanádio estabilizou a austenita, reduzindo a quantidade de martensita formada.

Outra possível conclusão é que na têmpera o vanádio está em solução sólida em maior quantidade do que como precipitado V(C,N), pois caso o contrário fosse verdade, uma maior dureza para o aço SAE 9254V deveria ser observada, já nessa forma o vanádio estabiliza a martensita e a bainita (WENDLER *et al.*, 2014; HUI *et al.*, 1987), constituintes sabidamente duros.

É considerado que haja a presença de partículas V(C,N) em toda as amostras, entretanto, à medida que aumenta-se a temperatura de revenimento mais partículas dessas devem estar presentes, como já informado anteriormente. A presença dessas partículas atrasa o revenimento da martensita, devido a característica de forte formador de carbonetos do vanádio, sendo estes carbonetos formados em detrimento à cementita (ZAJAC, 2013; LAGNEBORG *et al.*, 2014; CAMPBELL, 2008). Portanto, de forma geral as amostras com teor de vanádio elevado apresentaram uma redução de dureza mais sutil por diversos motivos, explicitados abaixo, porém é importante ter em mente que como as partículas V(C,N) estão supostamente presentes em todas as amostras, seu efeito de atraso da redução na dureza também estará.

Quando revenidos a 100°C ambos os aços têm sua dureza aumentadas, porém a forma como essa dureza aumenta é mais brusca para o aço SAE 9254V. Isso condiz com o que foi suposto quanto a análise da austenita retida em cada amostra, uma vez que a grande diferença no valor de redução percentual de austenita retida em relação amostra temperada para o aço SAE9254V foi justificada pela quantidade maior de taxa de transformação martensítica/bainítica. Caso isso não ocorresse a dureza do aço SAE9254V deveria aumentar proporcionalmente que a do SAE 9254, já que os constituintes se decompondo e se formando em ambos os aços teriam estabilidade similar.

A partir da temperatura de 200°C começa a ocorrer redução da dureza, em relação ao tratamento de temperatura diretamente inferior, nas duas amostras, ou seja, o aumento da temperatura de revenimento começa a reduzir a dureza de ambos os aços. Entretanto, a forma como isso ocorre para as duas amostras difere bastante, o aço SAE 9254 tem uma redução muito grande de dureza, exibindo valores abaixo do valor quando temperado.

Já o aço SAE 9254V apesar de apresentar também uma redução na dureza, não alcança valores menores que quando temperado. Mais uma vez isso vai de encontro ao que foi suposto anteriormente, pois nessa faixa de temperatura supõe-se uma velocidade difusional maior do carbono do que para o revenimento a 100°C (CRUZ Jr, SANTOS, 2013; HUPALO *et al.*, 2012), logo aumenta-se a probabilidade de formação de bainita, já que esse constituinte ocorre preferencialmente quando ambas as transformações (displaciva e difusional) ocorrem (HUPALO *et al.*, 2012; BHADESHIA 1987). E pelo fato que é suposta a presença de partículas V(C,N) no aço 9254V, que estabilizam a bainita, espera-se que mais transformação bainítica ocorra na amostra do aço 9254V e, portanto, a dureza do aço SAE 9254V seja realmente maior que a do SAE 9254.

O revenimento ainda não ocorre de forma efetiva nessa faixa de temperatura, mas o alívio de tensão sim, dessa forma um outro fator que influência na menor redução da dureza no aço SAE 9254V é a influência das partículas V(C,N) como formadoras de carbonetos que possível também atrasam o alivio de tensões para o aço com maior teor de vanádio.

Quando comparados aos resultados de dureza do aço SAE 9254, os resultados do aço SAE 9254V apresentaram diferenças em quase todas as condições, entretanto amostras revenidas a 200°C e a 300°C tiveram comportamento similar ao apresentado no aço com menor teor de vanádio, ambas seguiram o mesmo padrão, porém ainda com o aço SAE 9254V apresentando uma dureza superior.

Na faixa de temperatura de 400°C inicia-se o revenimento efetivo da martensita para ambos os aços, sendo que segundo as curvas TTT recalculadas, ambas as amostras devem apresentar estrutura em que a austenita retida se transformou em uma estrutura composta por bainita e/ou ferrita acicular. Nota-se nessas amostras a grande influência das partículas V(C,N), pois o aço com alto teor de vanádio, segundo sua curva TTT recalculada, deveria apresentar uma dureza próxima

ou até mesmo menor do que a do 9254V, já essa faixa de temperatura está bem próxima de sua temperatura de início de transformação bainítica, ou seja, sua estrutura poderia exibir até mesmo ferrita idiomorfa e/ou perlita (KENONN, KAYE 1982). Portanto, supõe-se que a partir dessa temperatura de revenimento a quantidade de precipitados de vanádio tenho aumentado consideravelmente e que 400°C o carbono tenha uma velocidade difusional alta o suficiente para que mais carbonetos possam ser formados, já que os elementos substitucionais apresentam menor velocidade de difusão (ZAJAC, 2013; LAGNEBORG *et al.*, 2014; CAMPBELL, 2008). Sendo que a partir dessa temperatura o fenômeno considerado principal no impedimento da redução de dureza do aço SAE 9254V através do revenimento seja a formação de carbonetos mais estáveis que a cementita, o que atrasa o revenimento da martensita.

A amostra revenida a 600°C apresentou, para o aço SAE 9254V, uma maior dureza do que a amostra como recebida. Isso se deve à grande influência do vanádio na manutenção da martensita não-revenida, que aumenta muito o valor da dureza. Juntamente a isso, a grande estabilização da bainita via nitretos de vanádio leva a uma maior proporção desse constituinte na estrutura final do aço com maior teor de vanádio (ABBASI, RAINFORTH 2016; HUI *et al.*,1987), o que também implica no aumente da dureza do material. Isto é, quando comparada a estrutura perlítica-ferrítica da amostra como recebida.



Figura 65 -Dados de redução de HV por temperatura de revenimento para os aços SAE 9254 e SAE 9254V

FONTE: Autor.

A Figura 65, ilustra o que foi apresentado anteriormente, sendo observado a redução de dureza em relação à amostra temperada dividida pela temperatura de têmpera. O resultado é dado em HV/°C e indica quantos HV de redução houve em relação à amostra temperada para cada grau célsius que a amostra foi aquecida, tanto para o aço SAE 9254, quanto para o aço SAE 9254V. Acredita-se que os valores negativos indicam que nesse revenimento ainda houve transformação de fase da austenita retida para estrutura dura, já que esses valores significam que a dureza da amostra analisada foi maior que a da amostra temperada.

### 5.3 Caracterização Química

As amostras foram então submetidas à análise via EDS por pontos, de forma a se investigar as partículas encontradas, de forma geral, nos aços SAE 9254 e SA3 9254V. Foram estudados os extremos das condições de tratamento, revenimento a 100°C e revenimento a 600°C, assim como as amostras como recebidas e temperadas. As amostras revenidas a 100°C e a 600°C foram selecionadas devido a representarem a temperatura mínima e máxima de tratamento, enquanto as amostras como recebidas e temperadas, por representarem a estrutura da qual se início os tratamentos. Os resultados são apresentados na Figura 66, na Figura 67, na Figura 68 e na Figura 69.

As figuras indicam, de forma geral, a presença de silício em forma triangular, que provavelmente são os precipitados (PC) anteriormente identificados como possíveis partículas V(C,N). De acordo com Martins, M. (2009) a presença de silicatos deformáveis em aços molas aumenta sua vida útil em fadiga. Essas inclusões são preferíveis a inclusões ricas em alumina, que não se deformam junto à matriz durante a fabricação do fio-máquina e criam concentradores de tensão.



Figura 66 - EDS das amostras como recebidas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V.

**Figura 66:** (a) - Aço SAE 9254, (b) – Aço SAE 9254V FONTE: Autor.

Portanto, a presença desses precipitados de silício, possíveis silicatos, não deve ser considerada como impureza advinda do processo de fabricação do aço, mas sim com um constituinte importante da microestrutura do aço.

De forma geral, esses precipitados de silício foram mais notáveis no aço com maior teor de vanádio, sendo que a medida que a temperatura de revenimento aumentou mais deles puderam ser notados. Isso foi justificado pela maior decomposição da austenita ao longo do aumento da temperatura revenimento e, como os teores de Mn são relativamente altos para esse aço, o silício pode ter se tornado praticamente insolúvel na ferrita e precipitado (HUPALO *et al.* 2012).



Figura 67 - EDS das amostras temperadas dos aços SAE 9254 e SAE 9254V.

**Figura 67:** (a) - Aço SAE 9254, (b) – Aço SAE 9254V FONTE: Autor.

Para o aço SAE 9254, foi mais notável a presença de outros tipos de precipitados, contendo Cr, S, Si, Mn e algumas vezes Al. Os precipitados contendo Al foram considerados as inclusões de ponto de fusão mais baixo que a alumina, citados por Hupalo, M., *et al.* (2012), pois estavam sempre também na presença de Ca, Si e O. Para a amostra do aço SAE 9254 revenida a 100°C, houve a presença principal de estruturas com grande teor de cromo (Cr) e oxigênio, como indicado na Figura 68.



**Figura 68:** (a) - Aço SAE 9254, (b) – Aço SAE 9254V FONTE: Autor.

Os precipitados V(C,N) foram considerados muito pequenos para que fossem observados com a magnificação utilizada nesse ensaio. Acredita-se, porém que os precipitados circulares e pequenos presentes em todas as amostras do aço SAE9254V, visível apenas através do MEV, possam ser essas partículas. Esse fato é justificado pela presença de vanádio, quando feito o EDS nessas partículas, outros elementos são identificados, porém acredita-se que estes sejam referentes à matriz de aço que as envolvem e que as partículas em si sejam muito pequenas com diâmetros menores que 1µm.



Figura 69 - EDS das amostras revenidas a 600° dos aços SAE 9254 e SAE 9254V.

**Figura 69:** (a) - Aço SAE 9254, (b) – Aço SAE 9254V FONTE: Autor.

Portanto, supõe-se que houve nucleação de carbonetos, nitretos e carbo-nitretos de vanádio durante a têmpera do aço SAE 9254V, porém a taxa de resfriamento no óleo, calculada como 0,40°C/s (CHIAVERINI 2008) não foram suficientemente para que houvesse sua coalescência, valores ótimos de referência para endurecimento por precipitação: 0,15pp% V – 3°C/s-5°C/s (HUI *et al.* 1987).

Já nos revenimento, as temperaturas e tempos de encharque não foram consideradas suficientes para a precipitação e o coalescimento dessas partículas até a temperatura de 400°C, estando, portanto, a maior parte do vanádio ainda em solução sólida (ZAJAC 2013; MOGHADDAMA,

VARAHAM, DAVAMI, 2011). A partir da temperatura de 400°C é pressuposto que existe precipitação das partículas uma vez que o revenimento do aço é atrasado e que as caracterizações via EDS exibiram mais precipitados circulares de tamanho nanométrico, em relação às anteriores. Entretanto, essas partículas não tiveram grande coalescimento, mesmo para a temperatura de 600°C, já que a precipitação e o coalescimento ocorrem na faixa de 500°C-850°C (SOUZ 1989) que a taxa de resfriamento ao ar não é suficiente para favorecer esse fenômeno (0,015°C/s) (HUI *et al.* 1987).

Esses resultados são exibidos na Figura 66, na Figura 67, na Figura 68 e na Figura 69, sendo que a quantidade desses precipitados circulares aumentou juntamente ao aumento da temperatura de revenimento, como pode ser observado claramente quando compradas a Figuras 68 e a Figura 69. Na Figura 70, essa comparação é feita via pontos vermelhos apresentados nas imagens do EDS.



Figura 70 - Comparativo de precipitados de vanádio.

**Figura 70:** (a) – SAE 9254V revenido a 100°C; (b) –SAE 9254V revenido a 600°C. FONTE: Autor.

# CONCLUSÃO

Neste trabalho foi realizado o estudo da influência do vanádio na microestrura e propriedades mecânicas do aço SAE 9254. Para isso amostras com diferentes teores de vanádio (0,01pp% e 0,18pp%) foram temperadas a 850°C por 90minutos, resfriadas em óleo com agitação e posteriormente revenidas a diferentes temperaturas (100°C - 600°C) por 60min.

As amostras, independente dos tratamentos térmicos realizados apresentaram estruturas bem distintas. De forma geral, foi observada uma maior proporção de bainita e ferrita nas amostras com alto teor de vanádio, sendo que nessas houve sempre predominância da estrutura bainítica e ferrítica, enquanto nas amostras de baixo teor de vanádio houve presença majoritária das estruturas martensíticas e ferríticas. As amostras como recebidas do aço SAE 9254 apresentaram estrutura predominante ferrítica/perlítica, da mesma forma que a do aço com alto teor de vanádio, diferindo apenas na proporção dessas fases.

Ambos os aços exibiram teores de austenita retida, sendo que esses teores se reduziram medida que a temperatura de revenimento foi aumentada, alcançando valores mínimos na temperatura de 600°C. Apesar disso, as amostras com maior teor de vanádio tiveram maior redução percentual da austenita, em relação à amostra temperada. Ambas amostras, como recebidas, exibiram percentual de austenita retida similar às amostras revenida a 600°C.

As alterações sofridas na dureza das amostras à medida que se aumentou a temperatura de revenimento foram distintas para os dois aços. O aço SAE 9254 apresentou máxima dureza quando foi temperado e revenida a 100°C (849 ± 10HV), assim como o aço SAE 9254V (823 ± 7HV), com maior teor de vanádio. A partir do revenimento a 200°C houve queda do valor da dureza para ambos os aços, porém a redução foi muito mais abrupta para o aço SAE 9254, exibindo dureza inferior à aquela quando temperado de 200°C em diante. Além disso, a partir dessa mesma temperatura o aço SAE 9254V apresentou dureza superior ao aço SAE 9254, alcançando o extremo na temperatura de revenimento de 600°C com uma diferença de 109 HV. O aço SAE 9254 revenido a 600°C apresentou dureza similar à como recebido, com um diferença de apenas 5HV, enquanto o SAE 9254V apresentou diferença de 78HV.
Precitados de Si com formato triangular foram observados em todas as amostras, mesmo no estado recebido, sendo que à medida que se aumentou a temperatura de revenimento uma maior densidade desses precipitados foi observada, juntamente a um acréscimo em seu diâmetro médio. Esses precipitados de Si, apesar de presentes também no aço SAE 9254, foram mais números no aço com maior teor de vanádio (SAE 9254V), este aço também apresentou precipitados circulares de diâmetro médio de 1nm. Esses precipitados circulares foram considerados carbonetos, nitretos e carbo-nitretos de vanádio (partículas V(C,N)), uma vez analisados via EDS; apesar de não apresentarem grande aumento em seu diâmetro médio com o aumento da temperatura de revenimento, sua quantidade foi visivelmente aumentada. Ainda foi possível perceber a presença de precipitados com alto teor de Cr, para o aço SAE 9254 revenido a 100°C, com diâmetro médio maior que os próprios precipitados de Si.

## 6 REFERÊNCIAS

ABBASI, E.; W.M.RAINFORTH. Microstructural evolution during bainite transformation in a vanadium microalloyed TRIP-assisted steel. **Material Science And Engineering A,** Reino Unido, v. 651, n. 1, p.822-830, jan. 2016

AGGEN, Gregory. **ASM Handbook, Volume 1, Properties and Selection:** Irons, Steels, and High Performance Alloys. 10. ed. Usa: Asm International, 2005.

AGHAIE-KHAFRI, M.; FAZLALIPOUR, F, Kinects of V(C,N) coating produced by duplex surface treatment. **Surface & Coatings Technologies,** Tehran, Iran, v. 202, n. 1, p.4107-4113, mar. 2008.

AZGHANDI, S. et al. Investigation on decomposition behavior of austenite under continuous cooling in vanadium microalloyed steel (30MSV6). **Materials & Design.** Canada, p. 751-758. set. 2015.

BALTUSNIKAS, Arunas; LEVINSKAS, Rimantas. XRD Analysis of Carbide Phase in Heat Resistant Steels. **Materials Science (medŽiagotyra).,** Kauna, Lituânia, v. 12, n. 3, p.1320-1392, mar. 2006.

BHADESHIA, H.. Diffusional and Displacive Transformations. Metallurgica, Usa, v. 21, n.1, p.1017-1022, maio 1987.

BHADESHIA, H.; HONEYCOMB, R.. Steels and Microstructure. 3. ed. Londres: Elsevier Ltd., 2006. 357 p.

BOYER, H.. Cold Finished Steel Bars. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS (Usa). Metals Handbook. 9. ed. New York: Asm International, 2002. p. 215-251.

CALLISTER, William; RETHWISCH, David. Materials Science and Engineering: An Introduction. 8. ed. Usa: Wiley, 2010. 885 p.

CAMPBELL, F. (Ed.). Elements of Metallurgy and Engineering Alloys.Londres: ASM International, 2008. 670 p.

CETLIN, Paulo; HELMAN, Henrique. Fundamentos da Conformação Mecânica do Materiais. São Paulo: Artliner, 2005. 630 p.

CHEN, C. et al. Superhardenability behavior of vanadium in 40CrNiMoV steel. **Materials & Design,** China, v. 83, n. 1, p.422-430, jun. 2015.

CHEN, M.-y. et al. Interphase precipitation in vanadium-alloyed steels: Strengthening contribution and morphological variability with austenite to ferrite transformation. Acta Materialia, Itália, v. 64, n. 1, p.78-92, fev. 2014.

CHIAVERINI, Vincente. Aços e Ferros Fundidos. 7. ed. São Paulo: Abm, 2008. 565 p.

COLLELUORI, D.. Mproved etching methods for quantitative analysis of HSLA MiltiPhase Steels. **Praktische Metallographie,** Alemanha, v. 20, n. 1, p.546-55, jan. 1983.

CRUZ JUNIOR, J. A.. Influence of Temperature and Time of Austempering Treatment on Mechanical Properties of SAE 9254 Commercial Steel. **Steel Research International,** Weinheim, v. 83, n. 1, p.22-31, jan. 2012.

CRUZ JUNIOR, J. A.; SANTOS, D.b.. Effect of tempering temperature on isothermal decomposition product for medium carbon steels below Ms. Journal Of Materials Research And Technology. Brasil, p. 93-99. jun. 2013.

CRUZ JUNIOR, José Alberto da. **Desenvolvimento do Aço alto C-Si e Cr com matriz nanoestruturada de martensita e bainita.** 2011. 117 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de

Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

CULLITY, B. D.. Elements of X-ray Diffraction. Usa: Addison-wesley Publishing, 2005. 531 p.

DIETER, George. Mechanical Metallugy. 2. ed. Usa: Mcgraw Hill Companies, 1988. 646 p.

GEORGE F. VANDER VOORT (Ed.). Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels. 3. ed. New York: Asm International, 2005. 766 p.

HUI, W. Effect of cooling rate and Vanadium content on. Journal Of Materials Science & Technology. China, p. 1-7. maio 1987.

HUPALO, M. et al. Aspectos cinéticos e microestruturais da transformação bainítica incompleta em ferros nodulares austemperados. **Revista Escola de Minas,** Ouro Preto, v. 65, n. 2, p.217-224, mar. 2011.

LAGNEBORG, Rune et al. **THE ROLE OF VANADIUM IN MICROALLOYED STEELS.** Suécia: Kimab, 2014. 101 p. (7047).

LI, Yang et al. Phase Stability of Residual Austenite in 60Si2Mn Steels Treated by Quenching and Partitioning. **Journal Of Iron And Steeels Research International.** Usa, p. 70-74. out. 2011.

LI, Y.; MILBOURN, J. Vanadium Microalloyed Forgin Steel. 16. ed. England: Vanited Ltd., 2013. 8 p.

LIU, Cheng; ZHAO, Zhenbo; BHOLE, S.d.. Lathlike upper bainite in a silicon steel. **Material Science And Engineering,** Weinheim, v. 434, n. 1, p.288-293, jun.

KANG, S; SPEER, J.G.; KRIZAN, D.; MATLOCK, D. K.; MOOR, E. Prediction of tensile properties of intercritically annealed Al-containing 0,19C-4,5Mn (pp%) TRIP steels. **Materials and Design**, v. 97, P. 138-146, 2016

MAALEKIAN, M. The Effects of Alloying Elements on Steels. Material Science And Engineering, Alemanha, v. 531, n. , p.260-266, out. 2007.

MARTINS, M. Fadiga do aço para molas de válvula SAE 9258 produzido industrialmente por lingotamento convencional e contínuo. 2010. 145 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

MOGHADDAMA, E.g.; VARAHRAM, N.; DAVAMI, P.. On the comparison of microstructural characteristics and mechanical properties of high-vanadium austenitic manganese steels with the Hadfield steel microalloyed TRIP-assisted steel. **Material Science And Engineering A**, Tehran, Iran, v. 531, n. 1, p.260-266, out. 2011.

NAKAGARI, A.; YAMANO, T.; KONADA, M. Behavior of Residual Stress and Drawing Stress in Conical-Type Die and Circle-Type Drawing by FEM Simulation and Experiment. Wire Journal International. London, p. 72-80. 2001.

PRAWOTO, Y.; JASMAWATI, N.; SUMERU, K.. Effect of Prior Austenite Grain Size on the Morphology and Mechanical Properties of Martensite in Medium Carbon Steel. Journal Of Materials Science & Technology. China, p. 1083-1210. dez. 2016.

Radcliffe S, Rollason E. The kinetics of the formation of bainite in high-purity iron-carbon alloys. **J Iron Steel Inst**, 1959; v:191, p.56–65.

ROMEIRO, Laura Correa. Estudo termodinâmico da influência dos microelementos (V, Nb ,Al e Ti) no crescimento dos grãos em aços forjados a quente. 2013. 165 f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Belo Horizonte, 2013.

SANTOS, Cláudia Costa dos. **Influência de parâmetros de processo no empenamento de barras trefiladas do aço SAE 9254.** 2008. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

SILVA, Andre Luiz da Costa e; MEI, Paulo Roberto. **Aços e Ligas Especiais.**3. ed. São Paulo: Edgar Blutcher, 2010.

SILVA, André Luiz V. da Costa e (Ed.). Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns. 4. ed. São Paulo: Edgar Blutcher, 2008. 672 p.

SOUZA, Sérgio Augusto de. Composição Química dos Aços. São Paulo: Edgar Blutcher, 1989. 134 p.

VANDERVOORT, G. (Ed.). Atlas of time-temperature Diagrams for Irons and Steels. Estados Unidos: Asm International, 2005.

WENDLER, Marco et al. Effect of Vanadium Nitride Precipitation on Martensitic Transformation and Mechanical Properties of CrMnNi Cast Austenitic Steels. **Metallurgical And Materials Transactions A,** [s.l.], v. 47, n. 1, p.139-151, 20 dez. 2014. Springer Nature. http://dx.doi.org/10.1007/s11661-014-2716-0.

ZAJAC, Stanislaw. **PRECIPITATION AND GRAIN REFINEMENT IN VANADIUM** – **CONTAINING STEELS.** Suécia: Kimab, 2013. 101 p. (7047).