

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DA MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA INDUSTRIAL MECÂNICA

RENNAN MÜLLER
RODRIGO TREVISANI JUCHEN

EFEITOS DE TRANSFORMAÇÕES DE FASE NA RECRISTALIZAÇÃO
EM AÇOS BAIXO CARBONO

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2015

RENNAN MÜLLER
RODRIGO TREVISANI JUCHEN

**EFEITOS DE TRANSFORMAÇÕES DE FASE NA RECRISTALIZAÇÃO
EM AÇOS BAIXO CARBONO**

Trabalho apresentado ao curso de Engenharia Industrial Mecânica como requisito para a obtenção do título de bacharel pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Prof.^a Dr.^a Marjorie Benegra

CURITIBA

2015

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa “Efeitos de Transformações de Fase na Recristalização em Aços Baixo Carbono”, realizado pelos alunos Rennan Müller e Rodrigo Trevisani Juchen, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2; do curso de Engenharia Industrial Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof.^a Dr.^a Marjorie Benegra - Orientadora
Departamento, DAMEC da instituição UTFPR.

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli - Avaliador
Departamento, DAMEC da instituição UTFPR.

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova - Avaliador
Departamento, DAMEC da instituição UTFPR.

CURITIBA

07 DE JULHO DE 2015

RESUMO

Fenômenos como a recristalização e transformação de fases envolvem nucleação, crescimento de grãos e de fases, respectivamente. Ambos dependem da difusão, ou seja, do tempo, da temperatura e do potencial químico. Quando ocorrem simultaneamente nos metais, esses resultam em propriedades mecânicas diferentes do que as observadas quando os fenômenos ocorrem isoladamente. Por essa razão, o objetivo desse trabalho é estudar a recristalização em conjunto com as transformações de fase para aços baixo carbono; verificando os resultados dessa interação. Para a realização da pesquisa, amostras de aço baixo carbono previamente encruadas foram submetidas a quatro temperaturas de recristalização distintas (uma abaixo da temperatura eutetóide, outras duas próximas ao campo bifásico e a última na zona austenítica); posteriormente foram avaliadas as suas durezas e micrografias. Os resultados mostraram que quando a recristalização ocorre com a transformação de fase, a queda na dureza é menor do que quando a recristalização acontece isoladamente, abaixo da zona eutetóide. Isso é interessante em processos industriais onde não é desejada a queda na resistência mecânica obtida pelo encruamento.

Palavras Chave: Aços Baixo Carbono; Difusão; Nucleação; Recristalização; Transformação de Fase.

ABSTRACT

Phenomena such as recrystallization and phase transformation involve nucleation and grain growth steps, respectively. Both depend on diffusion, in other words, time, temperature and chemical potential. When both, recrystallization and diffusion, occur on metal at the same time, different mechanical properties rather than those observed when each phenomena occurs singly. Therefore, the purpose of this research is to study the recrystallization in conjunction with the phase transformation on low carbon steels, analyzing the results of this interaction. For this research, previously strain hardened low carbon steel samples were submitted to four different recrystallization temperatures (first one to below the eutectoid temperature, two other to next to the two-phase field and the last one in the austenitic zone); and after the process was complete, the samples were submitted to hardness and micrographs evaluation. The results showed that when recrystallization occurs in conjunction with phase transformation, the drop in hardness is lower than when recrystallization occurs alone, below the eutectoid zone. These results are interesting to industrial process where the decrease in strength obtained by hardening is not wanted.

Keywords: Low Carbon Steel; Diffusion; Nucleation; Recrystallization; Phase Transformation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Diagrama de transformação isotérmica de um aço hipoeutetóide. Nesse gráfico as siglas representam o tipo da estrutura encontrada, sendo F-Ferrita, A-Austenita, P-Perlita, M-Martensita, C-Cementita. Algumas siglas possuem indicações de onde se inicia transformações para a fase (i) ou termina (t)..... | 17 |
| Figura 2 - Evolução da temperatura necessária para o início da recristalização em relação a porcentagem de trabalho a frio. | 19 |
| Figura 3 - Variações de propriedades mecânicas em decorrência do a do trabalho a frio. | 20 |
| Figura 4 - Diagrama do Ferro-Carbono com indicações das regiões de recozimento completo e subcrítico..... | 23 |
| Figura 5 – Diagrama para auxiliar a compreensão da sequência das etapas de preparação das amostras utilizadas nesta pesquisa..... | 32 |
| Figura 6 – Representação do material utilizado na pesquisa junto de suas dimensões e da esquematização das divisões dos cortes para as amostras. As linhas horizontais indicam o local aproximado do corte e cada segmento foi indicado com um número. | 33 |
| Figura 7 – Diagrama de temperatura por concentração de carbono no ferro. Linhas horizontais tracejadas indicam a posição do tratamento térmico de cada grupo que são interceptadas por uma linha vertical, que representa aproximadamente a concentração de carbono do material utilizado na pesquisa..... | 34 |
| Figura 8 - Ilustração em corte da peça metálica embutida no centro da baquelite. O eixo do prego se encontra paralelo ao eixo Y da imagem. | 35 |
| Figura 9 - Metalografia de uma das amostras do grupo R950 com ampliação de 200x. Nela é possível verificar grãos claros, de ferrita, e grãos mais escuros, de perlita. Um círculo representa a linha utilizada para a contagem dos grãos que a interceptam e no centro o raio do mesmo..... | 37 |
| Figura 10 – Metalografias de uma amostra do Grupo EF e duas do R600 com ampliação de 200x. A imagem dividida em três regiões limita a área da amostra em estado de fornecimento à esquerda das duas com tratamento térmico a 600 °C, à direita. Aparentemente não há distinção notável entre o alongamento dos grãos de ferrita entre as amostras (região mais clara). | 38 |

| | |
|---|----|
| Figura 11 – Metalografias de uma amostra do Grupo R700, à esquerda, e do grupo R800, à direita, com ampliação de 200x. Os cristais de ferrita (região clara) parecem estar maiores no lado esquerdo e alguns alongados em uma direção preferencial..... | 39 |
| Figura 12 – Metalografia de uma amostra do grupo R950 com ampliação de 500x. Região clara representa os grãos de ferrita e as escuras de perlita. Algumas regiões demasiadamente claras são reflexos..... | 41 |
| Figura 13 – Comparativo entre as microestruturas de cada grupo, obtidas nas metalografias com ampliação de 500x. No topo da imagem é descrito o grupo que pertence cada metalografia, respectivamente em cada coluna. É possível visualizar a mudança na forma e tamanho dos grãos ferríticos em tons mais claros que são evidenciados por estruturas com alta concentração de carbono, em preto. | 42 |
| Figura 14 - Exemplo de uma impressão de dureza dada pelo microdurômetro em uma das amostras do Grupo R600. | 43 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 1 - Dureza das fases e microestruturas encontradas em aços baixo carbono [7]..... | 12 |
| Tabela 2 - Comparativo de propriedades mecânicas de um metal baixo carbono de mesma composição química, mas com estados diferentes de encruamento. Tabela adaptada [5]..... | 20 |
| Tabela 3 – Correlações para tamanhos de grãos considerando grãos uniformes, sem orientação preferencial e equiaxiais [21]..... | 31 |
| Tabela 4 – As divisões dos grupos criadas para desenvolver a pesquisa. Os nomes dos grupos representam o tipo do estado que se encontram (R-Recozimento e EF-Estado de Fornecimento) seguido por dígitos numéricos, indicando a temperatura do tratamento. Os valores na linha da Quantidade de Amostras indicam quantos segmentos de pregos, de 2 a 5 (representados na Figura 6), cada grupo recebeu. | 33 |
| Tabela 5 – Resumo da análise das imagens metalográficas com uma aproximação da quantidade e do tamanho dos grãos em cada estado da microestrutura e a média das durezas, junto do decréscimo da dureza dos grupos tratados em relação ao Grupo EF. O tamanho médio do grão é obtido através de recomendações da norma ASTM [21]..... | 42 |
| Tabela 6 - Média das diagonais principais encontradas para cada grupo..... | 43 |
| | |
| Tabela A 1 - Resultados integrais das medições de durezas realizadas nas amostras desta pesquisa. | 46 |
| Tabela A 2 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 200x. | 48 |
| Tabela A 3 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 500x. | 49 |
| Tabela A 4 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 1000x. | 50 |

SUMÁRIO

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 10 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... | 11 |
| 2.1 | AÇOS BAIXO CARBONO | 11 |
| 2.1.1 | Decomposição e Formação da Austenita | 13 |
| 2.2 | TERMODINÂMICA | 14 |
| 2.2.1 | Estado de Equilíbrio | 15 |
| 2.3 | DIFUSÃO..... | 15 |
| 2.4 | DISCORDÂNCIAS | 17 |
| 2.4.1 | Encruamento..... | 18 |
| 2.5 | RECOZIMENTO | 21 |
| 2.5.1 | Tipos de Recozimento | 22 |
| 2.6 | EFEITOS DO TRATAMENTO TÉRMICO..... | 24 |
| 2.6.1 | Alívio de Tensões..... | 24 |
| 2.6.2 | Recuperação | 24 |
| 2.6.3 | Recristalização | 25 |
| 2.6.4 | Crescimento de Grão..... | 28 |
| 2.7 | ANÁLISE DO TAMANHO DE GRÃOS..... | 29 |
| 3 | MATERIAIS E MÉTODOS | 32 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 38 |
| 5 | CONCLUSÕES..... | 44 |
| 6 | SUGESTÕES DE TRABALHOS..... | 45 |
| | ANEXO A – RESULTADOS INTEGRAIS DAS ANÁLISES REALIZADAS NAS AMOSTRAS | 46 |
| | ANEXO B – PROCEDIMENTOS DOS CÁLCULOS ESTATÍSTICOS | 51 |
| | REFERÊNCIAS | 52 |

1 INTRODUÇÃO

Com as características de alta deformabilidade, os aços com concentrações de carbono inferiores a 0,30 %, são amplamente utilizados em diversos setores e das formas mais diversas. Normalmente esse tipo de aço passa por procedimentos metalúrgicos que causam mudanças na sua microestrutura e conseqüentemente nas suas propriedades mecânicas, como na de dureza e tenacidade [1].

Em muitos casos é essencial ter o conhecimento da evolução estrutural do aço, tanto em processos de conformação mecânica quanto os de tratamento térmico, para obter as propriedades mecânicas desejadas. Na conformação mecânica, o aço passa por deformações plásticas que geram o acúmulo de discordâncias no material, obtendo assim um material encruado e por conseqüência com maior dureza. Certas vezes o tratamento térmico é empregado para reverter às propriedades adquiridas na conformação mecânica [2].

Dentre os tratamentos térmicos existentes, fenômenos de transformação de fase e recristalização podem estar presentes nos aços encruados. Como as variáveis mais importantes, tempo e temperatura, devem ser devidamente controladas nas operações de tratamento térmico, os seus efeitos também devem estar devidamente conhecidos e comprovados para se adquirir o melhor aproveitamento de recursos [2].

Um ponto curioso é que tanto os fenômenos de transformação de fase e de recristalização são regidos pelas mesmas variáveis, mas existem poucas informações dessa interação. Entre revistas científicas internacionais e arquivos disponíveis em bibliotecas foi encontrada apenas uma referência que aborda uma simulação em Aços *Dual-Phase*.

Nessa simulação é relatado que existe influência da transformação de fase junto da recristalização, gerando desvios nas propriedades mecânicas e nos tamanhos finais de grão [3].

O objetivo principal dessa pesquisa é verificar, com ensaios reais e de forma estatística, as mudanças que as transformações de fase trazem ou não sobre a recristalização, quando ocorrem em conjunto.

Essa investigação é realizada através de procedimentos de tratamento térmico em diferentes temperaturas, mas mantendo o tempo de uma hora fixo. As amostras analisadas tem sua origem de pregos, os quais passaram por procedimentos de trefilação e estão altamente encruadas. Verificações nas metalografias e medidas de dureza foram realizadas para cumprir com o objetivo principal.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Como a manipulação de aços $Fe - C$ é comum e existem informações suficientes em várias condições de tratamento térmico e de conformação mecânica convencionadas, a revisão bibliográfica será desenvolvida em torno das ligas ferrosas metálicas $Fe - C$; focando nos aços com quantidades inferiores a 0,30 % de carbono.

2.1 AÇOS BAIXO CARBONO

Os aços baixo carbono possuem a composição básica de ferro com adições de carbono. Essas ligas contêm entre 0,05% e 0,30% de carbono e dureza Vickers entre 100 e 170 (dureza para um material que não passou por mecanismos de endurecimento). Esses aços normalmente são aplicados quando a ductilidade e a plasticidade são mais importantes que altas tensões de escoamento e dureza, possibilitando assim, de serem trabalhados mais facilmente tanto a frio quanto a quente do que aços que suportam maiores esforços [4].

O ferro puro, até a temperatura de 910 °C exibe a configuração cúbica de corpo centrado e é denominado de ferro alfa. Acima dessa temperatura e até 1400 °C apresenta a configuração cúbica de face centrada, e passa a ser conhecida como ferro gama [5].

Quando se adiciona carbono ao ferro, ocorrem modificações nas temperaturas das transformações alotrópicas, porque o carbono atua como um estabilizante do ferro gama. Com o carbono presente no material, uma nova combinação aparece, o carboneto de ferro, ou também conhecido como cementita. Esse novo microconstituente possui 6,7% de carbono [5].

Composições de ferro e de carbono podem apresentar uma distribuição homogênea na fase sólida, denominada austenita. A austenita permanece homogênea e estável em altas temperaturas. Se a temperatura for gradativamente diminuindo, modificações ocorrem na estrutura até a temperatura de 723 °C, abaixo disso a estrutura tende a se manter estável. A solubilidade máxima de carbono na austenita é de 2,08% em 1148 °C e decresce até 723 °C com a solubilidade de 0,8%. A diferença entre as solubilidades máximas do carbono na austenita devido à temperatura, durante um resfriamento, se difunde nos contornos dos grãos de austenita e se precipita na forma de carbonetos de ferro. Quando o ferro gama, contido na estrutura da austenita, atinge a temperatura de 723 °C em um resfriamento ao ar parado, passa para a sua forma ferro alfa, no ponto do eutetóide [5] [6].

A solubilidade de carbono no ferro alfa é quase nula em condições normais do ambiente, sendo 0,02% na temperatura próxima de 723 °C, essa fase de ferro alfa com baixa solubilidade de carbono se denomina ferrita. Como o carbono é um átomo relativamente menor que o do ferro, ele pode ser encontrado intersticialmente na estrutura. Devido essa baixa solubilidade e o excesso de carbono, ocorre o aparecimento de lamelas intercaladas de ferro alfa e carbonetos, essa intercalação lamelar é conhecida também como perlita [5] [6].

A nucleação da perlita aparece primeiramente nos contornos de grão, por essa região ser a mais energeticamente favorável do que as regiões com grãos. Mais detalhadamente, quando acontece a formação da cementita, a região próxima a ela, passa a ficar pobre em carbono, atingindo níveis suficientemente baixos para que camadas de ferrita se formem. Assim a ferrita crescerá, mas aparecerá um ponto de crescimento, em que ao redor da ferrita, terá quantidade de carbono suficiente para que uma nova camada de cementita se forme. Sucessivamente essas ações se repetem formando a perlita. A ferrita pode coexistir junto da austenita em temperaturas logo acima de 723 °C e tende a precipitar, nos resfriamentos, pelos contornos dos grãos de austenita. Aços de baixo carbono e em temperatura ambiente que foram resfriados lentamente são constituídos de ferrita e de perlita. Os carbetos de ferro são extremamente duros e quanto maior a concentração deles na liga, mais duro será o material [5] [6].

A austenita tem a estrutura cúbica de face centrada e esse é o fator responsável pelo aumento significativo de solubilidade do carbono. A cementita, também encontrado como Fe_3C , possui um cristal de estrutura ortorrômbica com 12 átomos de ferro e quatro de carbono por célula. A solubilidade do carbono é desprezível nessa estrutura [6].

A dureza de alguns tipos de fases encontradas em aços baixo carbono é listada na **Tabela 1**.

Tabela 1 - Dureza das fases e microestruturas encontradas em aços baixo carbono [7].

| Tipo da Fase | Dureza (HV) |
|--------------------------------|--------------------|
| Ferrita Pura | 70 |
| Perlita Fina (Aço 1080) | 400 |
| Cementita Pura | 800 |

Fonte: ASM Metals HandBook, IV Heat Treating, 1991

Quando ocorre uma transformação de fase, pelo menos uma fase nova surge com propriedades diferentes da anterior. As transformações acontecem gradativamente, com o aparecimento de várias pequenas partículas da nova fase que aumentam de tamanho até atingirem o equilíbrio. Uma transformação pode ser dividida em dois estágios, a nucleação, que ocorre a formação de novos núcleos, e o crescimento, onde os novos núcleos se desenvolvem [8].

Tratamentos térmicos podem desencadear transformações de fase na liga metálica. Enquanto sólido, existem duas transformações estruturais, uma em que ocorre a transformação entre perlita e austenita e outra entre a ferrita e austenita. Essas transformações ocorrem aproximadamente em $723\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ para uma liga $Fe - C$ com 0,10% de carbono. A fase com apenas austenita na estrutura persiste até aproximadamente $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ [5] [8].

Dependendo da velocidade de resfriamento dos aços-carbono, podem-se obter diferentes composições das fases, como a perlita, bainita e a martensita. A forma instável da austenita (martensita), em aços com até 0,30% de carbono são muito difíceis ou impossíveis de conseguir sem comprometer a estrutura do objeto [3] [8].

No sentido do aquecimento dos aços hipoeutetóides, as transformações de fase são as mesmas do que no resfriamento, mas na ordem reversa. Quando aquecido além dos $723\text{ }^{\circ}\text{C}$, tem-se a perlita se transformando em austenita, que é o ferro alfa se transformando no ferro gama e o carbono se difundindo nesse. Primeiramente existe uma região onde coexiste tanto a ferrita quanto a austenita, isso acontece porque a perlita se decompõe mais facilmente pela diferença química das regiões intercaladas de carbono e ferrita. Cada grão de perlita transformar-se-á em um pequeno grão de austenita. Em certo ponto de aquecimento, existirá apenas austenita, quando todo o ferro alfa se transforma em ferro gama e recebe o carbono das áreas vizinhas. A nucleação da austenita, basicamente, depende do tempo e da temperatura [3] [5].

2.1.1 Decomposição e Formação da Austenita

Esse tópico aborda mais detalhadamente as transformações difusionais envolvendo a austenita. Essas transformações difusionais ocorrem por fenômenos de nucleação e crescimento de uma nova fase [9].

Para qualquer análise, é importante ter o conhecimento de como que se encontram as condições iniciais do metal trabalhado e por quais processos ele é exposto, porque esses

influenciam a difusão e por consequência modificam a formação da ferrita, cementita e perlita em vários aspectos, como a morfologia, tamanho e fração volumétrica ocupada [9].

Partindo do estado homogêneo da austenita, tanto pela composição química como pelos aspectos microestruturais (tamanho e forma dos grãos) em um suposto tratamento térmico, seguido de um resfriamento ao ar, transformações de fase começam a acontecer pelo fenômeno da nucleação. A nucleação tende a estabilizar novamente o metal pelo aparecimento de um novo núcleo constituído de uma fase diferente da qual ele está envolvido. As transformações são desencadeadas pela diferença de energia do material entre o estado de equilíbrio e o seu atual estado, quanto maior essa diferença, maior será a energia livre para formar interfaces entre a matriz atual do material e a nova fase nucleada. Com a nucleação o material diminui a energia interna, tendendo assim a encontrar um novo estado de equilíbrio [9].

Os novos núcleos podem aumentar a estabilidade do metal pelo crescimento ou sendo absorvidos por outros grãos, isso dependerá se atingiram ou não o tamanho mínimo ou o tamanho crítico. Se o tamanho do grão é superior ao tamanho crítico, este tende a crescer e a absorver os grãos menores e isso faz com que a energia livre do sistema diminua. Quanto maior for a diferença do estado atual do material entre o estado de equilíbrio, menor será o tamanho crítico. É proposto pela teoria clássica da nucleação que oscilações atômicas podem criar núcleos em escala atômica a qualquer momento e se as condições não forem favoráveis, ele voltará para a condição anterior [9].

Outro fenômeno difusional que ocorre é o crescimento de grão. Para o crescimento acontecer, redistribuições entre os solutos (ferrita e cementita) formados, em meio à austenita, são necessários. Com a temperatura diminuindo abaixo da temperatura de equilíbrio da austenita o coeficiente de difusão diminui e a força motriz para a difusão aumenta [9].

2.2 TERMODINÂMICA

Processos termodinâmicos estão presentes tanto nas transformações de fase quanto na recristalização. As transformações de fase no estado sólido são desencadeadas pela energia livre de Gibbs, energia da superfície das novas fases e pela energia interfacial entre as diferentes fases, dada essa última tanto pela diferença entre os volumes específicos e a resistência em se manter na fase em que esta. [10].

Uma importante variável que deve ser lembrada é o tempo, que é uma forma de medir um movimento. Onde se pode quantificar o quanto um determinado fenômeno ou ação

transcorreu. Correlaciona mudanças entre estados e eventos. Processos metalúrgicos envolvem controle do tempo [10].

2.2.1 Estado de Equilíbrio

Naturalmente os átomos buscam estados de menor energia por meio de reações químicas ou rearranjos em sólidos cristalinos. Um material pode ser considerado em equilíbrio quando ele está em um estado estável nas condições atuais do meio, ou seja, se as condições externas não se alterarem, a energia livre interna no material deve se manter e nenhuma alteração deverá acontecer, independentemente do tempo [11].

Para alterar o estado do material, energia deve ser fornecida ao sistema para assim provocar a agitação dos átomos, tornando-a suficiente para que as disposições se alterem e possíveis reações ocorram. Ao ganhar energia na forma de calor, a energia interna do material cresce. Quando o material tem maior energia livre, é mais fácil para as atuais ligações interatômicas se desfazerem, ou por esforço externo ou por demasiada agitação atômica. Com o aumento da temperatura, o material pode atingir um estado ativado, conhecido também como ativação térmica, e o material é assim submetido a realizar transformações de fase para buscar um estado mais estável. A velocidade em que as reações ocorrem depende da quantidade de energia livre disponível, sendo exponencialmente proporcional ao aumento dessa energia [8] [11].

Todas as etapas de tratamentos térmicos, nas quais ocorrem mudanças de fase e de posições dos átomos, são normalmente motivadas pela energia interna armazenada, ou por ações de encruamento ou pelo aumento da entalpia, nas quais os grãos buscam entrar no estado mais estável possível [12].

2.3 DIFUSÃO

A difusão é uma migração de um átomo de um local para outro. Nos sólidos eles estão em constante movimento. Para um átomo se mover é necessário ter um local adjacente vazio e o átomo deve ter energia suficiente para quebrar a ligação com seus átomos vizinhos e provocar uma distorção na rede para executar o seu deslocamento. Quanto maior a energia interna de um átomo, maior é a chance de ele quebrar a barreira que o impede de se difundir [8].

As transformações de fase e o crescimento de grão acontecem pela difusão dos átomos próximos aos contornos de grãos. A difusividade, ou a taxa de difusão, é maior próximo à superfície de um grão do que no seu interior, porque nos contornos existem mais espaços disponíveis para o movimento atômico, ou seja, a difusão ocorre mais facilmente nas regiões onde existe maior quantidade de energia livre. Defeitos cristalinos também contribuem na difusividade [11] [12].

Usualmente a difusão pode ocorrer de duas formas, uma é quando um átomo com raio relativamente menor, o qual consiga ocupar posições intersticiais na rede, passa a se mover entre uma posição intersticial para outra. Essa difusão é conhecida como difusão intersticial. Outro tipo de difusão é quando próximo ao átomo existe uma vacância e ele migra pra essa região (difusão substitucional). No caso de uma liga $Fe - C$, o carbono tem quase a metade do raio atômico do ferro [8].

No crescimento de grão pela difusão, envolve tanto a transferência atômica quanto a redistribuição de elementos na vizinhança. A difusão depende da taxa em que os átomos se movimentam na interface do grão. Quando uma região tende a apresentar uma composição uniforme em uma dada temperatura, a taxa de difusão diminui, por não haver energia livre suficiente para os átomos conseguirem romper barreiras de migrações da região vizinha. O crescimento de grão depende tanto da difusibilidade quanto das condições intergranulares. Difusão é maior influenciada por quanto maior a temperatura e o gradiente do potencial químico, ou seja, quanto maior a temperatura do material e quanto maior a diferença de concentrações químicas mais facilmente a difusão irá ocorrer [9] [13]

O resfriamento das amostras após tratamentos térmicos, em meios que aceleram o seu resfriamento, fazem diminuir o tempo em que fenômenos difusionais ocorrem, podendo modificar a estrutura final da amostra. Na **Figura 1**, exibem as curvas de transformações de resfriamento os quais um aço hipoeutetóides pode sofrer dependendo do tempo de resfriamento.

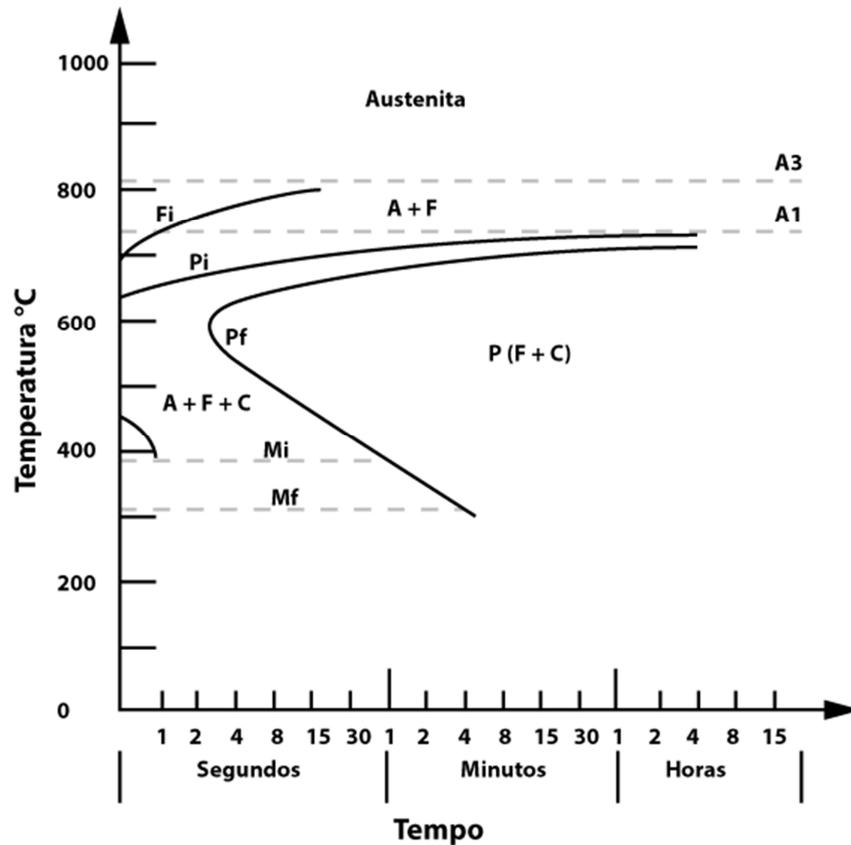


Figura 1 - Diagrama de transformação isotérmica de um aço hipoeutetóide. Nesse gráfico as siglas representam o tipo da estrutura encontrada, sendo F-Ferrita, A-Austenita, P-Perlita, M-Martensita, C-Cementita. Algumas siglas possuem indicações de onde se inicia transformações para a fase (i) ou termina (t)
 Fonte: Chiaverine, Tecnologia Mecânica, V. III, 1986. Adaptado [14].

2.4 DISCORDÂNCIAS

As discordâncias são defeitos de linha de não equilíbrio que ocorrem quando um material recebe energia mecânica suficiente para que um processo cisalhante movimente um plano de átomos, esse plano deslocado nomeia-se plano deslizante. Entre uma cadeia deslocada e outra que não se deslocou, formam-se novas discordâncias, que contribuem para o aumento da energia interna armazenada no material [12].

A energia exigida para a deformação plástica é equivalente a energia necessária para deslocar toda uma cadeia atômica simultaneamente. Quanto menor a quantidade de discordâncias, maior é a quantidade de planos sem defeitos e maiores são as cadeias atômicas. Aquecendo-se o material, pode-se reduzir a quantidade de energia mecânica necessária para a movimentação de discordâncias sobre um plano de deslizamento. Pressionando uma

discordância sobre uma cadeia de átomos mais estáveis com energia suficiente, essa ocupa o espaço desta, ficando a discordância em um estado mais estável e a cadeia deslocada passa a ser a discordância [1] [12].

A quantidade de discordâncias alteram diversas propriedades do material, como limite de escoamento, limite de resistência mecânica, dureza e resistividade elétrica [1].

2.4.1 Encruamento

Existem várias formas de endurecer um metal e o principal objetivo do endurecimento é aumentar a resistência mecânica à deformação plástica. Um dos métodos mais comuns de endurecimento utilizados é dificultar a movimentação das discordâncias e o movimento das discordâncias pode ser limitado por vários obstáculos, como o refino de grão, a solução sólida, precipitados, precipitados ou por outras discordâncias [5] [12].

O mecanismo de endurecimento a frio, no qual ocorrem deformações dos grãos e essas permanecem e onde se aumentam o número de discordâncias para ao mesmo tempo dificultar o movimento das mesmas, é conhecido como encruamento. O encruamento é o acúmulo de discordâncias durante a deformação plástica no material. Quase todo material metálico pode ter a resistência mecânica aumentada por esse procedimento. Na deformação plástica as discordâncias se movimentam e aumentam de quantidade e quanto maior a interação delas entre si, maior é a dificuldade de conseguir aumentar a resistência à deformação plástica pelo trabalho a frio. Podem-se combinar os mecanismos de endurecimento para aumentar ainda mais a resistência mecânica do material, como adicionar elementos de liga para também dificultar a movimentação das discordâncias. O encruamento é obtido em processos industriais de conformação mecânica que modificam as dimensões e a forma de um objeto, controladamente, por um esforço mecânico. Esse esforço mecânico é uma deformação plástica realizada abaixo da temperatura de recristalização e causa possíveis orientações cristalinas predominantes em uma mesma direção. Sendo assim, o encruamento e a porcentagem de trabalho a frio estão interligados e a temperatura de recristalização varia conforme a porcentagem de trabalho a frio, como mostrado na **Figura 2** [1] [12].

A temperatura de recristalização é a temperatura em que ocorre a completa recristalização em uma hora de tratamento térmico em uma temperatura que dependem da composição química do material e das condições da microestrutura [8].

O encruamento altera no material a quantidade de discordâncias, a dureza, o limite de escoamento e as dimensões da peça. Propriedades como a resistência à tração, limite de

escoamento, a dureza, a fragilidade e a resistência elétrica aumentam com o encruamento e a estrição, alongamento, a permeabilidade magnética, a resistência à corrosão e a densidade diminuem [15] [5].

Modificações que a quantidade de trabalho a frio modifica no material são exibidas nas **Figura 2 e Figura 3**.

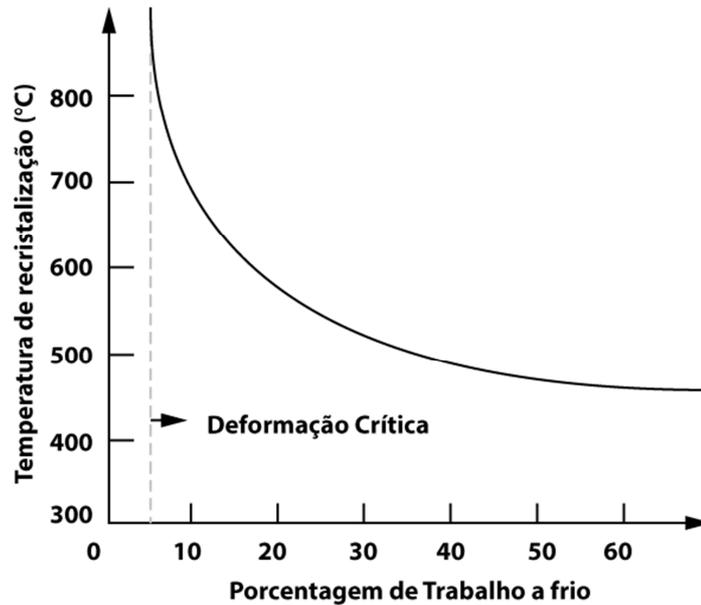


Figura 2 - Evolução da temperatura necessária para o início da recristalização em relação a porcentagem de trabalho a frio.

Fonte: Callister, Ciência e Engenharia dos Materiais, 2008. Adaptado [8].

Na **Figura 2** observa-se que a temperatura de recristalização tende a variar muito pouco com o aumento da porcentagem de trabalho a frio [8].

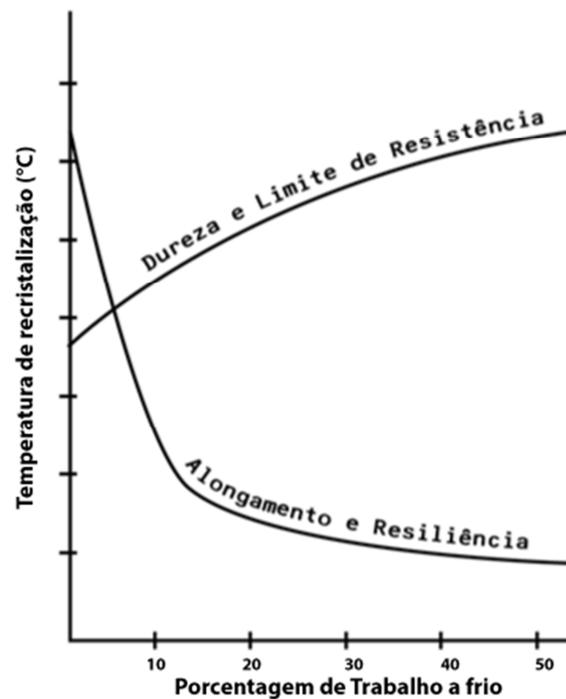


Figura 3 - Variações de propriedades mecânicas em decorrência do a do trabalho a frio.
Fonte: Colpaert, Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns, 1974. Adaptado [5].

Quando deformações são superiores a 15%, deixam vestígios visíveis ao microscópio, com grãos alongados no sentido paralelo ao esforço de tração ou perpendicularmente ao esforço de compressão [5].

Exemplos de algumas propriedades que se alteram devido ao encruamento podem ser encontradas na **Tabela 2**.

Tabela 2 - Comparativo de propriedades mecânicas de um metal baixo carbono de mesma composição química, mas com estados diferentes de encruamento. Tabela adaptada [5].

| | Estado Recozido | Estado Encruado (50% de trabalho a frio) |
|-----------------------------|-----------------|--|
| Resistência à Tração | 40 kg/mm^2 | 70 kg/mm^2 |
| Dureza Vickers | 105 | 210 |

Fonte: Colpaert, H. Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns. 3. ed, 1974.

2.5 RECOZIMENTO

O recozimento é um tratamento térmico que consiste em aquecer o aço até um patamar de temperatura, administrando-a por certo período de tempo, que variam de acordo com o tipo do material, as condições de sua microestrutura, elementos de liga e o objetivo dos efeitos do tratamento térmico. Após o tratamento, as peças são resfriadas lentamente, ao ar quiescente ou dentro dos fornos. Esse processo é utilizado com o objetivo de reverter e homogeneizar as propriedades do aço que foram alteradas por processos de conformação mecânica ou em outros tratamentos térmicos, normalmente é uma técnica utilizada para aumentar a ductilidade. Comercialmente é bastante utilizado para restaurar a ductilidade de um metal tenha passado por severas deformações a frio [9] [16].

Existem alguns fatores que devem ser considerados para assegurar a qualidade do tratamento térmico [16]:

- Aquecimento: O aquecimento deve ser uniforme e homogêneo para evitar distorções das propriedades e visuais da peça.
- Temperatura de recozimento: Para cada finalidade existe uma melhor temperatura para o recozimento.
- Tempo de manutenção da temperatura: é recomendado para cada centímetro de espessura da peça, 20 minutos de permanência na temperatura do tratamento para garantir homogeneidade de temperatura ao longo de toda .
- Atmosfera do forno: Em fornos abertos, a carepa e a descarbonetação são eventos frequentes.
- Esfriamento lento: É comum resfriar as peças dentro dos fornos pelo menos até o término da decomposição da austenita. Quando não é possível usar o forno para essa atividade, as peças são mantidas em locais para tal ou cobertas com um material isolante, como a areia.

Esse tratamento também é indicado para facilitar novos trabalhos a frio e melhorar a condutividade elétrica. No recozimento devem-se ser levadas em conta as temperaturas críticas de aquecimento e resfriamento. Para o aquecimento e o resfriamento, possuem cada, duas temperaturas, a inferior e a superior. Por exemplo, em um aço 1010, essas temperaturas são de aproximadamente 725 °C e 875 °C para o aquecimento e 680 °C e 850 °C no resfriamento. Essas temperaturas indicam mudanças de fase envolvendo a fase da austenita. Mudanças na composição do metal alteram essas temperaturas descritas. Essencialmente

existem três faixas de temperatura para o recozimento, uma abaixo da temperatura inferior crítica, outra entre as temperaturas críticas inferior e superior e a última acima da temperatura crítica superior [7] [8].

2.5.1 Tipos de Recozimento

Os recozimentos podem ser divididos em três categorias. A primeira é o recozimento subcrítico. Esse recozimento é escolhido quando a austenitização não é desejável, para não acontecer redistribuições dos elementos da liga. Se o material receber um tratamento de curto tempo, a sua ductilidade pode ser levemente manipulada, mas se o tempo do tratamento for longo, a dureza pode cair significativamente. A manutenção do tempo e da temperatura podem fazer o material passar de uma simples recuperação, passando também pela recristalização e atingindo o crescimento de grão. Após trabalhos a frio, quando se tem o objetivo da recristalização, essa é a temperatura escolhida para o tratamento térmico [7] [9].

O outro tipo de recozimento é o intercrítico, que é um recozimento realizado entre as temperaturas críticas superior e inferior. Nessa faixa de temperaturas existe a coexistência, em equilíbrio, das fases de ferrita e da austenita. Em temperaturas superiores da temperatura inferior, a solubilidade do carbono sobe abruptamente, mas, se o período do tratamento térmico for curto ou se a temperatura for próxima da temperatura crítica inferior, podem existir carbonetos que não se dissolveram [7].

O terceiro e último tipo é o recozimento supercrítico, conhecido também como recozimento pleno ou completo, é realizado acima da temperatura crítica superior, onde ocorre a completa austenitização do material, se for um aço hipoeutetóide [7].

Para ocorrer o recozimento pleno, é necessário que a microestrutura fique estável e homogênea na zona austenítica. Normalmente a completa austenitização necessita permanecer por uma hora no forno na temperatura indicada, variando para o tipo e espessura de aço. A cada 25,4 *mm* de espessura no material é indicado uma hora no forno [7].

A região de recozimento pleno pode ser identificada na **Figura 4**, junto das linhas de transformações de fase, A1 e A3.

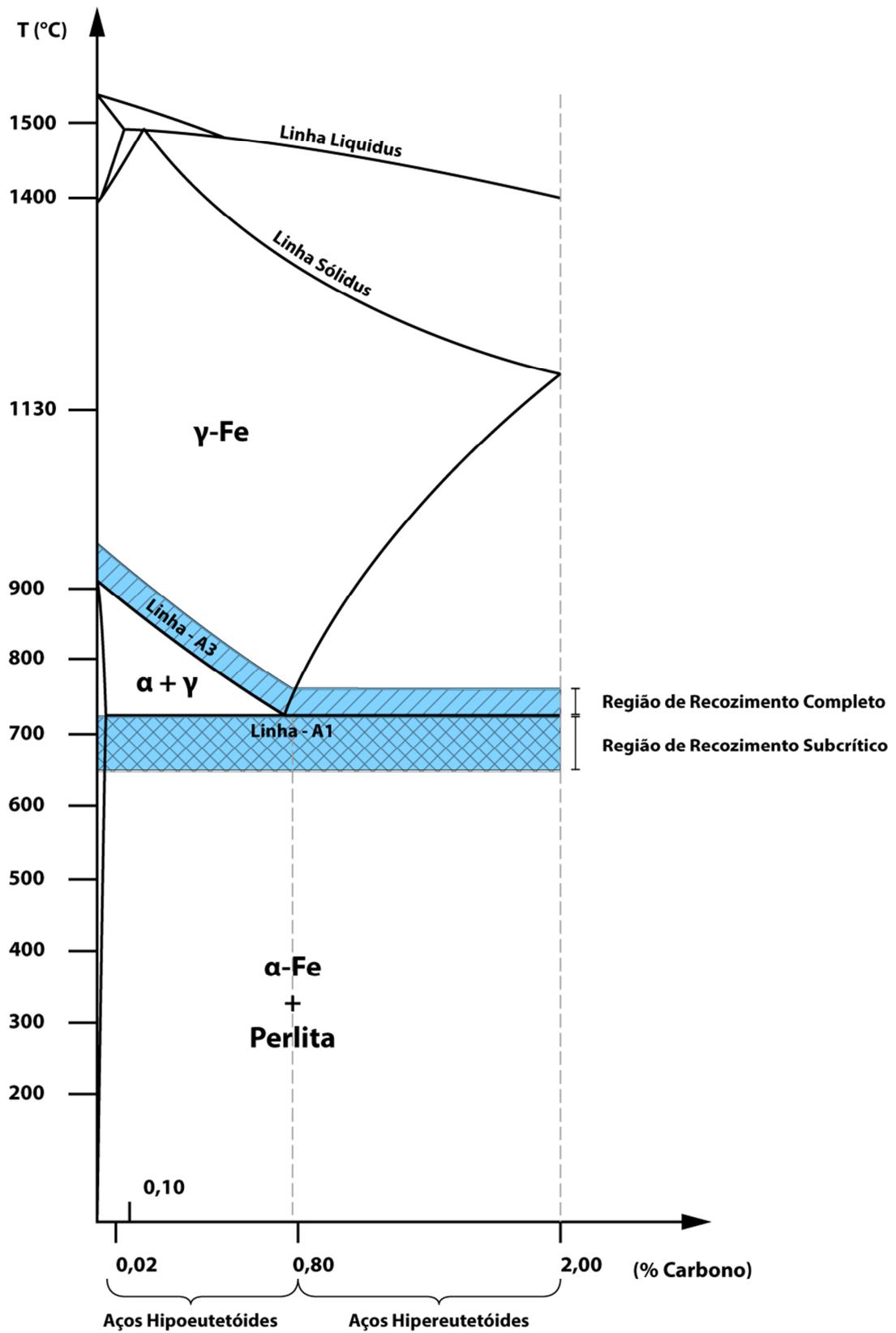


Figura 4 - Diagrama do Ferro-Carbono com indicações das regiões de recozimento completo e subcrítico.
Fonte: ASM, IV Heat Transfer, 1991 [7]. Adaptado.

2.6 EFEITOS DO TRATAMENTO TÉRMICO

Durante processos de conformação mecânica dos metais, tensões residuais se acumulam, podendo prejudicar as propriedades desejadas no material nas etapas seguintes da fabricação de peças. Para resolver ou amenizar esse inconveniente, tratamentos térmicos são empregados de acordo com cada tipo de liga, tamanho das peças e as condições estruturais que o metal apresenta. O tratamento térmico de recozimento, em metais encruados, altera a microestrutura ao longo do processo. O controle do tratamento térmico é importante para obter a propriedade final desejada, tendo em vista que algumas propriedades mecânicas são dependentes dos processos mecânicos anteriormente realizados sobre o material. As alterações aparecem principalmente pela diminuição da densidade das discordâncias, pela diminuição da energia acumulada, pela recuperação e recristalização [15].

2.6.1 Alívio de Tensões

O alívio de tensões é recomendado para se evitar possíveis empenamentos no material, diminuindo-se as tensões residuais internas. O tratamento térmico utilizado para o alívio das tensões normalmente é o recozimento subcrítico. Com essa técnica consegue-se aliviar tensões internas sem alterar significativamente as propriedades como a ductilidade e a microestrutura [8].

Os materiais metálicos podem ser deformados plasticamente até um limite sem fraturarem, mas em alguns processos de manufatura, é necessária a continuidade de deformações no objeto trabalhado para atingir o formato final. Para dar continuidade aos trabalhos a frio precisa-se reverter o estado do material, até atingir condições estruturais semelhantes anteriores das deformações sofridas. Etapas de tratamentos térmicos adequados são adicionadas para aliviar as tensões residuais internas, variando o tratamento de acordo com cada tipo de liga e com o resultado final desejado [7].

2.6.2 Recuperação

A etapa de recuperação é enfatizada em tratamentos de recozimento de curtos períodos de tempo ou em temperaturas baixas, onde a dureza é praticamente inalterada. Aqui existem alguns rearranjos atômicos para posições mais estáveis. Nessa etapa a dureza não diminui significativamente [7] [17].

Na recuperação, que ocorre a partir de temperaturas próximas de 20% da temperatura de fusão do material (aproximadamente 300 °C para os aços hipoeutóides), as tensões internas caem rapidamente e acontece um pequeno rearranjo de discordâncias, onde as cadeias atômicas buscam uma configuração mais estável, com poucas modificações estruturais. Os fenômenos ocorridos tendem a aliviar modificações oriundas da deformação plástica [1] [8].

A restauração parcial da microestrutura, vinda da deformação plástica, varia com o tipo de material e a sua pureza, a quantidade de encruamento e a temperatura e o tempo do tratamento térmico. A recuperação e a recristalização são fenômenos concorrentes, que quanto maior o encruamento do material mais facilmente a recristalização pode acontecer [15].

2.6.3 Recristalização

A Recristalização é a formação de um novo conjunto de grãos livres de tensão e com dimensões aproximadamente iguais em todas as direções com baixa densidade de discordâncias. Esse fenômeno é maior motivado pela diferença na energia interna entre uma região deformada plasticamente e outra não deformada [8].

Após a recristalização, as estruturas dos novos cristais são muito semelhantes entre si, mas com orientações diferentes. Esse fenômeno ocorre predominantemente na região de concentração de discordâncias, nos limites dos planos que deslizaram e nos limites dos contornos de grão [7] [10].

A recristalização em metais que foram trabalhados a frio pode provocar diversas mudanças nas propriedades mecânicas, como na dureza, tensão de escoamento, mudança na orientação dos cristais e nas características magnéticas [17].

Esse fenômeno pode ser descrito como uma microestrutura que passa por um conjunto de alterações, decorrentes de um tratamento térmico, onde os grãos formados estão com a menor energia acumulada e a recristalização pode ser interpretada como a eliminação de defeitos na microestrutura pela migração de contornos de altos ângulos [15].

Uma necessidade para o material recristalizar é ele estar previamente encruado, ou seja, o material deve ter energia acumulada em defeitos cristalinos, como as discordâncias. A liberação dessa energia é diretamente relacionada com a recristalização, onde, durante um tratamento térmico, forma-se um novo arranjo de grãos mais estáveis e com menor quantidade de imperfeições cristalinas; uma estrutura com menor energia livre acumulada em seu interior. Os defeitos cristalinos se extinguem principalmente pelo processo de migração dos contornos

de grão sobre as áreas encruadas. Estipula-se o fim da recristalização, quando os grãos recém-formados se encontram [5] [15].

Para se iniciar a recristalização, o material deve permanecer em altas temperaturas e deve estar suficiente encruado e se a temperatura ou a deformação plástica não forem suficientes, o material pode apresentar apenas a recuperação [7].

O início da recristalização se caracteriza pela mudança do padrão alinhado da microestrutura e tende a um padrão isotrópico. Novos núcleos ou pequenos aglomerados atômicos aparecem e crescem com a migração dos seus contornos, recebendo preferencialmente átomos vizinhos dos grãos mais deformados e se rearranjam em regiões livres de deformações [15] [5].

Quando o material está encruado e atinge a temperatura de recristalização, ocorre uma forte mudança na microestrutura, os grãos deformados sofrem nucleações e o material tende a recuperar todas as propriedades anteriores da deformação por conformação. A nucleação da ferrita é ativada termicamente e a taxa de nucleação é maior quanto maior a energia de deformação armazenada na matriz. A ferrita possui diferentes velocidades de recristalização e nas interfaces de uma região recristalizada e outra deformada, essa velocidade é maior. Formações de austenita diminuem esta velocidade de recristalização [3] [8].

Quanto mais distúrbios no material e regiões mais instáveis, maior será a tendência e a espontaneidade de ocorrer o aparecimento de núcleos de recristalização e mais fina será a granulação. Em temperaturas superiores a temperatura de recristalização da ferrita (550 °C), a influência da quantidade de encruamento deixa de influenciar na ativação deste processo [5].

De acordo com o Callister, 2008 [8, p. 145] “A recristalização prossegue mais rapidamente nos metais puros do que nas ligas. Durante a recristalização, ocorre o movimento dos contornos de grão à medida que os novos núcleos de grãos se formam e então crescem. Acredita-se que os átomos de impurezas se segregam preferencialmente e interagem com esses contornos de grão recristalizados e aumenta a temperatura de recristalização, algumas vezes de maneira bastante substancial.” [1].

Com o aumento da taxa de aquecimento, aumenta a temperatura de nucleação da recristalização, podendo formar austenita antes da completa recristalização, se atingir a temperatura de austenitização. Altas taxas de aquecimento também provocam a nucleação e crescimento atípicos da austenita e a diminuição do tamanho final do grão de ferrita [18] [19].

Resumidamente as associações da recristalização são:

- A dureza do metal, quando passa pelos efeitos da recristalização, diminui rapidamente [17].
- Mais facilmente ocorre a recristalização com o aumento do trabalho a frio [20].
- O aumento do encruamento proporciona a aproximação de contornos de grão do mesmo grão (estreitamento), sendo assim, menor a necessidade de energia térmica para ocorrer à nucleação de grãos [10] [17].
- Liberação da energia armazenada durante o encruamento (principalmente na diminuição dos defeitos cristalinos do tipo discordâncias) [15].
- Diminuição da resistividade [15].
- Matriz encruada facilita o movimento dos contornos de grão por já estarem em uma condição de não equilíbrio [15].
- Contornos de alto ângulo possuem alta mobilidade na matriz encruada [15].
- Grãos começam a desenvolver o seu tamanho em regiões livres de defeitos [15].
- A recristalização pode ser considerada concluída quando os novos grãos formados se encontrem entre si [15].
- A recristalização é um processo regido pelos fenômenos da nucleação e crescimento desses núcleos [15].
- A nucleação da recristalização forma regiões livres de defeitos pelo rearranjo das discordâncias [15].

Simulações de interações da transformações de fase e da recristalização em aços *dual-phase* indicam que, durante o tratamento térmico de recozimento intercrítico a formação da austenita, nas regiões perlíticas e com maiores concentrações de carbono, ocorre mais rapidamente do que a recristalização da ferrita. A austenita, pela maior concentração de carbono em sua estrutura, possui alta capacidade de se desenvolver e tende a crescer, absorvendo grãos menos estáveis de ferrita ao seu redor e envolvendo os demais. A ferrita que ainda não recristalizou e esta envolvida pela austenita perde seu potencial de nucleação, podendo permanecer assim durante todo o tratamento térmico. No lugar de ocorrer a recristalização, o grão tende a desenvolver seu crescimento. Se um grão já recristalizado de ferrita for envolvido pela austenita, a região recristalizada tem maior facilidade de se

austenitizar. Nessa situação acontece uma concorrência de região recém recristalizada de ferrita e da possível austenitização dessa mesma região. Contornos de ferrita recristalizada favorecem a nucleação da austenita e essa por consequência ajuda a estabilizar a microestrutura, diminuindo o processo de crescimento de grão, resultando em uma estrutura de grãos menores. Uma consequência dessa competição, entre uma região de ferrita permanecer recristalizada e outra se transformar em austenita, é a mudança na dureza final, porque a recristalização tende a diminuir a dureza enquanto a transformação de fase tende a estabilizar a microestrutura, diminuindo esse efeito de perda da dureza [3].

2.6.4 Crescimento de Grão

Durante o tratamento térmico, a etapa de crescimento de grão pode aparecer na manutenção da temperatura e a microestrutura ainda não está totalmente estabilizada. Essa etapa, usualmente indesejável, é basicamente quando os grãos aumentam de tamanho e diminuem a sua quantidade em volume constante, diminuindo assim a área total dos contornos de grão. Recozimentos em temperaturas mais baixas tendem a priorizar os efeitos causados na recuperação [8] [15].

Em comparativo com a recristalização, o crescimento de grão necessita de cem vezes mais energia livre para ser ativado termicamente. Matrizes com heterogeneidade de tamanho do grão, dispersão de partículas e a espessura da amostra modificam o seu crescimento [15].

Sem atingir a temperatura de fusão, o crescimento de grão se inicia quando a microestrutura possui energia livre suficiente para desencadear esse fenômeno. O crescimento de grão não necessita da nucleação para ocorrer e os grãos mais estáveis atuam como núcleos. Os grãos maiores, mais estáveis crescem com a absorção dos grãos menores, por uma migração dos contornos dos grãos numa escala atômica. Assim como na recristalização, o crescimento do grão é uma etapa termicamente ativada, com a diferença que neste o número de contornos de grãos também alteram o comportamento do crescimento [7] [12].

Núcleos formados na transformação de fase que não atingem tamanho suficiente costumam ser absorvidos pelos grãos maiores e mais estáveis por difusão. Um grão cresce até encontrar o contorno de outro grão que teve crescimento bem sucedido. As fronteiras de grãos são denominadas de defeitos interfaciais, que separam grãos com diferentes orientações [11].

Em geral, existem vários fatores que atuam como variáveis das etapas dentre a recuperação e o crescimento de grão, sendo elas a condição inicial de encruamento, temperatura e tempo do tratamento térmico, tamanho inicial dos grãos e elementos de liga.

Quanto maiores às temperaturas e maior o tempo do tratamento térmico, mais grosseira será a granulação. Quanto mais grosseira for a granulação, maiores serão as concentrações de impurezas nos contornos de grão, fazendo com que esse material fique mais frágil [5].

2.7 ANÁLISE DO TAMANHO DE GRÃOS

Uma característica que se altera na microestrutura durante os tratamentos térmicos de recozimento é a forma e o tamanho dos grãos. A análise do tamanho dos grãos pode ser feita pelas orientações dadas na norma ASTM–E112.

Essa norma aconselha realizar a contagem através dos contornos de grão através de imagens metalográficas. Nas imagens, os contornos de grãos devem estar suficientemente para conseguir identifica-los [21].

Para realizar a contagem, uma linha teste, de tamanho conhecido, deve ser traçada sobre a imagem. O número de intersecções, entre os contornos de grão e a linha teste, gera o valor para determinar o tamanho do grão [21].

A linha teste pode ter o formato de círculo ou de segmento de reta. O formato de círculo é aconselhado para eliminar resultados tendenciosos quando os grãos estão alongados em um sentido preferencial. A linha deve seguir alguns procedimentos, como nunca ser menor que o maior grão observado, a área para a contagem deve ser escolhida aleatoriamente e recomenda-se ter no mínimo 35 intercepções por linha teste. No caso do círculo, deve-se fazer uma marca onde se iniciou a contagem para evitar contar a mesma intercepção mais de uma vez [21].

Uma intersecção é caracterizada pelo ponto onde a linha teste corta um contorno de grão. Existem algumas formas que a linha teste pode interceptar o grão e isso altera a forma da contagem. Quando a linha intercepta visivelmente a região mediana de um grão ou exatamente a ponta do grão, considera-se 0,5. Quando a linha tangencia o grão, o valor 1,0 é atribuído na contagem. Quando aparentemente intercepta uma região com o encontro de três grãos, considera-se 1,5. Se em uma matriz com grãos com formatos irregulares onde um grão é interceptado mais de uma vez pela mesma linha, considera-se uma nova contagem [21].

O valor da contagem de intercepções e o comprimento da linha teste são substituídos nas fórmulas, também disponíveis na norma. As fórmulas (2.1), (2.2) e (2.3) determinam o número de grãos interceptados por unidade de comprimento, o tamanho do grão e a quantidade de grãos por área, respectivamente [21].

$$\bar{N}_L = \frac{N_I}{L} \quad [mm^{-1}] \quad (2.1)$$

$$G = 6,643856 \times \log_{10}(\bar{N}_L) - 3,288 \quad (2.2)$$

$$\bar{N}_A = 10^{\frac{G+2,954}{3,321928}} \quad [gr\tilde{a}os/mm^2] \quad (2.3)$$

O \bar{N}_L representa a quantidade de intercepções por milímetro, N_I a quantidade total de intercepções na contagem e L o comprimento da linha teste. O G indica o tamanho do grão, que pode ser também relacionado na **Tabela 3**, e \bar{N}_A é a quantidade de grãos por unidade de área [21].

Tabela 3 – Correlações para tamanhos de grãos considerando grãos uniformes, sem orientação preferencial e equiaxiais [21].

| Tamanho do Grão | \bar{N}_A [grãos/mm ²] | (área média) | (diâmetro médio) | \bar{N}_L [mm ⁻¹] |
|-----------------|--------------------------------------|--------------|------------------|---------------------------------|
| 00 | 3,88 | 258064 | 508,0 | 2,21 |
| 0,0 | 7,75 | 129032 | 359,2 | 3,12 |
| 0,5 | 10,96 | 91239 | 302,1 | 3,72 |
| 1,0 | 15,50 | 64516 | 254,0 | 4,42 |
| 1,5 | 21,92 | 45620 | 213,6 | 5,26 |
| 2,0 | 31,00 | 32258 | 179,6 | 6,25 |
| 2,5 | 43,84 | 22810 | 151,0 | 7,43 |
| 3,0 | 62,00 | 16129 | 127,0 | 8,84 |
| 3,5 | 87,68 | 11405 | 106,8 | 10,51 |
| 4,0 | 124,00 | 8065 | 89,8 | 12,50 |
| 4,5 | 175,36 | 5703 | 75,5 | 14,87 |
| 5,0 | 248,00 | 4032 | 63,5 | 17,68 |
| 5,5 | 350,73 | 2851 | 53,4 | 21,02 |
| 6,0 | 496,00 | 2016 | 44,9 | 25,00 |
| 6,5 | 701,45 | 1426 | 37,8 | 29,73 |
| 7,0 | 992,00 | 1008 | 31,8 | 35,36 |
| 7,5 | 1402,90 | 713 | 26,7 | 42,04 |
| 8,0 | 1984,00 | 504 | 22,5 | 50,00 |
| 8,5 | 2805,80 | 356 | 18,9 | 59,46 |
| 9,0 | 3968,00 | 252 | 15,9 | 70,71 |
| 9,5 | 5611,60 | 178 | 13,3 | 84,09 |
| 10,0 | 7936,00 | 126 | 11,2 | 100,00 |
| 10,5 | 11223,20 | 89,1 | 9,4 | 118,90 |
| 11,0 | 15872,00 | 63,0 | 7,9 | 141,40 |
| 11,5 | 22446,40 | 44,6 | 6,7 | 168,20 |
| 12,0 | 31744,10 | 31,5 | 5,6 | 200,00 |
| 12,5 | 44892,90 | 22,3 | 4,7 | 237,80 |
| 13,0 | 63488,10 | 15,8 | 4,0 | 282,80 |
| 13,5 | 89785,80 | 11,1 | 3,3 | 336,40 |
| 14,0 | 126976,30 | 7,9 | 2,8 | 400,00 |

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado para o estudo é uma liga $Fe - C$ com aproximadamente 0,08% de carbono na composição. Esse metal é proveniente do corte de pregos da empresa Gerdau com as seguintes dimensões $3.3/4\text{ pol} \times 7\text{ BWG}$, sendo as dimensões dadas em polegadas inglesas por *Birmingham Wire Gauge* ($95,250\text{ mm} \times 4,032\text{ mm}$). Os pregos são fabricados por trefilação a frio, que é um método de conformação mecânica que deixa o material altamente encruado; e com os grãos alongados no mesmo sentido do eixo do prego. Detalhes mais profundos da composição química do prego não foram disponibilizados pela empresa.

Diversos equipamentos foram utilizados para alcançar as condições de comparação e de observação entre os pregos, como a cortadeira, os fornos, a embutidora, as máquinas de lixar, a politriz, o microscópio óptico e o durômetro. Foram utilizadas folhas de lixas resistentes à água com granulometrias de 80, 150, 320, 400, 600 e 1200 da empresa 3M e alumina de $1\ \mu\text{m}$ para o polimento. Para evidenciação dos grãos, foi aplicado nital de concentração de 2%. O resumo da sequência de preparação pode ser observada no diagrama apresentado na **Figura 5**.

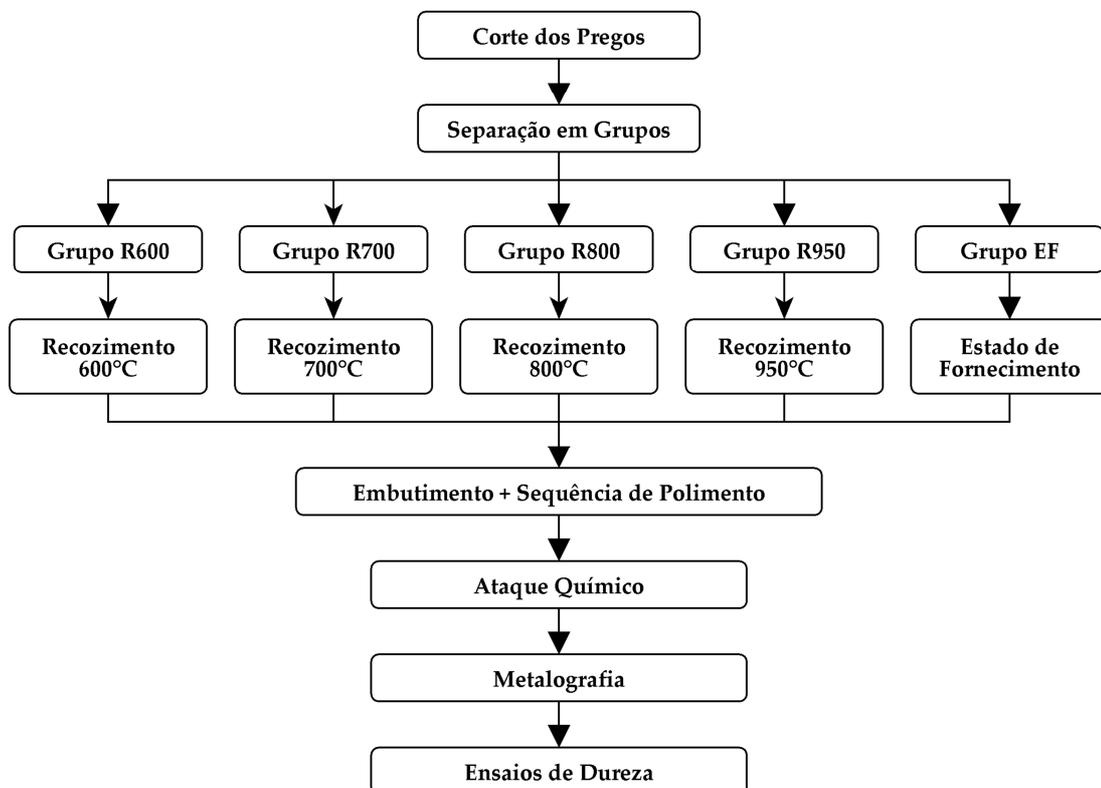


Figura 5 – Diagrama para auxiliar a compreensão da sequência das etapas de preparação das amostras utilizadas nesta pesquisa.

Fonte: Autoria Própria.

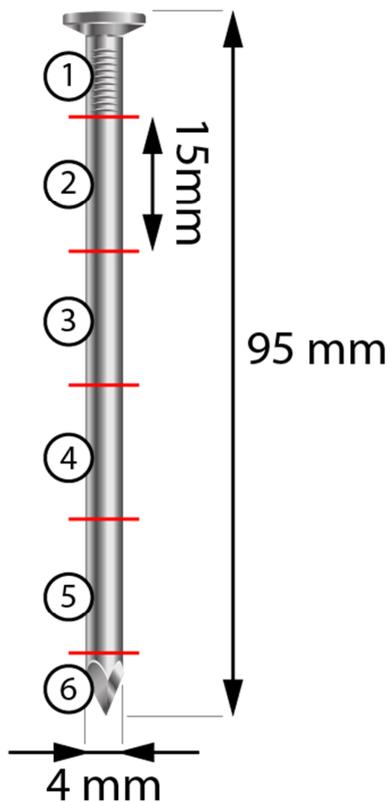


Figura 6 – Representação do material utilizado na pesquisa junto de suas dimensões e da esquematização das divisões dos cortes para as amostras. As linhas horizontais indicam o local aproximado do corte e cada segmento foi indicado com um número.

Fonte: Catálogo de Pregos da empresa Gerdau, adaptada.

As amostras foram preparadas pelo corte de pregos. Para a divisão do prego foi utilizada um disco SKILL-TEC AA3 na cortadeira. Durante o corte, um fluído era despejado abundantemente sobre a peça para facilitar o corte e controlar a temperatura. Na **Figura 6** é ilustrada como os pregos foram divididos. As extremidades do prego, (divisões 1 e 6 na **Figura 6**), que são respectivamente a cabeça e a ponta piramidal do prego, foram descartadas do processo, por talvez verificarem propriedades anômalas das demais partes; por receberem etapas extras de conformação mecânica para dar os seus respectivos formatos achatado e pontiagudo.

As divisões centrais, de 2 a 5, ficaram com dimensões aproximadas de 15 mm. Essas peças foram distribuídas em cinco grupos. Quatro grupos recebem dez peças cada e um grupo apenas duas peças. Os quatro grupos de dez peças foram levados para o tratamento térmico de recozimento e o grupo de duas peças permanece no estado de fornecimento para ser usado como comparativo. Cada grupo tratado termicamente recebeu apenas um tratamento térmico. Na **Tabela 4** é apresentado o esquemático dessas divisões de grupos.

Tabela 4 – As divisões dos grupos criadas para desenvolver a pesquisa. Os nomes dos grupos representam o tipo do estado que se encontram (R-Recozimento e EF-Estado de Fornecimento) seguido por dígitos numéricos, indicando a temperatura do tratamento. Os valores na linha da Quantidade de Amostras indicam quantos segmentos de pregos, de 2 a 5 (representados na Figura 6), cada grupo recebeu.

| Nome do Grupo | R600 | R700 | R800 | R950 | EF |
|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Quantidade de Amostras | 10 | 10 | 10 | 10 | 2 |
| Descrição do Tratamento Térmico | Recozimento de 1h em 600 °C | Recozimento de 1h em 700 °C | Recozimento de 1h em 800 °C | Recozimento de 1h em 950 °C | Estado de Fornecimento |

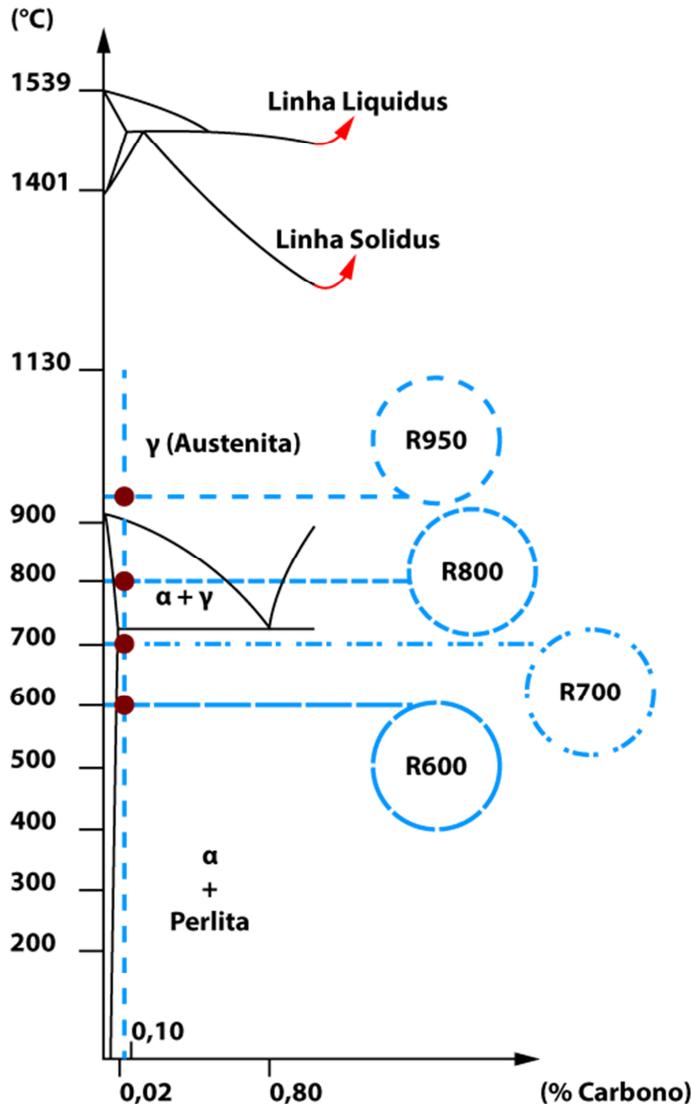


Figura 7 – Diagrama de temperatura por concentração de carbono no ferro. Linhas horizontais tracejadas indicam a posição do tratamento térmico de cada grupo que são interceptadas por uma linha vertical, que representa aproximadamente a concentração de carbono do material utilizado na pesquisa.

Como os volumes das peças são pequenos, o tempo para acontecer a homogeneização da temperatura entre a peça e o forno é minimizado. Pode-se observar na **Figura 7** linhas horizontais indicando a posição da temperatura onde cada grupo de peças foi recozido e uma linha vertical indicando o valor aproximado da concentração de carbono do material estudado.

As temperaturas de recozimento foram determinadas para avaliar a evolução da microestrutura trabalhada a frio em cada campo. Sendo esses campos o ferrítico-perlítico, ferrítico-austenítico e austenítico. Na primeira fase do desenvolvimento da pesquisa notou-se a necessidade da criação de um novo grupo e por isso existem dois grupos tratados sem a transformação de fase.

Todas as peças foram levadas ao forno sobre refratários argilosos (telhas e tijolos comuns) e foram

resfriadas sobre os mesmos ao ar quiescente, ou seja, os refratários participaram da etapa de resfriamento juntamente às peças.

Durante a manobra de situar as peças dentro dos fornos, ocorreram decaimentos de temperatura no interior desses, mas o tempo do tratamento térmico foi contado a partir da homogeneização do forno na temperatura desejada.

O tempo de tratamento térmico de uma hora foi estipulado para que as amostras atingissem a homogeneização da austenita e recristalização completas [8].

O grupo no qual recebeu a maior temperatura de tratamento térmico, foi levado ao forno na temperatura inicial de 950 °C, na transição de posicionar as peças dentro do forno

até o fechamento do mesmo, ocorreu um decréscimo de $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ e até restabelecer a temperatura, transcorreram vinte minutos. As peças foram mantidas por uma hora entre as temperaturas de $949\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $951\text{ }^{\circ}\text{C}$. Entre as temperaturas citadas, é de se esperar que a ferrita e a perlita se transformem plenamente em austenita.

O grupo R800, um dos tratamentos térmicos em temperatura intermediária, foi levado ao forno a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ e nessa temperatura espera-se encontrar a ferrita e austenita. Ao colocar as peças no forno, a temperatura interna diminuiu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ e demorou aproximadamente quinze minutos para restabelecer a temperatura desejada. As peças permaneceram por uma hora dentro do forno com a temperatura oscilando entre $796\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $803\text{ }^{\circ}\text{C}$.

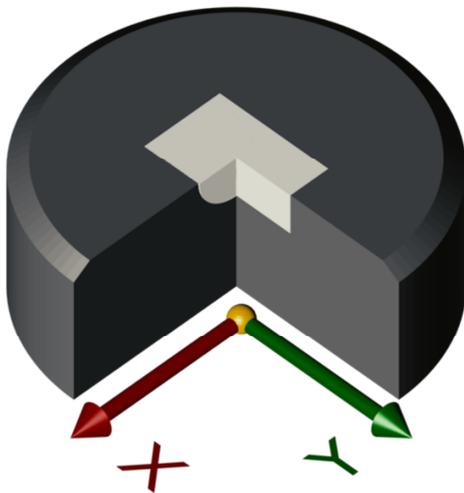


Figura 8 - Ilustração em corte da peça metálica embutida no centro da baquelite. O eixo do prego se encontra paralelo ao eixo Y da imagem.

Fonte: Autoria Própria.

As peças do grupo R700 receberam tratamento térmico de $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante uma hora, sendo esse tempo contado quando o forno estava efetivamente na temperatura desejada. A peça permaneceu aproximadamente vinte minutos em temperatura um pouco abaixo por ter ocorrido um decréscimo de $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante a manobra das peças no forno.

Outro grupo recebe o tratamento de recozimento abaixo da temperatura de austenitização. A temperatura do forno foi de $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ e ao manobrar as peças para o seu interior, houve um decaimento de $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ no interior do forno. A temperatura de $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi reestabelecida

após vinte e cinco minutos e após isso o grupo permaneceu por uma hora, com a temperatura oscilando entre $599\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $606\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Após a etapa do tratamento térmico, já com as amostras na temperatura ambiente, foram devidamente embutidas com baquelite depois de uma leve remoção manual dos resíduos ao seu redor. A embutidora se encontrava com o *pre-set* de três minutos de preaquecimento, nove minutos de aquecimento e cinco minutos de resfriamento e as peças foram submetidas às pressões entre 30 kPa e 35 kPa durante o embutimento. Cada peça foi posicionada na embutidora na posição para melhor conseguir visualizar as possíveis modificações incentivadas pelos tratamentos térmicos, ou seja, as peças foram embutidas “deitadas”, sendo o eixo do prego paralelo à superfície da plataforma interna da câmara de

embutimento. Na **Figura 8** é representada uma amostrada embutida e lixada, o eixo do prego estaria paralelo ao eixo Y dessa figura.

O lixamento das peças embutidas deu-se seguindo da menor para a maior granulometria das lixas sobre contínua passagem de água comum. As lixas foram usadas exclusivamente para a preparação dessas peças para diminuir a chance de possíveis contaminações com outros materiais. As peças foram lixadas no Plano XY, com a granulometria 80, até atingirem o ponto mais central possível, como mostrado na **Figura 8**. Aproximadamente 2 mm de cada amostra foram lixados para atingir a região central.

Essa região foi escolhida para ser analisada porque a superfície do prego pode apresentar flutuações nos dados decorrentes tanto nos processos de fabricação como no de tratamento térmico.

Após o lixamento com a folha de granulometria 1200, foi utilizado o óxido de alumínio de 1 μm na politriz para obter o acabamento espelhado na superfície da peça e em seguida as amostras foram atacadas quimicamente, por aproximadamente cinco segundos, no nital de concentração 2 %.

Com a etapa de ataque químico finalizada, pode-se melhor visualizar a estrutura no microscópio óptico Olympus BX51RF. Nesse microscópio utilizou-se uma combinação dupla de lentes, sendo a ocular de capacidade de ampliação de dez vezes e outra no revólver de lentes do microscópio. Essas lentes suportadas pelo revólver são lentes da MPlanFL e foram usadas as ampliações de 20, 50 e 100 vezes. A combinação fornece um total de 200, 500 e 1000 vezes nos valores da capacidade de ampliar.

O posicionamento das peças no microscópio foi de tal forma que as orientações dos eixos dos pregos estivessem na mesma direção entre si, para melhor comparar as modificações ocorridas durante o tratamento térmico. A orientação do sentido do encruamento escolhido para ser visualizado no microscópio foi a de coincidir paralelamente com um eixo vertical.

Nos ensaios de microdureza, cada peça recebeu dez impressões em posições aleatórias e com espaçamentos maiores do que 200 μm entre as impressões e com 300 μm de afastamento dos limites superficiais de cada amostra (limite entre a amostra metálica e a baquelite). As medições foram feitas seguindo o afastamento das bordas de cada amostra para diminuir possíveis flutuações nas medições devido a modificações na superfície dadas aos procedimentos de fabricação e tratamento térmico. O microdurômetro, HMV da empresa Shimadzu, foi configurado com a carga de 490,3 mN e com o tempo de 10 s. Esse microdurômetro é do tipo Vickers.

Todas as peças foram ensaiadas com a superfície polida e atacada quimicamente e sem evidências de oxidação, mas como curiosidade, existem relatos de não terem observado diferenças nas medições entre as superfícies polidas e as levemente oxidadas [17].

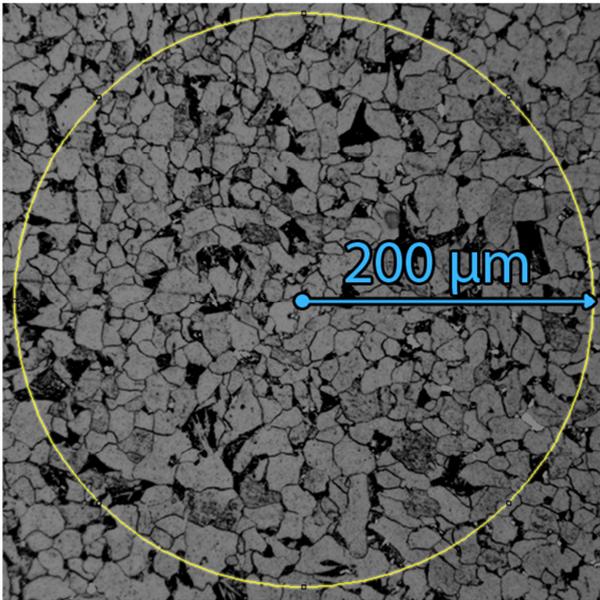


Figura 9 - Metalografia de uma das amostras do grupo R950 com ampliação de 200x. Nela é possível verificar grãos claros, de ferrita, e grãos mais escuros, de perlita. Um círculo representa a linha utilizada para a contagem dos grãos que a interceptam e no centro o raio do mesmo.

Fonte: Autoria Própria.

As imagens metalográficas obtidas passaram por contagens de grãos para estipular o seu tamanho. Para a contagem, foi traçado um círculo de tamanho conhecido sobre a imagem da metalografia, como mostrado na **Figura 9**, com um exemplo da metalografia de uma amostra do grupo R950 com ampliação de 200x. O círculo exerce a função de linha teste, como sugerido na norma ASTM [21], para a contagem das interseções dos contornos de grão com a linha. O formato de círculo foi indicado pela norma para eliminar possíveis resultados tendenciosos; quando os grãos possuem uma orientação preferencial, como no encruamento.

Todas as amostras foram verificadas em três níveis de ampliação, 200x, 500x e 1000x, com diferentes tamanhos de círculos, 200 μm , 85 μm e 45 μm de raio, respectivamente, um tamanho de círculo para cada ampliação. Essas medidas para os raios da linha teste foram escolhidas para melhor se enquadrar em cada resolução e potencializar o número de interseções e por consequência a precisão da medição.

Para cada amostra três análises de tamanho de grão foram feitas, uma análise em cada ampliação e cada ampliação contemplava uma região aleatória da superfície.

As regiões metalográficas foram analisadas com no mínimo 300 μm de distância em relação à borda da amostra, para assim melhorar os resultados, sendo que a superfície do prego pode apresentar grãos com formatos diferentes decorrentes dos processos de fabricação ou tratamento térmico.

Após a contagem, os valores encontrados foram utilizados nas equações (2.1), (2.2) e (2.3) o tamanho do grão e a quantidade de grãos por área.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

• **Grupo R600:** Nesse grupo a microestrutura das peças continuou altamente orientada pela deformação plástica, observando os grãos alongados em uma direção particular. Pelo efeito da temperatura esperava-se alguma recristalização, mas a microestrutura é similar ao do estado de fornecimento. Como esse grupo foi tratado a 600 °C a transformação de fase não ocorreu. Em relação aos testes de dureza e nas análises de imagens metalográficas, pode-se verificar que modificações cristalinas, devido a algum nível de recristalização, não foram significativas, porque tanto os valores de dureza quanto o tamanho de grão são próximos entre o estado de fornecimento (278 HV) e o recozimento a 600 °C (276 HV), talvez tenha acontecido apenas o início da recristalização. Um comparativo entre esse grupo e o Grupo EF pode ser encontrado na **Figura 10**.

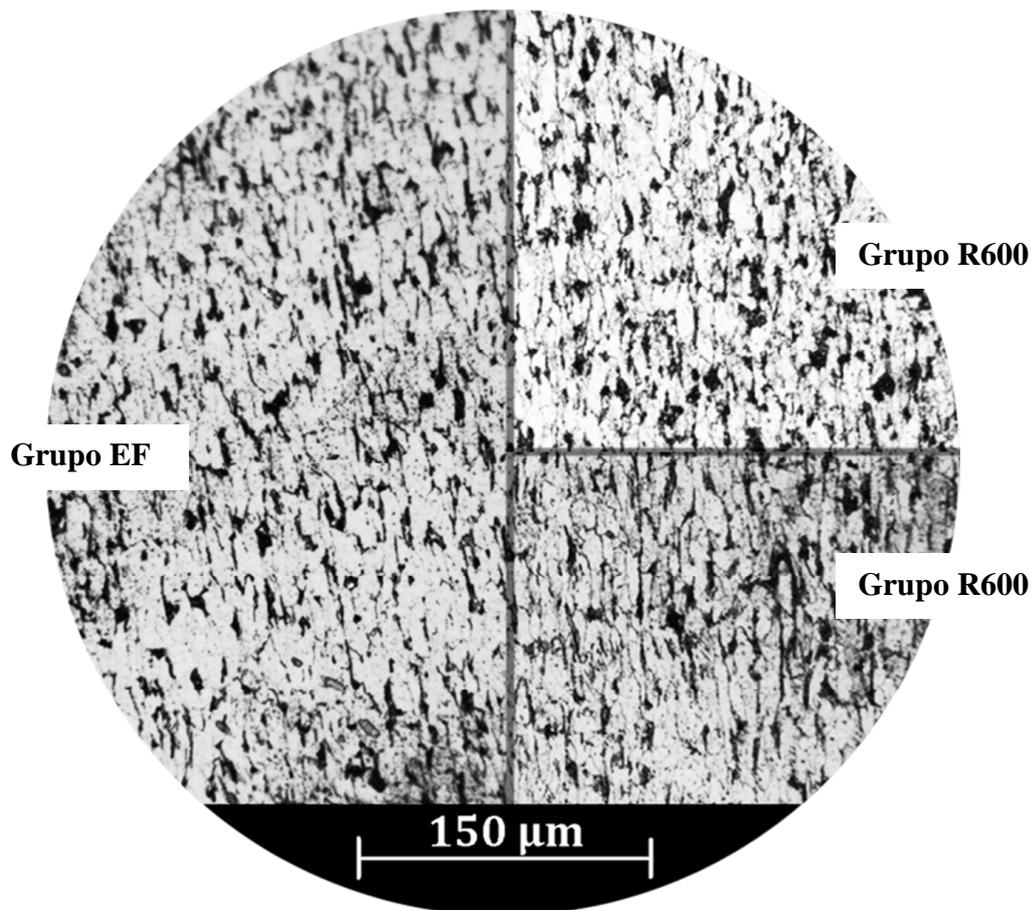


Figura 10 – Metalografias de uma amostra do Grupo EF e duas do R600 com ampliação de 200x. A imagem dividida em três regiões limita a área da amostra em estado de fornecimento à esquerda das duas com tratamento térmico a 600 °C, à direita. Aparentemente não há distinção notável entre o alongamento dos grãos de ferrita entre as amostras (região mais clara).

• **Grupo R700:** Nesse grupo é possível visualizar indicativos de que a recristalização ocorreu, como a mudança no formato dos grãos e a perda da orientação preferencial em uma única direção. Alguns grãos aparentam estarem alongados ainda e outros possuem dimensões relativamente menores. A temperatura de 700 °C está logo abaixo da temperatura de transformação de fase, mas é de esperar que nesse grupo não tenha ocorrido esse fenômeno. Outra modificação que aconteceu foi na dureza, que reduziu próximo da metade em relação ao estado de fornecimento (176 HV). A menor dureza é justificada pela diminuição do acúmulo de discordâncias e pela nucleação e precipitação, que formam novos grãos equiaxiais. Pela mudança estrutural visível e alteração no tamanho de grão, indicam que houve recristalização e possivelmente completa. A microestrutura desse grupo pode ser visualizada na **Figura 11**, em conjunto com a do Grupo R800.

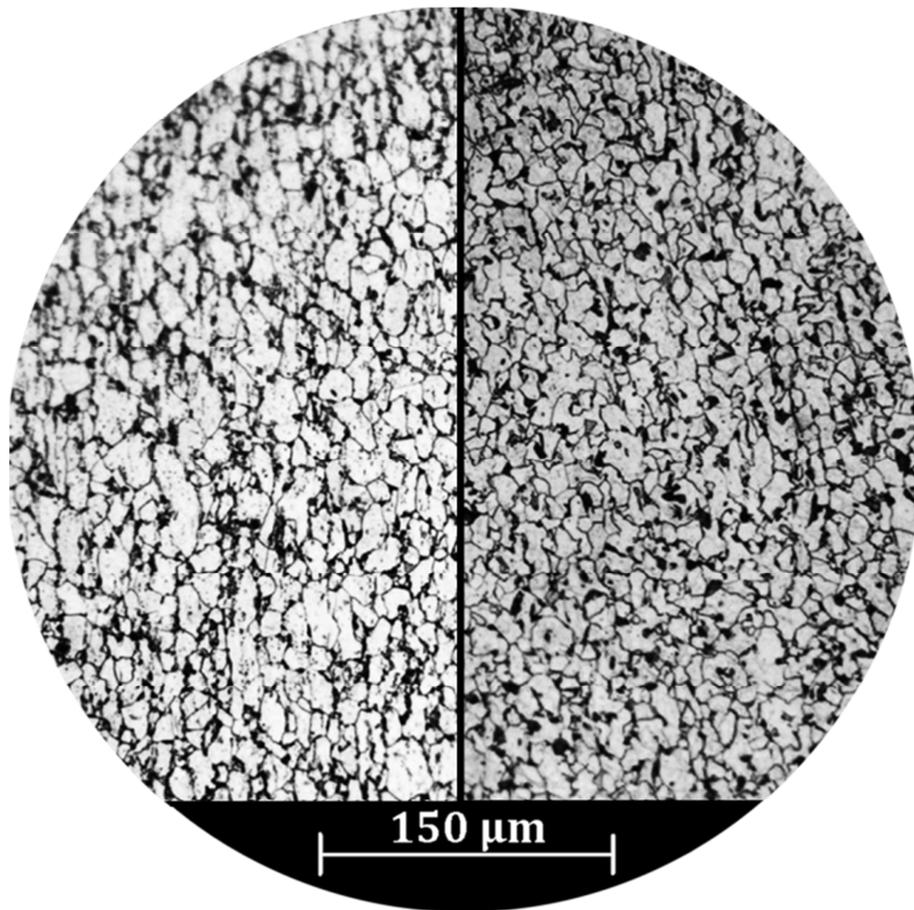


Figura 11 – Metalografias de uma amostra do Grupo R700, à esquerda, e do grupo R800, à direita, com ampliação de 200x. Os cristais de ferrita (região clara) parecem estar maiores no lado esquerdo e alguns alongados em uma direção preferencial.

- **Grupo R800:** Visualmente os cristais perderam significativa orientação dada pela deformação plástica e os grãos estão menores do que nos grupos anteriores com a recristalização evidente. Em algumas regiões é possível ver uma distribuição linear da perlita formada no sentido em que os grãos estavam previamente orientados, mas na maior parte a distribuição se assemelha com o Grupo R700. Um comparativo é exibido na **Figura 11**, onde aparentemente os grãos do Grupo R800 estão menores, resultado condizendo com a medição do tamanho dos grãos apresentada na **Tabela 5**. Esse grupo foi o único que foi tratado na temperatura que se encontra na zona bifásica de ferrita e austenita. Nesse tratamento as microestruturas passaram por uma transformação de fase, onde a perlita se transforma em austenita. Pode se notar que a sobreposição da transformação de fase com a recristalização impacta nos valores de dureza que são maiores do que os encontrados para as amostras tratadas em $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, com o valor médio de 192 HV de dureza no Grupo R800. Nos tratamentos térmicos de recozimento, em que não há a sobreposição dos efeitos de recristalização e de transformações de fase, se espera que quanto maior a temperatura do tratamento, mais rápido avançará a microestrutura para a fase de crescimento de grão, mas o resultado indica que houve influência da transformação de fase na recristalização, resultando em maior dureza final.

Todos os grupos passaram por tempos semelhantes dentro dos fornos, ou seja, a energia fornecida para os efeitos de recristalização, nesses casos, depende praticamente da temperatura, sendo que todas as amostras partiram do mesmo nível de encruamento. O Grupo R800 recebeu maior quantidade de energia térmica do que no Grupo R700, mas apresentou uma microestrutura mais refinada. Parte dessa diferença de energia deve ter sido consumida para desencadear difusões na transformação de fase ao invés de acelerar a recristalização e o crescimento de grão [11].

No tratamento térmico a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, a menor queda deve ter ocorrido pela decomposição da perlita, que envolve os grãos de ferrita e por consequência diminuem a atividade de recristalização e de crescimento de grão. Outro fator que gera influência é que nas interfaces de um grão recristalizado com outro não recristalizado aumentam a chance da austenita se formar [3] [9].

- **Grupo R950:** Nesse grupo não existe quaisquer presença de orientações predominantes dos grãos, como mostrado na **Figura 12**, e aparentemente o tamanho dos grãos aumentaram, em acordo com os resultados de tamanho de grãos encontrados na **Tabela 5**. A perlita encontra-se distribuída por toda a matriz na forma de grãos maiores. Esse grupo foi o

único que passou por duas etapas de transformação de fase, atingindo um ponto em que apenas a austenita estaria presente. Em comparativo com os grupos anteriores, esse grupo deve ter passado pela recristalização completa e atingido o crescimento de grão, por ter sido tratado em maior temperatura. O decaimento da dureza (179 *HV*), em relação ao estado de fornecimento, foi semelhante ao do Grupo R700. Como a diminuição da área dos contornos de grão foi elevada, a diminuição da dureza foi diretamente influenciada. Neste caso, também houve a sobreposição dos fenômenos difusivos de transformação de

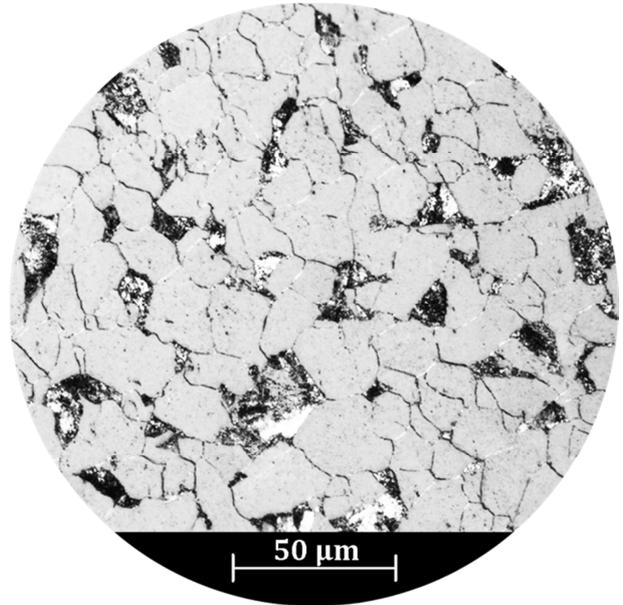


Figura 12 – Metalografia de uma amostra do grupo R950 com ampliação de 500x. Região clara representa os grãos de ferrita e as escuras de perlita. Algumas regiões demasiadamente claras são reflexos.

fase em conjunto com a recristalização, porém o crescimento dos grãos fez a com que a dureza fosse menor do que nas amostras tratadas a 800 °C . A análise das imagens metalográficas indica que os grãos cresceram bastante e que a recristalização foi completa.

Um comparativo entre as microestruturas presentes nas metalografias é exibido na **Figura 13**, onde as estruturas encontradas são as ferríticas (regiões claras) e perlíticas (regiões escuras). Essas estruturas são esperadas e comuns em um aço hipoeutetóide e com resfriamento ao ar quiescente. Nos grupos EF e R600 os grãos estão bem alongados na direção vertical indicando a deformação plástica, enquanto que para maiores as temperaturas de tratamento térmico os grãos tenderam a perder a orientação preferencial.

Na **Tabela 5** apresentam-se os resultados médios encontrados com seus respectivos intervalos de confiança. Os procedimentos dos cálculos estatísticos empregados estão descritos no **Anexo B**.

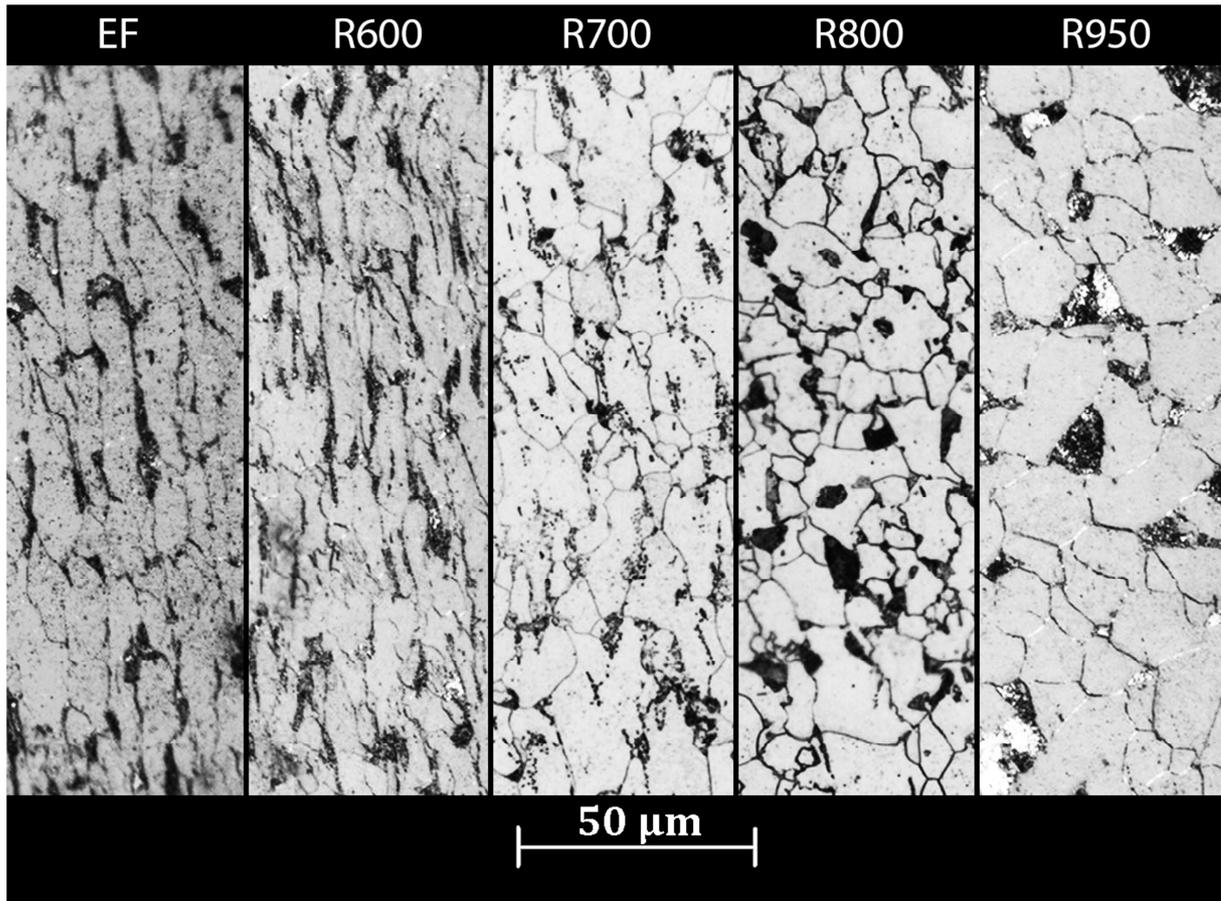


Figura 13 – Comparativo entre as microestruturas de cada grupo, obtidas nas metalografias com ampliação de 500x. No topo da imagem é descrito o grupo que pertence cada metalografia, respectivamente em cada coluna. É possível visualizar a mudança na forma e tamanho dos grãos ferríticos em tons mais claros que são evidenciados por estruturas com alta concentração de carbono, em preto.

Tabela 5 – Resumo da análise das imagens metalográficas com uma aproximação da quantidade e do tamanho dos grãos em cada estado da microestrutura e a média das durezas, junto do decréscimo da dureza dos grupos tratados em relação ao Grupo EF. O tamanho médio do grão é obtido através de recomendações da norma ASTM [21].

| Estado / Grupo da peça | [Grãos/mm ²] | Tamanho médio do grão | Média das Durezas (HV) | Decréscimo de Dureza |
|------------------------|--------------------------|-----------------------|------------------------|----------------------|
| Estado de Fornecimento | 3772 ± 1231 | 9,0 | 278 ± 13 | - |
| R600 | 3887 ± 617 | 9,0 | 276 ± 3 | 0,8 % |
| R700 | 2730 ± 327 | 8,5 | 176 ± 3 | 58,3 % |
| R800 | 4449 ± 523 | 9,0 | 192 ± 2 | 45,1 % |
| R950 | 1044 ± 108 | 7,0 | 179 ± 3 | 55,2 % |

Informações sobre a média do tamanho das diagonais principais encontradas nas medições de dureza podem ser encontradas na **Tabela 6**. Essas médias podem ser interpretadas que para cada medição mais de um grão recebeu uma mesma impressão do teste de dureza.

Tabela 6 - Média das diagonais principais encontradas para cada grupo.

| Nome do Grupo | EF | R600 | R700 | R800 | R950 |
|--|------|------|------|------|------|
| Média das Diagonais Principais (μm) | 18,7 | 18,2 | 23,4 | 21,9 | 22,5 |

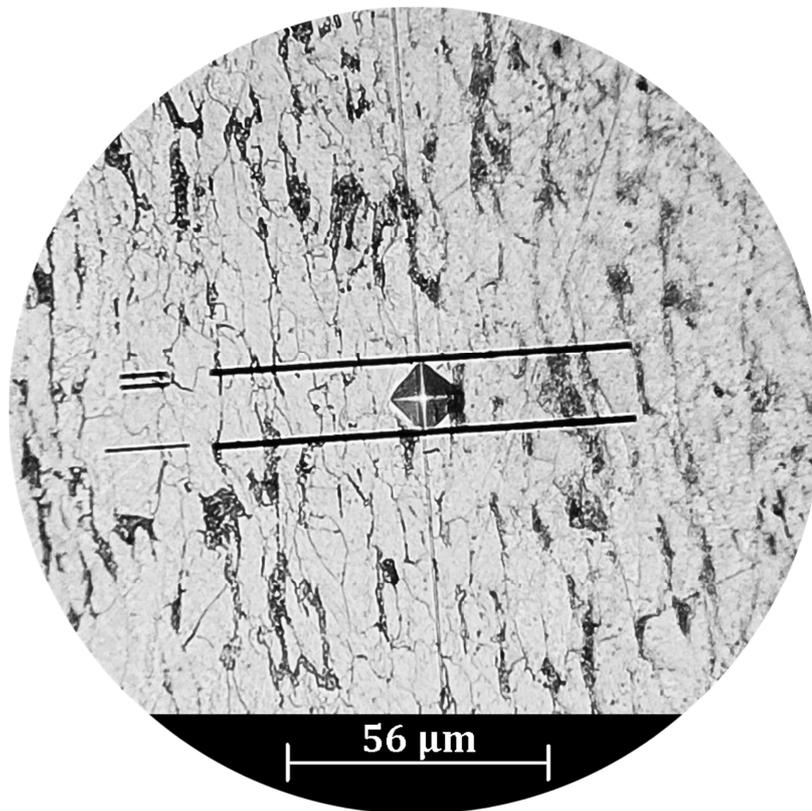


Figura 14 - Exemplo de uma impressão de dureza dada pelo microdurômetro em uma das amostras do Grupo R600. Observa-se que a impressão tem dimensões maiores do que os grãos.

5 CONCLUSÕES

Pelas análises dos resultados, algumas conclusões são possíveis de serem feitas sobre a influência da transformação de fase sobre a recristalização.

Como a estrutura do Grupo R600 foi semelhante ao do estado de fornecimento, a influência do aumento da temperatura até 700 °C no tratamento térmico foi o necessário para atingir a temperatura de recristalização. Esse resultado diverge do esperado, pois em algumas referências, nessas condições, a recristalização seria completa em temperaturas inferiores para condições semelhantes do material e sua microestrutura [8] [13].

Entre os grupos R700 e R800, além da diferença da temperatura nos tratamentos térmicos, teve a diferença da transformação de fase. A influência da transformação de fase possibilitou gerar um material com maior dureza e grãos menores em um tratamento com maior temperatura. Algumas das conclusões vindas das simulações realizadas por ZHENG e RAABE [3] validam esse efeito, mesmo a simulação sendo proposta para um material e microestrutura diferentes.

No Grupo R950 também teve a transformação de fase, mas nesse caso, o grupo atingiu a zona monofásica austenítica. Diferentemente do Grupo R800, ocorreu crescimento de grão, diminuindo em aproximadamente 4x a quantidade de grãos por área. Mesmo com os grãos maiores, a queda de dureza foi semelhante com a do Grupo R700. Uma conclusão mais profunda sobre o Grupo R950 não é possível de alcançar nessa pesquisa, pois possivelmente as transformações de fase ainda mantiveram a influência sobre a recristalização na zona puramente austenítica.

6 SUGESTÕES DE TRABALHOS

Na pesquisa atual, foi realizado o início de um desenvolvimento sobre a transformação de fase ocorrendo concomitantemente com a recristalização. Outras temperaturas, materiais e tempos podem ser utilizados para novas pesquisas.

Uma verificação que poderia ser dada é de realizar um procedimento na zona austenítica em menores tempos, para observar a evolução da matriz ferrítica, após o resfriamento. Isso traria melhores conclusões para o Grupo R950. Seria interessante formar um gráfico com a cinética da recristalização.

Outro ponto que poderia ser aprofundado é da evolução da dureza e da quantidade de grãos na zona bifásica, mantendo as mesmas condições realizadas nessa pesquisa com alterações apenas nas temperaturas de tratamento térmico, criando grupos R750 e R 850, por exemplo.

ANEXO A – RESULTADOS INTEGRAIS DAS ANÁLISES REALIZADAS NAS
AMOSTRAS

Tabela A 1 - Resultados integrais das medições de durezas realizadas nas amostras desta pesquisa.

(continua)

| | | Resultado de cada Impressão de Dureza em Vickers | | | | | | | | | | | Médias de Dureza (HV): | |
|-------------------------|------|--|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------------------------|------------|
| | | Impressões: | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | Por Amostra | Por Grupo |
| Amostras do Grupo EF: | I | Durezas (HV): | 303 | 293 | 281 | 290 | 317 | 312 | 290 | 283 | 303 | 284 | 295,6 | 278 |
| | II | | 264 | 190 | 287 | 256 | 296 | 281 | 267 | 279 | 252 | 239 | 261,1 | |
| Amostras do Grupo R600: | I | Durezas (HV): | 273 | 272 | 270 | 257 | 280 | 281 | 257 | 261 | 286 | 261 | 269,8 | 276 |
| | II | | 258 | 283 | 310 | 292 | 295 | 266 | 272 | 290 | 310 | 292 | 286,8 | |
| | III | | 266 | 273 | 272 | 266 | 270 | 261 | 257 | 283 | 290 | 292 | 273,0 | |
| | IV | | 257 | 266 | 259 | 232 | 247 | 295 | 324 | 258 | 293 | 281 | 271,2 | |
| | V | | 280 | 288 | 272 | 261 | 290 | 286 | 280 | 266 | 292 | 289 | 280,4 | |
| | VI | | 286 | 286 | 258 | 292 | 280 | 293 | 280 | 271 | 281 | 288 | 281,5 | |
| | VII | | 274 | 274 | 299 | 266 | 247 | 273 | 274 | 295 | 272 | 324 | 279,8 | |
| | VIII | | 277 | 257 | 273 | 287 | 292 | 289 | 257 | 277 | 294 | 275 | 277,8 | |
| | IX | | 251 | 266 | 259 | 270 | 232 | 261 | 253 | 257 | 277 | 271 | 259,7 | |
| | X | | 272 | 266 | 313 | 287 | 294 | 256 | 292 | 275 | 266 | 289 | 281,0 | |
| Amostras do Grupo R700: | I | Durezas (HV): | 172 | 188 | 171 | 200 | 186 | 175 | 188 | 183 | 179 | 177 | 181,9 | 176 |
| | II | | 166 | 167 | 162 | 165 | 166 | 181 | 168 | 171 | 163 | 185 | 169,4 | |
| | III | | 158 | 181 | 193 | 167 | 190 | 203 | 184 | 168 | 180 | 182 | 180,6 | |
| | IV | | 207 | 205 | 201 | 209 | 174 | 180 | 190 | 186 | 192 | 182 | 192,6 | |
| | V | | 170 | 190 | 172 | 175 | 178 | 174 | 182 | 165 | 167 | 174 | 174,7 | |
| | VI | | 180 | 178 | 170 | 164 | 167 | 165 | 169 | 170 | 169 | 183 | 171,5 | |
| | VII | | 170 | 173 | 147 | 163 | 177 | 159 | 178 | 171 | 193 | 183 | 171,4 | |
| | VIII | | 165 | 166 | 176 | 198 | 160 | 164 | 161 | 183 | 171 | 164 | 170,8 | |
| | IX | | 183 | 185 | 181 | 163 | 175 | 166 | 138 | 178 | 179 | 184 | 173,2 | |
| | X | | 181 | 167 | 190 | 160 | 161 | 171 | 147 | 177 | 159 | 209 | 172,2 | |

Tabela A 1 - Resultados integrais das medições de durezas realizadas nas amostras desta pesquisa.

| | | | | | | | | | | | | (conclusão) | | |
|--|-------------|---------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------------------------|--------------|------------|
| Resultado de cada Impressão de Dureza em Vickers | | | | | | | | | | | | Médias de Dureza (HV): | | |
| | | Impressões: | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | por Amostra | por Grupo |
| Amostras do Grupo R800: | I | | 184 | 174 | 183 | 179 | 199 | 196 | 207 | 183 | 184 | 190 | 187,9 | 192 |
| | II | | 185 | 194 | 196 | 190 | 194 | 185 | 190 | 186 | 184 | 196 | 190,0 | |
| | III | | 197 | 199 | 174 | 179 | 196 | 207 | 193 | 180 | 175 | 189 | 188,9 | |
| | IV | | 191 | 189 | 196 | 193 | 198 | 182 | 181 | 193 | 187 | 191 | 190,1 | |
| | V | Durezas (HV): | 190 | 171 | 193 | 181 | 173 | 180 | 175 | 181 | 175 | 202 | 182,1 | |
| | VI | | 197 | 185 | 206 | 186 | 202 | 194 | 184 | 185 | 196 | 190 | 192,5 | |
| | VII | | 204 | 206 | 185 | 219 | 194 | 197 | 202 | 199 | 200 | 200 | 200,6 | |
| | VIII | | 215 | 198 | 191 | 187 | 204 | 197 | 191 | 192 | 185 | 206 | 196,6 | |
| | IX | | 191 | 196 | 197 | 191 | 196 | 193 | 174 | 207 | 180 | 185 | 191,0 | |
| | X | | 193 | 173 | 206 | 194 | 199 | 200 | 206 | 219 | 194 | 194 | 197,8 | |
| Amostras do Grupo R950: | I | | 197 | 182 | 213 | 168 | 189 | 237 | 168 | 184 | 185 | 184 | 190,7 | 179 |
| | II | | 172 | 160 | 157 | 159 | 151 | 174 | 180 | 179 | 164 | 164 | 166,0 | |
| | III | | 182 | 237 | 197 | 189 | 227 | 159 | 157 | 159 | 151 | 191 | 184,9 | |
| | IV | | 152 | 167 | 176 | 183 | 178 | 195 | 194 | 207 | 195 | 161 | 180,8 | |
| | V | Durezas (HV): | 179 | 169 | 179 | 180 | 170 | 174 | 180 | 189 | 159 | 217 | 179,6 | |
| | VI | | 173 | 170 | 183 | 157 | 169 | 163 | 179 | 174 | 179 | 180 | 172,7 | |
| | VII | | 187 | 189 | 177 | 190 | 189 | 193 | 181 | 192 | 175 | 184 | 185,7 | |
| | VIII | | 182 | 189 | 190 | 189 | 203 | 169 | 174 | 203 | 169 | 174 | 184,2 | |
| | IX | | 157 | 173 | 166 | 190 | 178 | 152 | 178 | 194 | 161 | 197 | 174,6 | |
| | X | | 172 | 179 | 164 | 193 | 159 | 179 | 164 | 180 | 198 | 164 | 175,2 | |

Tabela A 2 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 200x.

| Análise das Imagens com Ampliação de 200x | | | | | | |
|---|---------|---------------------|------|----------------------------|---------|----------------------------------|
| Grupo | Amostra | Intersecções Totais | G | Na [grão/mm ²] | Média G | Média Na [grão/mm ²] |
| EF | I | 152 | 8,55 | 2896,3 | 8,5 | 2802,6 |
| | II | 147 | 8,45 | 2708,9 | | |
| R600 | I | 129 | 8,07 | 2086,1 | 8,1 | 2080,3 |
| | II | 120 | 7,86 | 1805,2 | | |
| | III | 123 | 7,94 | 1896,5 | | |
| | IV | 125 | 7,98 | 1958,7 | | |
| | V | 133 | 8,16 | 2217,5 | | |
| | VI | 136 | 8,23 | 2318,6 | | |
| | VII | 129 | 8,07 | 2086,1 | | |
| | VIII | 139 | 8,29 | 2422,0 | | |
| | IX | 125 | 7,98 | 1958,7 | | |
| | X | 128 | 8,05 | 2053,9 | | |
| R700 | I | 140 | 8,31 | 2457,0 | 8,4 | 2865,4 |
| | II | 136 | 8,23 | 2318,6 | | |
| | III | 129 | 8,07 | 2086,1 | | |
| | IV | 175 | 8,95 | 3839,1 | | |
| | V | 215 | 9,55 | 5794,7 | | |
| | VI | 141 | 8,33 | 2492,2 | | |
| | VII | 139 | 8,29 | 2422,0 | | |
| | VIII | 126 | 8,00 | 1990,2 | | |
| | IX | 117 | 7,79 | 1716,0 | | |
| | X | 168 | 8,83 | 3538,1 | | |
| R800 | I | 159 | 8,68 | 3169,2 | 8,8 | 3571,4 |
| | II | 162 | 8,73 | 3289,9 | | |
| | III | 170 | 8,87 | 3622,8 | | |
| | IV | 144 | 8,39 | 2599,4 | | |
| | V | 175 | 8,95 | 3839,1 | | |
| | VI | 189 | 9,17 | 4477,9 | | |
| | VII | 169 | 8,85 | 3580,3 | | |
| | VIII | 179 | 9,02 | 4016,6 | | |
| | IX | 181 | 9,05 | 4106,8 | | |
| | X | 155 | 8,60 | 3011,7 | | |
| R950 | I | 93 | 7,13 | 1084,2 | 7,2 | 1135,3 |
| | II | 119 | 7,84 | 1775,2 | | |
| | III | 92 | 7,10 | 1061,0 | | |
| | IV | 98 | 7,28 | 1203,9 | | |
| | V | 92 | 7,10 | 1061,0 | | |
| | VI | 87 | 6,94 | 948,8 | | |
| | VII | 81 | 6,73 | 822,5 | | |
| | VIII | 86 | 6,90 | 927,1 | | |
| | IX | 92 | 7,10 | 1061,0 | | |
| | X | 106 | 7,51 | 1408,5 | | |

Tabela A 3 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 500x.

| Análise das Imagens com Ampliação de 500x | | | | | | |
|---|---------|---------------------|------|----------------------------|---------|----------------------------------|
| Grupo | Amostra | Intersecções Totais | G | Na [grão/mm ²] | Média G | Média Na [grão/mm ²] |
| EF | I | 74 | 8,94 | 3807,7 | 8,8 | 3559,1 |
| | II | 69 | 8,74 | 3310,5 | | |
| R600 | I | 75 | 8,98 | 3911,3 | 9,0 | 4043,8 |
| | II | 77 | 9,06 | 4122,7 | | |
| | III | 71 | 8,82 | 3505,2 | | |
| | IV | 82 | 9,24 | 4675,5 | | |
| | V | 74 | 8,94 | 3807,7 | | |
| | VI | 84 | 9,31 | 4906,3 | | |
| | VII | 70 | 8,78 | 3407,2 | | |
| | VIII | 69 | 8,74 | 3310,5 | | |
| | IX | 88 | 9,44 | 5384,7 | | |
| | X | 70 | 8,78 | 3407,2 | | |
| R700 | I | 72 | 8,86 | 3604,7 | 8,6 | 3070,2 |
| | II | 78 | 9,09 | 4230,5 | | |
| | III | 62 | 8,43 | 2672,9 | | |
| | IV | 63 | 8,48 | 2759,8 | | |
| | V | 59 | 8,29 | 2420,5 | | |
| | VI | 65 | 8,57 | 2937,8 | | |
| | VII | 62 | 8,43 | 2672,9 | | |
| | VIII | 61 | 8,38 | 2587,4 | | |
| | IX | 69 | 8,74 | 3310,5 | | |
| | X | 71 | 8,82 | 3505,2 | | |
| R800 | I | 80 | 9,17 | 4450,2 | 9,0 | 4114,5 |
| | II | 82 | 9,24 | 4675,5 | | |
| | III | 79 | 9,13 | 4339,6 | | |
| | IV | 74 | 8,94 | 3807,7 | | |
| | V | 71 | 8,82 | 3505,2 | | |
| | VI | 81 | 9,20 | 4562,1 | | |
| | VII | 84 | 9,31 | 4906,3 | | |
| | VIII | 67 | 8,65 | 3121,4 | | |
| | IX | 81 | 9,20 | 4562,1 | | |
| | X | 68 | 8,70 | 3215,3 | | |
| R950 | I | 37 | 6,94 | 951,9 | 6,9 | 942,9 |
| | II | 36 | 6,86 | 901,2 | | |
| | III | 32 | 6,52 | 712,0 | | |
| | IV | 45 | 7,51 | 1408,1 | | |
| | V | 41 | 7,24 | 1168,9 | | |
| | VI | 32 | 6,52 | 712,0 | | |
| | VII | 36 | 6,86 | 901,2 | | |
| | VIII | 33 | 6,61 | 757,2 | | |
| | IX | 40 | 7,17 | 1112,5 | | |
| | X | 34 | 6,70 | 803,8 | | |

Tabela A 4 - Resultados integrais da contagem de grãos das metalografias com ampliação de 1000x.

| Análise das Imagens com Ampliação de 1000x | | | | | | |
|--|---------|---------------------|------|----------------------------|---------|----------------------------------|
| Grupo | Amostra | Intersecções Totais | G | Na [grão/mm ²] | Média G | Média Na [grão/mm ²] |
| EF | I | 40 | 9,00 | 3963,3 | 9,3 | 4955,4 |
| | II | 49 | 9,58 | 5947,4 | | |
| 600 | I | 56 | 9,97 | 7768,0 | 9,4 | 5535,7 |
| | II | 51 | 9,70 | 6442,8 | | |
| | III | 50 | 9,64 | 6192,6 | | |
| | IV | 43 | 9,21 | 4580,1 | | |
| | V | 39 | 8,93 | 3767,6 | | |
| | VI | 47 | 9,46 | 5471,8 | | |
| | VII | 41 | 9,07 | 4163,9 | | |
| | VIII | 43 | 9,21 | 4580,1 | | |
| | IX | 49 | 9,58 | 5947,4 | | |
| | X | 51 | 9,70 | 6442,8 | | |
| 700 | I | 35 | 8,61 | 3034,4 | 8,2 | 2253,6 |
| | II | 33 | 8,44 | 2697,5 | | |
| | III | 30 | 8,17 | 2229,4 | | |
| | IV | 25 | 7,64 | 1548,2 | | |
| | V | 33 | 8,44 | 2697,5 | | |
| | VI | 26 | 7,76 | 1674,5 | | |
| | VII | 32 | 8,35 | 2536,5 | | |
| | VIII | 30 | 8,17 | 2229,4 | | |
| | IX | 27 | 7,86 | 1805,8 | | |
| | X | 29 | 8,07 | 2083,2 | | |
| 800 | I | 56 | 9,97 | 7768,0 | 9,4 | 5662,6 |
| | II | 54 | 9,86 | 7223,1 | | |
| | III | 48 | 9,52 | 5707,1 | | |
| | IV | 43 | 9,21 | 4580,1 | | |
| | V | 41 | 9,07 | 4163,9 | | |
| | VI | 54 | 9,86 | 7223,1 | | |
| | VII | 29 | 8,07 | 2083,2 | | |
| | VIII | 48 | 9,52 | 5707,1 | | |
| | IX | 52 | 9,76 | 6698,0 | | |
| | X | 47 | 9,46 | 5471,8 | | |
| 950 | I | 22 | 7,27 | 1198,9 | 7,0 | 1055,2 |
| | II | 16 | 6,35 | 634,1 | | |
| | III | 19 | 6,85 | 894,2 | | |
| | IV | 21 | 7,14 | 1092,4 | | |
| | V | 24 | 7,52 | 1426,8 | | |
| | VI | 27 | 7,86 | 1805,8 | | |
| | VII | 20 | 7,00 | 990,8 | | |
| | VIII | 17 | 6,53 | 715,9 | | |
| | IX | 18 | 6,69 | 802,6 | | |
| | X | 20 | 7,00 | 990,8 | | |

ANEXO B – PROCEDIMENTOS DOS CÁLCULOS ESTATÍSTICOS

O desenvolvimento das médias e incertezas nas medições de dureza e contagem dos grãos foram realizadas com as seguintes fórmulas [21]:

Para o cálculo da média:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

\bar{X} : Média obtida.

X_i : Valor individual.

n : Quantidade medições.

Para o cálculo do desvio padrão:

$$s = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1} \right]$$

s : Desvio padrão

Em *softwares* de planilha essa fórmula pode ser utilizada pela função **STDEV()**.

Para o cálculo da incerteza foi usado a distribuição “t de *Student*” com 95 % de confiança.

$$95 \% CI = \frac{t s}{\sqrt{n}}$$

95 % *CI*: 95 % de confiança

t : Varia com a quantidade n de elementos baseado no *T-Student*.

Em *softwares* de planilha essa fórmula pode ser utilizada pela função **CONFIDENCE.T()**.

REFERÊNCIAS

1. CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, v. I, 2008.
2. ZIDANI, M. et al. **Evolution of Deformation and Recrystallization Textures of a Steel Draw Wire**. Algérie: Hradec nad Moravicí. 2008.
3. ZHENG, C.; RAABE, D. **Interaction between recrystallization and phase transformation during intercritical annealing in a cold-rolled dual-phase steel: A cellular automaton model**. Institute of Metal Research / Max-Planck Institut für Eisenforschung. China / Germany. 2013.
4. MCMULLAN, O. W.; TALBOT, A. M. **Metallurgy**. 1. ed. PA: International Textbook Company, 1936 – 1940.
5. COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 3. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1974.
6. SMITH, W. F. **Structure and Properties of Engineering Alloys**. United States of America: 1981.
7. **ASM Metals HandBook**. American Society for Metals International: IV Heat Treating, 1991.
8. CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro: LCT, 2008.
9. COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4. ed. São Paulo: Blucher, 2008.
10. YIN. **Metallurgical Process Engineering**: 2011.
11. PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. 3. ed. Boca Raton, FL: Taylor & Francis Group, 2009.
12. PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia, Microestrutura e Propriedades**. 2. ed. Brasil: HEMUS, 2007.

13. BURKE, J. **The Kinetics of Phase Transformations in Metals**. 1. ed. Londres: Pergamon Press LTD, 1965.
14. V, C. **Tecnologia Mecânica**. 2. ed. ed. São Paulo: McGraw Hill, v. III, 1986.
15. LÖW, M. **Estudo do Desenvolvimento da Textura Durante a Recristalização Primária de Aços Ferríticos por Difração de Raios X e Difração de Elétrons Retroespalhados**. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo. 2006. Tese de Doutorado.
16. BARBOSA, R. P.; CAMPOS, S. G. S.; FONSECA, M. A. D. **Recristalização de um Aço Inoxidável Austenítico / Uma Abordagem Estatística**. UnilesteMG.
17. MUNLY, R. E. **Effects of Strees on Recrystallization of Low Carbon Steel**. United States Naval Postgraduate School. Monterey, California. 1957.
18. ARLAZAROV, A.; LUJAN BROLLO, G.; MAGAR, C. **Influence Of Heating Rate On The Microstructure And Mechanical Properties Of Annealed Low Carbon Steels**. ArcelorMittal Research and Development. República Checa, EU. Maio, 2014.
19. FERRY, M.; MULJONO, D.; DUNNE, D. P. **Recrystallization Kinetics of Low and Ultra Low Carbon Steels during High-rate Annealing**. ISIJ Internation. Vol. 41, No. 9, p. 1053-1060. 2001.
20. RAJI, N. A.; OLUWOLE, O. O. Recrystallization Kinetics and Microstructure evolution of Annealed Cold-Drawn Low-Carbon Steel. **Journal of Crystallization Process and Technology**, Nigeria, p. 163-169, October 2013.
21. **ASTM E112 - 96**: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size: 2004.
22. VENDRAMINE, C. F. **Levantamento da Curva TTT do Aço 15B30 com Análise dos Constituintes Ferrita e Perlita**. Centro Universitário da FEI. São Bernardo do Campo. 2012.
23. SZTWIERTNIA, K. **Recrystallization**. Jaeza Trdine 9, 51000 Rijeka, Croatia: InTech, 2012.

24. DICONZA, P. J.; BIEDERMAN, R. R.; SINGH, R. P. **Homogenization And Thermomechanical Processing Of Cast Alloy 718**. Edward A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society. Massachusetts, US. 1991.
25. KANGA, S. et al. **Effects of recrystallization annealing temperature on carbide precipitation, microstructure, and mechanical properties in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel**: Materials Science and Engineering A, Elsevier, 2009.