

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

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

PPGEM

AVALIAÇÃO DO CRESCIMENTO ANORMAL DE GRÃO EM UM AÇO DIN 16MnCr5  
FORJADO A MORNO

**Maria Beatriz Nunes de Oliveira Borsa**

Dissertação para obtenção do Título de Mestre  
em Engenharia

Porto Alegre  
2009

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

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

PPGEM

AValiação DO Crescimento ANormal DE GRÃO EM UM AÇO DIN 16MnCr5  
FORJADO A MORNO

MARIA BEATRIZ NUNES DE OLIVEIRA BORSA  
Engenheira de Materiais

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência dos Materiais

Porto Alegre  
2009

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência dos Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Andre Ronaldo Froehlich, UNISINOS  
Dr. Fabiano Dornelles Ramos, LAMEF-UFRGS  
Dr. Mario Wolfart Junior, Stihl Motosserras

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann  
Coordenador do PPGEM

Dedico esta dissertação à minha família pelo apoio incondicional e ensinamento de valores essenciais ao ser humano.

## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Professor Afonso Reguly pela atenção, amizade e orientação durante todo o período do mestrado.

À GKN do Brasil Ltda. por possibilitar o ingresso no mestrado durante o horário de trabalho, desenvolvimento do trabalho na fábrica, suporte técnico e uso de todos os equipamentos necessários para sua conclusão.

Aos colegas Fernando Ruschel, Sabrina Pereira e Isabel Serpa do laboratório metalúrgico da GKN do Brasil pela ajuda e inestimável contribuição durante todo o desenvolvimento do trabalho. Ao colega e amigo Fábio Moraes pelas discussões a respeito do processo de forjamento e suas implicações na microestrutura da peça. Aos colegas Charles Muller e Josué Silva do laboratório dimensional e Ismar Pinheiro da engenharia de processos da GKN do Brasil pela valiosa ajuda durante as análises de comportamento e medições do estriado.

Aos colegas do LAMEF que muito contribuíram durante a realização deste trabalho e durante o período de mestrado.

Às minhas grandes amigas Roberta, Bruna, Isadora, Renata, Alice, Cláudia e Fabiana pelo carinho, apoio, compreensão e estímulo ao longo dos anos.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	VIII
LISTA DE TABELAS .....	XII
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	XIII
RESUMO .....	XIV
ABSTRACT .....	XV
1.0 INTRODUÇÃO .....	1
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	3
2.1 Cementação .....	3
2.1.1 Cementação a Altas Temperaturas .....	6
2.2 Evolução Microestrutural em Peças Forjadas a Morno .....	7
2.3 Recristalização .....	9
2.4 Crescimento de Grão .....	11
2.4.1 Crescimento Anormal de Grão .....	14
2.5 Inibição do Crescimento de Grão .....	16
2.5.1 Inibidores do Crescimento de Grão .....	19
2.6 Refino de Grão Via Tratamento Térmico .....	23
2.6.1 Austenitização .....	24
2.6.2 Recozimento .....	34
2.6.3 Normalização .....	36
3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....	39
3.1 Material .....	39
3.2 Forjamento .....	39
3.3 Tratamento Térmico .....	41
3.4 Exame Visual .....	46
3.5 Microscopia Ótica .....	46
3.6 Medições de Dureza .....	48
3.7 Medição da Dimensão Entre-Rolos do Estriado do Anel .....	48

4.0	RESULTADOS .....	52
4.1	Macroestrutura .....	52
4.2	Metalografia .....	53
4.3	Tamanho de Grão Austenítico .....	59
4.4	Dureza .....	65
4.5	Dimensão Entre-Rolos do Estriado do Anel Interno .....	65
5.0	DISCUSSÕES .....	68
6.0	CONCLUSÕES .....	71
7.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	72
8.0	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	73

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Representação gráfica da primeira lei de Fick.....	4
Figura 2.2	Representação gráfica da segunda lei de Fick.....	5
Figura 2.3	A influência da temperatura na resistência mecânica e ductilidade de uma liga de bronze. A evolução da microestrutura durante os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão também são mostradas esquematicamente.	9
Figura 2.4	Tetraedraedro.....	13
Figura 2.5	Efeito do tempo sobre o tamanho de grão .....	14
Figura 2.6	Crescimento anormal de grão, caracterizado pela presença de grãos muito maiores que a matriz – de grãos muito finos. Aumento 100X. ....	15
Figura 2.7	Comparativo entre os modelos de Zener, Gladman e Hellman-Hillert proposto por Cuddy et al .....	19
Figura 2.8	Solubilidade de carbonetos e nitretos na austenita .....	21
Figura 2.9	Tamanho de grão austenítico de três aços com diferentes partículas de segunda fase para controle de tamanho de grão com diferentes tempos de cementação .	22
Figura 2.10	Alternativas de tratamentos térmicos para têmpera de componentes cementados .....	23
Figura 2.11	Diagrama Fe-C mostrando o intervalo de temperaturas de austenitização para tratamento térmico subsequente .....	25
Figura 2.12	Locais para nucleação da austenita em microestruturas de (a) ferrita, (b) esferoidita e (c) perlita.....	26
Figura 2.13	Formação da austenita ao redor de partículas de cementita em um aço esferoidizado.....	27
Figura 2.14	Diagrama isotérmico TTT para formação da austenita .....	28
Figura 2.15	Efeito da temperatura de austenitização na taxa de formação de austenita a partir de um aço perlítico .....	29
Figura 2.16	Diagrama esquemático para a formação da austenita a partir de perlita a temperatura constante .....	30
Figura 2.17	Aço hipoeutetóide austenitizado por 1h a 1350°C e resfriado a uma taxa de 300°C/h. Tamanho de grão austenítico N° 0. Ataque: Picral. Aumento 100X...	31

Figura 2.18	Microestrutura inicial presente na figura 2.15. (a) Austenitização a 950°C por 1h e resfriamento 300°C/h, um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (b) Austenitização a 950°C por 1h e resfriamento 300°C/h, dois ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X. (c) Microestrutura inicial como 2.17 (a). Austenitização a 810°C por 5min e resfriado ao ar, um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (d) Estrutura inicial como (a). Austenitizado a 810°C por 5min e resfriado ao ar, três ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X.....	32
Figura 2.19	Estrutura inicial como 2.17 (d). Austenitizado a 810°C por 60s e resfriado ao ar (e) Um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (f) Dois ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X. (g) Quatro ciclos. Ataque Picral. Aumento 100X (h) Seis ciclos. Ataque: Picral. Aumento: 100X. ....	33
Figura 2.20	Diâmetro médio dos grãos como função da temperatura de austenitização para um aço 1060 austenitizado por 6 minutos e 2 horas.....	34
Figura 2.21	Ciclos esquemáticos tempo-temperatura para normalização e recozimento pleno superpostos nas faixas de transformação de austenita para ferrita e perlita.....	35
Figura 2.22	Microestruturas mostrando o refino dos grãos de ferrita primária após a normalização de um aço com 0,5% C. (a) resfriado ao ar após trabalho a quente (1200°C). (b) Normalizado após tratamento em (a) .....	36
Figura 2.23	(a) Diagrama esquemático mostrando o efeito da temperatura de transformação na taxa de nucleação de ferrita primária nos contornos de grão austeníticos. (b) Diagrama mostrando o efeito da taxa de resfriamento no tamanho de grão da austenita no tamanho de grão dos cristais de ferrita primária .....	38
Figura 2.24	Microestruturas mostrando que para um aço com 0,5% de carbono, a perlita formada é mais fina e em maior quantidade durante o resfriamento ao ar.....	38
Figura 3.1	Prensa Schuler MMK2-630 utilizada para forjamento das peças.....	40
Figura 3.2	Seqüência de forjamento a morno de anéis internos .....	40
Figura 3.3	Gradientes de temperatura na peça no último estágio do forjamento .....	41
Figura 3.4	Representação esquemática do forno utilizado para cementação e têmpera das amostras .....	41
Figura 3.5	Ciclo de cementação e têmpera e perfil de potencial de carbono utilizado nas amostras A e B.....	42
Figura 3.6	Ciclo de cementação e perfil de potencial de carbono aplicado à amostra C.....	43
Figura 3.7	Ciclo de têmpera e perfil de potencial de carbono aplicado à amostra C.....	44
Figura 3.8	Comparação entre os processos aplicados às amostras. ....	45
Figura 3.9	Representação esquemática dos fluxos de processo.....	45

Figura 3.10	Corte indicando as áreas da peça onde foram realizadas as análises metalográficas.....	47
Figura 3.11	Local indicando na peça onde foi realizado o corte .....	48
Figura 3.12	Dispositivo Frenco IVM 3x2.....	49
Figura 3.13	Sistema de medição e computador que controla o programa.....	49
Figura 3.14	Posição dos roletes que realizam a medição.....	50
Figura 3.15	Peça colocada no dispositivo para realização das medições .....	50
Figura 3.16	Ilustração da montagem do eixo interconector no anel interno.....	51
Figura 4.1	Fibramento no esférico do forjado .....	52
Figura 4.2	Fibramento na pista do forjado.....	52
Figura 4.3	Superfície do esférico do forjado - Ataque Nital 5%. .....	53
Figura 4.4	Núcleo do esférico do forjado - Ataque Nital 5% .....	54
Figura 4.5	Vista geral microestrutura da pista do forjado – Ataque Nital 5%.....	54
Figura 4.6	Superfície da pista do forjado - Ataque Nital 5%.....	55
Figura 4.7	Núcleo da pista do forjado - Ataque Nital 5%.....	55
Figura 4.8	4.5 – Superfície da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5% .....	56
Figura 4.9	Superfície Núcleo da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5% .....	56
Figura 4.10	Superfície da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5% .....	57
Figura 4.11	Núcleo da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5%.....	57
Figura 4.12	Superfície da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II - Ataque Nital 5% .....	58
Figura 4.13	Núcleo da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II - Ataque Nital 5% .....	58
Figura 4.14	Tamanho de grão na superfície e no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I. A linha tracejada indica a separação entre superfície e núcleo. Tamanho de grão médio ASTM 1 na superfície e ASTM 6 no núcleo - Ataque Ácido Pícrico + Teepol .....	59

Figura 4.15	Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando o processo I. Em a) tamanho de grão no esférico ASTM 5,2 e em b) tamanho de grão na pista ASTM 4,2. Ataque Ácido Pícrico + Teepol	61
Figura 4.16	Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando o processo I. Em a) tamanho de grão no esférico ASTM 3,9 e b) tamanho de grão na pista ASTM 4,0. Ataque Ácido Pícrico + Teepol	61
Figura 4.17	Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I. Observado crescimento anormal de grão. Os grãos mais finos têm tamanho ASTM 8,0, os grãos grosseiros observados ASTM 2,0 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol	62
Figura 4.18	Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I. Tamanho de grão médio ASTM 5,5 onde são observadas heterogeneidades - Ataque Ácido Pícrico + Teepol	62
Figura 4.19	Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I. Tamanho de grão médio ASTM 5,0. Observam-se grãos com tamanhos muito diferentes entre si - Ataque Ácido Pícrico + Teepol	63
Figura 4.20	Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II. Tamanho de grão médio ASTM 8,0 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol	63
Figura 4.21	Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II. Tamanho de grão médio ASTM 7,5 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol	64
Figura 4.22	Dispersão da dimensão entre-rolos da amostra A	66
Figura 4.23	Dispersão da dimensão entre-rolos da amostra B	67
Figura 4.24	Dispersão da dimensão entre-rolos da amostra C	67

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Características resultantes no núcleo e na camada de cada um dos tratamentos térmicos explicitados na figura 2.9 .....	24
Tabela 2.2	Tipos comuns de recozimento utilizados em aços .....	34
Tabela 3.1	Composição química especificada .....	39
Tabela 3.2	Composição química das amostras testadas.....	39
Tabela 3.3	Potencial de carbono, tempo e temperatura para cada um dos estágios do processo I.....	42
Tabela 3.4	Parâmetros da têmpera .....	43
Tabela 4.1	Resumo dos resultados obtidos para microestrutura das amostras .....	59
Tabela 4.2	Resumo da ocorrência de crescimento anormal de grão e tamanho de grão heterogêneo nas amostras testadas .....	64
Tabela 4.3	Resultados das medições de dureza Vickers nas amostras A, B e C após cementação, têmpera e revenido .....	65
Tabela 4.4	Divisão das classes dentro da tolerância total da medida do entre-rolos do anel interno.....	66
Tabela 5.1	Resumo dos resultados relativos à microestrutura, elementos formadores de precipitados formadores de grão e rota de processamento.....	68

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

$J$	fluxo de átomos por unidade de área por unidade de tempo;
$D$	coeficiente de difusão;
$C$	concentração de carbono no aço;
$x$	posição;
$D_0$	fator de frequência;
$Q$	energia de ativação da difusão;
$R$	constante universal dos gases (1,987 cal/mol.K);
$T$	temperatura (K);
$L$	profundidade de camada;
$\phi$	coeficiente de difusão para uma dada temperatura;
$t$	tempo (h);
$d$	diâmetro do grão;
$d_0$	diâmetro inicial do grão;
$k$	constante dependente da temperatura
$k_0$	constante;
$E$	energia de crescimento de grão;
$R$	raio do grão;
$R_C$	raio crítico para crescimento de grão;
$K$	constante de proporcionalidade;
$r$	raio médio das partículas;
$f$	fração volumétrica das partículas;
$F$	variação da energia por unidade de área do contorno de grão que cresce;
$\gamma$	energia superficial do contorno de grão;
$P$	força de ancoramento exercida por partículas de segunda fase;
$f_R$	fração volumétrica de partículas aleatoriamente distribuídas na matriz;
$Z$	heterogeneidade do tamanho de grão;
$R_0$	raio do grão;
$A$	constante de proporcionalidade.
$\alpha$	Ferrita.
$Fe_3C$	Cementita.
$\gamma$	Austenita.

## RESUMO

Este trabalho tem por objetivo avaliar a influência da rota de processamento no surgimento de crescimento anormal de grão em anéis internos de juntas homocinéticas de aço DIN 16MnCr5 forjado a morno, assim como seu efeito na dispersão da dimensão entre-rolos do estriado deste anel. Para tanto foram realizados experimentos utilizando a rota de processamento corrente – forjamento, usinagem, cementação e têmpera – e uma rota de processo experimental – forjamento, cementação, usinagem e têmpera – além de adição de elementos de liga reconhecidos como ancoradores do crescimento de grão austenítico. Para calcular o tamanho de grão austenítico foi empregada a norma ASTM E112. A microestrutura das amostras foi determinada através de metalografia e a medição da dimensão entre-rolos do estriado foi realizada utilizando um dispositivo Frencó modelo IVM 3x2. A partir dos resultados obtidos foi possível determinar que a rota de processamento que possui as etapas de cementação não conjugadas é a mais adequada para que se obtenha um tamanho de grão fino e homogêneo, bem como uma dispersão de medidas do entre-rolos do estriado que minimize as perdas durante a manufatura de peças.

## **ABSTRACT**

The aim of the work is to analyze the influence of process route on the appearance of abnormal grain growth in DIN 16MnCr5 warm forged constant velocity joints inner races as well as its effect on the dispersion of spline dimension between pins measurements. In order to do this, experiments using current process flow – forging, machining, case carburizing and quenching – and an experimental process route – forging, case carburizing, machining and quenching – were carried out. Further more, alloying elements well known for its ability to control austenitic grain growth were added. The standard applied in order to calculate the austenitic grain size was ASTM E112. The microstructure of the samples was determined through metallographic analysis and spline's between pins dimension was measured using a Frenco gage model IVM 3x2. From the obtained results it was possible to determine that the process route which has case carburizing and quenching stages not conjugated is more adequated to obtain a fine and homogeneous austenitic grain size distribution as well as a dispersion of between pins dimensions that minimizes the wastes during parts manufacturing.

## 1.0 INTRODUÇÃO

Componentes internos de juntas homocinéticas têm como requisito básico uma elevada dureza e resistência ao desgaste superficial aliada a um núcleo que conserve as propriedades de aços de baixo carbono como a ductilidade. Para atender essa necessidade, a cementação é o processo mais utilizado no âmbito industrial.

Uma vez que as demandas da indústria exigem que o tempo empregado durante a manufatura seja o menor possível, os processos de cementação a altas temperaturas vêm sendo largamente utilizados, já que possibilitam uma redução considerável dos tempos de processamento pela utilização de temperaturas superiores a 950°C. Sendo o processo de cementação comandado pela difusão do carbono, e os processos de difusão controlados pela temperatura, quanto maior for a temperatura, maior será o coeficiente de difusão e menor o tempo total de processo.

Este processamento propicia o crescimento, muitas vezes anormal, do tamanho de grão austenítico do material. Para evitar o aparecimento deste fenômeno, podem ser utilizados aços que contenham elementos formadores de precipitados que ancorem o crescimento dos grãos, tratamentos térmicos que possibilitem a formação de novos grãos ou uma combinação de ambos.

O ancoramento do crescimento de grão por precipitação por partículas de segunda fase ocorre devido à presença de nitretos, carbonetos ou carbonitretos nos contornos de grão que impedem sua migração desde que estes precipitados sejam estáveis na temperatura em que se está utilizando. Tratamentos térmicos que propiciem a formação de novos grãos na estrutura também podem ser utilizados, pois a microestrutura resultante é composta de grãos não-deformados e de distribuição homogênea.

Em anéis internos de juntas homocinéticas o primeiro estágio da manufatura consiste no forjamento a morno das pré-formas cilíndricas em uma forma bastante complexa, que possui um gradiente de deformação bastante elevado e, conseqüentemente, um grande acúmulo de tensões no interior da estrutura do material. Durante a seqüência de

processamento, ao passar pela etapa de cementação e têmpera, é percebido um crescimento anormal de grão na microestrutura e distorção da dimensão final da parte estriada do componente.

O presente trabalho tem por objetivo estudar a melhor alternativa, em termos de tratamento térmico e composição química, para minimizar os efeitos do crescimento anormal de tamanho de grão austenítico bem como diminuir a distorção da dimensão final da porção estriada de anéis internos de juntas homocinéticas.

## 2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Cementação

A cementação é o processo termoquímico mais utilizado para endurecimento superficial dos aços cujo objetivo principal é aumentar a dureza superficial e resistência ao desgaste conservando a ductilidade e tenacidade do núcleo. Este fenômeno ocorre na medida em que o aço é exposto a uma atmosfera suficientemente rica em carbono de modo que este difunda para o interior do material.

Sendo a cementação dependente da difusão do carbono no aço e esta regida pelas Leis de Fick, tem-se:

$$J = -D \cdot \frac{dC}{dx} \quad (1)$$

Que é a primeira lei de Fick e descreve processos difusionais estacionários, onde:

J = fluxo de átomos por unidade de área por unidade de tempo.

D = coeficiente de difusão em cm<sup>2</sup>/s.

C = concentração de carbono

x = posição.

O sinal negativo dá indicação de que o fluxo ocorre no sentido de diminuir o gradiente de concentração, ou seja, da maior para a menor concentração.

O termo força motriz é utilizado no sentido de expressar o que impele a reação a ocorrer. Para reações de difusão, diversas forças podem atuar, porém para o caso da difusão estar em concordância com (1), o gradiente de potencial químico age como força motriz, como é possível observar na figura 2.1 (CALLISTER 2000).

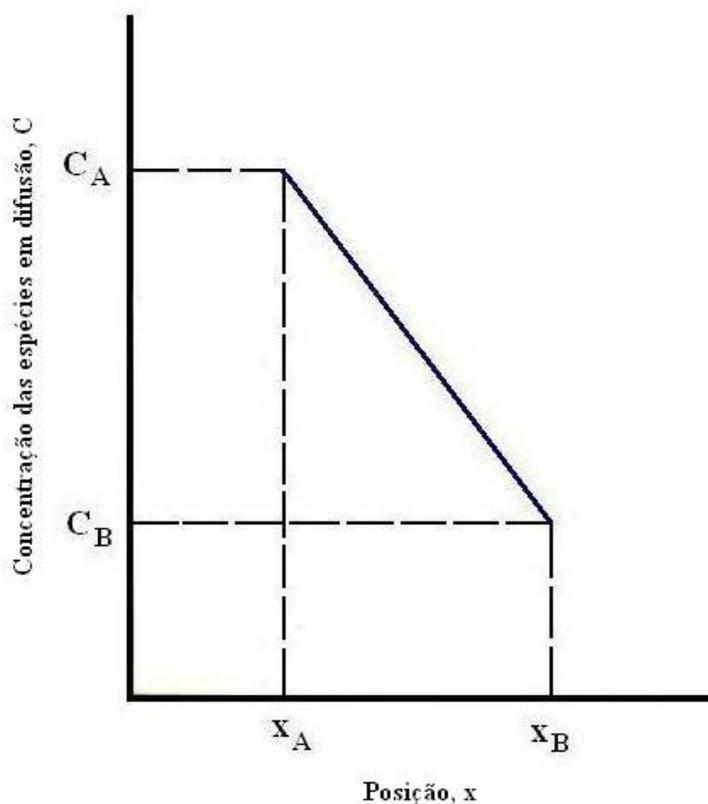


Figura 2.1 Representação gráfica da primeira lei de Fick (CALLISTER 2000).

A segunda lei de Fick, que é válida para estados não-estacionários, expressa a variação de concentração com o tempo:

$$\frac{dC}{dt} = \frac{d}{dx} \left( \frac{d^2C}{dx^2} \right) \quad (2)$$

para o caso de “D” ser constante, tem-se:

$$\frac{dC}{dt} = D \cdot \left( \frac{d^2C}{dx^2} \right) \quad (3)$$

A figura 2.2 representa graficamente a segunda lei de Fick, que descreve estados não-estacionários, e mostra que tanto o fluxo de difusão quanto o gradiente de concentração de um

determinado soluto em uma posição  $x$  variam com o tempo  $t$ .

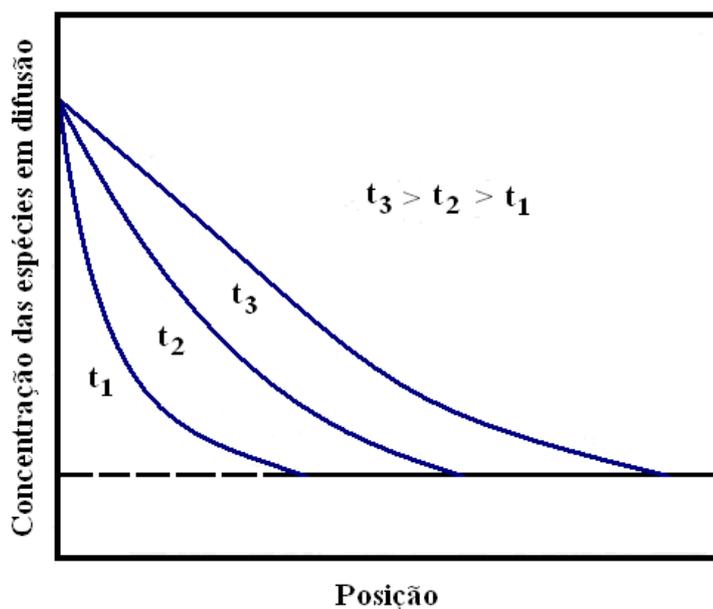


Figura 2.2 Representação gráfica da segunda lei de Fick (CALLISTER 2000).

O coeficiente de difusão  $D$  varia com a natureza do soluto, tipo de estrutura cristalina e temperatura, logo, será mais elevado em temperaturas maiores porque os átomos de soluto têm maior energia térmica e mais probabilidades de superar a barreira de energia dos átomos de solvente (VAN VLACK 1970). Se o mecanismo de difusão predominante for o mesmo em uma faixa de temperatura, o coeficiente de difusão poderá ser expresso na forma de uma equação tipo Arrhenius (PORTER 1992):

$$D = D_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (4)$$

Onde:

$D_0$  = fator de frequência que está relacionado com a frequência dos saltos atômicos de uma posição para outra e da distância percorrida;

$Q$  = energia de ativação da difusão

$R$  = constante universal dos gases que tem o valor de 1,987 cal/mol.K

$T$  = temperatura em K

Portanto, a profundidade de penetração no material dependerá majoritariamente da temperatura e tempo da cementação, coeficiente de difusão, concentração de carbono do meio e elementos de liga presentes no aço (CHIAVERINI 1996).

A dependência com a temperatura ocorre já que a taxa de penetração do carbono na superfície do material é limitada pela velocidade com que ele difunde na estrutura e a temperaturas maiores a penetração do carbono na estrutura da austenita é facilitada (HUMEROTERY 1968).

### 2.1.1 Cementação a Altas Temperaturas

A cementação a altas temperaturas refere-se àqueles processos que utilizam temperaturas superiores a 950°C. Este aumento na temperatura leva à diminuição do tempo de processamento e um conseqüente aumento de produtividade que corrobora com as necessidades da indústria (ALOGAB 2007).

De acordo com Lutz (1997), na cementação a taxa de difusão do carbono no aço é governada pela equação:

$$L = \phi.t^{1/2} \quad (5)$$

Onde

L = profundidade de camada cementada

$\Phi$  = coeficiente de difusão para uma dada temperatura

t = tempo, em horas.

Percebe-se que com o aumento do coeficiente de difusão o tempo para atingir a mesma profundidade será menor e, isto se torna possível aumentando-se a temperatura de trabalho (LUTZ 1997).

Staples (1964) citou a importância da qualidade da atmosfera para uma adequada transferência de carbono e calor para as peças e a criticidade do controle da composição da atmosfera porque uma vez que a cementação ocorre mais rapidamente em temperaturas mais altas, leves variações na composição do gás levam a efeitos profundos no teor de carbono absorvido.

Lutz (1997) salientou que alguns fatores como crescimento de grão excessivo devem ser cuidadosamente analisados quando da escolha da cementação a alta temperatura como processo de beneficiamento.

Em termos de práticas modernas de cementação, não é notado crescimento de grão em aços para cementação quando utilizadas temperaturas convencionais em torno de 925°C. Entretanto, a tendência de utilização de temperaturas mais altas na cementação, às vezes superiores a 1000°C, requer atenção a todos os fatores que levam ao refino de grão (elementos de liga, trabalho mecânico e tratamentos térmicos subsequentes) a fim de que se obtenha uma estrutura de grãos finos e homogêneos (PARRISH 1999).

A cementação a altas temperaturas tem como vantagens em relação à cementação convencional além do menor tempo para atingir uma mesma camada um gradiente de carbono mais suave entre a superfície e o núcleo (JOMINY 1964).

Por outro lado, uma das desvantagens associadas a este processo é o crescimento do tamanho de grão austenítico em temperaturas muito elevadas (ALOGAB 2007; DUTRA 2002; FERNÁNDEZ 2007; GLADMAN 1994; ILLESCAS 2008; KIM 2008; LEE 2008; MAROPOULOS 2007; PALMIERE 1994; RIOS 1998; RIOS 2001; SUWA 2007; TSUKAHARA 1995; YU 2006;).

## 2.2 Evolução Microestrutural em Peças Conformadas a Morno

A conformação mecânica realizada a temperaturas abaixo da faixa de recristalização e acima da temperatura ambiente, ou seja, que proporciona recuperação parcial ou total da microestrutura, porém sem formar novos grãos é chamada de conformação a morno (DIETER 1981).

A maior parte da energia gasta na transformação de um metal por trabalho a morno é transformada em calor. Porém, cerca de 5 a 10% desta energia é armazenada na estrutura causando uma elevação da energia interna (DIETER 1981).

As discordâncias geradas vão se rearranjando dentro das subdivisões dos grãos oriundas da conformação. Essa subdivisão não ocorre com a mesma intensidade em todos os grãos, pois durante a deformação plástica uma combinação distinta de sistemas de deslizamento independentes pode ser ativada em cada um dos grãos, uma vez que as

restrições impostas a cada grão não são as mesmas (HUGHES 1993; HUGHES 1997; SANDIM, 2001).

A compatibilidade da deformação entre os grãos em uma estrutura policristalina requer muitas vezes que ocorram significativas rotações naqueles grãos que não estão favoravelmente orientados. Essas rotações causam um grande número de heterogeneidades de deformação que podem ser classificados como componentes intergranulares, uma vez que a densidade de discordâncias é diferente de um grão para outro (DIETER 1981).

Esses gradientes de deformação, decorrentes da densidade de discordâncias ser diferente de um grão para o outro, levam à formação de gradientes de energia armazenada dentro dos grãos, pois há áreas com maior densidade de discordâncias no interior dos grãos, e entre diferentes grãos; influenciando decisivamente na recuperação e recristalização do material (DIETER 1981).

A estrutura de discordâncias de um material conformado não é termodinamicamente estável e, conforme a temperatura aumenta, esta condição torna-se cada vez mais instável e, eventualmente, reverte-se para uma condição livre de deformação, processo conhecido como recozimento e que pode ser dividido em três estágios: recuperação, recristalização e crescimento de grão (DIETER 1981).

A microestrutura de um metal sofre mudanças sucessivas durante a deformação plástica. A mais notável é a mudança no formato dos grãos, passando de equiaxiais a um formato mais alongado, levando a um aumento considerável na área total dos contornos (HUMPHREYS 1995).

Do ponto de vista da microestrutura, as regiões mais deformadas atuam como locais preferenciais para o início da recristalização. Esses núcleos de recristalização são regiões pré-existentes no material encruado e que são delineadas por contornos de alto ângulo aptos a migrar mediante ativação térmica (SANDIM 2001).

A heterogeneidade microestrutural influi preponderantemente no comportamento do material frente à recristalização, uma vez que o potencial para que ocorra é diferente de grão para grão; o que quer dizer que enquanto alguns grãos recristalizam-se imediatamente outros sofrem apenas recuperação (SANDIM 2001).

### 2.3 Recristalização

A recristalização é de suma importância no processamento de metais e ligas metálicas por duas razões principais. A primeira é que este fenômeno produz um aumento na ductilidade e uma diminuição da dureza e, a segunda razão é controlar a microestrutura final do produto (DOHERTY 1997).

Durante a deformação plástica a energia é acumulada no material principalmente sob a forma de discordâncias. Durante o reaquecimento esta energia é dissipada em três diferentes fenômenos: recuperação, recristalização e crescimento de grão, conforme mostrado na figura 2.3 (HUMPHREYS 1997; HUMPHREYS 2007).

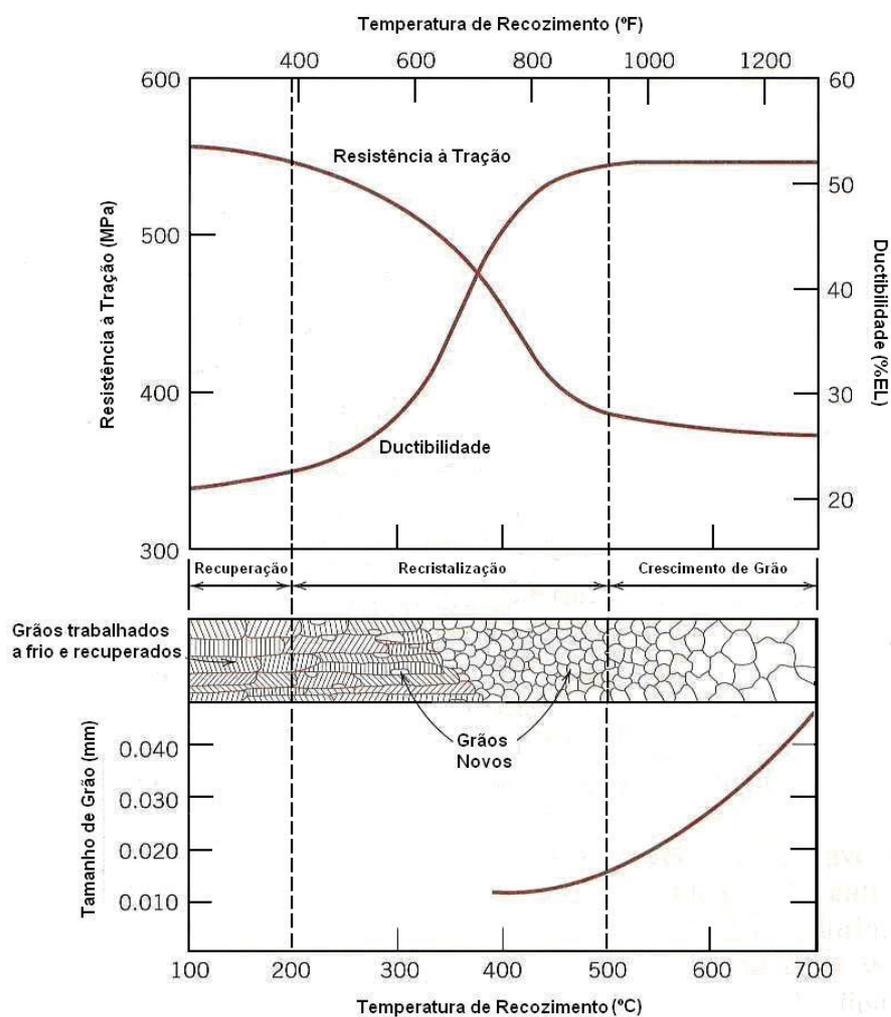


Figura 2.3 A influência da temperatura na resistência mecânica e ductilidade de uma liga de bronze. A evolução da microestrutura durante os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão também são mostradas esquematicamente (CALLISTER 2000).

A recristalização consiste no surgimento de novos e diminutos cristais de composição e estrutura idênticas aos grãos originais não deformados (CHIAVERINI 2003). Conforme proposto por Cahn em 1949, na recristalização os novos grãos não são nucleados como totalmente novos, átomo por átomo como em uma nucleação homogênea, e sim a partir de sub-grãos recuperados que já se encontram presentes na microestrutura deformada (DOHERTY 1997).

Somente sub-grãos com alto ângulo de desalinhamento com o grão deformado têm a mobilidade necessária para tornarem-se novos grãos recristalizados e livres de deformação, pois possuem mais energia acumulada.

Apesar de ser necessário o alto ângulo de desalinhamento, esta condição somente não é suficiente. O novo grão deve carregar consigo uma vantagem energética para que possa crescer ao invés de diminuir e desaparecer, ou seja, o gradiente de energia interna entre o sub-grão recuperado e o grão deformado deverá ser negativo (CALLISTER, 2000; DOHERTY, 1997).

As condições necessárias para que haja recristalização, interfaces de alto ângulo e vantagem energética, são fornecidas pela deformação plástica e aquecimento durante tratamentos térmicos subseqüentes, respectivamente.

Durante o reaquecimento, o efeito primário de partículas finas dispersas na matriz é ancorar os contornos de grão, porém, à medida que estes precipitados aumentam de tamanho, as heterogeneidades impostas pela deformação transformam-nas em sítios nos quais se origina a recristalização (nucleação estimulada por partículas ou PSN – *Particle Stimulated Nucleation*) (DOHERTY 1997).

A recristalização avança heterogeneamente como resultado de uma distribuição não-uniforme da energia acumulada no material não deformado, começando a nucleação nas áreas de maior energia acumulada e procedendo progressivamente através da ativação de sítios com menos energia à medida que avança. Esses gradientes de energia acumulada levam também, ao contínuo decréscimo da taxa média de migração da frente de recristalização como consequência da redução da força motriz para migração (FERNÁNDEZ 2000).

A extensão da recristalização depende do tempo e da temperatura a que o material será exposto e, seu fim não é facilmente determinável.

Por esta razão, o tempo de recristalização é definido como o tempo necessário para ocorrer 95% de recristalização na estrutura. Uma vez que a o fenômeno pode ser completado em uma temperatura inferior caso o tempo de exposição seja maior, a temperatura de recristalização é definida como a temperatura necessária para que em 1 hora ocorram 95% de recristalização (CHIAVERINI 2003).

#### 2.4 Crescimento de Grão

O crescimento de grão é um processo ativado pela temperatura e sua força propulsora é a diminuição da energia superficial do contorno de grão à medida que sua área aumenta.

Este crescimento ocorre pela migração dos contornos dos grãos maiores a expensas de grãos menores. Esta movimentação se dá por difusão de curto alcance com os átomos difundindo de um lado até o outro da fronteira entre dois grãos. Este processo ocorre mais rapidamente a temperaturas mais elevadas, pois as taxas de difusão aumentam à medida que se incrementa a temperatura.

Segundo Gladman, após austenitizado o crescimento de grão em aços sempre será observado a menos que se empreguem elementos inibidores (GLADMAN 1997).

Em aço carbono o crescimento de grão é expresso por

$$d^2 - d_0^2 = k.t \quad (6)$$

onde

d = diâmetro do grão em um dado t

d<sub>0</sub> = diâmetro inicial

k = constante dependente da temperatura que pode ser expressa como uma expressão do tipo Arrhenius:

$$k = k_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (7)$$

onde

$k_0$  = constante

$Q$  = energia de ativação para o crescimento de grão

$R$  = constante universal dos gases que tem o valor de 1,987 cal/mol.K

$T$  = temperatura absoluta em K.

De acordo com o modelo proposto por Hillert a força motriz para que um grão cresça é dependente da curvatura de seu contorno sendo, neste caso, equivalente ao raio do grão (HILLERT 1965). Seguindo esta lógica nem todos os grãos crescerão; somente aqueles que atingirem um raio de curvatura crítico  $R_C$  conforme a equação 8.

$$\frac{dE}{dR} = k \cdot \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_C} \right) \quad (8)$$

onde

$R$  = o raio do grão

$R_C$  = o raio crítico

$k$  = constante de proporcionalidade.

É possível observar que quando  $R$  for menor que  $R_c$ , a variação da energia será negativa, o que propicia o aumento do tamanho de grão. Caso o raio do grão  $R$  for menor que  $R_c$  a energia do sistema aumentará e, portanto, o crescimento de grão não ocorrerá. Se o raio for exatamente o raio crítico a energia do sistema não sofrerá alterações e não será observado crescimento do tamanho de grão.

Gladman (1994) modelou o crescimento de grão considerando um grande grão tetracaidecaédrico, que é um poliedro que possui oito faces hexagonais e seis faces quadradas, de raio “ $R$ ” inserido em uma matriz com grãos menores de raio  $R_0$  conforme a figura 2.4. Os raios foram definidos como sendo a metade da distância entre faces hexagonais opostas e pode ser igualado a uma esfera inscrita.

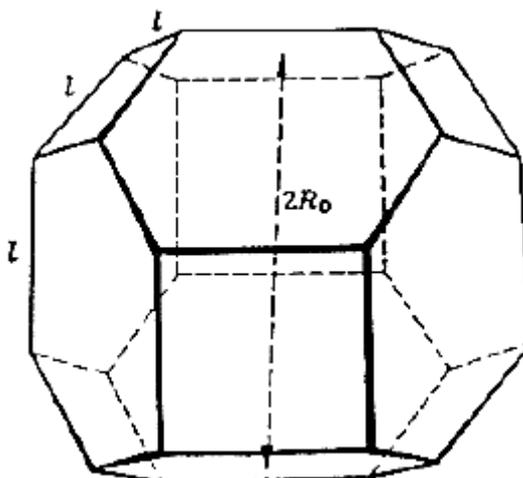


Figura 2.4 O tetracaidecaedro (GLADMAN 1994).

Considerando as relações entre o grão maior e os grãos menores que o circundam, foi estabelecida a equação 9:

$$\frac{dE_n}{dR} = \left( \frac{2}{R} - \frac{3}{2R_0} \right) \cdot \gamma \quad (9)$$

onde

R = raio do grão que cresce

R<sub>0</sub> = raio dos grãos vizinhos

γ = energia superficial do grão austenítico

A equação demonstra que somente quando  $R > 4/3 R_0$  a variação de energia será negativa e o crescimento de grão será observado.

Esta equação está de acordo tanto com o conceito geral de que os grãos maiores crescem quanto com o conceito de raio crítico proposto por Hillert.

O histórico térmico e mecânico do material além da composição química influenciam fortemente a temperatura em que ocorre o crescimento de grão. A duração do tratamento térmico é significativa no aparecimento deste fenômeno conforme a figura 2.5, onde é possível observar que para um mesmo aço, diferentes tempos de austenitização produzem tamanhos de grão diferenciados (PARRISH 1999).

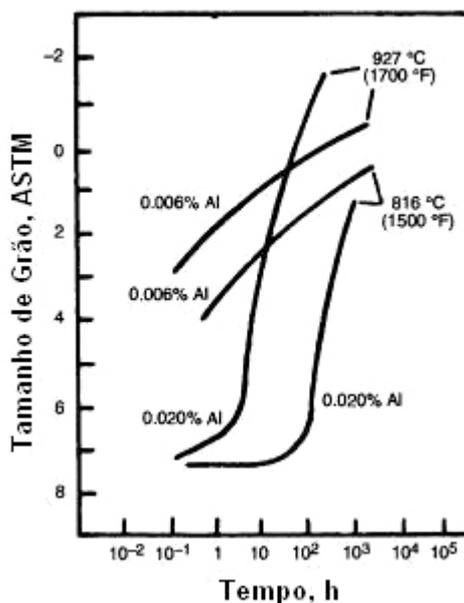


Figura 2.5 Efeito do tempo sobre o tamanho de grão (PARRISH 1999).

Além da potencial possibilidade de possuírem propriedades inferiores, aços com grãos muito grandes levam a maiores distorções dimensionais do que peças com grãos finos (PARRISH 1999).

#### 2.4.1 Crescimento Anormal de Grão

O crescimento anormal de grão, também chamado de recristalização secundária, é caracterizado pela presença de grãos extremamente grandes em uma estrutura de grãos finos, como pode ser visto na figura 2.6. Este comportamento é reportado predominantemente em aços que contêm partículas de segunda fase dispersas (DUTRA 2002).

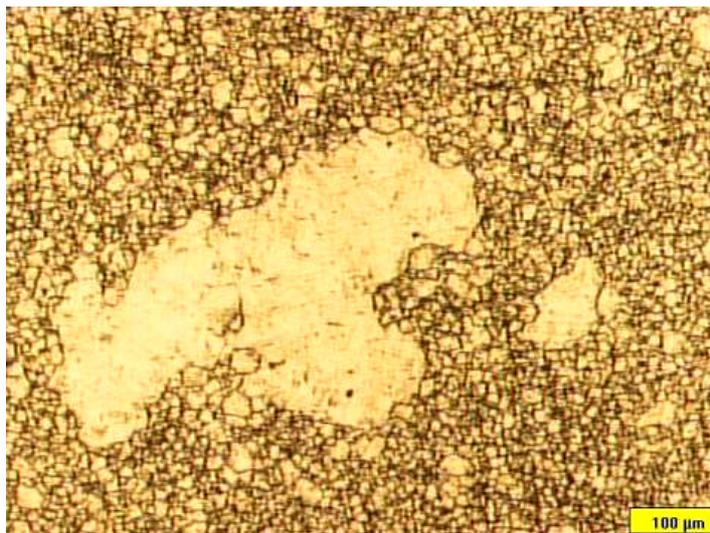


Figura 2.6 Crescimento anormal de grão, caracterizado pela presença de grãos muito maiores que a matriz – de grãos muito finos (FOTO DA AUTORA).

Dentre as causas conhecidas para o crescimento anormal de grão, é possível citar a dissolução de partículas de segunda fase e/ou coalescimento dos precipitados já que diminuem o efeito do ancoramento.

A temperatura de crescimento de grão aumenta com uma maior quantidade e estabilidade dos precipitados, mas é sempre menor que a temperatura requerida para a completa dissolução dos carbonetos ou nitretos microligantes (CUDDY 1983).

A estabilidade da partícula de segunda fase influencia fortemente o crescimento anormal de grão, uma vez que quanto maior for a temperatura de solubilização do precipitado, tanto maior será a temperatura em que o crescimento do grão será inibido (PALMIERE 1994).

A temperatura em que o processamento ocorre também influencia o crescimento anormal de grão na medida em que seu aumento favorece a cinética do crescimento competitivo e a dissolução de elementos na austenita.

Os efeitos combinados de elementos de liga e processamento térmico no tamanho de grão austenítico são complexos e refletem a competição entre as forças motrizes para o crescimento normal/anormal de grão e a ancoragem por precipitados. O crescimento anormal de grão é um fator a ser considerado em aços com partículas de segunda fase dispersas, uma vez que pode levar a grãos muito maiores do que os observados em aço carbono, onde o crescimento normal de grão ocorre em temperaturas elevadas (ALOGAB 2007).

A distribuição do tamanho de grão tem contribuição fundamental na ocorrência do fenômeno, pois quanto menos homogênea for a distribuição, maior será a probabilidade que o crescimento anormal ocorra.

Velocidades de aquecimento maiores conduzem mais facilmente ao crescimento anormal de grão, o que se deve ao fato de haver um gradiente microestrutural maior à medida que se aquece as amostras mais rapidamente (DUTRA 1995).

A iniciação e a cinética do crescimento anormal de grão podem ser preditas pela análise do comportamento termodinâmico e cinético da dissolução das partículas de segunda fase (DUTRA 2002).

Para o caso de partículas de Al e N, maiores concentrações em peso não diminuem a possibilidade de o fenômeno ocorrer porque maiores relações Al/N favorecem o crescimento competitivo e, portanto, conduzem ao crescimento anormal de grão. Relações Al/N próximas da estequiometria colaboram para redução de sua ocorrência (CHENG 2000; GLADMAN 1994).

## 2.5 Inibição do Crescimento de Grão

Segundo Gladman, ao final da reaustenitização o crescimento de grão ocorrerá a menos que sejam empregados inibidores. A introdução de partículas de segunda fase que proporcionam o efeito de arraste de Zener que fazem com que uma parte do contorno de grão desapareça quando este é interceptado por uma partícula.

O movimento dos grãos cessará quando a força motriz de crescimento de grão for igual à força de ancoramento exercida por partículas aleatoriamente distribuídas conforme a equação 10 (GLADMAN 1992; MANOHAR 1998).

$$R = \frac{4r}{3f} \quad (10)$$

onde,

$R$  = raio médio de um grão

$r$  = raio médio das partículas

$f$  = fração volumétrica das partículas

A partir dessa relação conclui-se que quanto menor for a partícula, maior será seu potencial de ancorar o crescimento de grão (MANOHAR 1998).

A força motriz para o crescimento de grão é a redução da área de superfície de contorno que leva a uma redução na energia total. A variação da energia ( $F$ ) por unidade de área do contorno de grão que cresce representa o balanço do aumento da energia superficial dos grãos vizinhos que são consumidos (GLADMAN 1992).

Cada partícula de segunda fase exerce uma força de ancoramento de Zener sendo  $r$  o raio da partícula (GLADMAN 1992). Como a força total exercida pelas partículas depende de sua distribuição, se esta for aleatória, poder-se-á expressá-la por:

$$P = \frac{3f\gamma}{2r} \quad (12)$$

Segundo estudos de Gladman e Pickering (1967), a relação de Zener exposta na equação 10 superestima a força motriz de crescimento de grão porque deriva de um modelo de contração de um grão isolado, na prática os resultados observados mostram um equilíbrio menor do que o esperado pela equação proposta por Zener.

Para que haja crescimento de grão, sua força motriz ( $F$ ) deve superar a força de ancoramento exercida pelas partículas de segunda fase ( $P$ ) e, uma vez que  $F$  necessita ser negativa para ocorrer o crescimento de grão, a fronteira entre o ancoramento e o crescimento de grão pode ser matematicamente explicitada por (GLADMAN 1992):

$$P = -F \quad (13)$$

No caso de partículas distribuídas aleatoriamente, sua fração volumétrica é dada por:

$$f_R = \left(1 - \frac{4}{3Z}\right) \cdot \frac{r}{R_0} \quad (14)$$

onde,

$f_R$  = fração volumétrica

$Z = R_C/R_0$  que é a medida da heterogeneidade do tamanho de grão

$r$  = raio da partícula

$R_0$  = raio do grão

Modificando-se a equação 10 para

$$R = A \cdot \frac{r}{f} \quad (15)$$

Hillert (1965) propôs dois limites para a constante  $A$ ; o limite inferior  $A = 4/9$ , onde o crescimento normal cessaria e, neste estágio poderia iniciar o crescimento anormal e continuar até que o limite máximo de “ $A$ ” seja atingido, ou seja,  $A = 2/3$ . Neste ponto se todos os grãos tiverem  $R = R_C$ , até o crescimento anormal de grão deveria parar e toda a microestrutura estaria em equilíbrio. Porém é fácil imaginar que, pelo menos, um grão tem  $R > R_C$  e, neste caso o crescimento anormal de grão continuaria indefinidamente até o limite, onde a microestrutura seria constituída de um único cristal.

Os efeitos da temperatura são importantes devido à progressiva dissolução dos precipitados e do processo Ostwald-Ripening, que podem afetar a capacidade de ancoragem dos precipitados dispersos na matriz (GLADMAN 1992).

Cuddy et al (1983) compararam graficamente os resultados esperados para cada uma das relações: Zener, Gladman e Hillert e, os tamanhos previstos podem variar em até uma ordem de magnitude, dependendo das premissas de cada modelo. Contudo, os três modelos possuem a mesma tendência de que para que seja mantido um tamanho de grão fino é necessário uma fração volumétrica elevada de precipitados muito pequenos, conforme mostra a figura 2.7.

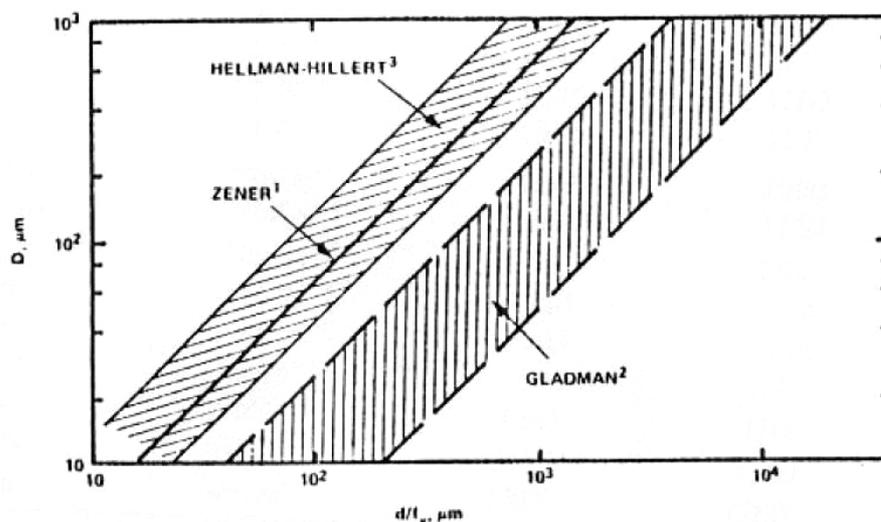


Figura 2.7 Comparativo entre os modelos de Zener, Gladman e Hellman-Hillert proposto por Cuddy et al (1983).

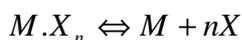
Flutuações na microestrutura podem constituir uma menor ancoragem localizada ou uma maior força motriz; Ambas as variações podem levar ao aparecimento de crescimento anormal de grão em estruturas inicialmente uniformes (RIOS 1998).

Carbonetos do tipo MC são parcialmente dissolvidos em temperaturas usuais de processamento, estas partículas desempenham um papel fundamental tanto na inibição do crescimento de grão quanto no surgimento do crescimento anormal de grão (DUTRA 2002).

### 2.5.1 Inibidores do Crescimento de Grão

Os elementos microligantes mais comumente utilizados e discutidos na literatura são Alumínio, Nióbio, Titânio e Vanádio por sua capacidade de formar nitretos, carbonetos e, em casos específicos carbonitretos, que precipitarão nos contornos de grão impedindo assim sua mobilidade. Sua dissolução e precipitação estão diretamente ligadas aos conceitos de solubilidade, que determinarão se será observada apenas uma fase (austenita) ou duas fases (austenita e precipitado).

No equilíbrio, a reação química abaixo representa a dissolução e formação de nitretos ou carbonetos:



onde

M = componente microligante (Al, Nb, V ou Ti)

X = carbono (C) ou nitrogênio (N).

Em aços microligados os coeficientes de atividade são considerados iguais à unidade. A constante de equilíbrio é determinada pelo produto de solubilidade abaixo (CUDDY 1983):

$$\log[M][X]^n = F - \frac{Q}{T} \quad (16)$$

Onde

[M] = concentração do componente microligante dissolvido no aço

[X] = concentração do carbono ou nitrogênio dissolvido no aço

T = temperatura absoluta em K

Q e F são constantes relacionadas com a entalpia e entropia de formação.

De acordo com a figura 2.8, pode-se observar que a solubilidade do carboneto de Nb na austenita é função da temperatura e do conteúdo de carbono. Com relação ao Al, este sempre reagirá com o nitrogênio, visto que nunca foi observada a ocorrência de AlC. Se algum elemento formador de nitretos mais estáveis que o de alumínio for adicionado, a disponibilidade de nitrogênio será afetada e a formação de AlN poderá ser restrita ou inibida.

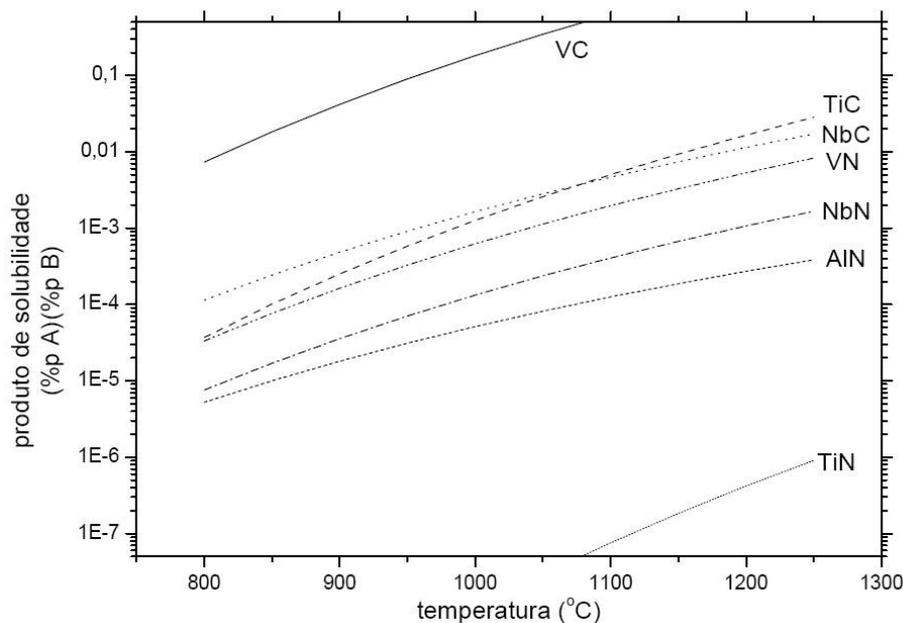


Figura 2.8 Solubilidade de carbonetos e nitretos na austenita (NARITA 1975).

No caso de haver solubilidade mútua entre nitretos e carbonetos, como por exemplo, NbC e NbN que têm parâmetros de rede e estruturas cristalinas muito semelhantes, ocorrerá a formação de carbonitretos complexos – Nb(C,N) que são mais estáveis que nitretos e carbonetos de nióbio separadamente.

Lopo (2000) observou o aparecimento de grãos grosseiros em meio a uma microestrutura de grãos finos para amostras de aço DIN17Cr3 previamente deformadas e tratadas termicamente a 950°C por 5 horas contendo precipitados de AlN.

Este comportamento pode ser explicado pelo fato de alguns precipitados solubilizarem e não mais exercerem o efeito de ancoragem dos contornos de grão, como pode ser observado na figura 2.9, a dependência com a temperatura da solubilidade de nitretos e carbonetos na austenita.

Diversas referências relatam o efeito inibidor do crescimento de grão proporcionado por adições de Nióbio (ALOGAB 2007; BRUNO 1995; FERNÁNDEZ 2007; HUTCHINSON 2008; ILLESCAS 2008; ISLAM 2006; KUREBAYASHI 2008; MORAIS 2006; PALMIERE 1994; SPEER 1989; YU 2006).

Com relação aos os efeitos dos carbonetos e carbonitretos de Nb no que tange à inibição do crescimento de grão, Islam e Bepari (1996) concluíram que os carbonitretos são

mais eficazes no controle do tamanho de grão, pois são mais estáveis conforme é possível observar na figura 2.9, onde o aço 1 não contém partículas de segunda fase, o aço 2 contém carbonetos de nióbio (NbC) e o aço 3 contém carbonitretos de nióbio – Nb(C,N).

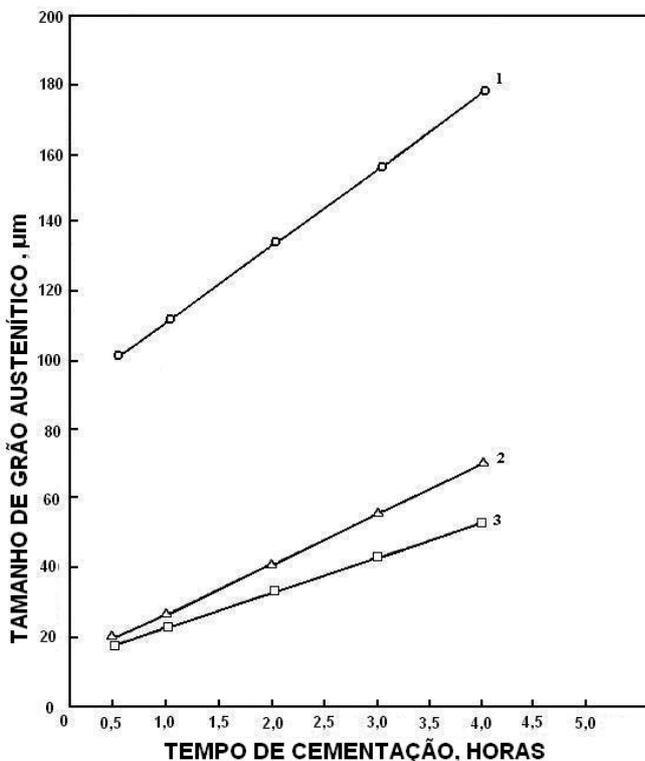


Figura 2.9 Tamanho de grão austenítico de três aços com diferentes partículas de segunda fase para controle de tamanho de grão com diferentes tempos de cementação (ISLAM 2006).

Morais (2002) observou crescimento anormal de grão em aço SAE 5115 com adições de Nb quando esferoidizados e depois tratados termicamente a 1000°C e 1050°C por 2h devido aos precipitados estarem em quantidade e tamanho insuficiente para ancorar o crescimento de grão.

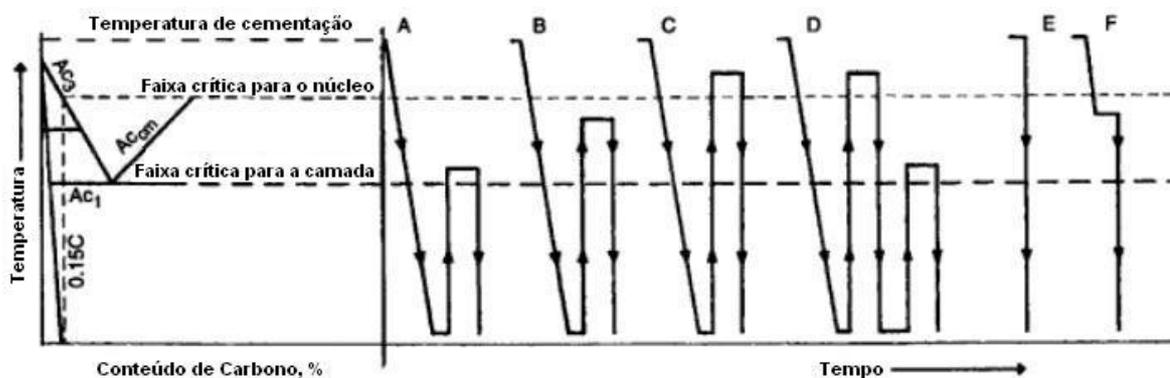
Hutchinson et al (2008) compararam o efeito ancorador de grão de Nb em solução (*solute drag*) com precipitados de NbC e, enquanto para controle de tamanho de grão na ferrita o Nb em solução mostrou-se mais eficaz, na austenita o precipitado é mais adequado.

## 2.6 Refino de Grão via Tratamento Térmico

Pode-se modificar significativamente o tamanho de grão dos aços por tratamentos térmicos subseqüentes ou em etapas intermediárias do processamento. É necessário, portanto, entender o que controla estes mecanismos (VERHOEVEN 2007).

Quando se observa crescimento de grão na microestrutura após a cementação em aços carbono ou ligados, pode-se obter uma microestrutura refinada através de tratamentos térmicos realizados a partir da zona austenítica do diagrama Fe-C antes de temperá-la (RETI 2002, SHARMA 2003).

Com o advento de aços ligados para refino de grão, tratamentos térmicos como a dupla têmpera, utilizado para que se obtenha um tamanho de grão refinado tanto na camada quanto no núcleo, somente são utilizados em situações particulares como cementação em altas temperaturas. Este tratamento tem como meta assegurar uma estrutura de grãos finos na camada e no núcleo, além de reduzir a distorção dos componentes e o risco de trincas de têmpera (PARRISH 1999). A tabela 2.1 e a figura 2.10 mostram os diferentes tipos de ciclos de cementação utilizados e seus efeitos em relação ao tamanho de grão tanto na camada quanto no núcleo.



Figuras 2.10 Alternativas de tratamentos térmicos para têmpera de componentes cementados (PARRISH 1999).

Tabela 2.1 Características resultantes no núcleo e na camada de cada um dos tratamentos térmicos explicitados na figura 2.9 (PARRISH 1999).

Tratamento Térmico	Camada	Núcleo
A: Melhor adaptado a aços com grão refinado	Refinada; carbonetos em excesso não dissolvidos; distorção	Grosso; mole e usinável
B: Melhor adaptado a aços com grão refinado	Levemente grosseira; alguns carbonetos em excesso solubilizados	Parcialmente refinado; mais resistente que A
C: Melhor adaptado a aços com grão refinado	Um pouco grosseira; solução de carbonetos em excesso favorecida; austenita retida promovida em aços de alta liga	Refinado; máxima resistência e dureza do núcleo; melhor combinação de resistência e ductilidade que B
D: Tratamento mais adequado a aços com grão grosseiro	Refinada; solução dos carbonetos em excesso favorecida; austenita retida minimizada	Refinado; mole e usinável; alto nível de tenacidade e resistência ao impacto.
E: Adequado somente a aços com grãos refinados	Grosseira com excesso de carbonetos dissolvidos; austenita retida; distorção minimizada	Grosso, mas temperado
F: Adequado somente a aços com grãos refinados	Grosseira; excesso de carbonetos evitado, se combinado com difusão, austenita retida reduzida; distorção minimizada	Grosso, mas temperado

### 2.6.1 Austenitização

A austenitização dos aços é realizada por dois motivos: obter austenita como fase precursora para um tratamento térmico subsequente, como normalização ou têmpera, de modo a formar uma determinada microestrutura como ferrita pró-eutetóide, cementita, martensita, etc., ou homogeneizar quimicamente o aço para minimizar os gradientes composicionais formados durante a solidificação (BROOKS 1992; BROOKS 1996).

As temperaturas usadas comercialmente encontram-se na faixa entre 800° - 950°C, dependendo do aço para tempos de 1 – 2h e são escolhidas de modo a minimizar a energia necessária para aquecer o forno, o aço e evitar oxidação (BROOKS 1992; BROOKS 1996).

A temperatura de austenitização depende do teor de carbono e elementos de liga, pois estes afetam as temperaturas de equilíbrio. Aços de baixo carbono requerem temperaturas de

austenitização mais elevadas do que aços com teor de carbono mais elevado. Isto pode ser observado na figura 2.11 onde o intervalo das temperaturas de austenitização diminui à medida que a quantidade de carbono aumenta.

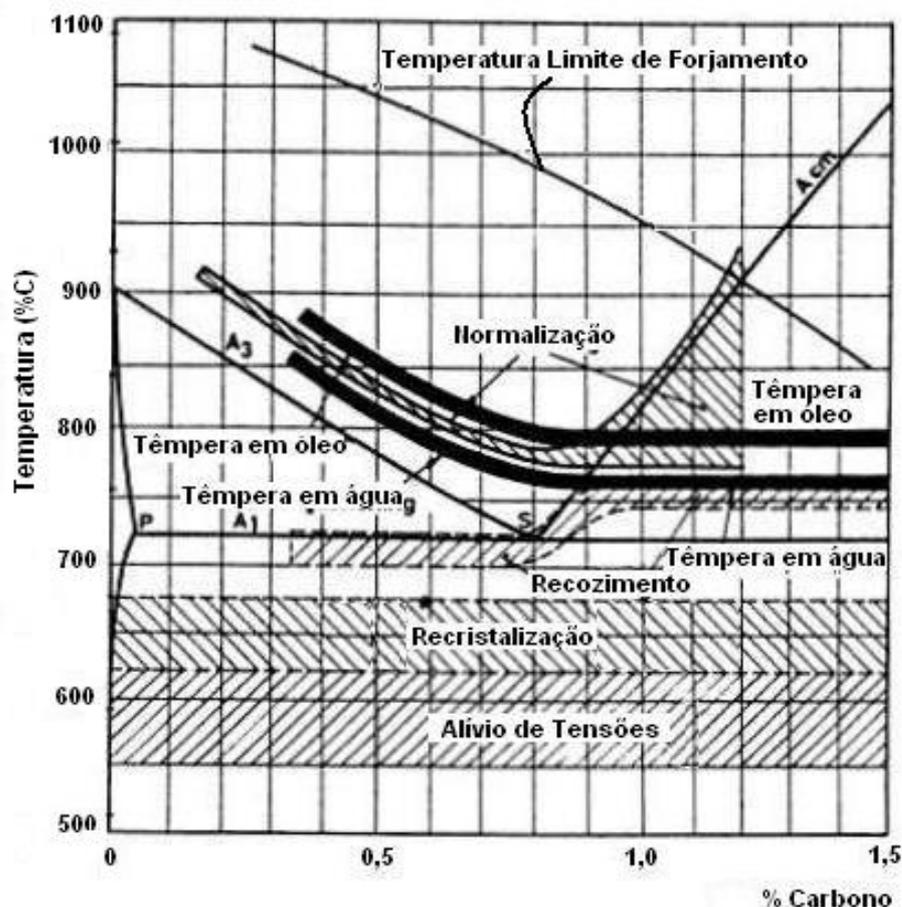


Figura 2.11 Diagrama Fe-C mostrando o intervalo de temperaturas de austenitização para tratamento térmico subsequente (BROOKS 1996).

Os elementos de liga também afetam a temperatura de equilíbrio dos limites da região austenítica. Se estes diminuem as temperaturas das fronteiras, logo uma temperatura menor pode ser usada. Entretanto, em alguns aços ligados, outros carbonetos que não  $Fe_3C$  estarão presentes e, durante a austenitização poderão ser mais difíceis de serem dispersos na austenita de modo a torná-la homogênea (BROOKS 1996).

Examinando-se tempo e temperatura necessários à austenitização deve-se considerar (BROOKS 1992):

- 1) O tempo necessário para que toda a microestrutura inicial seja convertida em austenita (processo de nucleação e crescimento).
- 2) O tempo para que a austenita torne-se quimicamente homogênea (processo difusional).
- 3) O crescimento de grão decorrente da completa formação da austenita.

A formação da austenita é função da microestrutura inicial. Em estruturas perlíticas, sua formação é efetivamente o inverso da reação eutetóide



esta equação mostra que é necessária uma difusão considerável de carbono na reação austenítica de forma a equilibrar as fases envolvidas (KRAUSS 2005).

As etapas críticas do processo de austenitização são controladas pela difusão do carbono na austenita na temperatura considerada e pelas distâncias sobre as quais o carbono deve difundir. Esta última é determinada pela microestrutura original (SAMUELS 1999).

A cementita é a fonte de carbono para a austenita, logo a reação iniciará nas interfaces ferrita/cementita, ricas em carbono. Em interfaces ferrita/perlita ou em microestruturas esferoidizadas, a austenita nucleia a partir da perlita ou em partículas de cementita, conforme é visto na figura 2.12, mas o crescimento é dependente da difusão do carbono proveniente dos carbonetos para austenita circundante e interfaces austenita/ferrita (KRAUSS 2005).

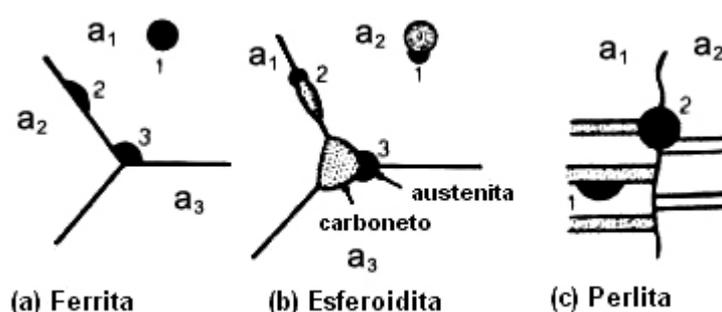


Figura 2.12 Locais para nucleação da austenita em microestruturas de (a) ferrita, (b) esferoidita e (c) perlita (KRAUSS 2005).

Em microestruturas que consistem inicialmente de ferrita e cementita esferoidizada, a austenita forma-se inicialmente nas interfaces entre os carbonetos e a ferrita. A figura 2.11 ilustra o local de formação e a figura 2.13 mostra este processo como função do tempo. As

partículas de  $\text{Fe}_3\text{C}$  são rapidamente envolvidas e a formação subsequente depende da difusão do carbono através da austenita já formada à medida que o carboneto dissolve (KRAUSS 2005).

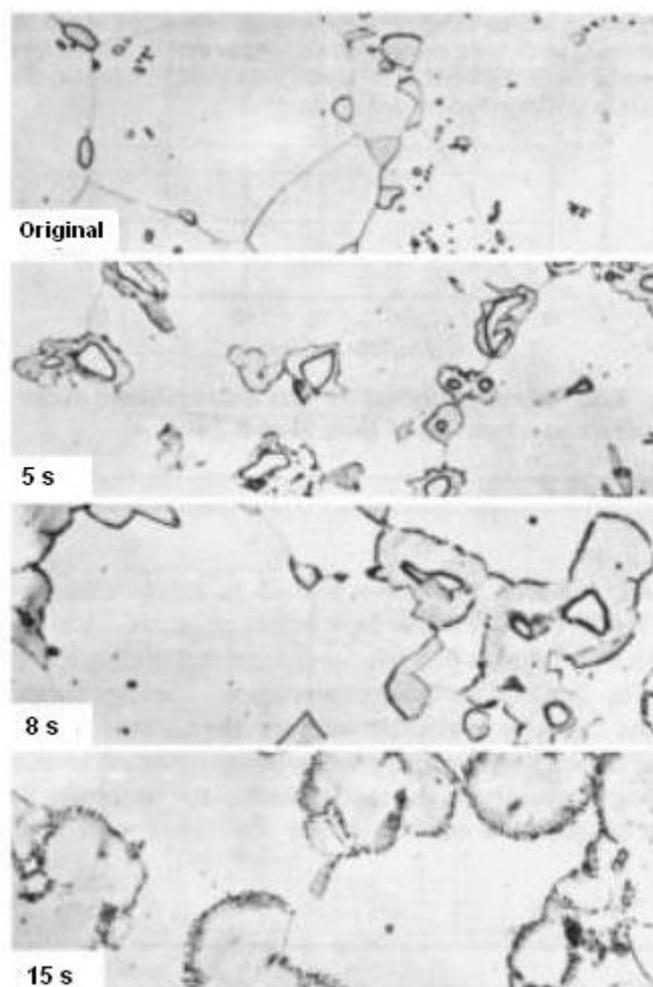


Figura 2.13 Formação da austenita ao redor de partículas de cementita em um aço esferoidizado (KRAUSS 2005).

A cinética da transformação austenítica também não pode ser desconsiderada, pois é ela que determina as condições sob as quais as estruturas de transição são prováveis de se desenvolverem durante ciclos de tratamento térmico reais. Ciclos isotérmicos são utilizados para determinar a cinética das reações, onde se assume que o tempo necessário para atingir esta temperatura é negligenciável (SAMUELS 1999).

O processo de formação da austenita pode ser observado transformando isotermicamente a microestrutura inicial como função do tempo a uma série de temperaturas dentro da região austenítica do diagrama de equilíbrio. Com estes dados pode-se construir um

diagrama TTT (Tempo, Temperatura e Transformação) para formação da austenita – como mostra a figura 2.14 –, que também pode ser considerado como diagrama de decomposição da fase predecessora.

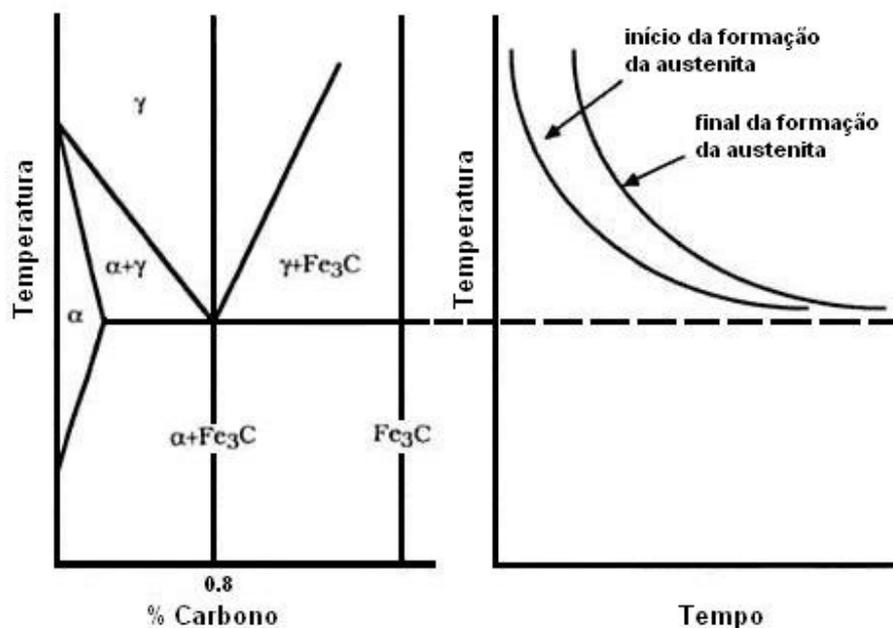


Figura 2.14 Diagrama isotérmico TTT para formação da austenita (BROOKS 1992).

O tempo para início e final da transformação austenítica não apresenta a forma de “C” que ocorre para a formação de produtos como perlita e bainita a partir da austenita. Isto porque esta forma é devida à dependência com a temperatura da nucleação e a taxa de crescimento do produto formado. Durante a formação de produtos como bainita e perlita à medida que a temperatura diminui a taxa de crescimento aumenta, pois a variação de energia livre devido à transformação aumenta com o decréscimo da temperatura, o que faz com que a força motriz termodinâmica e a taxa de nucleação e crescimento aumentem com a diminuição da temperatura (BROOKS 1992).

De acordo com Brooks (1992), a situação durante a formação da austenita é um pouco diferente. Durante o aumento da temperatura em direção ao campo austenítico, a variação da energia livre aumenta, logo, a taxa de formação de austenita deve aumentar à medida que a temperatura aumenta. Ademais com o aumento da temperatura, a mobilidade dos átomos, a força motriz termodinâmica aumentam, conseqüentemente, a taxa de nucleação e crescimento devem crescer continuamente (BROOKS 1992; KRAUSS 2005). Isto pode ser visto na figura 2.15 onde se observa uma diminuição do tempo com o aumento da temperatura.

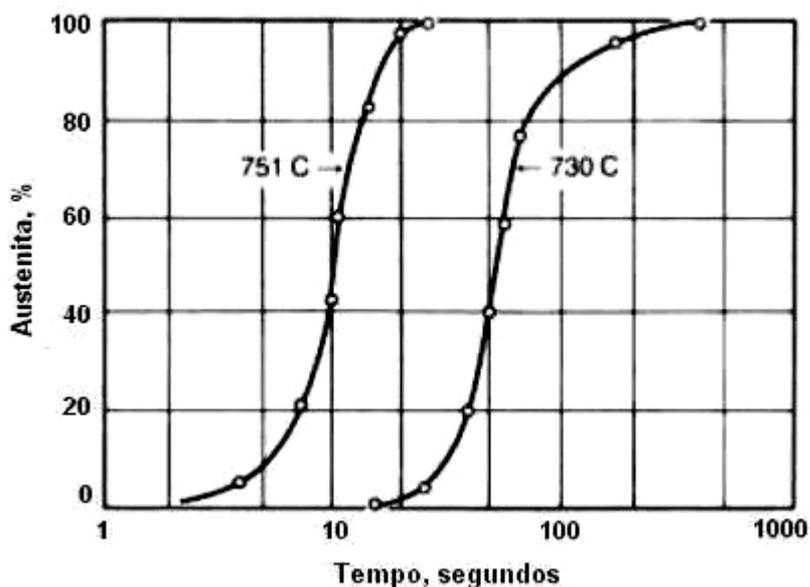


Figura 2.15 Efeito da temperatura de austenitização na taxa de formação de austenita a partir de um aço perlítico (KRAUSS 2005).

Um método para estudo da formação da austenita a uma determinada temperatura é rapidamente austenitizar uma amostra por um período de tempo desejado e temperá-la a 25°C. Na avaliação metalográfica subsequente, qualquer martensita que se observe, ocupará o local onde antes haveria austenita na temperatura utilizada (BROOKS 1992; SAMUELS 1999). Este procedimento é mostrado esquematicamente na figura 2.16.

O tamanho dos grãos formados durante a austenitização influencia a morfologia e o tamanho dos constituintes nos quais a austenita transformar-se-á durante o resfriamento subsequente (SAMUELS 1999).

Uma vez formada a austenita e esta tendo substituído completamente a microestrutura inicial, o crescimento de grão inicia quase imediatamente. O crescimento de grão austenítico é mais rápido após uma microestrutura de baixa temperatura como ferrita e cementita ser completamente substituída por austenita. Neste estágio o grão ainda é refinado e a área de contorno de grão, máxima, provendo uma força motriz considerável para o crescimento de grão (KRAUSS 2005).

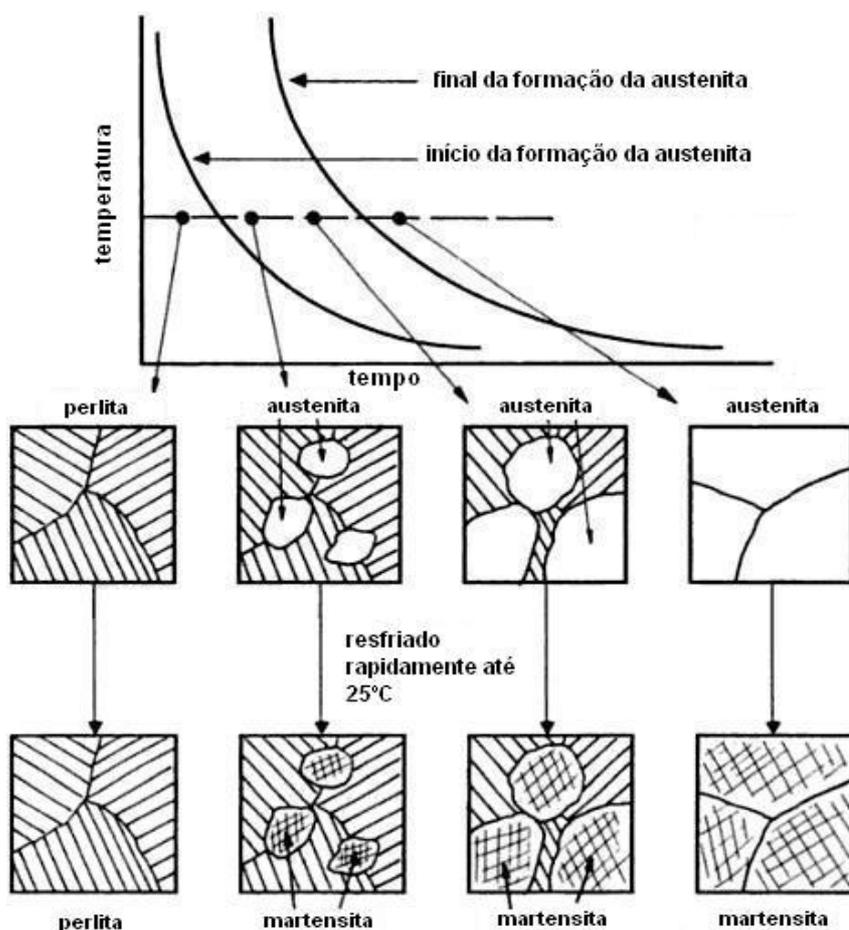


Figura 2.16 Diagrama esquemático para a formação da austenita a partir de perlita a temperatura constante (BROOKS 1992).

Os novos grãos austeníticos formam-se nos contornos perlíticos. Após um curto período de tempo, todas as colônias perlíticas serão substituídas por novos grãos de austenita. Estes grãos estão no seu menor tamanho imediatamente após toda a perlita ser consumida e antes que inicie seu crescimento. Há dois fatores de contribuem à formação do menor tamanho de grão possível (VERHOEVEN 2007):

- Taxas de aquecimento maiores aumentam a taxa de transformação perlita-austenita e levam à nucleação ocorrer com um grão mais próximo do outro;
- Grãos menores de perlita produzem grãos menores de austenita.

O diâmetro médio dos grãos formados quando a austenitização é completada a uma temperatura mínima, que pode ser chamado de tamanho de grão austenítico inicial, recai em uma faixa de 20-25 $\mu$ m. Isto implica que a densidade de núcleos por área é a mesma para a microestrutura e poucos núcleos adicionais tornam-se ativos durante a transformação. Grãos

maiores crescem às custas dos menores, e estes, eventualmente, desaparecem. São estas características de crescimento de grão que determinam principalmente o seu tamanho durante a austenitização (SAMUELS 1999).

O tamanho de grão austenítico de um material com granulação grosseira pode ser reduzido pela reaustenitização a uma temperatura mais baixa do que aquela que produziu a estrutura referida. O tamanho dos grãos pode ser esperado como sendo o mesmo produzido pela austenitização inicial, dado que a temperatura do tratamento térmico prévio não afeta as características estruturais que provêm os núcleos para formação da austenita. Uma técnica simples para reduzir o tamanho de grão de um aço consiste em aquecê-lo até a região austenítica mantendo a temperatura máxima a menor possível e então resfriá-lo na maior taxa de resfriamento que não forme bainita (SAMUELS 1999, VERHOEVEN 2007).

É comumente observado que uma única reaustenitização já resulta em refino significativo no tamanho de grão, mas ainda não totalmente homogêneo. Segundo diversos autores como Samuels (1999) e Verhoeven (2007), distribuições mais uniformes são esperadas para repetidas reaustenitizações, conforme as figuras 2.17 a 2.19 que mostram o tamanho de grão diminuindo e uniformizando-se conforme são realizados novos tratamentos térmicos.



Figura 2.17 Aço hipoeutetóide austenitizado por 1h a 1350°C e resfriado a uma taxa de 300°C/h. Tamanho de grão austenítico N° 0. Ataque: Picral. Aumento 100X (SAMUELS 1999).

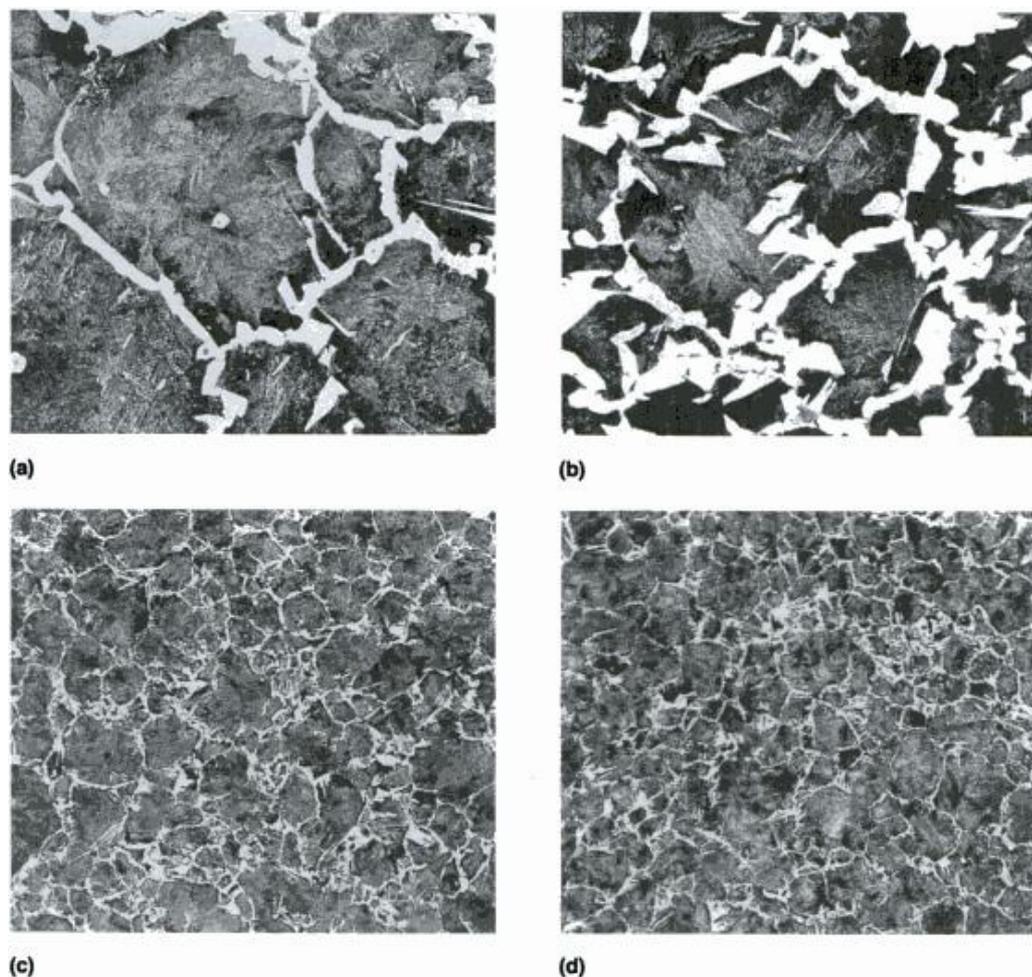


Figura 2.18 Microestrutura inicial presente na figura 2.17. (a) Austenitização a 950°C por 1h e resfriamento 300°C/h, um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (b) Austenitização a 950°C por 1h e resfriamento 300°C/h, dois ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X. (c) Microestrutura inicial como 2.18 (a). Austenitização a 810°C por 5min e resfriado ao ar, um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (d) Estrutura inicial como (a). Austenitizado a 810°C por 5min e resfriado ao ar, três ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X (SAMUELS 1999).

De acordo com Samuels (1999), esta necessidade de diversos ciclos de reaustenização para atingir um refino de grão completo pode ser atribuída a efeitos de segunda ordem relacionados ao desenvolvimento de estruturas ainda não totalmente conhecidas que nucleiam grãos de austenita durante a transformação ferrita → austenita.

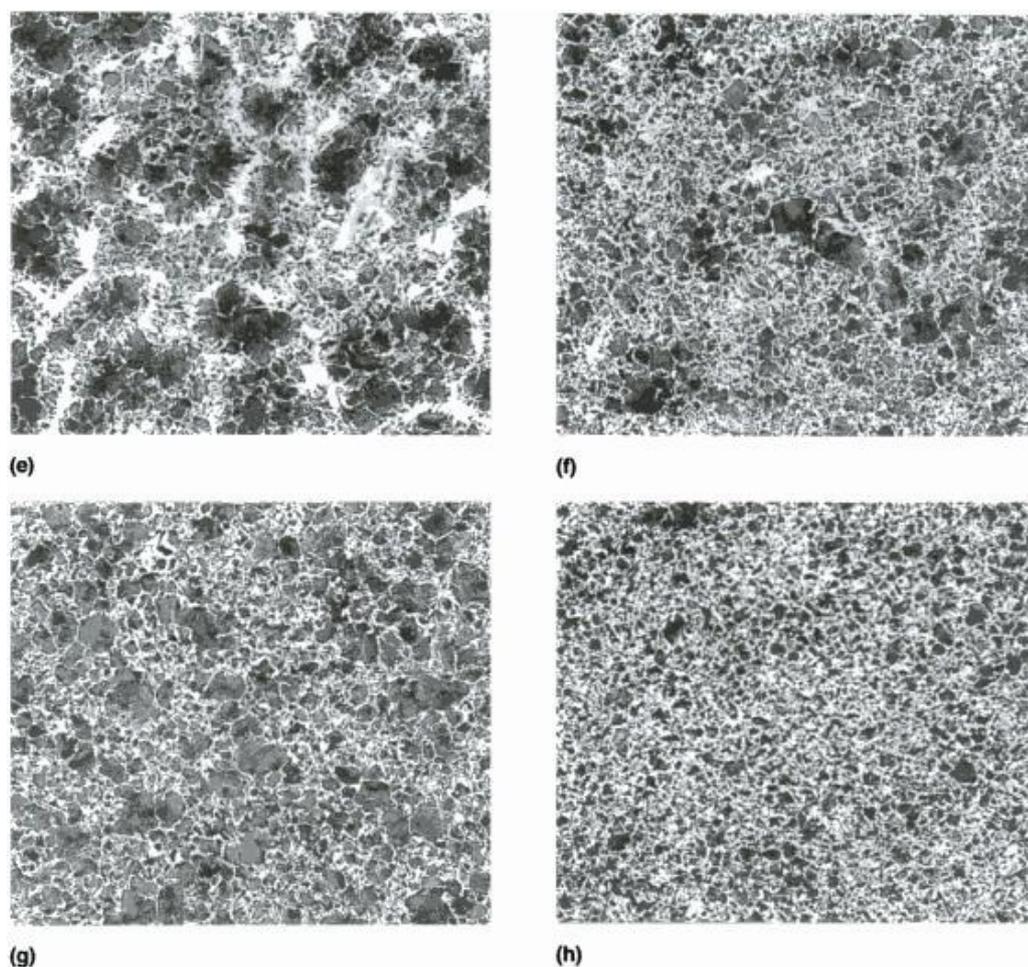


Figura 2.19 Estrutura inicial como 2.18 (d). Austenitizado a 810°C por 60s e resfriado ao ar (e) Um ciclo. Ataque: Picral. Aumento 100X. (f) Dois ciclos. Ataque: Picral. Aumento 100X. (g) Quatro ciclos. Ataque Picral. Aumento 100X (h) Seis ciclos. Ataque: Picral. Aumento: 100X. (SAMUELS 1999).

À medida que a austenita é aquecida a temperaturas mais elevadas ou mantida por longos períodos de tempo a uma mesma temperatura, o tamanho médio dos grãos aumenta. Como a difusão, o tamanho de grão é bastante sensível à temperatura, ou seja, é mais rápido quando esta se torna maior devido à energia térmica que causa vibrações maiores nos átomos.

O crescimento de grão austenítico é sensível à temperatura de austenitização e é por isso que não é indicado austenitizar a temperaturas maiores do que as necessárias para homogeneizar a austenita. Observa-se na figura 2.20 que mantendo o tempo de austenitização de 6 minutos, porém com duas temperaturas diferentes – 760°C e 930°C -, o tamanho de grão triplica. O tamanho de grão não é tão sensível ao tempo quanto à temperatura aumentando o tempo de austenitização de 6 para 120 minutos, um aumento de 20 vezes, o tamanho de grão aumenta com um fator de 1,85 (VERHOEVEN 2007).

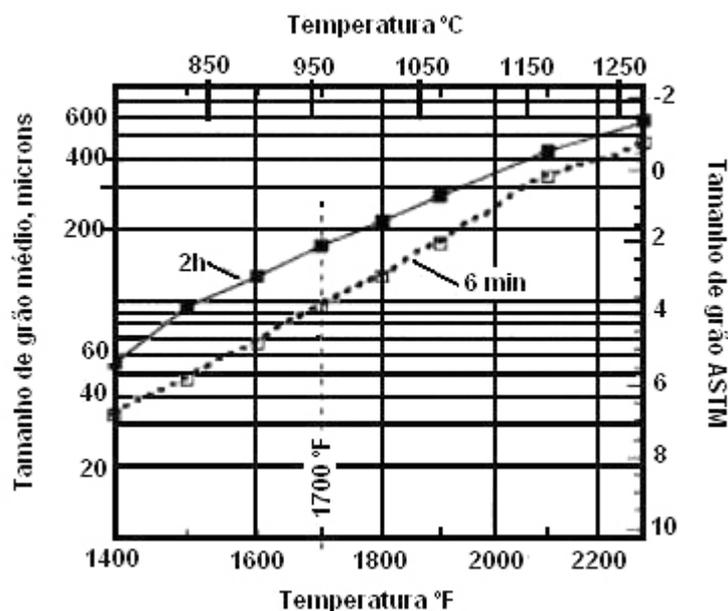


Figura 2.20 Diâmetro médio dos grãos como função da temperatura de austenitização para um aço 1060 austenitizado por 6 minutos e 2 horas (VERHOEVEN 2007).

### 2.6.2 Recozimento

O recozimento é um tratamento térmico utilizado para reduzir a dureza de metais e ligas metálicas, eliminar tensões residuais devido a processamento mecânico, homogeneizar microestrutura, entre outros. Há diversos tipos de recozimento em aços e deve-se ter cuidado para distingui-los (BROOKS 1996, KRAUSS 2005). A tabela 2.2 lista os tipos mais comuns de recozimento utilizados em aços.

Tabela 2.2 Tipos comuns de recozimento utilizados em aços (BROOKS 1996)

Tipo de Recozimento	Características
Recozimento de Materiais Trabalhados a Frio	- Chamado de recozimento de recristalização - Temperaturas menores que a temperatura eutetóide ( $A_1$ )
Recozimento para Alívio de Tensões	- Utilizado para reduzir as tensões residuais - Temperaturas menores que a temperatura eutetóide ( $A_1$ )
Recozimento para Esferoidização	- Melhora a conformabilidade a frio e usinabilidade - Pode requerer muitas horas de aquecimento logo abaixo da temperatura eutetóide ( $A_1$ ) ou ciclos de tratamento térmico logo acima e logo abaixo da temperatura eutetóide.
Recozimento Pleno	- Utilizado para produzir materiais “moles” - Aquecimento até a zona austenítica e resfriamento lento.

O recozimento pleno é um tratamento térmico no qual aços de médio e baixo carbono são aquecidos acima de  $A_3$  e aços de alto carbono acima de  $A_1$  e logo após resfriados lentamente dentro do forno, comumente não há taxa de resfriamento especificada, mas entende-se por lento diversas horas dentro do forno até que se atinja a temperatura ambiente. O recozimento pleno envolve efetivamente a formação de austenita em oposição aos tratamentos de recozimento para recristalização aplicados em materiais submetidos a trabalho a frio em temperaturas sub-críticas, conforme se observa na figura 2.11 (BROOKS 1996, KRAUSS 2005).

O recozimento pleno forma as estruturas previstas no diagrama Fe-C. Para aços hipoeutetóides, ferrita primária e perlita, para aços hipereutetóides, cementita primária e perlita e, para aços eutetóides apenas perlita. A estrutura formada tem baixa dureza e é considerada adequada para diversos processos de usinagem e conformação. Em aços hipereutetóides, a estrutura formada possuirá uma rede de cementita nos contornos de grão austenítico, o que nem sempre é desejável, pois esta microestrutura é bastante frágil.

A figura 2.21 mostra a comparação entre normalização e recozimento pleno. O resfriamento lento do recozimento causa a transformação de austenita para ferrita e perlita próximo das temperaturas  $A_3$  e  $A_1$ , respectivamente, o que leva à formação de grãos equiaxiais maiores de ferrita e espaços interlamelares maiores de perlita que conferem uma alta ductilidade e resistência mecânica moderada (KRAUSS 2005).

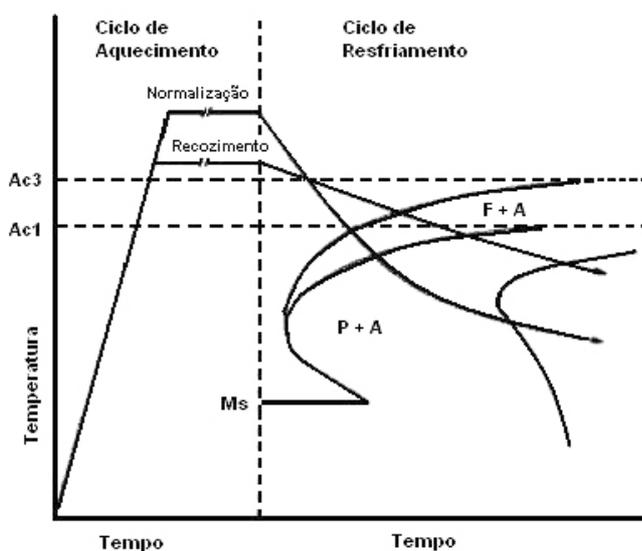


Figura 2.21 Ciclos esquemáticos tempo-temperatura para normalização e recozimento pleno superpostos nas faixas de transformação de austenita para ferrita e perlita (KRAUSS 2005).

### 2.6.3 Normalização

Normalização é o tratamento térmico no qual o aço é aquecido até o campo austenítico, eventualmente, acima da temperatura usada para têmpera e resfriado ao ar. As temperaturas maiores de austenitização aplicadas na normalização quando comparadas às utilizadas no recozimento, conforme é possível observar na figura 2.21, asseguram que a maior parte dos carbonetos estarão dissolvidos e, o resfriamento mais rápido ao ar, produz grãos mais finos de ferrita e perlita com espaço interlamelar menor do que as microestruturas resultantes do recozimento (BROOKS 1996, KRAUSS 2005).

Este tratamento térmico é utilizado para converter microestruturas homogêneas como, por exemplo, aquelas resultantes de austenitizações a altas temperaturas, como ilustram as microestruturas da figura 2.22.

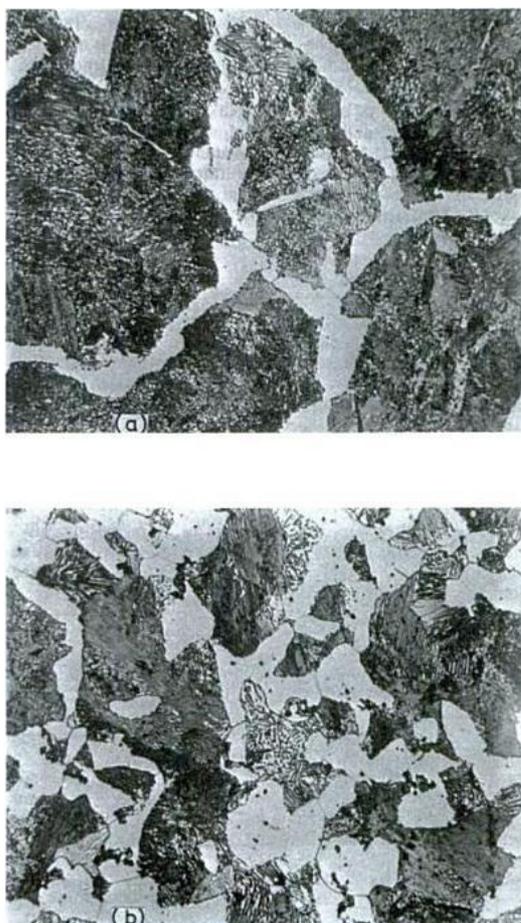


Figura 2.22 Microestruturas mostrando o refino dos grãos de ferrita primária após a normalização de um aço com 0,5% C. (a) resfriado ao ar após trabalho a quente (1200°C). (b) Normalizado após tratamento em (a). (BROOKS 1996).

Peças forjadas a quente e aços ligados são comumente normalizados. O forjamento para formas complexas é realizado em temperaturas que podem estar bem acima da temperatura de crescimento de grão dos aços acalmados ao alumínio. Como resultado das altas temperaturas, o tamanho de grão austenítico é grosseiro e, face às deformações variáveis no forjamento de formas complexas, o tamanho de grão poderá variar consideravelmente. Durante o resfriamento, a austenita transformar-se-á em microestruturas grosseiras de ferrita e perlita. O reaquecimento durante a normalização causa nucleação uniforme de novos grãos de austenita; uma vez que as temperaturas de normalização são mantidas abaixo da temperatura de crescimento de grão, o tamanho de grão austenítico permanecerá refinado e a ferrita e perlita resultantes do resfriamento ao ar também serão refinadas (KRAUSS 2005).

Os grãos de ferrita formam-se a partir de contornos de grãos maiores de austenita. Quando este aço é reaustenitizado em temperaturas menores, grãos menores se formam e uma estrutura mais fina é obtida após resfriamento ao ar. A normalização é realizada em temperaturas maiores que as usadas para têmpera para assegurar uma austenita homogênea. (BROOKS 1996).

Segundo Brooks (1996), em faixas de temperaturas mais altas, menor é a temperatura de transformação e maior é a taxa de nucleação. A figura 2.23 mostra que esta condição produz grãos de ferrita mais finos no resfriamento ao ar e, além disso, quanto maior for a taxa de resfriamento, menos ferrita primária será formada, e mais perlita estará presente na estrutura, como se vê na figura 2.24.

Uma vez que a perlita é formada em temperaturas menores, ela será mais fina, logo, também será mais resistente. Estes fatores fazem um mesmo aço normalizado ser mais resistente que um recozido.

Para a normalização, a austenitização é realizada em uma faixa de temperatura um pouco acima do que àquelas utilizadas para têmpera em água, de forma a assegurar que a austenita esteja homogênea, como se observa na figura 2.11. Em aços hipereutetóides, a austenitização ocorre acima da faixa onde há duas fases, austenita e cementita, para que todos os carbonetos sejam completamente dissolvidos (BROOKS 1996).

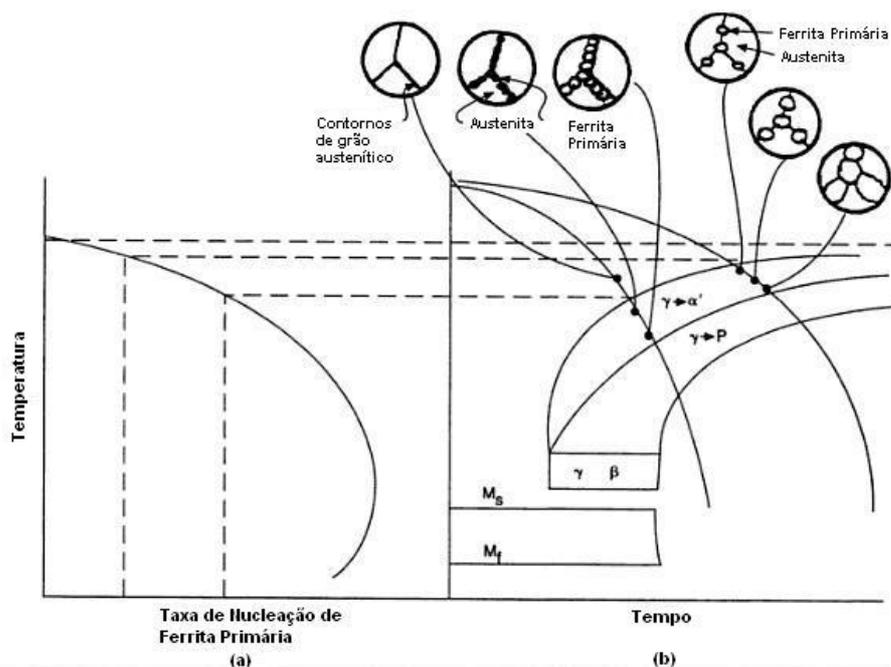


Figura 2.23 (a) Diagrama esquemático mostrando o efeito da temperatura de transformação na taxa de nucleação de ferrita primária nos contornos de grão austeníticos. (b) Diagrama mostrando o efeito da taxa de resfriamento no tamanho de grão da austenita no tamanho de grão dos cristais de ferrita primária (BROOKS 1996).

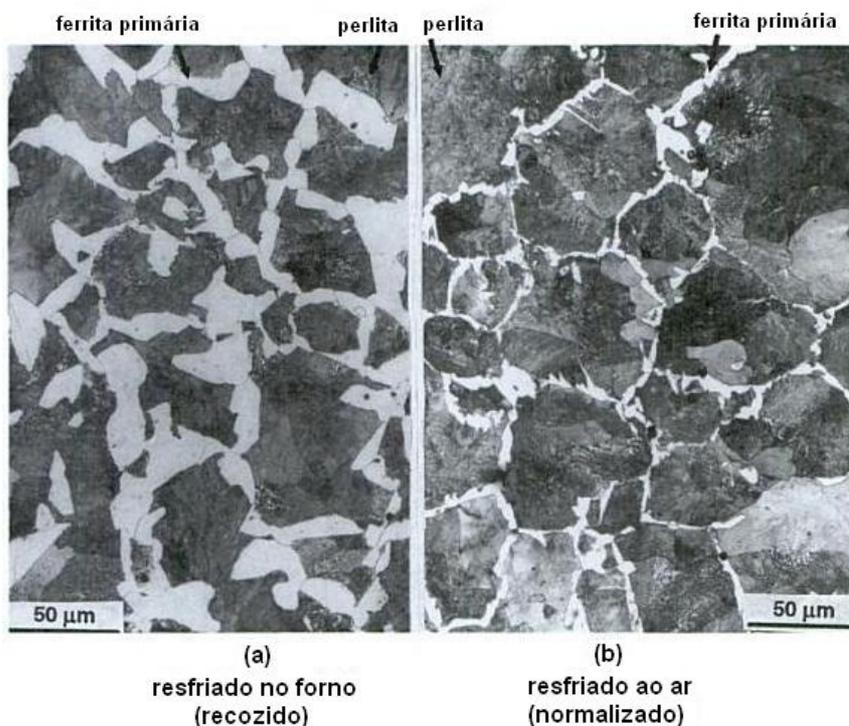


Figura 2.24 Microestruturas mostrando que para um aço com 0,5% de carbono, a perlita formada é mais fina e em maior quantidade durante o resfriamento ao ar (BROOKS 1996).

### 3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1 Material

O material utilizado no presente trabalho foi o aço DIN 16MnCr5, conforme tabela 3.1, ao qual foi adicionado Nb como estabilizador do tamanho de grão. A composição química das amostras testadas é apresentada na tabela 3.2.

Tabela 3.1 Composição química especificada

	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Al*	%N*	%Cu	%Nb
Mínimo	0,14	-	1,00	-	-	0,80	0,025	0,010	-	-
Máximo	0,19	0,40	1,30	0,035	0,035	1,10	0,040	0,020	0,20	-

\* O teor de Al é uma especificação da GKN para controle de tamanho de grão.

Tabela 3.2 Composição química das amostras testadas.

	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Al	%N	%Cu	%Nb
A	0,16	0,24	1,22	0,011	0,020	0,97	0,025	0,013	0,17	-
B	0,18	0,24	1,26	0,013	0,028	1,05	0,023	0,020	0,20	0,034
C	0,19	0,22	1,09	0,015	0,015	1,10	0,026	0,015	0,12	-

#### 3.2 Forjamento

Todas as amostras foram forjadas a morno, em uma prensa Schuler MMK2-630 mostrada na figura 3.1, cuja seqüência de forjamento é mostrada na figura 3.2. A temperatura de forjamento foi de  $925^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  e o gradiente de temperaturas na peça no último estágio é observado na figura 3.3.



Figura 3.1 Prensa Schuler MMK2-630 utilizada para forjamento das peças.



Figura 3.2 Seqüência de forjamento a morno de anéis internos.



Figura 3.3 Gradientes de temperatura na peça no último estágio do forjamento.

### 3.3 Tratamento Térmico

O ciclo de cementação e têmpera em óleo aplicado às amostras A e B, denominado neste trabalho de Processo I, foi realizado em uma única etapa em um forno Combustol modelo T10, que é esquematicamente apresentado na figura 3.4. A entrada das peças no forno está indicada pela seta à esquerda da figura. A primeira câmara do forno é a cabine de cementação, que é separada da câmara onde é realizada a têmpera por uma porta acionada pelos controles do forno quando do momento da têmpera. O descarregamento é feito pela porta indicada pela seta à direita da figura. Todas as peças, independentemente do processo, foram revenidas a 180°C por 1,5h.

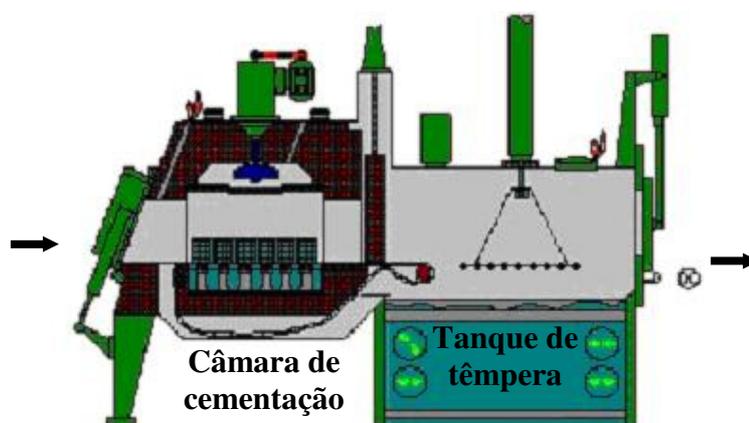


Figura 3.4 Representação esquemática do forno utilizado para cementação e têmpera das amostras.

A tabela 3.3 explicita o potencial de carbono, o tempo e a temperatura de cada estágio do processo I e a figura 3.5 representa-o graficamente.

Tabela 3.3 Potencial de carbono, tempo e temperatura para cada um dos estágios do processo I.

Estágio	Potencial de Carbono (%)	Tempo (min)	Temperatura (°C)
1°	1,20	130	960
2°	0,85	240	960
3°	0,60	30	880
4°	Diminui até 0,1	60	880

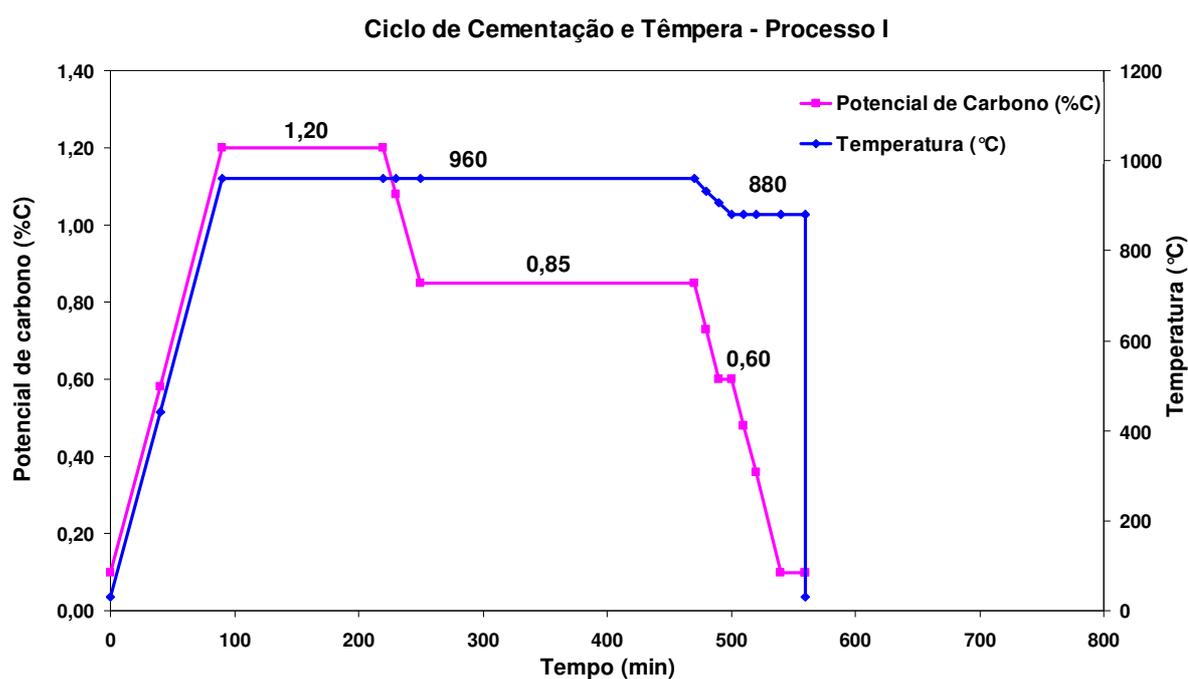


Figura 3.5 Ciclo de cementação e têmpera e perfil de potencial de carbono utilizado nas amostras A e B.

Os parâmetros da etapa de têmpera estão descritos na tabela 3.4.

Tabela 3.4 Parâmetros da têmpera.

Tempo de têmpera (min)	$10 \pm 2$
Temperatura do óleo (°C)	100

Para a amostra C o ciclo de cementação e têmpera em óleo, chamado neste trabalho de Processo II, foi realizado em duas etapas, utilizando-se o mesmo forno, sendo a primeira etapa somente de cementação, seguida de uma etapa de usinagem e uma nova etapa no forno apenas para que fosse executado o ciclo de têmpera. A figura 3.6 traz a representação gráfica do ciclo de cementação e a figura 3.7 do ciclo de têmpera que tem os mesmos parâmetros que o ciclo executado no processo I.

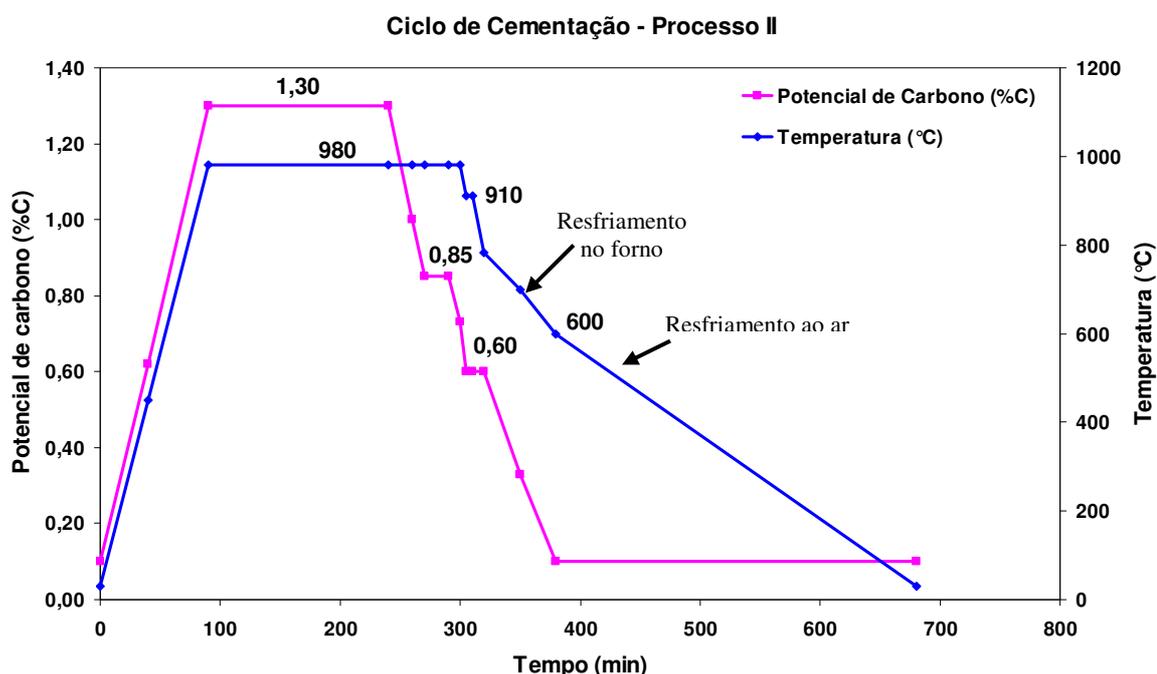


Figura 3.6 Ciclo de cementação e perfil de potencial de carbono aplicado à amostra C.

Com relação ao potencial de carbono durante o ciclo de cementação do processo II, no primeiro estágio o potencial deverá atingir 1,3 %C mantendo-se assim durante os 150 minutos seguintes. Após, o potencial de carbono decresce para 0,85% e se mantém constante durante

30 minutos, diminuindo até 0,6%C e sendo mantido por 20 minutos e, após decrescendo para 0,1%C até as peças passarem para o resfriamento ao ar. Este ciclo está representado na figura 3.6.

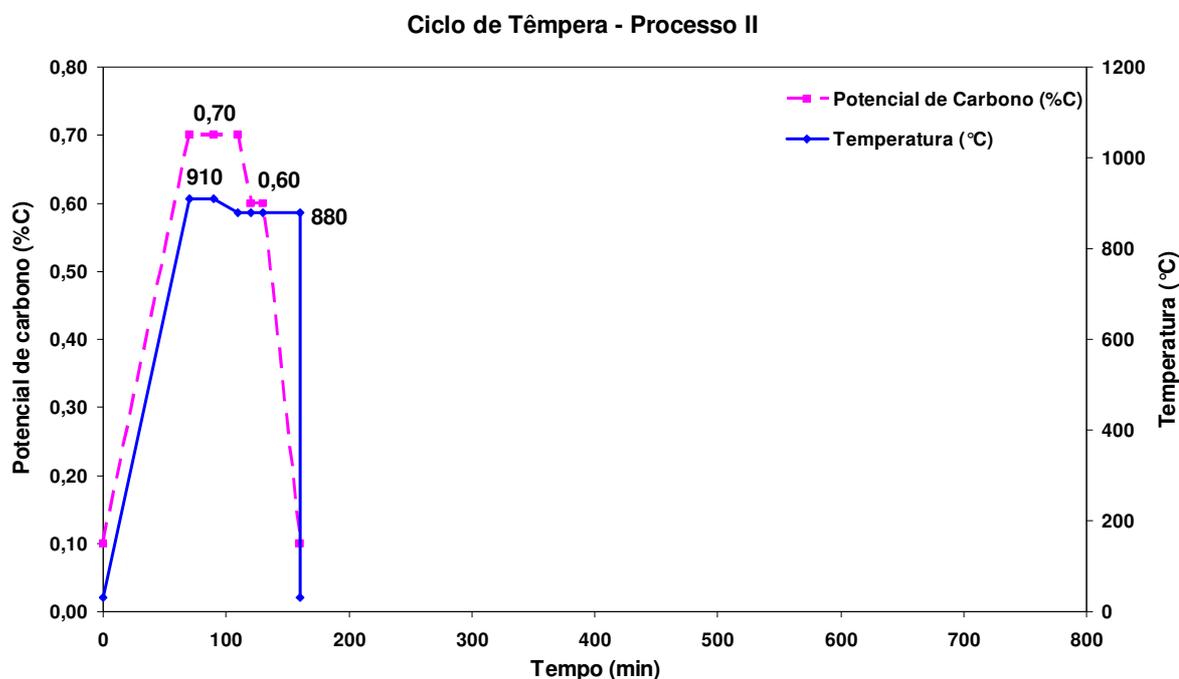


Figura 3.7 Ciclo de têmpera e perfil de potencial de carbono aplicado à amostra C.

Durante o ciclo de têmpera o potencial de carbono atinge 0,7%C e é mantido constante durante 40 minutos. Logo após, o potencial decresce até atingir 0,6%C durante os 20 minutos subsequentes e logo em seguida ocorre a imersão das peças no óleo, como demonstrado na figura 3.7.

A figura 3.8 traz a representação gráfica comparativa de ambos os ciclos em relação ao tempo. Para efeito de comparação entre os tempos totais de forno o início da têmpera do processo aplicado à amostra C foi deslocado para  $t = 400$  min que corresponde ao início do resfriamento ao ar.

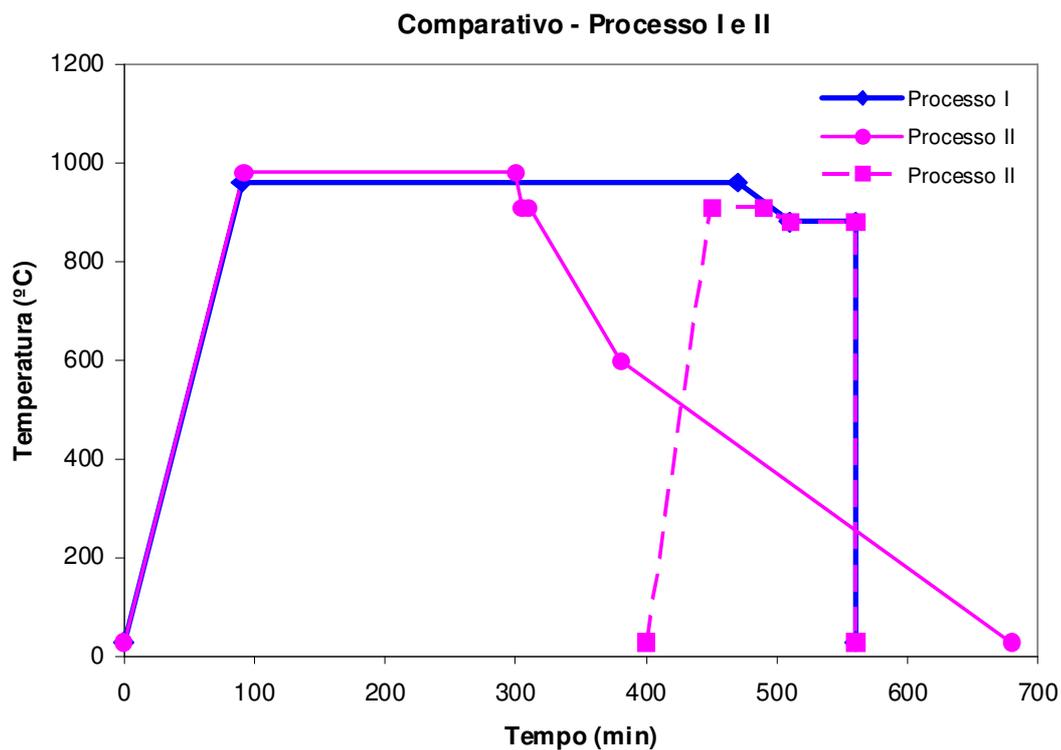


Figura 3.8 Comparação entre os processos aplicados às amostras.

Para um melhor entendimento da diferença entre os processos I e II, a figura 3.9 traz uma representação esquemática do fluxo de processo de ambos.

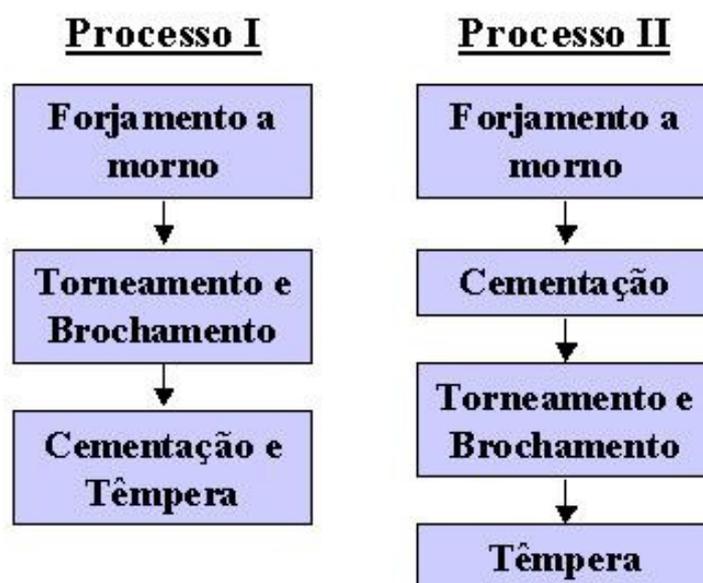


Figura 3.9 Representação esquemática dos fluxos de processo.

O processo II foi desenvolvido baseado em uma seqüência previamente conhecida em que a cementação ocorria entre as etapas de torneamento e brochamento. Esta seqüência não se mostrou adequada em testes realizados anteriormente, pois a dispersão das medidas do entre-rolos do estriado ainda mostrou-se insatisfatória. Partiu-se então para a cementação diretamente após o forjamento para que as tensões internas fossem eliminadas de forma mais efetiva.

### 3.4 Exame Visual

Para análise do fibramento do forjado foi utilizado o seguinte procedimento de ataque químico:

a) Composição do Reagente:

- 1) 100ml H<sub>2</sub>O
- 2) 76ml HCl
- 3) 24ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

O ataque é realizado por imersão a quente. A peça deve ficar submersa na solução até que as fibras fiquem visíveis, este tempo é de aproximadamente 120 minutos.

### 3.5 Microscopia Ótica

A fim de realizar análise microestrutural das amostras foram preparados corpos de prova seguindo a seqüência abaixo e utilizado um microscópio Zeiss Axiovert 100A.

- 1) Corte
- 2) Lixamento (#120, #240, #320, #400, #600, #1200)
- 3) Polimento (Pasta de diamante 1µm)
- 4) Ataque químico (Nital 5%)

Para análise de tamanho de grão austenítico o preparo das amostras foi realizado da mesma forma, porém utilizando-se como reagente Ácido Pícrico saturado e Teepol como

revelador dos contornos de grão, que tem composição e procedimento de ataque descritos abaixo:

a) Composição Ácido Pícrico Saturado e Teepol:

- 1) 100ml H<sub>2</sub>O
- 2) 2g Ácido Pícrico
- 3) 5ml Teepol

Primeiramente o ácido pícrico deve ser adicionado à água e logo em seguida adiciona-se o Teepol. Caso seja adicionado primeiro o Teepol e após o ácido pícrico, o reagente obtido não será adequado para revelar os contornos de grão austenítico.

O ataque das peças deve ser feito da seguinte maneira:

- 1) Aquecer o reagente até 60°C
- 2) Desligar a fonte de calor e imergir as peças durante 10min.
- 3) Retirar as peças e lavá-las para retirar o excesso de reagente.

Para o cálculo do tamanho de grão austenítico foi utilizada a norma ASTM E112.

O corte das peças foi feito na área indicada nas figuras 3.10 e 3.11.

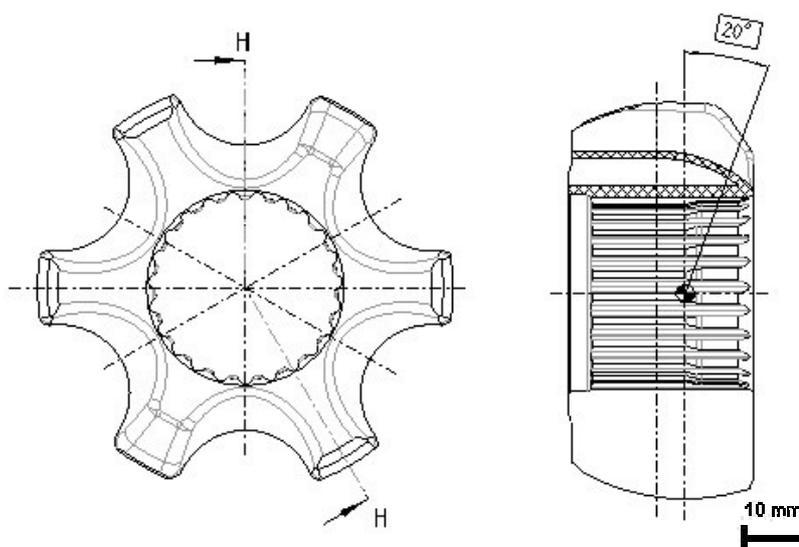


Figura 3.10 Corte indicando as áreas da peça onde foram realizadas as análises metalográficas.

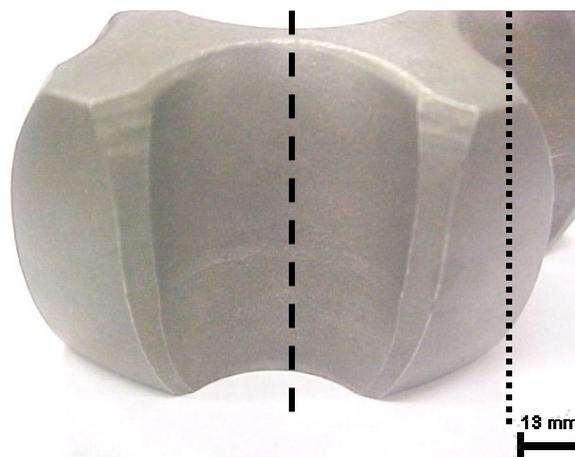


Figura 3.11 Local indicando na peça onde foi realizado o corte.

### 3.6 Medições de Dureza

Para realizar a análise de dureza Vickers das amostras após o tratamento térmico (cementação, têmpera e revenido) conforme a norma ASTM E92-82 (2003) foi usado um microdurômetro Buehler modelo 1600-6100. A carga utilizada foi de 0,5 kgf para as medições de dureza na camada, que foram realizadas a 0,1mm da superfície. Para dureza do núcleo a medição foi feita no centro da peça com carga de 30 kgf. Foi utilizada a norma SAE J-417b para obter a equivalência entre a dureza Vickers obtida e a dureza Rockwell correspondente, onde aplicável.

### 3.7 Medição da Dimensão Entre-Rolos do Estriado do Anel

A dimensão sobre rolos do anel foi medida utilizando-se um dispositivo Frencó modelo IVM 3x2 controlado por software. A medição é realizada utilizando-se um estriado guia que possui seis roletes em posições equidistantes de 60°. Cada dupla de roletes opostos mede um diâmetro através de uma varredura ao longo do comprimento do estriado coletando pontos a cada 0,2mm. O resultado final é obtido pela ponderação dos resultados através de software que de acordo com a peça pode ser pelos valores mínimos, médios ou máximos. Para cada condição – amostra A, B e C – foram analisadas 600 peças. A figura 3.12 mostra o dispositivo e a figura 3.13 mostra o mesmo instalado e o computador que o controla.



Figura 3.12 Dispositivo Frenco IVM 3x2.



Figura 3.13 Sistema de medição e computador que controla o programa.

Na figura 3.14 são mostrados no detalhe, os roletes que realizam as medições e a figura 3.15 ilustra a modo como é colocada a peça no dispositivo para que sejam feitas as leituras.



Figura 3.14 Posição dos roletes que realizam a medição.



Figura 3.15 Peça colocada no dispositivo para realização das medições.

A importância da dispersão das medidas do entre-rolos do anel interno é devida à interferência entre o estriado do anel interno e o estriado do eixo interconector dos semi-eixos homocinéticos quando de sua montagem conforme a figura 3.16. Caso as classes extremas da tolerância de anel interno e eixo sejam combinadas, não será atendido o requisito mínimo ou

máximo de sua especificação, resultando em desperdício de peças, pois as mesmas devem ser sucateadas.

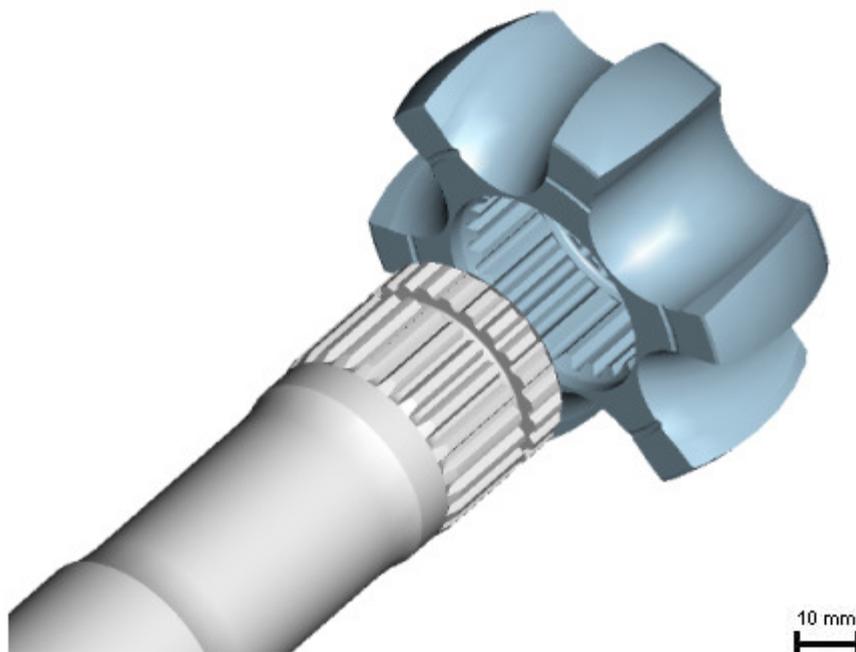


Figura 3.16 Ilustração da montagem do eixo interconector no anel interno.

## 4.0 RESULTADOS

### 4.1 Macroestrutura

As figuras 4.1 e 4.2 mostram as linhas de conformação do forjado tanto na pista (indicada pela linha tracejada na figura 3.11) quanto no esférico (indicado pela linha pontilhada na figura 3.11). Pode-se observar que os maiores gradientes de deformação estão localizados na porção interna da peça para o diâmetro esférico e nas superfícies externas para a pista.



Figura 4.1 Fibramento no esférico do forjado.



Figura 4.2 Fibramento na pista do forjado.

## 4.2 Metalografia

As microestruturas do forjado, que são representativas para todas as amostras testadas, são vistas na figuras 4.3 até 4.7.

A figura 4.3 apresenta a microestrutura na superfície do esférico do forjado. Observam-se grãos grandes e, à medida que ocorre um distanciamento da porção mais exterior, seu tamanho diminui, assim como a quantidade de perlita, identificada pelas áreas mais escuras da metalografia. A maior quantidade de perlita na superfície pode ser explicada pela taxa de resfriamento ser maior na superfície.

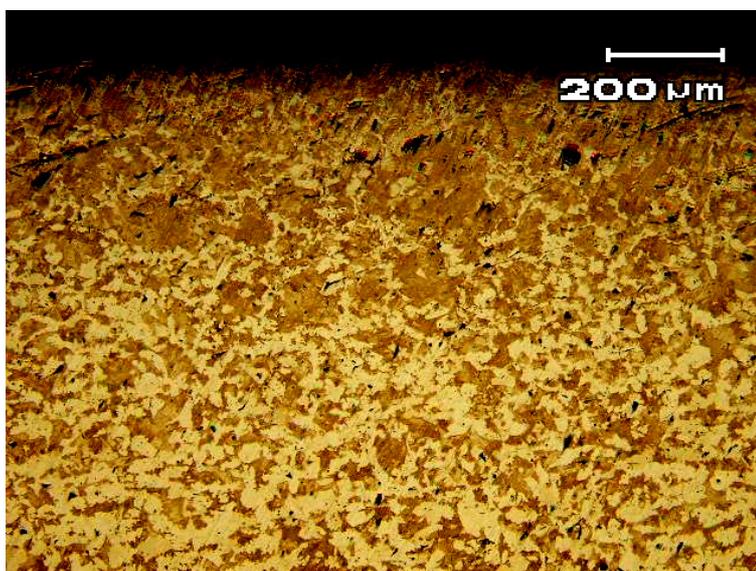


Figura 4.3 Superfície do esférico do forjado - Ataque Nital 5%.

Na figura 4.4, que mostra a microestrutura no núcleo do esférico do forjado, se observa uma condição que corrobora com o que foi observado para a superfície na figura 4.3 a respeito da quantidade de perlita observada na metalografia, pois nota-se áreas mais extensas de ferrita primária nesta região do que na superfície.



Figura 4.4 Núcleo do esférico do forjado - Ataque Nital 5%.

A figura 4.5 dá uma visão geral da microestrutura observada na região da pista. Observa-se um bandeamento secundário na área mais interna, uma presença maior de perlita nas áreas mais próximas da periferia e ferrita primária ao longo de toda a seção. A ocorrência deste bandeamento secundário está ligada ao resfriamento mais lento do núcleo da peça que propicia a partição dos constituintes e leva a esta condição. Nota-se, também, tamanhos de grão muito diferentes entre a superfície, com granulação grosseira, e o núcleo, bastante refinado. Esta diferença no tamanho de grão entre as regiões se mantém nas amostras beneficiadas.

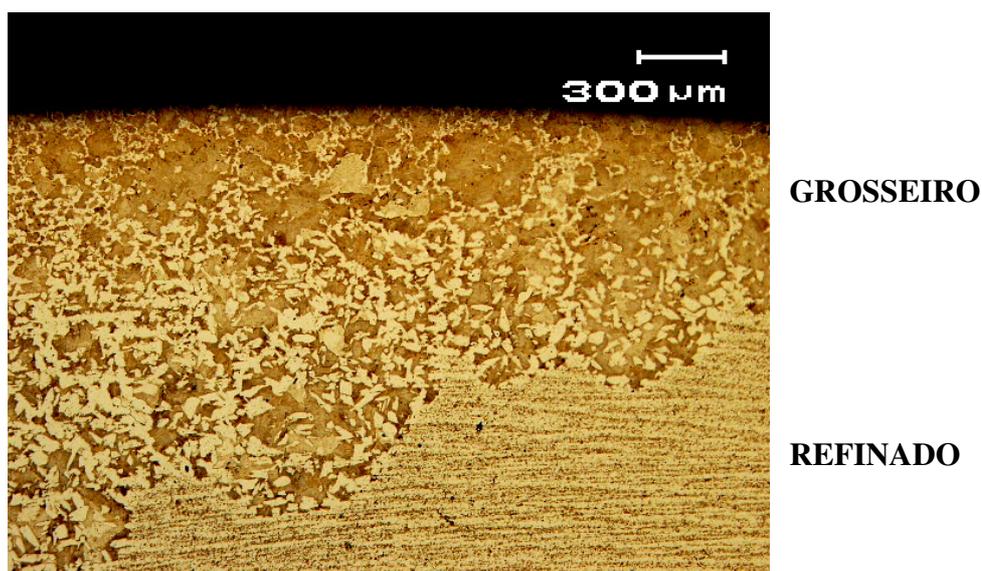


Figura 4.5 Vista geral microestrutura da pista do forjado – Ataque Nital 5%.

A figura 4.6 mostra com mais detalhes a área próxima à periferia onde se observa a presença de grãos de ferrita primária e perlita formados durante o resfriamento da peça após forjamento a morno.



Figura 4.6 Superfície da pista do forjado - Ataque Nital 5%.

Na figura 4.7 pode-se observar o bandeamento da perlita em maior aumento.



Figura 4.7 Núcleo da pista do forjado - Ataque Nital 5%.

As microestruturas das amostras A, B e C são vistas nas figuras 4.8 até 4.13. Nestas amostras beneficiadas, foi identificada uma microestrutura martensítica tanto na superfície

quanto no núcleo que é consequência da temperabilidade elevada, característica do aço DIN 16MnCr5 devido aos elementos de liga que o constituem.

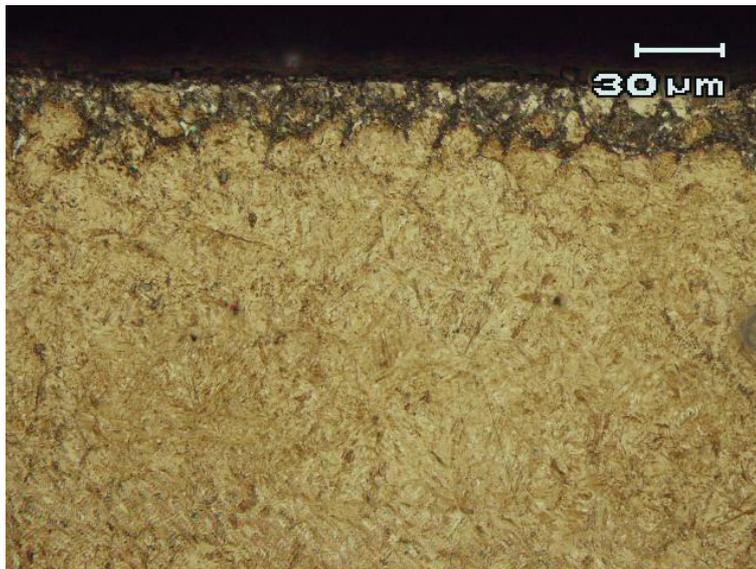


Figura 4.8 Superfície da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5%.



Figura 4.9 Núcleo da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5%.

Nas figuras 4.8, 4.10 e 4.12, foi observada a ocorrência oxidação intergranular na superfície das amostras, que é comum em processos de cementação não realizados a vácuo.

Esta oxidação não interfere na funcionalidade das peças em serviço, pois é retirada em processos posteriores de retificação.

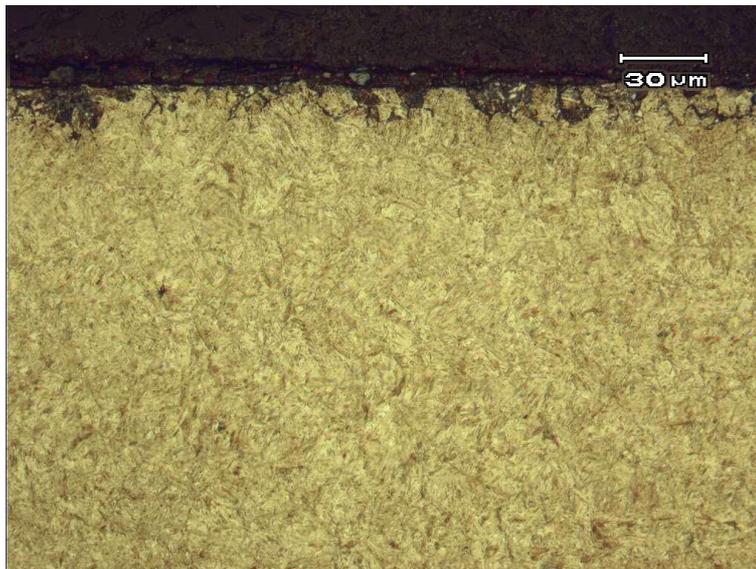


Figura 4.10 Superfície da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5%.

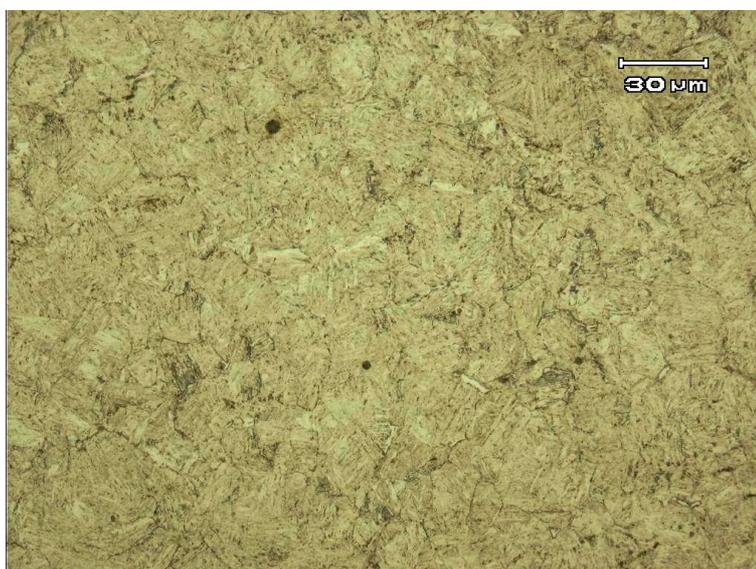


Figura 4.11 Núcleo da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I - Ataque Nital 5%.

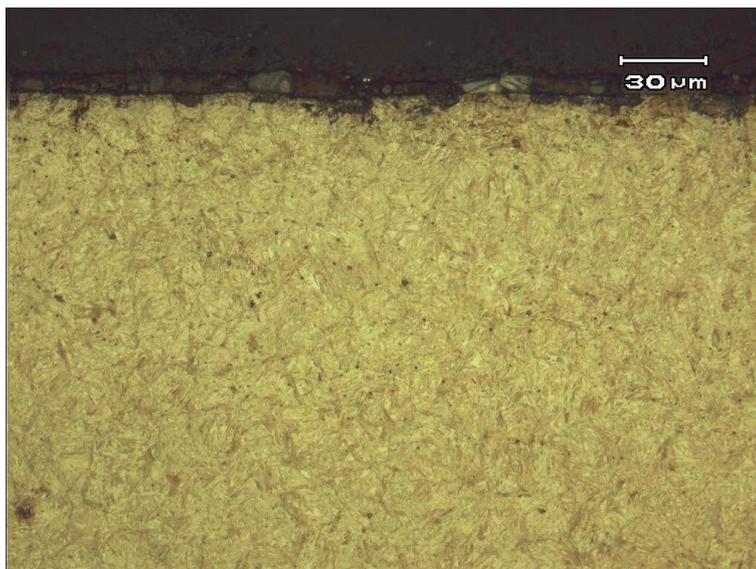


Figura 4.12 Superfície da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II - Ataque Nital 5%.

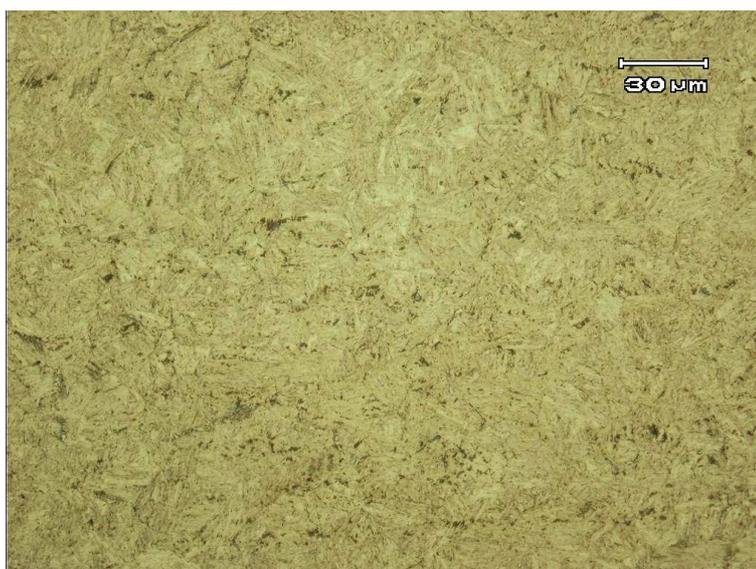


Figura 4.13 Núcleo da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II - Ataque Nital 5%.

A tabela 4.1 resume os resultados obtidos quanto à microestrutura tanto das peças forjadas quanto das peças cementadas e temperadas.

Tabela 4.1 Resumo dos resultados obtidos para microestrutura das amostras.

	Forjado	A	B	C
Ferrita Primária	X	-	-	-
Perlita	X	-	-	-
Martensita Revenida	-	X	X	X

#### 4.3 Tamanho de Grão Austenítico

As análises de tamanho de grão austenítico das amostras beneficiadas podem ser vistas nas figuras 4.14 a 4.21.

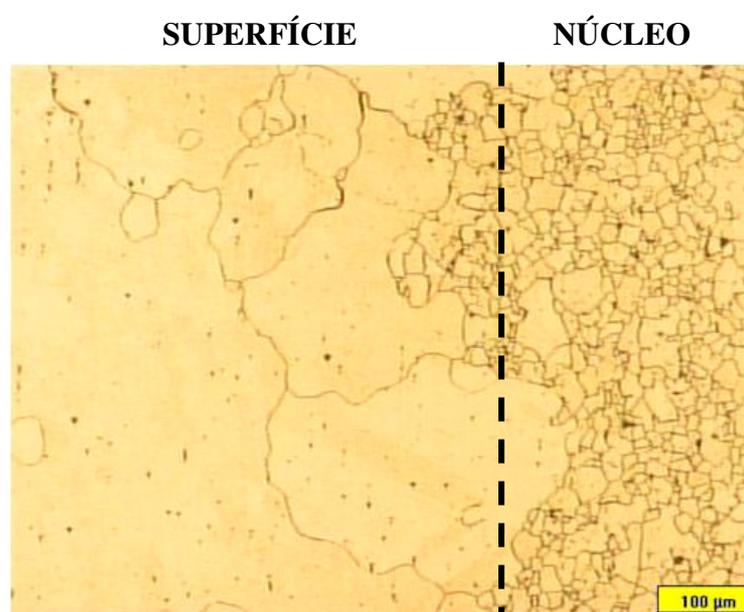


Figura 4.14 Tamanho de grão na superfície e no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I. A linha tracejada indica a separação entre superfície e núcleo. Tamanho de grão médio ASTM 1 na superfície e ASTM 6 no núcleo - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.

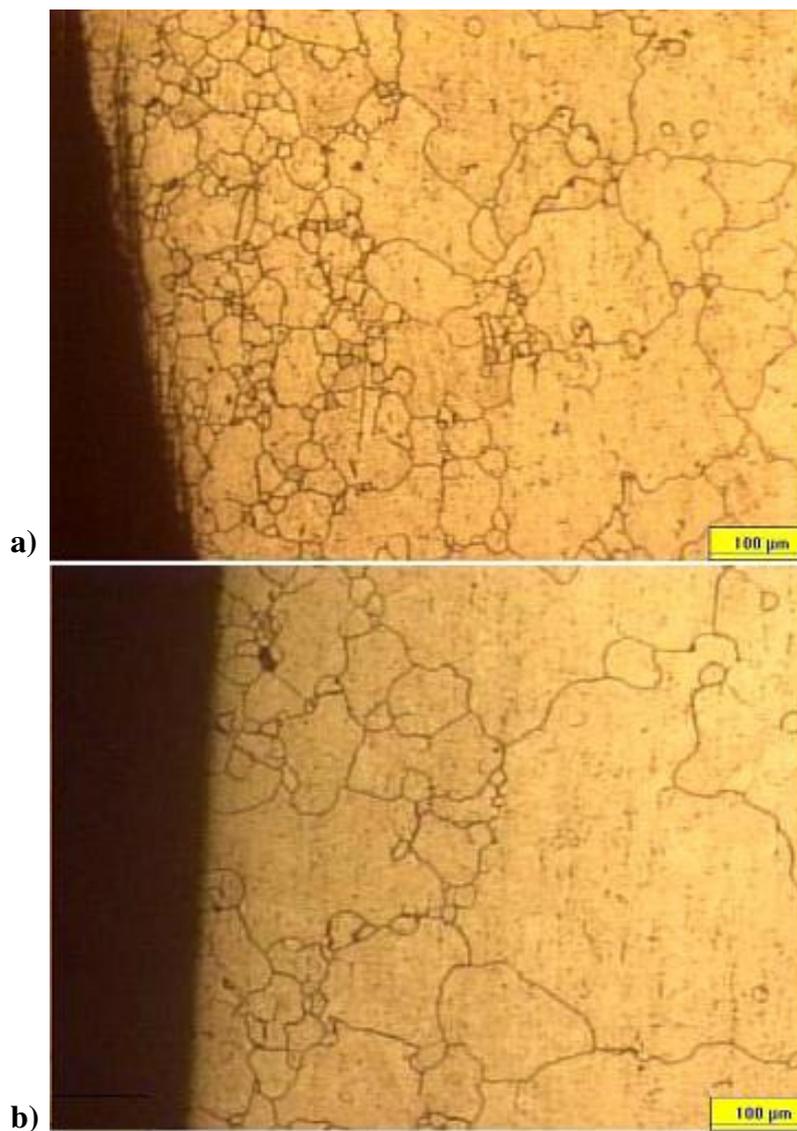


Figura 4.15 Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra A, aço sem adição de Níobio utilizando o processo I. Em a) tamanho de grão no esférico ASTM 5,2 e em b) tamanho de grão na pista ASTM 4,2. Ataque Ácido Pítrico + Teepol.

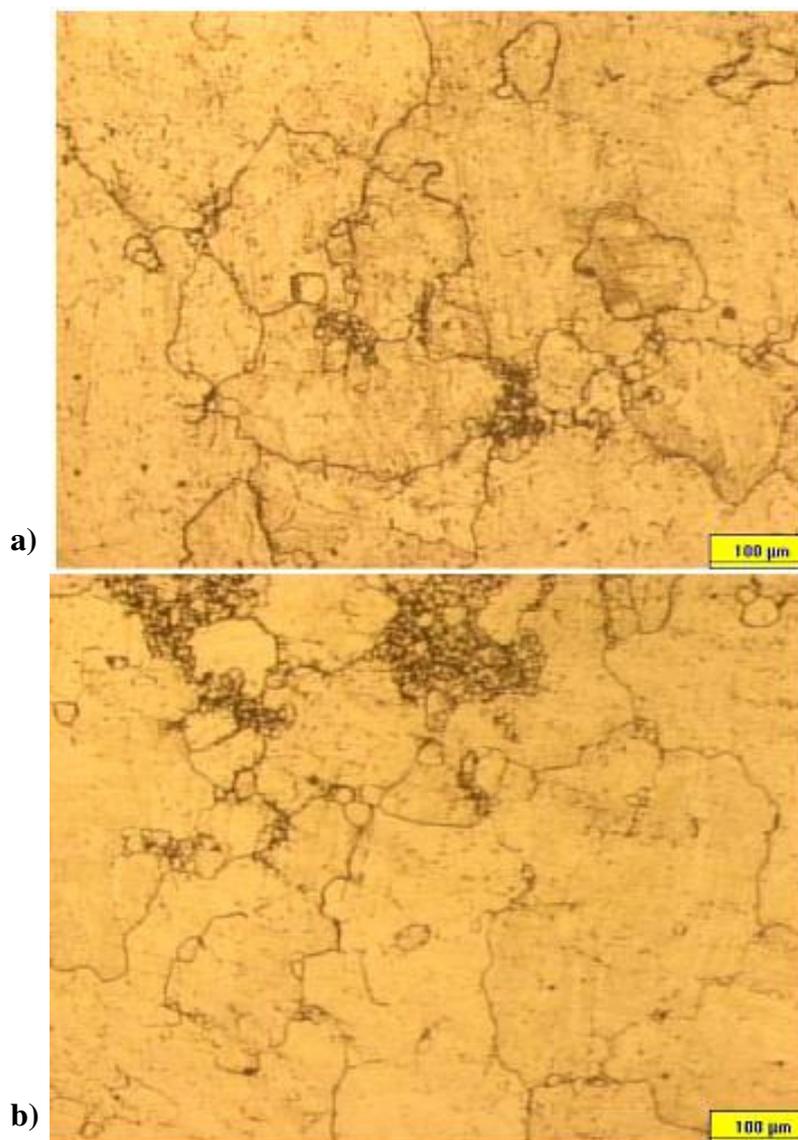


Figura 4.16 Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando o processo I. Em a) tamanho de grão no esférico ASTM 3,9 e b) tamanho de grão na pista ASTM 4,0. Ataque Ácido Pícrico + Teepol.

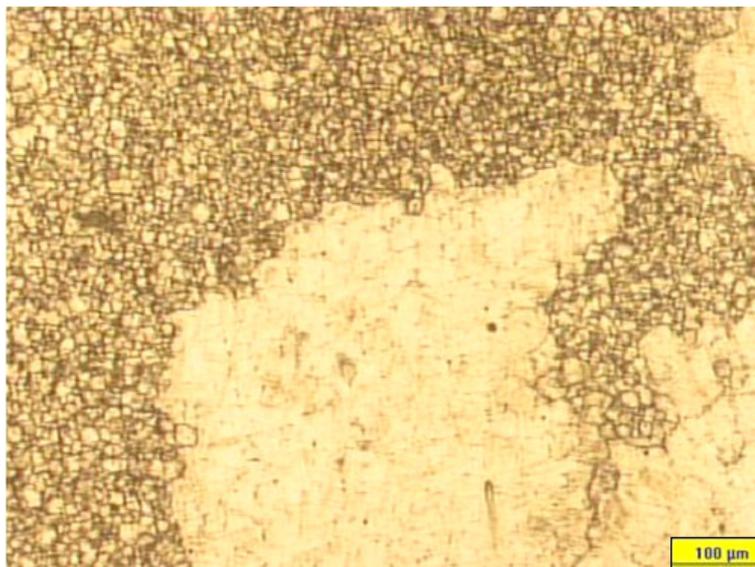


Figura 4.17 Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra A, aço sem adição de Nióbio utilizando processo I. Observado crescimento anormal de grão. Os grãos mais finos têm tamanho ASTM 8,0, os grãos grosseiros observados ASTM 2,0 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.

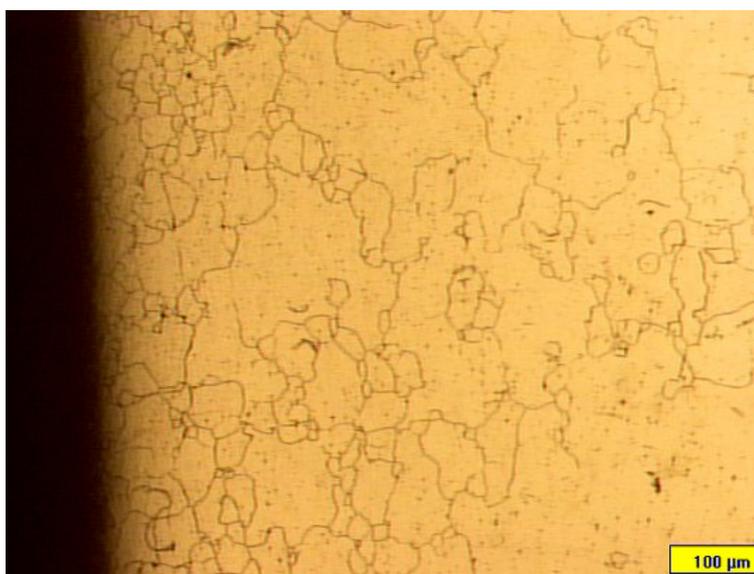


Figura 4.18 Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I. Tamanho de grão médio ASTM 5,5 onde são observadas heterogeneidades - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.

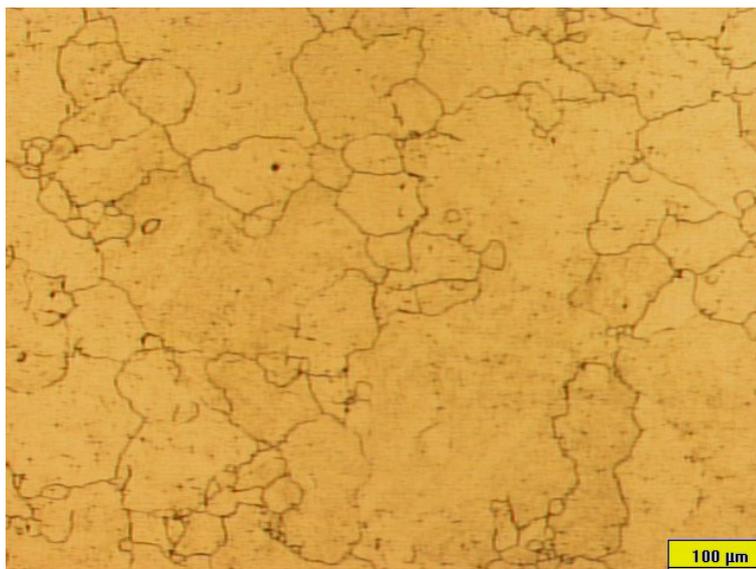


Figura 4.19 Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra B, aço com adição de Nióbio utilizando processo I. Tamanho de grão médio ASTM 5,0. Observam-se grãos com tamanhos muito diferentes entre si - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.



Figura 4.20 Tamanho de grão na superfície de uma peça da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II. Tamanho de grão médio ASTM 8,0 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.



Figura 4.21 Tamanho de grão no núcleo de uma peça da amostra C, aço sem adição de Nióbio utilizando processo II. Tamanho de grão médio ASTM 7,5 - Ataque Ácido Pícrico + Teepol.

Observa-se que as amostras com e sem Nb que utilizaram o Processo I – A e B – apresentam crescimento anormal de grão e/ou tamanho de grão heterogêneo após cementação. Já as amostras que passaram pelo Processo II – C – apresentam tamanho de grão refinado e uniforme após término dos ciclos de tratamento térmico.

A tabela 4.2 resume a ocorrência de crescimento anormal de grão e tamanho de grão heterogêneo nas diferentes amostras após cementação e têmpera.

Tabela 4.2 Resumo da ocorrência de crescimento anormal de grão e tamanho de grão heterogêneo nas amostras testadas.

	CAG Camada	CAG Núcleo	TG Heterogêneo	TG Homogêneo	Processo
A	X	X	X	-	I
B	-	-	X	-	I
C	-	-	-	X	II

\* CAG: Crescimento Anormal de Grão \*\* TG: Tamanho de Grão

#### 4.4 Dureza

A dureza Vickers das amostras foi medida nas áreas mostradas pela figura 3.10. A tabela 4.3 mostra os resultados obtidos nas medições.

Os valores de dureza superficial são especificados na escala Rockwell C. Uma vez que as medições foram realizadas em Vickers, foi utilizada a norma SAE J-417b para conversão dos resultados obtidos.

Especificações de dureza:

- Dureza de Núcleo: 220 – 450 HV30
- Dureza Superficial: 58 – 63 HRC

Tabela 4.3 Resultados das medições de dureza Vickers nas amostras A, B e C após cementação, têmpera e revenido.

Dureza	A	B	C
Núcleo (HV30)	401	396	389
Superfície* (HRC)	59 (660)	59 (674)	58 (655)

\* Valores medidos em Vickers (HV1) entre parênteses.

#### 4.5 Dimensão Entre-Rolos do Estriado do Anel Interno

A dimensão entre-rolos do estriado do anel interno é sub-dividida em classes, identificadas por cores, dentro da tolerância total, de forma a possibilitar a melhor combinação entre a medida do estriado do anel interno e do eixo, que resultará em redução do desperdício de peças durante a montagem dos conjuntos. As classes que devem ser utilizadas são branca, verde e azul indicadas por setas nos gráficos.

A tabela 4.4 mostra a divisão das classes dentro da tolerância. O valor zero corresponde ao valor mínimo numérico da tolerância, os valores reais não podem ser divulgados por serem confidenciais.

Tabela 4.4 Divisão das classes dentro da tolerância total da medida do entre-rolos do anel interno.

Classe	Especificação
Menor	Menor que o valor mínimo da tolerância
Amarelo	0,000 – 0,020
Violeta	0,021 – 0,040
Branco	0,041 – 0,060
Verde	0,061 – 0,080
Azul	0,081 – 0,100
Laranja	0,101 – 0,120
Maior	Maior que o valor máximo da tolerância

As figuras 4.22 e 4.23 mostram a dispersão encontrada para as medidas realizadas com as peças das amostras A e B.

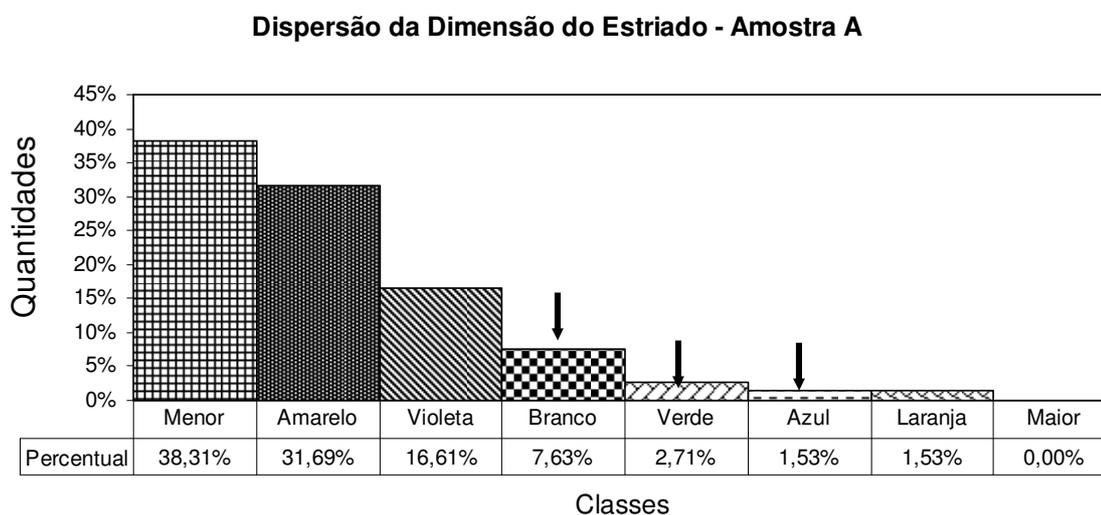


Figura 4.22 Dispersão da dimensão entre-rolos do estriado para a amostra A.

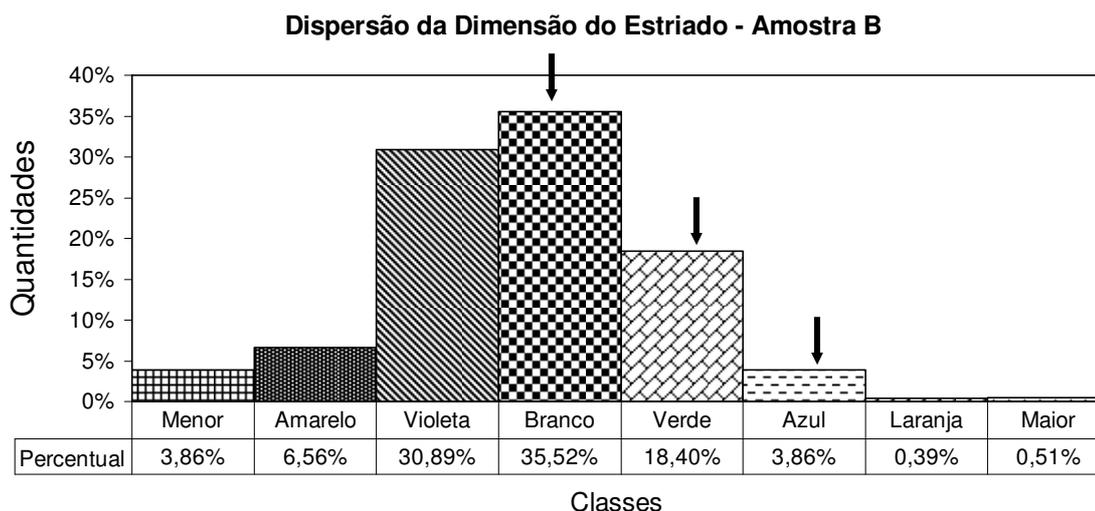


Figura 4.23 Dispersão da dimensão entre-rolos do estriado para a amostra B.

Nota-se que a dispersão das medidas é bastante afetada em ambas as amostras. Porém é muito mais severa na amostra A onde se observa uma maior concentração das medidas nas classes mais baixas (menor, amarela e violeta). Na amostra B há uma quantidade maior de peças nas classes necessárias (branca verde e azul), porém a quantidade de peças nas classes inadequadas ainda se mostra bastante significativa.

A figura 4.24 mostra a dispersão encontrada para as medidas das peças da amostra C.

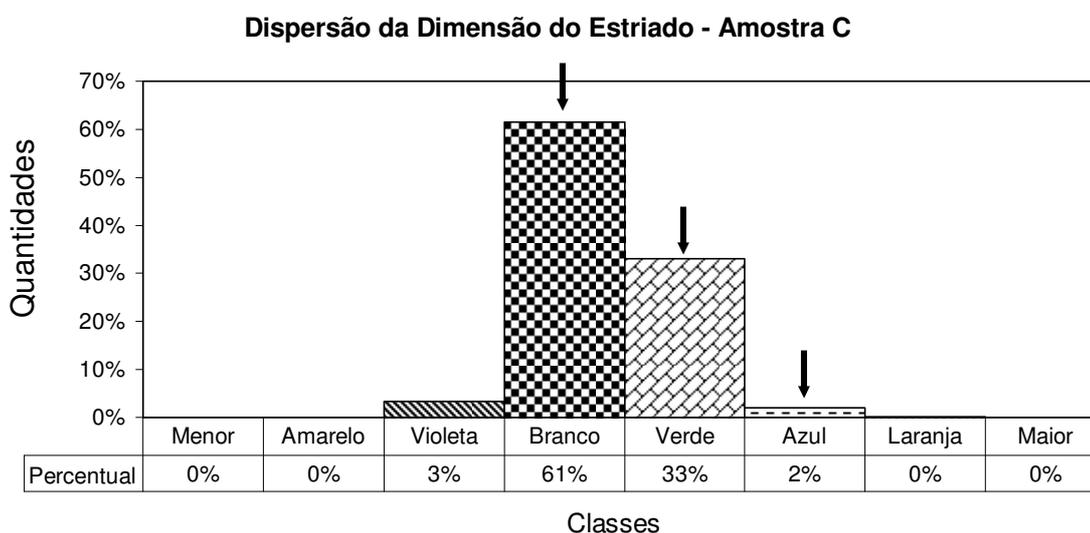


Figura 4.24 Dispersão da dimensão entre-rolos para a amostra C.

É possível observar que para a amostra C a dispersão das medidas é bastante reduzida e apenas 3% das peças encontram-se fora das classes necessárias.

## 5.0 DISCUSSÕES

A microestrutura observada no núcleo de todas as amostras é composta de martensita revenida de baixo carbono, característica do aço em questão. A adição de nióbio evitou o crescimento anormal de grão na amostra B.

A dureza observada nas medições das amostras A, B e C é característica de um aço DIN 16MnCr5 cementado, temperado e revenido e estão de acordo com o especificado para o componente. Não foram observadas diferenças significativas nas medições de dureza tanto de núcleo quanto de superfície entre as três amostras.

A tabela 5.1 traz um resumo dos resultados relativos à microestrutura, elementos formadores de precipitados ancoradores de grão e rota de processamento observada nas diferentes amostras.

Tabela 5.1 Resumo dos resultados relativos à microestrutura, elementos formadores de precipitados formadores de grão e rota de processamento.

	CG Camada	CG Núcleo	Nb	Al	Processo I	Processo II
A	X	X	-	X	X	-
B	X	X	X	X	X	-
C	-	-	-	X	-	X

\* CG – Crescimento de Grão.

As peças da amostra A, aço sem adição de Nb, porém com Al como elemento ancorador de grão e que utilizou o processo I, apresentaram crescimento anormal de grão bastante pronunciado tanto na superfície quanto no núcleo. Observa-se uma matriz muito fina – ASTM 8 – com grãos excessivamente grandes – ASTM 2 – em algumas regiões. Este crescimento de grão apresenta-se mais pronunciado na região mais deformada da peça durante o forjamento a morno, as pistas, e pode ser explicado pelo gradiente de deformação durante conformação mecânica das peças que levam a uma diferença na densidade de discordâncias

de um grão para o outro. Considerando que a estrutura de discordâncias em um material conformado não é termodinamicamente estável, conforme se aumenta a temperatura, a instabilidade da condição da estrutura de discordâncias no interior dos grãos aumenta levando à recristalização, primária ou secundária.

A amostra B, com adição de Nb além do Al como controlador do tamanho de grão, utilizando o processo I, igualmente apresentou crescimento de grão. Este crescimento, porém, não é crescimento anormal de grão, pois foram observados grãos com diversos tamanhos e não somente uma matriz com grãos muito finos e homogêneos com poucos grãos de tamanho muito grande. Neste caso, tanto os precipitados de nióbio quanto os de alumínio não se mostraram eficazes como controladores do tamanho de grão, provavelmente porque a quantidade e distribuição dos precipitados dispersos nos contornos de grão não foi suficiente para retardar o início da recristalização e ancorar o crescimento de grão posterior, decorrentes da deformação não-uniforme da peça durante a conformação mecânica.

A amostra C, aço sem adição de Nb, porém, com Al e que utilizou o processo II, apresentou tamanho de grão austenítico bastante refinado, tanto na superfície quanto no núcleo. Este processamento com as etapas de cementação e têmpera realizadas em separado, proporciona um resfriamento ao final da etapa de cementação e um posterior reaquecimento durante a têmpera, condições que levam a um refino de grão em todas as regiões da peça, uma vez que conforme Brooks (1996), Samuels (1999) e Krauss (2005) a cada austenitização realizada observa-se um refino de grão devido à nucleação de novos grãos a partir dos contornos de grão pré-existentes.

Observando-se a distribuição das fases na região das pistas dos forjados nota-se que os constituintes, ferrita e perlita, apresentam-se menores à medida que se encontram mais afastados da periferia da peça. Esta situação leva ao aparecimento de grãos maiores na superfície quando há a transformação austenítica durante o reaquecimento do material na etapa de cementação.

Nas amostras onde houve crescimento anormal de grão e/ou distribuições de tamanho de grão muito díspares, A e B, nota-se que a distribuição dos precipitados ancoradores de grão formados pelo Nb e pelo Al não são eficazes em conter a recristalização secundária. Isto se deve provavelmente à força motriz para crescimento de grão em função do gradiente de deformações imposto às regiões da peça onde foi observado este fenômeno ser maior do que a força de ancoramento exercida pelo arranjo dos precipitados na microestrutura. Neste caso em

que há gradientes de deformação muito fortes, tratamentos térmicos que proporcionam refino de grão, como recozimento e normalização, são mais efetivos no atendimento às expectativas quanto à homogeneidade e tamanho de grão refinado.

Com relação à dispersão da dimensão do estriado, que se mostrou severamente afetada nas amostras A e B, nota-se que a dispersão da dimensão é muito elevada quando é observado crescimento anormal de grão na matriz.

Isto ocorre porque com o estriado tendo sido usinado em uma etapa anterior à cementação em alta temperatura e por um tempo elevado, as distorções resultantes do gradiente de deformação gerado durante conformação mecânica das peças, que produz a uma diferença na densidade de discordâncias ao longo da microestrutura, levarão a variações desiguais da forma e da dimensão de cada um dos dentes do estriado. Contudo, quando o estriado é usinado após a etapa de cementação, onde as tensões resultantes do processo de conformação são eliminadas durante o tratamento térmico e o tamanho de grão resultante ao final do processo é uniforme e refinado, como no caso do processo II, a dispersão excessiva da dimensão é suprimida porque devido ao resfriamento lento ao ar e posterior reaquecimento para que seja realizada a têmpera, a estrutura obtida é homogênea na superfície e no núcleo e menos suscetível a distorções dimensionais (PARRISH 1999).

## 6.0 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados observados durante o trabalho no que tange ao tamanho de grão austenítico, a deformação não-uniforme durante o forjamento a morno exerce um papel preponderante no surgimento do crescimento de grão, pois gera gradientes de deformação e de microestrutura. O crescimento de grão durante a cementação provoca o surgimento de uma estrutura característica do crescimento anormal de grão no aço sem adição de Nb e uma estrutura característica de crescimento normal no aço em que foi adicionado este elemento quando utilizada a rota de processo que propõe o processo I.

A separação das etapas de cementação e têmpera durante o beneficiamento do anel interno e o conseqüente deslocamento da cementação para a fase inicial após o forjamento proporcionam um refino do tamanho de grão austenítico.

A dispersão das medidas do entre-rolos do estriado do anel está correlacionada com a homogeneização da estrutura e conseqüente eliminação das tensões acumuladas durante a conformação mecânica das peças. As amostras que possuíam estruturas onde se observou crescimento de grão normal ou anormal, originadas pelas deformações não-uniformes, obtiveram uma distribuição dos valores muito mais ampla do que a amostras que foram submetidas a tratamentos térmicos que proporcionaram um alívio das tensões acumuladas durante o forjamento e uma microestrutura homogênea.

O processo II, que proporciona tanto uma microestrutura com tamanho de grão austenítico fino e uniforme quanto uma distribuição mais concentrada das medidas do estriado, mostra-se mais adequado para atender às necessidades da manufatura das peças no que tange ao atendimento das especificações de tamanho de grão austenítico e à necessidade de seleção das mesmas para atender critérios dimensionais.

## 7.0 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Os resultados apresentados sugerem o estudo dos seguintes tópicos:

(1) Análise da distribuição, composição química e fração volumétrica dos precipitados de Nb e Al nas amostras do processo I a fim de otimizar a composição química de modo a eliminar o aparecimento do crescimento anormal de grão no processo em questão.

(2) Avaliação do comportamento das ferramentas utilizadas na usinagem das peças do processo II, uma vez que estas serão usinadas em condições mais severas em relação a sua vida útil.

(3) Avaliação do comportamento do crescimento de grão com a adição de Ti ao invés de Nb como controlador de tamanho de grão para o processo I, pois os carbonetos e nitretos de titânio são mais estáveis que os de nióbio.

## 8.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALOGAB, K.A., MATLOCK, D.K., SPEER, J.G., KLEEBE, J., **The Influence of Niobium Microalloying on Austenite Grain Coarsening Behavior on Ti-Modified SAE 8620 Steel**, ISIJ International, Vol. 47, No. 2, p. 307-316, 2007.

BROOKS, C.R., **Principles of the Austenitization of Steels**, Springer, 1992.

BROOKS, C.R., **Principles of the Heat Treatment of Plain Carbon and Low Alloy Steels**, ASM International, 1996

BRUNO, J.C., RIOS, P.R., **The Grain Size Distribution and the Detection of Abnormal Grain Growth of Austenite in an Eutetoid Steel Containing Niobium**, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, No. 4, p. 601-605, 1995.

CALLISTER, W.D., **Materials Science and Engineering: An Introduction**, John Wiley and Sons, Inc. 2000, 5ª Edição.

CHENG, L.M., HAWBOLT, E.B., MEADOWCROFT, T.R., **Modeling of Dissolution, Growth and Coarsening of Aluminum Nitride in Low-Carbon Steels**, Metallurgical and Materials Transactions A Vol. 31A, p. 1907-1916, 2000.

CHIAVERINI, V., **Aços e Ferros Fundidos: Características Gerais, Tratamentos Térmicos, Principais Tipos**, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 7ª Edição, 1996.

CHIAVERINI, V., **Tratamentos Térmicos das Ligas Metálicas**, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 1ª Edição, 2003.

CUDDY, L.J., RALEY, J.C., **Austenite Grain Coarsening in Microalloyed Steels**, Metallurgical Transactions A Vol. 14A, p. 1989-1995, 1983.

DIETER, G.E., **Metalurgia Mecânica**, Editora Guanabara Koogan S.A., Rio de Janeiro, 2ª edição, 1981.

DOHERTY, R.D., HUGHES, D.A., HUMPHREYS, F.J., JONAS, J.J., JENSEN, D.J., KASSNER, M.E., KING, W.E., McNELLEY, T.R., McQUEEN, H.J., ROLLET, A.D., **Current Issues in Recrystallization: A Review**, Materials Science and Engineering A238, p. 219-274, 1997.

DUTRA, J.C., CAVALLANTE, F.L., **Fatores de Material e Processo que Influenciam o Crescimento Anormal de Grãos nos Aços para Cementação DIN 20MnCr5 e 25MoCr4**, Congresso Anual da ABM, São Pedro, São Paulo: ABM 1996, v.2, p. 237-257, 1995.

DUTRA, J.C., SICILIANO JR, F., PADILHA, A.F., **Interaction between Second-Phase Particle Dissolution and Abnormal Grain Growth in an Austenitic Stainless Steel**, Materials Research, Vol. 5, No. 3, p. 379-384, 2002.

FERNÁNDEZ, A.I., URANGA, P., LÓPEZ, B., RODRIGUEZ-IBABE, J.M., **Static Recrystallization Behavior of a Wide Range of Austenite Grain Sizes in Microalloyed Steels**, ISIJ International, Vol. 40, No. 9, p. 893-901, 2000.

FERNÁNDEZ, J., ILESCAS, S., GUILMANY, J.M., **Effect of Microalloying Elements on the Austenitic Grain Growth in a Low Carbon HSLA Steel**, Materials Letters 61 p. 2389-2392, 2007.

GLADMAN, T., PICKERING, F.B., **Grain Refined C-Mn Steels**, Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 205, p. 653-664, 1967.

GLADMAN, T., **Second Phase Particle Distribution and Secondary Recrystallization**, Scripta Metallurgica e Materialia, Vol. 27, p. 1569-1573, 1992.

GLADMAN, T. **Aluminium for Grain Size Control**, Heat Treatment of Metals, p. 11-14, 1994.

GLADMAN, T., **The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels**, The Institute of Materials, 1ª Edição, 1997.

HILLERT, M., **On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth**, Acta Metallurgica 13, p. 227 – 238, 1965.

HUGES, D.A., **Deformation Microstructures in Refractory Metals and Alloys: Past and Present Research**, in “Evolution of Refractory Metals and Alloys”, E.N.C Dalder et al. (Eds.), TMS, Pittsburgh, pp.219-235 (1993), citado em Heterogeneidades de Deformação: uma Visão Microscópica. Texturas e Relações de Orientação. Deformação plástica, recristalização e crescimento de grão, EPUSP, São Paulo, p.12-22, 2001.

HUGES, D.A., HANSEN, N., **High Angle Boundaries Formed by Grain Subdivision Mechanisms**, Acta Mater., v. 45, p.3871 – 3886, (1997), citado em Heterogeneidades de Deformação: uma Visão Microscópica. Texturas e Relações de Orientação. Deformação plástica, recristalização e crescimento de grão, EPUSP, São Paulo, p.12-22, 2001.

HUME-ROTARY, W., **Estrutura das Ligas de Ferro: Introdução Elementar**, Editora Edgar Blücher Ltda. São Paulo, 1968.

HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M., **Recrystallization and Other Related Annealing Phenomena**, Pergamon, Oxford (1995), citado em Phase Field Simulation of Stored Energy Driven Interface Migration at a Recrystallization Front, Materials Science and Engineering A 457, p. 132-138, 2007.

HUMPHREYS, F.J., **A Unified Theory of Recovery, Recrystallization and Grain Growth, Based on the Stability and Growth of Cellular Microstructures – I. The Basic Model**, Acta Materialia, Vol. 45, No. 10, p. 4231-4240, 1997.

HUTCHINSON, C.R., ZUROB, H.S., SINCLAIR, C.W., BRECHET, Y.J.M., **The Comparative Effectiveness of Nb Solute and NbC Precipitates at Impeding Grain-Boundary Motion in Nb Steels**, Scripta Materialia 59, p. 635-637, 2008.

ILLESCAS, S., FERNÁNDEZ, J., GUILMANY, J.M., **Kinetic Analysis of the Austenitic Grain Growth in HSLA Steel with a Low Carbon Content**, Materials Letters 62, p. 3478-3480, 2008.

ISLAM, M.A, BEPARI, M.M.A., **Effects of Niobium Additions on the Structure, Depth and Austenite Grain Size of the Case of Carburized 0,07% C Steels**, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 5, p. 593-597, 1996.

JOMINY, W., **High Temperature Carburizing...the Process Works**, Metal Progress, Maio de 1964, vol. 85, n. 5, p. 70 – 73, citado em LOGUERCIO, J.F.C., **Desenvolvimento de um Aço SAE 5115 Microligado ao Nióbio para Cementação a Alta Temperatura**, Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2003.

KIM, S.G., PARK, Y.B., **Grain Boundary Segregation, Solute Drag and Abnormal Grain Growth**, Acta Materialia 56, p. 3739-3753, 2008.

KRAUSS, G., **Steels: Processing, Structure and Performance**, ASM International, 2005.

KUREBAYASHI, Y., NAKAMURA, S., **Development of Ultra Fine Grain Steel for Carburizing**, SAE International Congress and Exposition, February 27 – March 2, 1995.

LEE, S.J., LEE, Y.K., **Prediction of Austenite Grain Growth during Austenitization of Low Alloy Steels**, Materials and Design 29, p. 1840-1844, 2008.

LOPO, L.C.N., **Influência da Temperatura, do Tempo e da Deformação a Frio Sobre o Crescimento do Grão Austenítico em um Aço para Cementação DIN 17Cr3**, Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2000.

LUTZ, J.A., **Carburizing at High Temperatures**, Advanced Materials & Processes, Vol. 6, p. 68AA-68DD, 1997.

MANOHAR, P.A., FERRY, M., CHANDRA, T., **Five Decades of the Zener Equation**, ISIJ International, Vol. 38, No. 9, p. 913-924, 1998.

MAROPOULOS, S., KARAGIANIS, S., RIDLEY, N., **Factors Affecting Prior Austenite Grain Size in Low Alloy Steel**, Journal of Materials Science 42, p. 1309 – 1320, 2007.

METALS HANDBOOK, **Heat Treatment of Steels**. ASTM, Vol 4

MORAIS, R.F., **Caracterização por Microscopia Eletrônica de Transmissão do Aço SAE 5115 Microligado ao Nióbio para Cementação em Altas Temperaturas**, Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2002.

MORAIS, R.F., REGULY, A., ALMEIDA, L.H., **Transmission Electron Microscopy Characterization of a Nb Microalloyed Steel for Carburizing at High Temperatures**, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 15, p. 494 – 498, 2006.

NARITA, K., **Physical Chemistry of the Groups IVa (Ti, Zr), Va (V, Nb, Ta) and the Rare Earth Elements in Steel**, Transactions Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 15, p. 145, 1975.

PALMIERE, E.J., GARCIA, C.I., DeARDO, A.J., **Compositional and Microstructural Changes Which Attend Reheating and Grain Coarsening in Steels Containing Niobium**, Metallurgical and Materials Transactions A Vol. 25A, p. 277-286, 1994.

PARRISH, G., **Carburizing: Microstructures and Properties**, Materials Park, Ohio: ASM International, 1ª Edição, 1999.

PORTER, D.A., EASTERLING, K.E., **Phase Transformation in Metals and Alloys**, London: Chapman & Hall, 2ª Edição, 1992.

RETI, T., **Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel**, ASM International, p.189-208, 2ª Edição 2002.

RIOS, P.R., **Abnormal Grain Growth Development from Uniform Grain Size Distributions in the Presence of Stable Particles**, Scripta Materialia, Vol. 39, No.12, p. 1725-1730, 1998.

RIOS, P.R., GOTTSTEIN, G., **On The Stability Of Small Grains Imbedded Within Abnormally Large Grains**, Scripta Materialia 44, p. 991-993, 2001.

SAMUELS, L.E., **Light Microscopy of Carbon Steels**, ASM International, 1999.

SANDIM, H.R.Z., **Heterogeneidades de Deformação: uma Visão Microscópica. Texturas e Relações de Orientação. Deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**, EPUSP, São Paulo, 2001, p.12-22, citado em LOGUERCIO, J.F.C., Desenvolvimento de um Aço SAE 5115 Microligado ao Nióbio para Cementação a Alta Temperatura, Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2003.

SHARMA, R.C., **Principles of Heat Treatment of Steel**, New Age International, 1ª Edição, 2003.

SPEER, J.G., HANSEN, S.S., **Austenite Recrystallization and Carbonitride Precipitation in Niobium Microalloyed Steels**, Metallurgical Transactions A, Vol. 20A, p. 25-38, 1989.

STAPLES, E.E., **High Temperature Carburizing...Furnaces Do the Job**, Metal Progress, Maio de 1964, vol. 85, n. 5, pp. 74 – 76, citado em LOGUERCIO, J.F.C., Desenvolvimento de um Aço SAE 5115 Microligado ao Nióbio para Cementação a Alta Temperatura, Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2003.

SUWA, Y., SAITO, Y., ONODERA, H., **Phase-field Simulation of Abnormal Grain Growth Due to Inverse Pinning**, Acta Materialia 55, p. 6881-6894, 2007.

TSUKAHARA, H., CHAZE, A.M., LEVAILLANT, C., HOLLARD, S., **Recrystallisation Statique et Croissance de Grain d'un Acier Austénitique Inoxydable**, Journal de Physique IV, Colloque C3, supplement au Journal de Physique III vol 5, p. 29-38, 1995.

VAN VLACK, L.H., **Princípios de Ciência dos Materiais**, São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1970.

VERHOEVEN, J.D., **Steel Metallurgy for the Non-Metallurgist**, ASM International, 1ª Edição, 2007.

YU, Q., SUN, Y., **Abnormal Growth of Austenite Grain of Low-Carbon Steel**, Materials Science and Engineering A 420, p. 34-38, 2006.