

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais-
PPGEM

CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DO AÇO
SAE1141 MICROLIGADO AO Nb

CESAR AFONSO WEIS OLEA
Engenheiro Mecânico

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2002

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais-
PPGEM

CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DO AÇO
SAE1141 MICROLIGADO AO Nb

CESAR AFONSO WEIS OLEA
Engenheiro Mecânico

Dissertação Apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM e desenvolvida no Departamento de Metalurgia desta Universidade como parte dos requisitos para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência dos Materiais

Porto Alegre
2002
II

Esta DISSERTAÇÃO foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, Área de Concentração Ciência dos Materiais e aprovada em sua forma final pelos Orientadores e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador : Prof. Dr. Afonso Reguly, PPGEM / UFRGS

Co-orientador : Prof. Dr. Luiz Henrique Almeida, COPPE / UFRJ

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Telmo Roberdo Strohaecker - UFRGS

Prof. Dr. Irionson Antonio Bassani - UNISC

Prof. Dr. Inácio da Fontoura Limberger - UFSM

Coordenador do PPGEM:
Prof. Dr. Jair Carlos Koppe

Dedico aos meus Pais Afonso e Terezinha, minha noiva
Arelise e meus Irmãos Alexandre, Eduardo e Lisiane.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais por acreditarem em mim, pelo amor, carinho, valiosos ensinamentos de vida e valores importantes de um Ser Humano.

A minha noiva pelo apoio, amor, carinho e compreensão em todos os momentos.

A meus irmãos pela amizade e companheirismo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Afonso Reguly pela dedicação e confiança.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Luis Henrique Almeida pela importante contribuição no trabalho.

Ao professor Dr. Telmo Roberto Strohaecker pelo empenho, disponibilidade e apoio.

A Professor Dr. Irionson Antônio Bassani pela confiança, amizade, incentivo e relevante contribuição em minha formação.

Aos professores e funcionários do PPGEM.

Aos colegas Luiz Carlos Lopo, Rosmary Moraes, Tonilson Rosendo e Toni Roger Schifelhain de Lima pela valiosa contribuição na realização deste trabalho, em especial aos colegas Neverton Peixoto e Roberto Strohaecker.

Ao CNPq pelo suporte financeiro concedido para realização deste trabalho.

Ao setor de Engenharia da Gerdau-AFP, em especial aos Engenheiros Sandro e Valmor, pelo apoio na realização da parte experimental deste trabalho.

Aos professores e técnicos dos laboratórios de Metalurgia da COPPE-Ufrj, em especial ao Prof. Dr. Luis Carlos Pereira, Prof. Dr. Ruan Blass, Frederico de Carvalho Nunes, Bruno Cruxem Marques, Viviane Azambuja, Laércio, Osvaldo pela valiosa acolhida, amizade e contribuição na realização do trabalho.

Aos professores e funcionários do CME – Ufrgs, em especial Prof. Dr Paulo Fichtner, Profa. Dra. Ruth Hinrichs, Marinês Miranda e Augusto de Mattos pela disponibilidade e auxílio no desenvolvimento do trabalho.

A todos os que contribuíram para a realização deste trabalho o meu reconhecimento.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VIII
LISTA DE TABELAS.....	XII
LISTA DE SÍMBOLOS.....	XIII
RESUMO.....	XV
ABSTRACT.....	XVI
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1. Aços Microligados para Forjamento.....	3
2.1.1. Principais Elementos Microligantes	4
2.1.2. Evolução dos Aços Microligados para Forjamento	4
2.1.3. Aços Microligados ao Nióbio.....	5
2.2. Precipitação de nitretos, carbonetos e carbonitretos	6
2.2.1. Efeito dos Precipitados no Material.....	8
2.2.2. Precipitação na Austenita	10
2.2.3. Precipitação durante a transformação (γ - α +ppt).....	12
2.2.4. Precipitação na Ferrita.....	13
2.3. Mecanismos de Endurecimento e Relações Microestrutura-Propriedades.	14
2.3.1. Relação de Hall-Petch	14
2.3.2. Endurecimento por precipitação	15
2.3.3. Endurecimento por discordâncias.....	17
2.3.4. Influência da Perlita	17
2.3.5. Influência da Bainita.....	19
2.4. Processamento Termomecânico em forjamento.....	19
2.4.1. Laminação controlada.....	19
2.4.2. Características desejadas em aços forjados	21
2.4.3. Analogia do processo de forjamento.....	22
2.5. MICRO-CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL EM MICROSCOPIA	
ELETRÔNICA.....	24
2.5.1. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	24

2.5.2.	Difração de elétrons em MET	29
2.5.3.	Espectrometria de Raio-X (XEDS-MET)	33
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1.	Material em análise	35
3.2.	Simulação do processo de forjamento	35
3.3.	Dureza	38
3.4.	Microscopia Ótica e MEV	38
3.5.	Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	39
3.5.1.	Preparação de amostras para MET	40
4.	RESULTADOS	48
4.1.	Linhas de Fluxo.....	48
4.2.	Tamanho de grão austenítico	48
4.3.	Metalografia	50
4.4.	Microscopia Eletrônica de Varredura	52
4.5.	Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	54
4.6.	Dureza	67
5.	DISCUSSÃO	69
6.	CONCLUSÕES.....	81
7.	SUGESTÕES DE CONTINUIDADE	83
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	84
	ANEXO – Preparação de Amostras para MET.....	89

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Efeito do Carboneto de Nb no limite de escoamento para vários tamanhos de partícula [4].	5
Figura 2.2	– Precipitação e dissolução de carbonetos de Nb e V na austenita em função da temperatura [4].	7
Figura 2.3	– Produto de solubilidade de diferentes tipos de carbonetos e nitretos em função da temperatura [4].	8
Figura 2.4	- Campo de formação de nitretos e carbonetos durante o resfriamento [6].	9
Figura 2.5	- Presença de nitretos e carbonetos durante o reaquecimento [6].	9
Figura 2.6	– Endurecimento por precipitação em função do tamanho de partícula e fração volumétrica. Analogia de valores calculados e obtidos experimentalmente para diferentes elementos microligantes [4].	10
Figura 2.7	– Micrografia por MET em campo escuro apresentando a precipitação de carbonitretos na austenita de um aço microligado ao Nb [7].	11
Figura 2.8	- Micrografia em campo escuro de precipitados grandes provenientes de contornos de grão austenítico em contraste com precipitados originados nas discordâncias para aço microligado ao Nb e Ti [7].	12
Figura 2.9	- Linhas de precipitados em aço microligado ao Nb. Amostra lâmina fina para MET [7] (a). Figura esquemática da formação dos precipitados com o avanço da interface de transformação [9] (b).	13
Figura 2.10	- Efeito de diferentes elementos no endurecimento por solução sólida em matriz ferrítica [11].	15
Figura 2.11	– Mecanismo de interação entre discordância e partículas de 2ª fase segundo Orowan [1].	16
Figura 2.12	- Efeito da fração de perlita no limite de escoamento de aço C-Mn [12].	18
Figura 2.13	- Diagrama dos estágios do processo de laminação controlada com a respectiva variação microestrutural [10].	20
Figura 2.14	- Cinética de recristalização da austenita a 950°C para diferentes percentuais de Nb em solução [2].	21
Figura 2.15	– Diagrama esquemático do processamento termomecânico para ciclo convencional (a) e para forjamento controlado (b).	23
Figura 2.16	- Espalhamento de elétrons devido a interação do feixe eletrônico com uma amostra folha fina metálica (100nm).	25
Figura 2.17	- Diagrama do MET no modos de operação (a) imagem e (b) difração [21].	26
Figura 2.18	– Porta amostra “double tilt” de um MET, modelo 2010, Jeol.	27
Figura 2.19	– Diagrama esquemático de um canhão de elétrons termoiônico [20].	28
Figura 2.20	– Reflexão no ângulo de Bragg a partir de planos cristalinos; Relação entre feixe incidente, transmitido e difratado (a). Diagrama vetorial descrevendo o processo de espalhamento (b) [23].	30
Figura 2.21	– Construção da esfera de Ewald sobre a rede recíproca. O padrão de difração será formado pelos pontos encontrados na parte interna a intersecção da esfera na rede tridimensional. [25].	32
Figura 2.22	– Alguns tipos de padrões de difração. Padrão de pontos em um monocristal (a); pequeno número de grãos (b); vários grãos orientados randomicamente (c) [25].	33
Figura 2.23	– Esquema de funcionamento do sistema EDS (a) [20]; O sistema acoplado a um MET JEOL de alta resolução (b) [20].	34

Figura 3.1–	Esquema da simulação física do processo de forjamento realizado na Gleeble 3500 em (a). Foto obtida durante o processo de simulação física (b).	36
Figura 3.2–	Representação do CP para ensaio na Gleeble com dimensões em mm e região de onde foram extraídos na barra laminada.	36
Figura 3.3–	Diagrama esquemático dos ciclos termomecânicos realizado na Gleeble 3500 para simulação do processo de forjamento.	37
Figura 3.4–	Região do CP onde foram realizados os ensaios de dureza e microdureza. Os pontos representam o local onde foram feitas as penetrações em um CP deformado.	38
Figura 3.5 –	Esquema do corte realizado no CP simulado para análise microestrutural (Ex: CP com 50% de deformação).	38
Figura 3.6–	Região de extração da amostra para MET em cp deformado, para confecção de lâminas finas.	40
Figura 3.7-	Equipamento para preparação de amostras para MET “Dimple Grinder” modelo 656 marca Gatan.	42
Figura 3.8–	Visão geral do “Tripod Polisher™”, modelo 590 da “South Bay Technology Inc”. 1- ajuste micrométrico individual e 2- suporte para polimento plano.	43
Figura 3.9–	Estado final de amostra preparada por Tripod Polisher. Detalhe da região analisada no MET e anel de Cu.	44
Figura 3.10–	Equipamento sistema PIPSTM, modelo 691 fabricado pela Gatan Inc. (b). Diagrama simplificado do sistema de desbaste iônico (a) [20].	45
Figura 3.11–	Seqüência para remoção das partículas precipitadas através da remoção do filme de carbono [20].	46
Figura 3.12 –	Diferentes tipos de telas (grids) utilizadas como suporte para réplicas e outras amostras [20].	47
Figura 3.13–	Fluxograma ilustrativo da metodologia utilizada na abordagem experimental do trabalho.	47
Figura 4.1 –	Linhas de fluxo caracterizando as regiões mais deformadas de CP que sofreu simulação termomecânica na Gleeble, deformado 70%. Região altamente deformada em A e pouco deformada em B.	48
Figura 4.2 –	Micrografias revelando tamanho de grão austenítico para amostras pré-aquecidas a 1100°C não deformada em (a) e deformada (70%) em (b). Amostras pré-aquecidas a 1250°C não deformada em (c) e deformada (70%) em (d)	49
Figura 4.3 –	Variação do tamanho de grão austenítico ASTM em função da temperatura de pré-aquecimento para diferentes graus de deformação.	49
Figura 4.4 –	Diferença no tamanho de grão austenítico para diferentes regiões de CP simulado com temperatura de pré-aquecimento de 1250°C e grau de deformação de 50%.	50
Figura 4.5 –	Diferença no tamanho de grão austenítico para diferentes regiões de CP simulado com temperatura de pré-aquecimento de 1100°C e grau de deformação de 50%.	50
Figura 4.6 –	Micrografias revelando a microestrutura do material analisado em baixa magnificação. (a) Amostra 1100-30-01, foto da região central; (b) Amostra 1250-30-2,5, foto da região central.	51
Figura 4.7 -	Micrografias ilustrando a microestrutura de amostra 1250-30-01 na região central em (a) e na região das extremidades em (b).	51
Figura 4.8 -	Micrografias revelando a microestrutura de amostra 1250-30-1 na região central em (a); Amostra 1100-00-1,6 em (b); Amostra 1200-30-01 na região central em (c) e; Amostra 1100-30-2,5 na região das extremidades em (d).	52
Figura 4.9 –	Micrografia obtida em MEV da amostra 1250-30-01 com baixo aumento em (a); e amostra 1100-00-01 com maior aumento, região de contorno de grão em (b).	52

Figura 4.10 - Micrografia obtida em MEV da amostra 1200-301,6 demonstrando sulfeto em sentido longitudinal (a); e amostra 1200-50-1,6 com mesmo aumento e sulfetos em outro sentido (b).As setas indicam o MnS.....	53
Figura 4.11 - Micrografia obtida em MEV da amostra 1200-50-2,5 demonstrando sulfeto de MnS e estrutura agulhada em (a); e amostra 1100-00-1,6 com maior aumento em (b)..	53
Figura 4.12 –Micrografias obtidas em MET, em campo claro, mostrando a região lamelar do material bruto de laminação em amostra tipo lâmina fina. Nota-se o contraste de discordâncias na ferrita da perlita no lado esquerdo de ambas as micrografias .	54
Figura 4.13 –Micrografia obtida em campo claro de uma região de interface de grão ferrítico e grão lamelar do material bruto de laminação com amostra tipo lâmina fina. Discordâncias em matriz ferrítica em “A” e alta densidade de discordâncias em contorno de grão em “B”.....	55
Figura 4.14 – Micrografias representado a microestrutura tipicamente encontrada no material após simulação termomecânica. Fotos em campo claro de amostra tipo lâmina fina 1250-30-01.....	55
Figura 4.15 –Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina simulada 1100-30-01. (a) Grão apresentando perlita fina e, em (b) grão ferrítico apresentando finas partículas em contraste, com algumas delas indicadas.	56
Figura 4.16 - Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina simulada 1100-30-01. Detalhe em (b)mostrando a presença de prováveis partículas em determinada área do grão perlítico (a).	56
Figura 4.17 - Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina, simulada 1100-30-01. (a) grãos apresentando morfologia alongada e microestrutura lamelar e, em (b) um grão em maior aumento.	57
Figura 4.18 – Padrão de Difração de Área Seleccionada (PDAS) da matriz ferrítica relativa as micrografias da figura 4.17, no eixo de zona [1 1 3].....	57
Figura 4.19 – Micrografias demonstrando a presença de sulfetos em lâmina fina (a) e (b); PDAS do MnS sobreposto a matriz ferrítica em (c) e microanálise em nano-sonda EDS (d) relativos ao MnS de (a), de amostra 1100-30-01.....	58
Figura 4.20 - Micrografia em campo claro de amostra tipo lâmina fina 1100-00-01 apresentando dispersão de finas partículas em grão ferrítico em (a). Em (b), PDAS da matriz ferrítica referente a (a) no eixo de zona [112].....	59
Figura 4.21 – Micrografia de amostra 1250-30-01 tipo lâmina fina na direção [111] da ferrita para (a); e imagem de réplica em filme de carbono indicando presença de precipitados grandes em (b).....	59
Figura 4.22 – Imagens obtidas a partir de réplica em filme de C de amostra 1250-30-01 com aumento de 120K em (a) e (c). Respectivos espectros de EDS das partículas em (b) e (d), sendo esta última correspondente a partícula iniciada pela seta.	60
Figura 4.23 - Micrografias obtidas a partir de réplica em filme de C de amostra 1250-00-01 em campo escuro (a) e campo claro (b) com aumento de 120K. Respectivos espectros de EDS e PDAS das partículas (I) e (II) no eixo de zona [111], com a indicação do posicionamento da abertura da objetiva em (I).	61
Figura 4.24 – Micrografia de réplica em filme de carbono de precipitados de Nb em amostra 1250-00-01 a baixa magnificação (15K) em (a) e; aumento pouco maior (30K) em (b), com espectro de EDS característico em (c), da partícula indicada.	62
Figura 4.25 – Micrografia revelando precipitação de carbonetos de Nb com magnificação de 150K em amostra lâmina fina 1100-00-01 em (a); e espectro de EDS em (b) da partícula indicada.	63
Figura 4.26 - Precipitação de carbonetos de Nb em amostra lâmina fina 1100-00-01 a 60K. Detalhe da região tracejada em (b).....	63
Figura 4.27 - Micrografias em campo escuro de réplica em filme de carbono mostrando a distribuição de precipitados ricos em Nb oriundos da austenita, em amostra 1100-30-01 em (a) e maior aumento em (b).....	64

Figura 4.28 - Micrografia de réplica em filme de carbono mostrando a distribuição de carbonitreto de Nb em amostra 1100-30-01 em campo claro (a); e com menor aumento em campo escuro(b).....	64
Figura 4.29 - Micrografia ilustrando carbonitreto de Nb de réplica em filme de carbono para amostra 1100-30-01 em campo claro (a); e espectros de EDS em (b),de partículas indicadas.	65
Figura 4.30 - Micrografia de réplica em filme de carbono mostrando a presença de carbonetos de Nb coalescidos em meio a outros bem menores, para amostra 1100-70-01 em campo claro (a); e em (b), carbonetos extremamente grandes presentes juntamente a pequenas partículas, para mesma amostra. Espectro de EDS em (c) de partícula indicada.....	66
Figura 4.31 - Micrografias mostrando fina dispersão de carbonitreto de Nb para réplica em filme de carbono de amostra 1100-70-01 em campo claro (a), (b) e (c); e espectro de EDS em (d), da partícula indicada.....	66
Figura 5.1 – Diagrama de solubilidade ilustrando os limites mútuos de solubilidade do nióbio e carbono a várias temperaturas, no campo austenítico. O ponto interceptado pela linha pontilhada representa a composição química do material relativa aos elementos relacionados.	74
Figura 5.2 - Diagrama de solubilidade ilustrando os limites mútuos de solubilidade do nióbio e nitrogênio a várias temperaturas, no campo austenítico. O ponto interceptado pela linha pontilhada representa a composição química do material relativa aos elementos relacionados.	74
Figura 5.3 – Diagrama demonstrando a contribuição no limite de escoamento do material em função do tamanho e fração volumétrica da partícula de acordo com as relações estabelecidas por Orowan e Ashby-Orowan citado em [1].	76
Figura 5.4 - Diagramas demonstrando a variação da dureza com a temperatura de pré-aquecimento a diferentes taxa de resfriamento, em cada grau de deformação a quente utilizado.	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Valores de λ para alguns valores de voltagens usadas em MET [15]	30
Tabela 3.1 – Composição química do aço microligado SAE 1141 ao Nb	35
Tabela 3.2– Relação das amostras analisadas em microscópio eletrônico de transmissão: ...	40
Tabela 4.1 – Características da precipitação em amostras que sofreram simulação termomecânica determinadas a partir dos resultados das investigações em MET.....	67
Tabela 4.2 – Resultados das faixas de dureza encontrados nos CP's, apresentados esquemáticamente nos quadros para diferentes condições de simulação.	68
Tabela 5.1 – Estimativa da contribuição no limite de escoamento em função das análises quantitativas em MET.....	77

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

σ_y = limite de escoamento, segundo Hall-Petch

σ_o = tensão interna do material em oposição ao movimento das discordâncias

k_y = resistência ao movimento das discordâncias devido ao contorno

d = tamanho de grão ferrítico

σ_r = endurecimento próprio da rede cristalina

σ_{ss} = endurecimento por solução sólida

σ_{ppt} o endurecimento por precipitação

σ_{disc} o endurecimento por discordâncias

T = tensão da linha de discordância

b = vetor de Burgers

L = espaçamento entre partículas

f = fração volumétrica de precipitados

\bar{x} ou x = diâmetro médio dos precipitados

G = módulo de cisalhamento

α = fator numérico dependente da estrutura cristalina

ρ é a densidade de discordâncias

f_α = fração em volume de ferrita

σ_α = limite de escoamento da ferrita

σ_{per} = limite de escoamento perlita

n = variação não-linear do limite de escoamento do material com perlita

S = espaçamento interlamelar da perlita

σ_i = tensão de fricção aparente

k_s = constante do material

$\sigma_{0,2}$ = limite de escoamento convencional para deformação de 0,2%

v = velocidade do elétron

λ = comprimento de onda do elétron

m = massa do elétron

h = constante de Planck ($6,63 \times 10^{-28} \mu\text{J} \times \text{s}$)

V_c = diferença de potencial relativo ao comprimento de onda

e = carga do elétron

c = velocidade da luz

$n\lambda$ = número inteiro de comprimentos de onda

θ é o ângulo de difração

$d_{(hkl)}$ = espaçamento interplanar

$g_{(hkl)}$ = vetor da rede recíproca

(Φ) = função trabalho

J = densidade de corrente do filamento

T = temperatura

K = constante de Boltzmann ($8,6 \times 10^{-5} \text{eV/K}$)

A = constante de Richardson ($\text{A/m}^2\text{K}^2$)

$\Delta\sigma_y$ = contribuição no limite de escoamento

n_A = número de partículas por unidade de área

X = diâmetro tridimensional da partícula

MET = Microscópio Eletrônico de Transmissão

EDS = Energy Dispersive Spectroscopy

MEV = Microscópio Eletrônico de Varredura

HSLA = High Strength Low Alloy

PDAS = Padrão de Difração da Área Seleccionada

RESUMO

Este trabalho visa a investigação dos aspectos microestruturais, de cunho significativo nas propriedades mecânicas de um aço microligado, através da utilização de técnicas de microscopia eletrônica. Variações em parâmetros de produção e processamento de aços microligados produzem efeitos microestruturais diversos, os quais influenciam diretamente nas propriedades do material. Para tanto, é de suma importância a realização de um acompanhamento da evolução microestrutural de forjados, para que se possa entender os mecanismos de reforço estrutural, e assim, buscar controlá-los.

Foram simuladas as condições industriais de forjamento em amostras de aço microligado ao nióbio, SAE 1141, utilizando um simulador termomecânico Gleeble. Esse aço é empregado na produção de garfos (terminal) forjados pela indústria automobilística. As variáveis controladas na simulação foram a temperatura de pré-aquecimento, percentual de deformação e taxa de resfriamento. Os aspectos microestruturais resultantes foram analisados por microscopia de luz visível e eletrônica de varredura. Especial atenção foi dada ao estudo dos aspectos subestruturais através da técnica de microscopia eletrônica de transmissão. Foram utilizadas para tal amostras do tipo réplica de extração em filme de carbono e lâminas finas. Os estudos realizados neste trabalho poderão contribuir para otimização do processo de forjamento nessa classe de aços visando garantir boas propriedades mecânicas. Análises por nano-sonda EDS indicam a presença de partículas ricas em Nb. Foi constatado que a temperatura de pré-aquecimento para forjamento desempenha papel importante, pois a temperatura mais baixa, verifica-se fina precipitação de carbonitretos e o refino de grão é mais pronunciado. Este efeito é influenciado também pelo grau de deformação a quente.

ABSTRACT

This work intends to investigate the microstructural aspects of significant character in the mechanical properties of a microalloyed steel by applying electron microscopy techniques. Variations in production parameters and in processing microalloyed steels may yield different microstructural effects which can directly act upon the material properties. Therefore, it is of high importance the following up of the microstructural of forged material for a better understanding of the mechanisms of the structural strengthening so we may control them.

It was simulated the industry conditions of forging process of microalloying steel SAE 1141 with niobium samples, using a thermomechanical simulator Gleeble. This steel is used in the production of forged forks by the automobile industry. The parameters under control at the physical simulation were preheating temperature, the percentage of deformation and the cooling rate. The resulting microstructural aspects were analyzed by visible light microscopy and scanning electron microscopy. By the transmission electron microscopy technique it was given special care to the substructural aspects. Thin foil samples and carbon extraction replica for TEM are confectioned from different test specimens simulated. This study may lead for the optimization of forging process of this class of steel, aiming for better mechanical properties. The nanobeam EDS analysis indicates the presence of Nb rich particles. It has been observed that the pre-heating temperature for forging is very important, once at low temperature we observe the precipitation of thin carbonitrides and the refinement of grains is enhanced. This effect is also influenced by the degree of deformation under high temperature.

1. INTRODUÇÃO

As propriedades de aços baixo e médio carbono podem ser melhoradas com a precipitação e refino de grão associado a adição de pequenas quantidades de elementos fortemente formadores de nitretos, carbonetos e carbonitretos como Nb, V e Ti. Aços baseados nestes princípios da metalurgia física podem ser classificados como aços de baixa liga e alta resistência (High Strength Low Alloy Steel, HSLA). O controle microestrutural é feito através de processamento termomecânico conhecido como laminação controlada. Estes mecanismos de reforço estrutural estão diretamente ligados aos efeitos produzidos pelos elementos microligantes tanto em solução sólida como na forma de partículas de segunda fase precipitadas durante o processamento. Desta forma tem se obtido excelente melhoria em termos de propriedades e custos, tanto na produção do aço, como na utilização do material para fabricação de componentes. O processamento termomecânico é estendido para produção de peças durante o forjamento. O material é pré-aquecido por indução e deformado a altas temperaturas, posteriormente é resfriado de forma controlada. As variáveis que irão refletir diretamente na microestrutura final e assim, nas propriedades, são a temperatura de pré-aquecimento para forjamento, percentual de deformação e taxa de resfriamento.

Este trabalho faz parte de uma linha de estudo dentro de um projeto conjunto entre a UFRGS e a indústria gaúcha. Mais dois trabalhos estão sendo desenvolvidos paralelamente neste mesmo assunto, sendo que um deles avalia aspectos microestruturais e comportamento mecânico deste material simulado e outro avalia comportamento microestrutural e mecânico de componentes produzidos em processo industrial. O objetivo deste trabalho é avaliar aspectos micro e subestruturais que podem influenciar nas propriedades mecânicas de um aço microligado ao Nb através da aplicação de técnicas de microscopia eletrônica.

Com a finalidade de reproduzir as condições reais de forjamento na indústria, amostras de aço microligado ao Nb comercial foram processadas em simulador termomecânico Gleeble. Temperatura de pré-aquecimento, percentual de deformação e taxa de resfriamento foram os parâmetros variados nos ensaios de simulação física, visando-se avaliar o comportamento microestrutural, e assim, relacioná-lo com as propriedades mecânicas.

Os aspectos microestruturais foram investigados por microscopia de luz visível, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão. Um estudo mais aprofundado foi realizado no microscópio eletrônico de transmissão (MET) para analisar os fenômenos de precipitação. Amostras para MET foram confeccionadas por diferentes métodos de preparação. Entre eles estão a preparação de lâminas finas por desbaste abrasivo seguido de bombardeamento iônico e extração de Réplica. Destaca-se ainda o método de preparação de lâmina fina por polimento plano (Tripod Polisher), o qual possibilita a preparação de amostras com extensa área fina para observação no microscópio e substancial minimização da massa da amostra. O efeito de desvio do feixe de elétrons produzido por amostras magnéticas ao serem inclinadas é praticamente eliminado ao se adotar essa técnica de preparação. Isto se torna muito importante quando trabalha-se com amostras magnéticas em MET, como o aço microligado por exemplo.

O objetivo principal destas análises foi a identificação de carbonitretos precipitados, avaliação de tamanho, morfologia e distribuição, assim como a contribuição de endurecimento por precipitação e refino de grão oferecido por tais partículas. Os precipitados foram investigados qualitativamente por nanosonda EDS e a origem da formação destes precipitados foi avaliada por difração de elétrons em área selecionada. Para tanto relacionou-se análises qualitativas e quantitativas de micrografias obtidas em microscopia ótica e eletrônica de transmissão, de diversas amostras simuladas termomecanicamente, com resultados de ensaio de microdureza e equações empíricas que relacionam microestrutura e propriedades mecânicas.

Os estudos obtidos neste trabalho são importantes para a determinação de parâmetros ótimos para o processamento termomecânico em forjamento de aços microligados ao nióbio. Resultados mostraram que a temperatura de pré-aquecimento é determinante para o tamanho dos precipitados, assim como a deformação tem papel muito importante na formação de sítios para nucleação de precipitados durante o processamento. Deste modo, busca-se o controle microestrutural destes aços para garantir boas propriedades mecânicas. É possível, também, auxiliar no entendimento do verdadeiro comportamento do nióbio como agente para promover reforço estrutural nestes aços quando forjados.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aços Microligados para Forjamento

Os *Aços Microligados* ou High Strength Low Alloy (HSLA) são conceitualmente definidos como aços C-Mn com quantidade muito baixa de elementos de liga fortemente formadores de nitretos, carbonetos ou carbonitretos. Estes elementos têm a finalidade de fornecer propriedades adequadas sem aumento significativo no custo. Geralmente a adição destes elementos de liga não ultrapassa 0,1%. Os principais elementos de liga adicionados são: Nb, V, e Ti. Outros elementos como o Zr e B também são utilizados como microligantes, porém não com grande frequência. O Al pode ser adicionado ou estar presente como resultado do processo de fabricação do aço e ainda ser utilizado em etapa desoxidação.

Os aços microligados possuem a vantagem de atingir alta resistência mecânica sem tratamento de têmpera e revenido. A resistência pode chegar a ser 2 a 3 vezes maior que um aço doce C-Mn [1,2].

Os aços microligados se caracterizam pela adição de um ou mais elementos de liga e seu processo de produção inclui além desta adição a laminação controlada, resfriamento controlado e controle de inclusões.

A obtenção das propriedades desejadas ocorre pelo controle microestrutural a partir de processamento termomecânico. O controle microestrutural é relativamente barato pois os elementos de liga são usados somente em pequenas concentrações e o processamento termomecânico é introduzido como uma modificação na operação final de laminação a quente [2].

Os aços microligados são utilizados em uma vasta gama de aplicações. Suas propriedades podem ser ajustadas para aplicações específicas através da combinação de composições e estruturas obtidas no processo de fabricação. Um estudo do desenvolvimento e aplicações destes aços foi feito por Tither [3], o qual relaciona aplicações estruturais incluindo pontes, construção civil (prédios), torres de eletricidade, dutos, caminhões, trailers, escavadeiras, equipamentos de mineração e barras reforçadas. No caso específico de forjados, a aplicação na indústria automobilística é normalmente em virabrequins, bielas, capa biela, elos, ponteira de roda, eixo dianteiro, garfo, cubo, eixo traseiro, pino bola, haste, entre outros [3,4].

2.1.1.Principais Elementos Microligantes

Todos os aços microligados contêm pequenas concentrações de um ou mais elementos fortemente formadores de carbonetos e nitretos. No forjamento, os elementos mais usados são:

Vanádio (V): Maior solubilidade no aço. Precipita a temperaturas relativamente baixas. Maior contribuição nas propriedades através do endurecimento por precipitação, devido a formação de precipitados de V(C,N) extremamente finos e dispersos. As adições de V situam-se numa faixa de 0,03 a 0,1%. O V também melhora a tenacidade pela estabilização do nitrogênio dissolvido, o qual na fusão do aço em forno elétrico pode chegar a 0,012% N.

Titânio (Ti): Este elemento possui maior afeição por C e N, tendo uma baixa solubilidade e, conseqüentemente, uma temperatura muito elevada de solubilização. A partir disso, deduz-se que é um forte controlador de tamanho de grão a alta temperatura. Pode haver refino de grão e endurecimento por precipitação, dependendo do percentual utilizado. As composições maiores que 0,05%, carbonetos de Ti exercem um efeito de endurecimento. Entretanto, o Ti é usado comercialmente para retardar o crescimento do grão austenítico, aumentando a tenacidade. O Ti se encontra em concentrações de 0,01 a 0,02%.

Nióbio (Nb): Pode ser comparado ao Ti em alguns aspectos, porém seus compostos possuem solubilidade maior que os formados pelo Ti. Forma-se no campo austenítico e normalmente resulta em uma fina dispersão de carbonitretos. Pode produzir um forte efeito de endurecimento por precipitação. Sua principal contribuição nas propriedades se dá pela precipitação acima da temperatura de transformação e no retardo da recristalização da austenita, promovendo uma microestrutura de grãos finos. O refino do grão produz aumento da resistência e tenacidade. As concentrações variam de 0,020 a 0,1% Nb.

2.1.2.Evolução dos Aços Microligados para Forjamento

Com a evolução tecnológica, pode-se dizer que os aços microligados para forjamento podem ser classificados conforme as gerações. A **Primeira Geração de Aços Microligados para Forjamento** geralmente apresenta microestrutura ferrítico-perlítica, limite de ruptura em torno de 760 MPa e limite de escoamento de 540 MPa. Sua tenacidade à fratura é bastante baixa, devendo ser melhorada para aplicações mais críticas [4].

A **Segunda Geração de Aços Microligados para Forjamento** sofreu algumas modificações. O conteúdo de carbono destes aços é reduzido para uma faixa de 0,1 e 0,3%. Eles são produzidos com microestrutura ferrítico-perlítica ou ferrita acicular. São feitas adições de Mo para reprimir a transformação da perlita. Também são feitas adições de Ti para melhorar a tenacidade por refino de grão. Nota-se que uma redução na temperatura de forjamento resulta no aumento da tenacidade destes aços.

Ainda uma **Terceira Geração de Aços Microligados para Forjamento** foi desenvolvida. Estes aços diferem dos anteriores porque são diretamente temperados a partir da temperatura de forjamento para produzir microestruturas com ripas de martensita e carbonetos uniformemente distribuídos. Sem posterior tratamento térmico, esses materiais produzem propriedades similares aos aços liga comerciais temperados e revenidos. São feitas adições de Nb suficientes para ultrapassar o limite de solubilidade na temperatura de forjamento. Os carbonitretos Nb(CN) não dissolvidos retardam a recristalização e o crescimento dos grãos da austenita durante o forjamento [4].

2.1.3. Aços Microligados ao Nióbio

Aços com adição de Nb tem aumentado seu limite de escoamento devido ao endurecimento por precipitação somado ao refino de grão. A magnitude desse aumento depende do tamanho, quantidade e distribuição dos Nb(CN) formados. Este efeito pode ser observado na figura 2.1, onde a influência do teor de nióbio no limite de escoamento para diferentes tamanhos dos precipitados é apresentada. O Nb é considerado o agente mais efetivo na melhoria das propriedades de um aço microligado, justamente devido a soma dos efeitos de precipitação e refino de grão.

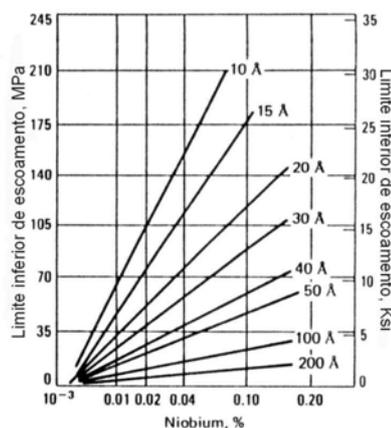


Figura 2.1 Efeito do Carboneto de Nb no limite de escoamento para vários tamanhos de partícula [4].

O Nb é adicionado ao aço geralmente em uma faixa de 0,02 a 0,04%. Segundo dados obtidos no Metals Handbook [4], o endurecimento do aço pelo nióbio é de 35 a 40 MPa para cada 0,01% de adição. Esse endurecimento foi acompanhado por uma considerável perda na tenacidade até o desenvolvimento de processos especiais de laminação e a redução do conteúdo de carbono, evitando a formação de bainita superior.

Esses aços formam partículas como nitretos e carbonetos, porém o carboneto é o mais importante, pois tem o efeito de evitar ou retardar a recristalização da austenita, formando grãos com textura alongada. Tem sido proposto que o Nb em solução nesta mesma temperatura também contribui para esse efeito, e é conhecido como “*solute drag*” [2]. Como a austenita não recristaliza, a deformação é acumulada, resultando então em um grande número de pontos de nucleação. Sendo assim, os grãos ferríticos serão extremamente refinados.

Em pesquisa recente Palmiere [5] avaliou o comportamento do Nb em solução na austenita e mostrou que a temperatura em que a recristalização é interrompida aumenta com o aumento da supersaturação de Nb na austenita e, em resultados de microscopia eletrônica de transmissão observou que a fração volumétrica de Nb(CN) em contornos de grão ou contornos de subgrão era aproximadamente 2 vezes maior que no interior do grão.

No entanto, deve-se ter alguns cuidados no uso do Nb em processamento termomecânico. O carboneto de Nb é refratário, sendo necessário que a temperatura de reaquecimento seja suficiente para que o Nb presente no material entre em solução. Caso as partículas de Nb não entrem em solução, os carbonetos tendem a coalescer e não serão efetivos no retardo da recristalização.

2.2. Precipitação de nitretos, carbonetos e carbonitretos

Considerações de Sage [6] colocam que no resfriamento a partir da temperatura de forjamento, carbonetos de nióbio começam a precipitar a temperaturas logo abaixo de 1000°C. Na ausência de subsequente trabalho a quente, os precipitados continuam sua formação e coalescem com a queda da temperatura até aproximadamente 925°C. Com posterior trabalho a quente em um campo de temperatura em torno de 900°C, o nióbio retarda a recristalização da austenita, resultando na produção de um fino grão austenítico [2,4,6].

A precipitação do carbonitreto de vanádio começa a partir de 950°C podendo tornar-se completa durante a transformação austenita-ferrita, porém, se não for utilizada uma taxa de resfriamento apropriada poderá não ocorrer a precipitação. Como este tipo de partícula se forma a temperaturas mais baixas, o coalescimento do precipitado durante o resfriamento da forja é mínimo. Nesse caso, o efeito do endurecimento por precipitação é máximo.

A fração de carbonetos de vanádio e nióbio precipitado ou em solução dependerá diretamente da temperatura, conforme ilustra a figura 2.2.

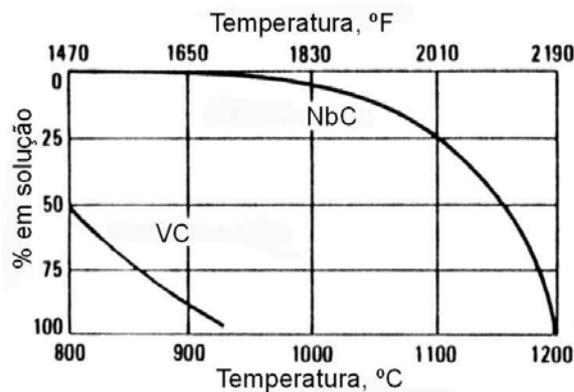


Figura 2.2 – Precipitação e dissolução de carbonetos de Nb e V na austenita em função da temperatura [4].

A solubilidade do carboneto de nióbio na austenita é função principalmente da temperatura e do percentual de carbono. O limite de solubilidade do nióbio na austenita pode ser facilmente alcançado a temperaturas normais de forjamento. O nitreto de titânio (TiN), por ser estável a altas temperaturas, também é utilizado para evitar crescimento anormal de grão nas temperaturas de forjamento. A figura 2.3 relaciona a solubilidade de diferentes partículas à medida que se varia a temperatura.

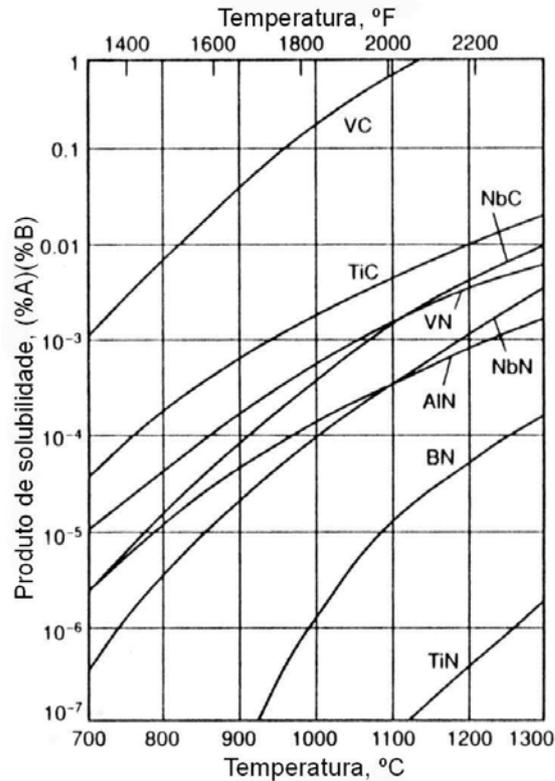


Figura 2.3 –Produto de solubilidade de diferentes tipos de carbonetos e nitretos em função da temperatura [4].

2.2.1.Efeito dos Precipitados no Material

A influência dos precipitados nas propriedades do material depende da temperatura no qual ele se forma, em relação à temperatura de transformação do aço e temperatura de recristalização da austenita ou ferrita [6]. No resfriamento de um aço, a temperatura na qual se formam carbonetos e nitretos, em relação à temperatura de transformação durante e após o processamento, está demonstrado na figura 2.4. Assim como para o reaquecimento, as faixas de temperaturas em que essas partículas permanecem presentes no material, podem ser identificadas no diagrama da figura 2.5.

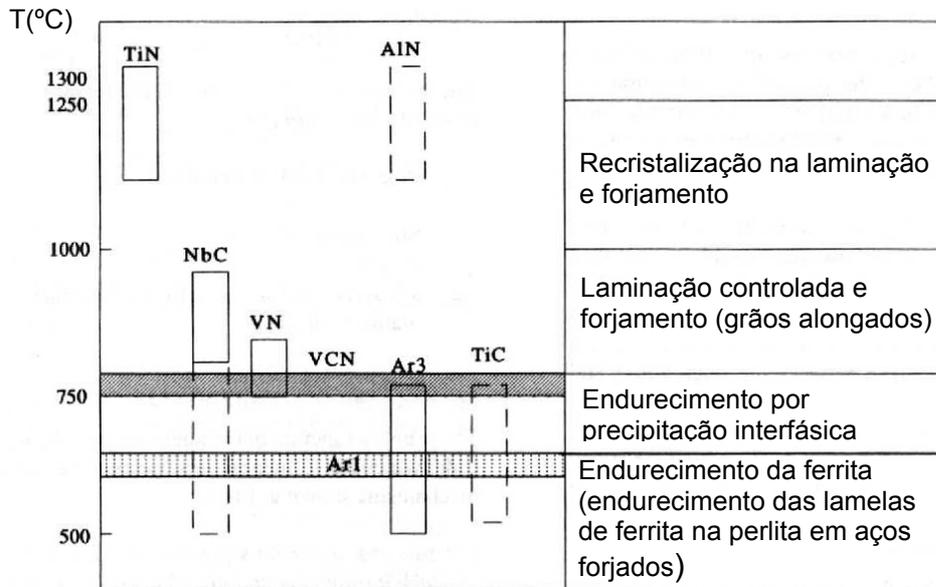


Figura 2.4 - Campo de formação de nitretos e carbonetos durante o resfriamento [6].

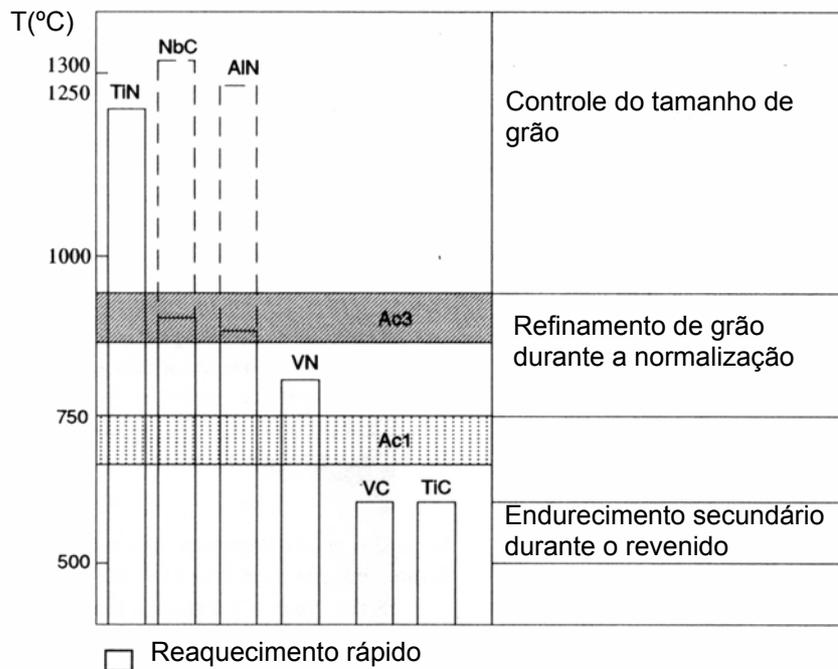


Figura 2.5 - Presença de nitretos e carbonetos durante o reaquecimento [6].

No caso do reaquecimento para um novo ciclo termomecânico, os carbonitretos terão também um importante papel na determinação da microestrutura resultante. As partículas irão atuar principalmente no controle do tamanho de grão.

No estudo da influência dos precipitados em aços microligados deve-se considerar as seguintes características dos precipitados:

- Solubilidade
- Temperatura de precipitação
- Tamanho do precipitado

- Morfologia
- Distribuição espacial

Analisando-se a figura 2.6, verifica-se que o efeito do endurecimento por precipitação pode ser alcançado com eficiência pela dispersão de partículas muito finas com uma fração volumétrica relativamente elevada, principalmente para partículas formadas com Ti.

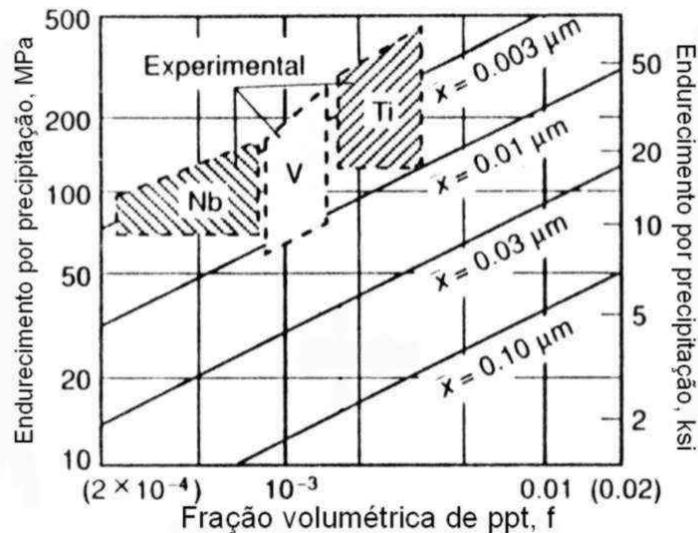


Figura 2.6 – Endurecimento por precipitação em função do tamanho de partícula e fração volumétrica. Analogia de valores calculados e obtidos experimentalmente para diferentes elementos microligantes [4].

2.2.2. Precipitação na Austenita

A precipitação de carbonitreto na austenita é conhecida principalmente pelo efeito de refino de grão produzido nos aços microligados. A cinética de precipitação na austenita pode ser fortemente acelerada pela deformação plástica. Assim, a formação de finas partículas de carbonitreto induzidas por deformação durante o final da laminação, impede a recristalização da austenita. Como consequência, a transformação a partir da austenita não recristalizada aumenta a taxa de nucleação de ferrita, conduzindo a um refinamento significativo do grão ferrítico.

Na maioria dos casos, a precipitação ocorrerá preferencialmente nas discordâncias geradas pela deformação. A figura 2.7 ilustra a distribuição de carbonitreto tipicamente formados na austenita deformada em amostra tipo lâmina fina para MET.

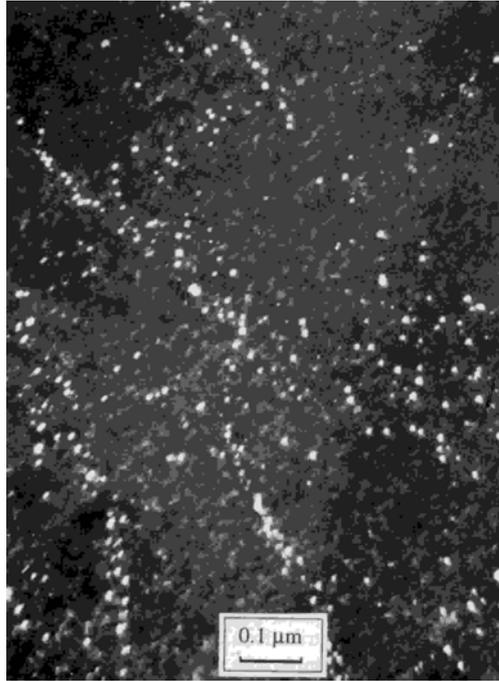


Figura 2.7 – Micrografia por MET em campo escuro apresentando a precipitação de carbonitreto na austenita de um aço microligado ao Nb [7].

Somando-se a precipitação induzida por deformação, partículas de carbonitreto podem também nuclear nos contornos de grão austeníticos durante a laminação. Esse tipo de precipitação pode levar ao coalescimento acelerado da partícula. Se não há uma posterior recristalização da austenita, partículas de contorno de grão e induzidas por deformação podem aparecer juntas quando se produz imagem em campo escuro no MET. Nesse caso, as partículas de contorno de grão podem ser facilmente distinguidas das partículas induzidas por deformação devido ao crescimento maior da partícula, favorecido pela difusão no contorno de grão [7]. Esse fenômeno é ilustrado pela micrografia da figura 2.8, onde as partículas maiores, provenientes de precipitação em contorno de grão austenítico contrastam com as pequenas partículas formadas nas discordâncias da austenita.

Estudos de Thompson e Krauss [8] mostraram que precipitados ricos em Nb se formam preferencialmente em subestrutura celular de austenita deformada, principalmente para aços com maior teor de carbono (0,4% em peso).

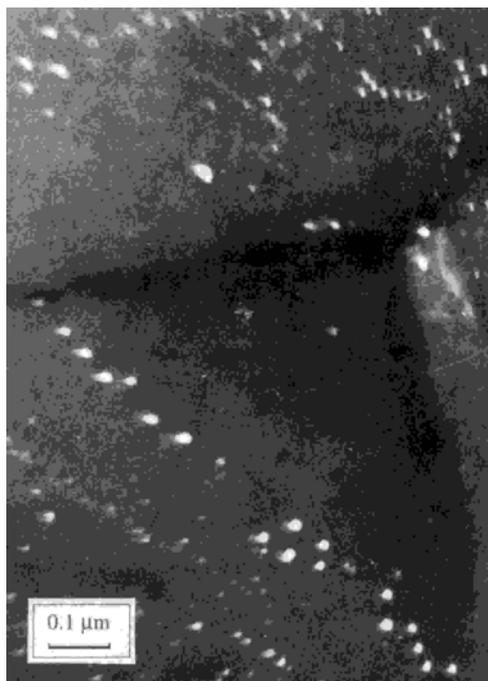


Figura 2.8 - Micrografia em campo escuro de precipitados grandes provenientes de contornos de grão austenítico em contraste com precipitados originados nas discordâncias para aço microligado ao Nb e Ti [7]

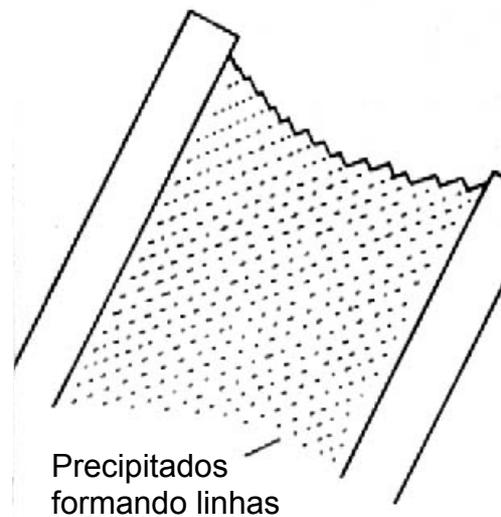
2.2.3. Precipitação durante a transformação (γ - α +ppt)

A interface γ - α é considerada um dos mais efetivos substratos para nucleação heterogênea de precipitados durante a transformação austenita-ferrita. A precipitação de carbonitretos ao longo da interface em movimento conduz a formação de precipitados em linha.

Estudos têm mostrado que os espaçamentos entre as linhas de precipitação na interface tornam-se menores quando a temperatura de transformação é reduzida. E muitos efeitos de endurecimento por precipitação têm sido associado a esse tipo de precipitação em estudos de transformação isotérmica a baixas temperaturas [7]. A figura 2.9 ilustra a precipitação em linha, típica de formação de partículas durante a transformação γ - α .



(a)



(b)

Figura 2.9 - Linhas de precipitados em aço microligado ao Nb. Amostra lâmina fina para MET [7] (a). Figura esquemática da formação dos precipitados com o avanço da interface de transformação [9] (b).

2.2.4. Precipitação na Ferrita

Nos aços microligados, a ferrita é endurecida basicamente pelo refinamento de grão, precipitação e solução sólida. O refinamento de grão é o efeito mais desejado, pois além de aumentar a resistência mecânica do material, também aumenta a tenacidade.

Um significativo efeito de endurecimento por precipitação em aços microligados ao Nb e Ti somente pode ser obtido por uma distribuição uniforme de partículas muito finas, semicoerentes, formadas na ferrita durante o final do resfriamento. Além disso, as partículas formadas na ferrita são tão pequenas que não podem ser identificadas por contraste direto em microscopia eletrônica de transmissão. Entretanto, na ausência de laminação a quente, a precipitação na ferrita tem sido observada quando se faz algum tratamento térmico no material após resfriamento rápido. Nesse caso, as partículas são facilmente visíveis no MET e formam-se preferencialmente nas discordâncias da ferrita [7].

De uma forma geral, de acordo com estudos de Kestenbach [7], os precipitados podem ser reconhecidos pela simples observação das características de distribuição das partículas na subestrutura da austenita deformada ou contornos de grão, ao longo da interface de transformação e nas discordâncias da ferrita. Essas partículas podem, ainda, ser identificadas usando-se a técnica de difração de elétrons utilizando-se relações de orientação cristalográfica com respeito a matriz, previamente conhecidas, como as relações de Kurdjumov-Sachs e Baker-Nutting [7].

2.3. Mecanismos de Endurecimento e Relações Microestrutura-Propriedades

Aços obtidos através de processamentos termomecânicos podem apresentar diversas microestruturas. Estas microestruturas normalmente estão acompanhadas de carbonetos, nitretos e/ou carbonitretos com tamanho, morfologia e distribuições diversas. Tendo em vista que as propriedades mecânicas possuem dependência direta da microestrutura, diversos mecanismos atuarão de modo a influenciar na resistência mecânica e tenacidade do material [10,11].

2.3.1. Relação de Hall-Petch

O limite de escoamento de aços que apresentam microestrutura predominantemente **ferrítica** obedecem a relação de Hall-Petch da seguinte forma

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad \text{Equação 2.1}$$

onde σ_0 é a tensão interna (oposição ao movimento de discordâncias), k_y é a resistência ao movimento das discordâncias devido ao contorno de grão e “d” o tamanho de grão ferrítico. Estes aços possuem orientação cristalográfica randômica e são formados a partir de grãos austeníticos recristalizados. Esta equação normalmente é aplicada a materiais que apresentam patamar de escoamento.

Observa-se que σ_y cresce com a diminuição do tamanho de grão ferrítico, considerando-se constante todos os demais parâmetros da microestrutura. O termo σ_0 é dependente da temperatura, enquanto k_y possui sensibilidade desprezível à temperatura, composição química e taxa de deformação.

O termo σ_0 é considerado um somatório de variáveis relativas aos mecanismos de endurecimento. Sendo assim, a equação 2.1 pode ser escrita como

$$\sigma_y = (\sigma_r + \sigma_{ss} + \sigma_{ppt} + \sigma_{disc}) + k_y d^{-1/2} \quad \text{Equação 2.2}$$

onde σ_r refere-se ao endurecimento próprio da rede, σ_{ss} o endurecimento por solução sólida, σ_{ppt} o endurecimento por precipitação e σ_{disc} o endurecimento por discordâncias. [10,11,12].

Os fatores responsáveis pelo endurecimento por solução sólida (σ_{ss}) segundo Pickering [13] são:

- Diferença de tamanho entre átomos de soluto e solvente;
- Diferença nos módulos de cisalhamento entre soluto e solvente.

Os efeitos mais significativos são produzidos pelos átomos intersticiais (C, N, H e B). A maior contribuição por átomos substitucionais é do P, Si, Cu e Mn. Estes efeitos estão mais claramente apresentados na figura 2.10. O endurecimento está associado a distorções assimétricas e simétricas na rede cristalina.

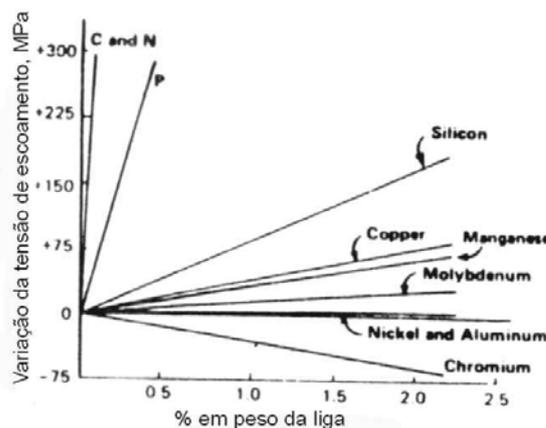


Figura 2.10 - Efeito de diferentes elementos no endurecimento por solução sólida em matriz ferrítica [11].

2.3.2. Endurecimento por precipitação

O endurecimento por precipitação depende de vários aspectos, que vão desde a nucleação de partículas de segunda fase as quais são coerentes com a matriz e assim, produzem um maior efeito no endurecimento, até o crescimento do precipitado acompanhado da perda de coerência com a matriz, reduzindo o efeito de endurecimento. Isto ainda não é tudo, pois o endurecimento dependerá também da fração volumétrica de precipitados, tamanho e forma destes, assim como a distribuição espacial.

O modelo de Ashby-Orowan para precipitados com arranjo de partículas esféricas indeformáveis com espaçamento L propõe que:

$$\sigma_{\text{ppt}} = \frac{2T}{bL}$$

Equação 2.3

onde T é a tensão da linha de discordância e b o vetor de Burgers. A figura 2.11 mostra a interação entre precipitados e discordância, segundo Orowan.

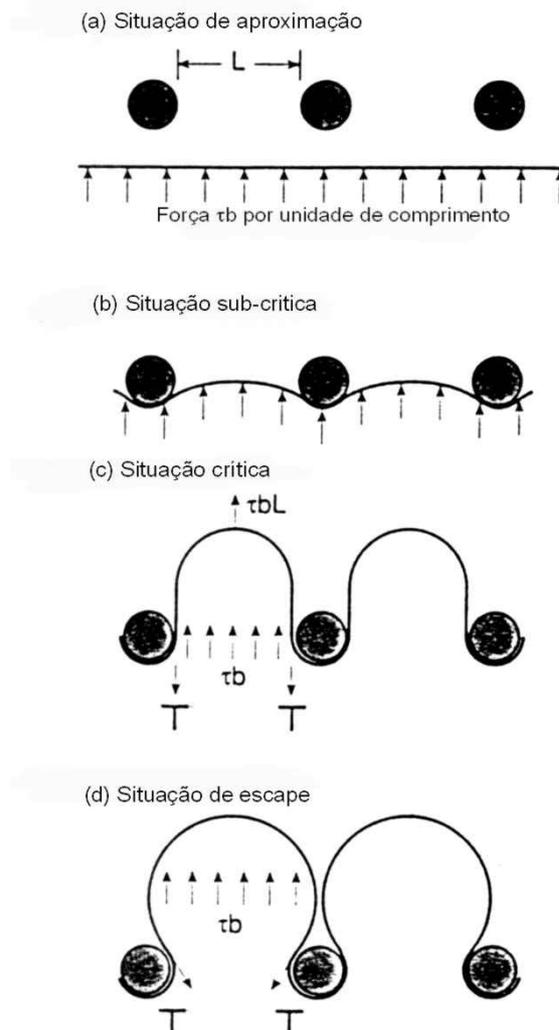


Figura 2.11 – Mecanismo de interação entre discordância e partículas de 2ª fase segundo Orowan [1]

Para matriz ferrítica, considerando-se que a tensão de tração aplicada corresponde a duas vezes a tensão de cisalhamento, Baker [14] propôs uma equação, derivada dos estudos de Gladman [1] utilizando aços microligados ao Nb, baseado no modelo de Ashby-Orowan:

$$\sigma_{\text{ppt}} \left(\frac{\text{N}}{\text{mm}^2} \right) = \frac{0,3Gb\sqrt{f}}{x \ln \frac{x}{2b}}$$

Equação 2.4

sendo f a fração volumétrica de precipitados, assumindo-se a composição estequiométrica, \bar{x} sendo o diâmetro médio dos precipitados. Observa-se que o incremento das tensões devido aos precipitados cresce com o aumento da fração dos precipitados e a redução do seu tamanho (figura 2.6).

Considerações de Deschamps [15] chamam a atenção para o caso de partículas muito finas, na ordem de 10nm, as quais certamente poderão ser cisalhadas. Assim, o modelo de Orowan-Ashby não deve ser usado. Assim, foi estabelecido para o caso onde obstáculos relativamente fortes (arranjos de discordâncias), e obstáculos relativamente fracos (precipitados) estão presentes, uma relação para tensão de escoamento:

$$\sigma_y = \sigma_{base} + (\sigma_{disc}^2 + \sigma_{ppt}^2)^{1/2} \quad \text{Equação 2.5}$$

onde σ_{base} refere-se ao endurecimento por solução sólida e tamanho de grão [15].

2.3.3. Endurecimento por discordâncias

Este efeito está associado a densidade de discordâncias. Marder [8] e Baker [11] propõem a seguinte equação:

$$\sigma_{disc} = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad \text{Equação 2.6}$$

onde α é um fator numérico dependente da estrutura cristalina, G é o módulo de cisalhamento, b o vetor de Burgers e ρ é a densidade de discordâncias.

As discordâncias podem ser introduzidas no material por diferenças na expansão térmica entre partículas e matriz, mudanças de volume que acompanham a precipitação e deformações produzidas por transformações que ocorrem a baixas temperaturas ou simplesmente deformação plástica. O efeito de endurecimento por discordâncias ocorre devido a interação das discordâncias com precipitados ou átomos de soluto, os quais a aprisionam, impedindo o seu movimento. A formação de arranjos de discordâncias também dificultam ou, até mesmo, impede o seu movimento.

2.3.4. Influência da Perlita

Considerando-se um aço com microestrutura **ferrítico-perlítica**, o efeito da perlita nas propriedades de tração é representada através de uma expressão baseada na lei das misturas para os constituintes ferrita e perlita. A resistência

apresenta uma variação não-linear com o conteúdo de perlita no material. O limite de escoamento dado por Gladman [16] fica

$$\sigma_y = f_\alpha^n \sigma_\alpha + (1 - f_\alpha^n) \sigma_{per} \quad \text{Equação 2.7}$$

onde f_α é a fração em volume de ferrita, σ_α e σ_{per} são os limites de escoamento da ferrita e perlita respectivamente. O expoente n refere-se a variação não-linear do limite de escoamento do material com a perlita. Resultados experimentais indicam que o valor de $n=1/3$ resulta em um menor erro residual. A influência da quantidade de perlita no limite de escoamento do material é apresentada de forma esquemática na figura 2.12.

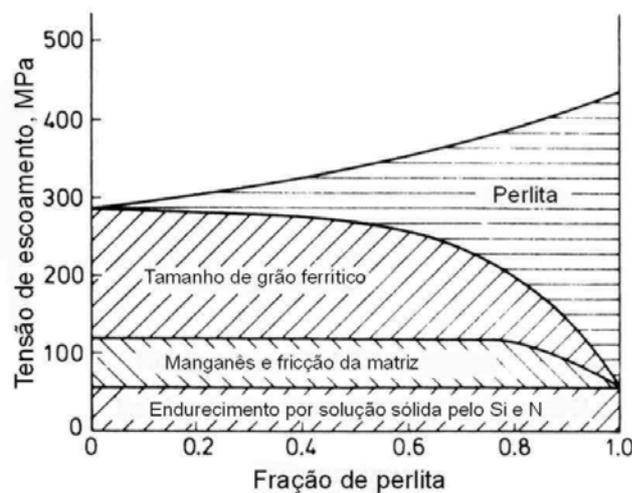


Figura 2.12 - Efeito da fração de perlita no limite de escoamento de aço C-Mn [12].

O termo σ_{per} é relacionado com o espaçamento interlamelar da perlita (S) e dado através de uma equação do tipo Hall-Petch

$$\sigma_{per} = \sigma_i + k_s (S)^{-1/2} \quad \text{Equação 2.8}$$

onde σ_i é a tensão de fricção aparente, k_s uma constante e S é o espaçamento interlamelar da perlita (em mm). É importante ter em mente que o tamanho da colônia de perlita e a espessura da lamela de cementita não apresentam influência significativa sobre o σ_{per} , porém possuem efeito destacado na temperatura de transição dúctil-frágil [10,11].

Na análise de estrutura ferrítica-perlítica com proporção de perlita variando entre 20-100%, obteve-se empiricamente as seguintes equações para limite de escoamento e resistência [10,11,16].

$$\sigma_y (MPa) = f_\alpha^{1/3} [35 + 58(\%Mn) + 17,4(d)^{-1/2}] + (1 - f_\alpha)^{1/3} [178 + 3,8(S)^{-1/2}] \quad \text{Equação 2.9}$$

onde f_α é a fração volumétrica da ferrita, d o diâmetro do grão (em mm), S representa o espaçamento interlamelar da perlita (em mm). Para o limite de resistência [10] tem-se

$$\sigma_R (MPa) = f_\alpha^{1/3} [246 + 18,2(d)^{-1/2}] + (1 - f_\alpha)^{1/3} [720 + 3,5(S)^{-1/2}] \quad \text{Equação 2.10}$$

2.3.5. Influência da Bainita

Conforme as condições de processamento termomecânico e composição química (adição B e Mo) do material, aços de baixo carbono com laminação controlada podem apresentar *Bainita* em sua microestrutura. Aços com microestrutura **ferrita + bainita** normalmente não apresentam patamar de escoamento definido, portanto, considera-se o limite de escoamento convencional para deformação de 0,2% ($\sigma_{0,2}$).

Considerando-se a similaridade dos coeficientes de $(d)^{-1/2}$ encontrados para estrutura bainítica e as estruturas de ferrita poligonal, são propostas equações baseadas nas estruturas de ferrita poligonal. Ainda são incluídas as parcelas referentes ao endurecimento por precipitação (σ_{ppt}), discordâncias (σ_{disc}) e solução sólida [10].

$$\sigma_y (MPa) = 88 + 37(\%Mn) + 83(\%Si) + 2900(\%N_f) + 15,1(d_L)^{-1/2} + \sigma_{ppt} + \sigma_{disc} \quad \text{Equação 2.11}$$

onde σ_{ppt} e σ_{disc} estão descritos nas equações 2.4 e 2.6.

Verifica-se com frequência que a bainita superior possui uma temperatura de transição maior que a bainita inferior. Isto se deve a maior facilidade em iniciar trinca por clivagem nos grandes carbeto inter-ripas na bainita superior e inabilidade dos contornos de baixo ângulo em impedir a propagação de trincas. A presença de finos carbeto no interior das ripas da bainita inferior dificulta a propagação de trinca por clivagem.

2.4. Processamento Termomecânico em forjamento

2.4.1. Laminação controlada

O processo de laminação controlada procura condicionar a estrutura da austenita para influenciar na ferrita em transformação subsequente, visando a

obtenção de uma microestrutura final refinada. Este tipo de controle microestrutural busca promover refinamento de grão austenítico, retardo da recristalização da austenita e precipitação de carbonitretos durante o processamento. Na laminação a quente de aços microligados, a evolução microestrutural pode ser dividida em três estágios, conforme demonstra a figura 2.13.

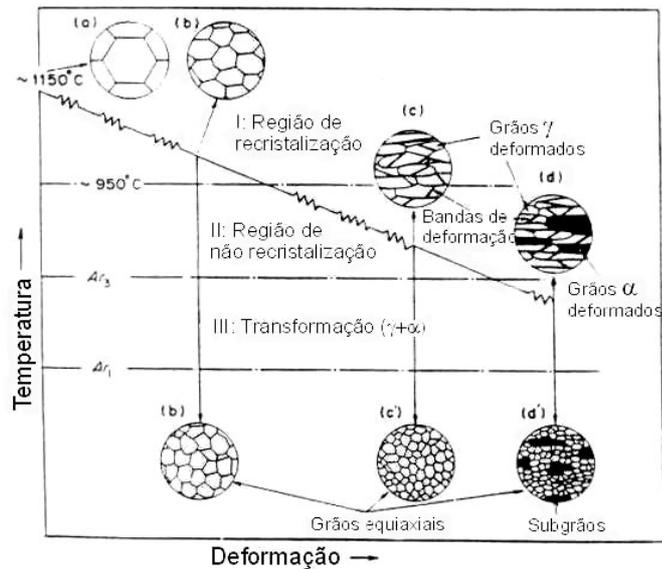


Figura 2.13 - Diagrama dos estágios do processo de laminação controlada com a respectiva variação microestrutural [10].

No estágio I, tem-se deformação a alta temperatura (acima de 1000°C) seguida por rápida recristalização da austenita após cada passe. Como a temperatura é elevada, o grão tende a crescer e minimizar o efeito de refino. Porém a presença de uma segunda fase finamente dispersa pode controlar esse crescimento excessivo.

A temperaturas de laminação inferiores, a completa recristalização e mínimo crescimento de grão austenítico podem levar ao refino de grão, crescimento descontínuo após a recristalização ou recristalização parcial [2].

Ainda no campo austenítico, porém a temperaturas entre A_{r3} e a temperatura de recristalização (estágio II), a recristalização da austenita é retardada. Aqui, subseqüentes passes são cumulativos no sentido que os grãos austeníticos se tornam cada vez mais alongados anteriormente a transformação.

Chegando ao estágio III, a laminação será em temperaturas abaixo de A_{r3} , ou seja, deformação da mistura austenita-ferrita. A ferrita torna-se endurecida por deformação e pode desenvolver uma subestrutura de discordâncias bem como a textura. Essas mudanças resultam em alta resistência mecânica, porém baixa

resistência ao impacto [2]. O processamento termomecânico de aços microligados pode produzir uma série de morfologias da austenita. E isso irá influenciar significativamente na transformação subsequente. A temperatura na qual essas transformações ocorrem variam com a composição do aço, principalmente com o percentual de elemento microligante.

Sucessivos passes tendem a produzir refinamento de grão, porém parecem atingir um limite depois de repetidos estágios de recristalização. Para se obter um maior refinamento de grão, a recristalização deve ser evitada. Assim, o *retardo da recristalização* se torna um fator chave no processamento de aços microligados. Estudos mostram que o processo de recristalização pode ser atrasado significativamente pela adição de Nb em determinados teores, como mostra a figura 2.14. Verifica-se que um percentual de 0.01% produz um aumento significativo no tempo necessário para que ocorra a recristalização da austenita em uma faixa de concentração de 0.02 a 0.03%. Isto não acontece para outras faixas de concentração de nióbio [2,17]. Sendo assim, para que 100% da austenita tenha recristalizado a teores acima de 0.03% Nb, teremos um maior intervalo de tempo para que seja acumulada deformação na austenita (maior número de pontos de nucleação de novos grãos) e um menor tempo para que o novo grão cresça.

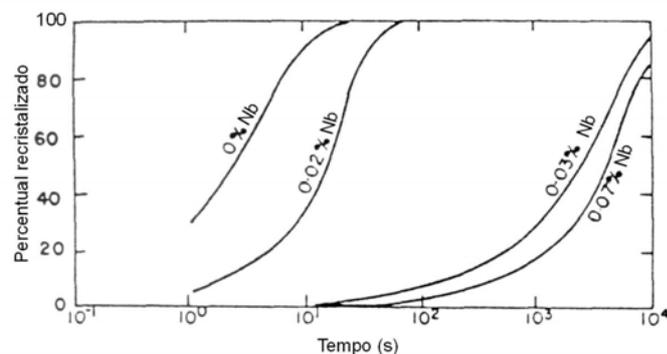


Figura 2.14 - Cinética de recristalização da austenita a 950°C para diferentes percentuais de Nb em solução [2].

2.4.2. Características desejadas em aços forjados

As características essenciais que se espera de aços para essas aplicações são:

- Limite de escoamento na região de 350 a 415MPa
- Boa soldabilidade
- Alta resistência a decoesão lamelar
- Alta tenacidade na Zona afetada pelo calor, ZAC

- Boa tenacidade a fratura nas temperaturas de operação
- Alta resistência a fadiga
- Alta resistência ao desgaste
- Boa formabilidade
- Manter a ductilidade

2.4.3. Analogia do processo de forjamento

A grande produção de forjados se faz necessária devido a exigências principalmente da indústria automobilística e componentes para meios de transporte pesados, nos quais são classicamente utilizados aços liga temperados e revenidos. Em vários países, principalmente da Europa, essa produção tem sido substituída pela utilização de aços microligados, os quais são forjados e em seguida resfriados de forma controlada. Esse processo elimina as etapas de beneficiamento, endireitamento e ciclos de alívio de tensões.

A finalidade do uso aços microligados em forjamento é obter um ganho de propriedades mecânicas do aço conformado a quente eliminando simultaneamente um posterior tratamento térmico.

Eliminação do tratamento térmico reduz o consumo de energia e tempo de processamento. Essa é a grande estratégia que os metalurgistas desenvolveram para obtenção de propriedades similares a de aços forjados e beneficiados, sem necessidade de subsequente tratamento térmico [4].

O forjamento a quente é produzido a partir de barras que são usualmente aquecidas por indução até 1260°C e então forjados a temperaturas em torno de 1120°C. Nessas temperaturas é comum a ocorrência de crescimento de grão e coalescimento de precipitados, acompanhados pelo efeito da massa da peça. Tentar forjar a temperaturas mais baixas para otimizar as propriedades do material como forjado é uma opção, porém pode resultar em decréscimo da eficiência do equipamento e desgaste da matriz.

A taxa de resfriamento poderá refletir na microestrutura, no tamanho e disposição dos precipitados. No forjamento de microligados normalmente tem-se resfriamento em container (lento), esteira (moderado) e ar forçado.

A figura 2.15 relaciona os processos de forjamento seguindo a rota convencional e a rota de forjamento controlado.

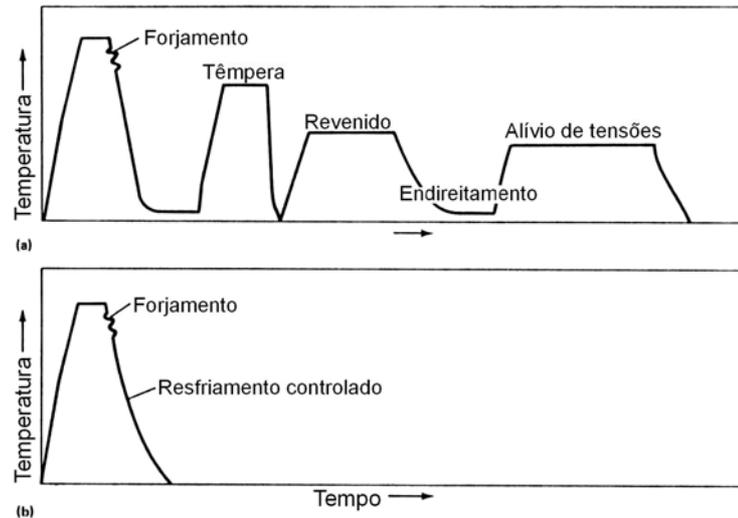


Figura 2.15 – Diagrama esquemático do processamento termomecânico para ciclo convencional (a) e para forjamento controlado (b).

O processo convencional ainda pode ser reduzido pela têmpera a partir da temperatura de trabalho a quente. Mesmo assim, o processo com aço microligado consegue eliminar um número maior estágios de tratamento térmico, tornando-se um processo mais econômico [18].

As propriedades obtidas pelo processo de forjamento em aços microligados demonstram o grande potencial da microestrutura encontrada. Normalmente a microestrutura é ferrita contendo fases geradas pelo direto resfriamento como perlita e algumas vezes bainita, como substituto da martensita temperada.

2.5. MICRO-CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA

2.5.1. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Na análise de materiais, tanto em Engenharia como na área biológica, tornou-se necessário o uso de maiores aumentos e maior resolução. O máximo aumento de microscópios óticos está em torno de 1200x, e a principal limitação é o comprimento de onda da luz visível.

Um maior avanço em termos de ampliação de imagem foi alcançado pelo desenvolvimento do microscópio eletrônico. O microscópio eletrônico difere do ótico basicamente pela utilização de um feixe de elétrons interagindo com a amostra. O feixe de elétrons está associado a um comprimento de onda 100.000x menor que o comprimento de onda da luz visível, o qual aumenta o poder de resolução várias ordens de grandeza, particularmente para os microscópios com configuração de transmissão.

O princípio de funcionamento de um microscópio eletrônico de transmissão é semelhante ao microscópio ótico, apesar da diferente aparência. Esse aspecto se faz necessário devido aos equipamentos para gerar e manter o feixe de elétrons, dentre outros componentes e acessórios. Todo o sistema deve estar em alto vácuo ($\approx 10^{-5}$ Pa) para que o feixe de elétrons seja gerado e incida na matéria sem interferência do meio.

Fundamentos da técnica

A formação da imagem em Microscopia Eletrônica de Transmissão está relacionada ao tipo de interação sofrida pelo feixe eletrônico ao atravessar o material e sua espessura. As interações com uma amostra de interesse para microscopia de transmissão mais convencional são: o elétron é transmitido sem interagir com qualquer átomo; o elétron choca-se com o núcleo e é espalhado elasticamente (sem perda de energia) ou o elétron é espalhado inelasticamente (com perda de energia), gerando raios-x ou transferindo energia para elétrons secundários. Os fenômenos que ocorrem normalmente em amostras para MET são demonstrados na figura 2.16.

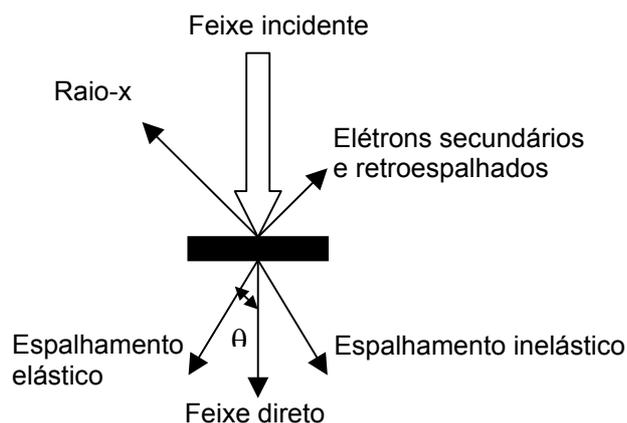


Figura 2.16 - Espalhamento de elétrons devido a interação do feixe eletrônico com uma amostra folha fina metálica (100nm).

A intensidade com que cada espalhamento ocorrerá dependerá do tipo de amostra: composição, espessura, cristalinidade e orientação cristalina [19].

O MET é constituído basicamente de uma fonte de elétrons que são orientados e acelerados por alta diferença de potencial ao longo de uma coluna composta de lentes eletromagnéticas e aberturas que definem o caminho, intensidade e tamanho, ou seja, controlam o feixe de elétrons antes e após este interagir com a amostra. Após atravessar a imagem o feixe irá interagir com outros conjuntos de lentes e finalmente irá gerar a imagem ou difração em uma tela com cristais ativados ou então, registrar a imagem em um filme fotográfico situado logo abaixo da tela. Acoplado ao sistema existem ainda detectores de elétrons secundários e raio-x. O sistema todo funciona em alto vácuo. A aceleração do feixe pode ir de 80Kv a 1,5MKv, porém é tipicamente utilizada para materiais inorgânicos na faixa de 200Kv a 400Kv.

As lentes eletromagnéticas dispostas na coluna do MET são bobinas controladas por intensidade de corrente. Estas bobinas geram um campo magnético que tem a função de defletir o feixe eletrônico com a variação da intensidade de corrente. As lentes são divididas conjuntos com diferentes funções: 1) sistema condensador: colimação da iluminação na amostra; 2) lentes objetivas: formação da primeira imagem focada da amostra; 3) lentes intermediárias: sua configuração definirá que imagem será levada as lentes projetoras, se a imagem do espaço direto ou figura de difração; 4) lentes projetoras: amplificam a imagem até seu tamanho final [20]. Fazem parte desses conjuntos algumas aberturas situadas entre as lentes, as quais possuem diferentes objetivos. A abertura da condensadora tem função de controlar a quantidade de elétrons que incidirá sobre a amostra, ou seja a intensidade da

iluminação e também selecionar a porção central do feixe gerado, onde o mesmo é mais paralelo. A interação do feixe com a amostra produz elétrons espalhados e não espalhados, que devem ser separados para que se obtenha contraste entre regiões de espessuras, estruturas ou fases diferentes. Logo, utiliza-se uma abertura que bloqueia a passagem de um destes tipos de feixes, chamada abertura da objetiva. A abertura de área selecionada, ou abertura de difração (SAD), tem a função de separar uma área específica da imagem para ser analisada no modo difração [20,21].

Conforme a configuração de lentes obtém-se uma imagem da amostra no espaço direto (modo imagem) ou no espaço recíproco (modo difração). A figura 2.17 mostra o diagrama de um MET, com suas partes principais nos modos de operação (a) imagem e (b) difração.

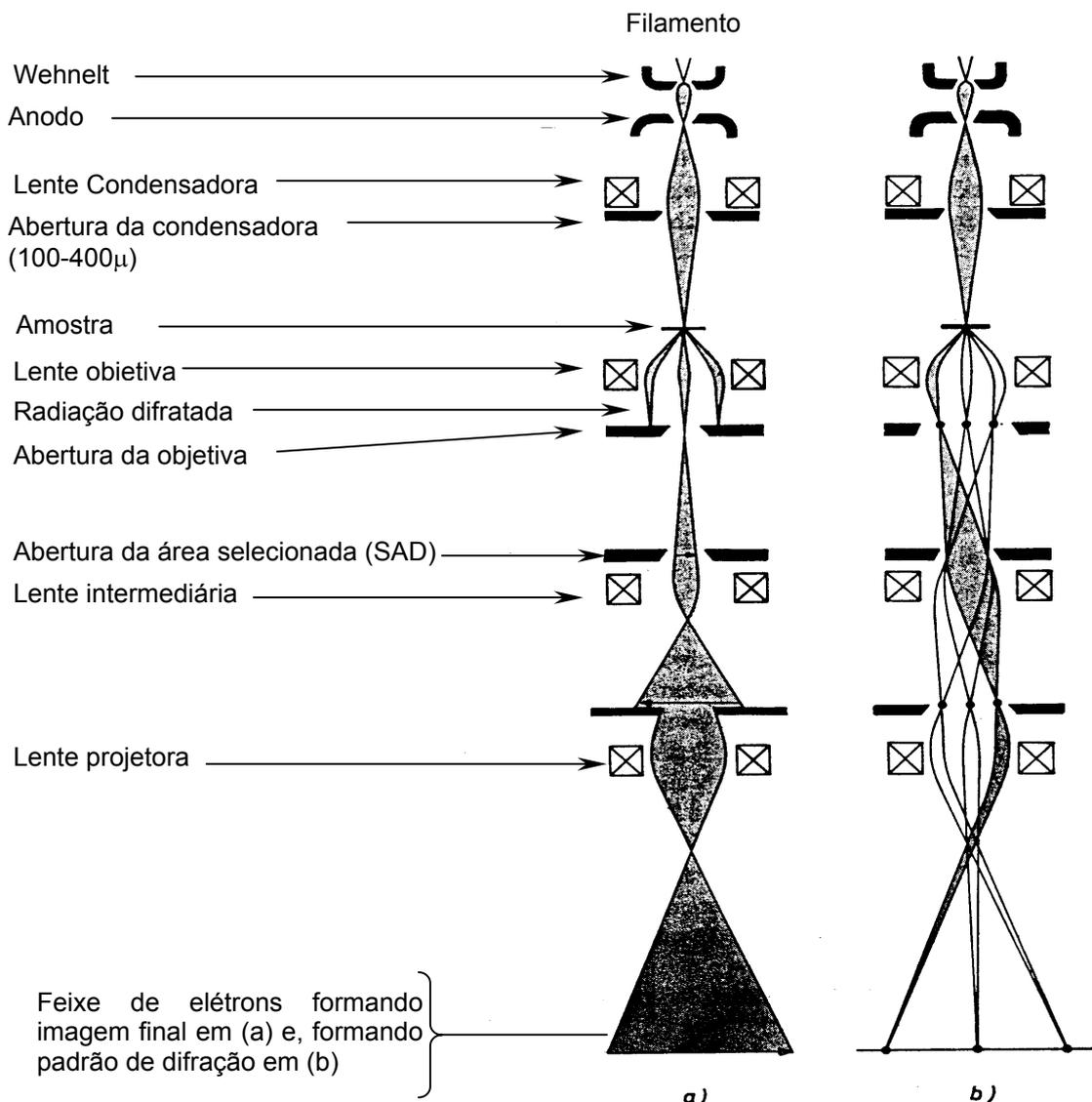


Figura 2.17 - Diagrama do MET no modos de operação (a) imagem e (b) difração [21].

O porta amostra do MET é inserido aproximadamente no meio da coluna, passando por dois estágios de bombeamento até atingir o vácuo da coluna. O porta amostra possui 2 O-rings que garantem o isolamento durante o pré-vácuo e, posteriormente, o vácuo final. Normalmente utiliza-se N_2 líquido para facilitar a obtenção do vácuo [20]. A figura 2.18 ilustra um modelo de porta amostra, local de fixação da amostra e a região que atingirá o vácuo da coluna.

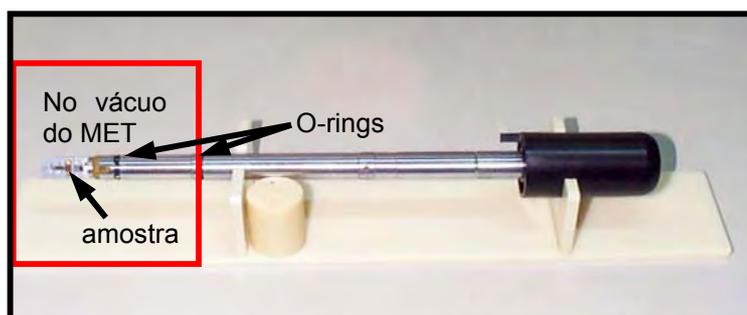


Figura 2.18 – Porta amostra “double tilt” de um MET, modelo 2010, Jeol.

As imagens mostradas neste trabalho foram obtidas em *campo claro* e *campo escuro*. Para a técnica de campo claro se permite passar somente o feixe transmitido direto. Para isso a abertura da objetiva é colocada de forma a não deixar passar os feixes difratados. Para observação de precipitados o método normalmente utilizado é o de *campo escuro* (“*dark-field imaging*”), onde a imagem é produzida com um ou mais feixes difratados, selecionados com a abertura da objetiva. Como qualquer equipamento, o MET tem limitações no seu desempenho devido a diversos fatores, inclusive defeitos nas lentes. Portanto deve-se levar em consideração uma possível imprecisão em análises quantitativas, devendo-se realizar os procedimentos necessários de manutenção e calibração do equipamento [20].

Canhão de Emissão Termoiônica

A emissão termoiônica é realizada por uma fonte de elétrons (Gun). Esta fonte normalmente é composta de um filamento de tungstênio ou LaB_6 que, quando aquecido por uma corrente elétrica, emite um feixe de elétrons. Este feixe é acelerado a partir do filamento até um ânodo por uma tensão que varia em função do equipamento utilizado (neste trabalho 200kV), percorrendo a coluna do microscópio, estando esta em alto vácuo.

Com o aquecimento do material (filamento $\approx 2700\text{K}$) pode-se dar energia suficiente para que os elétrons rompam a barreira natural, libertando-se do filamento. Essa barreira é chamada *função trabalho* (Φ) e tem um valor de poucos elétron volts.

A Lei de Richardson descreve fisicamente o fenômeno da emissão termoiônica. A lei relaciona a densidade de corrente do filamento, J , com a temperatura de operação, $T(\text{K})$.

$$J = AT^2 e^{-\Phi/KT} \quad \text{Equação 2.12}$$

Onde K é a constante de Boltzmann ($8,6 \times 10^{-5} \text{eV/K}$) e A é a constante de Richardson ($\text{A/m}^2\text{K}^2$), e seu valor depende do material do filamento [20]. Analisando a equação 2.12 verifica-se que é preciso aquecer o filamento a uma temperatura T tal que uma energia maior do que Φ seja fornecida aos elétrons. Sendo assim, os elétrons irão se desprender do filamento, ficando disponíveis para a formação do feixe.

Tanto filamentos de tungstênio como LaB_6 são usados como cátodo em um “*triode gun*”, o qual é representado na figura 2.19. Adicionado ao cátodo, há um grid chamado cilindro de Wehnelt e um ânodo aterrado com um furo no centro. O cátodo é ligado ao tanque de alta tensão por meio de um cabo de alta tensão.

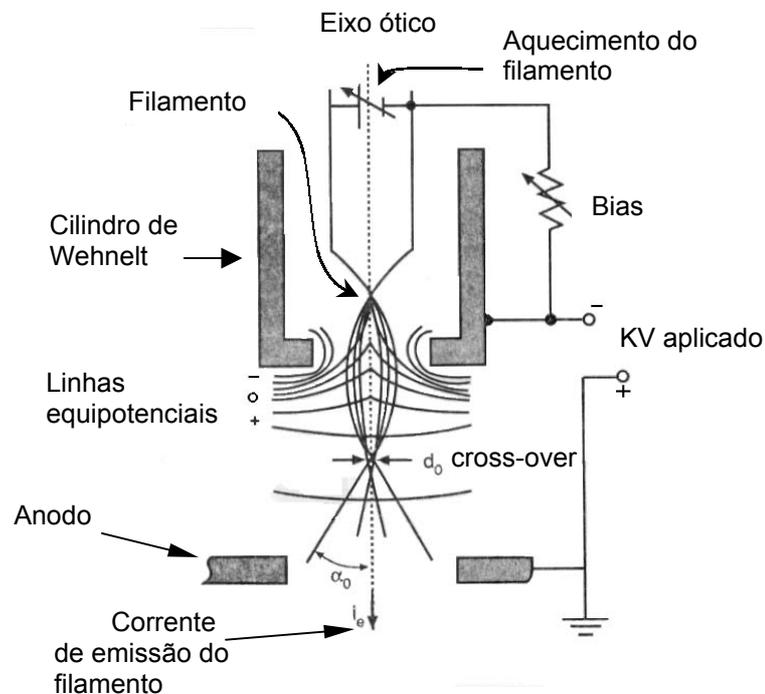


Figura 2.19 – Diagrama esquemático de um canhão de elétrons termoiônico [20].

Como a corrente do filamento aumenta com a aplicação da alta voltagem, a temperatura do filamento aumenta até que ocorra a emissão termiônica.

Quando os elétrons deixam o cátodo, eles têm o potencial negativo de trabalho do microscópio (KV) em relação ao ânodo. Eles são então acelerados através dessa diferença de potencial, adquirindo uma energia proporcional a voltagem de trabalho (KeV) e uma velocidade superior a metade da velocidade da luz. Para se obter um feixe de elétrons controlável através do furo do ânodo e na própria coluna do microscópio, é aplicada uma pequena bias negativa no cilindro de Wehnelt. Este atua como uma simples lente eletrostática, a primeira do microscópio [20,22].

2.5.2. Difração de elétrons em MET

A difração de elétrons é muito usada em microscopia eletrônica, principalmente devido ao maior ganho de informações. Alguns resultados que podem ser obtidos com a técnica são: identificação de fases e sua orientação em relação a matriz, planos preferenciais dos precipitados, planos de escorregamento em materiais, descrições cristalográficas de defeitos cristalinos produzidos por deformação, irradiação, etc.

Os elétrons têm características de partículas e também possuem propriedades de onda, o qual é de suma importância para a resolução do equipamento (MET), ou seja, quanto menor o comprimento de onda, maior o poder de resolução. O comprimento de onda de um elétron está relacionado com sua velocidade v pela relação de Broglie

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad \text{Equação 2.13}$$

onde λ é o comprimento de onda do elétron, m é a sua massa e h é a constante de Planck ($6,63 \times 10^{-28} \mu\text{J}\cdot\text{s}$). Ou seja, o aumento da velocidade produz uma diminuição do comprimento de onda.

Elétrons acelerados por uma diferença de potencial V volts tem uma energia cinética de $\frac{1}{2}mv^2$. Se o elétron é acelerado a uma voltagem V_c , o relativo comprimento de onda é

$$\lambda = \frac{h}{\{2mV_c e(1 + eV_c / 2mc^2)\}^{1/2}} \quad \text{Equação 2.14}$$

sendo “e” a carga do elétron e “c” a velocidade da luz. A tabela 2.1 estabelece alguns valores de comprimento de onda para microscópios eletrônicos de diferentes voltagens.

Tabela 2.1 - Valores de λ para alguns valores de voltagens usadas em MET [15]

KV	40	60	80	100	200	500	1000
$\lambda \text{Å}$	0,0602	0,0487	0,0418	0,0370	0,0251	0,0142	0,0087

Uma forma mais simples de imaginar o fenômeno da difração é através da Lei de Bragg. Esta relaciona o pequeno valor de comprimento de onda obtido em um MET, com o ângulo em que os elétrons são difratados pelos planos cristalinos, os quais estão dispostos a uma determinada distância. Assim, durante a difração de elétrons, feixes difratados fortemente surgem porque ondas de elétrons estão em fase em direções particulares do cristal. Um feixe de elétrons somente será fortemente difratado a partir de planos (hkl) de átomos, os quais estão quase paralelos ao feixe de elétrons incidente.

A figura 2.20 descreve a difração em um cristal em termos da Lei de Bragg, para uma amostra lâmina fina (1000 a 3000Å) de MET.

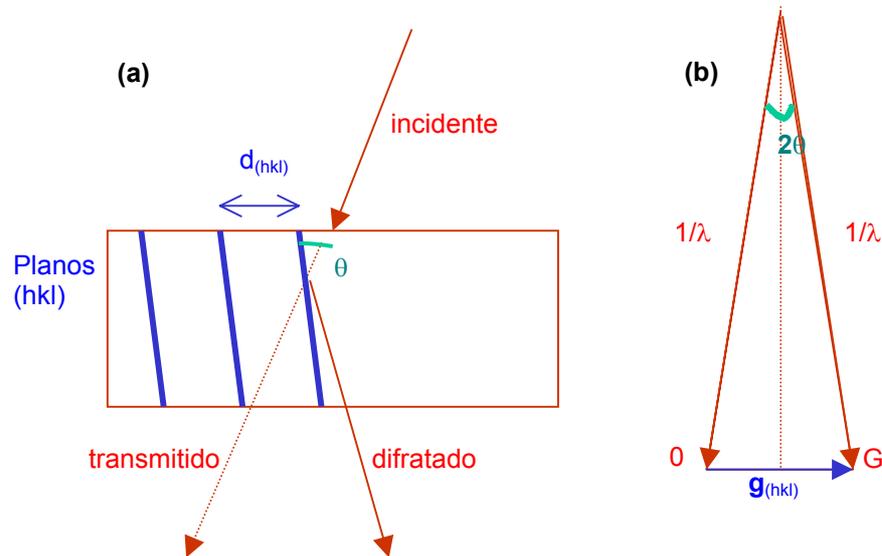


Figura 2.20 – Reflexão no ângulo de Bragg a partir de planos cristalinos; Relação entre feixe incidente, transmitido e difratado (a). Diagrama vetorial descrevendo o processo de espalhamento (b) [23].

A Lei de Bragg é descrita pela equação 2.15, onde $n\lambda$ é um número inteiro de comprimentos de onda, θ é o ângulo de difração, e $d_{(hkl)}$ corresponde ao espaçamento interplanar [24].

$$2d_{(hkl)}\sin\theta = n\lambda \quad \text{Equação 2.15}$$

Em difração de elétrons é convencional considerar somente a primeira ordem da difração ($n = 1$) e para trabalhar com ordem maior usa-se os correspondentes índices de Miller. Assim, a lei de Bragg fica

$$2d_{(hkl)}\sin\theta = \lambda \quad \text{Equação 2.16}$$

Em função do baixo comprimento de onda utilizado em microscopia eletrônica de transmissão pode-se ainda simplificar a equação considerando $\sin\theta = \theta$ (baixo ângulo), assim:

$$2d_{(hkl)}\theta = \lambda \quad \text{Equação 2.17}$$

Para ângulos de difração muito pequenos teremos

$$\frac{r}{L} = 2\theta \quad \text{Equação 2.18}$$

onde "L" é a distância da amostra até a tela de observação e "r" é a distância do ponto formado pelo feixe difratado em relação ao ponto formado pelo feixe transmitido. Combinando as equações 2.17 e 2.18 tem-se

$$rd_{(hkl)} = L\lambda \quad \text{Equação 2.19}$$

Sendo $L\lambda$ o comprimento de câmera, ou seja, o fator de escala da figura de difração.

Figura de Difração

A rede recíproca consiste em um método muito útil para descrever o fenômeno decorrente da difração em um monocristal. Ela é definida como uma distribuição tridimensional de pontos, cada um correspondendo a um plano particular (hkl) a uma distância "g".

$$|g| = \frac{1}{d_{(hkl)}} \quad \text{Equação 2.20}$$

Para um feixe incidente em uma determinada direção, o número de feixes difratados ocorrendo no padrão de difração e os planos cristalinos responsáveis podem entendidos pela construção da esfera de Ewald juntamente a rede recíproca. Pode se dizer que um padrão de difração é formado quando a esfera de Ewald corta um ponto da rede recíproca especificando os índices do plano de reflexão, o ângulo de Bragg e a direção do feixe difratado [19,23,24]. Isto pode ser entendido melhor

reproduzindo-se o diagrama vetorial da figura 2.20b, o qual descreve a lei de Bragg e define a direção do feixe difratado no espaço recíproco.

Como o feixe difratado e transmitido possuem mesma magnitude, a construção na figura 2.21, representa uma pequena parte do raio da esfera de Ewald de valor $\frac{1}{\lambda}$ no espaço recíproco.

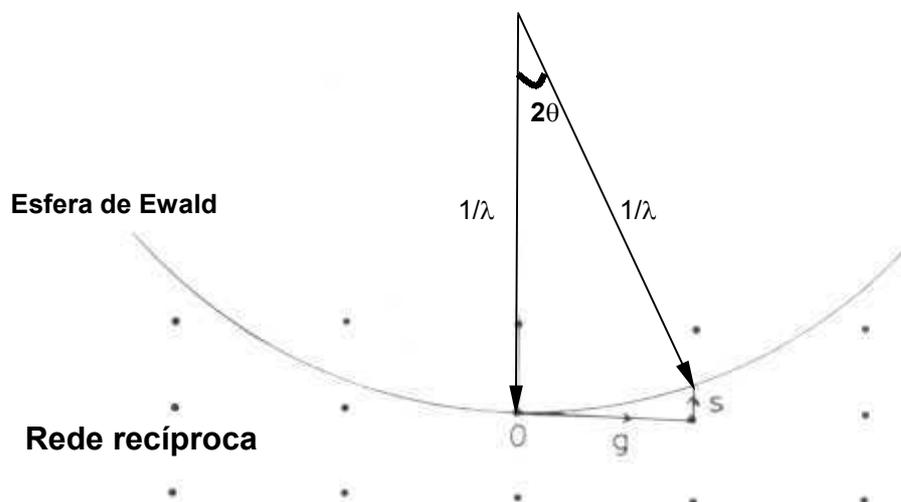


Figura 2.21 –Construção da esfera de Ewald sobre a rede recíproca. O padrão de difração será formado pelos pontos encontrados na parte interna a intersecção da esfera na rede tridimensional. [25]

A difração em MET é normalmente realizada em um cristal individual da amostra. Porém algumas vezes se faz necessário a utilização da difração em vários cristais simultaneamente, como artifício para obtenção de resultados que não podem ser atingidos com a técnica em monocristal.

Os padrões de difração produzidos em MET podem ser de diferentes tipos, conforme o material e região da amostra analisada. Os três tipos normalmente encontrados são: Padrão de anéis, padrão de pontos e padrão de linhas de Kikuchi.

Os padrões de pontos e de Kikuchi algumas vezes ocorrem no mesmo padrão de difração. Porém, padrões de pontos e Kikuchi bem definidos são encontrados em regiões específicas da amostra.

Normalmente utiliza-se *padrões de anéis* para identificação de fases por extração de réplica ou para visualizar a presença de partículas de segunda fase em vários grãos de um policristal [19]. O *padrão de pontos (Spot)* é produzido na forma apresentada na figura 2.22a, para um monocristal. É o padrão mais utilizado em técnica de difração. Estes padrões correspondem a imagens magnificadas de seções planares através da rede recíproca com a formação de uma distribuição de

pontos. Cada ponto formado corresponde a um plano particular (hkl). Através destes padrões pode-se obter informações de: Planos e direções cristalinas, precipitados, maclas, agulhas de martensita e relação de orientação entre fases. Detalhes da fina estrutura do padrão podem ser usados para identificar defeitos estruturais como falhas de empilhamento, efeitos de deformação elástica, domínios magnéticos, etc [24]. As situações que produzem estes padrões podem ser demonstradas geometricamente na figura 2.22.

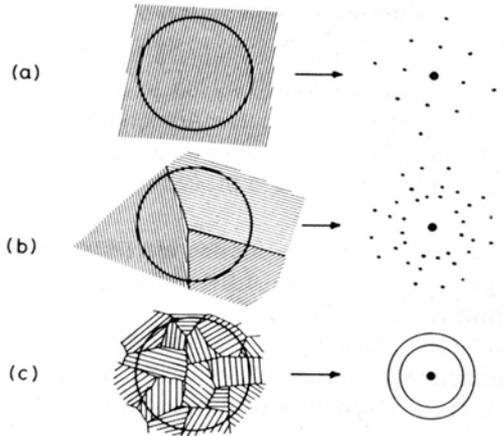


Figura 2.22 – Alguns tipos de padrões de difração. Padrão de pontos em um monocristal (a); pequeno número de grãos (b); vários grãos orientados aleatoriamente (c) [25].

Os padrões de Kikuchi ocorrem quando uma abertura SAD (Selected Area Diffraction) é direcionada a um monocristal de uma amostra razoavelmente fina com baixa densidade de defeitos. O padrão é composto de pares de linhas paralelas (luminosas e escuras). Estes padrões não são descritos com maiores detalhes neste texto, porém pode ser visto com maior profundidade em [19,24].

2.5.3. Espectrometria de Raio-X (XEDS-MET)

Quando elétrons ionizam um átomo, a energia emitida na forma de raio-x (figura 3.1) é única do átomo ionizado. Uma forma de auxiliar na determinação da natureza da amostra em análise, assim como elementos presentes é a inserção de um detector (material semiconductor) que absorva esses espectros. Esses espectros são processados eletronicamente e posteriormente são identificados picos característicos por um analisador multi-canal (display MCA), conforme a figura 3.8 [20].

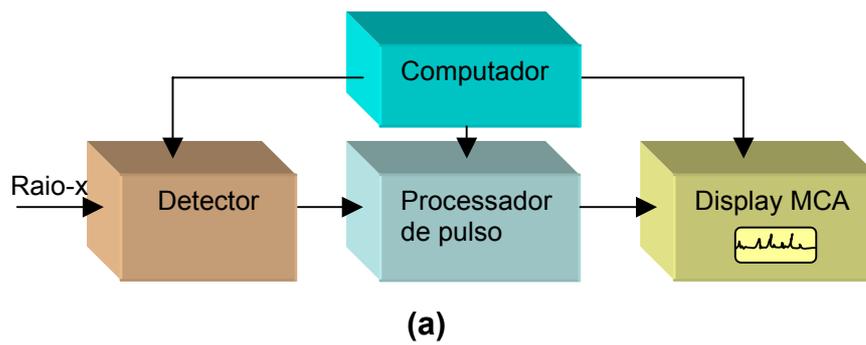


Figura 2.23 – Esquema de funcionamento do sistema EDS (a) [20]; O sistema acoplado a um MET JEOL de alta resolução (b) [20].

O detector gera uma carga pulsante proporcional a energia raio-x absorvida. O pulso é primeiramente convertido em voltagem. O sinal é amplificado através de um transistor de efeito de campo e, então, identificado eletronicamente como resultante de um raio-x específico. Finalmente, o sinal digitalizado é armazenado em um canal, o qual é posteriormente encaminhado ao display MCA. O EDS é simples de usar e produz informações práticas e rápidas.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material em análise

O material estudado neste trabalho é um aço microligado comercial SAE 1141 ao Nb, o qual tem a composição química avaliada em espectrômetro de emissão óptica como descrito na tabela 4.1.

Tabela 3.1 – Composição química do aço microligado SAE 1141 ao Nb

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Nb	N	Ti	Fe
0.416	0.167	1.55	0.021	0.107	0.15	0.033	0.097	0.174	0.027	0.01	0.001	97.21

O material é laminado a quente a uma temperatura inicial entre 1020-1050°C, a temperatura nos passes intermediários é de 980-1000°C e nos passes acabadores varia de 950-970°C. Após o processamento, a temperatura de entrada no leito de barras fica em torno de 800°C.

Este aço com bitola 50mm apresenta resistência a tração de aproximadamente 700 MPa e é utilizado pela indústria automobilística para confecção de garfos forjados. Estas peças são soldadas a um eixo em uma das extremidades e possui uma cruzeta acoplada a outra extremidade, formando um sistema transmissor de força (torque). Sendo assim, este material é exposto a solicitações onde se exige uma boa combinação de tenacidade e resistência mecânica.

3.2. Simulação do processo de forjamento

Neste trabalho um processo de simulação física é utilizado como uma aproximação das condições reais de forjamento na indústria.

Foi utilizado para os ensaios o equipamento modelo GLEEBLE 3500, com tecnologia HYDRAWEDGE. Este é capaz de controlar individualmente a deformação e a taxa de deformação impostas ao corpo de prova. O equipamento é projetado e produzido pela Dynamic Systems Inc. e destina-se a testes termo-mecânicos em materiais e para simulação física de processos. A figura 3.1 ilustra de forma esquemática o ensaio realizado na Gleeble 3500, assim como ilustrar a simulação

em andamento. Dois punções de carbeto de tungstênio aplicam a carga no centro de um corpo de prova (CP) envolvido por lâminas de tântalo e monitorado por termopares. As lâminas têm a finalidade de minimizar o atrito entre punção e amostra, atuando com lubrificante. Ao mesmo tempo em que a deformação é aplicada, células de carga e sensores de deslocamento registram os valores da tensão e da deformação impostas ao corpo de prova. O termopar registra a temperatura do CP, o qual é aquecido mediante a passagem de corrente através dos punções. Posteriormente a amostra pode ser resfriada através de um spray de água, promovendo uma têmpera ao material.

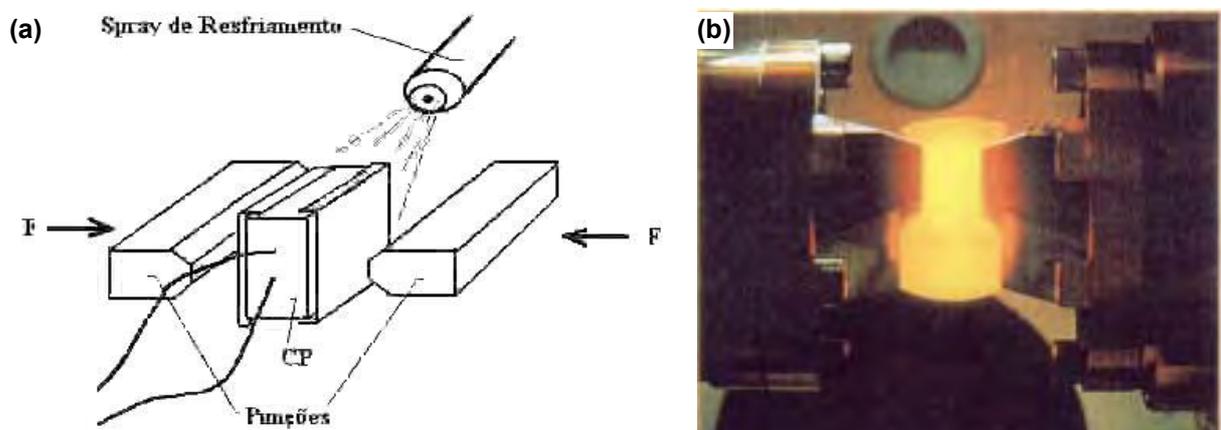


Figura 3.1– Esquema da simulação física do processo de forjamento realizado na Gleeble 3500 em (a). Foto obtida durante o processo de simulação física (b).

Foram confeccionados corpos de prova e identificados de acordo com o tratamento aplicado. Os CP's são extraídos de uma barra laminada nos sentidos descritos no esquema da figura 3.2. Conforme demonstrado na figura 3.1, o CP para esse tipo de ensaio é um paralelepípedo com as dimensões e mostradas na figura 3.2.

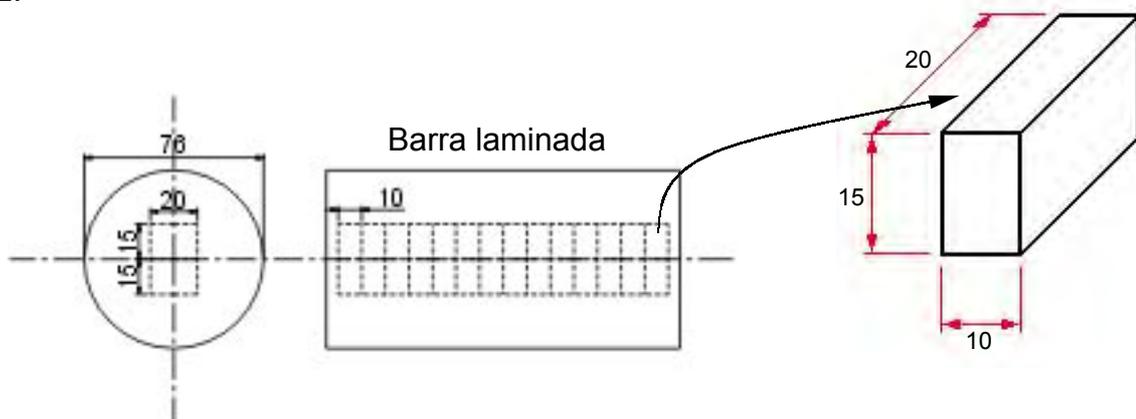


Figura 3.2– Representação do CP para ensaio na Gleeble com dimensões em mm e região de onde foram extraídos na barra laminada.

Realizaram-se ensaios a diferentes temperaturas, variando-se também o percentual de deformação e taxa de resfriamento, conforme apresentado no diagrama da figura 3.3.

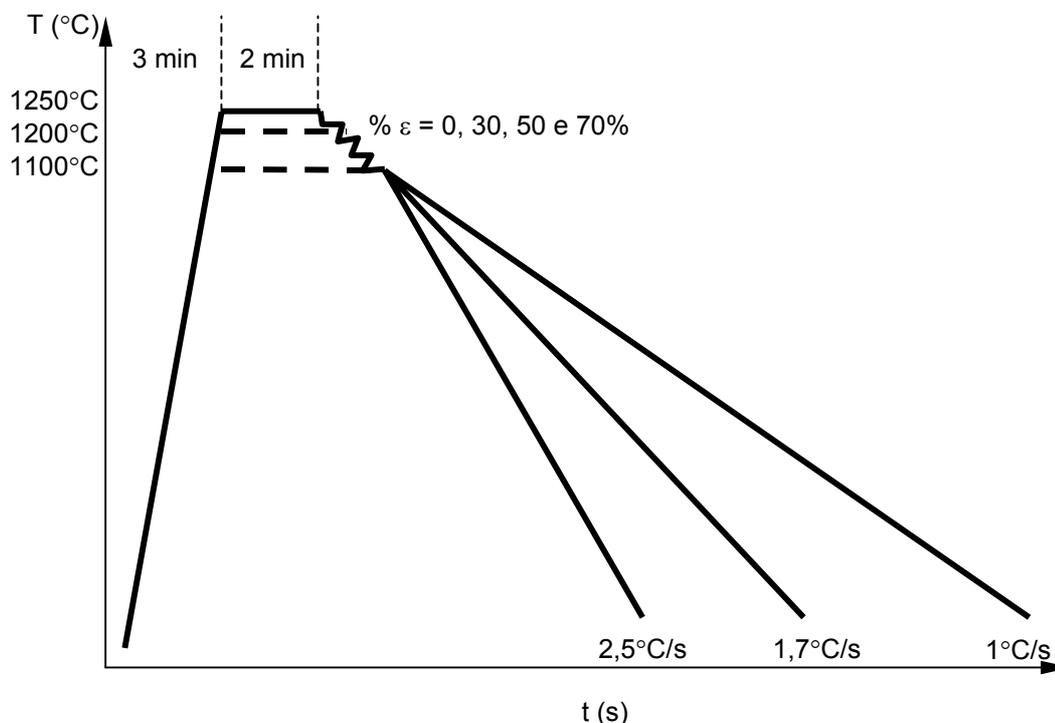


Figura 3.3– Diagrama esquemático dos ciclos termomecânicos realizado na Geeble 3500 para simulação do processo de forjamento.

Como o interesse é simular o forjamento, a condição da máquina que mais se aproxima do processo é a técnica de simulação com deformação plana e baixa velocidade. O ciclo termomecânico utilizado consiste no aquecimento do CP até a temperatura de forjamento (3min), deformação e resfriamento controlado.

Resultaram da simulação do processo de forjamento um total de 66 amostras com diferentes parâmetros de ensaio.

Estudos apontam que ao se deformar o corpo de prova na GLEEBLE 3500, obtém-se um valor máximo de deformação no centro da amostra e um valor desprezível na superfície, próximo às regiões de contato com os punções da máquina. Esta heterogeneidade na deformação deve ser levada em consideração para que se possa realmente atingir na amostra os valores de deformação determinados no equipamento.

Caracterização Microestrutural

3.3. Dureza

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers em Microdurômetro BUEHLER com carga de 200g nas amostras que sofreram simulação termomecânica em diversos pontos, podendo-se assim obter uma faixa de dureza. O esquema representado na figura 4.4 demonstra o local do CP onde foram feitas as medições.

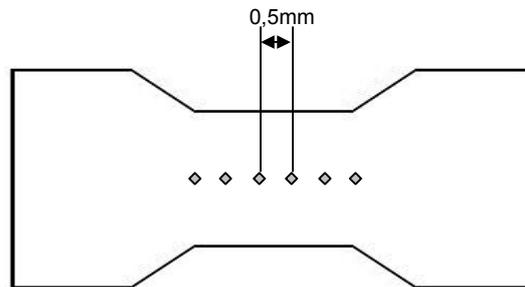


Figura 3.4– Região do CP onde foram realizados os ensaios de dureza e microdureza. Os pontos representam o local onde foram feitas as penetrações em um CP deformado.

3.4. Microscopia Ótica e MEV

Para tanto, são realizadas análises metalográficas com CP's preparados segundo procedimento de preparação padronizado, atacado com reagente Nital 5% e analisados em microscópio ótico Olympus modelo BX60M. Da mesma forma, porém com ataque pouco mais intenso, as amostras foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura em Microscópio marca Zeiss modelo 940A. As amostras para microscopia são cortadas do CP simulado na seção representada na figura 4.5.

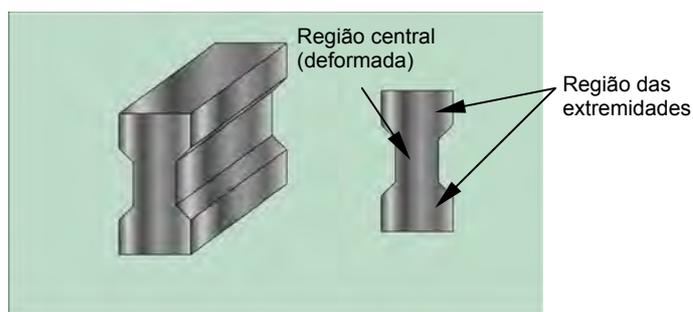


Figura 3.5 – Esquema do corte realizado no CP simulado para análise microestrutural (Ex: CP com 50% de deformação).

Macrografias revelando as linhas de fluxo de forjamento são realizadas através da imersão da superfície previamente lixada em solução de ácido pícrico + cloreto férrico. Essa avaliação permite determinar a distribuição das deformações ao longo da peça ou CP. Posteriormente é feita a determinação do tamanho de grão austenítico e o mesmo é relacionado com os diferentes percentuais de deformação das amostras. O ataque para revelação do TG é feito com a seguinte solução: 200ml de água destilada + 4g de ácido pícrico + 4g de cloreto férrico (FeCl₃).

3.5. Microscopia Eletrônica de Transmissão

Uma maior ênfase do trabalho é dada para as análises por Microscopia Eletrônica de Transmissão. Essa técnica é utilizada com a finalidade de investigar detalhadamente os componentes microestruturais e avaliar os fenômenos de precipitação de nano-partículas de carbonitreto. São analisadas amostras do material bruto de laminação e do material simulado termomecanicamente. As amostras simuladas foram classificadas para análise em MET, em função dos resultados de dureza (média) e dos parâmetros de ensaio na Gleeble.

Porém, nas análises por MET, em virtude da dificuldade na confecção das amostras, e por elas serem em grande número, é feita uma seleção prévia das amostras em função dos resultados do ensaio de dureza e variáveis mais significativas de processamento objetivando prever os resultados das demais. A tabela 3.2 demonstra as amostras escolhidas como sendo representativas para se obter boas informações em termos de variação das propriedades e microestrutura. E assim, que pudessem representar uma tendência de comportamento microestrutural para as demais amostras simuladas. Estas amostras são codificadas conforme as variáveis de simulação termomecânica utilizadas (esquema abaixo):

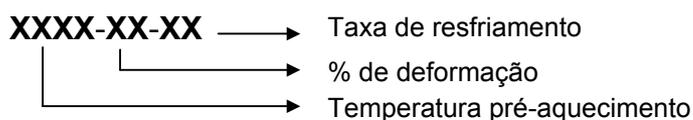


Tabela 3.2– Relação das amostras analisadas em microscópio eletrônico de transmissão:

Amostra	Temperatura (°C)	Deformação (%)	Taxa de resfriamento (°C/s)	Tipo de amostra
1100-00-01	1100	0	1	LF + R
1100-30-01	1100	30	1	LF + R
1250-0-01	1250	0	1	LF + R
1250-30-01	1250	30	1	LF + R
1100-70-01	1100	70	1	R
1100-30-2,5	1100	30	2,5	R

LF – Lâmina Fina

R – Réplica

Estas amostras (tabela 3.2) foram preparadas por lâmina fina para que fossem feitas análises com maior eficiência, visando obter informações mais detalhadas do comportamento microestrutural do material. Algumas amostras foram analisadas por extração de réplica, para se obter informações principalmente relacionadas ao comportamento dos precipitados. A preparação das amostras para MET é detalhada no próximo item.

A partir dos CP's deformados, são extraídos discos da região central para preparação da amostra para MET, conforme ilustra a figura 3.6.

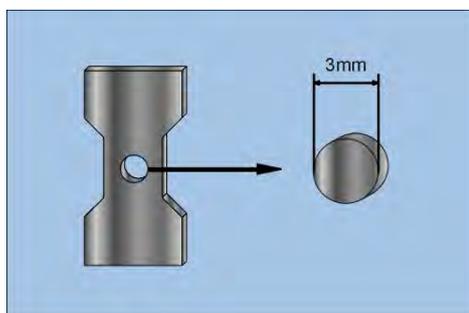


Figura 3.6– Região de extração da amostra para MET em cp deformado, para confecção de lâminas finas.

3.5.1.Preparação de amostras para MET

Quando se preparam amostras para MET deve-se ter em mente que esta irá interagir com um feixe de elétrons, que só conseguirá atravessá-la se esta possuir espessura adequada. Essa espessura é tratada aqui como transparência ou área fina, pois a amostra deve possuir uma região transparente aos elétrons para que seja analisada. Mas transparência não significa que os elétrons apenas irão

atravessar o material. Para que a informação possa ser interpretada, estes elétrons devem interagir com poucos átomos. Assim amostras finas o suficiente devem ter regiões com espessura em torno de 100nm, independentemente da técnica de preparação utilizada.

Existem diversas técnicas de preparação de amostras para MET. A escolha da técnica a ser utilizada depende do tipo de material e do que se deseja observar. No caso particular da análise de nano-precipitados em amostras magnéticas (aço microligado), deve-se buscar técnicas que produzam uma grande área fina, sem inserir danos que possam vir a confundir a análise. Além disso, é muito importante minimizar ao máximo a massa da amostra para que não haja problemas de desvio do feixe durante a análise.

Técnicas utilizadas

A preparação das amostras para análise via MET tiveram início com o corte de pequenas chapas com espessura inferior a 1mm. Para esta etapa usou-se um equipamento para cortes mais precisos (Iso-met) com disco de corte diamantado. Posteriormente, para a produção de lâminas finas, são cortados discos de 3mm de diâmetro em uma máquina de eletroerosão com eletrodo tubular de Cu, previamente confeccionado. Estes discos são, então, fixados em um suporte com ajuste micrométrico (Disc Grinder) e afinados até uma espessura de aproximadamente $t = 100\mu\text{m}$ em uma politriz comum com lixas que variam de 220-1000 em granulometria. O acabamento em lixa 1000 é feito em ambos os lados do disco. Da mesma forma é feito polimento com pasta de diamante.

Métodos de afinamento:

Uma vez obtidas amostras na condição ideal (discos com $\varnothing=3\text{mm}$ e $t=100\mu\text{m}$) o afinamento para observações por MET foi realizado empregando-se dois métodos.

Dimple Grinder

Consta de um equipamento comercial onde a amostra é colada em uma base cilíndrica e fixada no “*dimple*”, centrando-se o disco em relação a uma ferramenta de cobre. Acoplado ao braço da ferramenta está um micrômetro, o qual servirá para controlar o avanço da ferramenta. A base com a amostra e a ferramenta irão girar e,

utilizando-se pasta de diamante de 6μ , a ferramenta irá criar uma calota esférica na amostra. Posteriormente, continua-se o afinamento utilizando ferramenta com feltro e pastas de 3μ e 1μ até que a espessura no ponto central da calota chegue a $20\mu\text{m}$. É feito então um polimento para eliminação dos riscos provenientes de granulometrias maiores, utilizando-se pasta de diamante de $0,5$ e $1/4\mu$. O equipamento utilizado no trabalho é ilustrado na figura 3.7.



Figura 3.7- Equipamento para preparação de amostras para MET “Dimple Grinder” modelo 656 marca Gatan.

Na seqüência, a amostra é levada até o “Ion Milling” (figura 3.10), onde é realizada a ultima etapa de preparação da amostra antes da introdução no MET para análise. Esta etapa é discutida nos próximos itens.

Tripod Polisher

Trata-se de um método mecânico onde se pode reduzir significativamente a espessura e o tamanho das amostras. Partindo-se de um disco de $\text{Ø}=3\text{mm}$ e $t=100\mu\text{m}$ pode-se chegar numa amostra com áreas até 80% menores e com espessuras inferiores a $10\mu\text{m}$. Diferentemente da técnica anterior, a qual a amostra é somente afinada no centro, o “*tripod*” pode produzir um afinamento plano em toda a amostra. Isto significa que a massa de material fica bastante reduzida. Esta é uma grande vantagem para a observação de materiais magnéticos, pois tem-se uma menor massa total para interagir com o feixe eletrônico no MET.

O “*tripod*” consiste basicamente de um suporte, sustentado por três pés com micrômetros, e uma base central de acrílico onde a amostra é colada. Ajustando a altura de cada pé se garante que a base central e os pés fiquem no mesmo plano. Desta forma a amostra pode ser polida em uma politriz com lixas adequadas. O uso do “*tripod*” permite a obtenção de amostras com regiões finas bastante extensas se comparadas a outras técnicas. A figura 3.8 apresenta uma visão geral do “*tripod*”

polisher”. As setas anotadas com o número 1 indicam os micrometros para ajuste da altura no tripod e a de numero 2 indica a região de posicionamento da amostra.

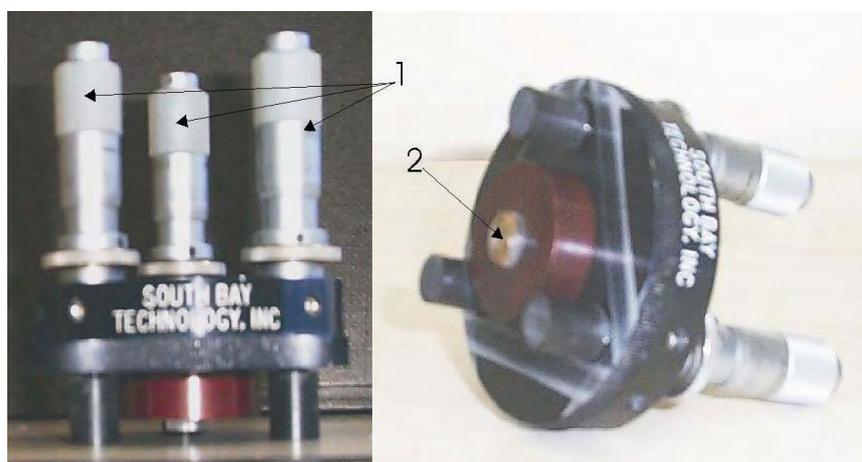


Figura 3.8– Visão geral do “Tripod Polisher™”, modelo 590 da “South Bay Technology Inc”. 1- ajuste micrométrico individual e 2- suporte para polimento plano.

O disco pré-afinado é colado na base de acrílico do “*tripod*” utilizando uma cera de baixo ponto de fusão (MWH135 da South Bay Technology Inc.), de forma que não se formem bolhas de ar. É feito então o polimento do primeiro lado da amostra. São utilizadas lixas de diamante (plain back) de granulometria de 6, 3, 1 e 1/2 μ m fixadas a uma politriz de baixa velocidade e alto torque (modelo 910 da South Bay Technology Inc.). Em geral são utilizadas velocidades menores do que 15 rpm.

Somente troca-se de lixa quando a amostra apresentar apenas as ranhuras produzidas pela própria lixa em uso. Após o polimento com a última lixa (1/2 μ m) se completar, a amostra é levada, ainda no *tripod*, para uma politriz comum, onde é feito o polimento mecânico final com pasta de diamante de 1/4 μ m sobre um disco de feltro.

Feito isto a amostra já possui um lado plano polido. A seguir a amostra é removida da base (mergulhando-a em acetona) e colada novamente para que seja preparado o outro lado. Nesta segunda etapa repete-se o procedimento da primeira, porém tomando cuidado para que a amostra fique o mais fina possível, ou seja, o polimento com as lixas de maior granulometria é mais intenso. A amostra estará fina o suficiente quando estiver com aproximadamente a metade de seu tamanho (em forma de meia lua, Fig. 3.9) e suas bordas estiverem se desmanchando. Assim, a

amostra é colada com cianocrilato em um disco de cobre ($\varnothing=3\text{mm}$) para dar sustentação e facilitar o manuseio, conforme mostra a figura 3.9.

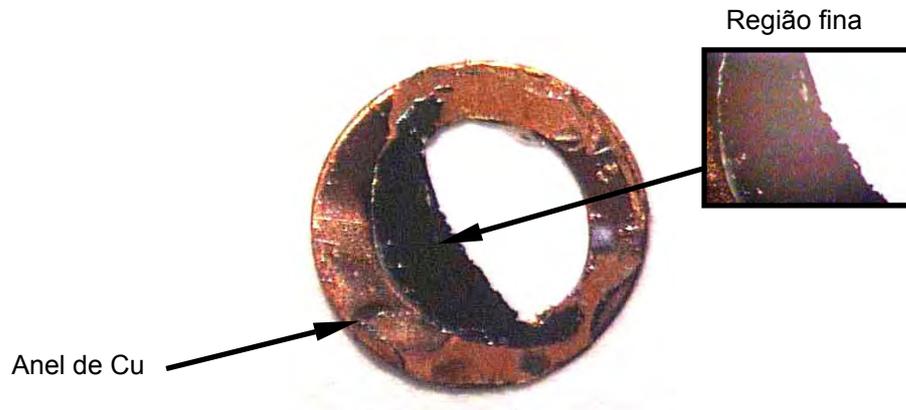


Figura 3.9– Estado final de amostra preparada por Tripod Polisher. Detalhe da região analisada no MET e anel de Cu.

Por ser um método mecânico, pode-se introduzir discordâncias na amostra. Esta técnica possui também um alto custo tanto de equipamentos como de material de consumo.

Ion Milling

O afinamento e acabamento final são feitos por desbaste iônico no “Ion Milling”. A finalidade deste processo é produzir uma região transparente ao feixe eletrônico para observação no MET. Sendo assim, a técnica de “*ion milling*” consiste em bombardear a amostra, já bastante fina ($\sim 100\text{nm}$), com íons de forma a erodir parte do material superficial, afinando ainda mais a amostra. O equipamento e um diagrama simplificado de funcionamento é mostrado na figura 3.10. A amostra pode ser bombardeada pelos dois lados, e o ângulo de incidência dos feixes de íons é variável. Para manter maior homogeneidade o porta-amostra fica girando em torno de seu eixo com a velocidade desejada.

As variáveis que podem ser ajustadas neste procedimento são o tipo de íon, sua energia, o tempo, o ângulo de incidência e velocidade de rotação da amostra.

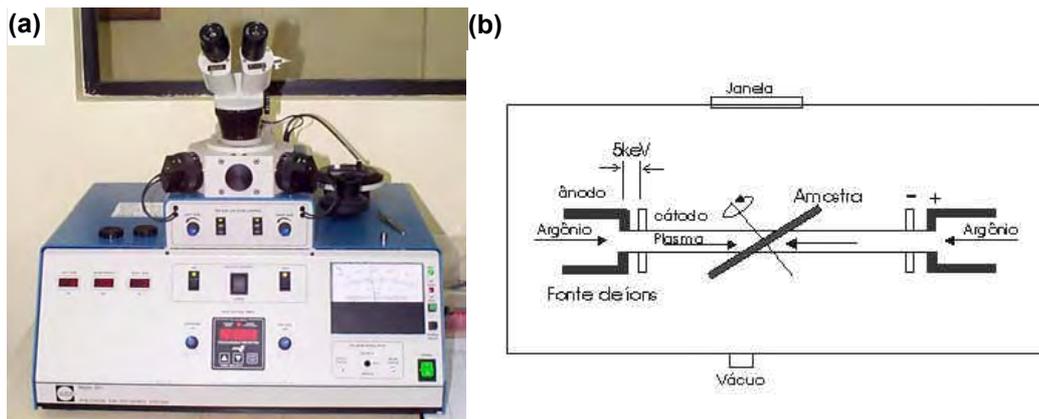


Figura 3.10–Equipamento sistema PIPSTM, modelo 691 fabricado pela Gatan Inc. (b). Diagrama simplificado do sistema de desbaste iônico (a) [20].

Em amostra afinada no dimple, se realiza o desbaste iônico por dois canhões direcionados para o centro da amostra. A finalidade deste processo é produzir um furo no centro da amostra. A região para análise é a borda do furo, ou seja, o local de menor espessura. Neste caso foram utilizados íons de argônio bombardeando a amostra por cima e por baixo, com ângulo de incidência de 6° , energia de 5keV e corrente de 20mA. O tempo depende da condição que foi conseguida com o polimento mecânico, porém, para os parâmetros anteriormente citados calcula-se uma média de 5h. Durante o bombardeamento um feixe de luz é direcionado para o centro da amostra. Assim que um furo é aberto, a luz irá atravessar o furo e atingir um sensor que cessará o bombardeamento. Logo, a amostra estará pronta para ser levada ao microscópio.

No caso de amostras afinadas no “tripod”, utiliza-se os mesmos parâmetros de trabalho, porém com objetivo afinar uma borda da amostra que está muito próxima da espessura para análise em MET, e não, furá-la como é o caso de amostras preparadas em “dimple”. Logo, o tempo de permanência no no “íon milling” será bem menor. O controle do acabamento da amostra é feito pela aparência das bordas, que algumas vezes parecem um “rendado” bastante fino quando observada pela lupa do aparelho.

Extração de Réplica

Réplica é um dos mais antigos métodos de preparação de amostra para MET. Usa-se a réplica para estudar superfícies de fratura ou superfícies topográficas em

geral. No presente caso, a técnica é utilizada com o intuito de extrair as partículas de carbonitreto presentes no material.

A preparação da amostra se dá pela evaporação de carbono e deposição em uma superfície previamente preparada com um polimento e ataque químico ou mesmo uma superfície de fratura. É realizada evaporação de carbono formando-se um filme que irá aderir a superfície da amostra, a qual está com suas partículas expostas devido ao ataque. A superfície recoberta é então cortada em forma de grade com o uso de um estilete. Em seguida, coloca-se a amostra imersa em meio ácido por alguns minutos. O ataque fará com que o filme de carbono se desprenda da superfície na forma de pequenas lâminas quadradas. Para aços baixa liga pode-se utilizar Nital 5% por aproximadamente 20min, caso não seja suficiente para o desprendimento do filme, acelera-se o processo com corrosão eletrolítica. Seqüência esta, ilustrada na figura 3.11.

Juntamente ao filme, virão fixadas as partículas (precipitados, inclusões, ou até mesmo pedaços da matriz) exteriorizadas devido a fratura ou um ataque prévio ao recobrimento.

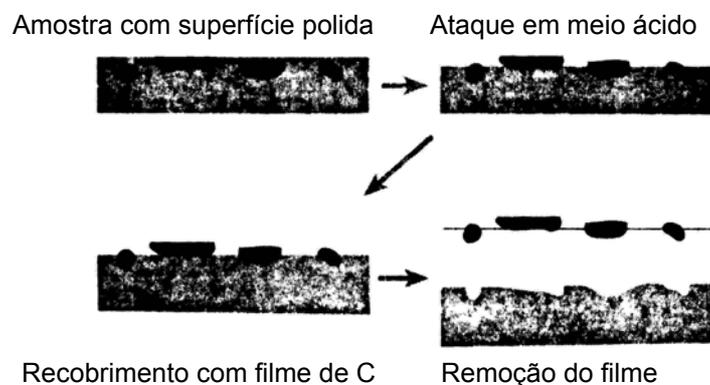


Figura 3.11– Seqüência para remoção das partículas precipitadas através da remoção do filme de carbono [20].

Ao se desprender da superfície, o filme é então capturado por um grid com dimensões padrões para o porta amostras do microscópio. Alguns tipos de grids normalmente utilizados como suporte de amostras para MET são demonstrados na figura 3.12. As telas utilizadas neste trabalho são confeccionadas em Cu e possuem 100 e 200 “mesh”.

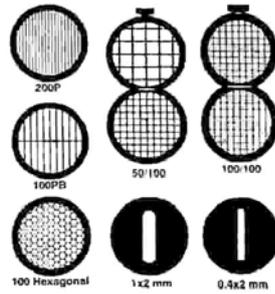


Figura 3.12 – Diferentes tipos de telas (grids) utilizadas como suporte para réplicas e outras amostras [20].

Normalmente utiliza-se réplica pela maior rapidez e facilidade para produzir amostras. Isto se deve a possibilidade de extrair precipitados num filme de carbono de espessura conveniente e controlável. Outras vantagens são a de se poder difratar e fazer EDS das fases extraídas sem a influência da matriz. As informações normalmente obtidas por MET consistem no tipo de precipitados, sua geometria e tamanho. Outra grande vantagem deste método é decorrente do fato de que a amostra a ser observada por MET não apresenta domínios magnéticos que perturbam o trabalho no microscópio.

Geralmente são extraídas apenas as partículas de maior tamanho e em pequena quantidade. As informações sobre a relação com a matriz, distribuição e a fração volumétrica de precipitados presentes no material se tornam bastante limitadas.

A abordagem do trabalho pode ser compreendida de forma melhor, analisando-se o esquema representado no diagrama de blocos da figura 3.13.

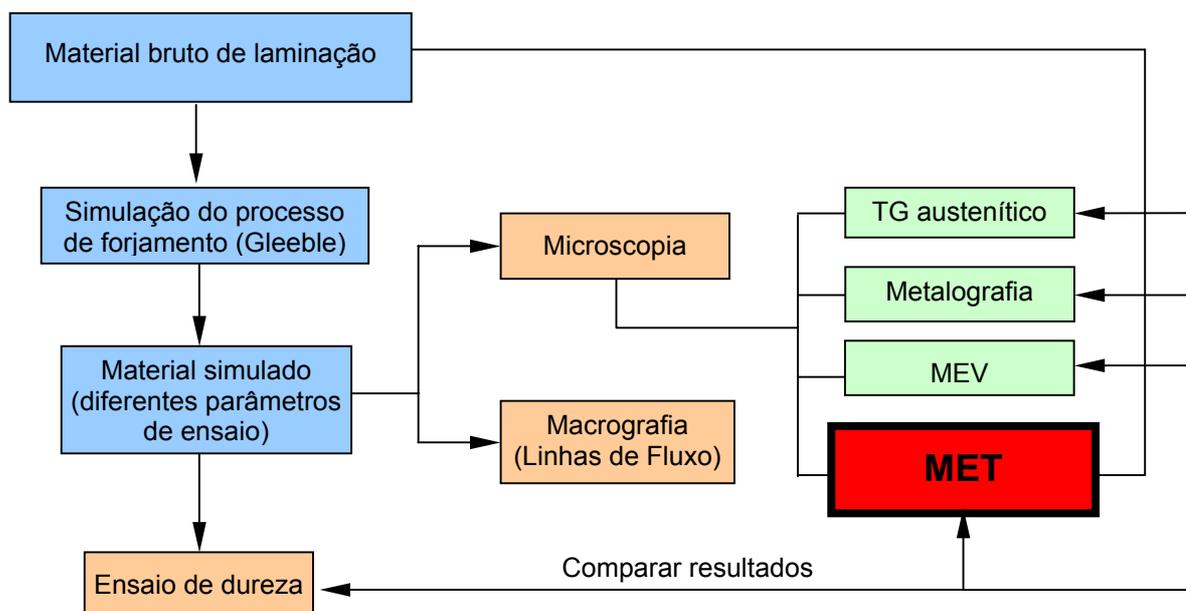


Figura 3.13– Fluxograma ilustrativo da metodologia utilizada na abordagem experimental do trabalho.

4. RESULTADOS

4.1. Linhas de Fluxo

As linhas de fluxo são reveladas para os CP's deformados a 30, 50 e 70%. A figura 4.1 representa as linhas de deformação para o CP deformado 70%. É possível perceber uma mesma tendência das linhas ao longo do CP, para os diferentes graus de deformação, porém uma maior deformação da região central. O efeito do atrito produzido pelos punções entre as paredes do CP e placas de tântalo resulta em uma região pouco deformada, indicada por B, e assim, transfere grande parte do escoamento para a região central (A).

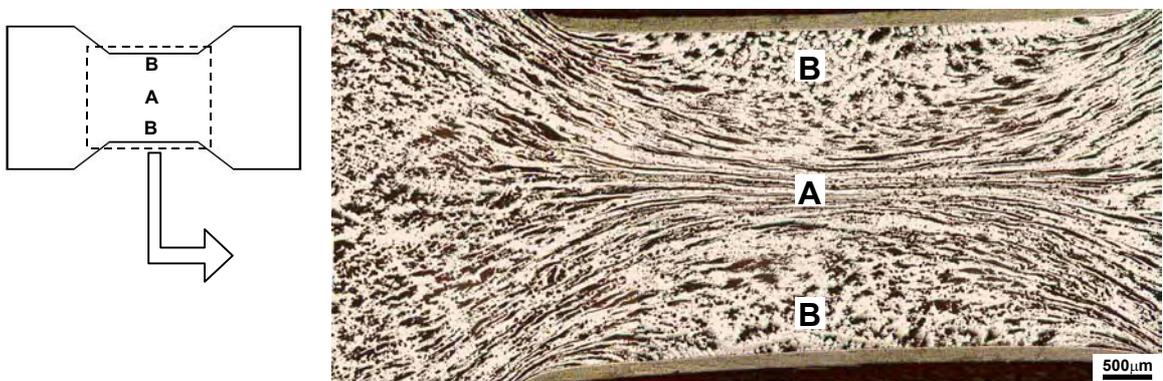


Figura 4.1 – Linhas de fluxo caracterizando as regiões mais deformadas de CP que sofreu simulação termomecânica na Gleeble, deformado 70%. Região altamente deformada em A e pouco deformada em B.

4.2. Tamanho de grão austenítico

Algumas amostras sofreram simulações do processo de forjamento, como descrito no item 3.2, e a seguir foram temperadas para determinação do tamanho de grão austenítico. Estas amostras apresentaram microestrutura predominantemente bainítica com martensita em algumas regiões. As micrografias de amostras deformadas são realizadas exatamente no centro do CP (região indicada por “A” na figura 5.1) com aumento do microscópio de 500x. O aspecto do tamanho de grão para amostras pré-aquecidas a baixa e alta temperatura, deformada e não deformada é representado nas micrografias da figura 4.2.

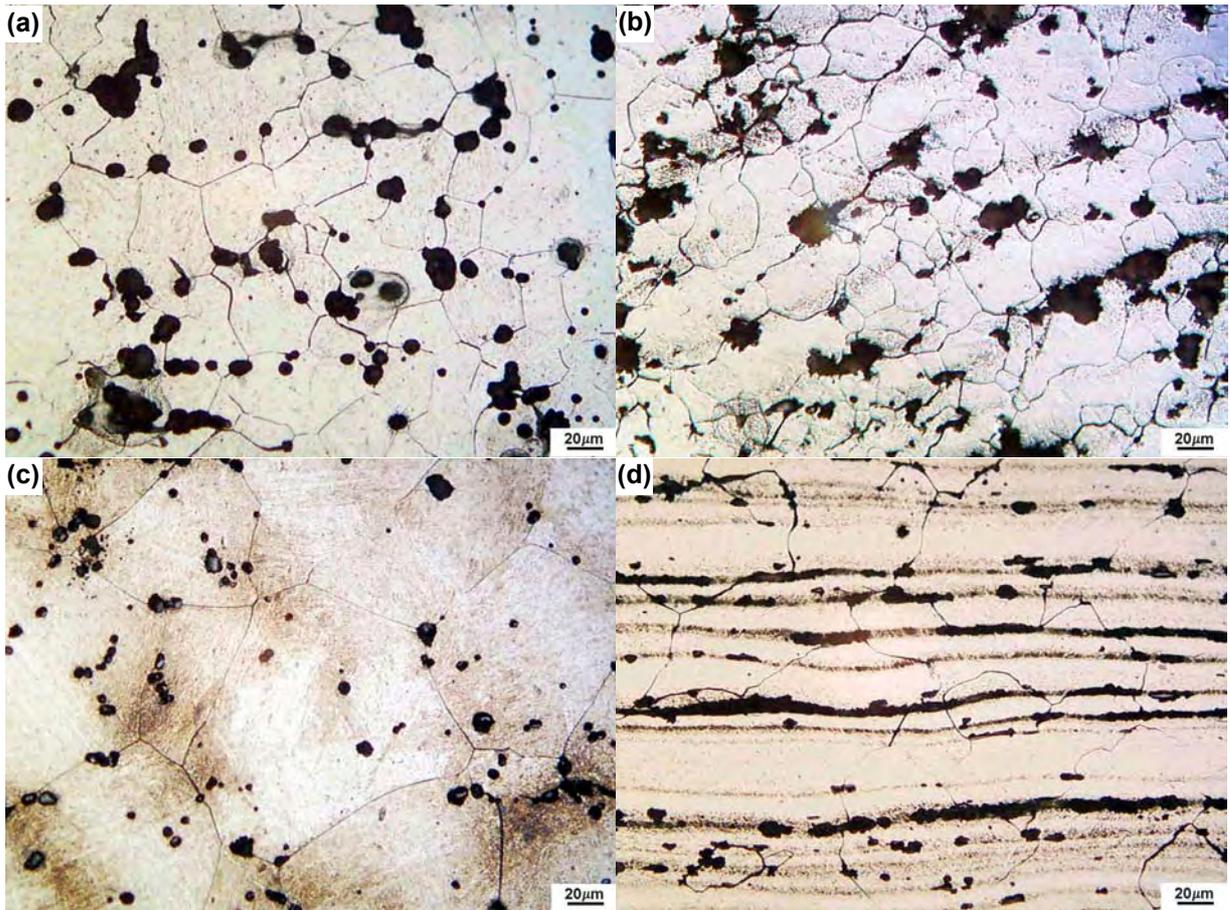


Figura 4.2 – Micrografias revelando tamanho de grão austenítico para amostras pré-aquecidas a 1100°C não deformada em (a) e deformada (70%) em (b). Amostras pré-aquecidas a 1250°C não deformada em (c) e deformada (70%) em (d)

Os resultados de tamanho de grão austenítico são representadas no gráfico da figura 4.3 em relação a temperaturas de pré-aquecimento e graus de deformação. Para efeito comparativo, o tamanho de grão é avaliado também nas diferentes regiões da amostra, conforme demonstra as figura 4.4 e 4.5.

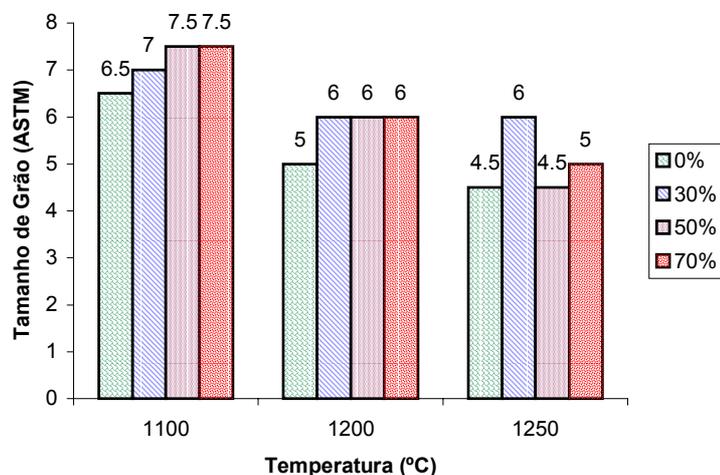


Figura 4.3 – Variação do tamanho de grão austenítico ASTM em função da temperatura de pré-aquecimento para diferentes graus de deformação.

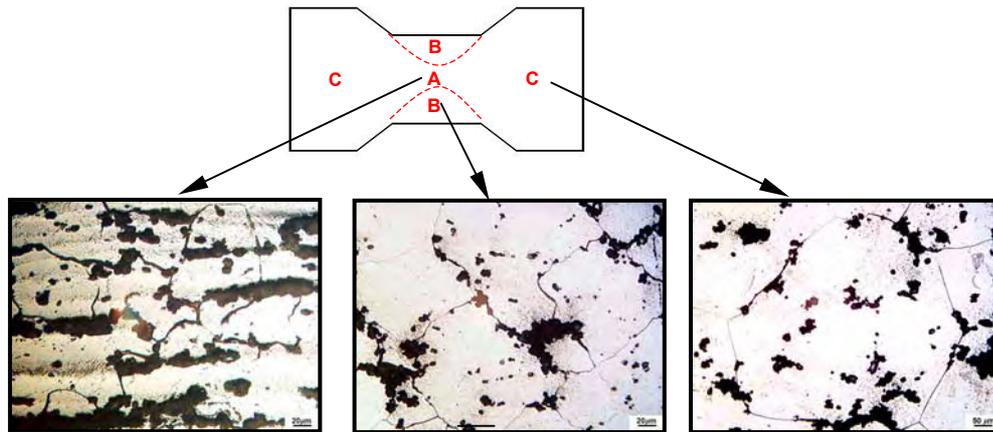


Figura 4.4 – Diferença no tamanho de grão austenítico para diferentes regiões de CP simulado com temperatura de pré-aquecimento de 1250°C e grau de deformação de 50%.

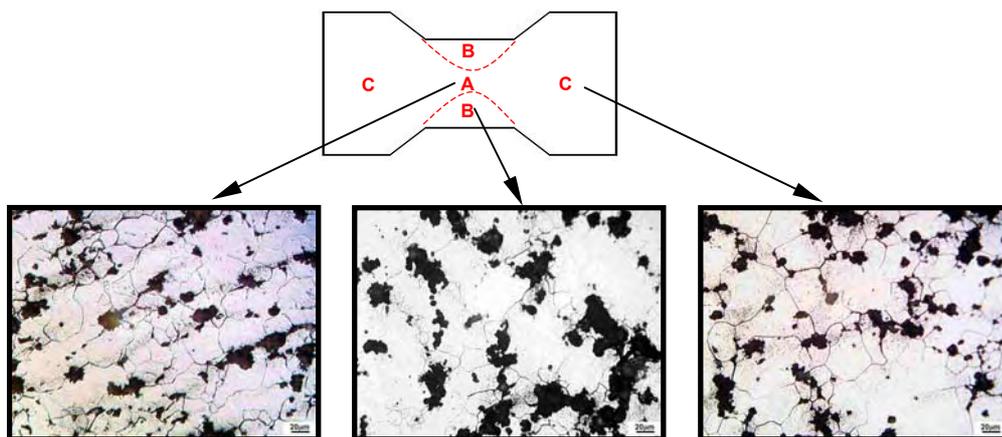


Figura 4.5 – Diferença no tamanho de grão austenítico para diferentes regiões de CP simulado com temperatura de pré-aquecimento de 1100°C e grau de deformação de 50.

4.3. Metalografia

A análise metalográfica foi realizada em regiões distintas dos corpos de prova simulados na Gleeble, sempre se relacionando a região central (A) da amostra (deformada) com a região das extremidades (C), as quais sofrem somente o ciclo térmico e são teoricamente livres de deformações (figura 3.5 e 4.1). As microestruturas apresentadas pelo material estão ilustradas nas figuras de 4.6 a 4.8 para diferentes magnificações:

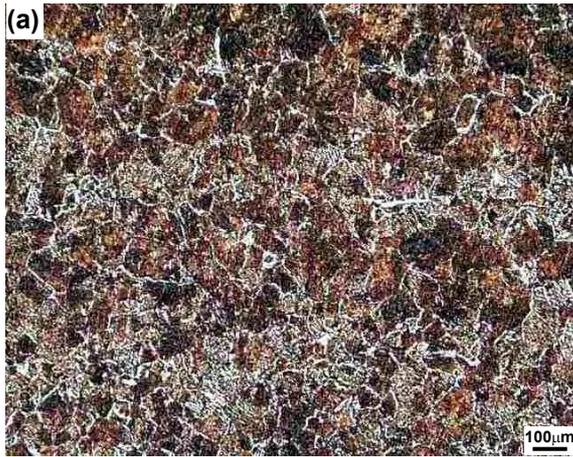


Figura 4.6 – Micrografias revelando a microestrutura do material analisado em baixa magnificação. (a) Amostra 1100-30-01, foto da região central; (b) Amostra 1250-30-2,5, foto da região central.

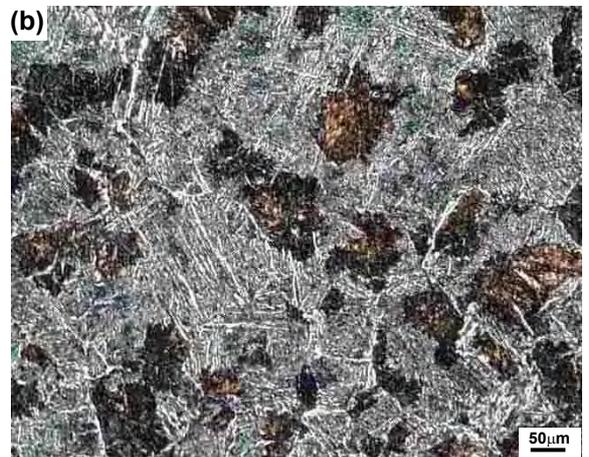


Figura 4.7 - Micrografias ilustrando a microestrutura de amostra 1250-30-01 na região central em (a) e na região das extremidades em (b).

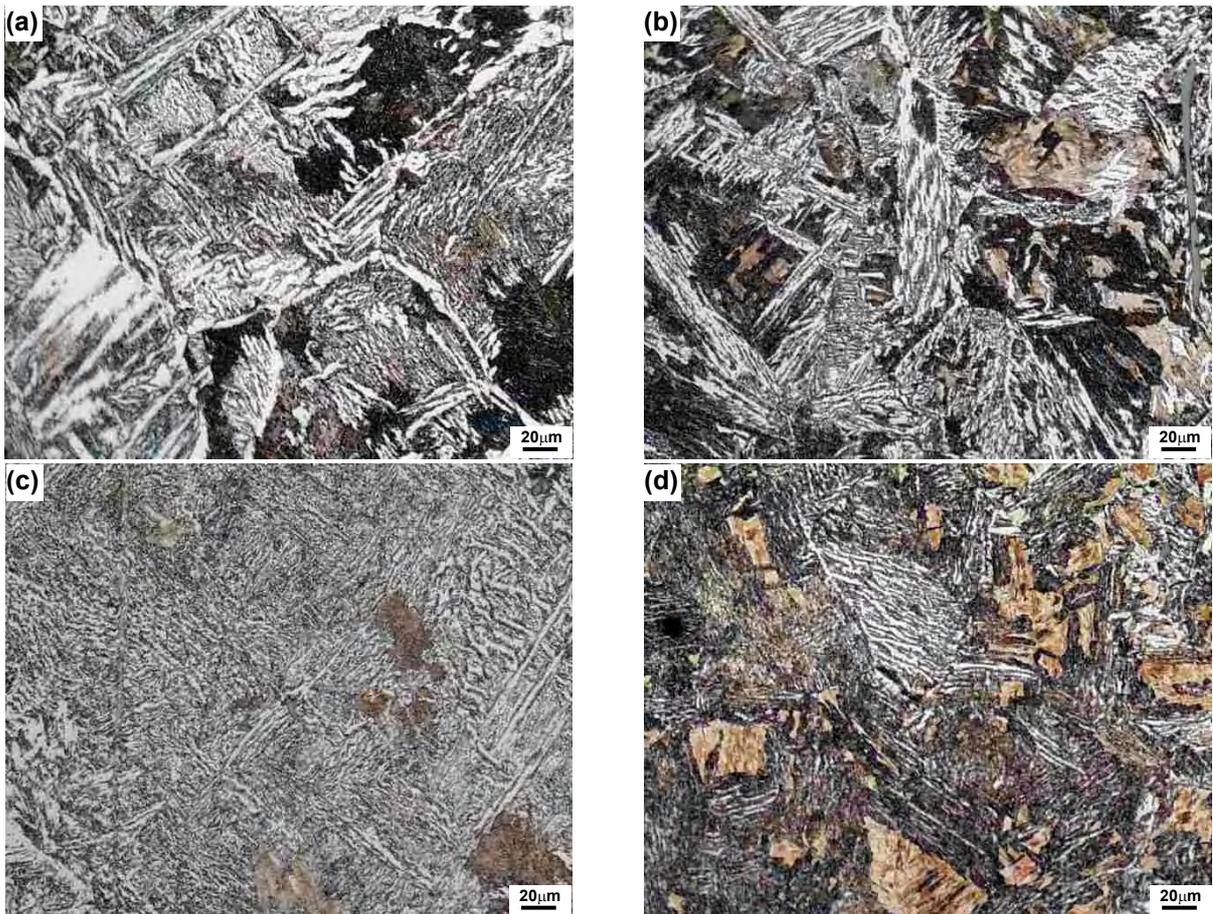


Figura 4.8 - Micrografias revelando a microestrutura de amostra 1250-30-1 na região central em (a); Amostra 1100-00-1,6 em (b); Amostra 1200-30-01 na região central em (c) e; Amostra 1100-30-2,5 na região das extremidades em (d).

4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura

As investigações microestruturais realizadas por MEV são apresentadas nas micrografias a seguir:

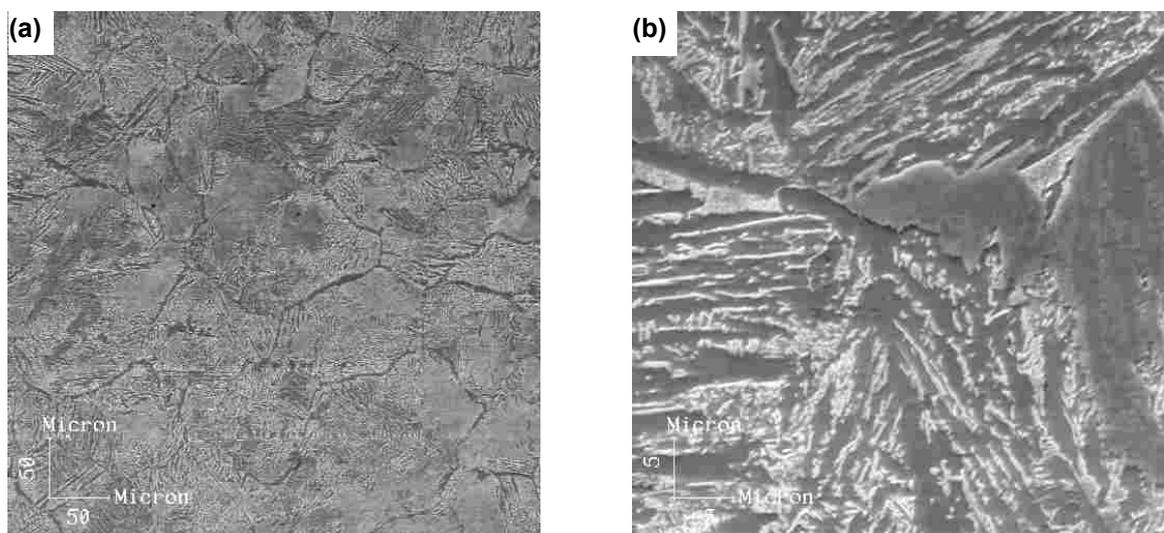


Figura 4.9 – Micrografia obtida em MEV da amostra 1250-30-01 com baixo aumento em (a); e amostra 1100-00-01 com maior aumento, região de contorno de grão em (b).

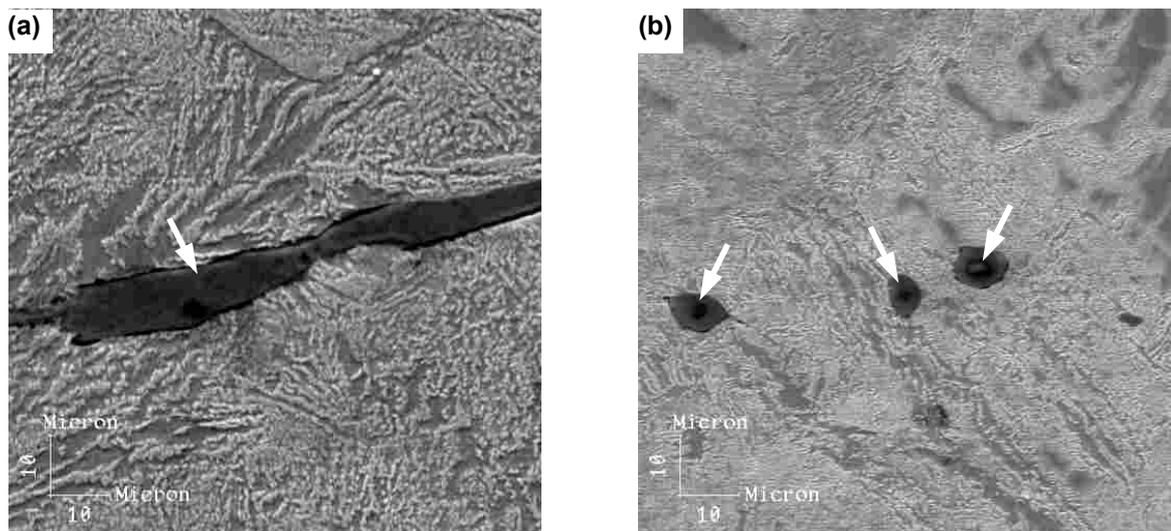


Figura 4.10 - Micrografia obtida em MEV da amostra 1200-301,6 demonstrando sulfeto em sentido longitudinal (a); e amostra 1200-50-1,6 com mesmo aumento e sulfetos em outro sentido (b).As setas indicam o MnS.

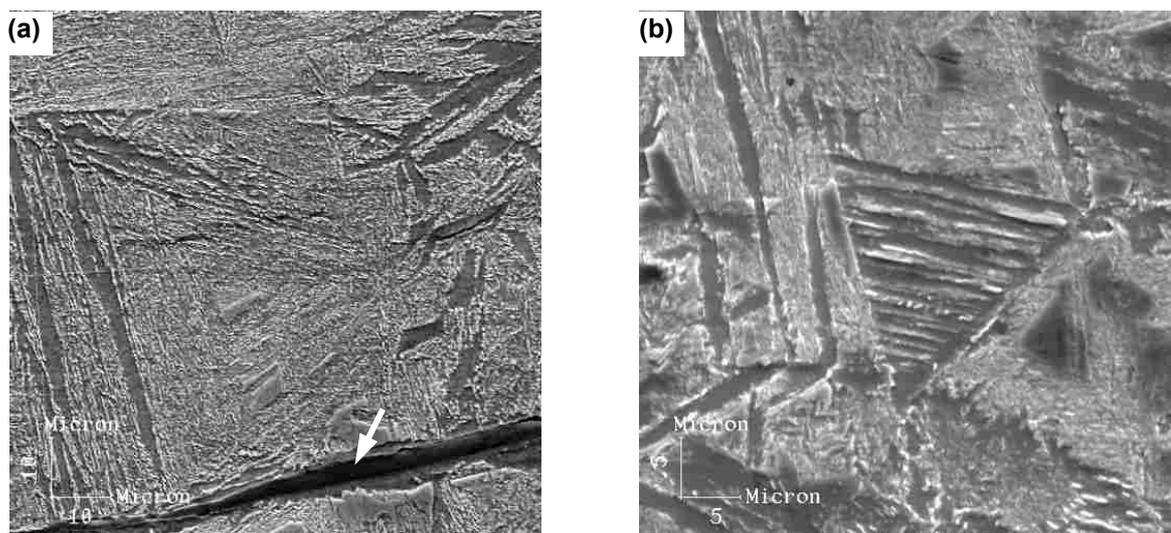


Figura 4.11 - Micrografia obtida em MEV da amostra 1200-50-2,5 demonstrando sulfeto de MnS e estrutura agulhada em (a); e amostra 1100-00-1,6 com maior aumento em (b).

As micrografias obtidas por MEV apresentaram, da mesma forma que os resultados de metalografia, contornos de grãos bem definidos a baixas magnificações (figura 4.9a) e, para maiores aumentos, verifica-se a presença da formação de estrutura e carbonetos em forma de agulhas. Estas agulhas estão dispostas em diferentes posições e orientações ao longo da microestrutura e caracterizam uma microestrutura tipicamente bainítica. Em meio a esta microestrutura são encontrados sulfetos de manganês, o qual foi identificado qualitativamente em análise por microsonda EDS e estão ilustrados nas figuras 4.10 e 4.11a.

4.5. Microscopia Eletrônica de Transmissão

As análises por MET mostram que o material possui uma microestrutura com matriz ferrítica, regiões povoadas de carbonetos agulhados e amplas regiões com microestrutura lamelar.

As amostras do material bruto de laminação apresentaram microestrutura ferrítica perlítica com lamelas bem orientadas em algumas regiões, porém, em sua maioria, carbonetos dispostos conforme as micrografias da figura 4.12.

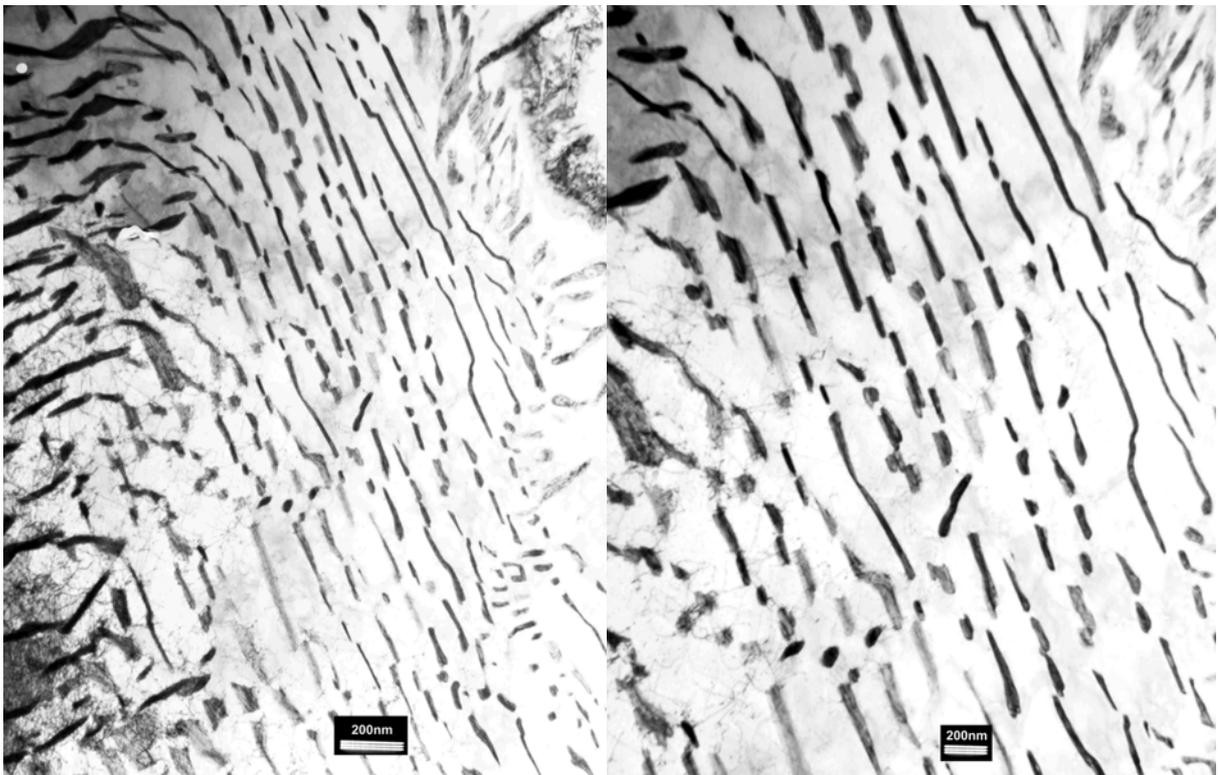


Figura 4.12 – Micrografias obtidas em MET, em campo claro, mostrando a região lamelar do material bruto de laminação em amostra tipo lâmina fina. Nota-se o contraste de discordâncias na ferrita da perlita no lado esquerdo de ambas as micrografias

A figura 4.13 apresenta uma micrografia da região de contorno de grão, onde se pode observar grande concentração de discordâncias no grão ferrítico (A) e, principalmente em contorno de grão (B), os quais são indicados na figura.

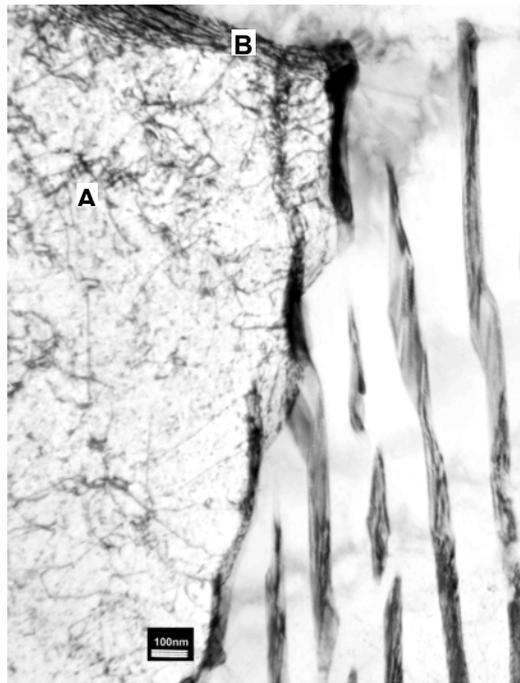


Figura 4.13 – Micrografia obtida em campo claro de uma região de interface de grão ferrítico e grão lamelar do material bruto de laminação com amostra tipo lâmina fina. Discordâncias em matriz ferrítica em “A” e alta densidade de discordâncias em contorno de grão em “B”.

As amostras que passaram por simulação termomecânica apresentaram mescla de microestruturas quando observadas em MET. São elas ferrita, bainita e perlita fina. Na matriz ferrítica há presença de carbonetos de ferro dispostos nas formas e direções mais diversas. Estas fases são apresentadas nas micrografias da figura 4.14.

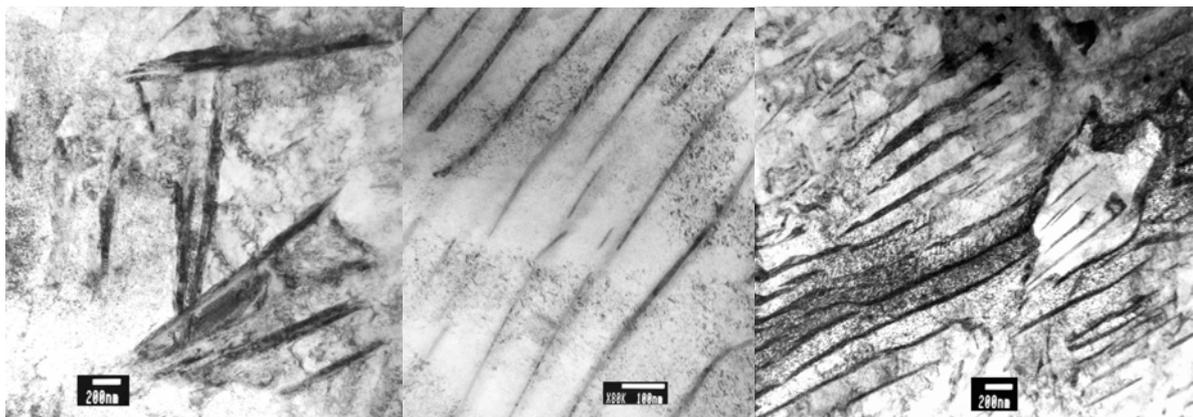


Figura 4.14 – Micrografias representado a microestrutura tipicamente encontrada no material após simulação termomecânica. Fotos em campo claro de amostra tipo lâmina fina 1250-30-01.

Em algumas regiões verificou-se a formação de perlita muito fina, se relacionada a perlita do material bruto de laminação, e formação de finas partículas, as quais não foram identificadas nessas amostras. Esses aspectos microestruturais podem ser visualizados nas figuras 4.15 e 4.16. A grande maioria destas partículas foi

encontrada em grãos tipicamente ferríticos, conforme figura 4.15b. Porém, em alguns casos, ao inclinar-se a amostra, foram obtidos contrastes de prováveis partículas em algumas regiões da ferrita da perlita, mostrados no detalhe da figura 4.16.

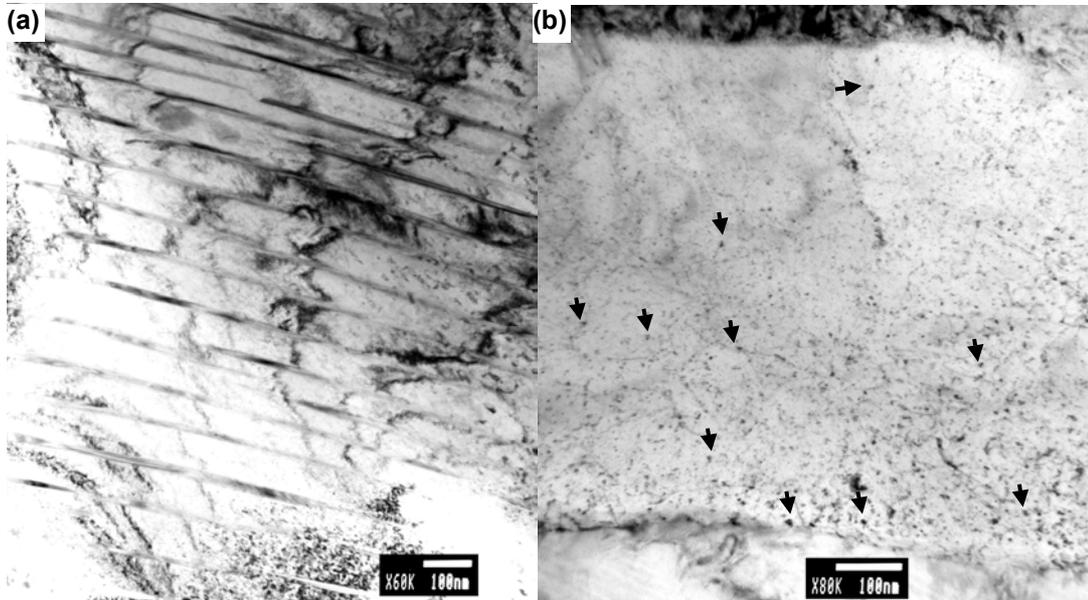


Figura 4.15 – Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina simulada 1100-30-01. (a) Grão apresentando perlita fina e, em (b) grão ferrítico apresentando finas partículas em contraste, com algumas delas indicadas.

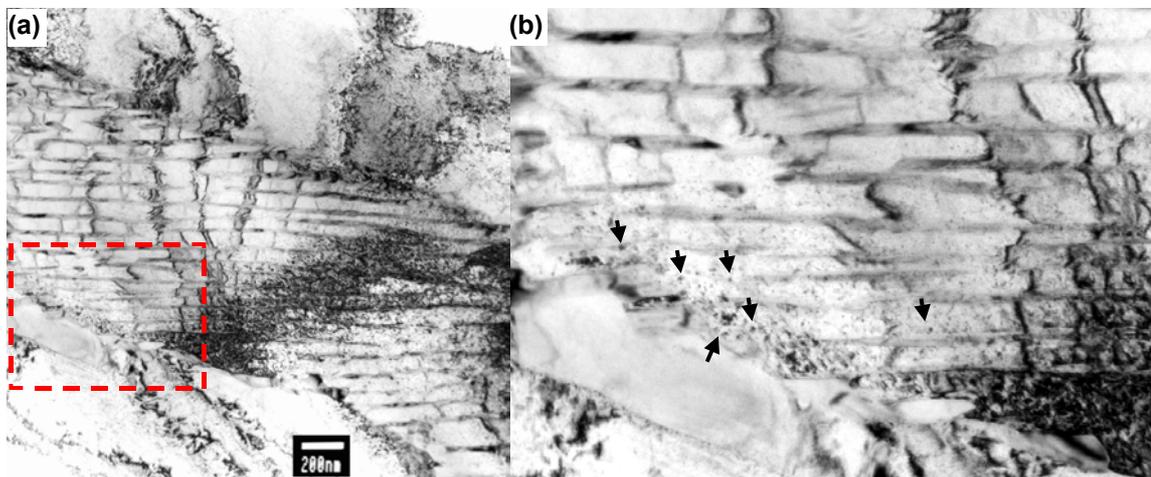


Figura 4.16 - Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina simulada 1100-30-01. Detalhe em (b) mostrando a presença de prováveis partículas em determinada área do grão perlítico (a).

Algumas vezes a baixos aumentos (inferiores a x10K), observa-se fase alongada que se assemelha a grandes carbonetos agulhados da microestrutura bainítica. Quando estes são observados em aumentos maiores, apresentam uma microestrutura lamelar, como a de grãos perlíticos. Estas características citadas são ilustradas pelas micrografias da figura 4.17. Estes grãos podem ser vistos

observados no eixo de zona $[1\ 1\ 3]$ da matriz ferrítica, conforme é verificado no PDAS da figura 4.18.

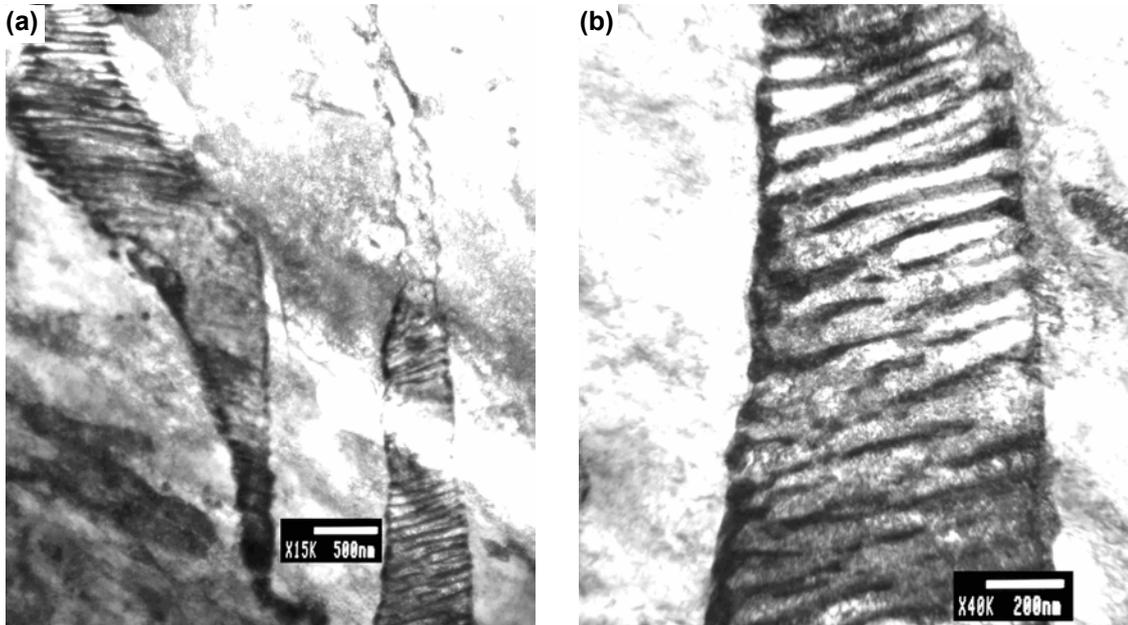


Figura 4.17 - Micrografias em campo claro de amostra tipo lâmina fina, simulada 1100-30-01. (a) grãos apresentando morfologia alongada e microestrutura lamelar e, em (b) um grão em maior aumento.

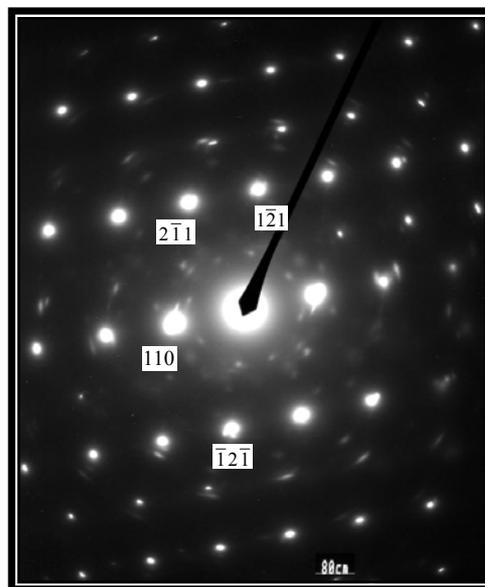


Figura 4.18 – Padrão de Difração de Área Seleccionada (PDAS) da matriz ferrítica relativa as micrografias da figura 4.17, no eixo de zona $[1\ 1\ 3]$.

Nota-se também uma significativa presença de sulfeto de manganês, em forma de lamela e nos mais diversos tamanhos. A figura 4.19 ilustra a aparência típica do sulfeto de manganês, o qual é identificado qualitativamente por análise em nano-sonda EDS, e a difração mostra a relação estrutural da partícula com a matriz.

Na figura 4.19c, os pontos mais intensos correspondem a difração da matriz e os menos intensos e refinados a difração do sulfeto. O espectro da figura 4.19d apresenta fortes picos de Cu devido a interferência das grades de Cu que são colocados no porta-amostra do MET de forma a fazer um sanduíche da amostra. Isso irá impedir o desprendimento de amostra magnética do porta-amostra.

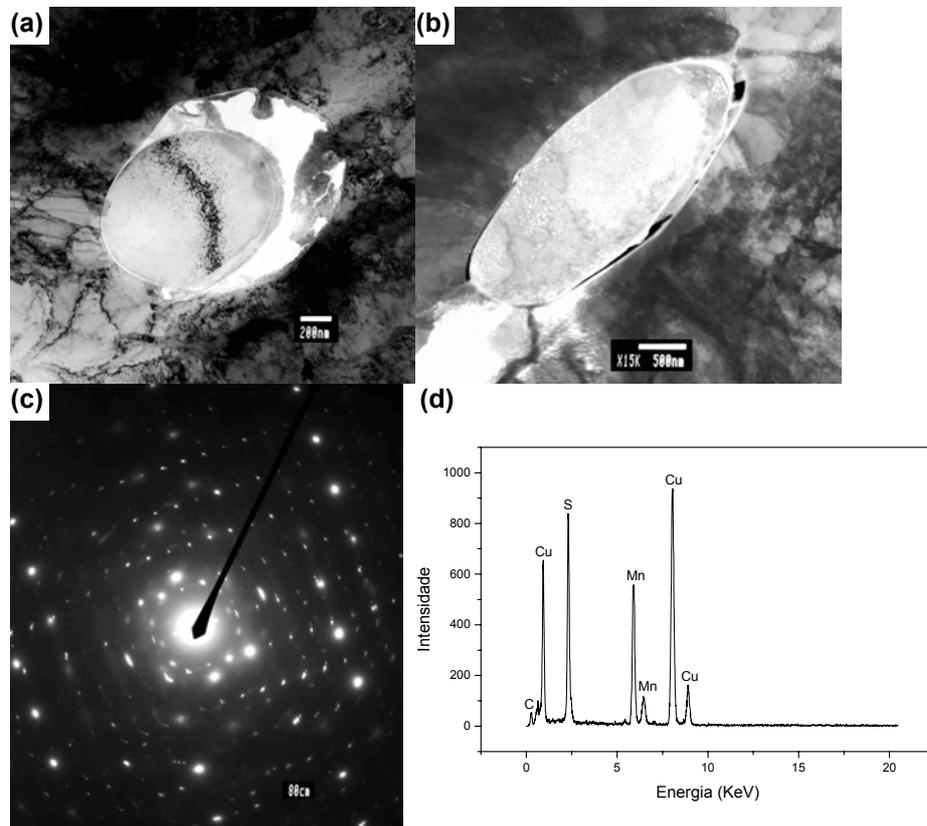


Figura 4.19 – Micrografias demonstrando a presença de sulfetos em lâmina fina (a) e (b); PDAS do MnS sobreposto a matriz ferrítica em (c) e microanálise em nano-sonda EDS (d) relativos ao MnS de (a), de amostra 1100-30-01.

Para amostras não deformadas, pré-aquecidas a 1100°C, como a 1100-00-01, encontrou-se regiões onde se obteve contraste de finas partículas dispersas na ferrita, observadas segundo a orientação [112] da matriz. Posicionando-se a abertura da lente intermediária sobre a região da figura 4.20a obtém-se o PDAS da matriz (4.20b), com muitos pontos fracos e, ao se tentar fazer campo escuro posicionando a abertura da objetiva em “spots” fracos isolados, não foi possível produzir uma boa imagem. A figura 4.20a mostra uma micrografia em campo claro das partículas na ferrita a um aumento de 150K.

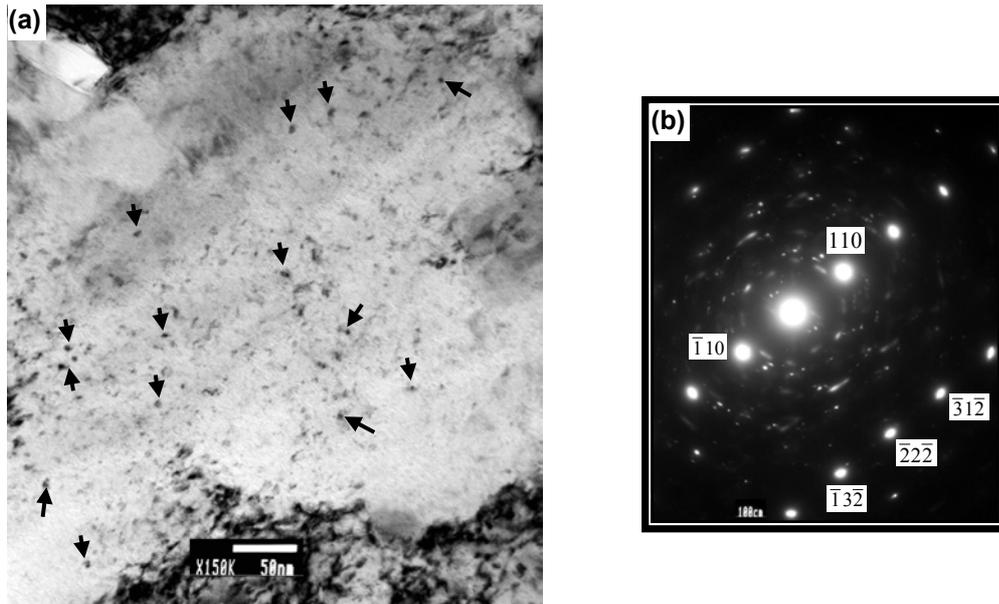


Figura 4.20 - Micrografia em campo claro de amostra tipo lâmina fina 1100-00-01 apresentando dispersão de finas partículas em grão ferrítico em (a). Em (b), PDAS da matriz ferrítica referente a (a) no eixo de zona [112].

A precipitação de partículas ricas em Nb é observada em réplicas extraídas com filme de carbono. A figura 4.21 mostra micrografias em campo claro de lamina fina revelando microestrutura lamelar em meio a grão ferrítico e réplica em filme de carbono indicando precipitação grosseira para amostra pré-aquecida a 1250°C.

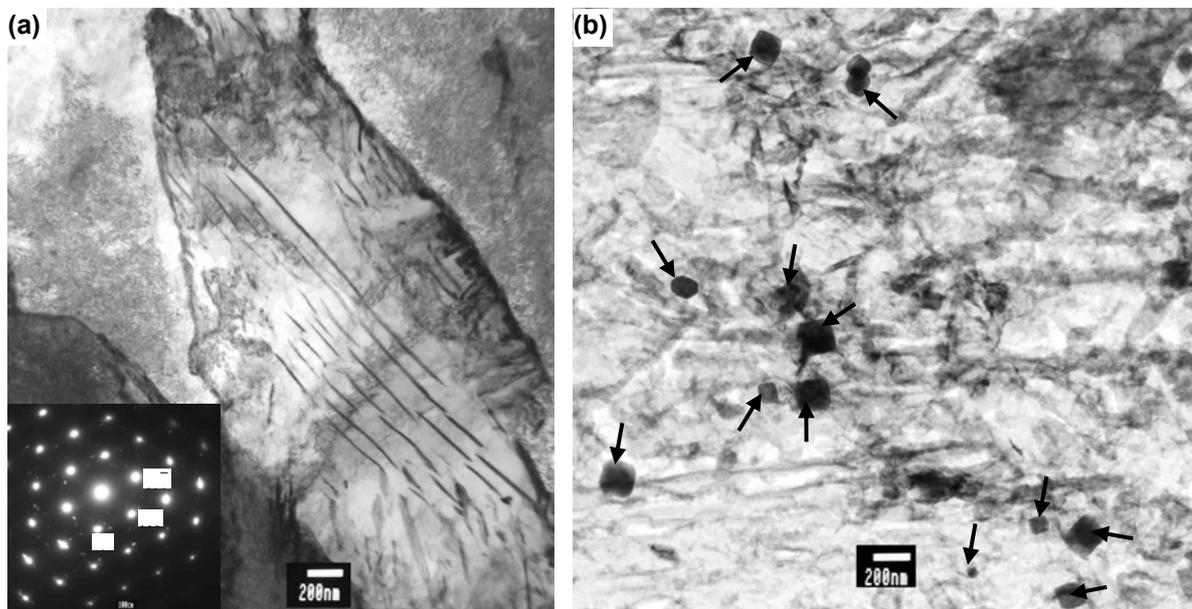


Figura 4.21 – Micrografia de amostra 1250-30-01 tipo lâmina fina na direção [111] da ferrita para (a); e imagem de réplica em filme de carbono indicando presença de precipitados grandes em (b).

As partículas, em sua maioria, apresentam a forma de cubos e aparecem na réplica distribuídas aleatoriamente. Utilizou-se nanosonda EDS para avaliação

qualitativa das partículas e estas apresentam-se ricas em Nb. A figura 4.22 apresenta estas partículas em detalhe, com seus respectivos espectros de EDS.

Estas partículas são investigadas também por difração de elétrons, onde são analisadas individualmente posicionando-se uma pequena abertura da lente intermediária de forma a iluminar somente a partícula. Obtém-se, então, o padrão de difração da área selecionada (PDAS) das partículas isoladamente como pode ser visto na figura 4.23 para as partículas I e II. Uma imagem em campo escuro é obtida em 4.23a posicionado-se a abertura da lente objetiva sobre o “spot” indicado no PDAS da partícula I.

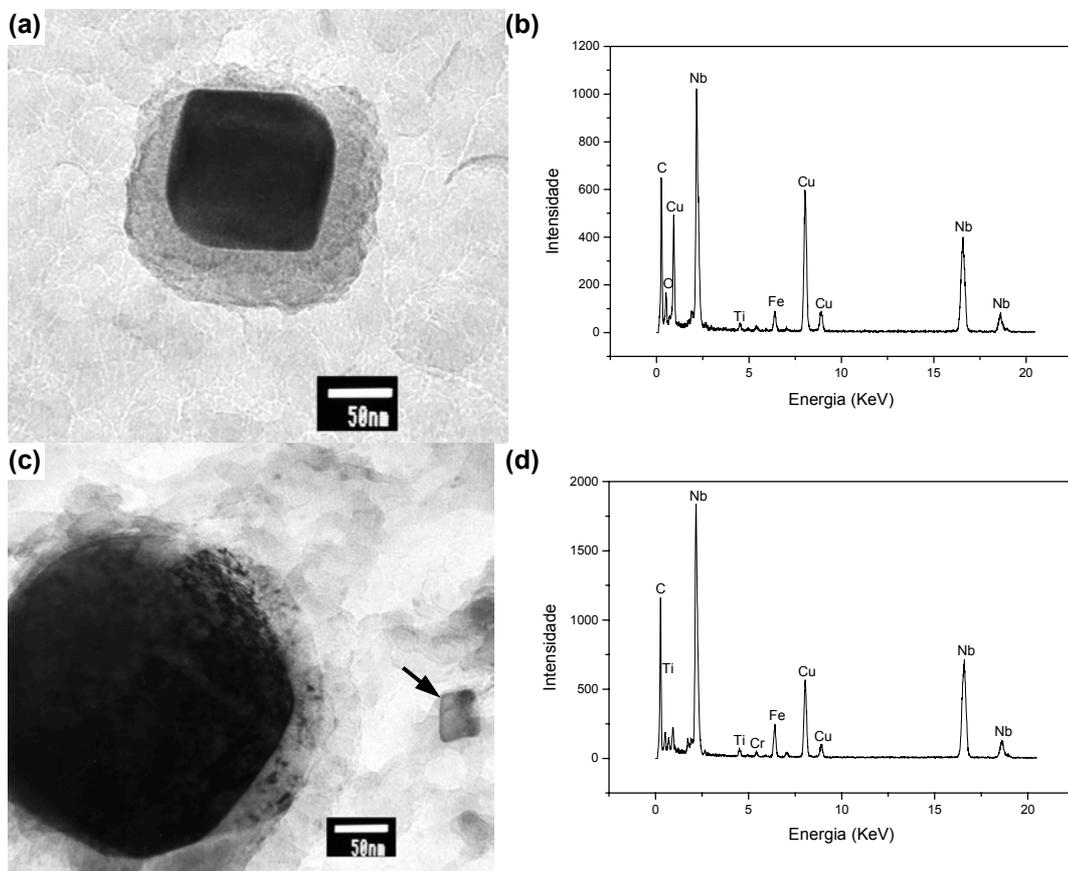


Figura 4.22 – Imagens obtidas a partir de réplica em filme de C de amostra 1250-30-01 com aumento de 120K em (a) e (c). Respetivos espectros de EDS das partículas em (b) e (d), sendo esta última correspondente a partícula indicada pela seta.

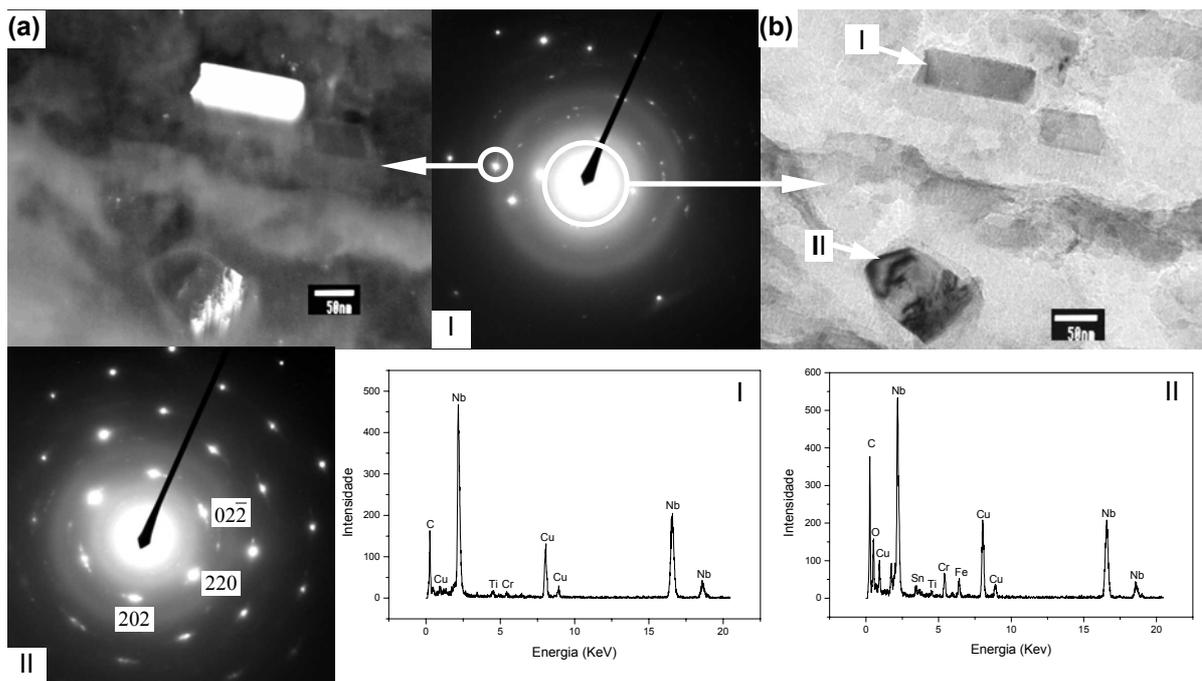


Figura 4.23 - Micrografias obtidas a partir de réplica em filme de C de amostra 1250-00-01 em campo escuro (a) e campo claro (b) com aumento de 120K. Respectiveiros espectros de EDS e PDAS das partículas (I) e (II) no eixo de zona [111], com a indicação do posicionamento da abertura da objetiva em (I).

Os espectros de EDS característicos, apresentados para algumas partículas nas figuras apresentadas neste trabalho, seguem uma mesma tendência para as demais partículas presentes nas imagens. Foi realizada análise com nanosonda EDS usando-se largura de feixe de elétrons de 15nm para partículas grandes e de até 4nm para partículas pequenas.

As micrografias da figura 4.24 apresentam grandes carbonetos de Nb que parecem estar presentes em microestrutura lamelar devido ao relevo apresentado no filme de carbono. Os picos de carbono são facilmente visíveis nos espectros de EDS em réplica, porém, em grande parte é devido ao filme de carbono da réplica. O alto pico de cobre ocorre face a grade onde a réplica é sustentada.

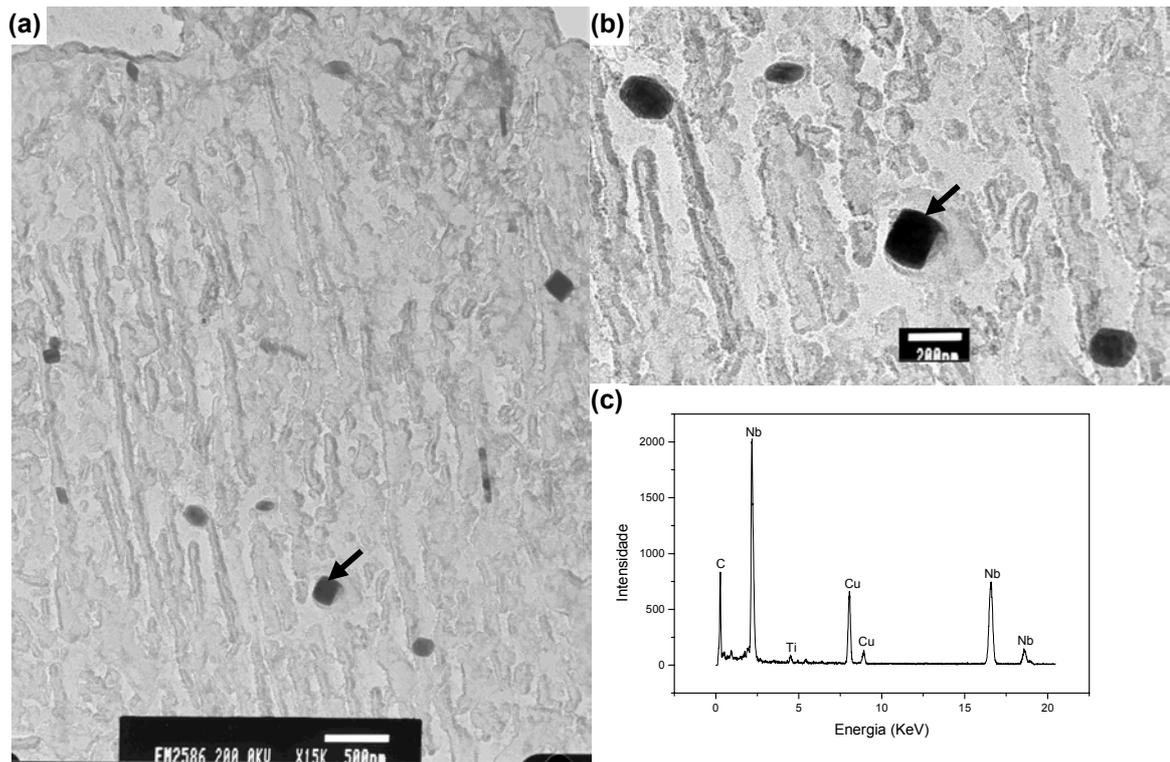


Figura 4.24 – Micrografia de réplica em filme de carbono de precipitados de Nb em amostra 1250-00-01 a baixa magnificação (15K) em (a) e; aumento pouco maior (30K) em (b), com espectro de EDS característico em (c), da partícula indicada.

Em amostra tipo lâmina fina é possível verificar a presença de partículas menores que 30nm em regiões lamelares e identificá-las por EDS, como se vê nas micrografias das figuras 4.25 e 4.26. Sendo esta uma lâmina fina, há muita influência da matriz na análise por EDS e obtém-se fortes picos de ferro em relação aos picos de Nb em 4.25b.

Ao inclinar-se a amostra é possível perceber o surgimento de finas partículas em regiões particulares que tendem a ter um certo alinhamento como o de partículas provenientes de precipitação interfásica (item 2.2.3), representado no detalhe em 4.26b.

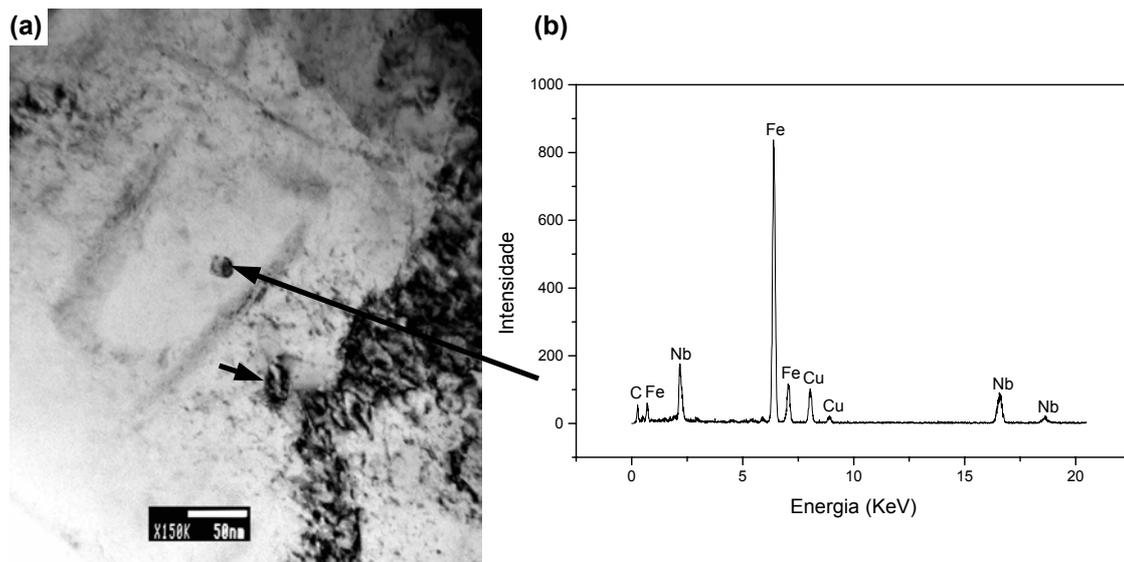


Figura 4.25 – Micrografia revelando precipitação de carbonetos de Nb com magnificação de 150K em amostra lâmina fina 1100-00-01 em (a); e espectro de EDS em (b) da partícula indicada.

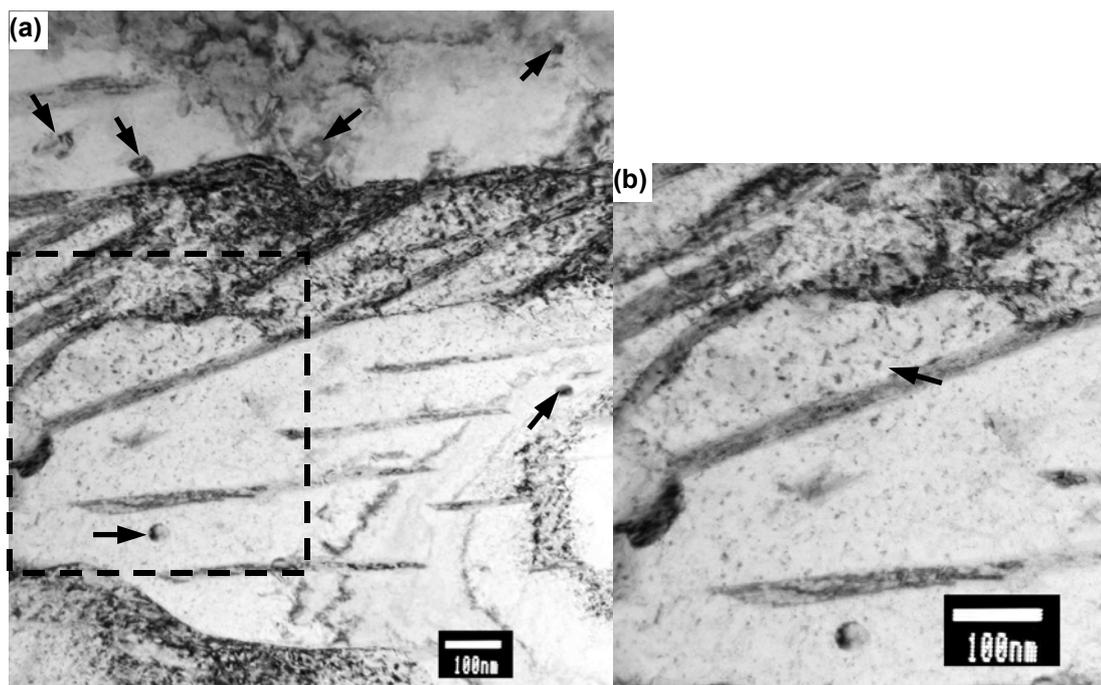


Figura 4.26 - Precipitação de carbonetos de Nb em amostra lâmina fina 1100-00-01 a 60K. Detalhe da região tracejada em (b).

Nas micrografias da figura 4.27 a técnica de campo escuro é utilizada para analisar a precipitação de partículas orientadas em mesma direção e, assim, eliminar os contrastes de regiões onde o carbono da réplica é mais espesso, o que torna prejudicial para análise em campo claro. Isto pode ser facilmente observado comparando-se as micrografias da figura 4.28. A predominância de partículas inferiores a 50nm é observada para amostras pré-aquecidas a 1100°C,

independentemente se estas são deformadas ou não durante a simulação termomecânica.

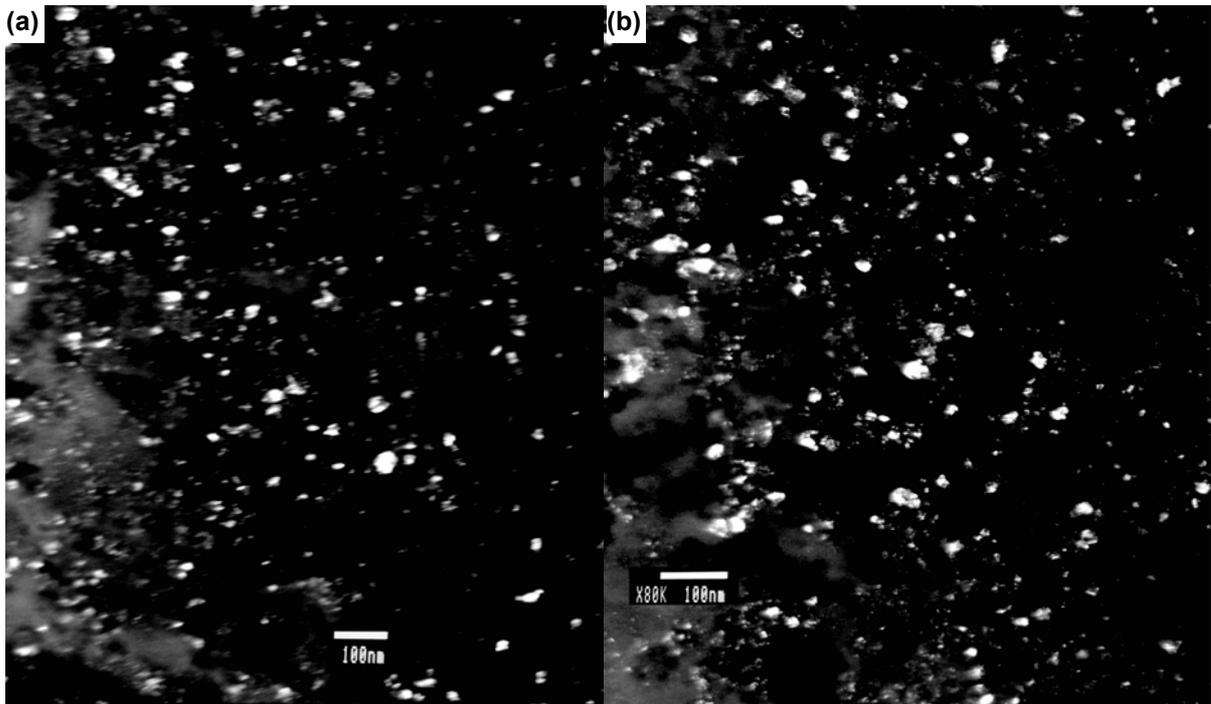


Figura 4.27 - Micrografias em campo escuro de réplica em filme de carbono mostrando a distribuição de precipitados ricos em Nb oriundos da austenita, em amostra 1100-30-01 em (a) e maior aumento em (b).

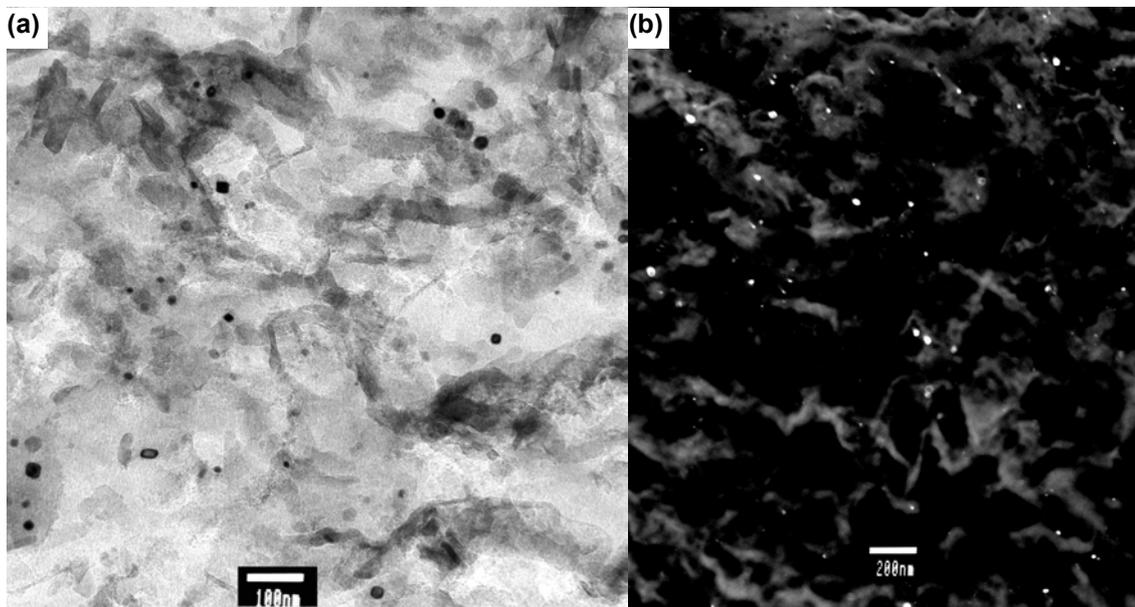


Figura 4.28 - Micrografia de réplica em filme de carbono mostrando a distribuição de carbonitretos de Nb em amostra 1100-30-01 em campo claro (a); e com menor aumento em campo escuro(b).

Da mesma forma que as partículas maiores, partículas inferiores a 20nm são analisadas qualitativamente por nanosonda EDS, procedendo-se um bom alinhamento do MET em aumentos em torno de 150K, ou até maiores, e usando-se feixe de elétrons com largura de 4nm. Isto pode ser visto para as figuras 4.29 e 4.31.

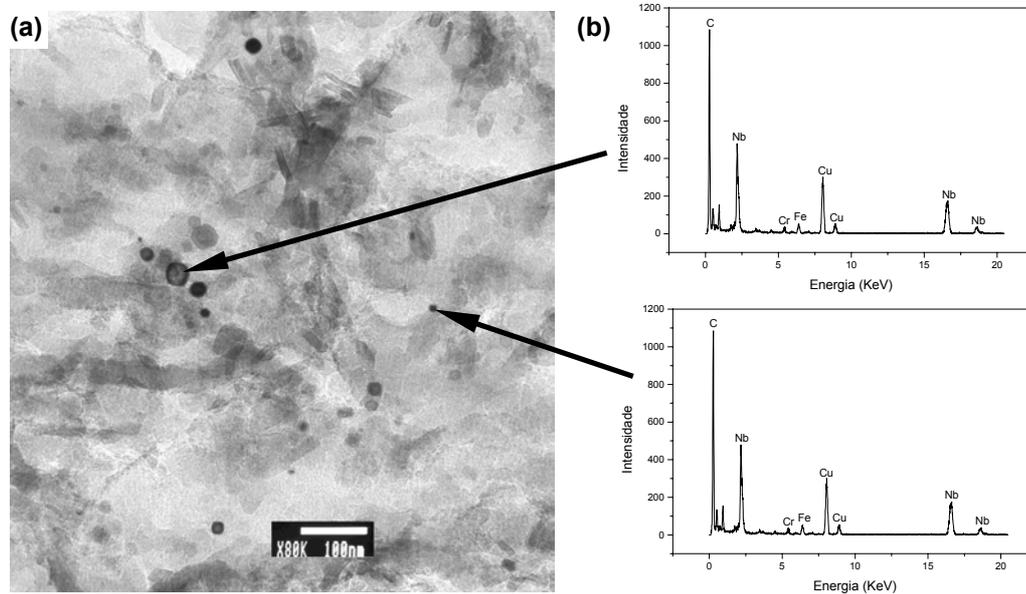


Figura 4.29 - Micrografia ilustrando carbonitreto de Nb de réplica em filme de carbono para amostra 1100-30-01 em campo claro (a); e espectros de EDS em (b), de partículas indicadas.

Na análise da amostra com grau de deformação de 70%, pré-aquecida a 1100°C, notou-se uma predominância de partículas muito fina encontradas por praticamente toda amostra com forma e dimensões apresentadas nas micrografias da figura 4.31. Da mesma forma que em outras amostras, há presença de partículas muito grandes em meio às partículas finas (figura 4.30b), porém em quantidade bem menor e em poucas regiões da amostra.

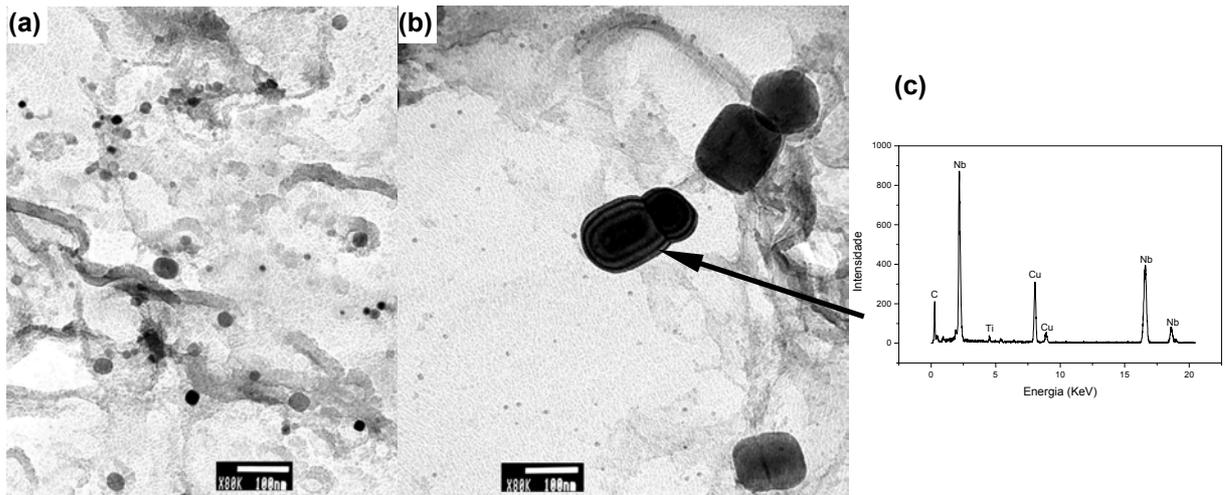


Figura 4.30 - Micrografia de réplica em filme de carbono mostrando a presença de carbonetos de Nb coalescidos em meio a outros bem menores, para amostra 1100-70-01 em campo claro (a); e em (b), carbonetos extremamente grandes presentes juntamente a pequenas partículas, para mesma amostra. Espectro de EDS em (c) de partícula indicada.

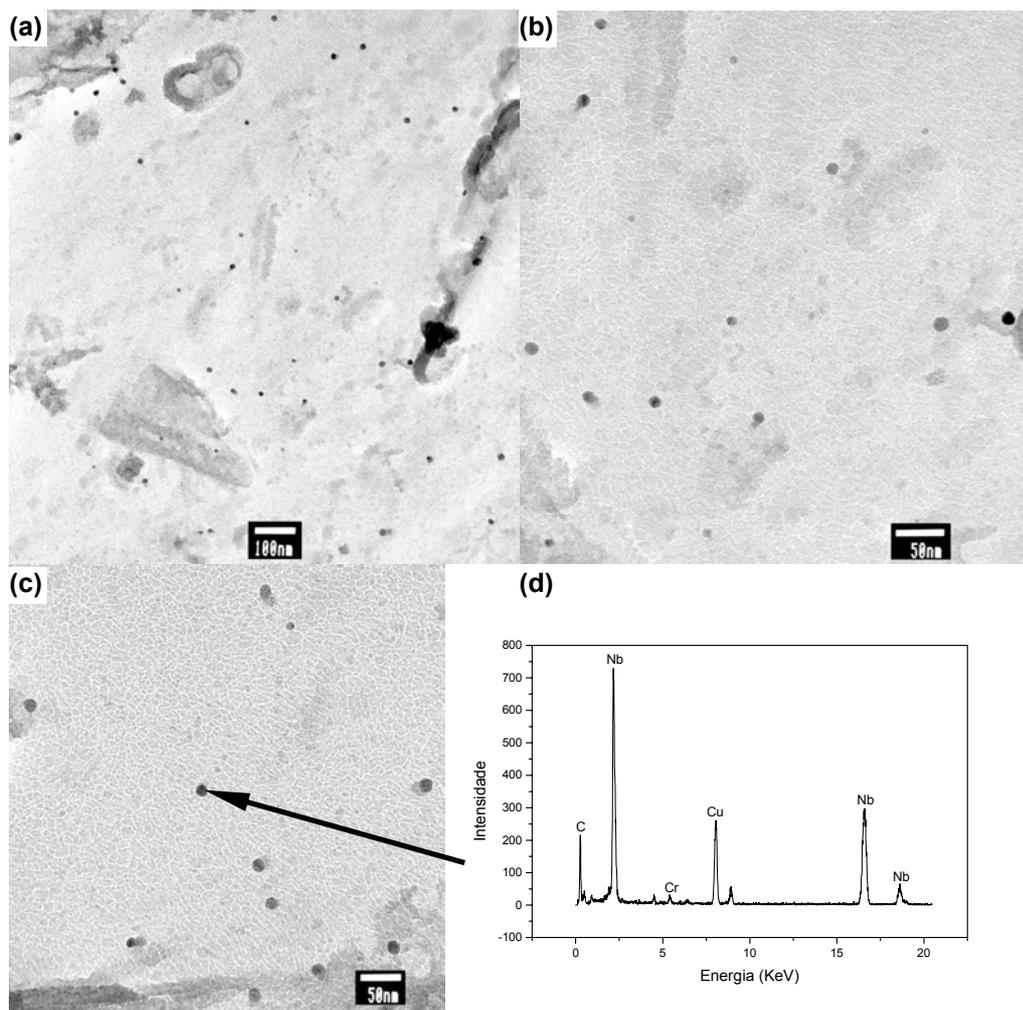


Figura 4.31 - Micrografias mostrando fina dispersão de carbonitretos de Nb para réplica em filme de carbono de amostra 1100-70-01 em campo claro (a), (b) e (c); e espectro de EDS em (d), da partícula indicada.

Foram medidos os diâmetros médios dos precipitados e analisados detalhes estruturais em software para análise de imagem para diversas micrografias obtidas em diferentes regiões de cada amostra analisada em MET. Foi também calculado o número médio de partículas por área de cada foto e estimada a fração volumétrica conforme é detalhada no capítulo de discussão (5). Os resultados avaliados e quantificados a partir dos resultados de microscopia de transmissão são sumarizados na tabela 4.1:

Tabela 4.1 – Características da precipitação em amostras que sofreram simulação termomecânica determinadas a partir dos resultados das investigações em MET.

Amostra nº	Morfologia dos ppt's	Faixa de tamanho dos ppt's (nm)	Estimativa de fração volumétrica	Microestrutura
1100-30-1	Cubóide e esférico	1 - 130	$1,1 \times 10^{-4}$	B + F + P
1100-0-1	Cubóide e esférico	3 - 150	$2,7 \times 10^{-5}$	B + F + P
1250-0-1	Cubóide, esférico, paralelepípedo alongado, outros.	18 - 670	$5,8 \times 10^{-6}$	B + F + P
1250-30-1	Cubóide, esférico, paralelepípedo alongado e outros.	25 - 470	$1,7 \times 10^{-5}$	B + F + P
1100-70-1	Cubóide, esférico e outros.	1,5 - 170	$6,4 \times 10^{-5}$	-----

4.6. Dureza

Os resultados de microdureza em escala Vickers são obtidos e determinados valores médios, os quais são apresentados na tabela 4., para as diferentes variáveis utilizadas na simulação termomecânica.

Pré-aquecimento a 1100°C			
Deformação	Taxa de resfriamento		
	1°C/s	1,67°C/s	2,5°C/s
0%	270	318	334
30%	295	285	320
50%	298	300	325
70%	300	312	362

Pré-aquecimento a 1200°C			
Deformação	Taxa de resfriamento		
	1°C/s	1,67°C/s	2,5°C/s
0%	301	314	348
30%	301	322	358
50%	295	342	351
70%	296	350	370

Pré-aquecimento a 1250°C			
Deformação	Taxa de resfriamento		
	1°C/s	1,67°C/s	2,5°C/s
0%	307	324	342
30%	298	340	318
50%	306	338	355
70%	----	324	350

Tabela 4.2 – Resultados das faixas de dureza encontrados nos CP's, apresentados esquematicamente nos quadros para diferentes condições de simulação.

5. DISCUSSÃO

Linhas de Fluxo

Analisando-se a macrografia da figura 4.1, é possível distinguir facilmente a maior deformação produzida na região central do CP ensaiado com grau de deformação de 70%. Devido a compressão exercida pelos punções nas laterais do CP, o material irá deformar preferencialmente no sentido onde não há restrição ao movimento, ou seja, no sentido longitudinal. Porém o contato dos punções com a superfície lateral do CP gera uma componente de restrição ao movimento neste sentido devido ao atrito. Este efeito é reduzido pelas placas de tântalo posicionadas entre os punções e as superfícies laterais CP.

Assim, as regiões indicadas em “B” (figura 4.1) praticamente não sofrem deformação e assemelha-se muito a região das extremidades do CP, região C, porém, a medida que se aproxima da região indicada por “A” observa-se um gradiente de deformação até que se atinge uma região de máxima deformação. Sendo assim, a peça possui uma grande heterogeneidade de deformação e torna muito complexa a sua análise como um todo, pois isso resultará em diferenças em tamanho de grão, cinética de precipitação e conseqüentemente, no endurecimento por encruamento.

Para os CP's ensaiados com grau de deformação de 30 e 50% o comportamento é praticamente o mesmo, porém, com encruamento bem menos intenso.

Tamanho de grão austenítico

Quando são analisados processos de conformação que envolvem deformação localizada, como acontece neste trabalho na simulação em máquina do tipo Gleeble, se verifica presença de um gradiente de deformação ao longo da peça. Nesses casos a recristalização secundária pode ser crítica. Duas hipóteses devem ser consideradas nesse caso:

1. Para aqueles corpos de prova onde as condições de simulação levam a recristalização completa ao longo de sua seção útil, as regiões mais encruadas, por possuírem maior energia de deformação acumulada, são sítios mais eficientes para

início da recristalização. Nestes pontos a recristalização terminará antes comparativamente às outras regiões, e haverá em escala maior o processo de crescimento de grão. Ocorrerá o crescimento dos grãos maiores eliminando os menores. Tem-se, então, uma peça com tamanhos de grão diferentes em algumas regiões, o que deverá refletir diretamente em algumas propriedades.

2. No caso daqueles corpos de prova em que algumas regiões não atingiram uma deformação suficiente para que ocorra a recristalização total ao longo de sua seção útil, ou seja, a deformação ficou abaixo da deformação crítica, tem-se também uma região com grãos maiores. Como o grão não recristaliza, a tendência é que este, ativado termicamente, venha a crescer. Para trabalho a quente a temperaturas mais baixas este efeito é reduzido.

Analisando os resultados de tamanho de grão apresentados nas figuras 4.2 e 4.3 é possível verificar que, de uma forma geral, as amostras pré-aquecidas a 1100°C apresentam grão mais fino que amostras pré-aquecidas a temperaturas superiores, tanto para amostras não deformadas como para amostras deformadas. Verifica-se, também, que com o aumento do grau de deformação o tamanho de grão diminui. Porém, para amostras pré-aquecidas a 1250°C se percebe um tamanho de grão menor para amostras com grau de deformação de 30% e, a medida que o grau de deformação aumenta, o tamanho de grão também aumenta, tendendo ao tamanho de grão da amostra não deformada. Isto leva a crer que a hipótese 1 está satisfaz estas condições.

O gradiente de tamanho de grão encontrado em amostras deformadas na simulação é mostrado nas figuras 4.4 e 4.5 para diferentes temperaturas de pré-aquecimento. É possível perceber a diferença no tamanho de grão para as diferentes regiões do CP, evidenciando a influência da variação do grau de encruamento observado nas diferentes regiões do CP (figura 4.1). É possível também relacionar as regiões “B” e “C” do CP da figura 4.4 e 4.5 com as considerações da hipótese 2. O grão nestas regiões cresce substancialmente pois a deformação é muito pequena para que ocorra recristalização e a energia associada à temperatura de pré-aquecimento (1250°C) promove o crescimento do grão.

O efeito de refino de grão está associado à energia térmica mais baixa para que ocorra o crescimento de grão, seguido da recristalização induzida por deformação, retardo da recristalização devido à presença do Nb (tanto em solução como

precipitado), e finalmente, o ancoramento de contornos de grão devido aos finos precipitados encontrados em amostras pré-aquecidas a 1100°C, principalmente para amostras deformadas.

Metalografia e MEV

As análises metalográficas apresentaram uma mistura de microestruturas que vão desde ferrita-perlita até bainita e algumas vezes martensita, em praticamente todos os CP's simulados. Em geral, a microestrutura é composta por carbeto agulhados da bainita dispostos na matriz ferrítica-perlítica conforme é ilustrado com maior detalhe nas micrografias da figura 4.8. Essa microestrutura se mantém para a grande maioria dos CP's simulados, porém aqueles onde a taxa de resfriamento é mais alta (2,5°C/s), apresentam martensita em diversas regiões, sendo possível observar nas micrografias de 4.8c e 4.8d.

Em análise por microscopia eletrônica de varredura percebe-se um aspecto microestrutural de carbonetos em forma de agulhas distribuídos aleatoriamente ao longo dos grãos, sendo alguns grandes e grosseiros com outros mais finos entre eles. Analisando-se a figura 4.11a, é perceptível que para velocidades de resfriamento maiores, encontram-se grãos povoados destes carbonetos.

A presença de sulfetos é evidenciada nas micrografias da figura 4.10 e 4.11a e , em sua maioria possuem forma alongada, o que é possível verificar ao se fazer um paralelo das micrografias de CP's extraídos de diferentes direções da barra laminada. Nas micrografias da figura 4.10 se observa o MnS na seção longitudinal em (a) e transversal em (b). Essa expressiva presença de sulfetos é atribuída, fundamentalmente, ao alto teor de manganês e enxofre no aço.

Microscopia Eletrônica de Transmissão

Aspecto Microestrutural

As investigações por microscopia eletrônica de transmissão apresentaram microestrutura ferrita-perlita para CP bruto de laminação com regiões lamelares bem orientadas em grande parte dos grãos e, pouco orientadas em algumas regiões de um determinado grão, conforme se vê nas micrografias da figura 4.12. Também é

possível perceber uma presença significativa de discordâncias provenientes das etapas finais de laminação. Essas discordâncias são perceptíveis com maior facilidade em grãos ferríticos e contornos de grão (figura 4.13), mas são também encontradas na ferrita da perlita, preferencialmente em regiões onde os carbonetos são pouco orientados. Em grãos ferríticos as discordâncias se formam ao longo do grão e, muitas vezes, são ramificadas (árvores de discordâncias), o que resulta em endurecimento do material, e são também acumuladas em contornos de grão. Na ferrita da perlita, as discordâncias se formam mas tem dificuldades de se mover devido à presença dos carbonetos, fazendo com que fiquem limitadas a algumas poucas regiões do grão (figura 4.12). As discordâncias aparecem em maior quantidade em grãos ferríticos pois estes acumulam mais deformação e, o grão perlítico é simplesmente endurecedor do material, por isso não acumula muitas discordâncias.

O CP's submetidos a simulação termomecânica apresentaram uma microestrutura complexa, com grandes variações de grão para grão. As micrografias apresentadas na figura 4.11 ilustram algumas das variações microestruturais encontradas, onde se destaca a presença de uma perlita muito fina em algumas regiões. Verifica-se a presença de alguns grãos muito deformados e com diferentes morfologias, sendo que a presença de precipitados finos é verificada principalmente em grãos ferríticos (figura 4.12b).

Carbonetos com morfologia agulhada são encontrados em algumas amostras, e verificou-se que a medida em que se aumenta a magnificação, estes se apresentam compostos totalmente por lamelas. De acordo com Bhadeshia [26], pode haver locais na austenita supersaturados de carbonetos, logo, na transformação tenderá a se decompor em perlita e possuir morfologias como apresentadas nas micrografias da figura 4.14. Esses aspectos foram observados com o feixe de elétrons incidindo paralelamente a direção [113] da ferrita. Da mesma forma que em MEV, observou-se a presença de MnS em MET, o qual apresenta relação de incoerência com a matriz ferrítica, conforme mostra PDAS da figura 4.16c e surge com grande frequência devido a composição química do material, a qual apresenta 1,55%Mn e 0,107%S. O sulfeto de manganês é plasticamente deformável a temperaturas de laminação e forjamento e comportamento em deformação a quente muito semelhante a da austenita de baixo carbono [1]. Sendo assim, a morfologia apresentada provavelmente é oriunda do processo de laminação.

Precipitação

A precipitação de partículas devido a adição de Nb foi evidenciada em investigações por MET e esta apresentou variações em função das condições de ensaio na Gleeble. Quando se fala em parâmetros de forjamento, pode-se dizer que os que mais influenciarão na precipitação serão a temperatura de pré-aquecimento para forjar, deformação e taxa de resfriamento.

Verifica-se que para elevadas temperaturas de pré-aquecimento para forjamento, de um modo geral, são encontrados precipitados maiores e em grande proporção, conforme pode ser visto nas micrografias das amostras 1250-30-01 e 1250-00-01 representadas nas figuras 4.21 a 4.24. A análise qualitativa por EDS indica partículas ricas em nióbio, e análises por PDAS, como os da figura 4.23, conduzem a um parâmetro de rede $a = 0,445\text{nm}$ intermediário entre o NbC e NbN, tendendo mais para o valor do parâmetro de rede do NbC (parâmetro de rede do NbC: $0,4455/0,4468\text{nm}$ e NbN: $0,4382/0,4392\text{nm}$). A medida do vetor da rede recíproca (g) é realizada entre diversos pontos do padrão de difração e faz-se uma média para minimizar o erro do cálculo. Nota-se, também, que picos de nitrogênio não foram obtidos em análise por EDS, e picos de carbono foram obtidos, algumas vezes com grande intensidade (figura 4.22b e 4.22d). Esses picos de carbono podem aparecer devido à composição da partícula, porém há uma grande contribuição do filme de carbono utilizado na extração da réplica. O fato de existirem nitretos não pode ser descartado, pois sendo o nitrogênio um elemento muito leve, se não há um bom alinhamento do feixe de elétrons em modo EDS pode ser difícil detectá-lo. Entretanto, como trabalha-se com temperaturas superiores a 1100°C , se faz necessário avaliar como irá se comportar o Nb nessas temperaturas. Para tanto, se constrói o diagrama de solubilidade para NbxC e NbN na austenita e relaciona-se com as temperaturas de trabalho. Estes diagramas são apresentados nas figuras 5.1 e 5.2 respectivamente.

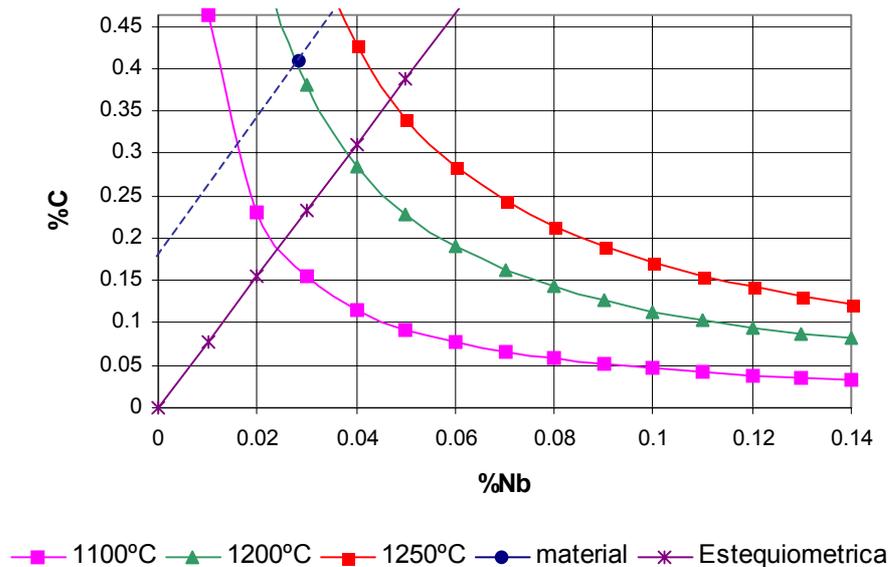


Figura 5.1 – Diagrama de solubilidade ilustrando os limites mútuos de solubilidade do nióbio e carbono a várias temperaturas, no campo austenítico. O ponto interceptado pela linha pontilhada representa a composição química do material relativa aos elementos relacionados.

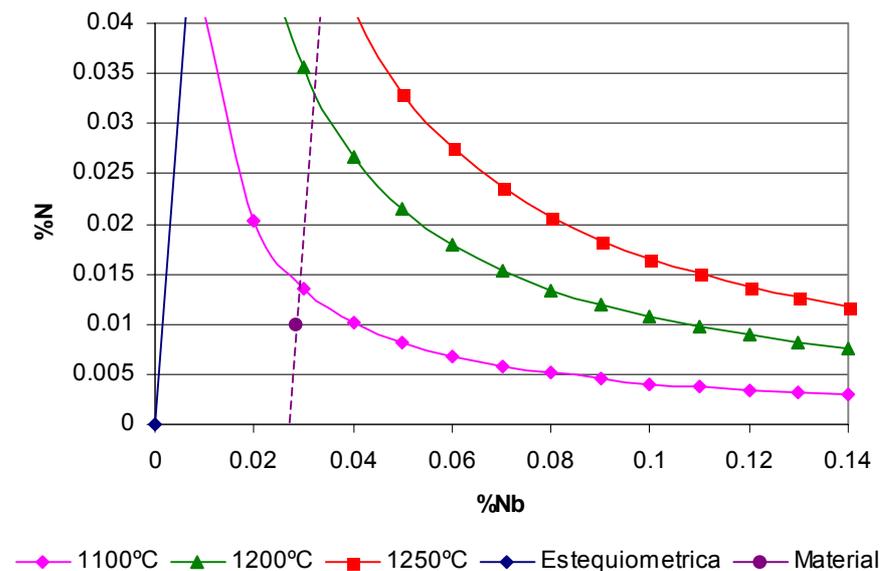


Figura 5.2 - Diagrama de solubilidade ilustrando os limites mútuos de solubilidade do nióbio e nitrogênio a várias temperaturas, no campo austenítico. O ponto interceptado pela linha pontilhada representa a composição química do material relativa aos elementos relacionados.

Assim, para a composição química do material, verifica-se que mesmo a temperaturas em torno de 1200°C o carboneto de Nb poderá aparecer precipitado na austenita, o que não acontece para o nitreto, o qual não apresenta teores suficientes de N e Nb para que venha a precipitar, mesmo a temperaturas inferiores a 1100°C. Sendo assim, podemos admitir que as partículas grandes, ricas em Nb são basicamente NbC, podendo haver formação de partículas um pouco complexas em

função da presença de outros elementos, como por exemplo o nitrogênio (NbCN). De acordo com a figura 5.2, para as temperaturas de pré-aquecimento utilizadas durante simulação termomecânica o nitrogênio estará totalmente dissolvido na matriz, logo, nitretos devem começar a se formar somente a temperaturas em torno de 1000°C. Sendo assim, estas partículas tendem a possuir tamanhos menores.

Amostras pré-aquecidas a 1250°C apresentaram também partículas menores, porém em pequena proporção, pois foram encontradas partículas de até 20nm, as quais segundo o modelo de Orowan-Ashby atuam efetivamente como ancoradoras de grão. Para essa temperatura, amostra deformada a 30% não demonstrou muita diferença em termos de tamanho e morfologia de partícula. Estas partículas estão presentes ao longo da microestrutura, sendo encontradas algumas vezes entre lamelas da perlita (figura 4.24) e, em sua maioria apresentam-se em forma de cubos com tamanhos superiores a 50nm.

A análise em amostras pré-aquecidas a 1100°C apresentou um tamanho médio de partícula inferior a 30nm, conforme se observa em micrografias das amostras 1100-00-01, 1100-30-01 e 1100-70-01. As amostras tipo lâmina fina (1100-00-01) comprovam a presença de carbonitretos em microestrutura lamelar e apresentam a presença de finas partículas que parecem ser provenientes de precipitação durante a transformação austenita-ferrita (figura 4.26). Partículas de até 20nm são analisadas por nanosonda EDS e apresentam picos de Nb pouco intensos, provavelmente devido a interferência da matriz (figura 4.25). Esses carbonitretos apresentam em sua maioria forma esférica e foram encontrados tamanhos muito próximos a 1nm (1100-30-01 e 1100-70-01). Partículas nessa dimensão, dependendo da fração volumétrica e distribuição, atuam eficientemente no aumento do limite de escoamento do material. A técnica de campo escuro é empregada com eficiência para observar essas partículas e, não acontecendo recristalização após a formação de precipitados induzidos por deformação, estes aparecem juntos a precipitados formados em contornos de grão. Pode ser percebido também, em algumas regiões, estruturas celulares de precipitados, os quais, segundo estudos de Thompson e Krauss [8] são definitivamente identificados como precipitados de subestrutura de deformação, ou seja, originados em contornos de subgrão e células de discordâncias. Isso pode ser visto nas micrografias em campo escuro apresentadas na figura 4.27, onde as partículas menores são provenientes das discordâncias da austenita, e as partículas de contorno de grão acabam por

coalescer, favorecidas pela maior difusão dessa região. São encontrados também, carbonetos de Nb muito grandes, com mais de 100nm de diâmetro, os quais possuem morfologias pouco diferentes. Essas partículas provavelmente se mantêm precipitadas durante simulação, pois apesar de se ter energia térmica suficiente para que sejam dissolvidas, o tempo para que isso ocorra é muito pequeno.

Analisando-se amostra 1100-70-01, é perceptível uma ampla distribuição de precipitados finos na grande maioria das réplicas observadas, visivelmente superior as amostras pré-aquecidas com a mesma temperatura e inferiores graus de deformação. Isso indica que o efeito da precipitação induzida por deformação teve um efeito significativo. A grande maioria das partículas encontradas para essa amostra tem seu tamanho e aspecto apresentado nas micrografias da figura 4.31. Em alguns locais observa-se partículas maiores que podem ser oriundas de contorno de grão (figura 4.30a) e, para um local particular da amostra observaram-se partículas muito grandes, as quais não chegam a entrar em solução durante a simulação, e aparecem em meio a precipitados provenientes das discordâncias da austenita na figura 4.30b.

Relação precipitação / limite de escoamento

Avaliando-se os resultados obtidos na tabela 4.1 em função da contribuição da precipitação de partículas ricas em Nb no limite de escoamento, é importante avaliar esta contribuição no limite de escoamento $\Delta\sigma_y$ em relação a partículas de vários tamanhos e fração volumétrica, conforme mostra a figura 5.3.

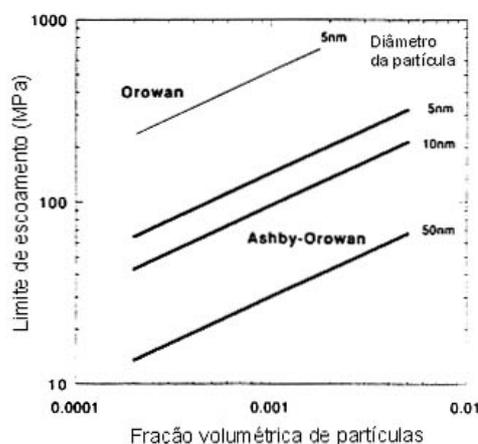


Figura 5.3 – Diagrama demonstrando a contribuição no limite de escoamento do material em função do tamanho e fração volumétrica da partícula de acordo com as relações estabelecidas por Orowan e Ashby-Orowan citado em [1].

De acordo com Gladman [1], a fração de partículas por unidade de área, também estendida para estimativa da fração volumétrica é

$$f = n_A * \pi x^2 / 4 \quad \text{Equação 5.1}$$

onde “n_A” representa o número de partícula por unidade de área e “x” o diâmetro médio da partícula. Sendo assim, conforme Ashby-Orowan, os resultados de estimativa de fração volumétrica mostraram-se relativamente significativos para a amostra 1100-30-01, acompanhados do diâmetro médio dos carbonitretos encontrados. Deve ser levado em conta o erro associado ao cálculo da fração volumétrica fundamentalmente pelo fato de ser estimada em amostras tipo réplica em filme de carbono. É importante ressaltar que muitos destes precipitados podem não ser extraídos no filme de carbono, ou até mesmo cair durante etapas de preparação da amostra. Sendo assim, o valor real da fração volumétrica provavelmente será maior que o estimado aqui.

A contribuição no limite de escoamento pode também ser estimada através da equação de Ashby-Orowan, sendo

$$\Delta\sigma_y (MPa) = (10,8 f^{1/2} / X) * (\ln(X / 6,125 * 10^{-4})) \quad \text{Equação 5.2}$$

onde “X” é o diâmetro tridimensional da partícula e é dado por $X = (3/2)^{1/2} x$ expresso em μm . Logo, para os dados encontrados na tabela 4.1, encontra-se os valores apresentados na tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Estimativa da contribuição no limite de escoamento em função das análises quantitativas em MET.

Nº da amostra	X médio (μm)	X max (μm)	$\Delta\sigma_y$ médio (Mpa)	$\Delta\sigma_y$ max (Mpa)
1100-30-01	0,02131	0,00122	20	63
1100-00-01	0,2449	0,00612	1,5	20
1250-00-01	0,1469	0,0244	1	5
1250-30-01	0,1224	0,0306	2	6
1100-70-01	0,0269	0,00245	12	50

Considerando-se a precipitação de partículas mais finas (1-3nm), pode-se ter endurecimento por precipitação com contribuição de até 60MPa para amostras pré-aquecidas a 1100°C.

Nesse caso, a equação de Hall-Petch apresentada no capítulo 2 recebe uma contribuição do endurecimento por precipitação e pode ser escrita como

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} + (10,8 f^{1/2} / X) * (\ln(X / 6,125 * 10^{-4})) \quad \text{Equação 5.3}$$

O efeito da densidade de discordâncias não foi investigado com maiores detalhes no MET, porém sabe-se que esta depende essencialmente da temperatura de transformação da austenita para ferrita. Em geral, a temperaturas mais baixas, altos teores de Mn e C (1,55 e 0,41% respectivamente), com Nb em solução sólida, seguidos de altas taxas de resfriamento resultam em substancial redução da temperatura de transformação. Sendo assim, para o material e processamento em questão, sugere-se uma significativa influência da densidade de discordâncias no endurecimento do material. Deve ser também considerado o efeito do endurecimento por solução sólida, o qual também produz uma contribuição no limite de escoamento, porém em menor proporção.

Dureza

Como o material em análise apresenta uma microestrutura complexa, heterogeneidade de deformação e tamanhos de grão que variam muito ao longo do CP, se faz necessário trabalhar com vários valores de dureza, determinados aqui como sendo “faixa de dureza”. Neste são feitas medições em diversos pontos e obtém-se uma média destas medidas. Dessa forma é possível se ter um valor mais próximo do real para efeito de comparação com o comportamento mecânico do material (limite de escoamento). Estes valores estão apresentados na tabela 4.2 para as diferentes condições de simulação termomecânica

Relação Dureza / tamanho de grão / precipitação

Para poder-se analisar melhor a relação entre a dureza e a precipitação se constrói diagramas que relacionam a dureza com temperatura de pré-aquecimento a diferentes taxas de resfriamento (figura 5.4).

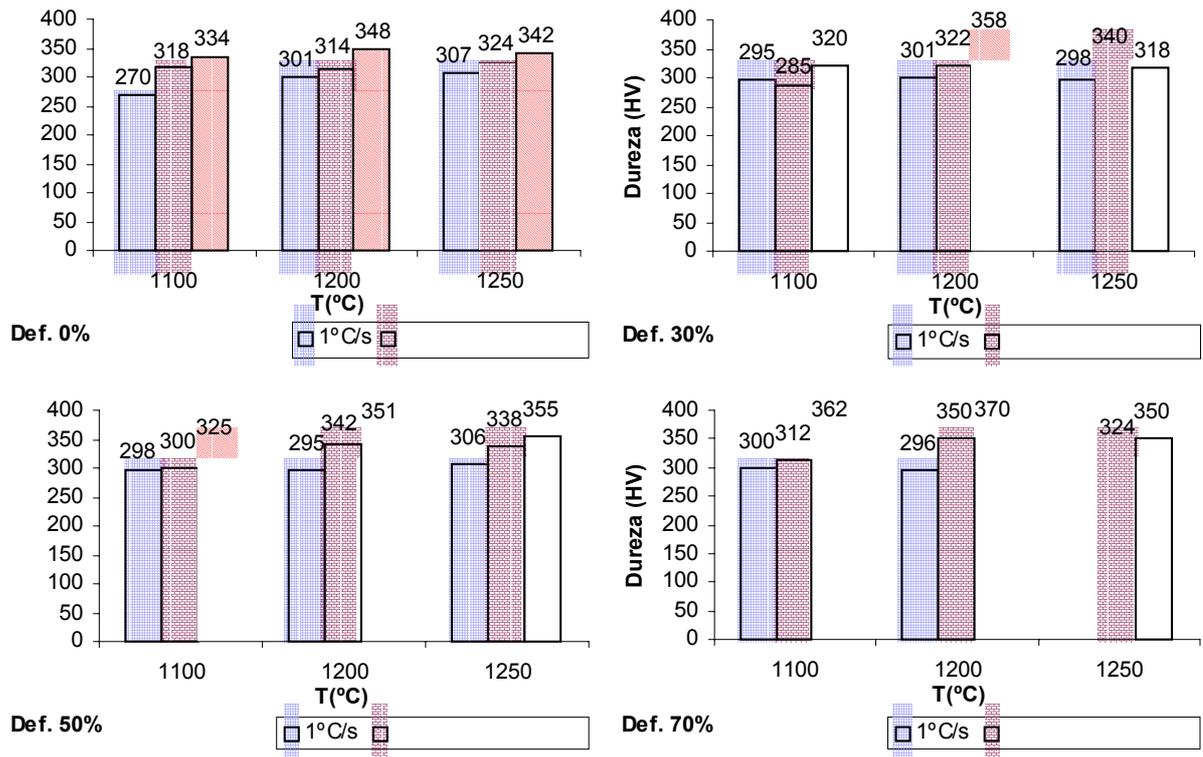


Figura 5.4 - Diagramas demonstrando a variação da dureza com a temperatura de pré-aquecimento a diferentes taxa de resfriamento, em cada grau de deformação a quente utilizado.

Diante dos resultados de dureza apresentados, se torna difícil ter informações nítidas quanto a influência da precipitação no endurecimento do material, pois este mecanismo fornecerá apenas uma das parcelas para o endurecimento do material. Era de se esperar, para uma significativa contribuição da precipitação, valores maiores de dureza para amostras mais deformadas, que apresentaram significativa precipitação induzida por deformação e também, para amostras pré-aquecidas a temperatura mais baixa, por apresentarem precipitação de partículas finas e em maior proporção. Entretanto, estes resultados esperados são mascarados por outros fatores que também influenciam na dureza como tamanho de grão, densidade de discordâncias, e principalmente a variação microestrutural apresentada pelo material. Dessa forma, para se obter maiores informações quanto ao efeito da precipitação nas propriedades, seria necessária a realização de ensaio de tração, tendo-se assim uma informação de comportamento do material em termos de volume.

O que é facilmente notado é a tendência de uma faixa de dureza maior para maiores taxas de resfriamento em praticamente todas as temperaturas e graus de deformação.

Relacionando resultados de tamanho de grão com resultados de dureza nota-se que as amostras pré-aquecidas a 1100°C apresentam dureza pouco menor que amostras pré-aquecidas a temperaturas mais elevadas, principalmente para taxas de resfriamento maiores. Isto leva a crer que, neste caso, o fator determinístico das diferenças de dureza consistem basicamente nos percentuais de bainita e algumas vezes, martensita presentes na microestrutura do material.

6. CONCLUSÕES

- 1) Foi constatada a presença de partículas ricas em Nb, comprovadas por nanosonda EDS e, através de análises por difração de elétrons. Conforme avaliações da solubilidade do Nb, C e N na austenita, pode-se dizer que partículas grandes consistem fundamentalmente de carbonetos de nióbio (NbC).
- 2) A temperaturas de pré-aquecimento para forjamento de 1100 °C as amostras apresentaram uma precipitação bem mais refinada e a precipitação induzida por deformação foi encontrada facilmente para amostras deformadas, com diâmetros inferiores a 20nm, muitas vezes chegando quase a 1nm. Isso ratifica a influência tanto no refinamento de grão, quanto no endurecimento por precipitação.
- 3) Em alguns casos, estes precipitados surgem em dimensões e quantidades suficientes para produzir endurecimento por precipitação do material. Baseando-se no modelo de Ashby-Orowan, pode-se produzir contribuição no limite de escoamento superior a 60 Mpa, de acordo com valores estimados para fração volumétrica.
- 4) O refino de grão é verificado para amostras pré-aquecidas a 1100 °C. O grão se torna fino ainda mais para amostras onde foram encontrados carbonitretos com tamanho e distribuição adequados para que ocorresse o refino do grão. Estes resultados conduzem a eficiente ação do Nb no refino de grão para amostras pré-aquecidas a 1100 °C.
- 5) A taxa de resfriamento consiste da variável fundamental na determinação das diferenças de faixas de dureza deste aço, pois atua diretamente no fator microestrutura.
- 6) As amostras que sofreram simulação termomecânica apresentaram um gradiente de deformação ao longo do CP, apresentando regiões extremamente deformadas e outras que praticamente não sofreram deformação. Sendo assim, o material possui variação de tamanho de grão, precipitação, densidade de discordâncias, e conseqüentemente, na dureza.

7) As investigações microestruturais apresentaram complexidade e grandes variações ao longo dos grãos, principalmente para análises por MET, onde se verificou presença de estruturas lamelares diversas, e fina precipitação de partículas em grãos ferríticos. O alto teor de enxofre adicionado ao aço para fins de usinabilidade, forma uma considerável quantidade de sulfetos (MnS).

8) A técnica de preparação de amostra por “Tripod Polisher” apresentou amostras com extensa área transparente ao feixe de elétrons e praticamente não apresentou desvio do feixe devido ao efeito magnético, mostrando-se uma excelente técnica para preparação de amostras de aço (magnéticas) para microscopia eletrônica de transmissão.

7. SUGESTÕES DE CONTINUIDADE

- Sugere-se uma avaliação por MET da precipitação em material bruto de laminação visando avaliar o comportamento dos precipitados anteriormente aos processos de simulação física na Gleeble. Desta maneira, podendo-se entender a presença de muitos precipitados coalescidos nos CP's simulados.
- No material analisado foram encontrados indícios de precipitação interfásica em algumas regiões. Assim, seria muito importante se comprovada a existência desse modo de precipitação, assim como a presença de precipitados provenientes de discordâncias da ferrita. Dessa forma seria possível fornecer informações mais detalhadas em relação a origem destes precipitados, os quais são os maiores contribuintes para o endurecimento do material.
- Sendo a densidade de discordâncias um dos grandes contribuintes para o endurecimento do material, seria de suma importância uma análise detalhada por MET da distribuição das discordâncias e quantificação da contribuição da densidade de discordâncias na equação de Hall-Petch.
- Outra informação importante seria quanto a verificação do comportamento do limite de escoamento para a precipitação nas amostras simuladas a diferentes condições. Para tanto se sugere a tentativa da extração de CP's de tração das amostras simuladas e avaliação do limite de escoamento em ensaio de tração convencional.
- A principal proposta seria a avaliação dos fenômenos de precipitação por MET, em garfos forjados na indústria com este mesmo material e avaliar as propriedades do componente em relação a aplicação que lhe cabe. Neste caso, caberia avaliar o efeito da precipitação e refino do grão no limite de escoamento e tenacidade do material.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) GLADMAN, T. **The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels**. The Institute of Materials, London, UK, 1997.
- (2) COHEN, M. ; HANSEN, S. S. **Microstructural Control in Microalloyed Steels**, Micon 78: Optimization of Processing. Properties, and Service Performance Through Microstructural Control. ASTM STP 672, Halle Abrams, G. N. Maniar, D. A. Nail, and H. D Solomon, Eds., American Society for Testing and Materials, 1979, pp. 34-52.
- (3) TITHER, G. **The Development and Applications of Niobium-Containing HSLA Steels**. HSLA Steels: Processing, Properties and Applications. Edited by G. Thiter and Z. Shouhua – The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 61-80. Niobium Products Company Inc. **Ver cidade, ver pais**, 1992.
- (4) METALS HANDBOOK. **Properties and Selection: Iron, Steels and High-Performance Alloys**. ASM International, Vol. 1, 10^o edition, 1990.
- (5) PALMIERE, E. J., GARCIA, C. I. D., DEARDO, A. J. **The Influence of Niobium Supersaturation in Austenite on the Static Recrystallization Behavior of Low Carbon Microalloyed Steels**. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 27A, pp. 951-960. Department of Materials Science and Engineering, University of Pittsburgh, PA, 1996.
- (6) SAGE, A. M. **An Overview of the use of Microalloys in HSLA Steels with Particular Reference to Vanadium and Titanium**. HSLA Steels: Processing, Properties and Applications. Edited by Geoffrey Tither and Zhang Shouhua. The Minerals, Metals & Materials Society, 1992, p.51 - 60.
- (7) KESTENBACH, H. J.; MORALES, E. V. **Transmission Electron Microscopy of Carbonitride Precipitation in Microalloyed Steels**. Acta Microscopica, Volume 7, Number 1. July, 1998, p.22 - 33.
- (8) THOMPSON, S. W. , KRAUSS, G. **Precipitation and Fine Structure in Medium-Carbon Vanadium and Vanadium/Niobium Microalloyed Steels**. Metallurgical Transactions A, volume 20A, november 1989. Department of Metallurgical and Materials Engineering, Colorado School of Mines, Golden, CO.
- (9) EDMONDS, D. **Precipitation in Microalloyed Higher Carbon Steels**. Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels. Edited by C. J. Van Tyne, G. Krauss, and D. K. Matlock. The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 111-125.
- (10) PEREIRA, L. C. **Relações Microestrutura-Propriedades Mecânicas de Aços Submetidos a Tratamentos Termomecânicos**. (COT-749-Notas de Aula). COPPE-EE / UFRJ, 1997.

- (11) MARDER, A. R. **Structure-Property Relationships in Ferrous Transformation Products**. Phase Transformation in Ferrous Alloys. Ed. A. R. Marder and J. I. Goldstein. The Metallurgical Society of AIME, 1984, p.11 - 41.
- (12) REPAS, P. E. **Metallurgical Fundamentals for HSLA Steels**. USS Technical Center, Monroeville, Pennsylvania, USA, pp. 3-14.
- (13) PICKERING, F. B. **Physical Metallurgy and Design of Steels**. Applied Science Publishers, Londres, 1984 pp.10-35, pp. 60-125.
- (14) BACKER, T. N. **Subgrain And Dislocation Strengthening in Controlled-Rolled Microalloyed Steels**. Proc. Of na Int. Conf. On Hot
- (15) CHARLEUX, M., POOLE, W. J., MILITZER, M. DESCHAMPS, A. **Precipitation behavior and its Effects on Strengthening of an HSLA-Nb/Ti Steel**. Metallurgical Transactions A, volume 20A, november 1989. The Centre of Metallurgical Process Engineering, University of British Columbia, Crolles, France.
- (16) GLADMAN, T. **Microalloyed Forging Steels – Solubility Revisited**. Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels. Edited by C. J. Van Tyne, G. Krauss, and D. K. Matlock. The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 3-16.
- (17) HERNANDEZ, C. A., MEDINA, S. F., MANCILLA, J. E., BLAZQUEZ, V. **Fundamentos metalúrgicos de los aceros microaleados**. Metal Madrid, 28 (6), pp. 369-382. Dpto. de Metalurgia, Ciudad Universitaria, México. Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid, Spain. Dpto. de Física UAP, Puebla, México. Dpto. de Siderurgia, Madrid, Spain, 1992.
- (18) SEROSH ENGINEER AND HUCHTEMANN, B. **Review and Development of Microalloyed Steels for Forging, Bars and Wires**. Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels. Edited by C. J. Van Tyne, G. Krauss, and D. K. Matlock. The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 61-78.
- (19) ANDREWS, K. W.; DYSON, D. J.; KEOWN, S. R. **Interpretation of Electron Diffraction Patterns**. 2nd ed. Plenum Press, New York, 1971.
- (20) WILLIAMS, D. B.; CARTER, C. B. **Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science**. Plenum Press, New York, 1996.
- (21) NAUNDORF, I. **Kunststoffe im Transmissions-Elektronenmikroskop**. Experimentelle Übungen. Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde - Universität Stuttgart.
- (22) ALWYN, E. **On the Principles of Operation of the Thermionic Electron Gun in Electron Microscopy**. Department of Materials Science and Engineering – Lehigh University, Bethlehem, Pennsylvania, USA. Acta Microscopica, volume 7, N° 1, July, 1998, pp. 16-21.
- (23) GOODHEW, P.; FRETWELL, A.; TANOVICIAN, B.; JONES, I.; GREEN, A.; BROOK, D. **Electron Diffraction**. MATTER, Materials Teaching Educational Resources. University of Liverpool. [On line]. URL: <http://www.matter.org.uk/diffraction/electron/default.htm>. 11.abr.2002.

- (24) EDINGTON, J. W. **Practical Electron Microscopy in Materials Science**. Van Nostrand Reinhold Company, New York, USA, 1976.
- (25) GOODHEW, P. J.; HUMPHREYS, F. J. **Electron Microscopy and Analysis**. 2nd ed. Taylor & Francis. London, New York, Philadelphia, 1988.
- (26) BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in Steels**. The Institute of Materials. 1 Carlton House Terrace, London SW1Y 5DB, 1992.
- (27) CHESCOE, D.; GOODHEW, P. J. **The Operation of the Transmission Electron Microscope**. Microscopy Handbooks 02. Oxford University Press, New York. Royal Microscopical Society, 1984.
- (28) LAGRECA, P. D., MATLOCK, D. K., KRAUSS, G. **Short-rod Fracture Toughness Testing of Microalloyed Steels as a Function of Sulfur and Intragranular Ferrite Content**. Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels. Edited by C. J. Van Tyne, G. Krauss, and D. K. Matlock. The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, pp. 357-374.
- (29) BHADESHIA, H. K. D. H. **Alternatives to the Ferrite-Pearlite Microstructures**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodriguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, Spain, 1998, pp. 39-50.
- (30) ABAD, R., LÓPEZ, B., GUTIERREAZ, I. **Combined Effect of Nb and Ti on the recrystallisation Behavior of Some HSLA Steels**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodriguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, 1998, pp. 167-174.
- (31) ONINK, M., HOOGENDOORN, Th. M., COLIJN, J. **Nb and the Transformation from Deformed Austenite**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodriguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, 1998, pp. 185-192.
- (32) THILLOU, V., HUA, M., GARCIA, C. I., PERDRIX, C., DEARDO, A. J. **Precipitation of NbC and Effect of Mn on the Strength Properties of Hot Strip HSLA Low Carbon Steel**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodriguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, 1998, pp. 311-318.
- (33) ZOU, H., KIRKALDY, J. S. **Niobium Carbide Precipitate Growth in a Microalloyed Steel**. Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 28, N° 2, pp. 171-177. Department of Material Science and Engineering. McMaster University, Hamilton, Canada, 1989.

- (34) MEDINA, S. F., QUISPE, A. **Influence of Strain on Induced Precipitation Kinetics in Microalloyed Steels**. ISIJ International, Vol. 36, N° 10, pp. 1295-1300. Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC). Madrid, Spain, 1996.
- (35) MEDINA, S. F., QUISPE, A. **Influence of Microalloy Type and Content on Induced Precipitation Kinetics in Microalloyed Steels**. Steel research 67, N° 6, pp. 257-262. Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC). Madrid, Spain, 1996.
- (36) ALOI, N. E., KRAUSS, D. K., VAN TYNE, C. J., CHENG, Y. W. **Hot Deformation, Microstructure, and Properties of Medium Carbon Microalloyed Forging Steels**. 36TH MWSP CONF. PROC., ISS-AIME, Vol. XXXII, pp. 201-213. Advanced Steel Processing and Products Research Center - Colorado School of Mines, Golden, Colorado. National Institute of Standards and Technology, Boulder, Colorado, 1995.
- (37) GLADMAN, T., MCIVOR, I. D., PICKERING, F. B. **Some Aspects of the Structure-Property Relationships in High-Carbon Ferrite-Pearlite Steels**. Journal of the Iron and Steels Institute, pp. 916-930. Spetial Steels Division, BSC, Divisional Research Department, **ver cidade, ver pais**, 1972.
- (38) TUKDOGAN, E. T. **Causes and Effects of Nitride and Carbonitride Precipitation During Continuous Casting**. 70TH Steelmaking Conference Proceedings, Pittsburgh, PA, pp. 61-75. Companhia Siderúrgica Belgo Mineira, Usina de Monleave, **ver cidade, ver pais**, 1987.
- (39) CAMPOS, S. da S. **Precipitação Fina de Carbonetos em Aço Comercial Microligado ao Nióbio e Titânio, com processamento Industrial de Laminação Para Tiras a Quente**. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais/UFSCAR, São Carlos, SP, 1998.
- (40) GUIJIN, W., JUN, C. **Calculation of Equilibrium Precipitation in Ti and Micro-Alloyed Steels**. HSLA Steels: Processing, Propretries and Applications. Edited by G. Thiter and Z. Shouhua – The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 197-200. Central Iron and Steel Research Institute, Ministry of Metallurgical Industry, Beijing, China, 1987.
- (41) BLECK, W., HULKA, K., PAPAMENTELLOS, K. **Alternatives to the Ferrite-Pearlite Microstructures**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodriguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, 1998, pp. 327-334.
- (42) KNEISSL, A. C., GARCIA, C. I., DEARDO, A. J. **Characterization of Precipitates in HSLA Steels**. HSLA Steels: Processing, Propretries and Applications. Edited by G. Thiter and Z. Shouhua – The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 99-105. Institute os Physical Mettallurgy and Materials Testing, University of Leoben, Austria. Department of Materials Science and Engineering, University of Pittsburgh, USA, 1992.

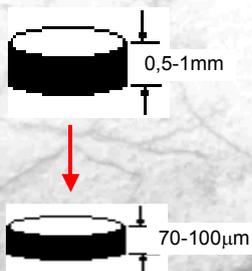
- (43) POTHIS, R. M., HIGGINSON, R. L., PALMIERE, E. J. **Complex Precipitation Behavior in a Microalloyed Plate Steel**. Department of Engineering Materials – The University of Sheffield, Sir Hadfield Building, Mapping Street, Sheffield, S1 3JD UK, 2000, pp. 147-151.
- (44) LEE, W. B., HONG, S. G., PARK, C. G., KIM, K. H., PARK, S. H. **Influence of Mo on Precipitation Hardening in Hot Rolled HSLA Steels Containing Nb**. Acta Metallurgica Inc. Published by Elsevier Science Ltd., pp. 319-324. Center for Advanced Aerospace Materials, Pohang University of Science & Technology, Pohang, Korea. Technical Research Laboratories, POSCO, Pohang, Korea, 2000.
- (45) NAYLOR, D. J. **Microalloyed Forging Steels**. Proceedings of the International Conference on Microalloying in Steels. Edited by J. M. Rodríguez-Ibabe, I. Gutiérrez, and B. López. Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) and Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Navarra, Spain, 1998, pp. 83-94.

ANEXO

Preparação de amostras para MET

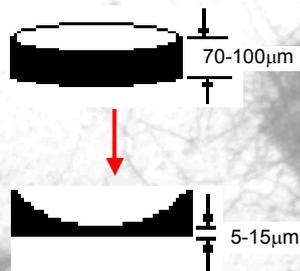
Lâmina Fina

1º) Pré-afinamento



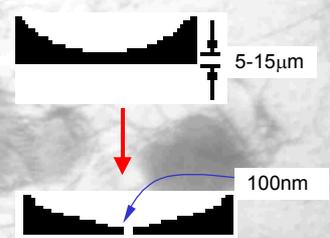
Disc Grinder

2º) Afinamento central



Dimple Grinder

3º) Furo



Ion Milling

Preparação de amostras para MET

Lâmina Fina

Tripod Polisher - afinamento



<15rpm

Montagem

Acabamento
Ion Milling

Aspecto final da amostra

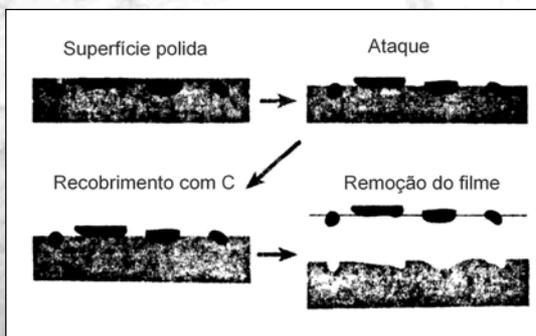
Região fina



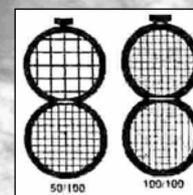
Anel de Cu

Preparação de Amostras para MET

Réplica



Remoção dos ppt's com o filme de C



Grids para capturar e sustentar a amostra