

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

EFEITO DA ADIÇÃO DE Ni NA MICROESTRUTURA BAINÍTICA DE UM
NOVO AÇO PARA ROSCAS E CILINDROS DE PLASTIFICAÇÃO DE
POLÍMEROS

José Britti Bacalhau

São Carlos-SP
2019

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE Ni NA MICROESTRUTURA BAINÍTICA DE UM
NOVO AÇO PARA ROSCAS E CILINDROS DE PLASTIFICAÇÃO DE
POLÍMEROS**

José Britti Bacalhau

Tese apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTOR EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso

São Carlos-SP
2019

DEDICATÓRIA

A todos aqueles, que assim como eu, acreditam que a Educação é o caminho árduo, mas vencedor para uma sociedade em contínuo desenvolvimento.

VITAE

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2007), Mestre em Ciências pelo Instituto Tecnológico de Aeronáutica (2012).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado do candidato José Britti Bacalhau, realizada em 02/09/2019:

Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso
UFSCar

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli
UFSCar

Prof. Dr. Oscar Balancin
UFSCar

Prof. Dr. Paulo Roberto Mei
UNICAMP

Prof. Dr. Rafael Agnelli Mesquita
CBMM

AGRADECIMENTOS

À Santa Rita de Cássia que em muitos momentos de minha vida intercedeu junto a Deus por minhas orações, e elas sempre foram atendidas. Lhe convido leitor a fazer a mesma experiência que eu tive de se aproximar da Santa dos Impossíveis.

À minha família que é a base de um amor profundo. Não importa a distância que nos encontramos e nem o tempo que não nos vemos, pois estamos sempre nos apoiando, aconselhando e acreditando um no outro para que tenhamos uma vida saudável e feliz. Por isso agradeço muito a meu pai Isael, a minha mãe Inês (*In memoriam*) e a minha irmã Fabiana.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Houve três instituições que destacadamente me apoiaram na realização desse trabalho, e por isso segue um agradecimento especial:

À Universidade Federal de São Carlos, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM, em destaque ao Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa pela orientação desse trabalho, pelo apoio fundamental nos ensaios de microscopia eletrônica, pela paciência e valiosas discussões técnicas.

À Villares Metals S.A. que sempre me suportou em minha formação acadêmica, desde quando iniciei como Estagiário na companhia; após alguns anos na Dissertação de Mestrado e por fim nesse Trabalho de Tese de Doutorado. Menciono aqui os nomes de algumas pessoas que foram de grande importância nesse contexto: Celso Antônio Barbosa, Pedro Sérgio Andrijauskas, José Carlos Rillo Rodrigues, Arnaldo Zangueri, Flávio Veloso Monteiro e Carlos Batista de Aguiar Rosa.

À Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração – CBMM que nos últimos 6 meses me apresentou um novo e amplo campo de atuação tecnológica,

e me proporcionou *insights* que enriqueceram o capítulo de Resultados e Discussões da Tese. Menciono o nome do Gerente Executivo de Tecnologia Dr. Rafael Agnelli Mesquita que me incentivou a concluir o Doutorado e acreditou em meu potencial.

A todos que de forma direta ou indiretamente contribuíram para realização desse trabalho.

RESUMO

Aços para nitretação, como o DIN 1.8550, são utilizados na manufatura de roscas e cilindros para máquinas injetoras e extrusoras de plásticos. O processo de endurecimento do DIN 1.8550 ocorre por têmpera em água ou óleo seguido de revenimento, sendo comum distorções em barras submetidas a gradientes severos de temperatura. Tensões residuais oriundas do endireitamento a frio das barras de aço e/ou remanescentes do tratamento térmico ocasionam durante a usinagem dos componentes, problemas de variações geométricas em roscas e/ou desvios na furação em cilindros. O presente trabalho teve como objetivo o desenvolvimento tecnológico de um novo aço para roscas e cilindros, o qual possui elevada estabilidade dimensional pois permite endurecimento com resfriamento ao ar calmo. Foram produzidas 4 composições químicas de aços de baixo teor de carbono, com variação apenas no teor de Ni. Por meio de ensaios de dilatométrica, verificou-se que o Ni retardou a cinética de transformação das fases ferrita e perlita, e favoreceu a formação de bainita e martensita. Nos aços bainíticos estudados, o Ni também propiciou a formação de bainita inferior em detrimento a bainita superior. O aço com 1,40% Ni apresentou microestrutura refinada composta predominantemente de bainita inferior, com carbonetos precipitados homogeneamente no interior da ferrita bainítica. Os aços com baixos teores de Ni, 0,03% e 0,70%, formaram microestrutura majoritariamente composta por bainita superior, com precipitação dos carbonetos nos contornos dos pacotes da ferrita bainítica. O aço com 1,40% Ni apresentou a melhor combinação de resultados laboratoriais de tenacidade, microestrutura e temperabilidade, e, por essa razão também foi produzido em escala industrial. O processo de endurecimento do aço, com têmpera em linha por resfriamento ao ar calmo, foi validado industrialmente com a observação da microestrutura totalmente bainítica e homogênea. O trabalho foi finalizado com a manufatura em escala real, de uma rosca e um cilindro de máquinas extrusoras, de maneira que o desenvolvimento tecnológico, abrangeu desde a fase laboratorial até os testes de campo.

Palavras-chave: Temperabilidade; Bainita; Níquel; Roscas e Cilindros.

ABSTRACT

EFFECT OF Ni ON THE BAINITIC MICROSTRUCTURE OF A NEW STEEL USED IN THE MANUFACTURE OF SCREWS AND BARRELS FOR PLASTIC PROCESSING

Nitriding steels, such as DIN 1.8550, are used in the manufacture of screws and barrels for injection molding machines and plastic extruders. The hardening process of DIN 1.8550 occurs via water or oil quenching followed by tempering, and, it is common to experience distortions in bars subjected to severe temperature gradients. Residual stresses arising from cold straightening of steel bars and/or remaining from heat treatment cause, during the machining of components, problems related with geometric variations on screws and/or deviations in deep drilling of barrels. The objective of this work was the technological development of a new steel for screws and barrels, which has high dimensional stability since it allows hardening via still air cooling. It was produced four chemical compositions of low-carbon steels with variation only in the Ni content. Through dilatometry tests, it was verified that Ni delayed the transformation kinetics of ferrite and pearlite, and, favored the formation of bainite and martensite. In the studied bainitic steels, Ni also promoted the formation of lower bainite at the expense of upper bainite. The steel with 1.40% Ni presented a refined microstructure mainly composed of lower bainite, with homogeneous precipitation of alloy carbides in the bainitic ferrite lath. Steels with low Ni contents, 0.03% and 0.70%, exhibited a microstructure mainly composed of upper bainite, with alloy carbides precipitation in the boundaries of the bainitic ferrite packages. The 1.40% Ni steel showed the best combination of results regarding toughness, microstructure and hardenability, and, for that reason it was also produced in industrial scale. The steel hardening process, with in-line quenching via still air cooling, was industrially validated achieving the production of a very homogeneous bainitic steel. The work was completed with the full-scale manufacture of a screw and a barrel from extruder machines, therefore the technological development covered from laboratory phase to field tests.

Key-words: Hardenability; Bainite; Nickel; Screws and Barrels

PUBLICAÇÕES

Bacalhau, J. B., Cunha, T. M., Afonso, C. R. M., **Effect of Ni content on the Hardenability of a Bainitic Steel for Processing of Plastics**. 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering – COBEM 2017, December 3rd to 8th 2017, Curitiba-PR, Brazil. DOI <http://abcm.org.br/anais-de-eventos/COB17/1174>

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxv
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Rosca e cilindro de plastificação de polímeros	5
2.1.1 Particularidades das roscas e cilindros em relação a componentes de engenharia padrão.....	10
2.2 Aços utilizados na manufatura de roscas e cilindros.....	13
2.2.1 Aços para nitretação e o DIN 1.8550.....	14
2.3 Tensão residual e distorções em barras tratadas termicamente	18
2.3.1 Tensões residuais de origem térmica	19
2.3.2 Tensões residuais por transformação de fases	22
2.3.3 Alternativas para minimizar a amplitude das tensões residuais.....	24
2.4 Efeito dos elementos de liga C, Cr, Mo e Ni nos aços	27
2.4.1 Efeito do elemento Ni nas propriedades e na microestrutura bainítica dos aços de baixo e médio teores de carbono	33
2.5 Morfologias básicas da microestrutura bainítica	39
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
3.1 Simulação termodinâmica computacional.....	45
3.2 Produção dos aços em escala piloto.....	48
3.2.1 Fusão dos lingotes.....	48
3.2.2 Forjamento a quente dos lingotes em barras.....	50

3.3	Retirada de corpos de prova dos tarugos forjados.....	51
3.4	Tratamentos térmicos.....	52
3.4.1	Curvas de revenimento.....	52
3.4.2	Tratamento térmico dos corpos de prova de impacto.....	53
3.5	Ensaio de dilatométrica.....	54
3.6	Simulação numérica das taxas de resfriamento – DEFORM™2D.....	57
3.7	Produção do aço em escala industrial.....	58
3.7.1	Fusão do aço.....	59
3.7.2	Conformação mecânica e tratamento térmico de revenimento....	60
3.8	Retirada de corpos de prova das barras industriais.....	61
3.8.1	Barra forjada diâmetro de 330 mm.....	61
3.9	Testes de Campo.....	62
3.9.1	Manufatura da rosca e cilindro de plastificação.....	62
3.10	Avaliação mecânica e microestrutural dos aços em estudo.....	63
3.10.1	Ensaio mecânico.....	63
3.10.2	Ensaio metalográfico.....	63
3.10.3	Microscopia.....	65
3.10.4	Difração de Raios-X (DRX).....	66
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	67
4.1	Composição química e a proposta de <i>alloy design</i>	67
4.2	Avaliação microestrutural e de dureza das barras forjadas e temperadas em linha.....	71
4.3	Curva de revenimento dos aços experimentais.....	76
4.4	Ensaio mecânico de impacto – Charpy V.....	78
4.4.1	Análise da microestrutura por Microscopia Óptica.....	85
4.4.2	Difração de Elétron Retroespalhados – EBSD (<i>Electron Backscattered Diffraction</i>).....	88
4.4.3	Análise da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-FEG).....	94
4.4.4	Análise da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM).....	105

4.5	Análise Térmica de dilatométrica e Curvas Transformação em Resfriamento Contínuo (TRC)	117
4.6	Caracterização do aço V8550M® (com adição de 1,40%Ni) produzido em escala industrial	133
4.7	Testes de Campo	136
4.7.1	Manufatura de rosca e cilindro de extrusora.....	136
5	CONCLUSÕES.....	139
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	141
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	143
	ANEXO A	155
	ANEXO B	159

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág
TABELA 2.1 - PRINCIPAIS TERMOS UTILIZADOS NA LITERATURA E INDÚSTRIA, QUE SE REFEREM AOS CONJUNTOS DE PLASTIFICAÇÃO.	8
TABELA 2.2- COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS PRINCIPAIS AÇOS UTILIZADOS NA MANUFATURA DE ROSCAS E CILINDROS DE PLASTIFICAÇÃO [40-45]. VALORES EM PORCENTAGEM EM MASSA E BALANÇO EM FE.	13
TABELA 2.3 - PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO DIN1.8550 [1, 10, 11].....	15
TABELA 2.4 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS PARA MOLDES PLÁSTICOS BAINÍTICOS COM VARIAÇÕES NOS TEORES DE Ni [1,40,41]..	34
TABELA 2.5 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA ESTUDADAS PELOS PESQUISADORES COREANOS E AS PROPRIEDADES MECÂNICAS EM IMPACTO CHARPY V EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA A - 40°C [27].....	36
TABELA 3.1 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA SIMPLIFICADA EMPREGADA NA SIMULAÇÃO DOS MAPAS DE FASES. ELEMENTOS EM PORCENTAGEM EM MASSA E BALANÇO EM FE.	46
TABELA 3.2 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS LINGOTES PRODUZIDOS EM ESCALA PILOTO. VALORES EM PORCENTAGEM EM MASSA E BALANÇO EM FE.	49
TABELA 3.3 - CICLOS PARA OS TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS CORPOS DE PROVA DE IMPACTO CHARPY V E TRAÇÃO.	54
TABELA 3.4 - TEMPO TOTAL DE RESFRIAMENTO DAS AMOSTRAS NO ENSAIO DE DILATOMETRIA.	56
TABELA 3.5 - TEMPERATURAS CRÍTICAS DAS COMPOSIÇÕES DOS AÇOS EM ESTUDO. VALORES OBTIDOS POR MEIO DO ENSAIO DE DILATOMETRIA.	57
TABELA 3.6 - DADOS DE ENTRADA INSERIDOS NO SOFTWARE DEFORM TM 2D PARA REALIZAÇÃO DA SIMULAÇÃO NUMÉRICA POR ELEMENTOS FINITOS.....	58
TABELA 3.7 - TAXAS DE RESFRIAMENTO DE BARRAS SUBMETIDAS A TÊMPERA EM DISTINTOS MEIOS – SIMULAÇÃO POR MEIO DO SOFTWARE DEFORM TM 2D. TEMPERATURAS ENTRE 920°C E 200°C.	58
TABELA 3.8 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA CORRIDA INDUSTRIAL DO AÇO V8550M [®] . VALORES EM PORCENTAGEM EM MASSA E BALANÇO EM FE.	59

TABELA 4.1 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL DO AÇO DIN 1.8550 E DA LIGA EXPERIMENTAL PROPOSTA. VALORES EM PORCENTAGEM EM MASSA E BALANÇO EM FE.....	68
TABELA 4.2 - FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE GRÃO MAIORES QUE 12,5 μ M E SUA CORRESPONDENTE PARTICIPAÇÃO NA ÁREA TOTAL DAS AMOSTRAS.....	91
TABELA 4.3 – CONTAGEM DE FASES NOS AÇOS EXPERIMENTAIS APÓS TRATAMENTO TÉRMICO DE REVENIMENTO. MEDIDAS REALIZADA POR EBSD.	93
TABELA 4.4 - MICROESTRUTURAS ESPERADAS EM CADA AÇO APÓS TÊMPERA EM LINHA COM RESFRIAMENTO AO AR.	132
TABELA 4.5 - MICROESTRUTURAS ESPERADAS NA SUPERFÍCIE E NÚCLEO DE BARRAS DO AÇO DIN 1.8550 QUANDO TEMPERADO EM ÓLEO.	132
TABELA 4.6 - MICROESTRUTURAS ESPERADAS NA SUPERFÍCIE E NÚCLEO DE BARRAS DO AÇO DIN 1.8550 QUANDO TEMPERADO EM ÁGUA.	132
TABELA 4.7 - RELATO DO DESEMPENHO DE EMPENAMENTO APÓS FABRICAÇÃO DO CANHÃO DUPLA ROSCA.....	137

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
FIGURA 2.1 - VISÃO GERAL DO PROCESSO DE EXTRUSÃO DE POLÍMEROS E AS PRINCIPAIS DIVISÕES DAS GEOMETRIAS DE UMA ROSCA. ADAPTADA DE [30,31].....	5
FIGURA 2.2 - FOTOS ILUSTRATIVAS DE CONJUNTOS DE PLASTIFICAÇÃO. À ESQUERDA UM CANHÃO DUPLA ROSCA E À DIREITA DIVERSAS GEOMETRIAS DE ROSCAS [32].	7
FIGURA 2.3- A) SEQUÊNCIA HISTÓRICA REPRESENTANDO A EVOLUÇÃO DE POLÍMEROS INJETADOS NO PARA-CHOQUES DE VEÍCULOS: AS PEÇAS SE TORNARAM MAIORES E DEMANDAM MÁQUINAS INJETORAS DE ELEVADAS POTÊNCIAS. B) FOTO ILUSTRATIVA DE UMA MÁQUINA EXTRUSORA DE FILMES PLÁSTICOS [32].	9
FIGURA 2.4 - REPRESENTAÇÃO DA NECESSIDADE DOS PROCESSOS DE USINAGEM NA MANUFATURA DE ROSCAS E CILINDROS. NOTE A COMPLEXA USINAGEM EXISTENTE COM FUROS DESCENTRALIZADOS A $\frac{1}{4}$ DO RAIOS DA BARRA NO CILINDRO, E USINAGEM COM REMOÇÃO DESIGUAL DE MATERIAL NAS ROSCAS DEVIDO AS PROFUNDIDADES DOS CANAIS. A) COMPONENTES ACABADOS. B) TORNEAMENTO DE DESBASTE. ADAPTADO DE [12, 39].	11
FIGURA 2.5 - COMPOSIÇÃO DE CUSTOS DE FABRICAÇÃO DE ROSCAS E CILINDROS DE MÁQUINAS EXTRUSORAS DE PLÁSTICOS. DADOS BASEADOS NO SEGMENTO DE MANUFATURA INDUSTRIAL E IMAGEM ADAPTADA DE [1, 37,38].	12
FIGURA 2.6 - CURVA DE REVENIMENTO DO AÇO DIN 1.8550. AUSTENITIZAÇÃO A 900°C E TÊMPERA EM ÓLEO. FIGURA ADAPTADA DE [1].	16
FIGURA 2.7- CURVA TRANSFORMAÇÃO EM RESFRIAMENTO CONTÍNUO DO AÇO DIN 1.8550 [11].	17
FIGURA 2.8 - MODELO REPRESENTATIVO DE TENSÕES RESIDUAIS EXCLUSIVAMENTE TÉRMICAS EM UMA BARRA TÊMPERADA COM RESFRIAMENTO RÁPIDO A PARTIR DE SUA TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO. A TRANSFORMAÇÃO DE FASES NÃO É LEVADA EM CONSIDERAÇÃO NESSE MODELO HIPOTÉTICO. FIGURA ADAPTADA DE [13,14].....	21
FIGURA 2.9 - FORMAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL NO RESFRIAMENTO CONSIDERANDO AS CONTRAÇÕES DE ORIGEM TÉRMICAS E A EXPANSÃO VOLUMÉTRICA DEVIDO A TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA. FIGURA ADAPTADA DE [13,14].....	23

FIGURA 2.10 - DIAGRAMA DE RESFRIAMENTO CONTÍNUO HIPOTÉTICO DE BARRAS COM DISTINTOS DIÂMETROS E MEIOS DE RESFRIAMENTO E SEUS RESPECTIVOS PADRÕES DE TENSÃO RESIDUAL GERADOS AO LONGO DO RAIO DA BARRA. FIGURA ADAPTADA DE [14].	24
FIGURA 2.11 - DIAGRAMAS TEMPO-TEMPERATURA-RESFRIAMENTO DE UMA BARRA DE AÇO TEMPERADA EM ÁGUA, ÓLEO E AR EM FUNÇÃO DE SEU DIÂMETRO NOMINAL. FIGURA ADAPTADA DE [1].	26
FIGURA 2.12 - MÁXIMA DUREZA DOS AÇOS EM FUNÇÃO DE SEU TEOR DE CARBONO E DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE MARTENSITA FORMADA. ADAPTADA DE [1].	27
FIGURA 2.13 - EFEITO DO CROMO NA TEMPERABILIDADE DOS AÇOS COM 0,4% C E A) <u>0,5% DE CR</u> ; B) <u>0,9% DE CR</u> ; C) <u>2,0% DE CR</u> ; D) <u>3,1% DE CR</u> [51]. [13].	29
FIGURA 2.14 - EFEITO DO MOLIBDÊNIO NA TEMPERABILIDADE DOS AÇOS COM 0,4% DE C E A) <u>0,2% DE MO</u> ; B) <u>0,5% DE MO</u> ; C) <u>0,8% DE MO</u> ; D) <u>2,0% DE MO</u> [13].	30
FIGURA 2.15 - EFEITO DO NÍQUEL NA TEMPERABILIDADE DOS AÇOS COM 0,6% DE C E A) 1,0% DE NI; B) 2,0% DE NI; C) 4,0% DE NI E D) 5,0% DE NI [13].	32
FIGURA 2.16 - CURVA TRC DO AÇO PARA MOLDES PLÁSTICOS DIN 1.2311 (AISI P20) QUE <u>NÃO POSSUI ADIÇÃO DE NI</u> . IMAGEM ADAPTADA DE [1].	33
FIGURA 2.17 - CURVA TRC DO AÇO PARA MOLDES PLÁSTICOS DIN 1.2738 (AISI P20 + NI) QUE <u>POSSUI ADIÇÃO DE 1,0% NI</u> . IMAGEM ADAPTADA DE [1].	34
FIGURA 2.18 - CURVA TRC DO AÇO PARA MOLDES PLÁSTICOS DIN 1.2711 <u>QUE POSSUI ADIÇÃO DE 1,7% NI</u> . IMAGEM ADAPTADA DE [1].	35
FIGURA 2.19 - CORRELAÇÃO DO TEOR DE NI NA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DE AÇOS PARA MOLDES PLÁSTICOS COM A TENACIDADE [2,4].	36
FIGURA 2.20 - ASPECTO DA FRATURA DOS AÇOS: A) AÇO BASE; B) AÇO COM NI; C) AÇO COM NI + CR [27].	37
FIGURA 2.21 - IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO EM MODO DE CAMPO CLARO (BF) DAS AMOSTRAS A) AÇO BASE; B) AÇO COM NI; C) AÇO COM NI + CR. D) EDS DOS CARBONETOS DO MATERIAL COM CR+NI [27].	38
FIGURA 2.22 - ESQUEMA ILUSTRATIVO DA DECOMPOSIÇÃO DA AUSTENITA. ADAPTADA DE [70].	40

FIGURA 2.23 - TÍPICA MICROESTRUTURA DE AÇO COM BAIXO TEOR DE CARBONO, QUE OCORREU TRANSFORMAÇÃO POR RESFRIAMENTO CONTÍNUO APRESENTANDO BAINITA GRANULAR (REGIÕES CLARAS) [70].	41
FIGURA 3.1 - FLUXOGRAMA DE ATIVIDADES PROPOSTO NO TRABALHO DE TESE.	44
FIGURA 3.2 - MAPA DE FASES DO AÇO DIN 1.8550. L: LÍQUIDO, Δ: FERRITA DELTA, Γ: AUSTENITA, A: FERRITA, M_7C_3 E $M_{23}C_6$: CARBONETOS MAJORITARIAMENTE DE CROMO.	46
FIGURA 3.3 - ISOPLETA DE Ni ENTRE 0 E 5% DO NOVO AÇO PROPOSTO FIXANDO TODOS OS OUTROS ELEMENTOS CONFORME COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA TABELA 4.1. L: LÍQUIDO, Δ: FERRITA DELTA, Γ: AUSTENITA, A: FERRITA, M_7C_3 E $M_{23}C_6$: CARBONETOS MAJORITARIAMENTE DE CROMO, MC: CARBONETO MAJORITARIAMENTE DE VANÁDIO.	47
FIGURA 3.4 - A) IMAGEM DO FORNO DE INDUÇÃO A VÁCUO EM ESCALA PILOTO; B) TÍPICO LINGOTE DE 55 KG DE AÇO. FOTOS CORTESIA: VILLARES METALS S.A.	49
FIGURA 3.5 - POSIÇÃO NO DIAGRAMA DE FASES DAS COMPOSIÇÕES QUÍMICAS OBTIDAS APÓS FUSÃO DAS CORRIDAS EXPERIMENTAIS: TEORES DE NÍQUEL DE 0,03%; 0,70%; 1,40% E 2,75%.	50
FIGURA 3.6 - BARRAS FORJADAS COM SECÇÃO QUADRADA DE 80 MM A PARTIR DOS LINGOTES DE 55KG PRODUZIDOS EM ESCALA PILOTO.	51
FIGURA 3.7 - ESQUEMA ILUSTRATIVO DA MARCAÇÃO DOS CORTE PARA RETIRADA DOS CORPOS DE PROVA: A) PARA REALIZAÇÃO DAS CURVAS DE REVENIMENTO; B) PARA ENSAIOS DE IMPACTO CHARPY V.	52
FIGURA 3.8 - DILATÔMETRO <i>BÄHR THERMO ANALYSE - DIL805</i> DETALHANDO A ZONA DE AQUECIMENTO DO CORPO DE PROVA. FOTO CORTESIA: VILLARES METALS S.A..	55
FIGURA 3.9 - IMAGEM DE UM FORNO ELÉTRICO A ARCO SENDO CARREGADO COM SUCATA METÁLICA [3].	60
FIGURA 3.10 - BARRAS DO AÇO V8550M [®] PRODUZIDAS INDUSTRIALMENTE: A) BARRAS LAMINADAS DIA. 67 MM APÓS TRATAMENTO TÉRMICO DE REVENIMENTO. B) BARRA FORJADA DIA. 330 MM APÓS MAPEAMENTO DE DUREZA DO PRODUTO ACABADO. FOTOS CORTESIA: VILLARES METALS S.A..	61
FIGURA 4.1 - DUREZA DOS AÇOS PRODUZIDOS EM ESCALA PILOTO APÓS SUBMETIDOS A TAXAS DE RESFRIAMENTO QUE SIMULAM OS RESFRIAMENTOS DAS ZONAS	

TERMICAMENTE AFETADAS (ZTA) EM PROCESSOS DE SOLDAGEM CONVENCIONAIS. ENSAIO REALIZADO POR DILATOMETRIA COM AQUECIMENTO A 920°C E RESFRIAMENTO A TEMPERATURA AMBIENTE.	69
FIGURA 4.2 - MICROESTRUTURAS DOS AÇOS EXPERIMENTAIS APÓS FORJAMENTO A QUENTE E <u>TEMPERADOS EM LINHA COM RESFRIAMENTO AO AR.</u> A) 0,03% Ni, B) 0,70% Ni, C) 1,40% Ni, D) 2,75% Ni. MAGNIFICAÇÃO 500X. ATAQUE NITAL 4%. GRÃOS DE FERRITA PRÓ-EUTETÓIDE ESTÃO INDICADAS POR SETAS.	73
FIGURA 4.3 - MICROESTRUTURA DO AÇO DIN 1.8550 APÓS FORJAMENTO A QUENTE E TEMPERA EM LINHA COM RESFRIAMENTO AO AR. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%. GRÃOS DE FERRITA PRÓ-EUTETÓIDE ESTÃO INDICADAS POR SETAS. .	75
FIGURA 4.4 - DUREZA DOS MATERIAIS APÓS FORJAMENTO E TÊMPERA EM LINHA AO AR.	76
FIGURA 4.5 - A) CURVA DE REVENIMENTO DOS AÇOS EXPERIMENTAIS COM VARIAÇÃO DE Ni; B) CURVA DE REVENIMENTO DO AÇO DIN 1.8550.	77
FIGURA 4.6 - RESULTADO DE ENERGIA ABSORVIDA EM ENSAIO DE IMPACTO CHARPY-V DOS AÇOS EXPERIMENTAIS. OS MATERIAIS APRESENTARAM DOIS PATAMARES DISTINTOS DE VALORES EM ENERGIA DESTACADOS PELAS LINHAS TRACEJADAS EM VERMELHO.	79
FIGURA 4.7 - ASPECTO DA FRATURA POR MEV DOS CORPOS DE PROVA DE IMPACTO CHARPY V ENSAIADOS. A) 0,03% Ni, B) 0,70% Ni, C) 1,40% Ni, D) 2,75% Ni. MAGNIFICAÇÃO 500X.	81
FIGURA 4.8 - ASPECTO DA FRATURA POR MEV DOS CORPOS DE PROVA DE IMPACTO CHARPY V ENSAIADOS. A) 0,03% Ni, B) 0,70% Ni, C) 1,40% Ni, D) 2,75% Ni. MAGNIFICAÇÃO 1000X.	83
FIGURA 4.9 - MICROESTRUTURAS DOS CORPOS DE PROVA DO ENSAIO DE IMPACTO. MATERIAIS <u>TEMPERADOS EM LINHA E REVENIDO.</u> A) 0,03% Ni; B) 0,70% Ni; C) 1,40% Ni; D) 2,75% Ni. MAGNIFICAÇÃO 500X. ATAQUE NITAL 4%.	86
FIGURA 4.10 - IMAGENS DE MEV EM SINAL BSE (À ESQUERDA) E SEU RESPECTIVO MAPAS DE ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA OBTIDOS POR EBSD, DIREÇÃO NORMAL (À DIREITA). A) 0,03%Ni, B) 0,70%Ni, C) 1,40%Ni E D) 2,75%Ni.	89
FIGURA 4.11 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DO TAMANHO DE GRÃO MEDIDO POR EBSD DOS AÇOS EXPERIMENTAIS. À ESQUERDA DISTRIBUIÇÃO ESTATÍSTICA DO TAMANHO DE	

GRÃO E CURVA NORMAL DA DISPERSÃO. À DIREITA FREQUÊNCIA DE GRÃOS MAIORES QUE 12,5 μm	90
FIGURA 4.12 - ANÁLISE ESTATÍSTICA DA ÁREA DO TAMANHO DE GRÃO MEDIDA POR EBSD DOS AÇOS EXPERIMENTAIS. A ESQUERDA DISTRIBUIÇÃO ESTATÍSTICA DA ÁREA DOS GRÃOS E CURVA NORMAL DA DISPERSÃO. À DIREITA FREQUÊNCIA DE GRÃOS COM ÁREAS MAIORES QUE 150 μm^2	92
FIGURA 4.13 - ENSAIO DE DRX DO BULK DAS AMOSTRAS DOS AÇOS EXPERIMENTAIS. NÃO FORAM DETECTADOS DIFERENÇA ENTRE AS FASES PRESENTES NOS MATERIAIS. A) 0,03%Ni, B) 0,70%Ni, C) 1,40%Ni E D) 2,75%Ni.	94
FIGURA 4.14 - <u>AÇO COM 0,03% Ni</u> A) VISÃO GERAL DA MICROESTRUTURA COM 5000X E DETALHE DA FERRITA POLIGONAL; B) E C) DETALHES DA BAINITA SUPERIOR EM PACOTES COM CONTORNOS DA FERRITA BAINÍTICA BEM DELIMITADOS. HÁ PREDOMINÂNCIA DE PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NOS CONTORNOS DA FERRITA BAINÍTICA. D) DESTAQUE DOS CARBONETOS AGLOMERADOS NOS CONTORNOS DA FERRITA BAINÍTICA.	97
FIGURA 4.15 - <u>AÇO COM 0,70% Ni</u> A) VISÃO GERAL DA MICROESTRUTURA COM 5000X; B) DETALHE DA BAINITA INFERIOR COM PREDOMINÂNCIA DA PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NO INTERIOR DA FERRITA BAINÍTICA. C) DETALHE DA BAINITA SUPERIOR COM PREDOMINÂNCIA DA PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NOS CONTORNOS DOS PACOTES DA BAINITA. D) DESTAQUE DOS CARBONETOS AGLOMERADOS NOS CONTORNOS DA FERRITA BAINÍTICA.	99
FIGURA 4.16 - <u>AÇO COM 1,40% Ni</u> A) VISÃO GERAL DA MICROESTRUTURA COM 5000X; B) DETALHE DA BAINITA INFERIOR COM INTENSA PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NO INTERIOR DO FEIXE DA BAINITA. C) POSSÍVEL REGIÃO ISOLADA DE BAINITA SUPERIOR COM PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NOS CONTORNOS DA FERRITA BAINÍTICA. D) DETALHE DOS CARBONETOS PRECIPITADOS NO INTERIOR DOS FEIXES DA BAINITA INFERIOR.	102
FIGURA 4.17 - <u>AÇO COM 2,75% Ni</u> A) VISÃO GERAL DA MICROESTRUTURA COM 5000X; B) REGIÃO COM MAIOR MAGNIFICAÇÃO DO ITEM A) CORROBORANDO QUE NÃO HÁ CONTORNOS DE GRÃO BEM DEFINIDOS, QUE É TÍPICO DE TRANSFORMAÇÃO DE FASES MASSIVAS E SEM DIFUSÃO / TRANSFORMAÇÃO DE FASES MILITARES. C) E D) DETALHE DAS REGIÕES ACICULARES DE MARTENSITA REVENIDA.	103

- FIGURA 4.18 - IMAGEM DE STEM DA MATRIZ DO AÇO COM 0,03% Ni COMPOSTA DE FERRITA BAINÍTICA E CARBONETOS. A) IMAGEM DE CAMPO ESCURO ANELAR (ADF) E DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS DE ÁREA SELECIONADA (SADP) MOSTRANDO SPOTS DAS FASES FERRITA ($Fe-\alpha$) E CEMENTITA (Fe_3C); B) IMAGEM DE CAMPO CLARO (BF).
..... 107
- FIGURA 4.19 - A) IMAGEM DE STEM-ADF DA MICROESTRUTURA DO AÇO COM 0,03% Ni COM CARBONETOS DE LIGA DISPERSOS NA MATRIZ DE FERRITA BAINITICA. MAPEAMENTO DE EDS ("X-RAY MAP") MOSTRANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS SEGUINTE ELEMENTOS DE LIGA. B) FE-K; C) CR-K; D) AL-K; E) MO-K E F) V-K.
..... 108
- FIGURA 4.20 - IMAGEM DE STEM DA MATRIZ DO AÇO COM 1,40% Ni COMPOSTA DE FERRITA BAINÍTICA E CARBONETOS. A) IMAGEM DE CAMPO ESCURO ANELAR (ADF) E DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS DE ÁREA SELECIONADA (SADP) COM SPOTS INDEXADOS DAS FASES FERRITA ($Fe-\alpha$) E CEMENTITA (Fe_3C); B) IMAGEM DE CAMPO CLARO (BF).
..... 109
- FIGURA 4.21 - A) IMAGEM DE STEM-ADF DA MICROESTRUTURA DO AÇO COM 1,40% Ni COM CARBONETOS DE LIGA DISPERSOS NA MATRIZ DE FERRITA BAINITICA. MAPEAMENTO DE EDS ("X-RAY MAP") MOSTRANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS SEGUINTE ELEMENTOS DE LIGA. B) FE-K; C) CR-K; D) AL-K; E) MO-K E F) V-K.
..... 110
- FIGURA 4.22 - IMAGEM DE STEM-BF E HAADF DE RÉPLICA DOS CARBONETOS DO AÇO COM 0,03% Ni, RESPECTIVAMENTE ITENS A) E B). MAPEAMENTO DE STEM-EDS ("X-RAY MAP") MOSTRANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS ELEMENTOS DE LIGA: C) FE-K; D) CR-K; E) V-K E F) MO-K. 114
- FIGURA 4.23 - IMAGEM DE STEM-BF E HAADF DE RÉPLICA DOS CARBONETOS DO AÇO COM 1,40% Ni, RESPECTIVAMENTE ITENS A) E B). MAPEAMENTO DE STEM-EDS ("X-RAY MAP") MOSTRANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS ELEMENTOS DE LIGA: C) FE-K; D) CR-K; E) V-K E F) MO-K. 115
- FIGURA 4.24 – IMAGEM DE STEM-BF E HAADF DE RÉPLICA DOS CARBONETOS DO AÇO COM 1,40% Ni, RESPECTIVAMENTE ITENS A) E B). MAPEAMENTO DE STEM-EDS ("X-RAY MAP") MOSTRANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS ELEMENTOS DE LIGA: C) FE-K; D) CR-K; E) V-K E F) MO-K. 116

- FIGURA 4.25 - CURVA TRC DO AÇO DIN 1.8550 E IMAGENS DE MO DAS MICROESTRUTURAS APÓS RESFRIAMENTO NAS SEGUINTE TAXAS: A) 50°C/s; B) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; D) 0,05°C/s; E) 0,02°C/s; F) 0,01°C/s. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%..... 119
- FIGURA 4.26 - CURVA TRC DO AÇO COM 0,03% NI E IMAGENS DE MO DAS MICROESTRUTURAS APÓS RESFRIAMENTO NAS SEGUINTE TAXAS: A) 50°C/s; B) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; D) 0,05°C/s; E) 0,02°C/s; F) 0,01°C/s. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%..... 121
- FIGURA 4.27 - CURVA TRC DO AÇO COM 0,70% NI E IMAGENS DE MO DAS MICROESTRUTURAS APÓS RESFRIAMENTO NAS SEGUINTE TAXAS: A) 50°C/s; B) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; D) 0,05°C/s; E) 0,02°C/s; F) 0,01°C/s. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%..... 123
- FIGURA 4.28 - CURVA TRC DO AÇO COM 1,40% NI E IMAGENS DE MO DAS MICROESTRUTURAS APÓS RESFRIAMENTO NAS SEGUINTE TAXAS: A) 50°C/s; B) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; D) 0,05°C/s; E) 0,02°C/s; F) 0,01°C/s. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%..... 125
- FIGURA 4.29 - CURVA TRC DO AÇO COM 2,75% NI E IMAGENS DE MO DAS MICROESTRUTURAS APÓS RESFRIAMENTO NAS SEGUINTE TAXAS: A) 50°C/s; B) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; D) 0,05°C/s; E) 0,02°C/s; F) 0,01°C/s. MAGNIFICAÇÃO 500X, ATAQUE NITAL 4%..... 127
- FIGURA 4.30 - CURVAS DO ENSAIO DE DILATOMETRIA APONTANDO A TRANSFORMAÇÃO DE FASES DA AUSTENITA EM BAINITA SUPERIOR (B_{SUP}) E DE BAINITA INFERIOR (B_{INF}). [TAXAS DE RESFRIAMENTO DE 0,05°C/s: A) 0,70% Ni E B) 1,40% Ni]; [TAXA DE RESFRIAMENTO DE 0,02°C/s: c) 1,40%Ni E D) 2,75% Ni]; [TAXA DE RESFRIAMENTO DE 0,01°C/s: E) 1,40%Ni E F) 2,75%Ni]. 131
- FIGURA 4.31 - PERFIL DE DUREZA NA SECÇÃO TRANSVERSAL DO AÇO DIN 1.8550. BARRA INDUSTRIAL COM 330 MM EM DIÂMETRO. 133
- FIGURA 4.32 - PERFIL DE DUREZA NA SECÇÃO TRANSVERSAL NOVO AÇO V8550M®, COM ADIÇÃO DE 1,40% Ni. BARRA INDUSTRIAL COM 330 MM EM DIÂMETRO. 134
- FIGURA 4.33 - MICROESTRUTURA DAS BARRAS INDUSTRIAIS COM DIÂMETRO DE 330 MM. À ESQUERDA AÇO DIN 1.8550: A) SUPERFÍCIE, C) MEIO RAIO, E) NÚCLEO. À

<u>DIREITA AÇO V8550M[®]</u> COM ADIÇÃO DE 1,40%Ni: B) SUPERFÍCIE; D) MEIO RAIO; F) NÚCLEO. AUMENTO DE 500X. ATAQUE NITAL 4%.	135
FIGURA 4.34 - CANHÃO DUPLA-ROSCA PRODUZIDO COM AÇO V8550M [®] . FOTO CORTESIA EMPRESA LGMT DE PIRACICABA-SP.....	136
FIGURA 4.35 - ROSCA DE EXTRUSORA DE PRODUZIDO COM AÇO V8550M [®] . FOTO CORTESIA EMPRESA UNIVERSALOY DE SÃO BERNARADO DO CAMPO – SP.....	137

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

B = Bainita

B_{inf} = Bainita Inferior

B_{sup} = Bainita Superior

BF = *Bright Field* (Imagem de microscopia de transmissão em campo claro)

BSE = Sinal de elétrons retro espalhados utilizado em microscopia eletrônica de varredura

DIN = *Deutsches Institut für Normung*, utilizado para designar aços de norma Alemã.

DF = *Dark Field* (Imagem de microscopia de transmissão em campo escuro)

EBSD = *Electron Back Scatter Diffraction*

EDS = *Energy Dispersive Spectroscopy*

F = Ferrita

FEG = *Field Emission Gun* (Canhão de elétrons por emissão de campo empregado em microscopia eletrônica)

M = Martensita

MET = Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura

MO = Microscopia Óptica

P = Perlita

TRC = Curva de Transformação em Resfriamento Contínuo

α = Ferrita (Fe- α)

γ = Austenita (Fe- γ)

δ = Ferrita delta (Fe- δ)

1 INTRODUÇÃO

Roscas e cilindros são os componentes mecânicos responsáveis pela plastificação do polímero em máquinas extrusoras, injetoras e sopradoras. Tais componentes estão sendo cada vez mais demandados pela indústria, uma vez que o consumo de materiais poliméricos cresce exponencialmente desde a década de 1980 [1-6].

A manufatura de roscas e cilindros se diferencia significativamente dos tradicionais componentes mecânicos da indústria, tais como, hastes, pistões, eixos e engrenagens. Isso ocorre porque suas dimensões em geral, superam de 1 a 2 ordens de grandezas os tamanhos dos exemplos citados [7,8]. Diâmetros de barras de aço utilizadas em roscas e cilindros variam entre 20 a 500 mm, com comprimentos que podem alcançar de 8 a 12 metros [7-12]. Processos de usinagem são amplamente utilizados, uma vez que as geometrias das roscas e cilindros são complexas, e demandam remoção desigual de material ao longo do raio das barras [7-12].

As tolerâncias dimensionais também são muito rigorosas, da ordem de 0,05 mm ao longo do diâmetro externo da rosca, e interno do furo do cilindro. Por essa razão, instabilidades dimensionais e distorções nas peças, não são aceitas, uma vez que os dois componentes serão montados um dentro do outro, e precisam girar livremente [7,8].

Para fabricação das roscas e cilindros, são utilizados aços temperados e revenidos, pois possuem resistência a tração e tenacidade adequadas as solicitações das máquinas extrusoras e injetoras (item 2.2 detalha o tema). O aço de norma alemã DIN 1.8550 é o produto mais bem aceito para essa aplicação. Ele pertence à classe de aços para nitretação e possui temperabilidade intermediária, sendo necessário a realização de sua têmpera com utilização de meios severos de resfriamento como água ou óleo [1, 9-11].

O tratamento térmico de têmpera e revenimento gera distorções e desvios dimensionais em barras e peças de aço, uma vez que, há a acomodação das

tensões de origens térmicas e de transformação de fases [13, 14]. As tensões geradas são intrínsecas aos gradientes térmicos e a expansão volumétrica, relacionadas respectivamente, ao resfriamento rápido e a transformação martensítica do aço [14-23].

Quanto mais severos os meios de resfriamentos utilizados na têmpera, e quanto mais heterogêneas forem as microestruturas formadas no resfriamento do aço, maiores serão os gradientes de tensão, e, conseqüentemente, maior potencial de risco de distorções no material [13,14] (o capítulo 2.3 apresenta literatura sobre o tema).

Após o revenimento do aço DIN 1.8550 para ajuste de sua dureza na especificação do produto, que é 26-31 HRC [11-12], o nível de tensões residuais é reduzido significativamente. Contudo, as barras de aço estarão distorcidas, sendo necessário seu endireitamento.

O endireitamento das barras ocorre por deformação plástica a frio, e por essa razão, novas tensões são introduzidas as longas barras do aço DIN 1.8550.

A problemática consiste que as tolerâncias dimensionais de roscas e cilindros admitem baixíssimas distorções e desvios dimensionais. E aços tensionados por tratamentos térmicos e/ou deformações plásticas, são as únicas opções economicamente viáveis na indústria para sua manufatura.

Por essa razão, o **objetivo principal do trabalho** foi realizar o desenvolvimento tecnológico de um novo aço para roscas e cilindros de plastificação, o qual deve apresentar elevada estabilidade dimensional, uma vez que ele será endurecido por têmpera, com resfriamento lento ao ar calmo.

O novo aço apresenta altíssima temperabilidade, de tal forma que, após as etapas de conformação a quente das barras por forjamento ou laminação, seu simples resfriamento ao ar calmo nos leitos industriais, é capaz de formar um produto com microestrutura totalmente bainítica e homogênea.

É conhecido na literatura que o elemento Ni aumenta a resistência mecânica dos aços baixa liga, e de aços de alta resistência a baixa liga sem detrimento a ductilidade e tenacidade [13, 24-26].

No entanto, nas publicações existentes na literatura, os autores não se aprofundam na análise do efeito do Ni na microestrutura bainítica de aços de baixo teor de carbono [27-29].

Dessa maneira, motivou-se a combinar o desenvolvimento do aço para roscas e cilindros, com a avaliação de possíveis mudanças na morfologia da bainita ocasionadas pelo elemento Ni.

Quatro ligas experimentais de aços com baixo teor de carbono, e alta temperabilidade foram produzidas. Os teores de Ni foram de 0,03%, 0,70%, 1,40% e 2,75%, viabilizando a caracterização detalhada do efeito do elemento Ni nas possíveis mudanças de morfologia da microestrutura bainítica.

Os aços foram produzidos em escala piloto em um forno de 55 kg, e os lingotes forjados a quente em barras, seguido de resfriamento ao ar calmo.

Análises de microscopia óptica, eletrônica de varredura e transmissão foram realizadas para caracterizar a morfologia da microestrutura bainítica, e correlacioná-las com as propriedades mecânicas dos aços.

Por meio do ensaio de dilatométrica, foram construídas as curvas TRC dos aços estudados (item 4.5 dos resultados e discussões). Foi possível comparar o efeito do Ni na temperabilidade de cada aço, e por dilatação volumétrica das amostras, mapear as transições na microestrutura de bainita superior para bainita inferior.

O aço com 1,40% de Ni foi produzido industrialmente, visto que apresentou os melhores resultados microestruturais, e de propriedades mecânicas na fase laboratorial. Essa produção industrial validou o conceito de têmpera em linha com resfriamento ao ar, pois testou barras com diâmetros próximos aos limites mínimos e máximos da aplicação. As barras produzidas tinham diâmetros entre 50 e 375 mm.

Por fim, uma rosca e um cilindro de plastificação foram produzidos por ferramentarias especializadas, em escala real e industrial. Os resultados coletados foram positivos, mas sem comprovação estatística devido à baixa amostragem. Esse teste também colabora para o enriquecimento da tese, uma vez que foi possível apresentar ao leitor, resultados de diversas fases do desenvolvimento de produto.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Rosca e cilindro de plastificação de polímeros

Roscas e cilindros são os principais componentes de máquinas extrusoras, injetoras e sopradoras e polímeros. Eles operam conjuntamente para aquecer, homogeneizar, fundir/plastificar e transportar o polímero até o molde ou matriz, que dará formato aos produtos desejados.

A ilustração da Figura 2.1 apresenta uma visão geral do processo de extrusão de polímeros e também detalha a nomenclatura das principais partes de uma rosca.

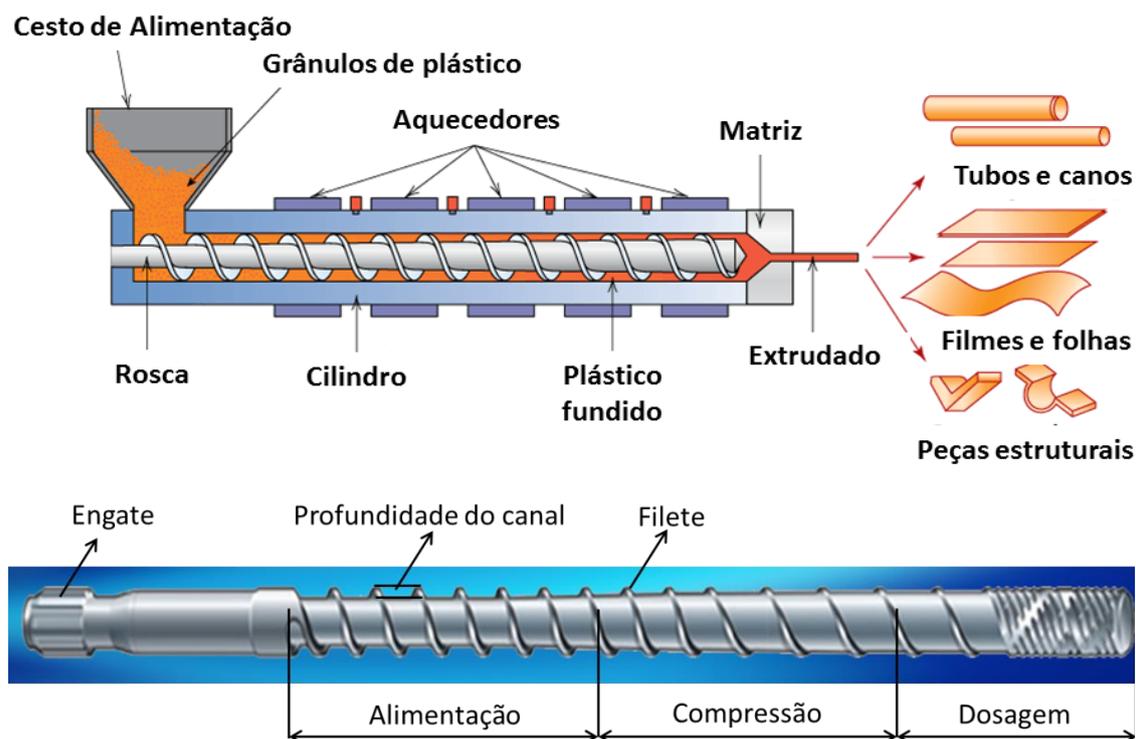


Figura 2.1 - Visão geral do processo de extrusão de polímeros e as principais divisões das geometrias de uma rosca. Adaptada de [30,31].

Em geral as roscas podem ser subdivididas em três partes, conforme observado na Figura 2.1:

✓ Zona de alimentação: Primeira região de contato do polímero e demais cargas a serem processadas. A rosca apresenta geometria com canais profundos entre os filetes, onde se inicia o aquecimento e transporte do plástico [30-31].

✓ Zona de compressão: Região responsável pela fusão/plastificação do polímero e eliminação de gases. Há redução gradual na profundidade dos canais (altura dos filetes) da rosca. Caracteriza-se por uma região de elevada pressão, cisalhamento e temperatura [30-31].

✓ Zona de dosagem ou de controle de vazão: O objetivo nessa zona é de homogeneizar o polímero no estado viscoso, fundir eventuais partículas e entregá-lo a matriz ou molde em um fluxo uniforme. A profundidade dos canais é ainda mais estreita, sendo comum haver geometrias complexas para maximizar a homogeneização dependendo do polímero a ser processado [30-31].

Algumas das configurações do conjunto rosca & cilindro existentes no mercado são: cilindros mono-roscas, cilindros dupla roscas co-rotantes ou contra-rotantes, cilindros com roscas paralelas ou roscas cônicas. A Figura 2.2 apresenta alguns exemplos dessas configurações.

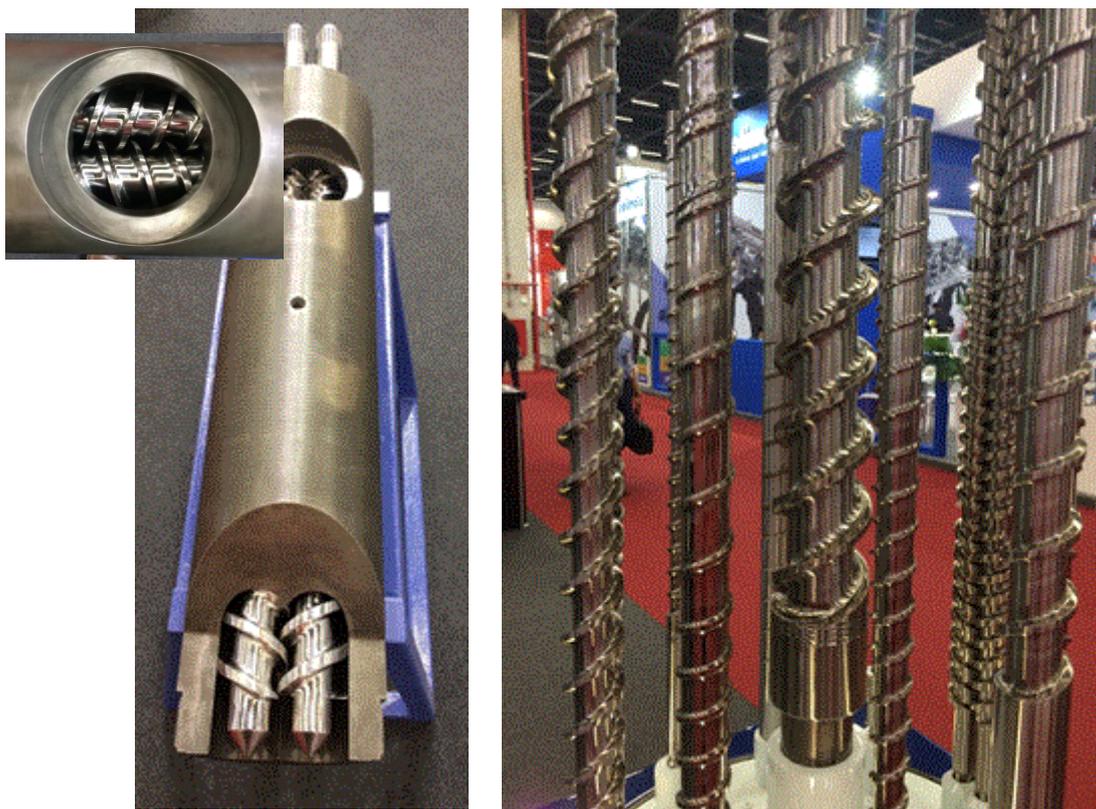


Figura 2.2 - Fotos ilustrativas de conjuntos de plastificação. A esquerda um canhão dupla rosca e a direita diversas geometrias de roscas [32].

Diversas nomenclaturas são atribuídas ao conjunto de plastificação compostos pela rosca e cilindro na indústria. Por essa razão, o autor do trabalho decidiu listar na Tabela 2.1, os principais nomes encontrados em buscas realizadas e em diálogos com fabricantes especializados na manufatura desses componentes. Por se tratar de um vocabulário técnico, também são apresentados na Tabela 2.1 os principais termos em idiomas de países com elevada expertise na manufatura desses componentes, caso de o leitor decida aprofundar-se no tema.

Tabela 2.1 - Principais termos utilizados na literatura e indústria, que se referem aos conjuntos de plastificação.

Português	Inglês	Espanhol	Italiano	Alemão
Rosca				
Fuso	Screw (s)	Tornillo (s)		
Rosca sem fim	Spindle (s)	Husillo (s)	Vite (i)	die Schnecke (n)
Parafuso				
Cilindro		Barril (es)		
Canhão	Barrel (s)	Cilindro (s)	Cilindro (i)	der Zylinder (-)
Barril		Camisa (s)		
Camisa				

As roscas e cilindros de plastificação são de fundamental importância para a indústria moderna, uma vez que a grande maioria dos produtos plásticos, necessariamente, passam por esses componentes no processamento por extrusão, injeção ou sopro. As principais aplicações incluem os setores de embalagens, de construção civil e automotivo [33-38].

A demanda por plásticos nesses segmentos evoluiu exponencialmente nos últimos 30 anos [3, 5, 6]. Como exemplo, podemos citar a Figura 2.3-a, que apresenta a sequência histórica do uso de polímeros em para-choques de veículos da BMW. Na década 70, os para-choques eram estreitos e fabricados em aço, e com a transição dos anos, evoluíram em tamanho passando a ser injetados em materiais plásticos. Hoje, além do papel estrutural, constituem peças chave no design lateral e frontal dos automóveis. Por consequência, a demanda por máquinas injetoras de maiores potências acompanhou tal necessidade, assim como por máquinas extrusoras, para produção massiva de filmes e embalagens plásticas (Figura 2.3-b).

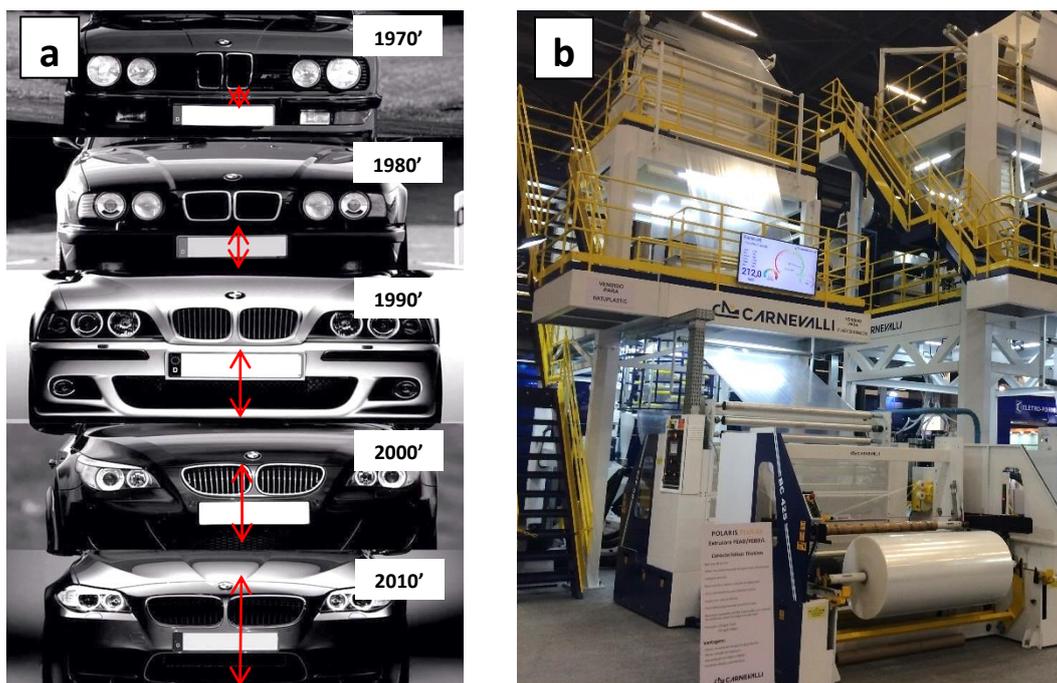


Figura 2.3- a) Sequência histórica representando a evolução de polímeros injetados no para-choques de veículos: as peças se tornaram maiores e demandam máquinas injetoras de elevadas potências. b) Foto ilustrativa de uma máquina extrusora de filmes plásticos [32].

Entretanto, os aços empregados na manufatura de roscas e cilindros não acompanharam essa evolução, e não foram desenvolvidos especificamente para essa finalidade. Por essa razão, os principais problemas enfrentados pelas ferramentarias especializadas na fabricação desses componentes são: distorções e empenamentos das roscas e cilindros, e desvios na furação profunda nos cilindros nas etapas de manufatura. Tais problemas, muitas vezes, estão associados a tensões residuais na matéria prima oriundas dos processos de tratamentos térmicos e/ou deformações plásticas a frio no endireitamento das barras. O tema tensões residuais será aprofundado em um capítulo dedicado no item 2.3 da Revisão Bibliográfica.

2.1.1 Particularidades das roscas e cilindros em relação a componentes de engenharia padrão

Roscas e cilindros para máquinas extrusoras e injetoras são componentes de grandes dimensões, que superam em até 2 ordens de grandeza, os tradicionais componentes de engenharia como pinos, anéis, engrenagens, discos e eixos [7,8].

As principais demandas de mercado por aços para essa aplicação são em barras redondas forjadas ou laminadas, com diâmetros típicos variando entre 20 e 500 mm, e comprimentos muito longos, sendo comum demandas entre 8 e 12 metros de extensão para fabricação de componentes em peça única [7-12].

As geometrias das roscas e cilindros são complexas, como pode ser observado nas Figuras 2.2 e 2.4. As tolerâncias dimensionais são muito rigorosas, da ordem de 0,05mm no diâmetro da rosca ou no furo do cilindro ao longo de todo o comprimento da peça [7, 8]. Por essa razão essa é uma aplicação que não tolera instabilidades dimensionais e distorções.

Os processos de usinagem são altamente empregados na manufatura de roscas e cilindros de plastificação, e correspondem a componente de maior representatividade no custo total de fabricação: aproximadamente 70%, vide Figura 2.5. Pode-se dizer que em praticamente todos os métodos de usinagem tradicionais são empregados, tais como: torneamento, fresamento, furação convencional e furação profunda, trepanação, retífica e brunimento.

Em geral as ferramentarias especializadas na usinagem de roscas e cilindros de plastificação demandam como matéria prima o aço DIN 1.8550 (Capítulo dedicado no item 2.2), o qual deve ser fornecido pelas siderúrgicas ou distribuidores de aço na condição temperado e revenido na dureza 258-286 HB (26-31 HRC) [9-11].

Caso as barras de aço estejam com elevado nível de tensões residuais, oriundas dos processos de tratamento térmico (Capítulo dedicado no item 2.3),

ou de deformação plástica a frio decorrentes dos processos de endireitamento, distorções dos componentes, e desvios na furação profunda poderão acontecer durante os processos de usinagem, à medida que ocorre o alívio das tensões [14-17].

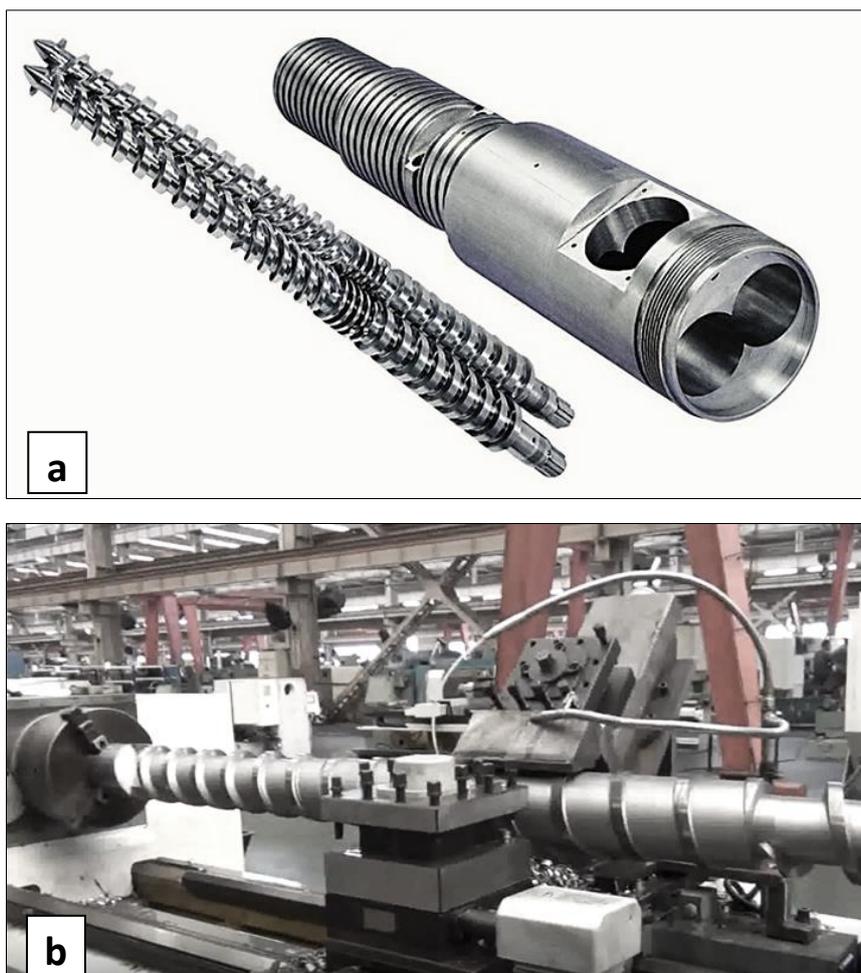


Figura 2.4 - Representação da necessidade dos processos de usinagem na manufatura de roscas e cilindros. Note a complexa usinagem existente com furos descentralizados a $\frac{1}{4}$ do raio da barra no cilindro, e usinagem com remoção desigual de material nas roscas devido as profundidades dos canais. a) Componentes acabados. b) Torneamento de desbaste. Adaptado de [12, 39].

A ocorrência de distorções e desvios de furação dos componentes, resultam no aumento das horas de usinagem das ferramentarias, e é necessário retrabalhos para o desempenho dos componentes. Como, consequência, há redução da produtividade das ferramentarias. Em casos extremos, pode ocorrer até mesmo a perda da peça semi-acabada, se não houver sobremetal suficiente para o retrabalho.

O problema descrito acima ocorre frequentemente, uma vez que aços tensionados por tratamentos térmicos e/ou deformações plásticas, são as únicas opções economicamente viáveis na indústria, para manufatura de roscas e cilindro. Esse é exatamente o caso do aço DIN 1.8550, que é endurecido por têmpera em água ou óleo, revenido para ajuste de dureza, e endireitado por deformação plástica a frio [1, 9-11,14].

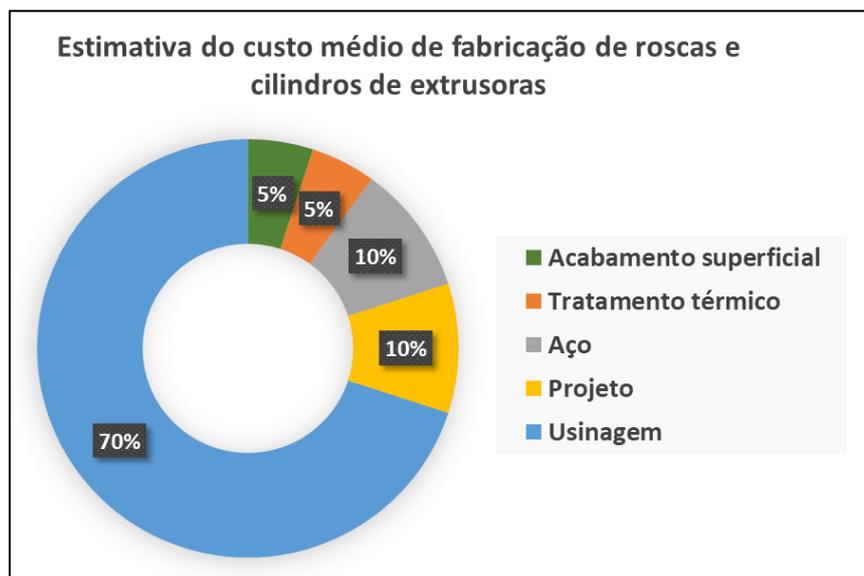


Figura 2.5 - Composição de custos de fabricação de roscas e cilindros de máquinas extrusoras de plásticos. Dados baseados no segmento de manufatura industrial e imagem adaptada de [1, 37,38].

2.2 Aços utilizados na manufatura de roscas e cilindros

Na manufatura de roscas e cilindros, normalmente, são utilizados aços com limite de escoamento da ordem de 700 MPa (frequentemente especificados na indústria por sua dureza entre 26 e 31 HRC). Tais propriedades mecânicas são necessárias para que os componentes suportem as solicitações em operação de: esforços trativos e compressivos, torções, vibrações, atrito com o polímero e cargas abrasivas, resistência ao amolecimento por exposição as temperaturas de trabalho, entre outras. Em geral, emprega-se aços de construção mecânica, aços para nitretação e até mesmo aços ferramenta, pois são materiais que tipicamente atendem os requisitos descritos acima. A Tabela 2.2 apresenta a composição química dos principais aços utilizados na manufatura de roscas e cilindros de plastificação, sendo a liga tradicionalmente mais utilizada a de norma alemã DIN 1.8550.

Tabela 2.2- Composição química dos principais aços utilizados na manufatura de roscas e cilindros de plastificação [40-45]. Valores em porcentagem em massa e balanço em Fe.

Aços	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Al	Classificação
SAE 4140	0,40	0,30	0,90	0,95	0,20	-	-	-	Aço de Construção Mecânica
DIN 1.8519	0,30	0,30	0,55	2,50	0,20	-	0,15	-	
DIN 1.8550	0,34	0,30	0,55	1,65	0,20	1,00	-	1,00	Aços para Nitretação
DIN 1.8509	0,42	0,30	0,55	1,65	0,30	-	-	1,00	
AISI H13	0,38	1,00	0,35	5,10	1,20	-	0,90	-	Aço Ferramenta série H
AISI D2	1,50	0,40	0,35	12,00	0,90	-	0,80	-	Aço Ferramenta série D

É aspecto comum a todos os aços apresentados na Tabela 2.2 o fato de serem endurecidos por têmpera e revenimento com transformação martensítica, e por possuírem ao menos um elemento em sua composição química, com elevada afinidade ao nitrogênio. Por essa razão, existe a preferência pela

seleção de aços que possuem teores consideráveis de Cr ou Al, favorecendo a formação de nitretos durante o tratamento superficial de nitretação [14-19].

Na conformação de polímeros é muito comum a utilização de cargas para atribuir alguma propriedade ao plástico processado, tais partículas adicionadas ao polímero em geral são abrasivas, exigindo que o conjunto de plastificação apresente elevada dureza superficial, visando maximizar a sua resistência ao desgaste abrasivo. Está é a vantagem do aço DIN 1.8550, que possui como diferencial a presença de 1,0% de Al em sua composição química, o qual é reconhecido ser um excelente formador de nitretos [43-46].

2.2.1 Aços para nitretação e o DIN 1.8550

Aços para nitretação, conhecidos como *nitriding steels*, é uma classificação internacional de aços que tiveram seu desenvolvimento iniciado em meados da década de 1920 na Alemanha, por engenheiros e pesquisadores da empresa *Krupp Steel* [46, 47]. Nesse período eles denominaram tais aços pela marca *Nitralloy* [46, 47], e tal denominação é encontrada até os dias atuais dada a relevância mundial que alcançou.

Apesar de terem sido desenvolvidos no início do século XX, tais aços começaram a ser produzidos em larga escala apenas a partir da década de 1970 [46].

No início, as aplicações dos aços para nitretação se limitavam, por viabilidade econômica, a componentes automotivos e aeronáuticos como anéis, pinos e eixos [46-47]. Seus comprimentos e diâmetros são relativamente pequenos, atingindo limites máximos de dia. 20 x 200 mm [12, 47]. A composição básica desses aços é composta por C, Cr, Mo e Al, conforme os aços DIN 1.8509 e DIN 1.8519 apresentados na Tabela 3.2 [10, 11].

Com o passar dos anos e a necessidade da indústria em fabricar componentes com maiores espessuras e comprimentos, tais como, engrenagens, barras ocas, êmbolos e eixos de pistão [10, 11], foi desenvolvido o aço DIN 1.8550. Além dos elementos mencionados anteriormente, ele ainda possui adição de Ni para aumentar sua profundidade de têmpera, vide Tabela 2.2.

Nesse caso, a mesma estratégia de *alloy design* conhecida na indústria e literatura para os aços de construção mecânica AISI 4140 (sem adição de Ni) e AISI 4340 (com adição de Ni), para aumentar a profundidade de têmpera [48, 49], foi aplicada no aço DIN 1.8550.

A tabela 2.3 apresenta as principais propriedades mecânicas do aço DIN 1.8550 [1, 10, 11] após tratamento térmico de têmpera e revenimento.

Tabela 2.3 - Propriedades mecânicas do aço DIN1.8550 [1, 10, 11]

Aço DIN 1.8550 - Barra redonda: 40<d<100 mm	
LE _{0,2} (MPa)	min. 650
LR (MPa)	850 - 1050
A (%)	12
Energia Impacto (J)	min. 30
Dureza de fornecimento HRC / HB	26-31 HRC 258 - 286 HB
Dureza superficial após nitretação (HV1kgf)	950 - 1000

As Figuras 2.6 e 2.7 apresentam respectivamente a curva de revenimento e a curva de transformação em resfriamento contínuo (TRC) do DIN 1.8550. Verifica-se pela literatura que o aço 1.8550 não apresenta pico de endurecimento secundário no revenimento, o que é esperado uma vez que possui baixos teores de Mo e V em sua composição química.

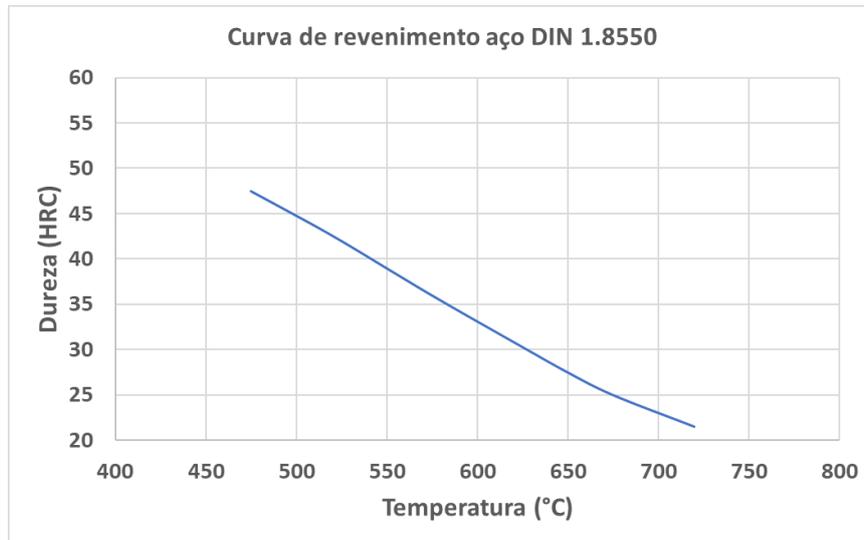


Figura 2.6 - Curva de revenimento do aço DIN 1.8550. Austenitização a 900°C e têmpera em óleo. Figura adaptada de [1].

Analisando a Figura 2.7, constata-se que a temperabilidade do aço DIN 1.8550, apesar da adição de Ni, ainda é moderada [11]. Há a formação de microconstituintes pró-eutetóides como ferrita e perlita após taxas de resfriamento moderadas a lentas, partindo da temperatura de austenitização.

A temperabilidade limitada do 1.8550 implica o uso de meios de resfriamento com elevada severidade de têmpera em seu beneficiamento. Dependendo do diâmetro da barra processada, é necessário a realização de têmpera em água ou óleo, uma vez que existe o risco de não garantir as propriedades mecânicas do produto, caso haja formação de ferrita ou perlita.

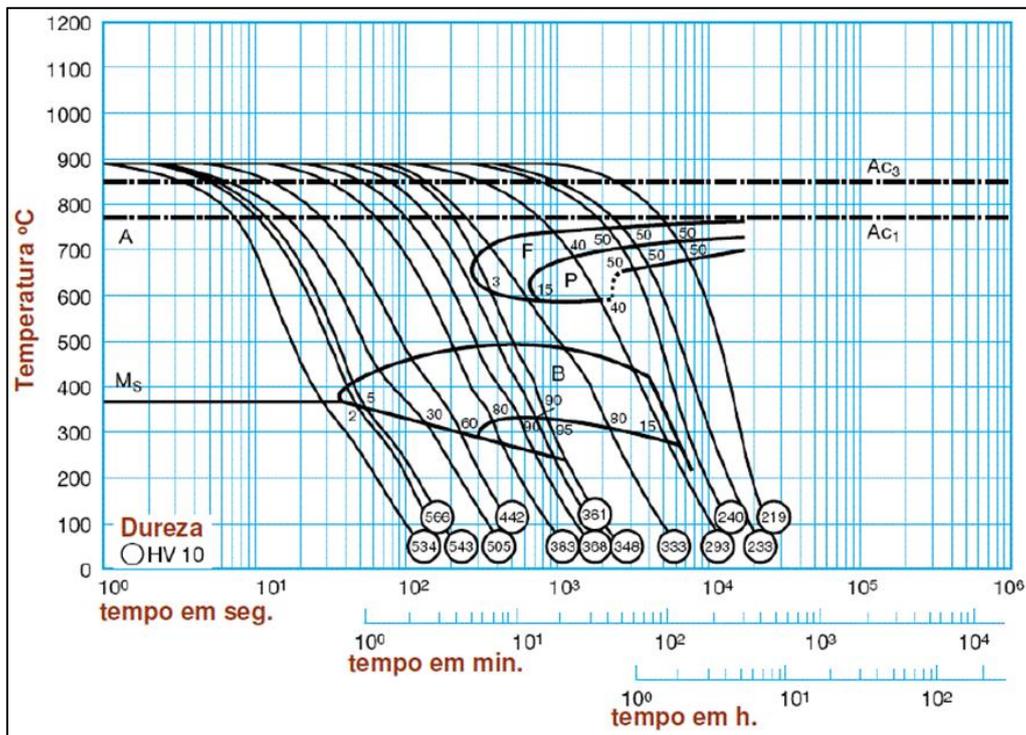


Figura 2.7- Curva Transformação em Resfriamento Contínuo do aço DIN 1.8550 [11].

Como encerramento desse capítulo de aços para roscas e cilindros, é importante enfatizar que nenhum dos materiais descritos nos itens 2.2 e 2.2.1 foram desenvolvidos, especificamente para esse fim. Portanto, não foi levado em consideração a relevância de materiais com elevada estabilidade dimensional, na manufatura de componentes com geometrias complexas, tolerâncias rigorosas, longos comprimentos e usinagem com remoção de material desigual e fora de centro.

Os aços descritos nesse capítulo apenas atendem o objetivo final do usuário das máquinas injetoras e extrusoras, mas na realidade, foram desenvolvidos para aplicações estruturais e de engenharia (aços de construção mecânica); para pistões, eixos e engrenagens (aços para nitretação) e para matrizes de corte e conformação a quente ou a frio de outros materiais (aços ferramenta) [26, 37, 50-53].

Se forem consideradas as operações realizadas pelas ferramentarias na manufatura de roscas e cilindros, minimizado os problemas de distorções e empenamentos dos componentes, por meio do desenvolvimento de um novo aço com maior estabilidade dimensional; toda a cadeia produtiva se tornaria mais competitiva.

2.3 Tensão residual e distorções em barras tratadas termicamente

Aços tratados termicamente, em especial aqueles endurecidos por transformação de fases martensítica, estão condicionados a experimentar a evolução de tensões internas em seus ciclos térmicos.

A tensão residual, por definição, é aquela existente em uma peça sem qualquer aplicação de carga externa sobre ela [13,14]; ou, o auto-equilíbrio das tensões remanescentes em um corpo sem a aplicação de uma carga externa [14]. O tema já foi amplamente publicado na literatura [14-22] e geralmente está correlacionado a problemas de distorções e empenamentos das peças tratadas termicamente [14, 15]. A magnitude de tais problemas dimensionais em barras e peças tratadas são proporcionais aos níveis das tensões residuais remanescentes no produto.

Há diversas fontes geradoras de tensões internas em um produto, e elas podem ocorrer durante todo processamento do aço ou na manufatura dos componentes. Elas são oriundas, por exemplo, da solidificação do lingote, da conformação a quente por laminação ou forjamento, dos tratamentos térmicos, dos processos de trabalho a frio de endireitamento, da usinagem do componente e da aplicação de soldagem (estando longe de esgotar as possibilidades).

A resultante de todas as tensões internas presentes em um material é de caráter elástico, contudo mudanças no dimensional de peças ocorrem quando tensões são introduzidas ou eliminadas para manutenção do estado de equilíbrio

do componente. Remoção de material por usinagem, corte de uma parte do componente, e ciclos térmicos que proporcionam eliminação de discordâncias, são exemplos de procedimentos que podem interferir na estabilidade dimensional de uma barra ou componente [13,14].

Em casos mais extremos de elevadas tensões residuais em um componente, associados a existência de concentradores de tensão e/ou propriedades heterogêneas do material, é possível que essas tensões superem os limites elásticos e plásticos localmente do produto, ocasionando distorções severas, trincas internas e/ou superficiais e até mesmo trincas catastróficas em um produto [22].

Nos próximos itens desse capítulo, serão comentados com mais detalhes: as tensões residuais de origem térmica causadas por gradientes térmicos no material; as tensões devido a transformação de fases no estado sólido ocasionadas por expansão volumétrica; e, as alternativas para minimizar a magnitude das tensões residuais, e assim controlar a instabilidade dimensional em barras para roscas e cilindros de máquinas extrusoras e injetoras de plásticos, que é o tema desenvolvido na tese.

2.3.1 Tensões residuais de origem térmica

O princípio básico de geração de tensões térmicas no resfriamento rápido de uma peça é apresentado na Figura 2.8, e está relacionada a gradientes de contração térmica [13,14]. A têmpera de uma barra de aço, a partir de sua temperatura de austenitização, provoca a queda de temperatura da superfície do material mais rapidamente que a temperatura do núcleo. Após o resfriamento até o tempo “t”, indicado na imagem superior da Figura 2.8, a diferença de temperatura entre a superfície e o núcleo é máxima. Isso significa que, neste momento, o volume específico do núcleo da barra é maior que o da superfície. Portanto, atinge-se o ponto de maior tensão residual na operação de

resfriamento, que é a combinação das tensões compressivas no núcleo e de tração na superfície, vide imagem inferior da Figura 2.8. As tensões internas são aquelas em que uma região da barra impõe sobre a outra, ou seja, a tensão de tração imposta na superfície devido ao seu impedimento de contrair pelo maior volume específico do núcleo, e a tensão de compressão imposta no núcleo que por sua vez é comprimido pela necessidade de contração térmica da superfície.

Seguindo com o resfriamento da barra até o tempo " t_1 ", ocorre a inversão das tensões em cada região. Com o início da contração do núcleo, há a aplicação de um estado compressivo de tensões sobre a superfície. Por outro lado, a superfície que já está a uma temperatura mais fria, impede a contração do núcleo impondo sobre ele um estado trativo de tensões.

O estado global das tensões internas da barra é representado pela curva resultante da Figura 2.8. Contudo localmente, vide imagem à direita da Figura 2.8, o estado de tensões exclusivamente térmicas da barra resfriada é localmente de tração no núcleo, e de compressão na superfície.

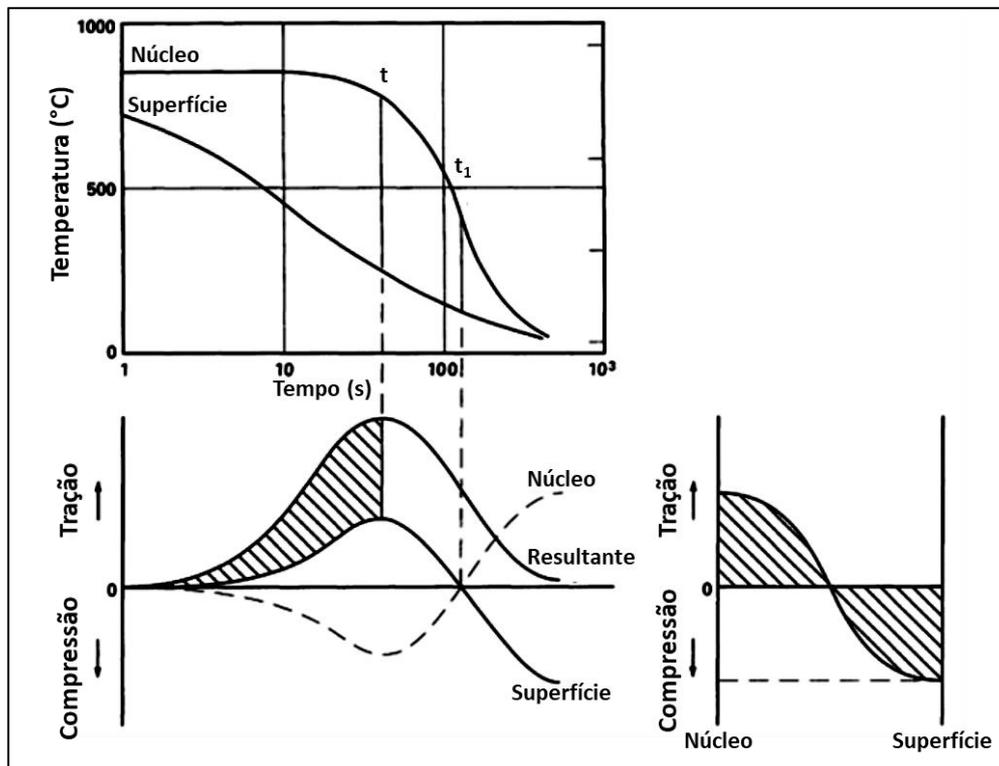


Figura 2.8 - Modelo representativo de tensões residuais exclusivamente térmicas em uma barra têmperada com resfriamento rápido a partir de sua temperatura de austenitização. A transformação de fases não é levada em consideração nesse modelo hipotético. Figura adaptada de [13,14].

As tensões térmicas são intensificadas conforme há o aumento da dimensão de uma peça, e também quando se utiliza meios de resfriamento com elevadas severidades de têmpera, água e óleo por exemplo. Tais critérios intensificam a os gradientes/amplitudes de temperatura entre o núcleo e a superfície.

2.3.2 Tensões residuais por transformação de fases

Associadas as tensões térmicas, também ocorre nos aços, as tensões oriundas da expansão volumétrica da transformação de fases. Para exemplificar a situação, um modelo hipotético é demonstrado na Figura 2.9. Nesse caso considera-se a transformação total da austenita em martensita [14].

Com o resfriamento rápido do aço a partir do instante “ t_1 ”, a temperatura da superfície cruza a temperatura M_s (início da transformação martensítica) e se inicia a transformação de fases com expansão volumétrica da superfície. Nesse ponto, a componente de expansão do material por transformação de fases ultrapassa a da contração térmica, e como resultante a superfície do material dilata. Assim, o estado de tensões na superfície imposta pelo núcleo austenítico é compressiva, pois o núcleo tenta impedir a expansão da superfície. Seguindo com o resfriamento até o instante “ t_2 ”, a transformação da martensita inicia-se no núcleo da barra que tenta se expandir, e ocorre assim uma nova inversão no estado de tensões, pois a superfície já dura e transformada aplica uma tensão compressiva no núcleo impedindo sua dilatação. Após completo resfriamento, o estado de tensões é de tração na superfície da barra e de compressão no núcleo, vide gráfico inferior da Figura 2.9.

Em geral, nos tratamentos térmicos de têmpera dos aços, as expansões volumétricas por transformação de fases, conforme descrição acima, geram tensões internas elevadas o suficiente para provocar deformações plásticas localizadas nas barras. Tais deformações são percebidas como empenamentos e distorções nos produtos resfriados [13,14, 54-55].

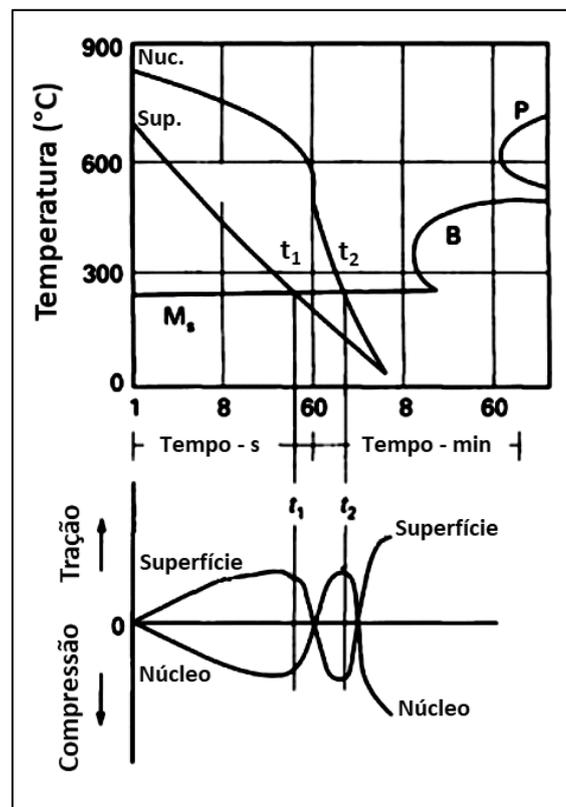


Figura 2.9 - Formação de tensão residual no resfriamento considerando as contrações de origem térmicas e a expansão volumétrica devido a transformação martensítica. Figura adaptada de [13,14].

É importante enfatizar que barras de grandes diâmetros e altas taxas de resfriamento contribuem com elevados gradientes de temperatura entre a superfície e núcleo, e a principal componente das tensões residuais é a térmica. Em contraste, em barras de diâmetros pequenos, a expansão volumétrica da martensita é predominante em relação a contração térmica, e por essa razão, a principal componente das tensões residuais é a de transformação de fases [13,14].

2.3.3 Alternativas para minimizar a amplitude das tensões residuais

Os modelos descritos nos itens 2.3.1 e 2.3.2 são hipotéticos e bem simplificados. No dia-a-dia o tratamento térmico industrial se depara com barras de distintos diâmetros, algumas possibilidades de meios de resfriamento como água, óleo, polímeros diluídos e ao ar; além de aços que apresentam temperabilidade das mais variadas. Por essa razão, o perfil de tensão residual após tratamento térmico de um material será exclusivo para cada condição intrínseca do produto associado aos parâmetros de processo. Vide na Figura 2.10 alguns exemplos de perfis de tensão residual: quando se varia o meio de resfriamento e é mantido constante o diâmetro da barra (condição 1), e quando se utiliza um único meio de resfriamento, porém o diâmetro da barra é variável (condição 2).

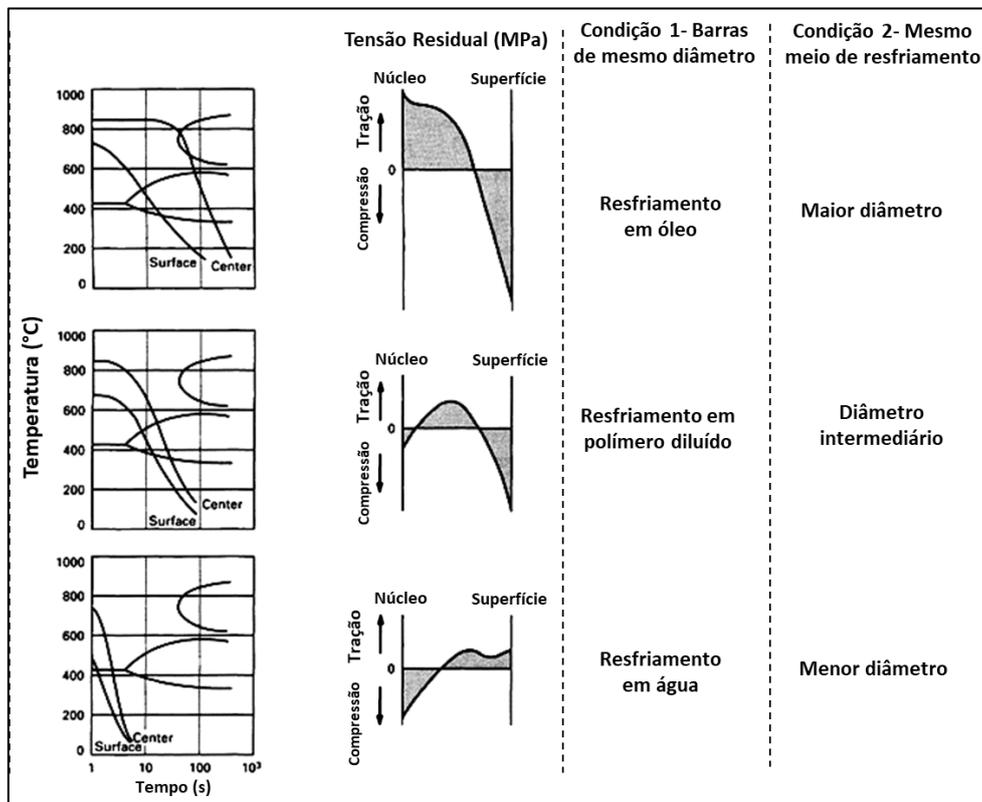


Figura 2.10 - Diagrama de resfriamento contínuo hipotético de barras com distintos diâmetros e meios de resfriamento e seus respectivos padrões de tensão residual gerados ao longo do raio da barra. Figura adaptada de [14].

Como apresentado na Figura 2.10, em geral, cada perfil de tensão residual proporcionará provavelmente um nível específico de distorções no produto tratado termicamente. Porém, como uma regra geral, o uso de meios mais severos de extração de calor como água, ao invés de ar calmo, por exemplo, contribui com a geração de maiores tensões residuais, intensificando as distorções da peça [13, 14, 22].

Recomenda-se, portanto, o uso de fluidos com severidade de têmpera mais brandos sempre que possível, para minimizar os gradientes de temperatura entre a superfície e o núcleo das barras. A Figura 2.11 apresenta as taxas de resfriamento em meios distintos de têmpera. Note que o resfriamento do núcleo e superfície de barras resfriadas ao ar apresentam o menor gradiente térmico [1].

Também é recomendado aços de maior temperabilidade pois apresentam microestrutura mais homogênea ao longo da secção transversal da barra. O nível de tensões residuais será minimizado caso não haja expansões volumétricas dissimilares, ou seja, deve-se evitar sempre que possível aços multifásicos [14].

Uma vez entendido que uma menor incidência de distorções em peças pode ser obtida com taxas de resfriamento mais brandas durante a têmpera, a temperabilidade do aço pode ser ajustada para tal objetivo. Desta forma, o efeito dos elementos de liga na temperabilidade é importante e será discutido no capítulo 2.4.

O tipo de problema descrito acima é comum no aço de referência do trabalho DIN 1.8550, que possui temperabilidade moderada, vide Figura 2.7, e por isso requer meios de resfriamento mais severos em sua têmpera como água ou óleo.

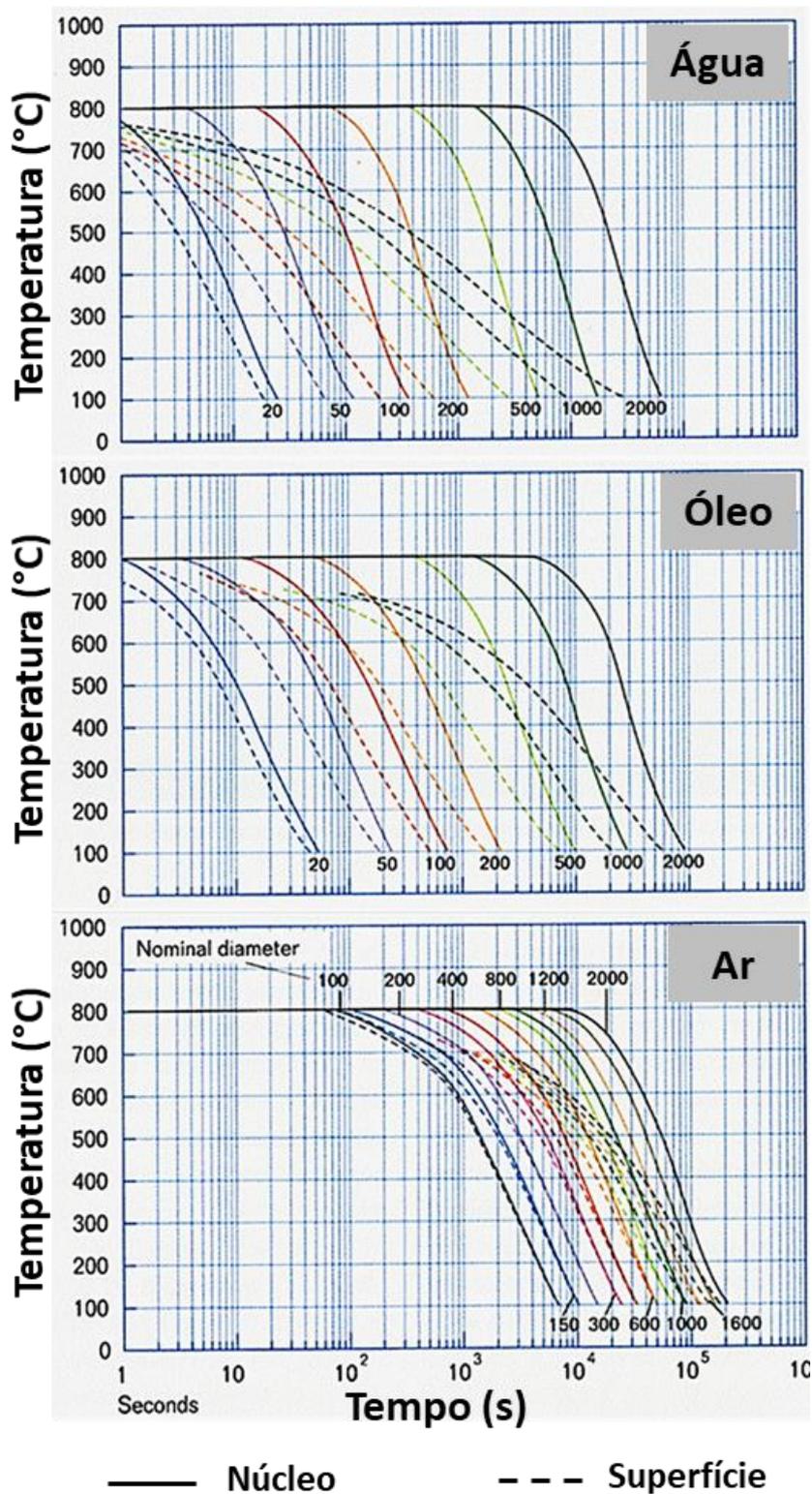


Figura 2.11 - Diagramas Tempo-Temperatura-Resfriamento de uma barra de aço temperada em água, óleo e ar em função de seu diâmetro nominal. Figura adaptada de [1].

2.4 Efeito dos elementos de liga C, Cr, Mo e Ni nos aços

O carbono é essencialmente o elemento de liga mais importante para os aços, pois quando adicionado ao ferro, em teores de até aproximadamente 2,0% em massa, dá origem a classe mais importante comercialmente de materiais [33,34]. Quanto maior o teor de carbono de um aço, maior será sua resistência mecânica e dureza. A Figura 2.12 apresenta curvas que correlacionam a máxima dureza dos aços (dureza do material somente temperado) com o teor de carbono e a fração de martensita formada. Verifica-se que teores de carbono entre 0,1 e 0,2% no aço é suficiente para atingir durezas consideravelmente superiores a faixa 26 a 31 HRC, que é a especificada para o aço de referência do presente trabalho DIN 1.8550. Contudo é necessário que o aço possua temperabilidade suficiente para que se forme uma fração volumétrica acima de 50% de martensita [3, 61,62].

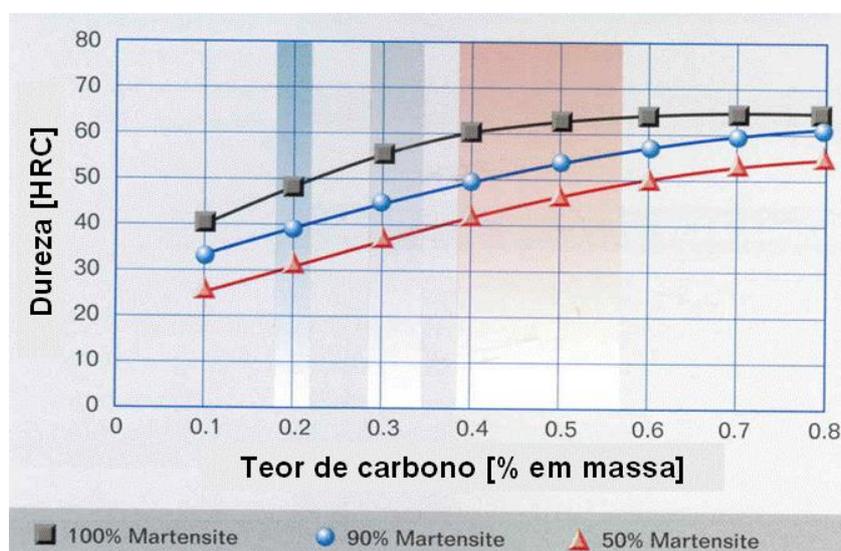


Figura 2.12 - Máxima dureza dos aços em função de seu teor de carbono e da fração volumétrica de martensita formada. Adaptada de [1].

Outra propriedade dos aços que é afetada significativamente com a adição de elementos de liga é a temperabilidade. Essa característica é estudada pelas curvas temperatura-tempo-transformação (curvas TTT) de cada material [13, 38].

O cromo é um elemento que atrasa significativamente o início das transformações de fases, isto é, “desloca” a curva de transformação para a direita, além de promover a separação dos campos perlíticos e bainíticos, conforme ilustra a Figura 2.13 [13]. A adição de cromo em teores de até 1,5% no aço carbono, desloca os campos ferrítico, perlítico e bainítico para a direita, no entanto, quando adicionado a teores a partir de 2,0%, o mecanismo que prevalece é a separação da baía de bainita.

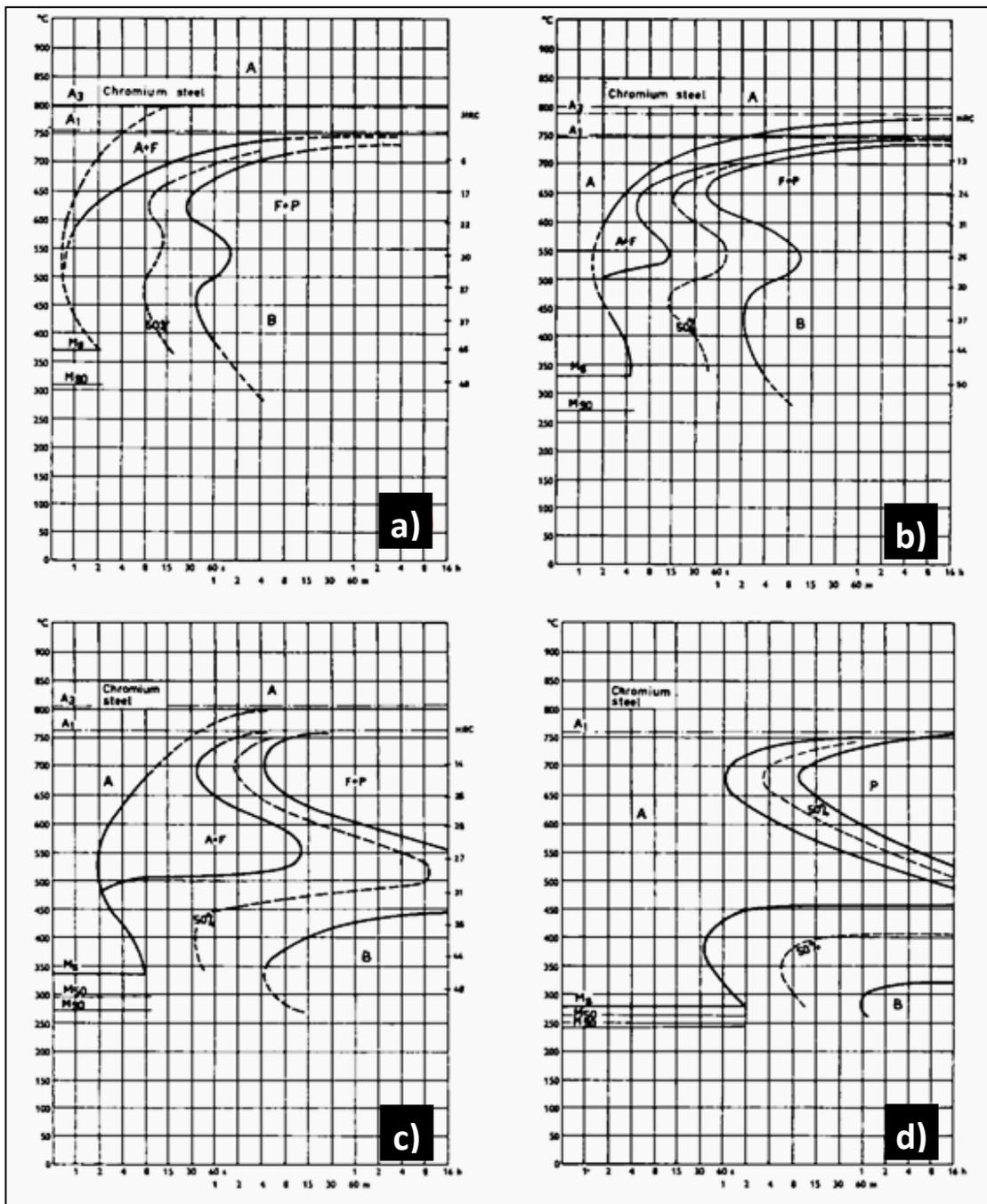


Figura 2.13 - Efeito do cromo na temperabilidade dos aços com 0,4% C e a) 0,5% de Cr; b) 0,9% de Cr; c) 2,0% de Cr; d) 3,1% de Cr [51]. [13].

A influência exercida pelo molibdênio, Figura 2.14, é muito mais acentuada no atraso da transformação ferrítica e perlítica do que da bainítica, ou seja, esse elemento “desloca” para a direita o campo perlítico e ferrítico sem que ocorra grandes alterações na baía de bainita [13].

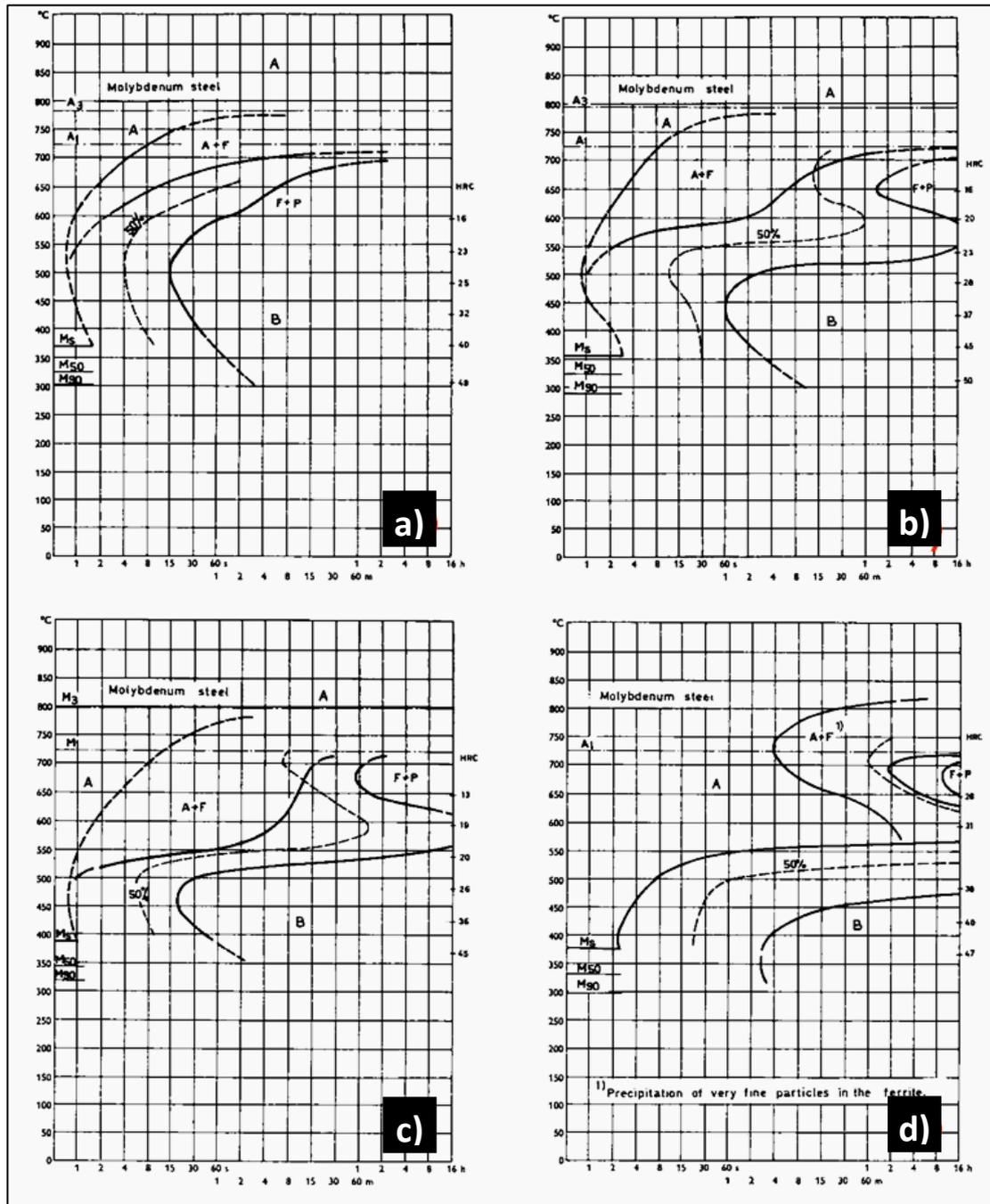


Figura 2.14 - Efeito do molibdênio na temperabilidade dos aços com 0,4% de C e a) 0,2% de Mo; b) 0,5% de Mo; c) 0,8% de Mo; d) 2,0% de Mo [13].

Nota-se que teores relativamente baixos de Mo, a partir de 0,5% por exemplo, já proporcionam significativo atraso na formação da perlita, como demonstrado na Figura 2.14-b.

O elemento Ni, diferentemente do Cr e Mo, exerce uma modesta influência no atraso das transformações de fases, e por consequência na temperabilidade do aço, vide Figura 2.15. É necessário significativas adições, em geral, acima de 1,0%, para que ele desloque modestamente todo campo de transformação de fases para a direita, e sem que ocorra a separação dos campos de fases.

Contudo, o Ni apresenta um interessante efeito nos aços de baixo e médio teores de carbono, que é o de aumentar sua resistência mecânica e dureza sem detrimento da ductilidade e tenacidade [13, 24, 26]. O Ni, pela sua característica de elemento austenitizante, provoca a redução na temperatura de formação da perlita no resfriamento, formando microestruturas mais refinadas, resistentes e tenazes. Esse elemento é muito empregado em aços que demandam soldagem, pois ele influencia positivamente no aumento do limite de escoamento, sem o efeito deletério de fragilização da ZTA (zona termicamente afetada) da região soldada, como ocorre quando adicionado carbono [57, 58].

Em relação ao efeito no elemento Ni nos aços bainíticos, faz sentido a preparação de um capítulo dedicado, uma vez que uma das propostas do trabalho é entender a influência do Ni na microestrutura bainítica, e a razão pela qual ele aumenta a tenacidade dos aços em teores a partir de 1,0%.

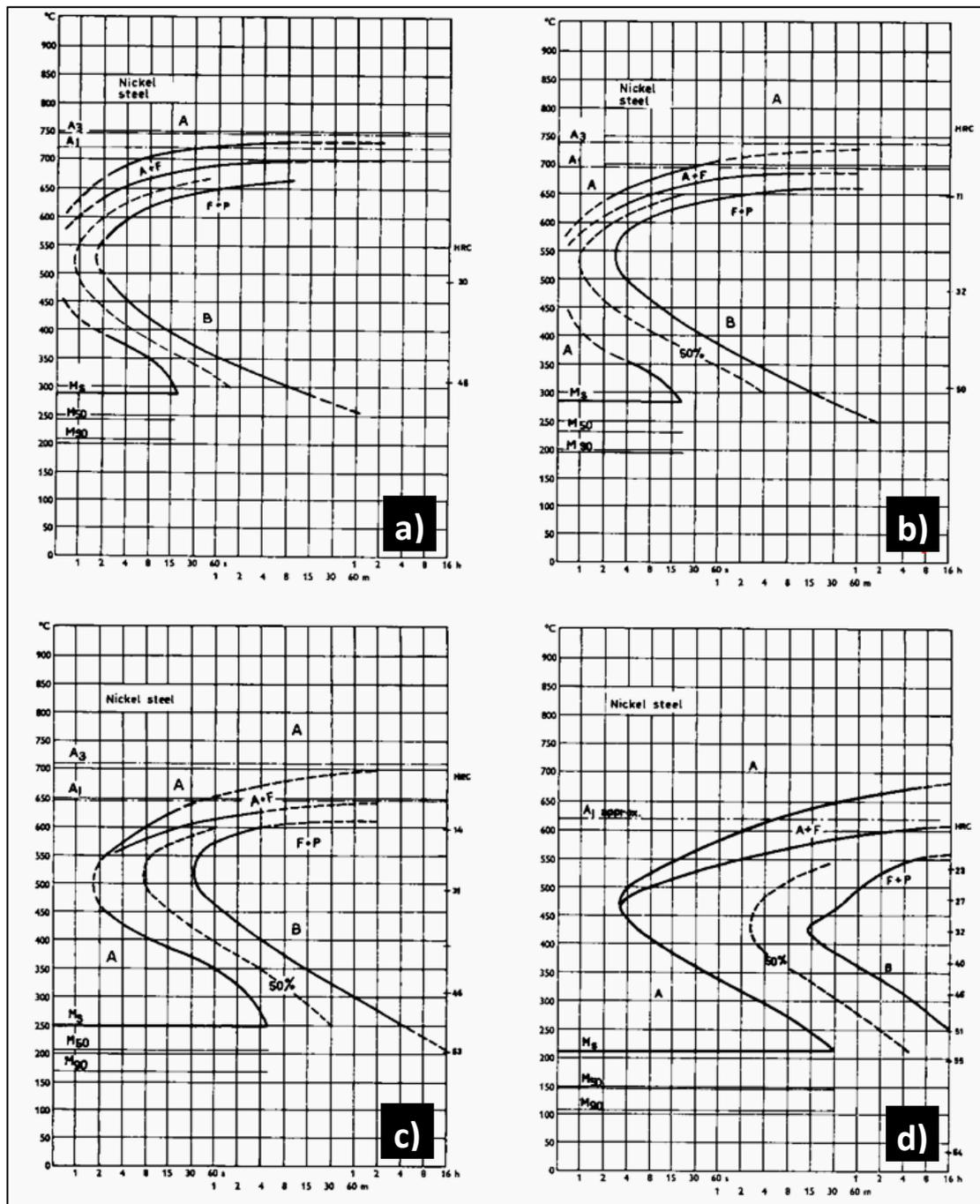


Figura 2.15 - Efeito do níquel na temperabilidade dos aços com 0,6% de C e a) 1,0% de Ni; b) 2,0% de Ni; c) 4,0% de Ni e d) 5,0% de Ni [13].

2.4.1 Efeito do elemento Ni nas propriedades e na microestrutura bainítica dos aços de baixo e médio teores de carbono

Dentre os aços bainíticos clássicos com teores de carbono entre 0,2 e 0,5% e teores de Ni entre 0 e 2,0% podem ser mencionados os aços para moldes plásticos. Os mais empregados na indústria são os de classificação AISI (*American Iron and Steel Institute*) tipo P como o P20 e suas variações [13,59-65] desenvolvidos antes da década de 1950 [38,64-67].

Quando o elemento Ni é adicionado ao aço em conjunto com outros elementos de liga, o Ni isoladamente contribui para o aumento da temperabilidade, como pode ser observado nas curvas TRC (transformação em resfriamento contínuo) dos aços DIN 1.2311 e DIN 1.2738, vide Figuras 2.16 e 2.17 respectivamente. As composições químicas típicas desses dois aços também são apresentadas na Tabela 2.4. Note que o Ni deslocou os campos perlíticos, ferríticos e bainíticos para a direita, mas exerceu principal atuação no atraso da cinética de formação da perlita e ferrita (tais campos foram deslocados mais expressivamente para a direita).

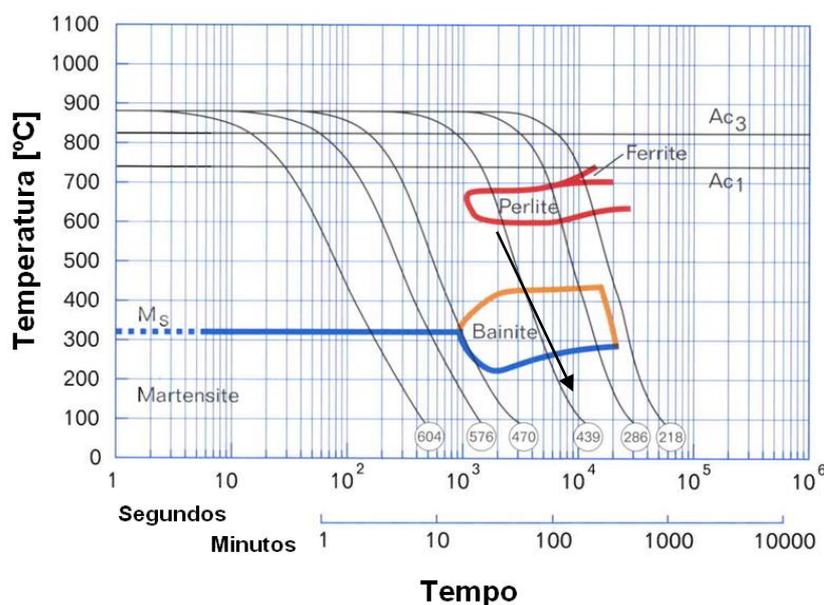


Figura 2.16 - Curva TRC do aço para moldes plásticos DIN 1.2311 (AISI P20) que não possui adição de Ni. Imagem adaptada de [1].

Outro aço bainítico para moldes plásticos muito utilizado para aplicações que demandam maior resistência mecânica é o aço DIN 1.2711, que apesar de possuir maior teor de carbono, também possui maior teor de Ni (1,70%). Sua curva TRC apresenta temperabilidade intermediária, conforme Figura 2.18 e exibe campo bainítico bem definido.

Tabela 2.4 - Composição química e propriedades mecânicas dos aços para moldes plásticos bainíticos com variações nos teores de Ni [1,40,41]

Composição Química e Propriedades Mecânicas									
Aços	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Dureza (HRC)	Impacto (Charpy V)
DIN 1.2311 (AISI P20)	0,40	0,30	1,50	1,90	-	0,20	-	28	20 J
DIN 1.2738 (AISI P20 + Ni)	0,40	0,30	1,50	1,90	1,00	0,20	-	32	25 J
DIN 1.2711	0,55	0,30	0,70	0,70	1,70	0,30	0,10	40	40 J

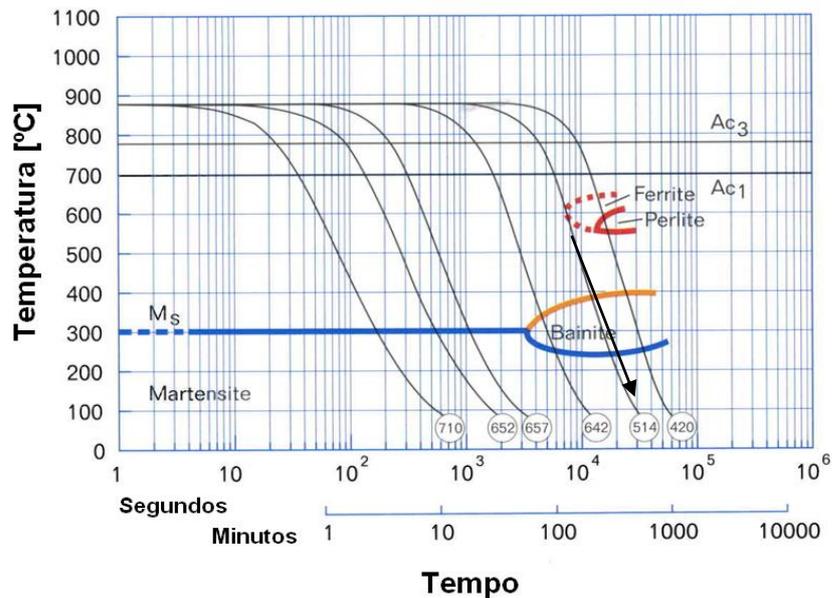


Figura 2.17 - Curva TRC do aço para moldes plásticos DIN 1.2738 (AISI P20 + Ni) que possui adição de 1,0% Ni. Imagem adaptada de [1].

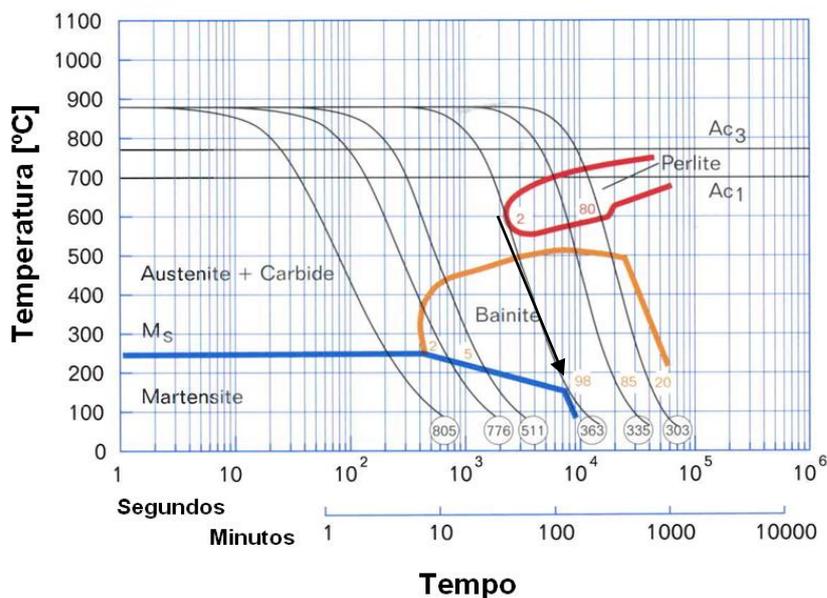


Figura 2.18 - Curva TRC do aço para moldes plásticos DIN 1.2711 que possui adição de 1,7% Ni. Imagem adaptada de [1].

No entanto, o que não está explicado na literatura é o efeito do Ni na microestrutura bainítica, responsável por aumentar a tenacidade desses aços. Vide na Tabela 2.4 que com o aumento do teor do Ni dos aços, mesmo que eles exibam maiores durezas, a tenacidade medida por meio de ensaios de impacto Charpy V aumentou.

Ainda não é completamente claro na literatura o efeito isolado do Ni na microestrutura de aços majoritariamente bainíticos. Se os três aços mencionados acima fossem temperados, e seguido as taxas de resfriamento indicadas pelas setas pretas das Figuras 2.16 a 2.18; quais seriam as diferenças microestruturais na bainita de cada aço? O que justificaria o aumento simultâneo da dureza e da tenacidade dos aços com teores de Ni mais elevados?

No trabalho de dissertação de mestrado do presente autor em 2012 [2], também foi observado que aços para moldes plásticos bainíticos com baixos teores de Ni (nesse caso 0,5%), mesmo que tratados termicamente para microestruturas totalmente bainíticas, apresentaram menores valores de tenacidade que o material de referência com maior teor de Ni, vide Figura 2.19.

Contudo, também não foi explorado naquele momento o efeito do Ni na microestrutura bainítica.

Elementos	Lingote 3	Lingote 4	N2711M
C	0,22	0,26	0,55
Si	0,20	0,20	0,26
Mn	1,55	1,55	0,70
Cr	1,9	1,9	1,1
Ni	0,5	0,5	1,70
Mo	0,7	0,7	0,5
V	-	-	0,07
Nb	0,03	0,03	-

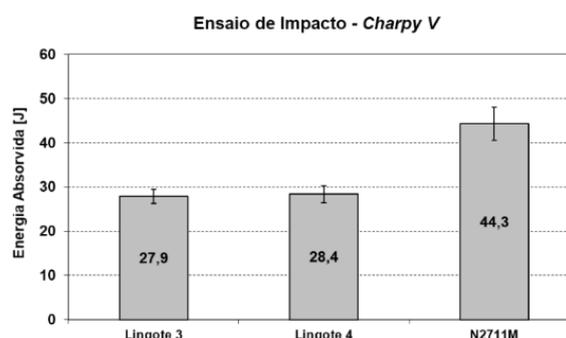


Figura 2.19 - Correlação do teor de Ni na composição química de aços para moldes plásticos com a tenacidade [2,4].

Segundo autores das Universidades de Wollongong na Austrália e de Wuhan na China, nos anos de 2018 e 2019 [27, 28, 68], foi estudado isoladamente os elementos Ni e Cr em aços multifásicos bainíticos/martensíticos, com composições químicas relativamente próximas as das propostas do presente trabalho, conforme Tabela 2.5. Foram laminadas placas com 12 mm de espessura em escala laboratorial, e as amostras tratadas isotermicamente a 380°C com 30 min de permanência em temperatura, para que a transformação de fases bainítica ocorresse (austêmpera). Tais tratamentos térmicos foram realizados no equipamento *Gleeble* de simulação térmica.

Tabela 2.5 - Composição química estudadas pelos pesquisadores coreanos e as propriedades mecânicas em impacto Charpy V em temperatura criogênica a -40°C [27].

Composição Química e Propriedades Mecânicas										
Aços	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Ms (°C)	Bs (°C)	Impacto (-40°C)	Dureza (HV)
Material base	0,22	0,41	2,00	-	-	0,19	376	517	12 a 21 J	365
Adição de Ni	0,24	0,42	2,08	-	1,50	0,20	349	488	17 a 28 J	390
Adição de Ni + Cr	0,25	0,42	2,04	1,63	1,50	0,22	308	439	25 a 38 J	455

Verificou-se que os dois aços com adição de Ni apresentaram maiores valores de tenacidade que o material sem Ni, e que o aço com adição de Ni+Cr apresentou o melhor resultado, conforme observado na Tabela 2.5.

Os aspectos das fraturas dos corpos de prova podem ser observados na Figura 2.20, sendo característica de clivagem para o material sem Ni; uma mescla de clivagem + quase-clivagem para o aço com adição de Ni e majoritariamente quase-clivagem para o aço com Ni + Cr, compatíveis com os valores de energias absorvidas nos ensaios de impacto.

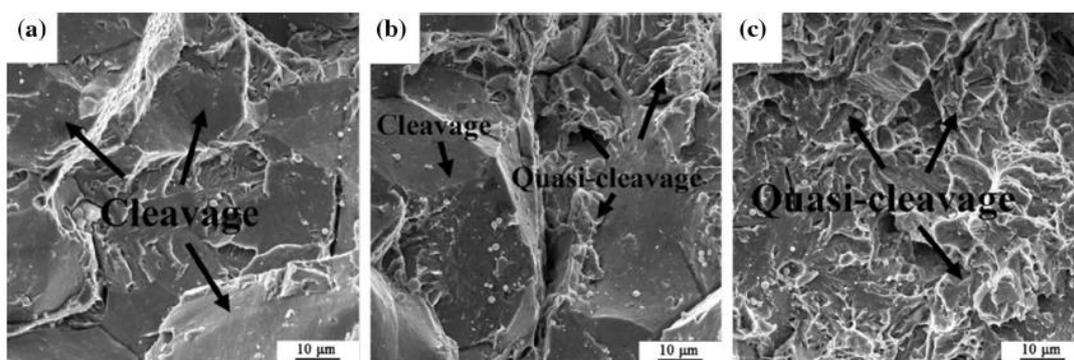


Figura 2.20 - Aspecto da fratura dos aços: a) aço base; b) aço com Ni; c) aço com Ni + Cr [27].

No aço sem adição de Ni houve a formação de apenas 7,7% de bainita. Já no aço com adição de Ni houve 44,25% de fração volumétrica de bainita, e no material com Ni + Cr foi formado 47,60% de bainita.

Os autores fizeram análise microestrutural por meio de microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, porém não correlacionam o tipo de bainita formada. Apenas foi analisado que no aço sem adição de Ni houve a fragilização dos contornos de ripas da martensita revenida. Já no aço com adição de Ni houve a formação de bainita com baixíssima incidência de carbonetos em seu interior, e no aço com Ni+Cr houve intensa formação de carbonetos na microestrutura.

A análise dos carbonetos do material com adição de Cr + Ni foi realizada por EDS, e é composto majoritariamente de Fe e Cr, como elementos de liga. Vide imagem d) da Figura 2.21.

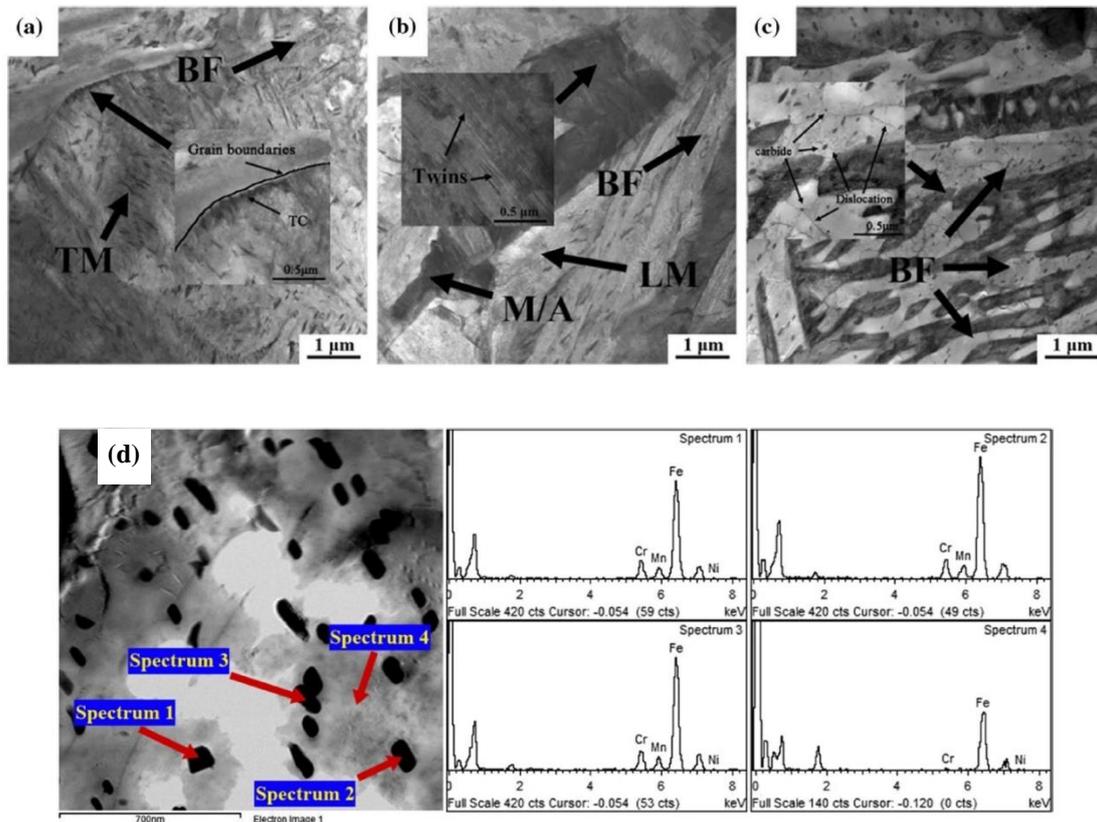


Figura 2.21 - Imagens de microscopia eletrônica de transmissão em modo de Campo Claro (BF) das amostras a) aço base; b) aço com Ni; c) aço com Ni + Cr. d) EDS dos carbonetos do material com Cr+Ni [27].

Face a revisão bibliográfica apresentada, e a proposta do trabalho em entender o efeito do Ni na microestrutura bainítica. O próximo capítulo apresenta um breve descritivo das morfologias básicas da microestrutura bainítica, a fim do leitor se familiarizar com as terminologias utilizadas e suas características.

2.5 Morfologias básicas da microestrutura bainítica

As características da microestrutura bainítica e os mecanismos de partição da austenita em bainita superior e bainita inferior, já foram muito estudados desde a descoberta desse microconstituente por Davenport & Bain entre 1920 e 1930 [69], até a extensa exploração da cinética de transformação realizada por Bhadeshia e autores [70-72].

Nesse capítulo, apresenta-se apenas definições básicas das morfologias da bainita, pois elas suportarão as discussões dos resultados do presente trabalho de tese.

A definição de Bainita segundo Bhadeshia é: a microestrutura que consiste em uma mistura não lamelar de ferrita e carbonetos, que podem ser classificadas em bainita superior e inferior [70]. Existem diferenças claras nas propriedades mecânicas da bainita superior e inferior, e as suas microestruturas são dificilmente distinguidas por microscopia óptica, mas facilmente por microscopia eletrônica [70].

A bainita inferior é formada por decomposição da austenita em temperaturas relativamente baixas, e a superior, por sua vez, em temperaturas mais elevadas. Tanto a bainita superior quanto a inferior se formam como pequenos agregados em forma de placas ou ripas de ferrita, definidas como ferrita bainítica, e a diferença essencial entre elas está na natureza dos carbonetos precipitados.

O interior das placas de ferrita na bainita superior é livre de carbonetos, eles precipitam e crescem majoritariamente entre as placas e ripas (nos contornos das mesmas). Já na bainita inferior, além dos carbonetos estarem precipitados entre as placas, eles também precipitam no interior da ferrita bainítica. Vide Figura 2.22 o esquema ilustrativo do mecanismo de decomposição da austenita em bainita superior e bainita inferior.

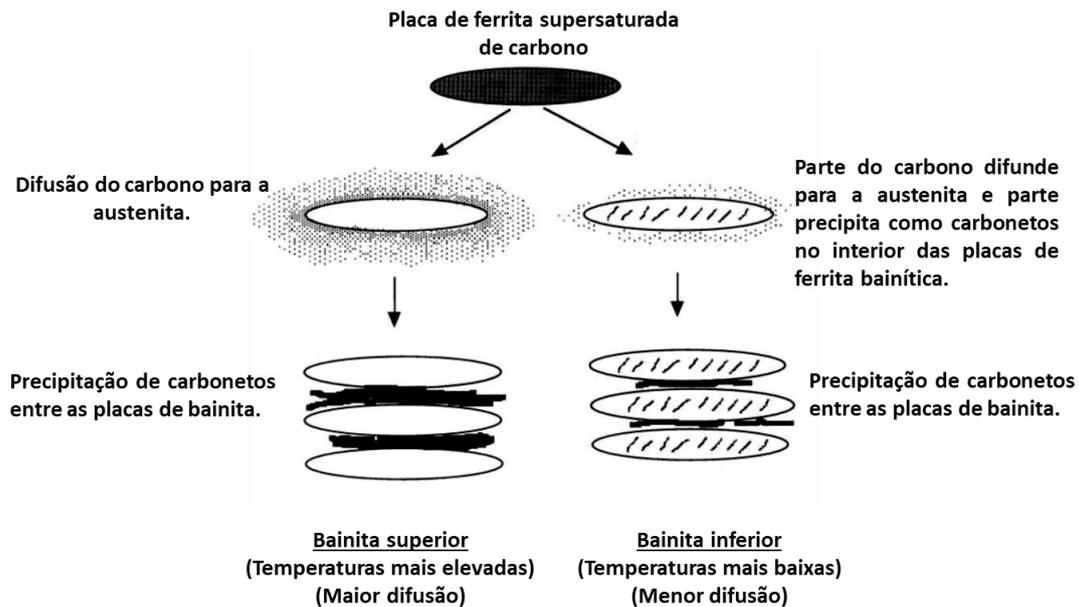


Figura 2.22 - Esquema ilustrativo da decomposição da austenita. Adaptada de [70].

Em aços de baixo teor de carbono resfriados continuamente, é comum encontrar na literatura uma terminologia da bainita conhecida como bainita granular [70]. Nessa condição, a ferrita bainítica está em formato de pacotes, e se assemelha ligeiramente a grãos disformes, conforme pode ser observado pelas regiões mais claras na microestrutura da Figura 2.23.

Durante a formação da bainita granular há difusão do carbono para os contornos dos pacotes de bainita, pois ocorrem em temperatura elevadas. Assim, a incidência de carbonetos no interior da ferrita bainítica é muito baixa.

As características da bainita granular (classicamente formada em resfriamento contínuo) e da bainita superior (classicamente formada em temperatura isotérmica) são muito semelhantes. E por essa razão, nesse texto essas duas terminologias serão utilizadas para se referir a microestrutura bainítica com baixa incidência de carbonetos em seu interior.

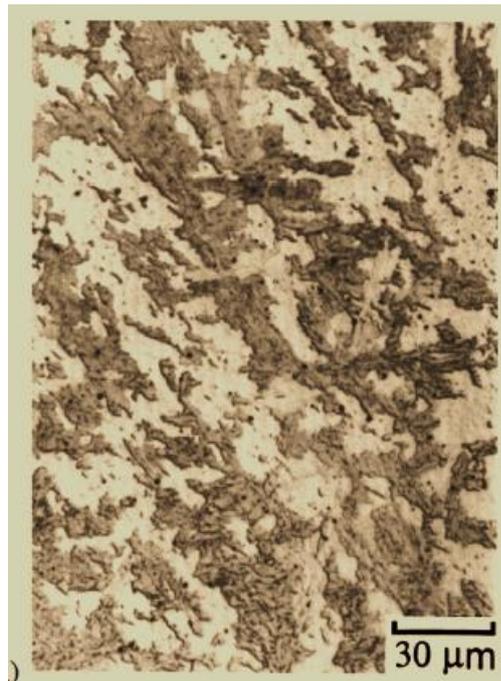


Figura 2.23 - Típica microestrutura de aço com baixo teor de carbono, que ocorreu transformação por resfriamento contínuo apresentando bainita granular (regiões claras) [70].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 3.1 apresenta os processos empregados na produção dos aços, e os métodos de caracterização utilizados nesse trabalho de pesquisa em desenvolvimento tecnológico.

Os aços produzidos em escala piloto e industrial foram fundidos e conformados mecanicamente na usina siderúrgica Villares Metals S.A. em Sumaré-SP.

Os ensaios de dilatométrica, a avaliação microestrutural por Microscopia Óptica (MO) e as propriedades mecânicas de dureza e impacto Charpy V, foram realizadas nas instalações do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A..

A caracterização microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) acopladas à técnica de Espectroscopia por Dispersão em Energia (EDS) foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

Os ensaios de EBSD foram realizados em parceria com o Laboratório *Servicio de Microscopia Eletrônica* (SME) da Universidade Politécnica de Valencia (UPV) em Valência, na Espanha.

Por fim a validação do desenvolvimento tecnológico foi conduzida por meio de testes de campo em empresas de referência na manufatura de roscas e cilindros de plastificação de polímeros. As empresas Luigi Miotto – LGMT de Piracicaba – SP e Universaloy de São Bernardo do Campo - SP validaram o novo aço proposto neste trabalho, como sendo de desempenho em manufatura superior ao aço DIN 1.8550.

O novo aço desenvolvido no presente trabalho recebeu a marca registrada de V8550M®.

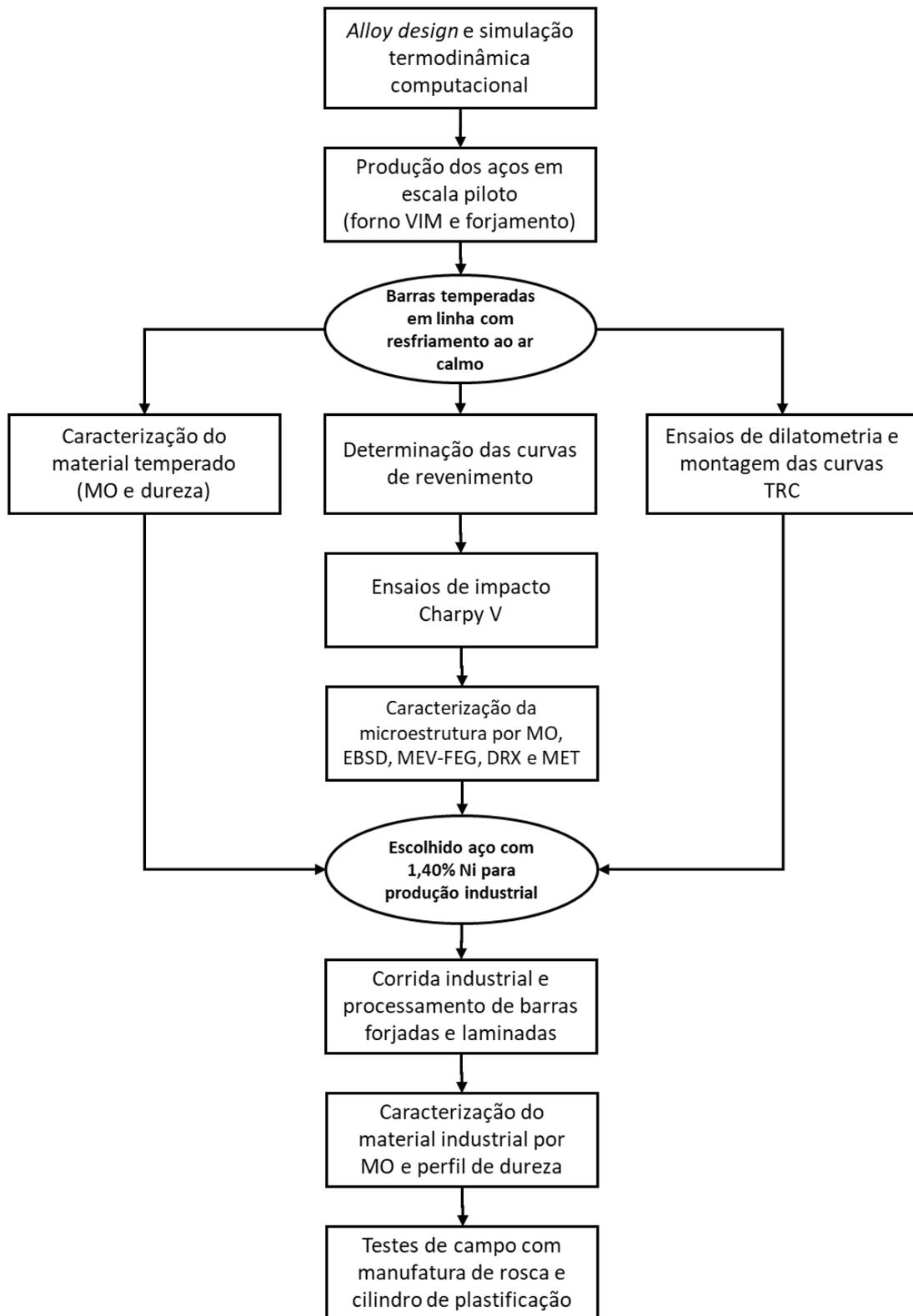


Figura 3.1 - Fluxograma de atividades proposto no trabalho de tese.

3.1 Simulação termodinâmica computacional

Um recurso que está praticamente consolidado no desenvolvimento de novas ligas metálicas é a simulação termodinâmica computacional por meio de softwares de cálculos numéricos [73, 74]. Com o uso da simulação é possível prever quais fases, em condições de equilíbrio, possivelmente serão formadas em determinadas temperaturas para uma dada composição química. Além disso, recursos como: tempo de pesquisa, matérias-primas, energia e capital financeiro são otimizados. Foi realizada a simulação de fases dos aços propostos no presente trabalho, e do aço de referência industrial DIN 1.8550 empregando-se o software *Thermo-Calc*[®] com a base de dados termodinâmica TCFE7 [75]. Obteve-se assim um direcionamento inicial das fases formadas, auxiliando na definição das composições químicas dos aços produzidos em escala piloto.

A Tabela 3.1 apresenta as composições químicas simplificadas dos aços utilizados nos cálculos termodinâmicos. O aço de referência DIN 1.8550 por ter sua composição química estabelecida por norma [40], foi simulado no *Thermo-Calc*[®] seu mapa de fases no resfriamento, Figura 3.2. Por outro lado, para melhor visualizar o efeito do elemento Ni nas fases formadas da Liga-base proposta, e sua influência nas temperaturas críticas de transformação, foi realizado a simulação numérica da isopleta de Ni, variando esse elemento entre 0 a 5%, e os demais elementos fixados conforme descrito na Tabela 3.1. A Figura 3.3 apresenta a isopleta de Ni do novo aço proposto. Apesar da isopleta assemelhar-se a um diagrama de fases binário, ela representa apenas um plano de uma superfície complexa de fases em que 8 elementos químicos são mantidos constantes (Fe, C, Si, Mn, Cr, Mo, V e Al) e há apenas variação do níquel. A isopleta está dividida em duas imagens para melhor visualização das curvas de transformação em elevadas e baixas temperaturas.

Observa-se que as fases formadas em equilíbrio após completo resfriamento do aço DIN 1.8550 são ferrita e carbonetos de cromo do tipo M_7C_3 e $M_{23}C_6$. No aço proposto além da formação de carbonetos de cromo tipo M_7C_3 e $M_{23}C_6$, também se espera que carbonetos de vanádio tipo MC precipitem ao

redor de 820°C devido a microadição desse elemento. A adição de V teve como objetivo no *alloy design*, a possibilidade de controlar o crescimento de grão nas etapas de processamento a quente do aço, além de contribuir positivamente com o aumento de resistência do aço pelo mecanismo de endurecimento por precipitação. Para teores de Ni acima de 0,4%, a simulação termodinâmica sugere que poderá existir austenita não transformada (γ retida) mesmo em baixas temperaturas.

Tabela 3.1 - Composição química simplificada empregada na simulação dos mapas de fases. Elementos em porcentagem em massa e balanço em Fe.

Aço	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Al
DIN 1.8550	0,35	0,30	0,60	1,70	0,20	1,00	<0,01	0,90
Liga-base do aço proposto	0,20	0,25	1,45	1,55	0,65	0 a 5%	0,07	0,90

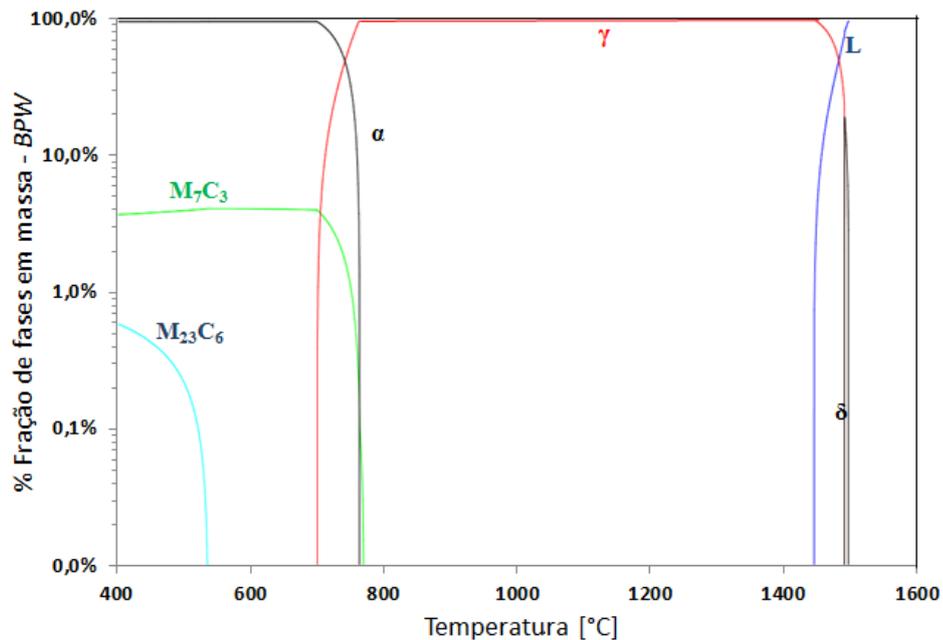


Figura 3.2 - Mapa de fases do aço DIN 1.8550. L: líquido, δ : ferrita delta, γ : austenita, α : ferrita, M_7C_3 e $M_{23}C_6$: carbonetos majoritariamente de cromo.

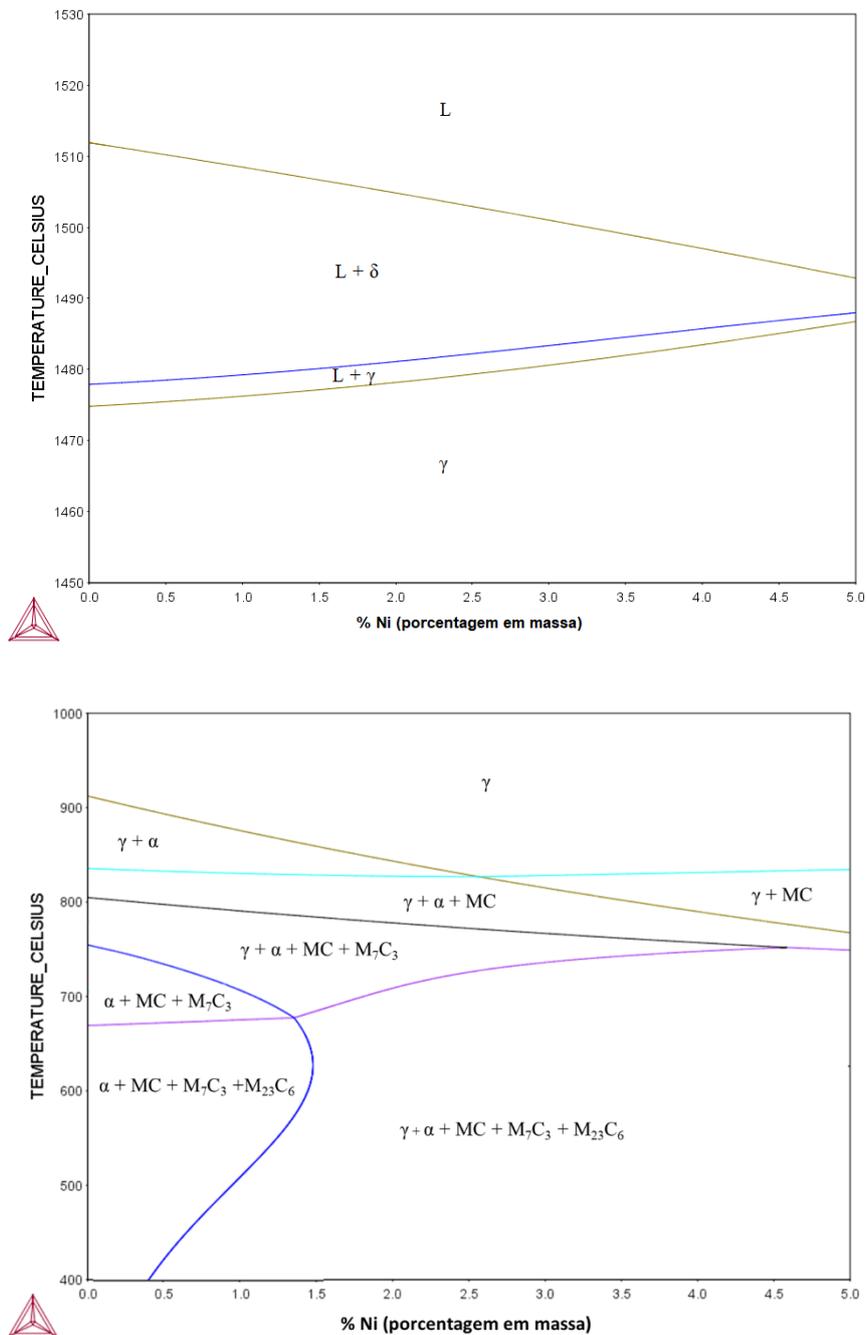


Figura 3.3 - Isopleta de Ni entre 0 e 5% do novo aço proposto fixando todos os outros elementos conforme composição química da Tabela 4.1. L: líquido, δ : ferrita delta, γ : austenita, α : ferrita, M_7C_3 e $M_{23}C_6$: carbonetos majoritariamente de cromo, MC: carboneto majoritariamente de vanádio.

3.2 Produção dos aços em escala piloto

3.2.1 Fusão dos lingotes

Foram fabricados cinco lingotes de seção quadrada média com 140 mm e peso aproximado de 55 kg cada, em um forno de indução sob vácuo em escala piloto, modelo IS 5/III, marca *Leybold Heraeus*, com capacidade de fusão de 3 a 8 litros e potência de 100 kW - 3 kHz (forno VIM – *Vacuum Induction Melting*), do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A., Figura 3.4.

As composições químicas dos lingotes produzidos podem ser observadas na Tabela 3.2. Foi traçado na isopleta de Ni da Liga-base, linhas verticais que representam os quatro teores de Ni objetivados na fabricação das corridas em escala piloto, 0,03%, 0,70%, 1,40% e 2,75%, e assim visualizar a sequência de transformação de fases no equilíbrio em caráter ilustrativo, Figura 3.5. Entretanto, como as condições de tratamentos térmicos empregadas nos aços de altíssima temperabilidade desse trabalho estão fora do equilíbrio termodinâmico, não será possível compará-las com as previsões do diagrama.

Observa-se que os elementos que mais se diferenciam entre o aço DIN 1.8550 e as quatro ligas experimentais propostas são carbono, manganês, molibdênio e níquel. Foi dada preferência por reduzir o teor de carbono nas ligas experimentais visando um produto com menor nível de microsegregação e melhor soldabilidade que o aço DIN 1.8550. Os elementos Mn e Mo tiveram o propósito de aumentar a temperabilidade do aço e o elemento Ni em contribuir com o incremento de tenacidade e ductilidade.

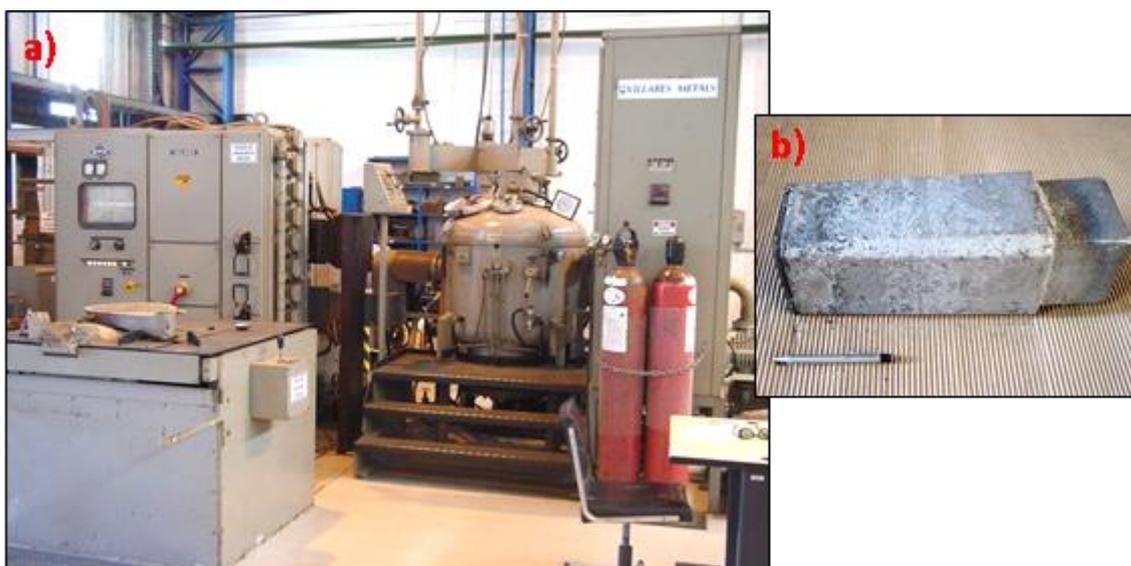


Figura 3.4 - a) Imagem do forno de indução a vácuo em escala piloto; b) Típico lingote de 55 kg de aço. Fotos cortesia: Villares Metals S.A..

Tabela 3.2 - Composição química dos lingotes produzidos em escala piloto. Valores em porcentagem em massa e balanço em Fe.

Elementos	DIN 1.8550	Liga Experimental com 0,03% Ni	Liga Experimental com 0,70% Ni	Liga Experimental com 1,40% Ni	Liga Experimental com 2,75% Ni
C	0,35	0,21	0,21	0,21	0,21
Si	0,31	0,23	0,24	0,24	0,22
Mn	0,62	1,44	1,45	1,45	1,45
P	0,011	0,015	0,013	0,014	0,014
S	0,018	0,018	0,020	0,020	0,020
Cr	1,71	1,55	1,55	1,56	1,57
Mo	0,21	0,65	0,64	0,65	0,64
Ni	0,98	0,03	0,68	1,37	2,74
V	<0,01	0,07	0,07	0,07	0,07
Al	0,90	0,91	0,90	0,90	0,90
Pcm	0,51	0,42	0,43	0,44	0,46

*Carbono equivalente: P_{cm} = Material cracking parameter

$$P_{cm} = C + Si/30 + Mn/20 + Cu/20 + Ni/60 + Cr/20 + Mo/15 + V/10 [76].$$

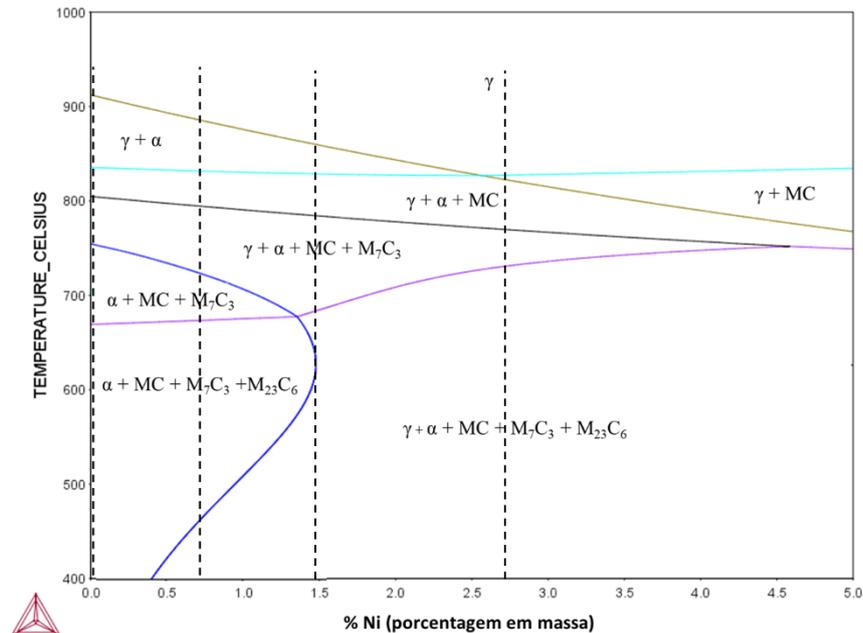


Figura 3.5 - Posição no diagrama de fases das composições químicas obtidas após fusão das corridas experimentais: Teores de níquel de 0,03%; 0,70%; 1,40% e 2,75%.

3.2.2 Forjamento a quente dos lingotes em barras

Os lingotes foram aquecidos e homogeneizados a 1220°C por 15 horas em temperatura, seguido de forjamento em barras com seção quadrada de 80 mm, em uma prensa industrial de 3.000 tons da Villares Metals S.A..

A temperatura final de forjamento foi de 950°C, e na sequência, as barras foram resfriadas ao ar calmo, ou seja, temperadas em linha. O *alloy design* dos aços experimentais objetiva materiais de elevada temperabilidade sendo capazes de endurecer por transformação de fases metaestáveis mesmo após o resfriamento lento. A Figura 3.6 apresenta a imagem das barras quadradas resfriadas após forjamento.



Figura 3.6 - Barras forjadas com secção quadrada de 80 mm a partir dos lingotes de 55kg produzidos em escala piloto.

3.3 Retirada de corpos de prova dos tarugos forjados

Foram retirados corpos de prova das barras forjadas dos quatro aços experimentais propostos, além do aço DIN 1.8550 também produzido em escala piloto como material de referência, permitindo a caracterização das propriedades das ligas com variação de Ni e compará-las com o aço de norma alemã.

A Figura 3.7 (item a) apresenta um esquema do corte das amostras cúbicas de 15 mm de lado, transversalmente à direção de forjamento das barras. Essas amostras foram utilizadas para os estudos de determinação das curvas de revenimento dos aços. Já a Figura 3.7 (item b) mostra o esquema de retirada dos corpos de prova de impacto Charpy V, também na direção transversal.

No caso dos ensaios de dilatométrica as amostras foram retiradas na direção longitudinal ao sentido de forjamento.

Todas as amostras foram serradas da região do $\frac{1}{2}$ raio das barras.

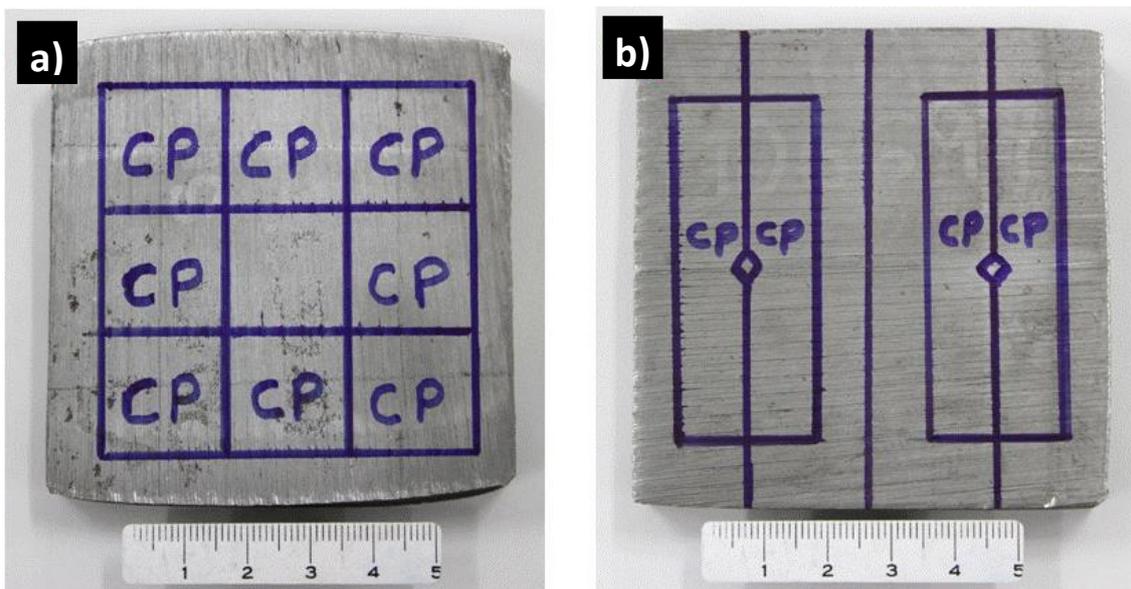


Figura 3.7 - Esquema ilustrativo da marcação dos corte para retirada dos corpos de prova: a) para realização das curvas de revenimento; b) para ensaios de impacto Charpy V.

3.4 Tratamentos térmicos

3.4.1 Curvas de revenimento

Os aços denominados Ligas Experimentais possuem composições químicas sem precedentes na literatura, uma vez que foram sugeridas especificamente nesse trabalho de tese. Portanto, não existem recomendações prévias de suas durezas após o tratamento térmico de revenimento.

As barras de aço foram temperadas pelo processo conhecido industrialmente como têmpera em linha, e o resfriamento utilizado foi ao ar calmo. A própria temperatura final das etapas de conformação a quente das barras (~ 950°C no presente trabalho), é suficientemente elevada para que o aço se encontre no campo de fases austenítico. Dessa forma, seu subsequente

resfriamento proporciona a transformação de fases metaestável, ou seja, a têmpera do produto.

Meios de resfriamento como água, óleo, polímeros ou ar podem ser empregados no resfriamento dependendo da temperabilidade do aço. No presente trabalho espera-se que o resfriamento ao ar seja suficiente para temperar as barras forjadas, uma vez que esses novos aços foram projetados para apresentarem elevada temperabilidade.

O revenimento dos aços experimentais foi realizado por 180 minutos em patamar nas seguintes temperaturas 200, 450, 550, 600, 650, 670 e 700°C, com subsequente resfriamento ao ar. Amostras individuais foram utilizadas para cada temperatura.

Apesar da curva de revenimento do aço DIN 1.8550 ser conhecida na literatura, e apresentada na Figura 2.6 da Revisão Bibliográfica, ela foi também montada nesse trabalho. Amostras da barra forjada do DIN 1.8550 foram aquecidas com austenitização a temperatura de 920°C por 30 minutos em patamar e temperadas em óleo, ou seja, seguiu-se o processo tradicional de beneficiamento do produto. Posteriormente as amostras foram revenidas nas mesmas condições de tempo e temperatura descritas acima para as ligas experimentais.

3.4.2 Tratamento térmico dos corpos de prova de impacto

Os tratamentos térmicos dos corpos de prova de impacto Charpy V foram realizados conforme apresentado na Tabela 3.3, e foi objetivado dureza de aproximadamente 29 HRC.

Tabela 3.3 - Ciclos para os tratamentos térmicos dos corpos de prova de impacto Charpy V e tração.

Aço	Temperatura de austenitização	Temperatura de revenimento
	Para aços temperados em linha: Temperatura final de forjamento 950°C	Tempo de 180 minutos seguido de resfriamento ao ar
DIN 1.8550	920°C/30 min + resfriamento em óleo	650°C
Liga experimental com 0,03%	Têmpera em linha ao ar	660°C
Liga experimental com 0,70% Ni	Têmpera em linha ao ar	670°C
Liga experimental com 1,40% Ni	Têmpera em linha ao ar	670°C
Liga experimental com 2,75% Ni	Têmpera em linha ao ar	690°C

3.5 Ensaios de dilatometria

Com o objetivo de avaliar a temperabilidade dos aços da Tabela 3.2, foi construído as curvas TRC (Transformação em Resfriamento Contínuo) de cada material. Amostras serradas das barras forjadas foram usinadas em corpos de provas cilíndricos com dimensões de 4 mm de diâmetro por 10 mm de comprimento. A Figura 3.8 apresenta uma foto do dilatômetro marca *Bähr Thermo Analyse* – modelo DIL805 empregado nesse estudo e o detalhe de sua zona de aquecimento.

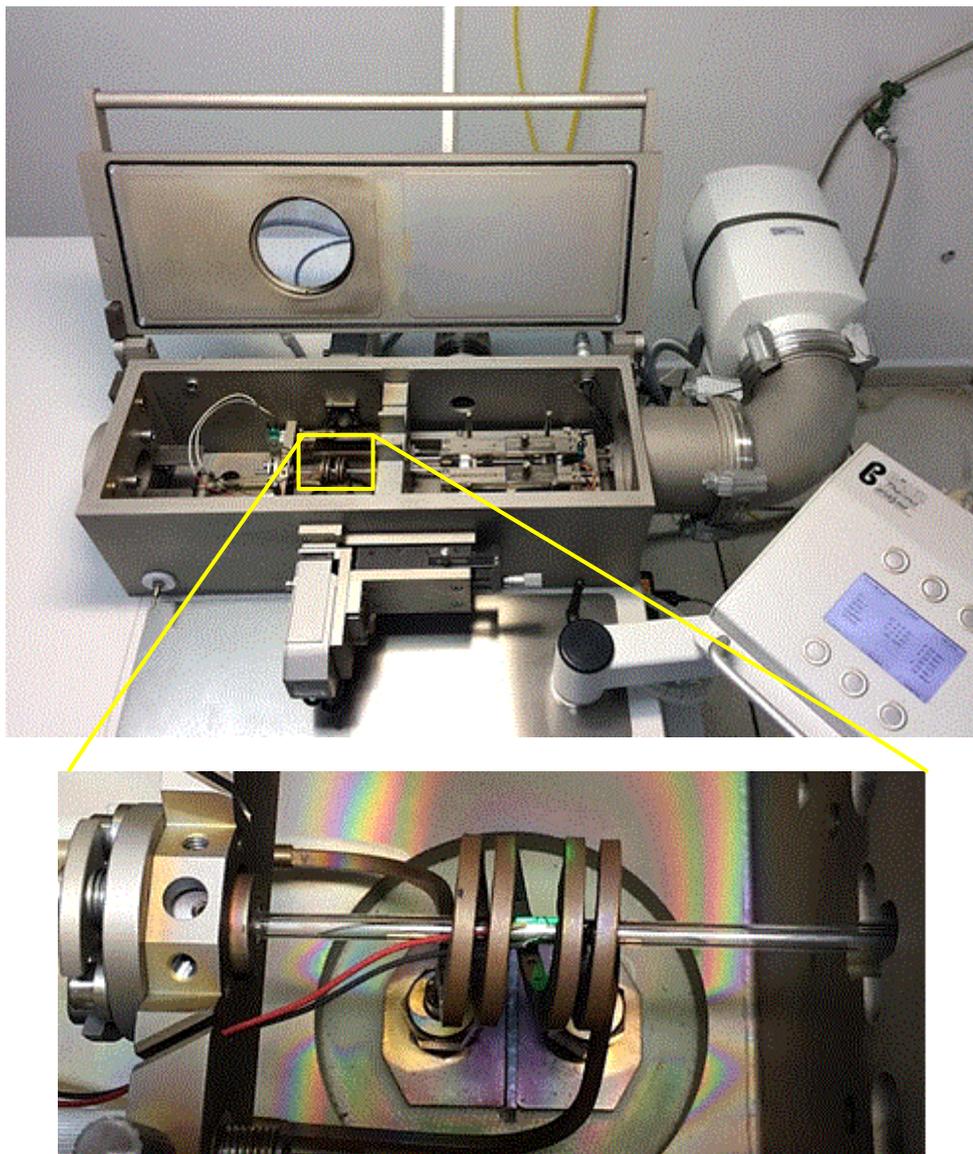


Figura 3.8 - Dilatômetro *Bähr Thermo Analyse* - DIL805 detalhando a zona de aquecimento do corpo de prova. Foto cortesia: Villares Metals S.A..

Todos os ensaios foram conduzidos sob vácuo para evitar descarbonetação das amostras. Para determinação das temperaturas críticas Ac_1 (início da transformação austenítica no aquecimento) e Ac_3 (final da transformação austenítica no aquecimento), as amostras foram aquecidas lentamente numa taxa de $0,05^\circ\text{C/s}$ até a temperatura de 920°C , e assim observado no registrador do equipamento a temperatura em que se inicia e

termina a contração volumétrica dos corpos de prova no aquecimento, ou seja, a transformação de fases no estado sólido.

No mapeamento das temperatura críticas no resfriamento e construção das curvas TRC de cada material, as amostras foram aquecidas a uma taxa de 3°C/s até 920°C, mantidas em patamar por 10 minutos, e resfriadas até a temperatura ambiente nas seguintes taxas: 0,01°C/s; 0,02°C/s; 0,05°C/s; 0,5°C/s, 1°C/s e 50°C/s. A taxa de resfriamento de 50°C/s foi alcançada apenas com injeção de hélio gasoso na câmara do equipamento contendo a amostra, e essa foi a condição utilizada para determinar as temperaturas de início e fim da transformação martensítica, respectivamente M_i e M_f .

O que se observa nas etapas de resfriamento do ensaio de dilatométrica é a temperatura em que ocorre a expansão volumétrica das amostras, ou seja, a transformação de fases do aço.

Para melhor entendimento das taxas de resfriamento empregadas no ensaio de dilatométrica, e sua correlação com o tempo necessário para resfriamento das amostras de 920°C até a temperatura ambiente de 30°C, a Tabela 3.4 foi montada tornando mais tangível a percepção da elevada temperabilidade que os aços devem apresentar para não formarem microconstituintes pró-eutotóides, mesmo quando resfriado a taxas bastante lentas.

Tabela 3.4 - Tempo total de resfriamento das amostras no ensaio de dilatométrica.

Taxa de resfriamento (°C/s)	Tempo necessário para resfriamento das amostras de 920°C até T_{amb} de 30°C	
	Segundos	Horas
50	18	0,0
1	890	0,2
0,5	1780	0,5
0,05	17800	4,9
0,02	44500	12,4
0,01	89000	24,7

A Tabela 3.5 apresenta as temperaturas críticas das quatro Ligas Experimentais e do aço DIN 1.8550 determinadas por ensaio de dilatométrica.

Tabela 3.5 - Temperaturas críticas das composições dos aços em estudo. Valores obtidos por meio do ensaio de dilatométrica.

Temperaturas críticas em °C				
Material	AC₁	AC₃	M_i	M_f
DIN 1.8550	780	855	360	210
Liga experimental com 0,03% Ni	760	850	430	225
Liga experimental com 0,7% Ni	730	815	400	220
Liga experimental com 1,4% Ni	720	805	390	210
Liga experimental com 2,75% Ni	705	785	360	190

3.6 Simulação numérica das taxas de resfriamento – DEFORM™2D

Simulação numérica computacional pelo método de elementos finitos, empregando o software comercial DEFORM™2D, foi utilizada para determinar as taxas de resfriamento aplicadas na superfície e núcleo de barras industriais no tratamento térmico de têmpera. Diâmetros de 20 a 500 mm foram selecionados pois compreendem a faixa de aplicação em roscas e cilindros de plastificação de polímeros. A simulação foi realizada considerando como meios de resfriamento água, óleo e o ar calmo. O resultado da simulação é a taxa de resfriamento expressa em graus Celsius por segundo (°C/s) que as barras de aço enfrentaram em sua superfície e núcleo. A Tabela 3.6 apresenta os dados de entrada inseridos no software.

As taxas de resfriamento obtidas após simulação com resfriamento de 920°C até 200°C são apresentadas na Tabela 4.7.

Tabela 3.6 - Dados de entrada inseridos no software DEFORMTM2D para realização da simulação numérica por elementos finitos.

Coefficiente de Transferência de Calor Global (W/m²K)	Coefficiente de Condutividade térmica (W/m.K)
Água: 800 < h < 1400	Para fases CCC (ferrita, martensita e bainita): 30 < λ < 31
Óleo: 50 < h < 500	
Ar calmo: 10 < h < 100	Para fase CFC (austenita): 14 < λ < 26

Tabela 3.7 - Taxas de resfriamento de barras submetidas a têmpera em distintos meios – Simulação por meio do software DEFORMTM2D. Temperaturas entre 920°C e 200°C.

Diâmetro das barras (mm)	Taxas de resfriamento em água (°C/s)		Taxas de resfriamento em óleo (°C/s)		Taxas de resfriamento ao ar (°C/s)	
	Superfície	Núcleo	Superfície	Núcleo	Superfície	Núcleo
20	17,36	14,63	5,65	5,57	0,2849	0,2848
70	5,16	2,91	1,57	1,27	0,0887	0,0886
150	2,87	0,91	0,70	0,51	0,0416	0,0411
330	1,79	0,25	0,31	0,17	0,0183	0,0174
500	1,57	0,12	0,21	0,09	0,0120	0,0115

3.7 Produção do aço em escala industrial

Após a caracterização dos aços produzidos em escala piloto, Tabela 3.2, o aço denominado Liga Experimental com 1,4%Ni foi escolhido o mais adequado para a fabricação de uma corrida industrial devido aos positivos resultados obtidos. A partir dessa escolha, esse material recebeu a denominação com

marca registrada de V8550M[®] [50]. Todas as etapas de fabricação desse aço ocorreram na planta industrial da Villares Metals S.A..

3.7.1 Fusão do aço

O processo iniciou na aciaria com o carregamento da sucata metálica e sua fusão em um Forno Elétrico a Arco (FEA), Figura 3.9, com capacidade de 35 tons de metal líquido. Posteriormente, o aço líquido foi transferido para um Forno Panela (FP), e realizado sua desoxidação e adições de ferro-ligas para o ajuste da composição química. Por fim, o metal líquido foi transferido para o forno de Desgaseificação a Vácuo – Forno VD (*Vacuum Degassing*) e conclusão do refino metalúrgico com posterior lingotamento convencional em lingoteiras de ferro fundido. Foram produzidos seis lingotes de seção quadrada de 474 mm e peso de 1.900 kg cada objetivado sua posterior conformação por laminação, e quatro lingotes de seção quadrada de 840 mm e peso de 5.700 kg cada, para posterior conformação via forjamento a quente.

A composição química obtida na corrida industrial do aço V8550M[®] pode ser observada na Tabela 3.8.

Tabela 3.8 - Composição química da corrida industrial do aço V8550M[®]. Valores em porcentagem em massa e balanço em Fe.

Aço	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Al
Aço V8550M [®]	0,23	0,21	1,41	0,013	0,020	1,51	0,65	1,43	0,08	1,00



Figura 3.9 - Imagem de um forno elétrico a arco sendo carregado com sucata metálica [3].

3.7.2 Conformação mecânica e tratamento térmico de revenimento

Todos os lingotes foram aquecidos e homogeneizados a 1220°C. Aqueles com peso de 1.900kg foram conformação por laminação em barras redondas com diâmetros variando entre 50 e 150 mm. Já os lingotes de 5.700 kg foram forjados em uma prensa industrial de 3.000 t de força em barras redondas variando entre 180 e 375 mm. A temperatura final de laminação e forjamento objetivada foi de 950°C.

Após a conformação a quente tanto por laminação quanto por forjamento as barras foram resfriadas ao ar calmo nos leitos industriais para têmpera em linha até temperatura ambiente.

As barras foram posteriormente revenidas a 670°C aplicando o tempo de 1 hora em temperatura a cada polegada de diâmetro das barras, ou mínimo de 3 horas. A dureza objetivada foi de 26-31 HRC.

A Figura 3.10 apresenta imagens de barras laminadas e forjadas do aço V8550M produzido em escala industrial.

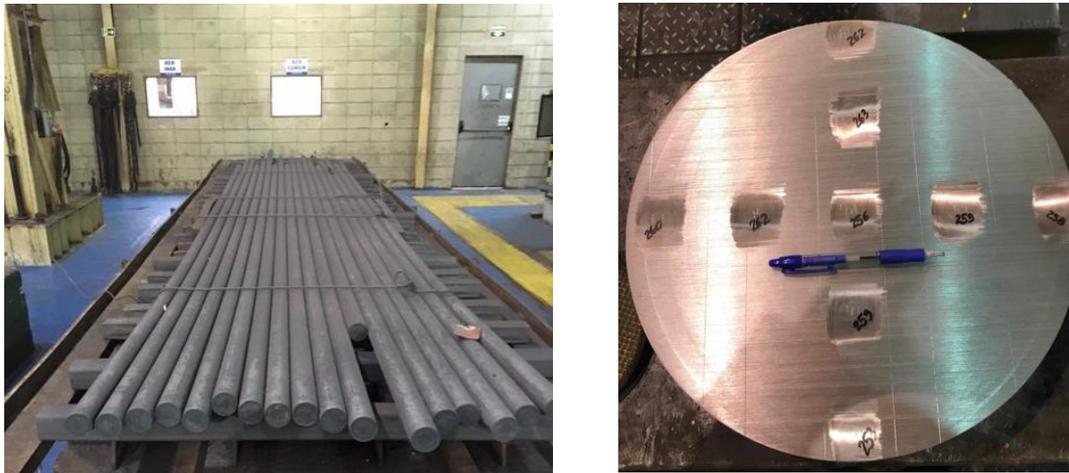


Figura 3.10 - Barras do aço V8550M[®] produzidas industrialmente: a) Barras laminadas dia. 67 mm após tratamento térmico de revenimento. b) Barra forjada dia. 330 mm após mapeamento de dureza do produto acabado. Fotos cortesia: Villares Metals S.A..

3.8 Retirada de corpos de prova das barras industriais

3.8.1 Barra forjada diâmetro de 330 mm

Foram serradas amostras da barra industrial forjada com diâmetro de 330 mm para caracterização microestrutural das regiões de superfície, meio raio e núcleo do diâmetro da barra.

Também foi avaliado o perfil de dureza em toda seção transversal da barra forjada do aço V8550M[®], e comparado com o perfil de dureza de uma barra de mesmo diâmetro do aço DIN 1.8550.

Um segmento de barra de 5.000 mm de comprimento foi serrado para realização dos testes de campo da manufatura de um cilindro de plastificação.

3.8.2 Barra laminada diâmetro de 67 mm

No caso da barra laminada também foi serrado um segmento de 6.000 m de comprimento para realização dos testes de campo da manufatura de uma rosca de plastificação.

3.9 Testes de Campo

3.9.1 Manufatura da rosca e cilindro de plastificação

Foi produzido industrialmente um cilindro e uma rosca de plastificação de polímeros por empresas especializadas do setor, com a finalidade de comparar o desempenho em manufatura do novo aço V8550M[®] com o tradicional DIN 1.8550. A manufatura consistiu em um canhão de duplo fuso para extrusora de polímeros pela empresa Luigi Miotto – LGMT localizada em Piracicaba – SP, e uma rosca também de máquina extrusora pela empresa Universaloy de São Bernardo do Campo – SP.

Os principais pontos avaliados pelas empresas foram o empenamento das peças usinadas, o desvio de furação profunda no caso do canhão e a usinabilidade em termos de consumo de ferramentas de corte. A avaliação do desempenho em manufatura não teve o objetivo de expressar os resultados em caráter científico com precisão estatística, mas sim registrar o relato do bom

desempenho do produto na indústria, uma vez que o trabalho de tese consiste em desenvolvimento tecnológico.

3.10 Avaliação mecânica e microestrutural dos aços em estudo

3.10.1 Ensaio mecânicos

Os ensaios mecânicos de impacto *Charpy V* e dureza foram realizadas segundo as normas ASTM A370, E8 e E23 [77 e 78].

Em relação aos ensaios de dureza, informações adicionais podem ser mencionadas conforme abaixo:

- Dureza Vickers (HV) com microidentador:
 - Carga de 5 kgf para as amostras dos ensaios de dilatométrica;
- Dureza Rockwell C nas amostras utilizadas para a montagem das curvas de revenimento e no perfil de dureza da seção transversal da barra de diâmetro de 330 mm forjada em escala industrial.

3.10.2 Ensaio metalográficos

Amostras para microscopia óptica e eletrônica de varredura: As amostras foram embutidas a quente (baquelite), e tiveram suas superfícies preparadas por lixamento com lixas de carbeto de silício (SiC) nas granulometrias 80, 120, 320 e 600 mesh, polidas em pasta de diamante de 6 e 1 μm e em suspensão de alumina de 0,25 μm . O reagente químico empregado no ataque químico das amostras para a análise metalográfica foi o Nital 4%.

Preparação de lâminas finas para microscopia eletrônica de transmissão:

Inicialmente cortou-se fatias finas dos corpos de prova de impacto Charpy-V ensaiados com espessura entre 0,5 e 1,0 mm em cut-off com disco de diamante. As amostras foram lixadas com lixa de carbeto de silício (SiC) na granulometria de 320 mesh até espessura de aproximadamente 70 μm . Na sequência, pequenos discos com 3 mm de diâmetro foram estampados. Os discos finos foram novamente lixados em lixas de granulometria de 2500 mesh. A finalização da amostra ocorreu até se obter um furo em que sua borda contenha uma área com espessura < 100 nm, com a técnica de polimento eletrolítico no equipamento *Tenupol* da marca *Strauers*.

Polimento eletrolítico: A solução utilizada foi de 25% ácido perclórico e 75% álcool etílico e os seguintes parâmetros:

- Temperatura de -20°C (controlando com a adição de Etileno Glicol para não congelar a solução)
- Amperagem: 5 A
- Voltagem: 40 V
- Sensitividade: Posição 8
- Fluxo da solução (*Flowrate*): Posição 3
- Tempo necessário para perfurar a amostra: 10 segundos.

Extração de Réplicas de Precipitados com filme de carbono: Inicialmente atacou-se a superfície da amostra polida com solução de nital 4%, para expor os carbonetos na superfície da amostra removendo a matriz ferrosa do aço parcialmente. Então recobre-se a superfície atacada com uma camada de carbono depositada por vapor.

Aplicou-se o polímero “*formar*” diluído em formol sobre a camada de carbono. Após secagem do polímero fez-se cortes com estilete sobre o polímero/filme de carbono em formato de grade quadrada, com 3mm de lado.

Finalmente a amostra é submersa em uma solução de Nital 10% para sua completa dissolução da matriz. As películas não dissolvidas no ácido são coletadas em grades de cobre, e após secagem está concluída a réplica da amostra.

3.10.3 Microscopia

Realizado análise da microestrutura e das fases presentes por MO, MEV-FEG e MET. Também foi realizada investigação da superfície de fratura em MEV dos corpos de prova rompidos nos ensaios de impacto Charpy-V. Em microscopia eletrônica utilizou-se o recurso de EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) para mapeamento dos elementos presentes nos carbonetos. Tais ensaios foram conduzidos no Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE da Universidade Federal de São Carlos – UFSCar. As análises de difração de elétrons de área selecionada (SADP) foram realizadas também com auxílio do MET para identificar e confirmar cristalograficamente as fases presentes nos aços com diferentes adições de Ni. Os padrões das fases ferrita ccc (Fe- α), austenita cfc (Fe- γ), martensita tcc (tetragonal de corpo centrado) e cementita (Fe₃C) contendo as distâncias interplanares (d_{hkl}) em angstroms e ângulos 2θ de difração, de acordo com a lei de Bragg ($n\lambda = 2d \sin\theta$), podem ser vistos no Anexo A nas últimas páginas da tese.

O objetivo da análise de MET foi um estudo mais refinado e profundo das fases e estruturas presentes nas amostras com variação do teor de Ni. As técnicas utilizadas no MET foram, além das imagens de transmissão, de campo claro (BF) e campo escuro (DF), a análise de padrões de difrações das fases, e microanálise por EDS. A operação do equipamento e análises foram conduzidas no LCE/UFSCar, pelo professor orientador Dr. Conrado R. M. Afonso. O microscópio utilizado foi o FEI Tecnai G² F20 (FEG – *field emission gun*) de 200 kV TEM/STEM, com um equipamento de EDS acoplado do fabricante EDAX.

Os ensaios de difração de elétrons retroespalhados - EBSD (*electrons backscattered diffraction*) em microscopia eletrônica de varredura foi realizado em parceria com a Universidade Politécnica de Valencia (UPV) em Valência, na Espanha, para mapear cristalograficamente através de padrões de linhas de Kikuchi (estatisticamente) os tamanhos e as áreas dos pacotes e ripas da bainita (fase Fe- α , Ferrita) e da martensita revenida, ou seja, determinar os tamanhos de grão com precisão da orientação cristalina. Também foi avaliado a fração de

fases formadas no material de acordo com orientações dos parâmetros de rede descritas no Anexo B.

3.10.4 Difração de Raios-X (DRX)

A análise por difração de raios-X teve como objetivo observar as fases presentes nos aços estudados com diferentes adições de Ni. O ensaio foi realizado utilizando um difratômetro, com intervalo de varredura 2θ de 0 a 90° com passo de $0,02^\circ$ por 0,25s. Os ensaios foram realizados no LCE, DEMa-UFSCar.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Composição química e a proposta de *alloy design*

Nesse primeiro item dos resultados e discussões do trabalho é apresentada a estratégia de *alloy design* utilizada no desenvolvimento dos aços experimentais propostos, a razão dos teores de cada elemento de liga adicionado, e seus principais papéis nas etapas de fabricação do aço. Além disso, também é elucidado os efeitos metalúrgicos desejados com as adições de elementos de liga na microestrutura, nas propriedades mecânicas e na temperabilidade dos aços estudados.

A principal estratégia do *alloy design* nesse trabalho foi em obter um aço com altíssima temperabilidade, que apresente microestrutura e propriedades mecânicas homogêneas em toda seção transversal de barras com diâmetros entre 20 e 500 mm. Possibilitando assim, produzir quaisquer que sejam as rocas e cilindros de plastificação demandados pela indústria.

A altíssima temperabilidade vislumbrava a finalidade de permitir temperar os aços propostos, com o simples resfriamento ao ar após as etapas de laminação ou forjamento das barras, ou seja, aplicar a têmpera em linha.

Pelo fato de os aços serem temperados em linha com resfriamento ao ar em seu processo de fabricação, obtém-se barras com baixos níveis de distorções e elevada estabilidade dimensional. O nível de tensões residuais no material será baixo, pois a transformação de fases no resfriamento ocorrerá praticamente de forma simultânea da superfície até o núcleo das barras.

Com a elevada temperabilidade do aço, haverá também a formação de apenas um microconstituente em toda seção transversal das barras. O objetivo de se produzir aços totalmente bainíticos no presente trabalho, também vislumbra a baixa geração de tensões residuais, uma vez que não haverá

expansões volumétricas heterogêneas características de materiais com múltiplos microconstituintes.

Os elementos químicos nos aços experimentais propostos, que mais se diferem da composição química nominal do DIN 1.8550 são: carbono, manganês, molibdênio, vanádio e o níquel. Para o níquel o estudo foi realizado em maiores detalhes e proposto quatro teores distintos desse elemento na composição base dos aços experimentais.

A Tabela 3.2. do Capítulo de Materiais e Métodos apresentou composição química real obtida nos aços produzidos em escala piloto. Para melhor visualização dos principais elementos que se diferenciam do DIN 1.8550 a composição nominal é apresentada novamente na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Composição química nominal do aço DIN 1.8550 e da liga experimental proposta. Valores em porcentagem em massa e balanço em Fe.

Aço	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Al	P _{cm}
DIN 1.8550	0,35	0,30	0,60	1,70	0,20	1,00	<0,01	0,90	0,50
Ligas experimentais	0,20	0,25	1,45	1,55	0,65	0,03 0,70 1,40 2,75	0,07	0,90	0,40 a 0,45

*Carbono equivalente: $P_{cm} = \text{Material cracking parameter}$

$$P_{cm} = C + Si/30 + Mn/20 + Cu/20 + Ni/60 + Cr/20 + Mo/15 + V/10 [76].$$

Carbono: Houve significativa redução no teor de carbono de 0,35% para 0,20%. A dureza objetivada dos aços para aplicação em roscas e cilindros é de 26 a 31 HRC, e teores de carbono ao redor de 0,20% são suficientes para obtenção de tal dureza quando o aço é temperado e revenido, vide Figura 2.12. O excesso de carbono implica em aços com maiores níveis de segregação e formação de microestruturas mais heterogêneas.

É também usual a aplicação de soldas em roscas e cilindros [7-8]. Por essa razão, o reduzido teor do carbono dos aços experimentais contribui positivamente, os tornando menos susceptíveis a trincas. O carbono equivalente, pela fórmula do P_{cm} , é menor nos aços experimentais que no DIN 1.8550, vide novamente Tabela 3.2.

Taxas de resfriamento típicas das zonas termicamente afetadas em processos de soldagem convencionais são da ordem de 5 a 30°C/s [79,80]. Se analisado as durezas obtidas após ensaio de dilatométrica dos aços produzidos em escala piloto, que foram submetidos a taxas de resfriamento que compreendem os processos de soldagem, nota-se uma dureza significativamente maior no DIN 1.8550 que nas ligas experimentais, vide Figura 4.1.

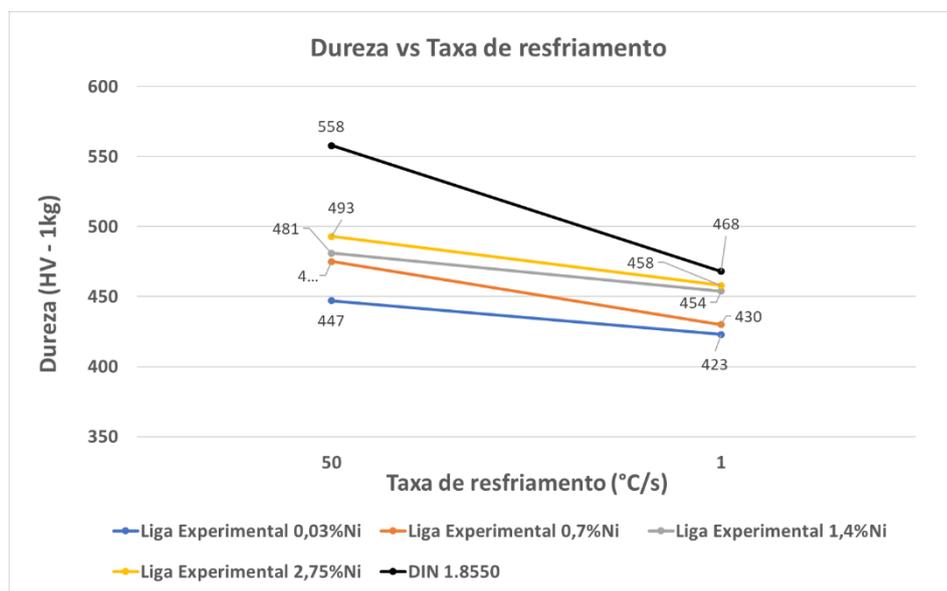


Figura 4.1 - Dureza dos aços produzidos em escala piloto após submetidos a taxas de resfriamento que simulam os resfriamentos das zonas termicamente afetadas (ZTA) em processos de soldagem convencionais. Ensaio realizado por dilatométrica com aquecimento a 920°C e resfriamento a temperatura ambiente.

Manganês: Significativo aumento no teor de manganês foi proposto nas ligas experimentais, com o principal objetivo de aumentar a temperabilidade dos aços, e endurecimento por solução sólida. O Mn, que é da ordem de 0,6% no DIN 1.8550, passou para 1,45% nos aços experimentais. Além de contribuir com o aumento da temperabilidade dos aços [13], o custo do Mn como elemento de liga é relativamente baixo.

Molibdênio: Esse elemento também está presente nas ligas experimentais em teor significativamente superior em relação ao DIN 1.8550, respectivamente 0,65% e 0,20%. O molibdênio possui uma característica única no aumento da temperabilidade dos aços, que é de atrasar a formação da perlita e ferrita, sem grandes mudanças cinéticas na formação da bainita. Em outras palavras o molibdênio desloca para a direita da curva TTT (Tempo – Temperatura – Transformação) os campos perlíticos e ferríticos, ficando assim exposto um significativo campo para formação de bainita, vide novamente Figura 2.14. O principal elemento de contribuição para formação dos aços bainíticos nesse trabalho é o molibdênio.

Vanádio: Microadições de vanádio foram realizadas no aço experimental, 0,07%, com a principal finalidade de controle do tamanho de grão austenítico e endurecimento por precipitação do produto final.

Níquel: O elemento níquel possui a característica de aumentar a resistência mecânica dos aços sem detrimento as propriedades de tenacidade e ductilidade, discutido no Capítulo item 2.4 e 2.4.1. Contudo, suas adições em aços devem ser realizadas com parcimônia devido ao seu custo de liga ser elevado.

No presente trabalho o elemento Ni foi utilizado na fabricação de quatro aços experimentais com teores respectivamente de 0,03%, 0,70%, 1,40% e 2,75%, sobre a composição química base apresentada na Tabela 4.1. Nos demais itens do Capítulo de Resultados e Discussões será evidenciado o efeito do Ni no atraso da cinética de transformação da ferrita e perlita, favorecendo formação de bainita e martensita. Além de favorecer a formação de bainita

inferior em detrimento a bainita superior, que foram os principais mecanismos observados no presente trabalho.

4.2 Avaliação microestrutural e de dureza das barras forjadas e temperadas em linha

Após o forjamento a quente dos lingotes produzidos em escala piloto em barras quadradas de 80 mm de lado, tais barras foram resfriadas ao ar proporcionando a tempera em linha dos aços.

A têmpera em linha também foi aplicada ao aço DIN 1.8550 apenas para efeito comparativo de sua microestrutura com os aços experimentais. Para os demais testes mecânicos e microestruturais realizados no trabalho, a barra do aço DIN 1.8550 seguiu sua rota padrão de produção com austenitização em forno estacionário, seguido de têmpera em óleo e revenimento.

As Figuras 4.2 e 4.3 apresentam respectivamente as micrografias dos aços experimentais e do DIN 1.8550 temperados em linha.

O aço com 0,03%Ni apresentou formação de ferrita pró-eutetóide em meio a uma matriz refinada de bainita. A formação de ferrita no aço com 0,03%Ni já o define como de temperabilidade insuficiente para a aplicação em roscas e cilindros, uma vez que é necessário produzir barras de até 500 mm de diâmetro. O *alloy design* com baixíssimo Ni não foi capaz de formar uma microestrutura homogênea, nem mesmo na barra forjada de 80 mm após têmpera em linha.

Os aços com 0,70 e 1,40% Ni apresentaram microestruturas refinadas e totalmente bainítica. Em nível de microscopia óptica, ambas microestruturas possuem características muito semelhantes. Já o aço com 2,75% Ni também apresentou microestrutura heterogênea, porém, nesse caso, composta de martensita (regiões mais claras) e bainita (regiões mais escuras).

O aço DIN 1.8550 apresentou microestrutura heterogênea composta de ferrita pró-eutetóide e matriz bainítica significativamente mais grosseira que a formada nos aços experimentais. Nota-se que foi efetiva a microadição de V nas ligas experimentais para controle do tamanho de grão austenítico. No aço DIN 1.8550 a bainita formada apresenta um aspecto mais em pacotes, podendo evidenciar os antigos contornos de grão austeníticos.

Com base nas microestruturas heterogêneas dos aços com 0,03% Ni e 2,75% Ni obtidas após forjamento e têmpera em linha, já se pode concluir que eles não são candidatos mais indicados para o objetivo do trabalho. Isso porque espera-se que o aço tenha altíssima temperabilidade e bainítico.

Todavia, seguiu-se realizando os demais ensaios previstos nesse trabalho para todos os aços experimentais, pois analisar as respostas dos aços com composição química nos dois extremos da faixa de Ni estudados, fornece subsídios para entender o efeito do elemento Ni na microestrutura bainítica.

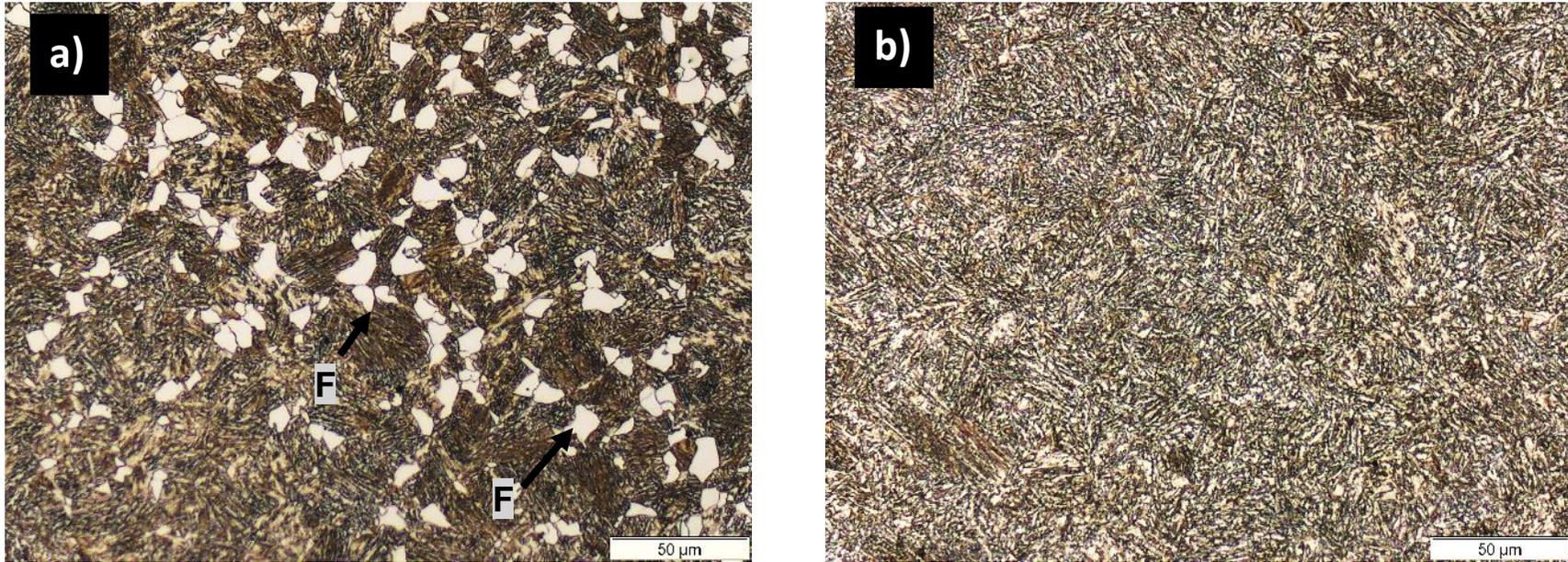


Figura 4.2 - Microestruturas dos aços experimentais após forjamento a quente e temperados em linha com resfriamento ao ar. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 500X. Ataque Nital 4%. Grãos de ferrita pró-eutetóide estão indicadas por setas.

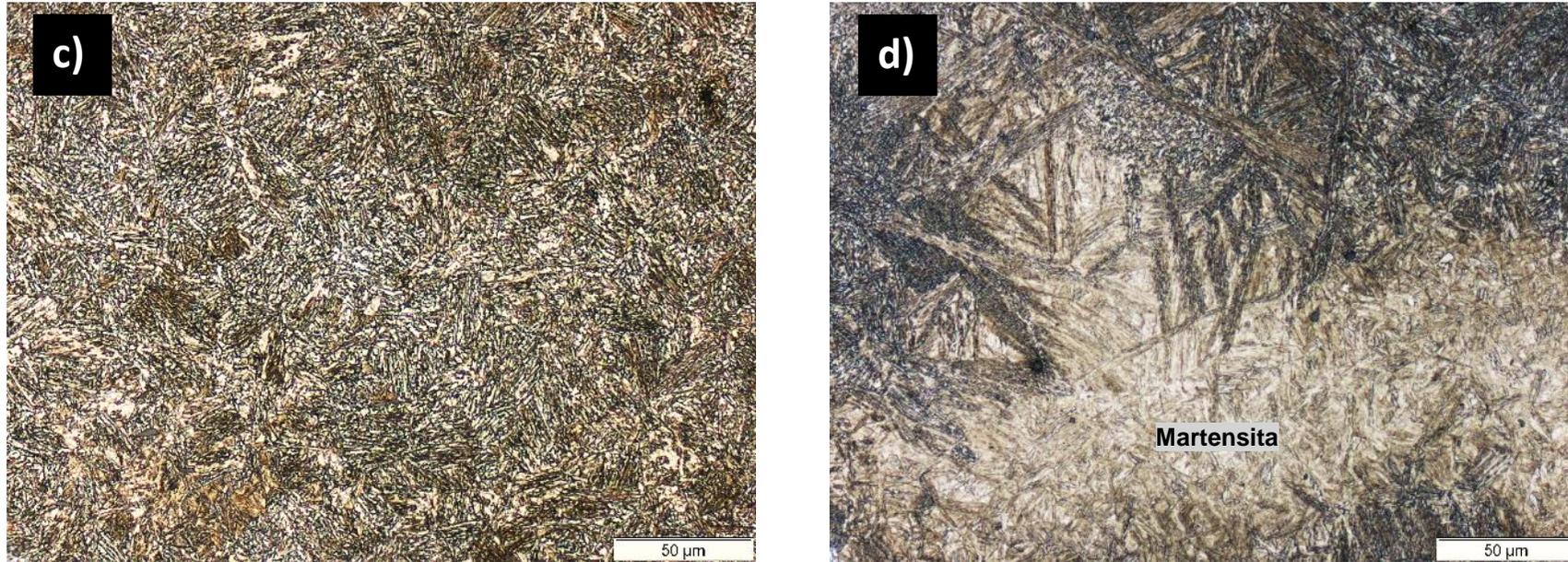


Figura 4.12 continuação - Microestruturas dos aços experimentais após forjamento a quente e temperados em linha com resfriamento ao ar. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 500X. Ataque Nital 4%. Grãos de ferrita pró-eutetóide estão indicadas por setas.

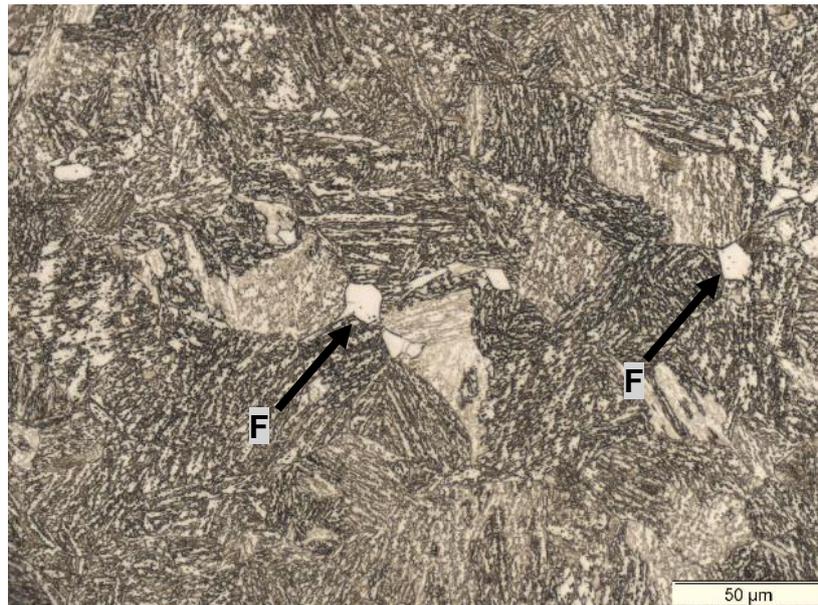


Figura 4.3 - Microestrutura do aço DIN 1.8550 após forjamento a quente e tempera em linha com resfriamento ao ar. Magnificação 500X, ataque Nital 4%. Grãos de ferrita pró-eutetóide estão indicadas por setas.

A Figura 4.4 apresenta a dureza dos materiais temperados em linha após forjamento. Nota-se que há o aumento da dureza com a evolução do teor de níquel para os aços experimentais. Os valores de dureza obtidos estão compreendidos entre 35 e 43 HRC, e, portanto, acima da faixa de dureza objetivada para aplicação em roscas e cilindros que é de 26 a 31 HRC. Dessa maneira, é totalmente viável que os aços temperados em linha tenham suas durezas adequadas a faixa de aplicação do produto, por meio de um tratamento térmico de revenimento.

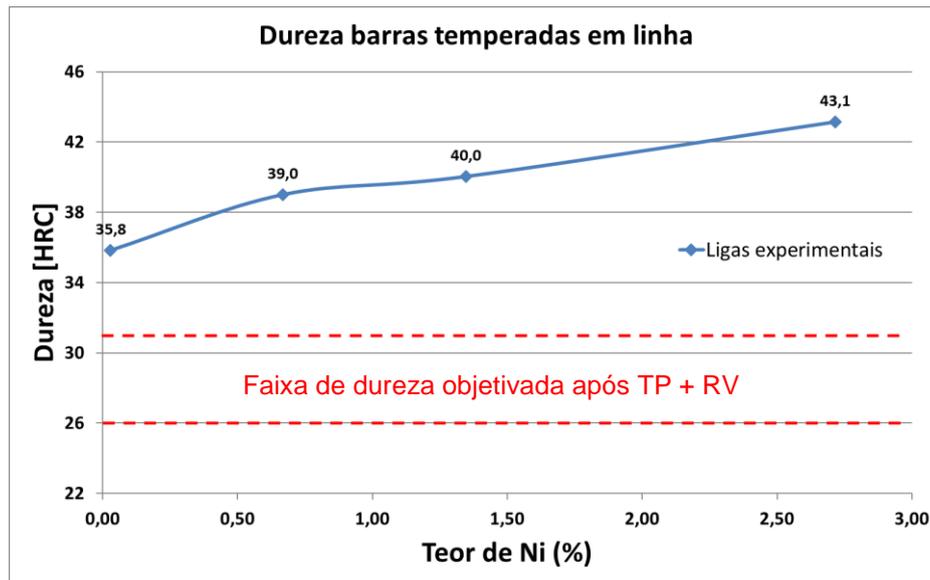


Figura 4.4 - Dureza dos materiais após forjamento e têmpera em linha ao ar.

4.3 Curva de revenimento dos aços experimentais

Como as composições químicas dos aços experimentais foram propostas exclusivas desse trabalho de tese, montou-se suas curvas de revenimento, conforme apresentado na Figura 4.5 item a). A curva de revenimento do aço DIN 1.8550 também foi reproduzida experimentalmente, Figura 4.5 item b) para comparação com a da literatura, Figura 2.6, e com a dos aços propostos.

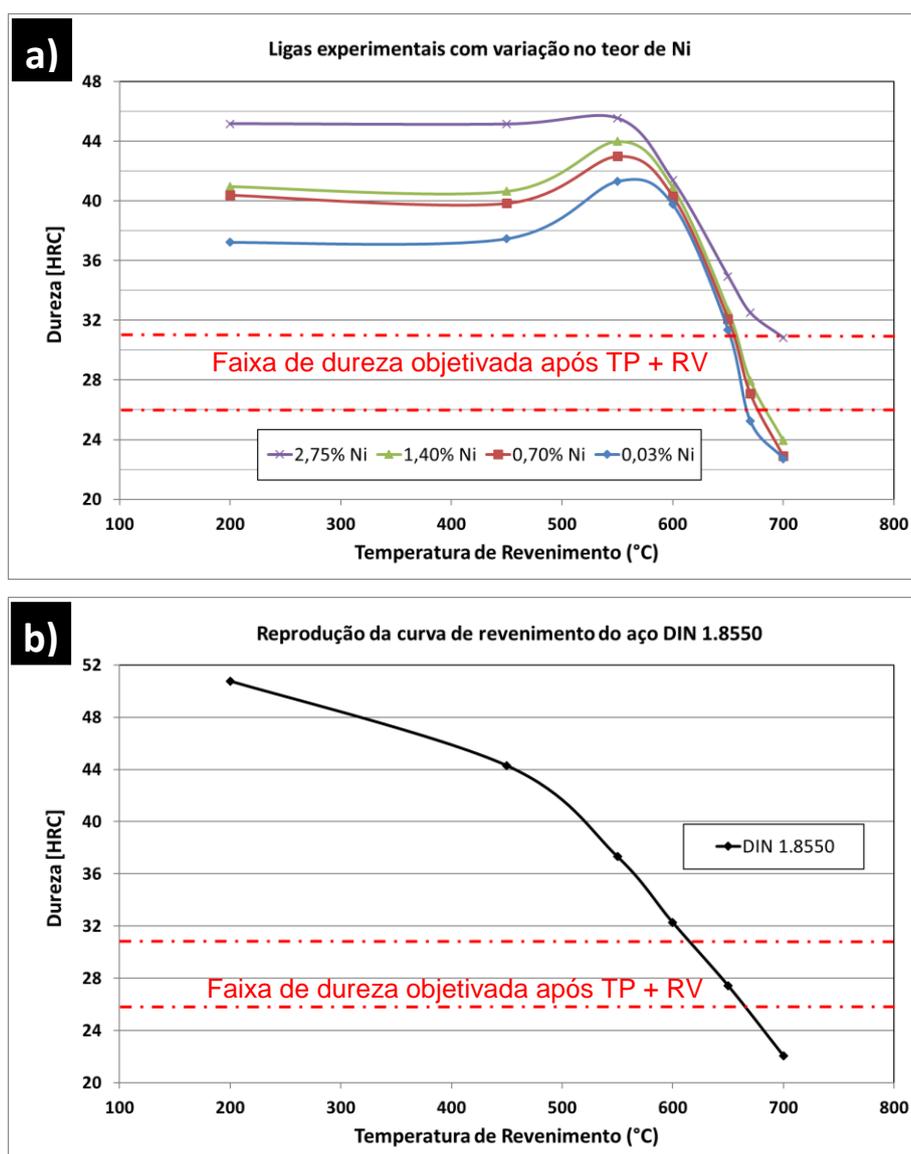


Figura 4.5 - a) Curva de revenimento dos aços experimentais com variação de Ni; b) Curva de revenimento do aço DIN 1.8550.

Nota-se que a temperatura de revenimento para a faixa de dureza objetivada é entre 660 e 670°C para os aços com 0,03% Ni, 0,70%Ni e 1,40%Ni. Já o aço com 2,75% Ni não é capaz de reduzir sua dureza para valores inferiores a 30 HRC num tempo de exposição de 3 horas em temperatura que foi a duração do tratamento térmico. A temperatura A_{c1} do aço com 2,75%Ni é de 705°C, vide Tabela 3.5. Nota-se que, com o aumento do teor de Ni, houve redução das temperaturas críticas, e caso o revenimento do aço com 2,75% Ni fosse realizado

em temperaturas superiores, iniciaria a formação de austenita, uma vez que a temperatura estaria no campo de fases inter-crítico ($\alpha+\gamma$).

Os aços experimentais apresentaram endurecimento secundário no revenimento ao redor de 550°C, diferentemente do aço DIN 1.8550, que não apresenta tal comportamento, vide curva na Figura 2.6 e Figura 4.5 item b). O pico de endurecimento secundário ocorreu nos aços experimentais, devido principalmente ao maior teor de Mo e as adições de V em sua composição química. Na temperatura de 550°C o Mo e V são capazes de difundir, combinar com o carbono e outros elementos de liga e precipitar na forma de carbonetos.

Durante a manufatura de roscas e cilindros de plastificação, os componentes são submetidos a tratamentos termoquímicos de nitretação. Isso ocorre para que os componentes resistam a abrasão com os polímeros e cargas processadas [1, 10, 11].

É importante que a temperatura de revenimento realizada na produção do aço, seja superior em ao menos 50°C, as temperaturas típicas de nitretação. Usualmente a nitretação de roscas e cilindros ocorre a 520°C [81]. Desse modo, durante os longos ciclos de nitretação, não haverá redução da dureza do substrato.

Nesse contexto, os aços experimentais apresentaram faixa adequada de temperatura de revenimento, que é de 660-670°C.

4.4 Ensaios mecânicos de impacto – Charpy V

A especificação mínima de resistência mecânica, para aplicação em roscas e cilindros é 30 J de energia absorvida. O ensaio realizado é o de impacto Charpy, com entalhe em V.

A Figura 4.6 apresenta os resultados de impacto dos aços experimentais.

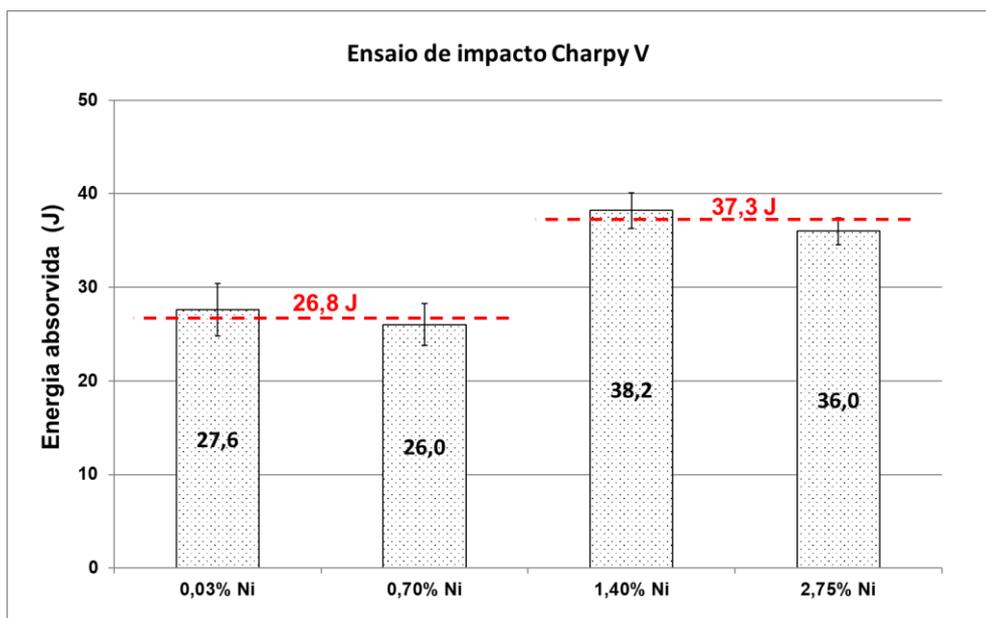


Figura 4.6 - Resultado de energia absorvida em ensaio de impacto Charpy-V dos aços experimentais. Os materiais apresentaram dois patamares distintos de valores em energia destacados pelas linhas tracejadas em vermelho.

Verificou-se que os aços com maiores teores de Ni apresentaram propriedades mecânicas em média 39% superiores aos aços com menores teores desse elemento. Os aços estudados com teores de Ni até 0,70% apresentaram energia absorvida entre 25 e 30 J, enquanto os com teores a partir de 1,40% a energia absorvida foi entre 35 e 40 J. Identifica-se assim a existência de dois patamares distintos de valores em energia absorvida entre os aços experimentais estudados, conforme observado na Figura 4.6.

Com o objetivo de entender essa diferença em propriedades mecânicas, foi analisado o aspecto da fratura dos corpos de prova em MEV. As Figuras 4.7 e 4.8 apresentam as imagens.

O modo de fratura predominante nos aços com 0,03% e 0,70% Ni é clivagem. Esse aspecto é típico de material frágil, e corrobora com os menores valores de energia obtidos.

No aço com 1,40% o modo de fratura predominante é o de quase-clivagem, mas também é possível observar a presença de cavidades (*dimples*)

de deformação. No aço com 2,75% Ni a fratura foi de caráter dúctil, com a significativa presença de *dimples*.

Os corpos de prova de impacto ensaiados, tiveram suas microestruturas avaliadas por MO, MEV e MET. A finalidade foi de entender o efeito do Ni na microestrutura, que justifique as melhores propriedades nos aços com maiores teores desse elemento.

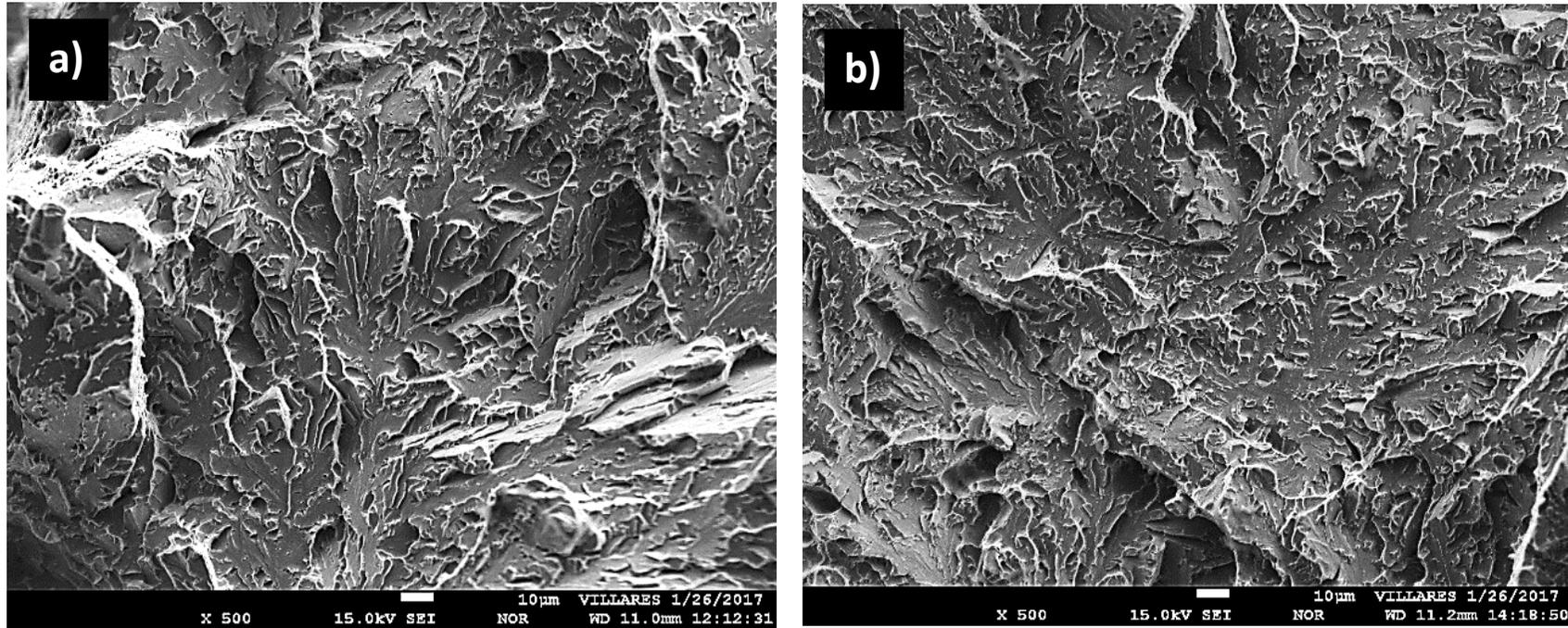


Figura 4.7 - Aspecto da fratura por MEV dos corpos de prova de impacto Charpy V ensaiados. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 500X.

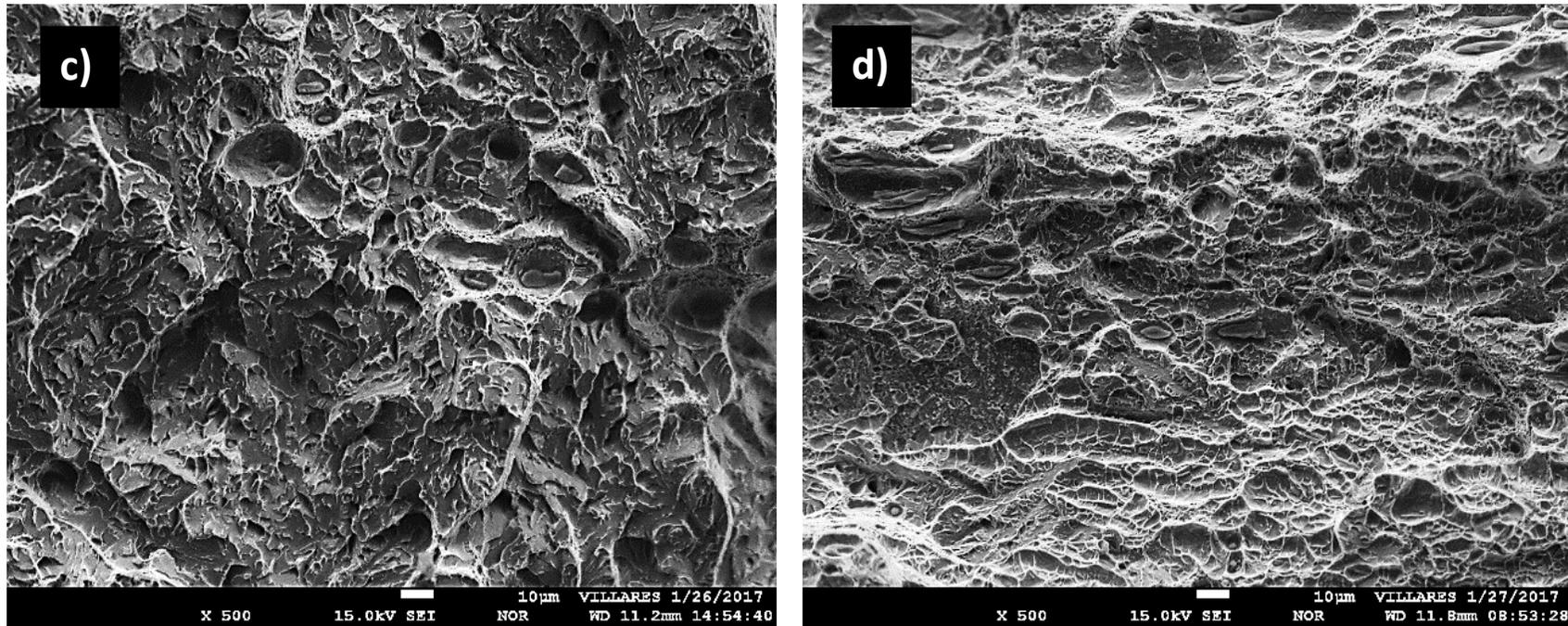


Figura 4.7 continuação - Aspecto da fratura por MEV dos corpos de prova de impacto Charpy V ensaiados. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 500X.

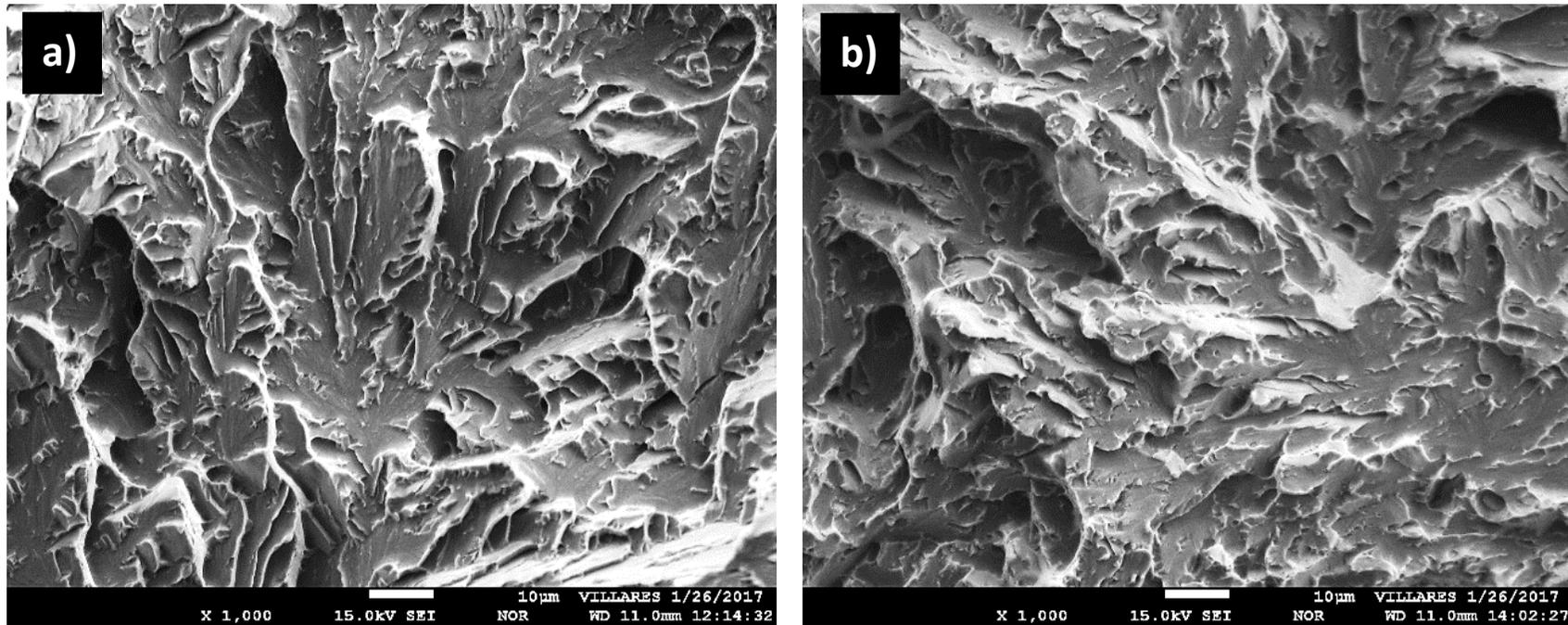


Figura 4.8 - Aspecto da fratura por MEV dos corpos de prova de impacto Charpy V ensaiados. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 1000X.

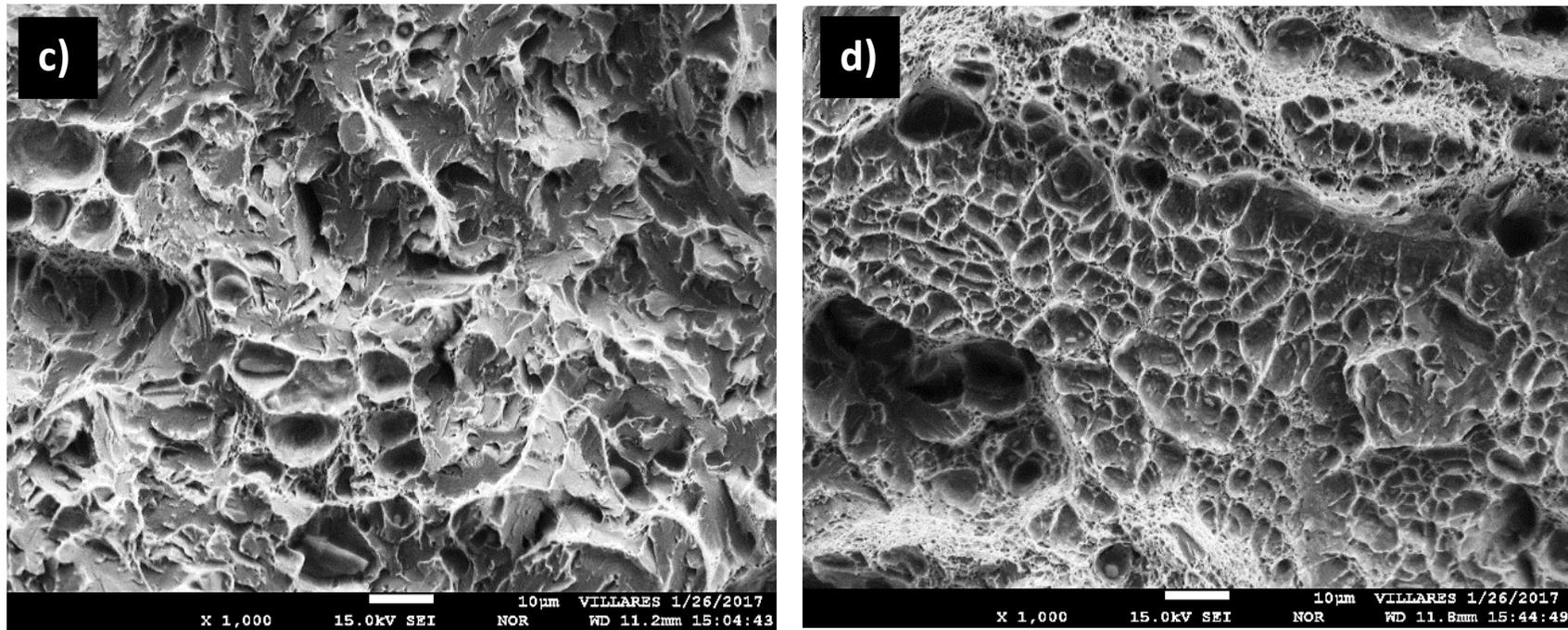


Figura 4.8 continuação - Aspecto da fratura por MEV dos corpos de prova de impacto Charpy V ensaiados. a) 0,03% Ni, b) 0,70% Ni, c) 1,40% Ni, d) 2,75% Ni. Magnificação 1000X.

4.4.1 Análise da microestrutura por Microscopia Óptica

As microestruturas dos corpos de prova de impacto analisadas em microscopia óptica são apresentadas na Figura 4.9. Vale a pena recordar que os corpos de prova de impacto foram revenidos de maneira que todos os materiais estivessem com durezas próximas e dentro da faixa especificada para o produto.

Comparando as microestruturas dos aços na condição temperado em linha e revenido, Figura 4.9, com a condição apenas temperado em linha, Figura 4.2, nota-se que após o revenimento, a microestrutura se tornou ligeiramente mais grosseira e menos acicular. Tal fato se deve as elevadas temperaturas utilizadas no revenimento, 660 – 670°C. Durante o revenimento há o coalescimento dos carbonetos que precipitaram na transformação bainítica, também ocorre a precipitação e crescimento de novos carbonetos de liga, e a perda de acicularidade da bainita com crescimento de grão.

A microestrutura que mais se difere antes e após revenimento é a do aço com 2.75%. Note que as regiões claras onde houve a formação de martensita, praticamente não são mais identificadas após o revenimento. O tratamento térmico de revenimento induziu intensa precipitação de carbonetos nessas regiões supersaturadas de soluto, e por meio de análise via Microscopia Óptica, não é possível diferenciar a martensita revenida da bainita também revenida.

Analisando a matriz de bainita revenida dos aços experimentais com 0,03%, 0,70% e 1,40% Ni da Figura 4.9, nota-se a formação de uma estrutura mais grosseira no aço de 0,03% Ni. Ele apresenta regiões de ferrita bainítica com baixíssima precipitação de carbonetos em seu interior, podendo classificar tais regiões como bainita superior/granular.

Os aços com 0,70% e 1,40% de Ni apresentaram microestruturas muito semelhantes compostas totalmente de bainita. Por meio de análise via microscopia óptica, praticamente não é possível diferenciá-las. Percebe-se apenas o material com 1,40% Ni ligeiramente mais refinado.

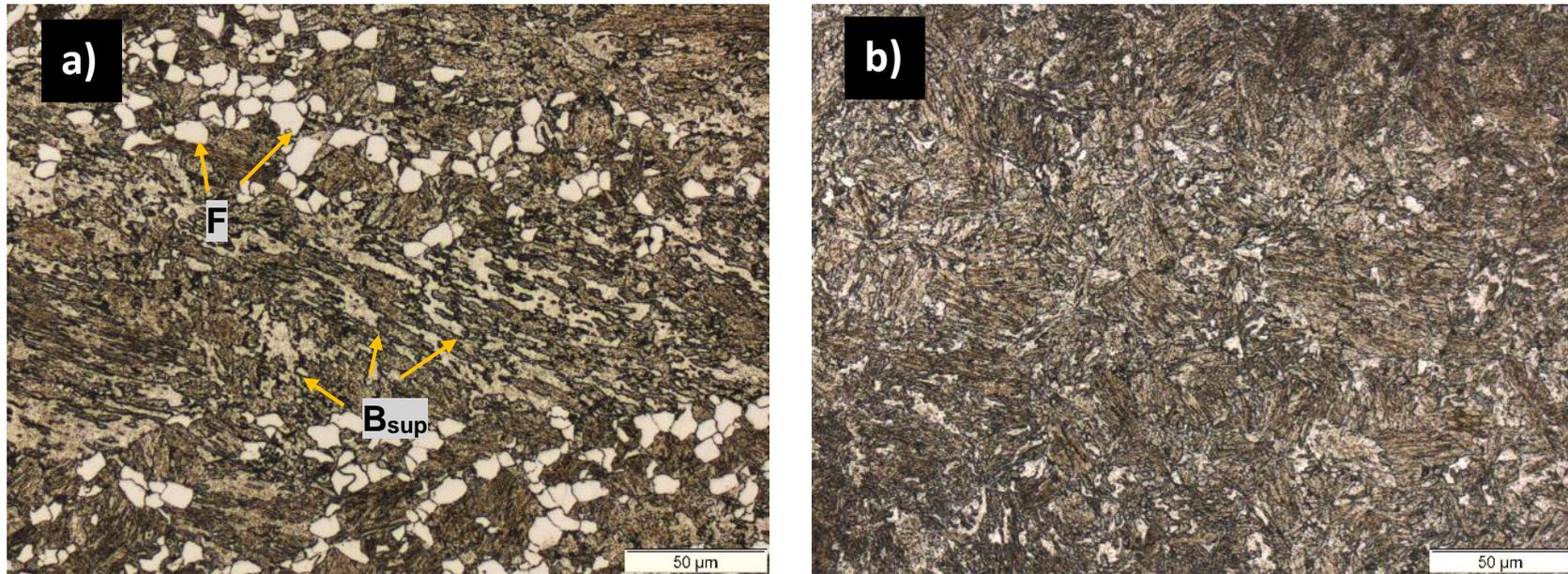


Figura 4.9 - Microestruturas dos corpos de prova do ensaio de impacto. Materiais temperados em linha e revenido. a) 0,03% Ni; b) 0,70% Ni; c) 1,40% Ni; d) 2,75% Ni. Magnificação 500X. Ataque Nital 4%.

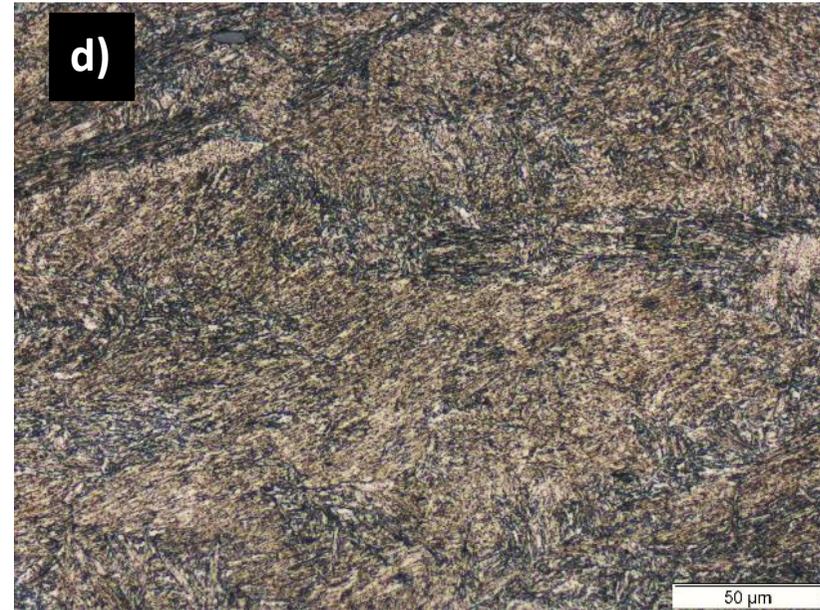
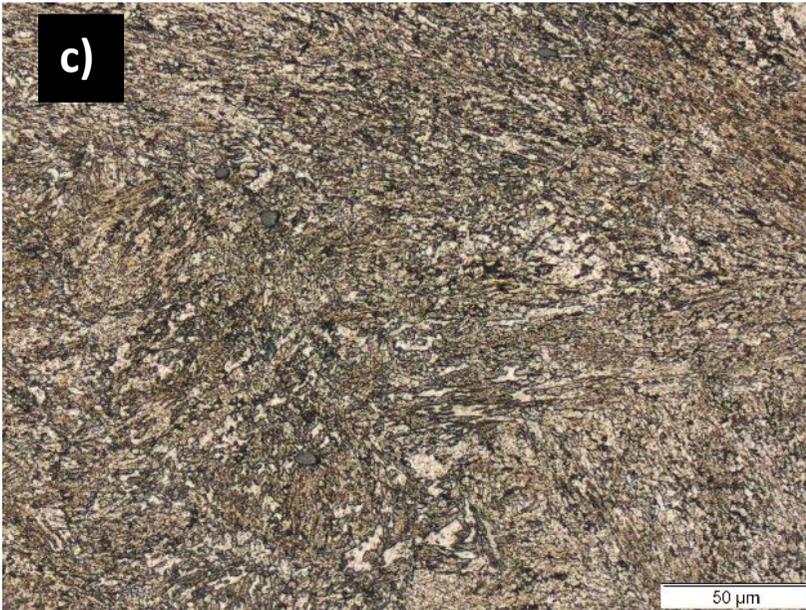


Figura 4.9 continuação - Microestruturas dos corpos de prova do ensaio de impacto. Materiais temperados em linha e revenido. a) 0,03% Ni; b) 0,70% Ni; c) 1,40% Ni; d) 2,75% Ni. Magnificação 500X. Ataque Nital 4%.

4.4.2 Difração de Elétrons Retroespalhados – EBSD (*Electron Backscattered Diffraction*)

Os aços experimentais foram analisados por meio da técnica de EBSD (*Electron Backscattered Diffraction*), acoplada a microscopia eletrônica de varredura (MEV), mapeando às fases através de linhas de Kikuchi, e medindo o tamanho de grão com precisão por meio da orientação cristalográfica. Dessa maneira foi possível determinar os limites de cada grão, e eliminar a falta de resolução da microscopia óptica dos contornos de feixes e ripas da bainita/martensita.

A Figura 4.10 apresenta as imagens eletrônicas e os mapas de orientação cristalográfica obtidos por EBSD.

A análise estatística do tamanho de grão é apresentada na Figura 4.11. Avaliando não apenas a média do tamanho de grão de cada aço, mas principalmente a dispersão dos tamanhos de grão nas amostras, nota-se visível diferença indicando maior homogeneidade microestrutural nos aços com 1,40% e 2,75%Ni. A dispersão de tamanho de grão é representada graficamente pelo formato das curvas gaussianas de distribuição normal, e podem ser vistas nos diagramas a esquerda da Figura 4.11.

Os aços com 0,03% e 0,70% Ni apresentaram em comum uma fração volumétrica entre 12 - 15% de grãos maiores que 12,5 μm , por outro lado, nos aços com 1,40% e 2,75% Ni a fração volumétrica foi de 4 a 6%. A frequência de grão maiores que 12,5 μm está graficamente representada nos diagramas à direita da Figura 4.11.

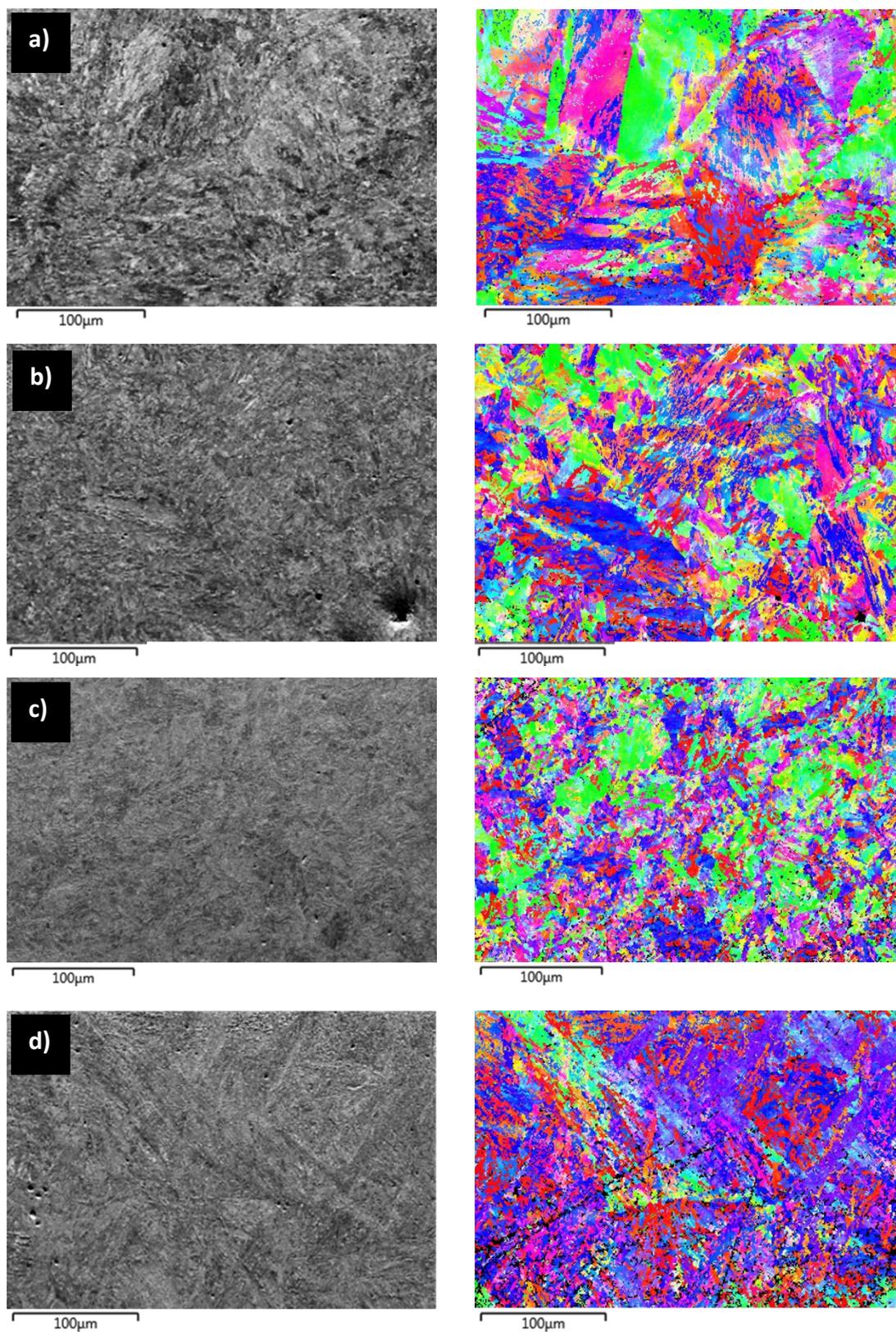


Figura 4.10 - Imagens de MEV em sinal BSE (à esquerda) e seu respectivo mapas de orientação cristalográfica obtidos por EBSD, direção normal (à direita). a) 0,03%Ni, b) 0,70%Ni, c) 1,40%Ni e d) 2,75%Ni.

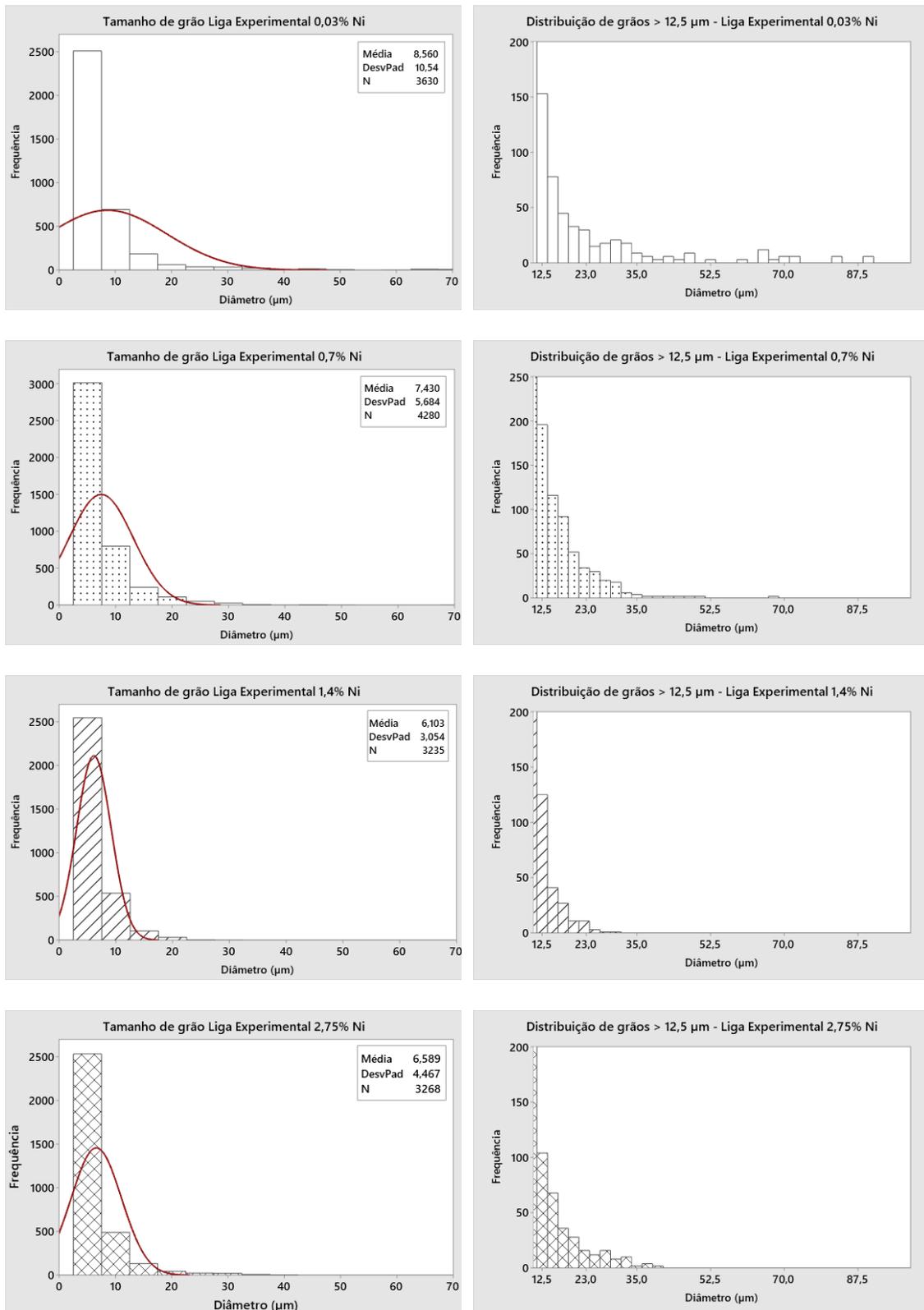


Figura 4.11 - Análise estatística do tamanho de grão medido por EBSD dos aços experimentais. À esquerda distribuição estatística do tamanho de grão e curva normal da dispersão. À direita frequência de grãos maiores que 12,5 μm.

Por meio da análise via EBSD também foi possível determinar quantitativamente a área dos grãos de cada aço em μm^2 , e realizar novamente uma análise estatística detalhada, vide Figura 4.12. As médias das áreas dos grãos foram significativamente diferentes entre os aços estudados, variando entre 37 e 145 μm^2 . As menores médias foram obtidas nos aços com 1,40% e 2,75% Ni, respectivamente 37 e 50 μm^2 . Já os aços com 0,03% e 0,70% Ni apresentaram áreas médias de grãos de 145 e 69 μm^2 , respectivamente. As dispersões das áreas dos grãos também tiveram maior amplitude nos aços com 0,03% e 0,70% Ni, o que é resultado de suas microestruturas mais heterogêneas, vide diagramas ao lado esquerdo da Figura 4.12.

A frequência de grãos com área superior a 150 μm^2 é representada nos gráficos a direita da Figura 4.12, e no presente estudo, todos os grãos com diâmetro equivalente maior ou igual de 12,5 μm apresentaram área superior a 150 μm^2 . Com essa correlação foi possível determinar que os aços com 0,03% e 0,70% Ni possuem respectivamente, uma fração total de sua área de ~ 80% e 60% composta por grãos com maiores que 12,5 μm . Enquanto isso, nos aços com 1,40% e 2,75% Ni a fração total da área é de ~ 30 e 40%, respectivamente.

A Tabela 4.2 sumariza a análise estatística obtida via EBSD dos tamanhos de grão e suas respectivas áreas. Em resumo, os aços de maiores teores de Ni (1,40% e 2,75%) possuem uma microestrutura mais refinada e homogênea, o que contribuiu para as propriedades mecânicas superiores nos ensaios de impacto.

Tabela 4.2 - Fração volumétrica de grão maiores que 12,5 μm e sua correspondente participação na área total das amostras.

Análise quantitativa via EBSD	Aços experimentais			
	0,03% Ni	0,7% Ni	1,40% Ni	2,75% Ni
Fração volumétrica de grãos > 12,5 μm	15%	12%	4%	6%
Área da amostra composta por grãos > 12,5 μm	81%	59%	27%	43%

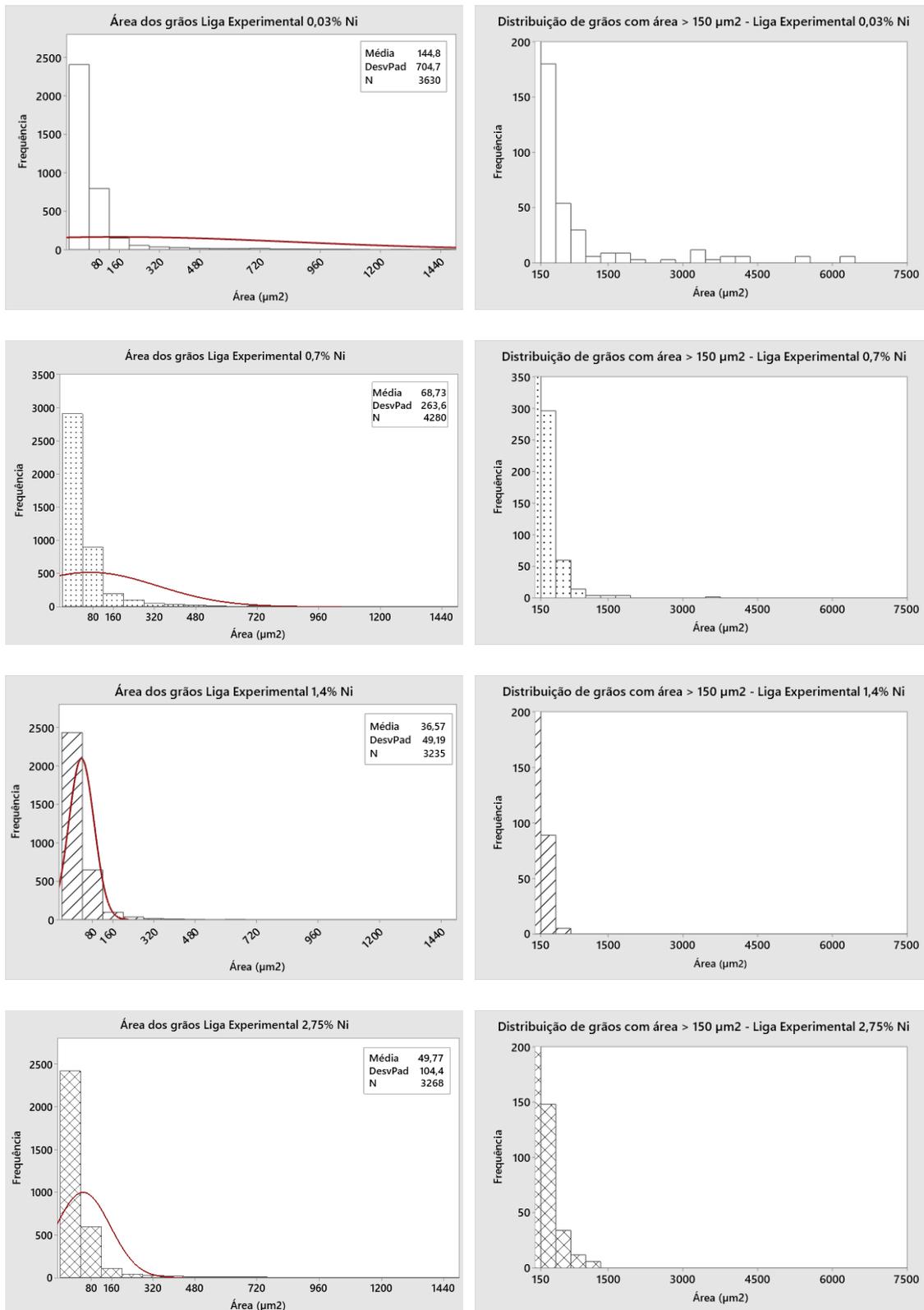


Figura 4.12 - Análise estatística da área do tamanho de grão medida por EBSD dos aços experimentais. A esquerda distribuição estatística da área dos grãos e curva normal da dispersão. A direita frequência de grãos com áreas maiores que 150 μm².

Também foi identificado por EBSD a fração de fases com orientação cúbica de corpo centrado (CCC), onde se enquadram para os aços estudados: a ferrita poligonal pró-eutotéide, a bainita revenida e a martensita revenida. E com orientação cúbica de face centrado (CFC) detectando austenita retida caso houvesse alguma fração não transformada.

A Tabela 4.3 apresenta a contagem de grãos detectados por EBSD e identificados pela orientação cristalográfica CCC ou CFC. Verificou-se que não há austenita retida em fração significativa nos aços experimentais após o tratamento térmico de revenimento, uma vez que a contagem de grãos ferríticos foi significativamente superior.

Tabela 4.3 – Contagem de fases nos aços experimentais após tratamento térmico de revenimento. Medidas realizada por EBSD.

Fase analisada	0,03% Ni	0,7% Ni	1,4% Ni	2,75% Ni
	Contagem de fases	Contagem de fases	Contagem de fases	Contagem de fases
Ferrita (CCC)	133.223	248.896	159.493	159.496
Austenita (CFC)	11	12	13	10

Também foi realizado o ensaio de difração de raios-x (DRX) em amostras tipo *bulk* dos aços experimentais, com o propósito de identificar as possíveis fases formadas como carbonetos e a matriz do aço. Contudo, mesmo analisando no detalhe o eco de fundo da difração, esse ensaio não trouxe informações que direcionasse o trabalho. Foi possível identificar apenas a fase ferrita. Os diagramas de difração são apresentados na Figura 4.13.

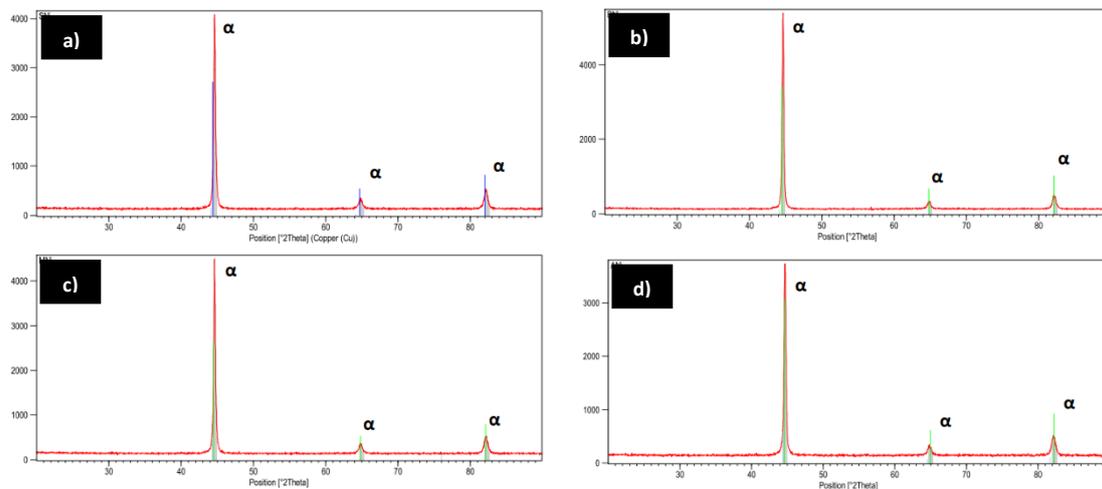


Figura 4.13 - Ensaio de DRX do bulk das amostras dos aços experimentais. Não foram detectados diferença entre as fases presentes nos materiais. a) 0,03%Ni, b) 0,70%Ni, c) 1,40%Ni e d) 2,75%Ni.

4.4.3 Análise da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-FEG)

Com o objetivo de alcançar resolução suficiente para distinguir as microestruturas dos aços experimentais, Microscopia Eletrônica de Varredura com canhão de elétrons tipo FEG (*Field Emission Gun*) foi utilizada. As Figuras 4.14 a 4.17 apresentam as imagens das microestruturas com distintas magnificações, respectivamente dos aços com 0,03%, 0,70%, 1,40% e 2,75% Ni, ilustrando as particularidades de cada material.

Com o aumento do teor de Ni, os aços passaram a apresentar microestruturas mais refinadas, sendo que os microconstituintes predominantes na matriz dos aços experimentais evoluíram gradativamente de bainita superior para bainita inferior, até ao ponto de formação da martensita no aço estudado com o maior teor desse elemento.

O aço com 0,03% Ni apresentou matriz majoritariamente composta de bainita superior com intensa precipitação de carbonetos de liga nos contornos

dos pacotes da ferrita bainítica, e baixa precipitação de carbonetos em seu interior, vide detalhes nas micrografias da Figura 4.14. Nota-se também que os carbonetos precipitados nos contornos da bainita estão aglomerados, vide destaque da Figura 4.14 item d).

O aço com 0,7% Ni apresentou sua matriz composta por um mix de bainita superior e bainita inferior. Diferentemente do aço com 0,03% Ni, no aço com 0,70% Ni já foi possível identificar claramente regiões de bainita inferior, uma vez que há intensa precipitação de carbonetos no interior dos feixes da ferrita bainítica, vide Figura 4.15 item b). No entanto, também se identifica regiões de bainita superior em que há baixa incidência de carbonetos na ferrita bainítica e maior concentração em seus contornos, Figura 4.15 item c). No aço como 0,7% Ni também há presença de carbonetos aglomerados, vide região destacada da Figura 4.15 item d).

A microestrutura formada no aço com 1,40% Ni é predominantemente bainita inferior, com poucas e isoladas regiões de bainita superior. A Figura 4.16 item b) apresenta o destaque da bainita inferior com intensa precipitação de carbonetos na ferrita bainítica. No item c) da mesma Figura identifica-se uma região isolada da amostra com menor incidência de carbonetos precipitados indicando que possivelmente se trata de bainita superior. Não foi verificado no aço com 1,40% Ni a presença de carbonetos aglomerados como notado nos aços com menores teores desse elemento. Nota-se também que a matriz bainítica do aço com 1,40% Ni é significativamente mais refinada que a dos aços com 0,03% e 0,70% Ni, comparação das imagens item a) das Figuras 4.14, 4.15 e 4.16.

O aço com 2,75%Ni apresentou matriz composta por um mix de bainita inferior e martensita (regiões visivelmente aciculares e muito refinadas), Figura 4.17. Tais regiões aciculares foram caracterizadas como sendo compostas por martensita revenida e observadas apenas no aço com maior teor de Ni.

Correlacionando as microestruturas dos aços experimentais analisadas por MEV-FEG com suas propriedades mecânicas de resistência ao impacto, uma

característica deletéria a absorção de energia foi identificada, que é a presença de carbonetos aglomerados nos contornos da bainita superior nos aços com 0,03% e 0,70% de Ni. Tais aglomerados atuam como pontos de fragilização do material facilitando a propagação de trincas, e reduzindo a tenacidade.

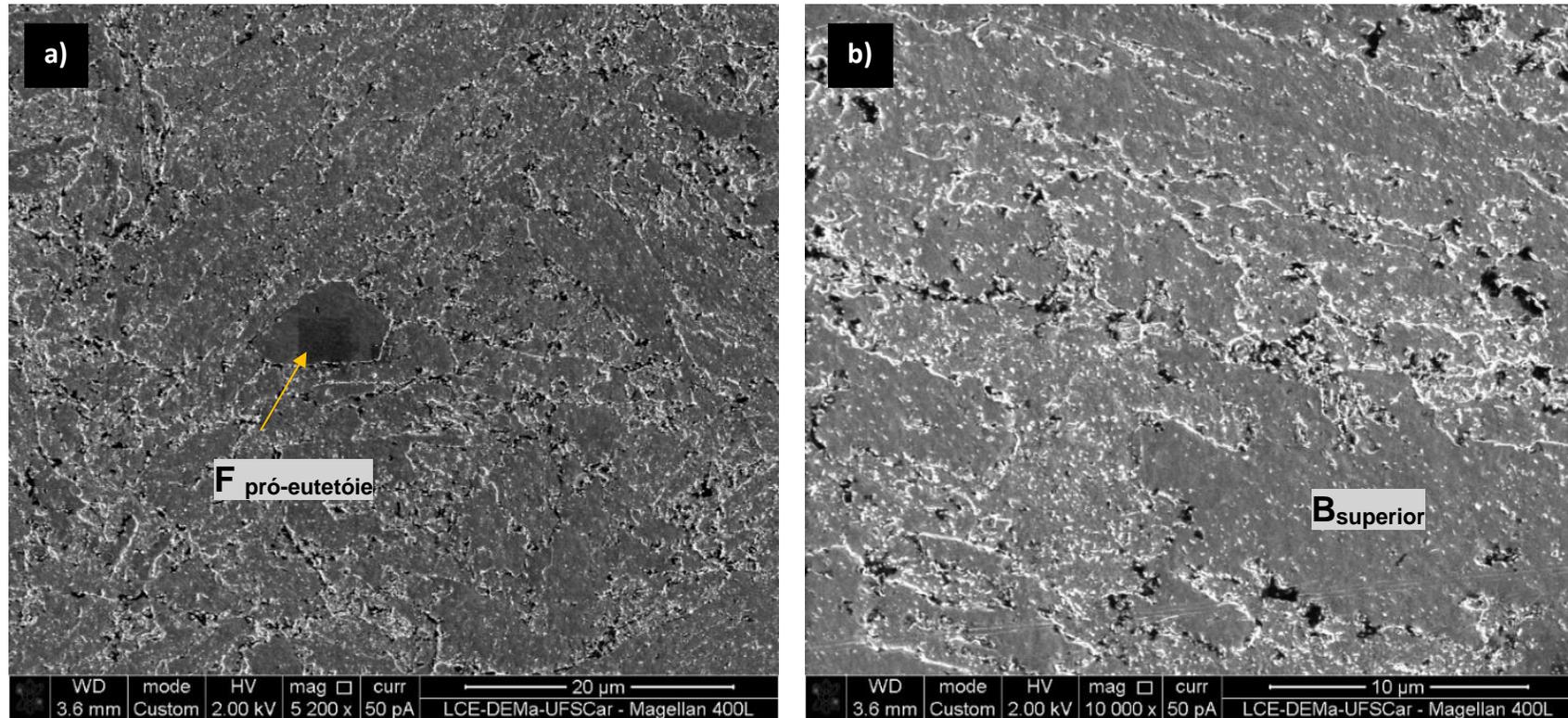


Figura 4.14 - Aço com 0,03% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X e detalhe da ferrita poligonal; b) e c) Detalhes da bainita superior em pacotes com contornos da ferrita bainítica bem delimitados. Há predominância de precipitação de carbonetos nos contornos da ferrita bainítica. d) Destaque dos carbonetos aglomerados nos contornos da ferrita bainítica.

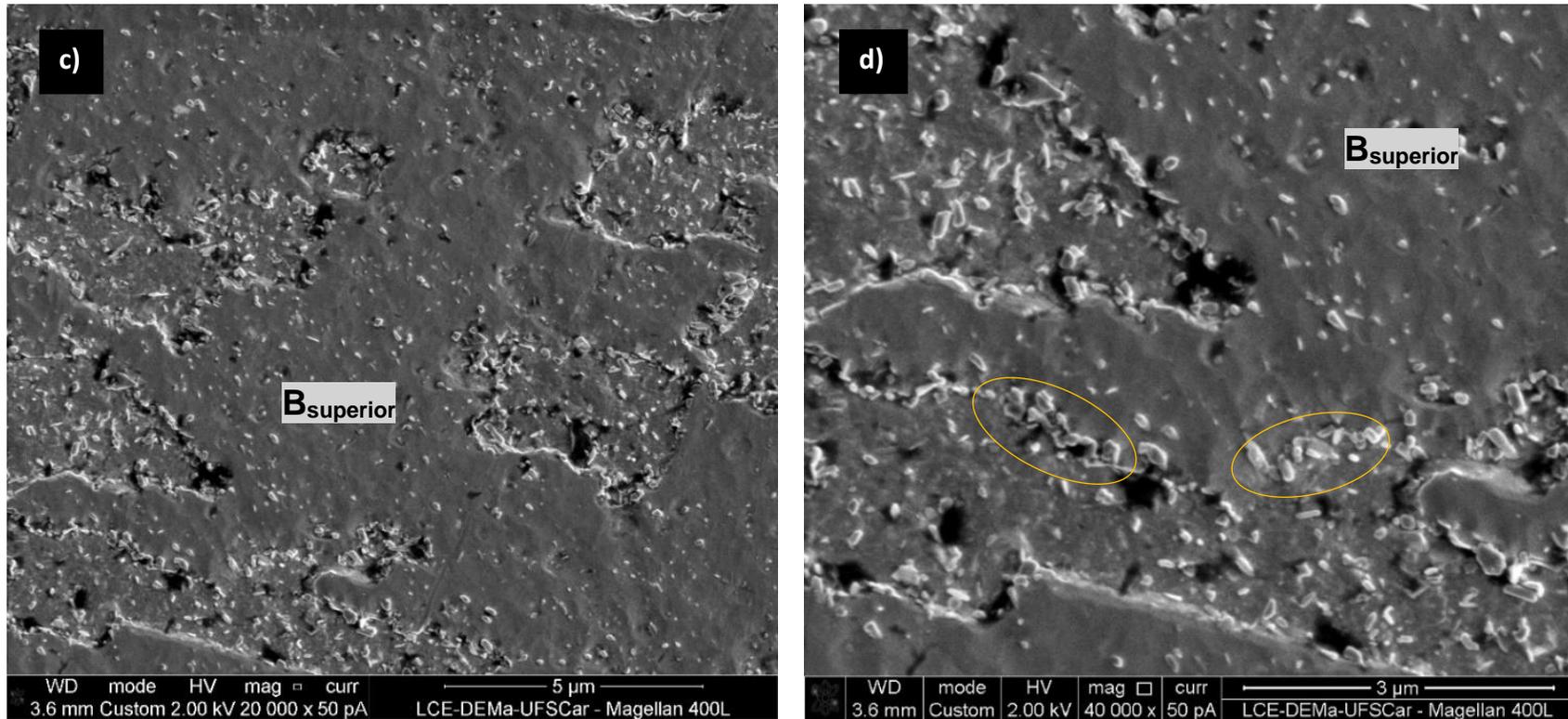


Figura 4.14 continuação - Aço com 0,03% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X e detalhe da ferrita poligonal; b) e c) Detalhes da bainita superior em pacotes com contornos da ferrita bainítica bem delimitados. Há predominância de precipitação de carbonetos nos contornos da ferrita bainítica. d) Destaque dos carbonetos aglomerados nos contornos da ferrita bainítica.

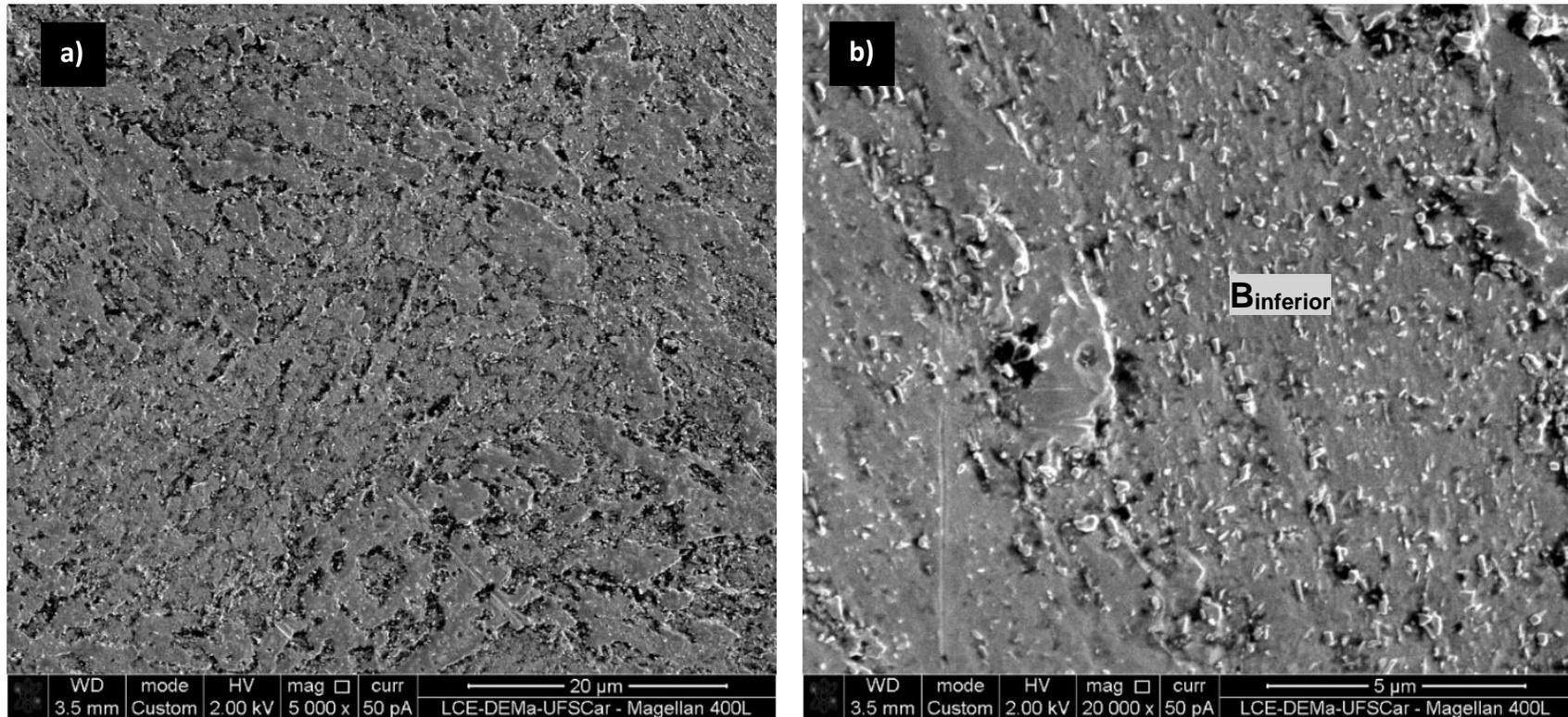


Figura 4.15 - Aço com 0,70% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Detalhe da bainita inferior com predominância da precipitação de carbonetos no interior da ferrita bainítica. c) Detalhe da bainita superior com predominância da precipitação de carbonetos nos contornos dos pacotes da bainita. d) Destaque dos carbonetos aglomerados nos contornos da ferrita bainítica.

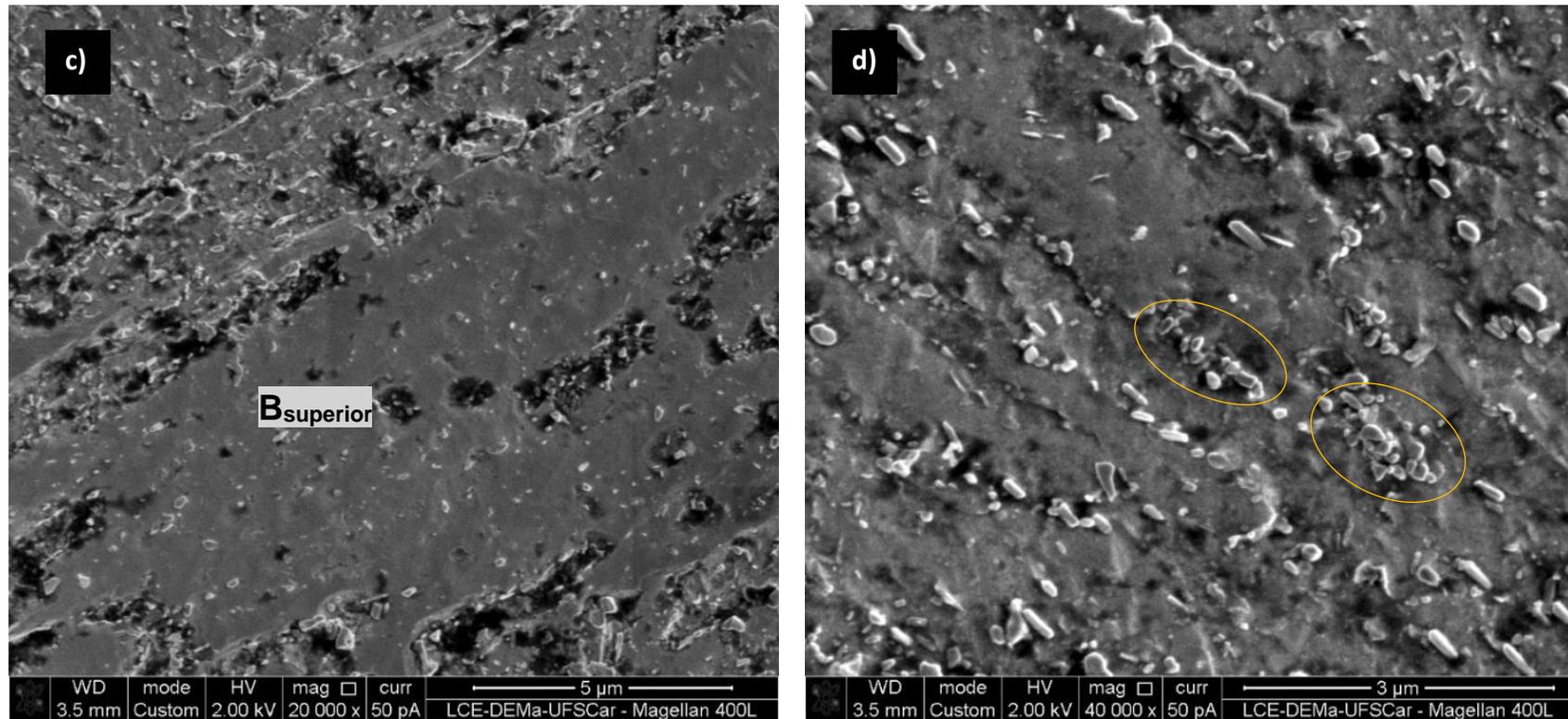


Figura 4.15 continuação - Aço com 0,70% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Detalhe da bainita inferior com predominância da precipitação de carbonetos no interior da ferrita bainítica. c) Detalhe da bainita superior com predominância da precipitação de carbonetos nos contornos dos pacotes da bainita. d) Destaque dos carbonetos aglomerados nos contornos da ferrita bainítica.

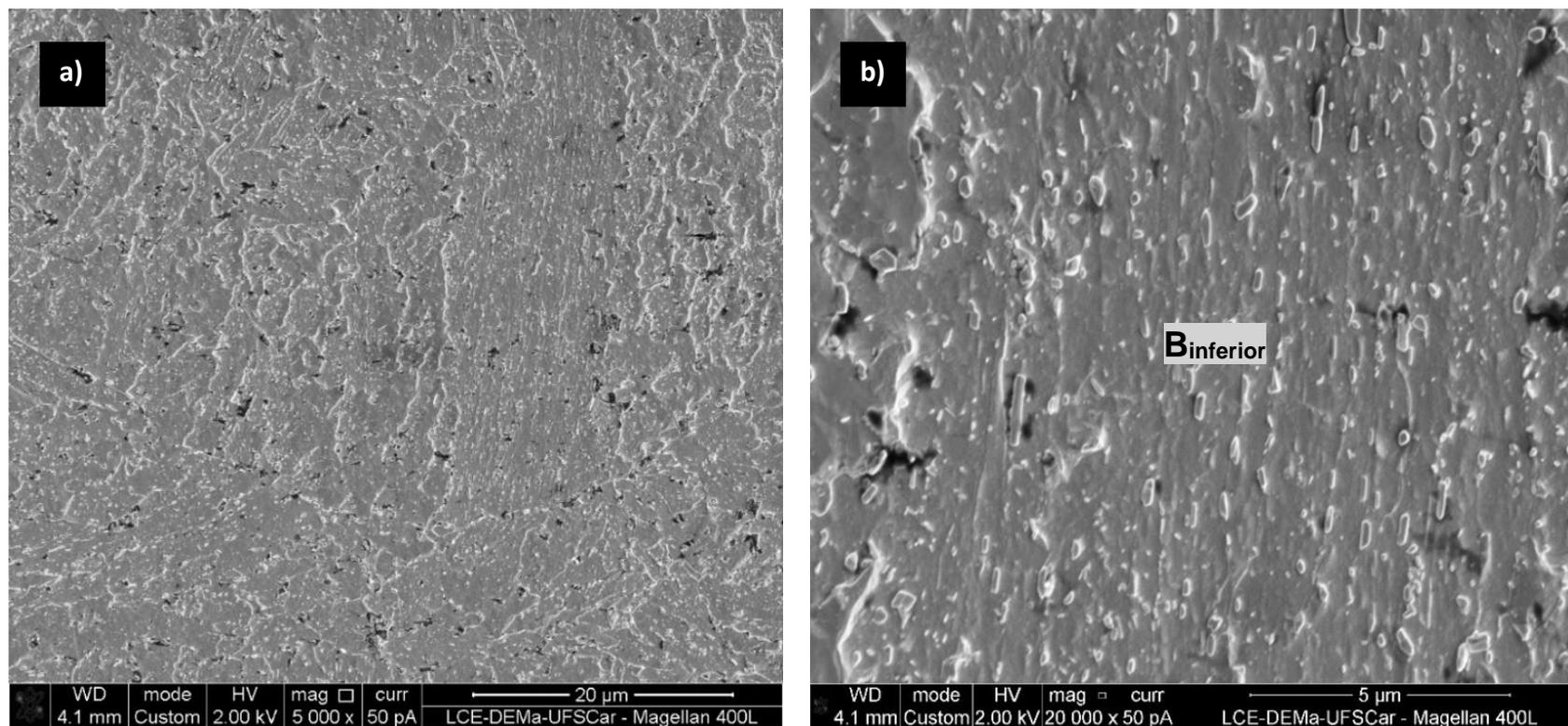


Figura 4.16 - Aço com 1,40% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Detalhe da bainita inferior com intensa precipitação de carbonetos no interior do feixe da bainita. c) Possível região isolada de bainita superior com precipitação de carbonetos nos contornos da ferrita bainítica. d) Detalhe dos carbonetos precipitados no interior dos feixes da bainita inferior.

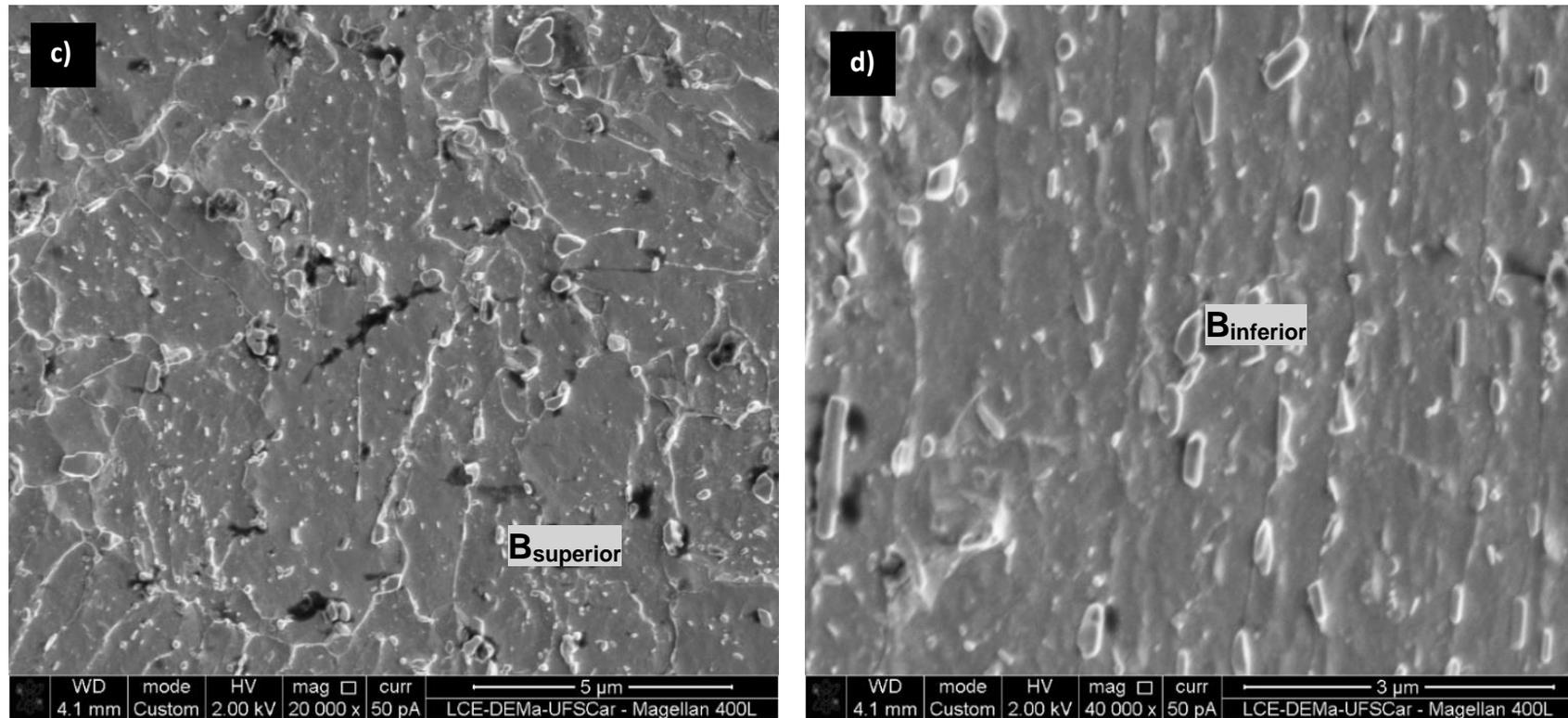


Figura 4.16 continuação - Aço com 1,40% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Detalhe da bainita inferior com intensa precipitação de carbonetos no interior do feixe da bainita. c) Possível região isolada de bainita superior com precipitação de carbonetos nos contornos da ferrita bainítica. d) Detalhe dos carbonetos precipitados no interior dos feixes da bainita inferior.

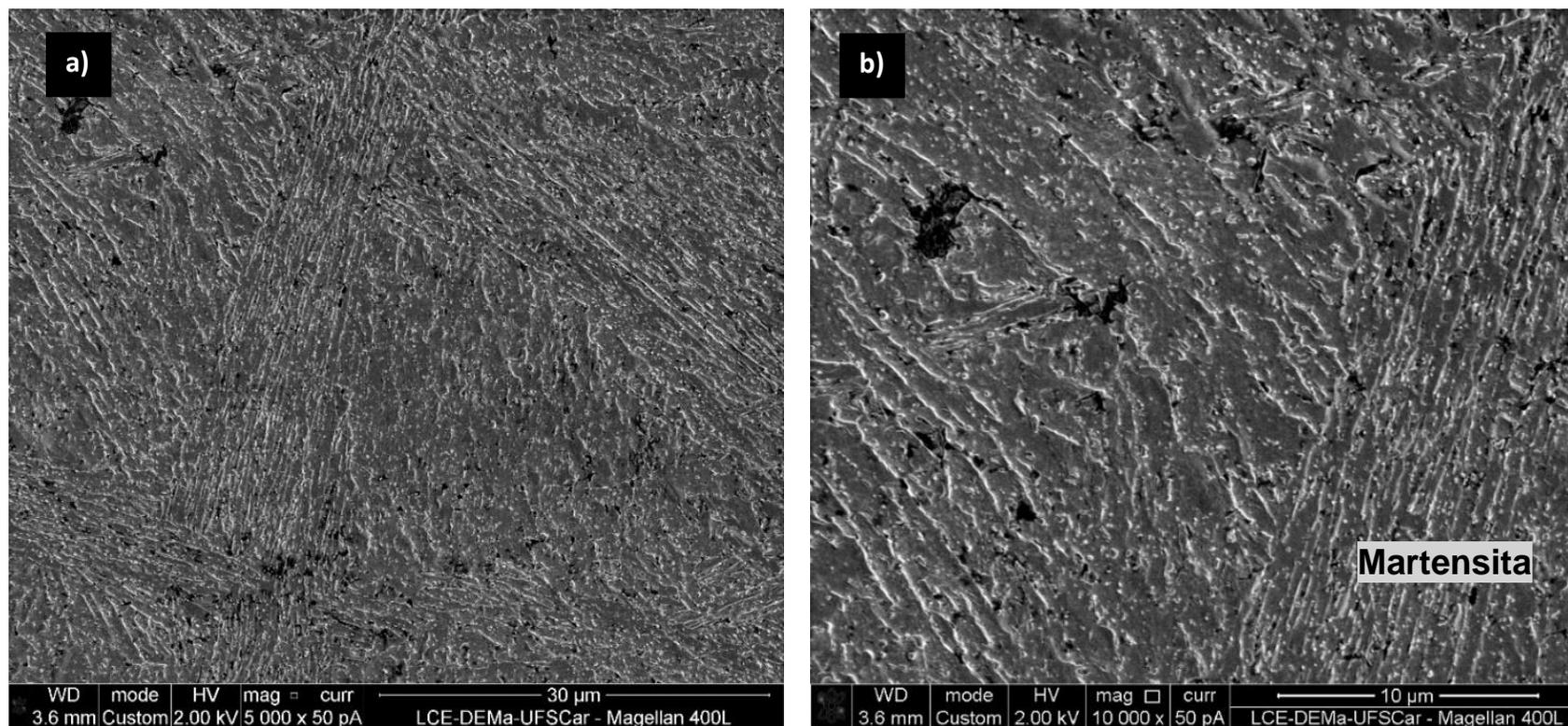


Figura 4.17 - Aço com 2,75% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Região com maior magnificação do item a) corroborando que não há contornos de grão bem definidos, que é típico de transformação de fases massivas e sem difusão / transformação de fases militares. c) e d) Detalhe das regiões aciculares de martensita revenida.

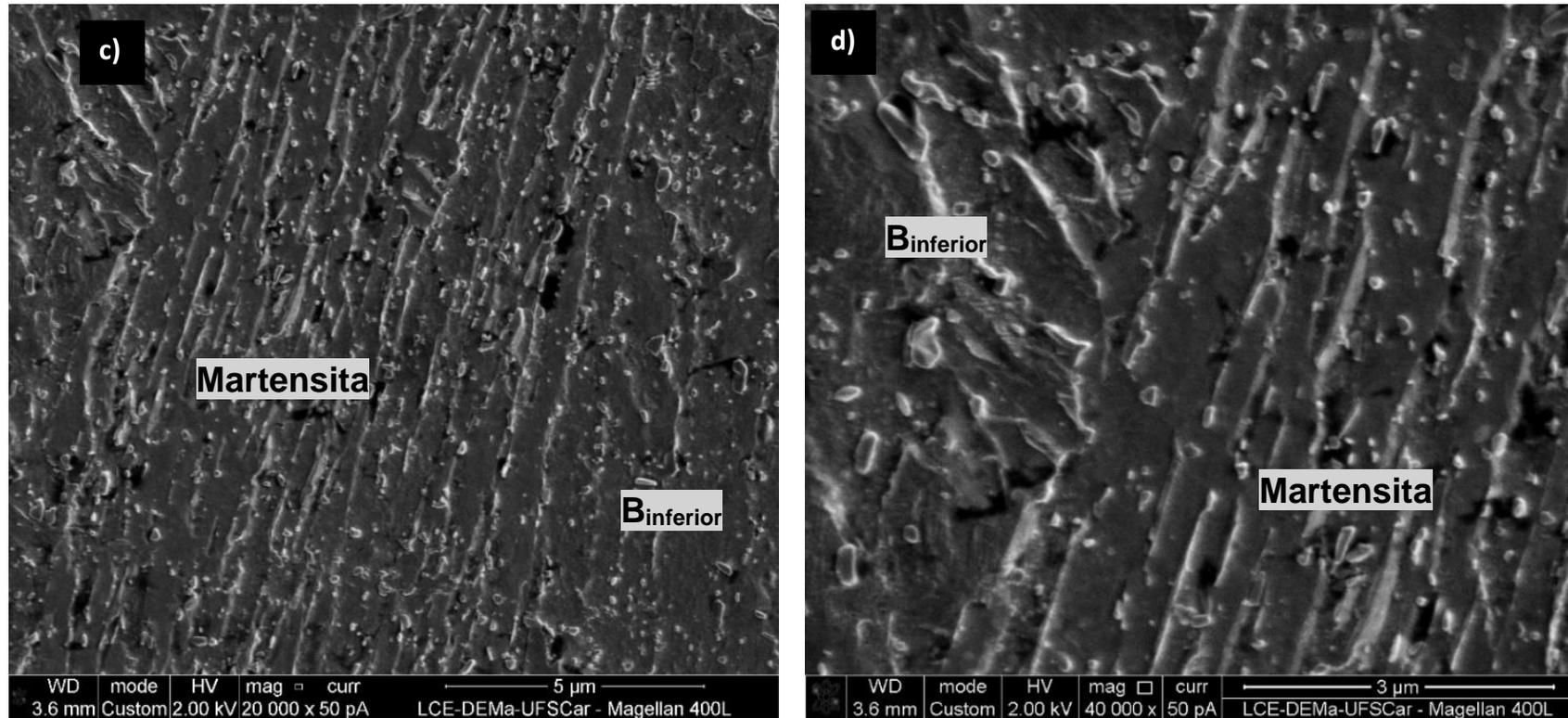


Figura 4.17 continuação - Aço com 2,75% Ni a) Visão geral da microestrutura com 5000X; b) Região com maior magnificação do item a) corroborando que não há contornos de grão bem definidos, que é típico de transformação de fases massivas e sem difusão / transformação de fases militares. c) e d) Detalhe das regiões aciculares de martensita revenida.

4.4.4 Análise da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

Os aços com 0,03% e 1,40% de Ni, por possuírem microestruturas respectivamente predominante de bainita superior e bainita inferior, foram selecionados para realização de microscopia eletrônica de transmissão (MET), e assim, complementar o trabalho com a caracterização dos carbonetos de ligas formados.

As Figuras de 4.18 a 4.21 apresentam a caracterização de amostras de folhas finas dos aços com 0,03% e 1,40% Ni. A análise foi realizada no interior dos pacotes e feixes da ferrita bainítica, revelando que a incidência de carbonetos precipitados no interior do aço com 0,03% Ni é menor que no aço com 1,40% Ni. Essa informação, confirma a análise realizada por MEV-FEG, em que a baixa presença de carbonetos nos pacotes da ferrita bainítica do aço com 0,03% Ni se deve a característica da bainita superior, e a elevada incidência no aço com 1,40% Ni, a característica da bainita inferior. Além disso, como também já observado, o tamanho dos carbonetos isolados no aço com 0,03% Ni são menores que no aço com 1,40% Ni. A difração de elétrons de área selecionada, Figuras 4.18-a) e 4.20-a), apresentam spots em ambos aços das fases ferrita e cementita.

O mapeamento de EDS dos carbonetos presentes no interior dos pacotes e feixes da bainita, Figuras 4.19 e 4.21, apresentaram características muito semelhantes nos dois materiais, sendo compostos primariamente por Cr, porém com Mo e V também presentes em sua composição química. Atribui-se que os carbonetos formados no interior da ferrita bainítica para ambos materiais são tipicamente o dos tipos M_3C e M_7C_3 .

As Figuras 4.18 e 4.19 apresentam para o aço com 0,03% Ni, as micrografias de STEM (microscopia eletrônica de transmissão por varredura) em campo escuro anelar (ADF) na Figura 4.18.a), e campo claro (BF) na Figura 4.18.b). Os carbonetos visualizados na Figura 4.18 foram mapeados por sua

composição química e identificados que de acordo com a técnica de STEM-EDS (Figura 4.19). Denotam que estes carbonetos devem ser do tipo $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ / tipo M_{23}C_6 , confirmado pela alta fração de Cr em azul claro (Figura 4.19.c). De acordo com os mapas de Mo (Figura 4.19.e) e V (Figura 4.19.f), ocorrem também carbonetos do tipo M_7C_3 mais provável composto por $(\text{Cr,Mo})_7\text{C}_3$ e MC (VC), respectivamente. De acordo com os tamanhos dos precipitados mostrados no mapeamentos de STEM-EDS estima-se que os carbonetos estejam na faixa de 50 a 200 nm para o $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$; 20 a 50 nm para o $(\text{Cr,Mo})_7\text{C}_3$ e mais finos na escala nano (~ 5 a 10 nm) para os carbonetos do tipo VC.

Para o aço com 1,40% Ni, pela análise das Figuras 4.20 e 4.21, estima-se que os carbonetos estejam também na faixa de 50 a 200 nm para o $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$; de 50 a 500 nm para o $(\text{Cr,Mo})_7\text{C}_3$ e também mais finos na escala nano (~ 5 a 10 nm) para carbonetos tipo VC.

Os carbonetos M_3C mostraram-se bem maiores no aço com 1,4% Ni que os presentes no material com 0,03% Ni, de acordo com as imagens de mapeamento de raios-X por STEM-EDS (Figuras 4.19 e 4.21).

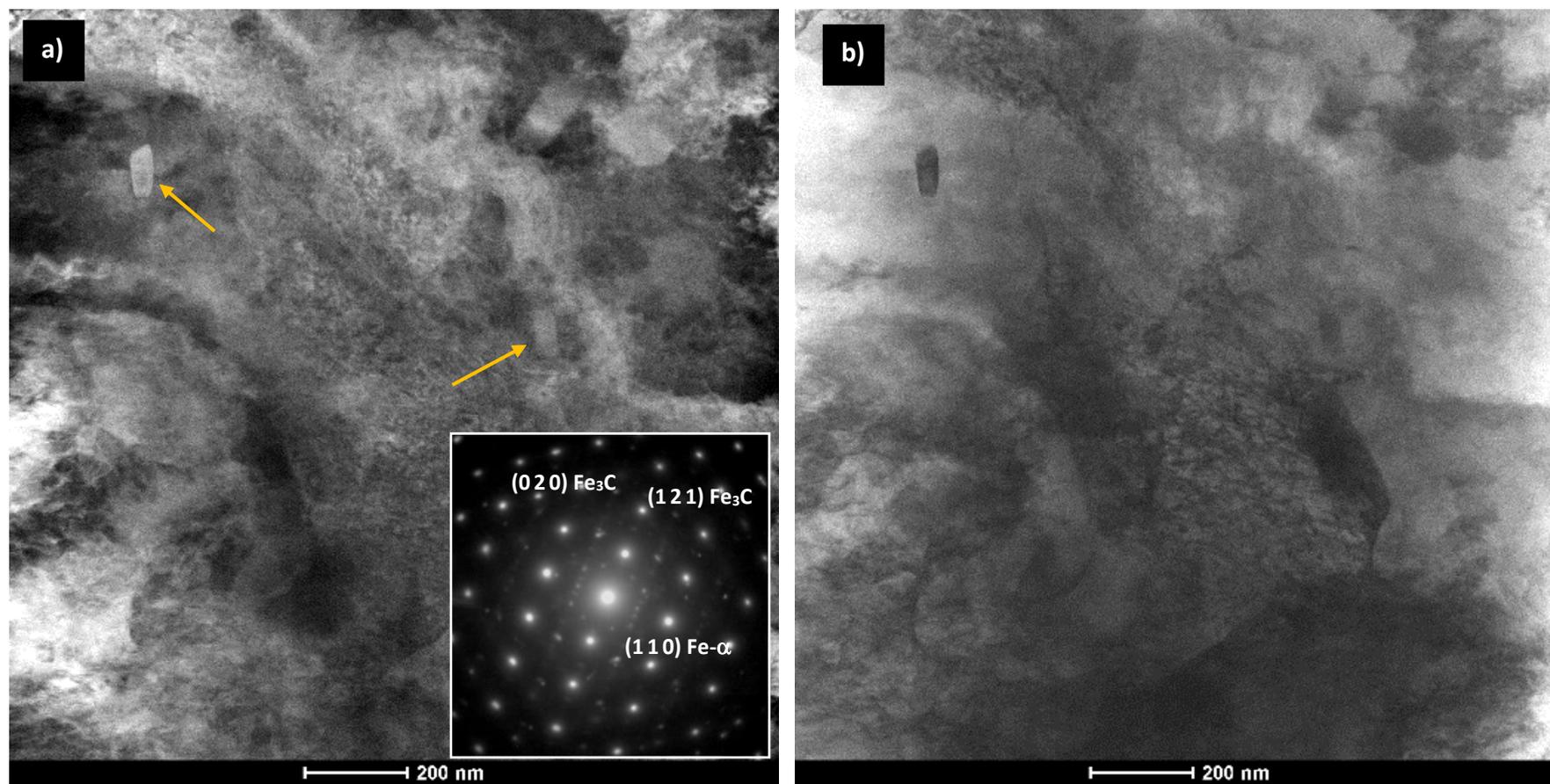


Figura 4.18 - Imagem de STEM da matriz do aço com 0,03% Ni composta de ferrita bainítica e carbonetos. a) Imagem de campo escuro anelar (ADF) e difração de elétrons de área selecionada (SADP) mostrando spots das fases ferrita (Fe- α) e cementita (Fe₃C); b) Imagem de campo claro (BF).

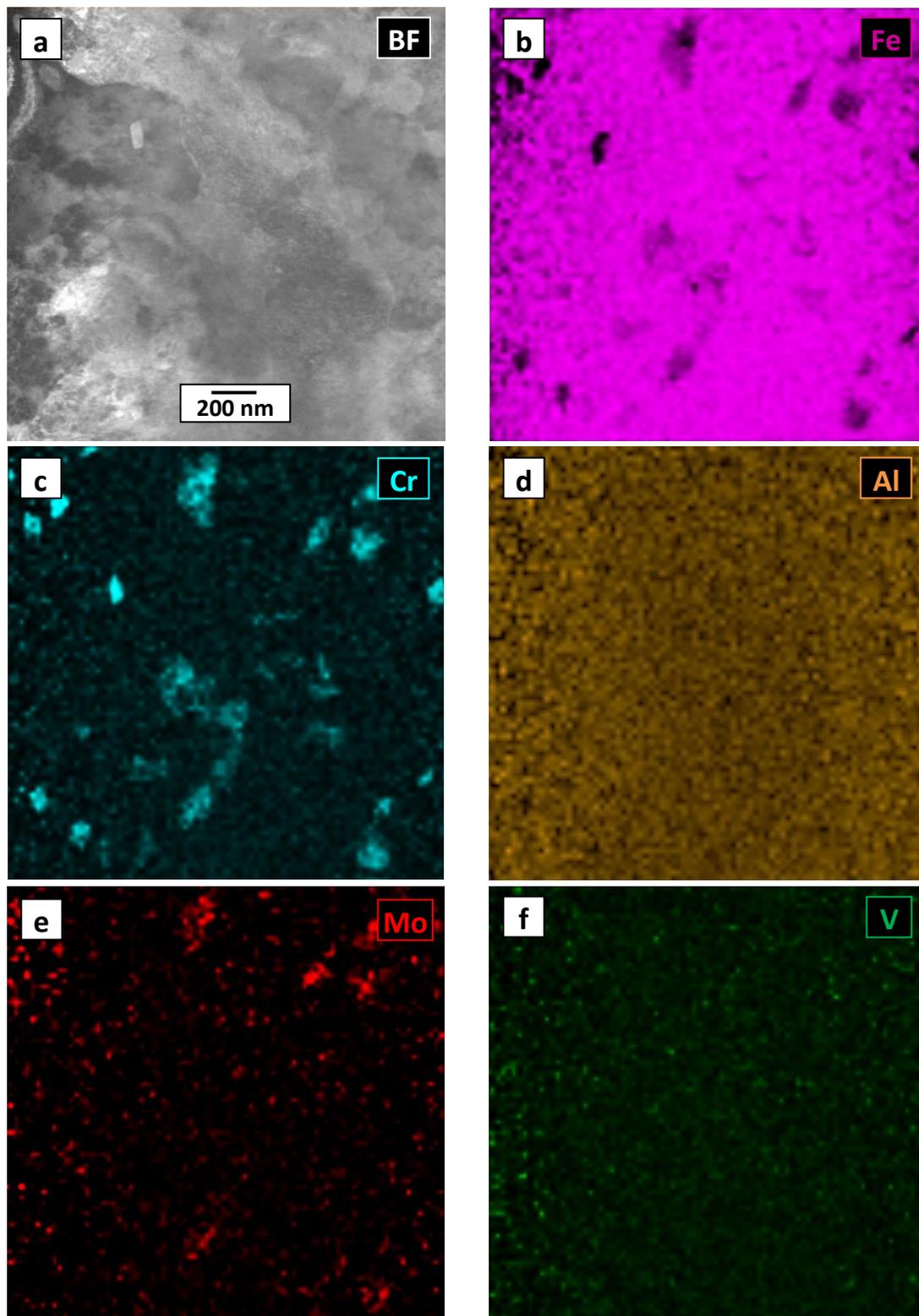


Figura 4.19 - a) Imagem de STEM-ADF da microestrutura do aço com 0,03% Ni com carbonetos de liga dispersos na matriz de ferrita bainítica. Mapeamento de EDS (“X-ray map”) mostrando a distribuição dos seguintes elementos de liga. b) Fe-K; c) Cr-K; d) Al-K; e) Mo-K e f) V-K.

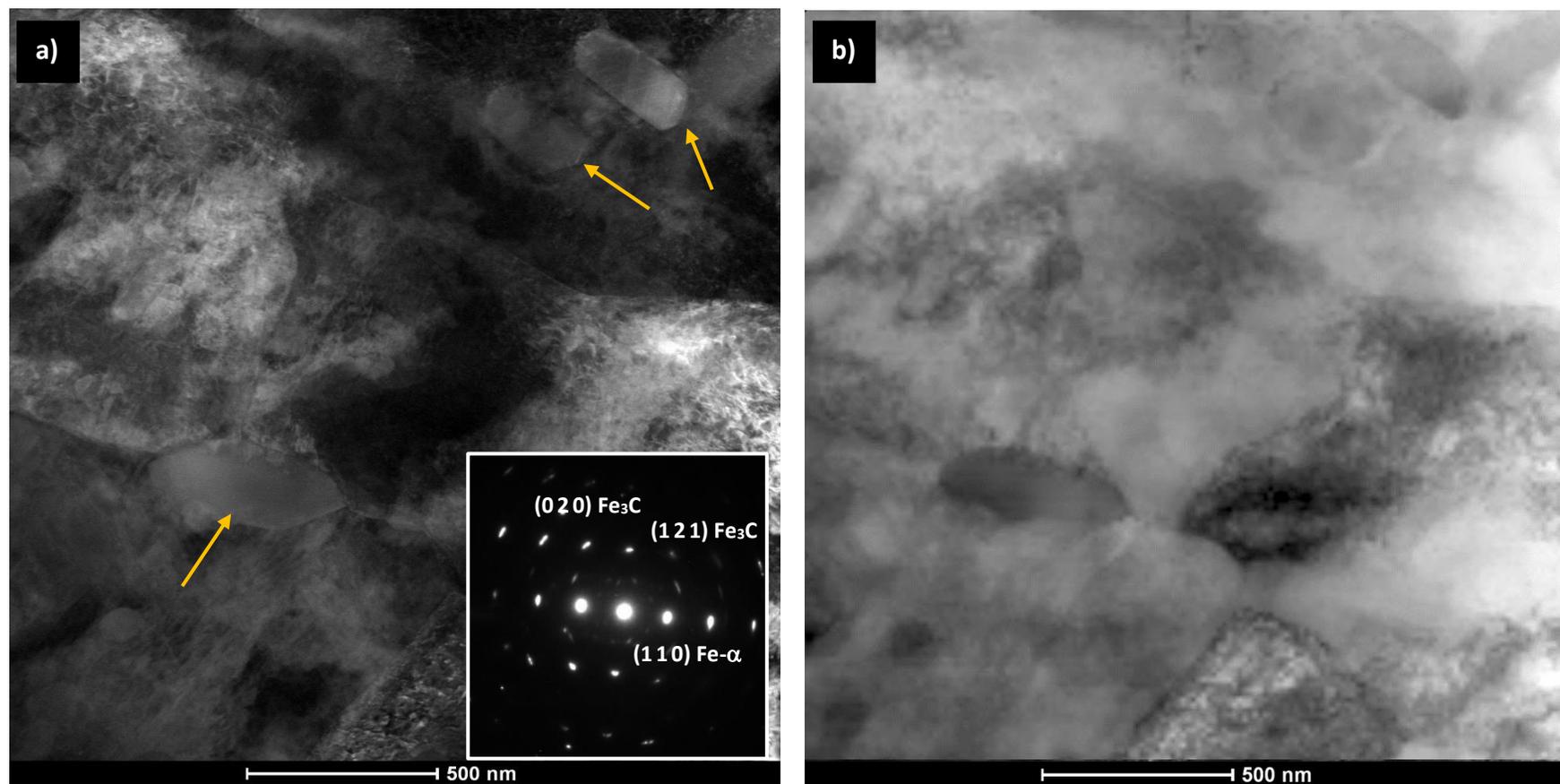


Figura 4.20 - Imagem de STEM da matriz do aço com 1,40% Ni composta de ferrita bainítica e carbonetos. a) Imagem de campo escuro anelar (ADF) e difração de elétrons de área selecionada (SADP) com spots indexados das fases ferrita (Fe- α) e cementita (Fe₃C); b) Imagem de campo claro (BF).

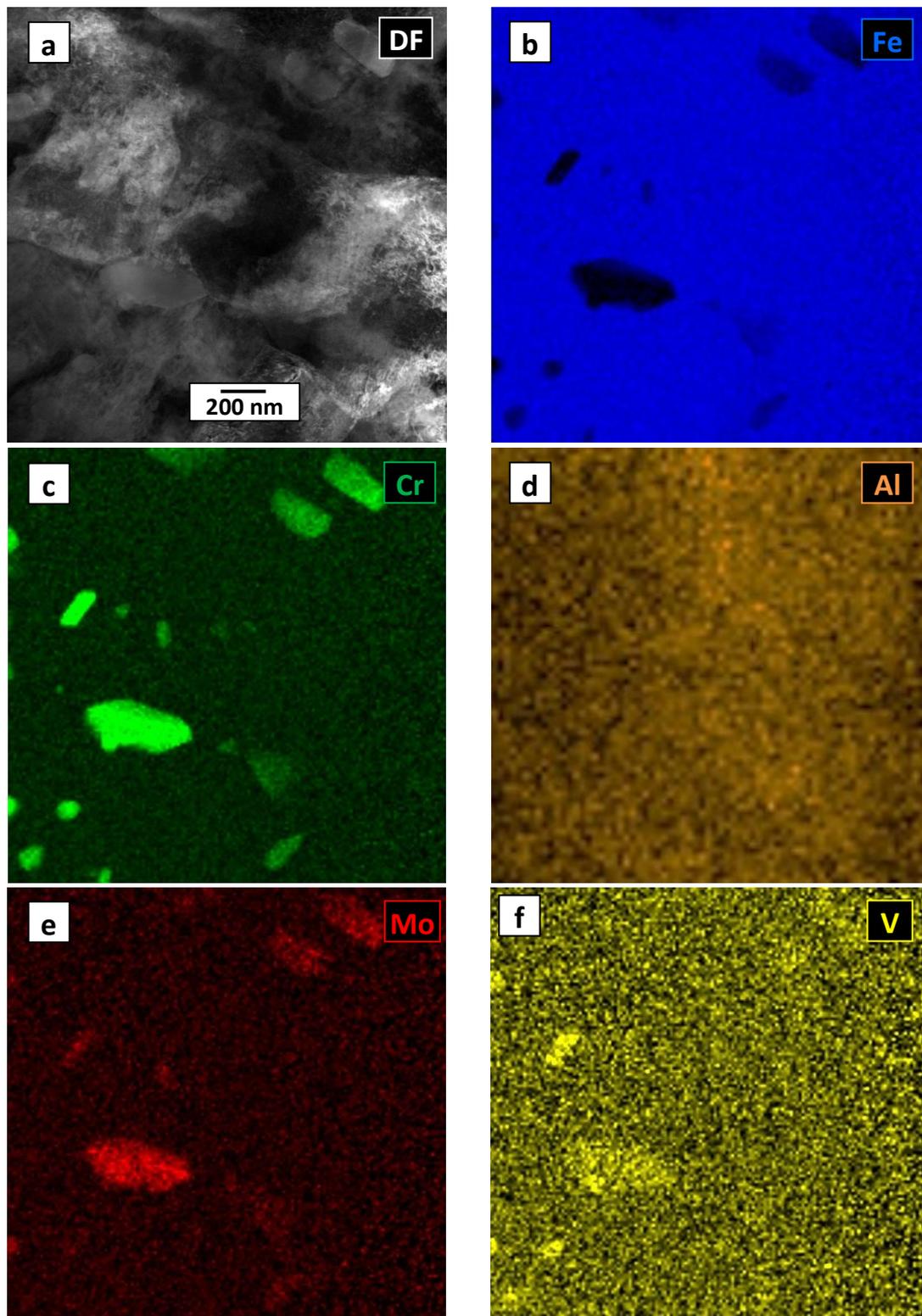


Figura 4.21 - a) Imagem de STEM-ADF da microestrutura do aço com 1,40% Ni com carbonetos de liga dispersos na matriz de ferrita bainítica. Mapeamento de EDS (“X-ray map”) mostrando a distribuição dos seguintes elementos de liga. b) Fe-K; c) Cr-K; d) Al-K; e) Mo-K e f) V-K.

Para melhor caracterização dos carbonetos aglomerados nos contornos dos pacotes da bainita do aço com 0,03% Ni, e com isso, comparar com os carbonetos dispersos no interior da bainita do aço com 1,40% Ni, foi também analisado no MET, as amostras das réplicas de extração de carbonetos.

A Figura 4.22 itens a) e b) apresentam um aglomerado de carbonetos do aço com 0,03% Ni, tipicamente visualizado nos contornos dos pacotes da bainita superior. Nos contornos da ferrita bainítica houve intensa formação de cementita (M_3C) juntamente com os carbonetos tipo M_7C_3 . A Figura 4.22 itens c) a f) apresentam o mapeamento de EDS dos carbonetos compostos basicamente de Fe e Cr com traços de Mo e V em sua composição química.

A Figura 4.23 itens a) e b) apresentam os típicos carbonetos isolados do aço com 1,40% Ni que são maiores que os do aço com 0,03%Ni. Tipicamente, os carbonetos formados são do tipo M_3C . O mapeamento de EDS está apresentado na Figura 4.23 itens c) a f), e embora sejam também majoritariamente compostos por Fe e Cr, nesse caso há marcante presença do Mo e V em sua composição química. A Figura 4.24, apresenta o mapeamento dos carbonetos nanométricos tipo VC, também observados no aço com 1,40% Ni.

As considerações que podem ser feitas em relação ao teor de Ni nos aços experimentais estudados indicam que, os materiais com baixos teores desse elemento (0,03% e 0,70%) apresentaram carbonetos de liga (M_3C e M_7C_3) menores, porem aglomerados e concentrados nos contornos da ferrita bainítica, atuando como fragilizantes e proporcionando caminhos preferenciais para propagação de trincas. Tal efeito foi prejudicial a tenacidade dos aços como evidenciado nos ensaios de impacto.

No aço com 1,40% Ni, os tamanhos dos carbonetos, quando avaliados isoladamente, são maiores que os carbonetos dos aços de baixo teor desse elemento, porém eles não se encontram aglomerados. Além disso eles estão homogeneamente dispersos em toda matriz do material. Em virtude do maior nível de homogeneidade de distribuição dos carbonetos, e a ausência de

concentradores de tensão como aglomerações de partículas, o aço com 1,40% Ni torna-se mais tenaz ao impacto.

No caso do aço com 2,75% Ni, houve a formação de martensita ao invés de bainita, devido a elevada temperabilidade desse material. Por essa razão, foi o aço que apresentou a microestrutura mais refinada entre todos os aços estudados. No entanto, ele apresentou propriedade mecânica equivalente ao aço com 1,40%Ni. Como a análise da microestrutura martensítica foge ao escopo inicial do trabalho, deixa-se a sugestão para trabalhos futuros em aprofundar a análise por MET do aço com 2,75% Ni.

A Figura 4.22 apresentam as amostras preparadas através de extração de réplicas metalográficas de precipitados para o aço com 0,03% Ni as micrografias de STEM-BF (Figura 4.22.a) e campo claro campo escuro anelar de alto ângulo - HAADF (Figura 4.22.b) com a visão geral de carbonetos. As Figuras 4.22.c até as Figuras 4.22.f mostram os mapeamentos de raios-X elementares através de STEM-EDS dos elementos Fe-K; Cr-K; Mo-K e V-K, respectivamente. Pode-se perceber que há uma grande concentração de precipitados cuja faixa de tamanhos é da ordem de 50 a 200 nm.

Já para as réplicas metalográficas do aço com 1,40% Ni (A Figura 4.23), as micrografias de STEM-BF (Figura 4.23.a) em campo claro, e campo escuro anelar de alto ângulo - HAADF (Figura 4.23.b) condizem com a visão geral de carbonetos aparentemente do tipo M_7C_3 . As Figuras 4.23.c até as Figuras 4.23.f de maneira similar a análise descrita anteriormente, mostram os mapeamentos de raios-X elementares através de STEM-EDS dos elementos Fe-K; Cr-K; Mo-K e V-K, respectivamente.

Para o aço com 1,40% Ni, observa-se carbonetos tipo $(Cr,Fe)_3C$, cuja tamanhos estão entre 50 a 500 nm.

Através dos mapeamentos, pode-se perceber que para o aço sem Ni (0,03%Ni), ocorre um número maior de precipitados (maior densidade), mas que podem se apresentar na forma de aglomerados. Este formato pode facilitar a nucleação de trincas e piorar propriedades mecânicas como a resistência ao impacto. Com a adição de Níquel (1,4%Ni), os carbonetos do tipo $(Cr,Fe)_3C$

ocorrem em menor número (menor densidade) e em uma faixa de tamanhos mais amplos (50 a 500 nm) e melhor distribuídos sem a formação de aglomerados, o que pode evitar, de maneira mais efetiva, a propagação de trincas e melhorar a resistência mecânica do aço.

A grande vantagem da realização de imagens de TEM de réplicas metalográficas é a facilidade de se remover a matriz Fe- α (ferrita) que é magnética (e deturpa a imagem de TEM), e permite uma análise mais clara dos carbonetos e no mapeamento dos elementos sem a interferência da matriz ferrosa.

O ensaio por meio de réplicas de carbonetos em TEM corroborou a análise realizada por MEV-FEG, e foi complementar para interpretação dos resultados em relação a presença ou ausência de carbonetos aglomerados em consequência ao teor de Ni dos aços estudados.

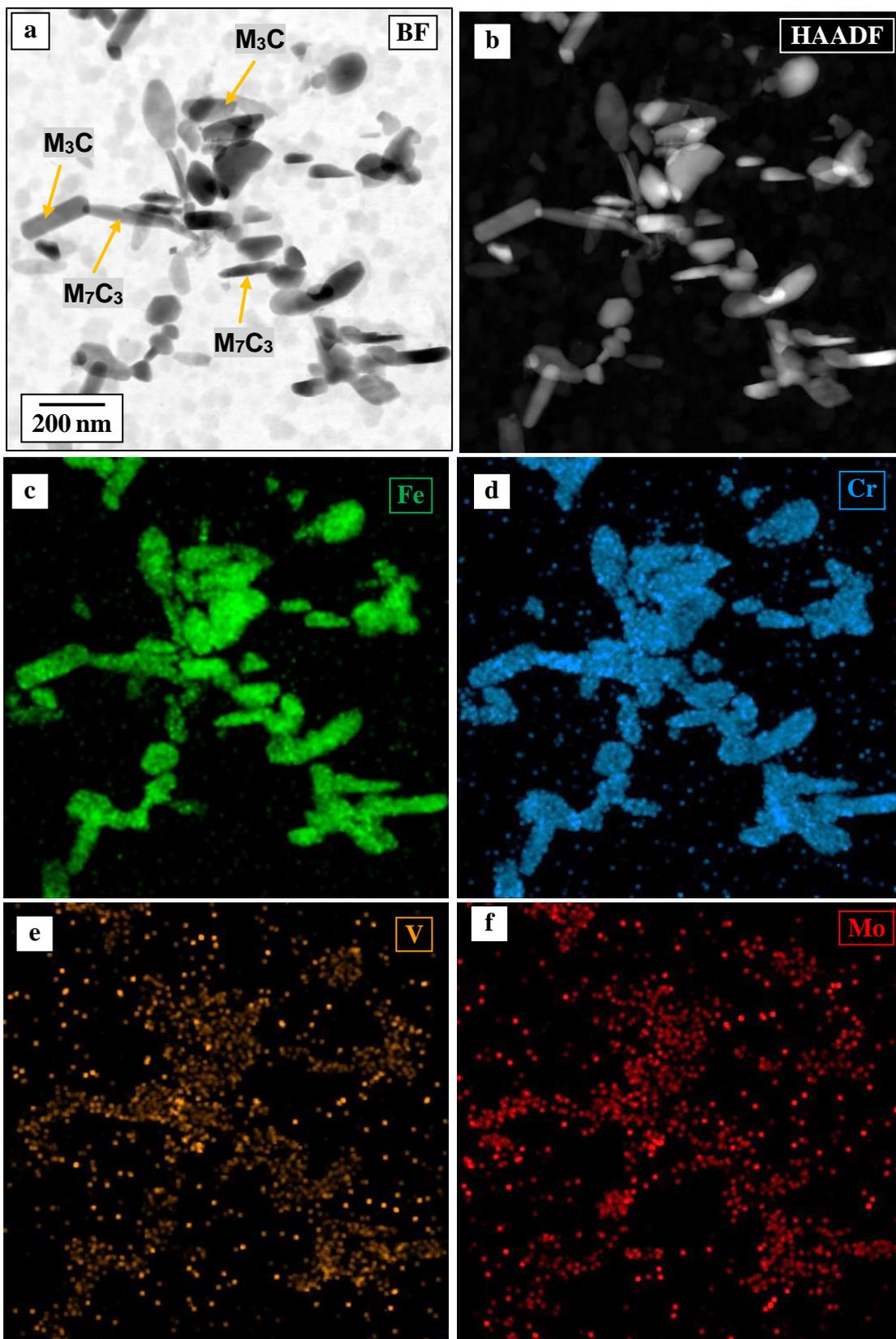


Figura 4.22 - Imagem de STEM-BF e HAADF de réplica dos carbonetos do aço com 0,03% Ni, respectivamente itens a) e b). Mapeamento de STEM-EDS (“X-ray map”) mostrando a distribuição dos elementos de liga: c) Fe-K; d) Cr-K; e) V-K e f) Mo-K.

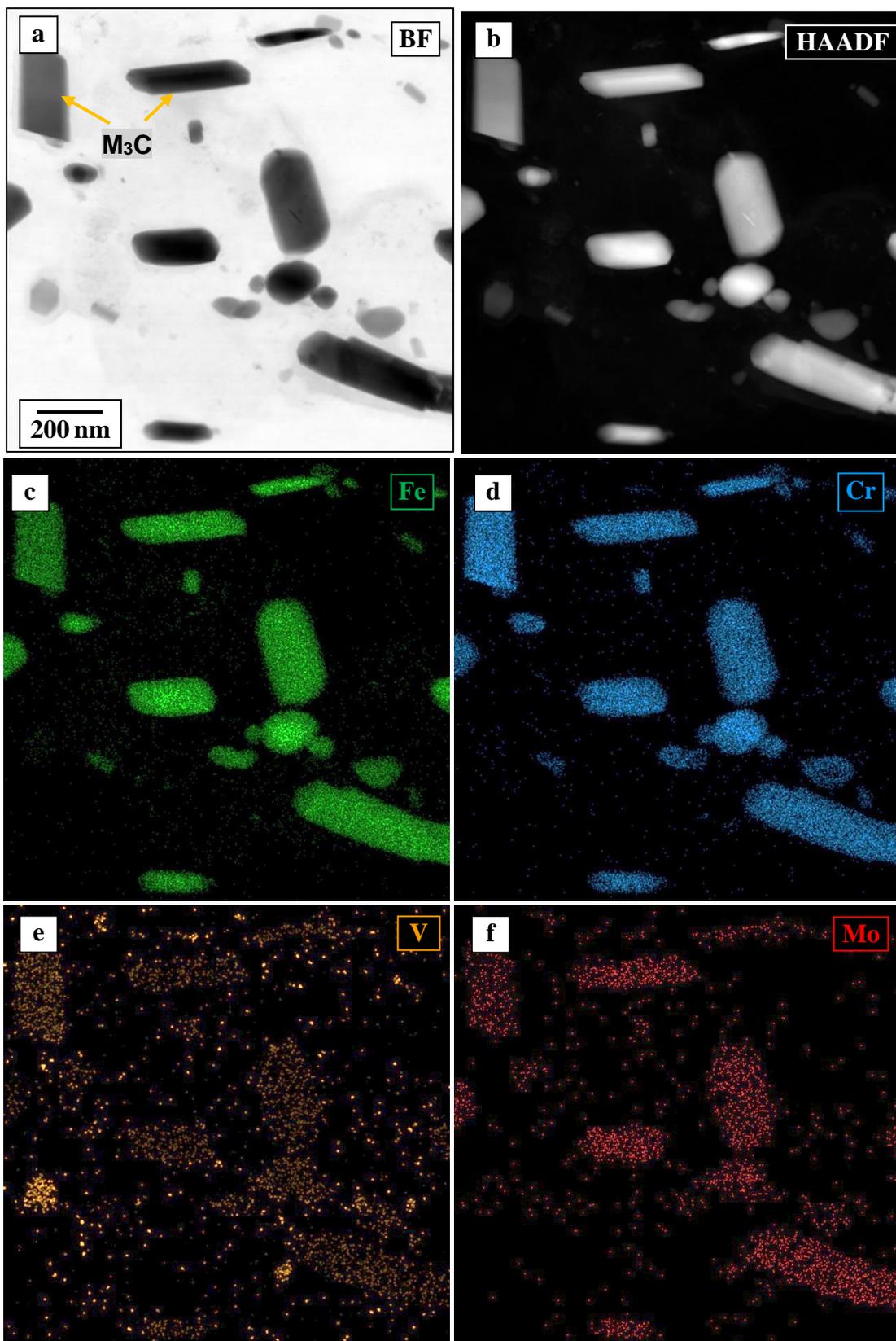


Figura 4.23 - Imagem de STEM-BF e HAADF de réplica dos carbonetos do aço com 1,40% Ni, respectivamente itens a) e b). Mapeamento de STEM-EDS (“X-ray map”) mostrando a distribuição dos elementos de liga: c) Fe-K; d) Cr-K; e) V-K e f) Mo-K.

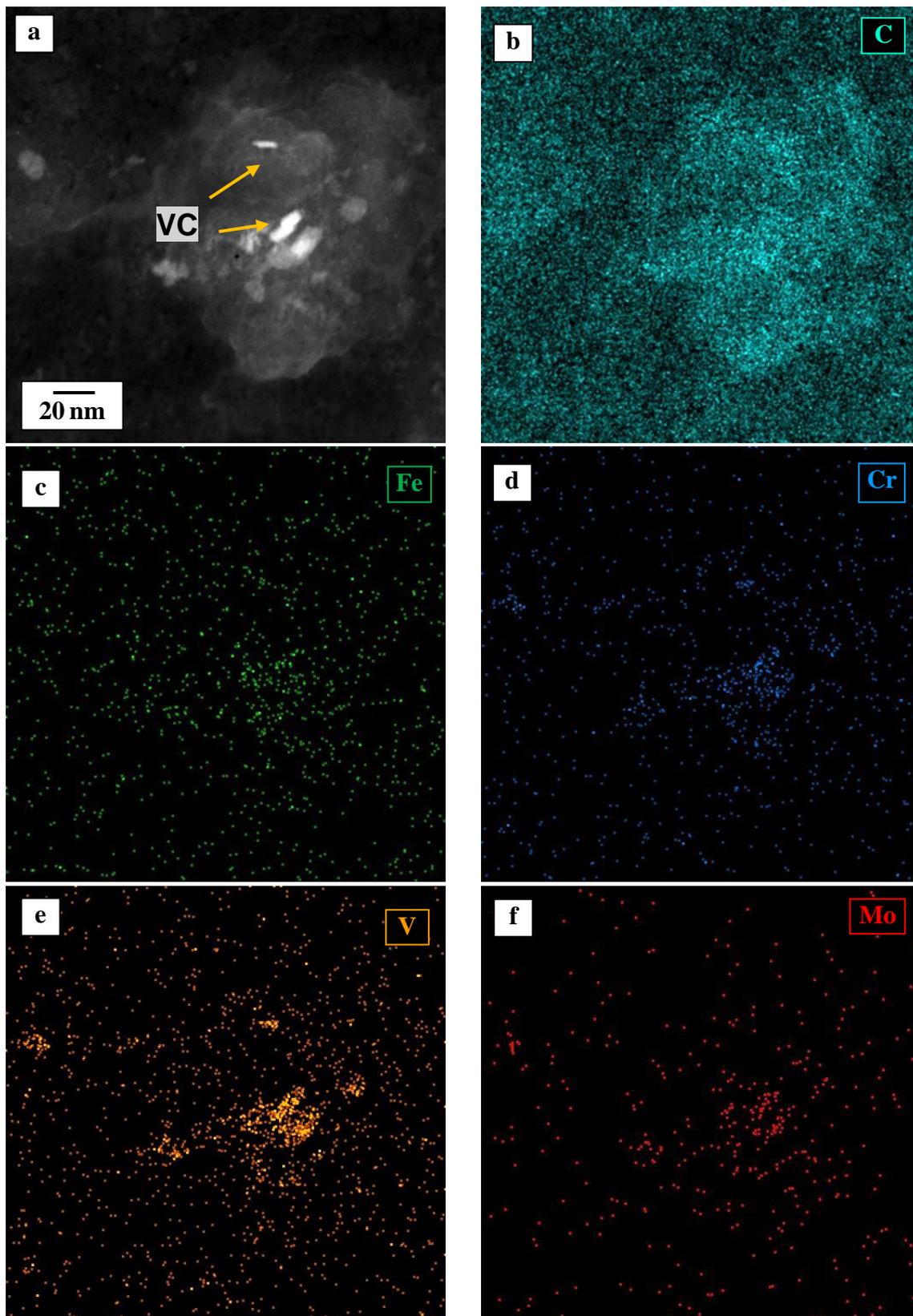


Figura 4.24 – Imagem de STEM-BF e HAADF de réplica dos carbonetos do aço com 1,40% Ni, respectivamente itens a) e b). Mapeamento de STEM-EDS (“X-ray map”) mostrando a distribuição dos elementos de liga: c) Fe-K; d) Cr-K; e) V-K e f) Mo-K.

4.5 Análise Térmica de dilatométrica e Curvas Transformação em Resfriamento Contínuo (TRC)

As curvas de transformação em resfriamento contínuo (TRC) foram montadas por meio do ensaio de dilatométrica, com a finalidade de determinar a temperabilidade dos aços aqui estudados, e verificar sua homogeneidade microestrutural em distintas condições de resfriamento. O novo aço a ser proposto nesse trabalho para aplicação em roscas e cilindros de plastificação, deve apresentar elevada homogeneidade microestrutural e de propriedades mecânicas em toda seção transversal no diâmetro da barra, após temperado em linha com resfriamento ao ar seguido de revenimento.

Como já mencionado anteriormente, barras industriais para roscas e cilindros podem variar de 20 a 500 mm em diâmetro, e se o aço não apresentar elevada temperabilidade, os microconstituintes formados após têmpera em linha com resfriamento lento serão heterogêneos, isto é, se formarão a partir da austenita em temperaturas distintas e apresentarão propriedades mecânicas específicas que os caracterizam. Além disso, caso haja transformação de fases em momentos distintos entre a superfície e o núcleo das barras, ocorrerão os problemas indesejáveis de empenamento e distorções das longas barras de aço, devido à expansão por transformação de fases em momentos distintos.

Apesar de já ser conhecida na literatura a curva TRC do aço de referência DIN 1.8550, Figura 2.7, também foram reproduzidos os ensaios de dilatométrica para esse material, com a finalidade de ter acesso as microestruturas formadas e compará-las com as dos aços experimentais. As Figuras 4.25 a 4.29 apresentam as curvas TRC do DIN 1.8550, e dos aços experimentais com 0,03% Ni, 0,70% Ni, 1,40% Ni e 2,75% Ni, respectivamente. Também é possível observar nessas figuras as microestruturas formadas após cada taxa de resfriamento e suas respectivas durezas.

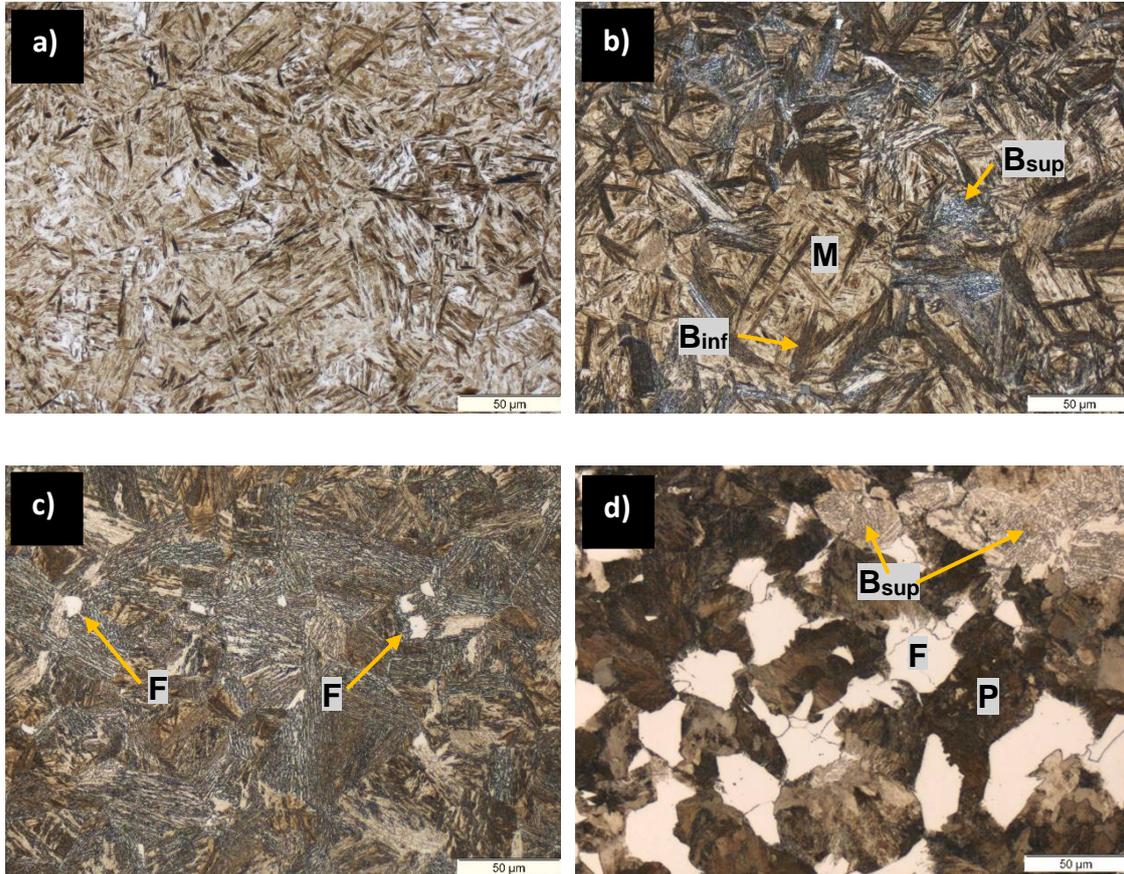
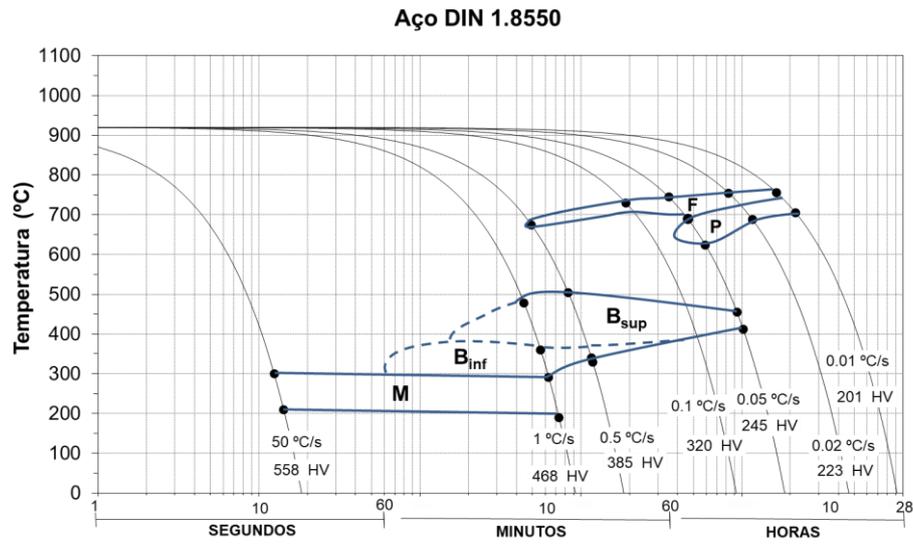


Figura 4.25 - Curva TRC do aço DIN 1.8550 e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

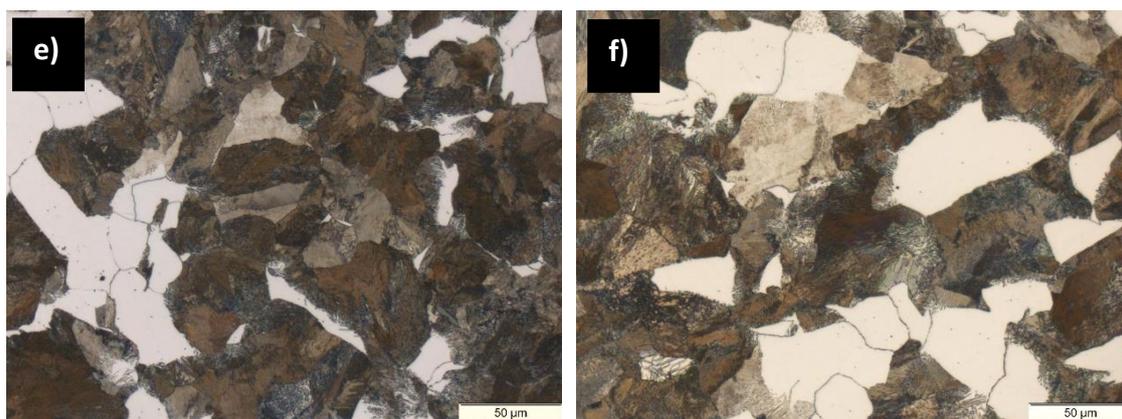


Figura 4.25 continuação - Curva TRC do aço DIN 1.8550 e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

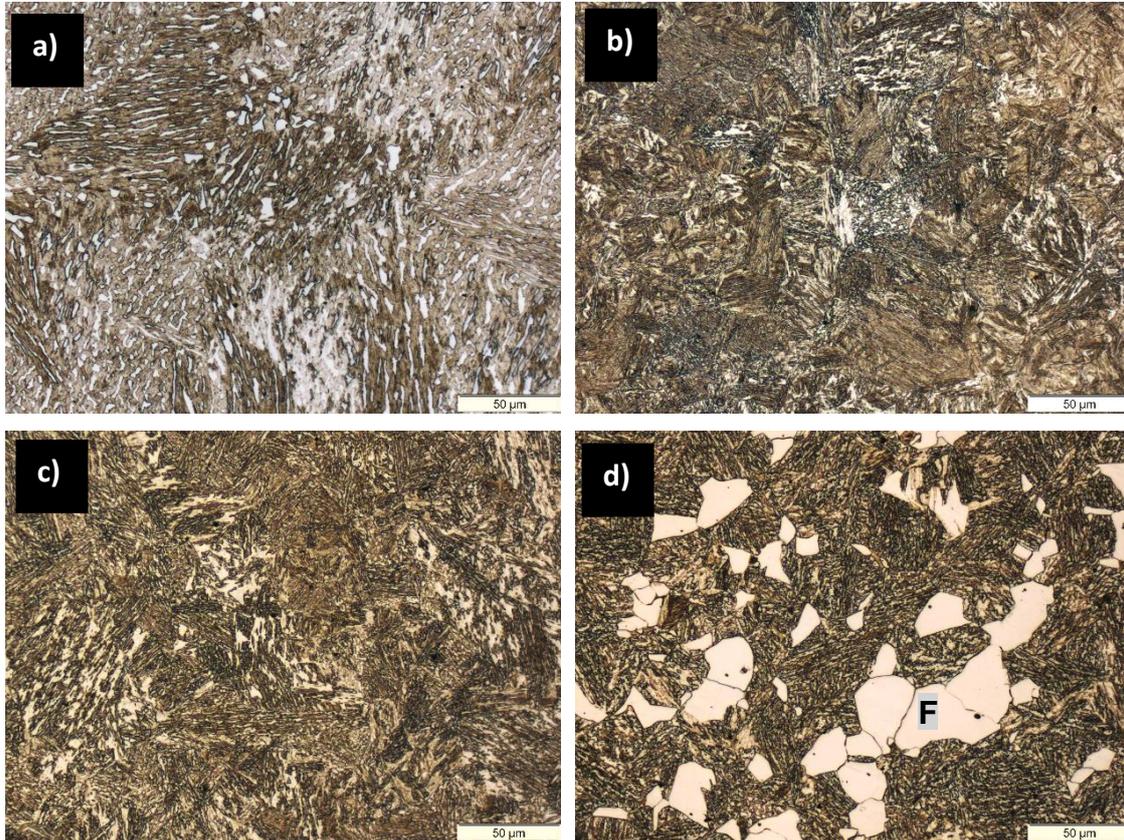
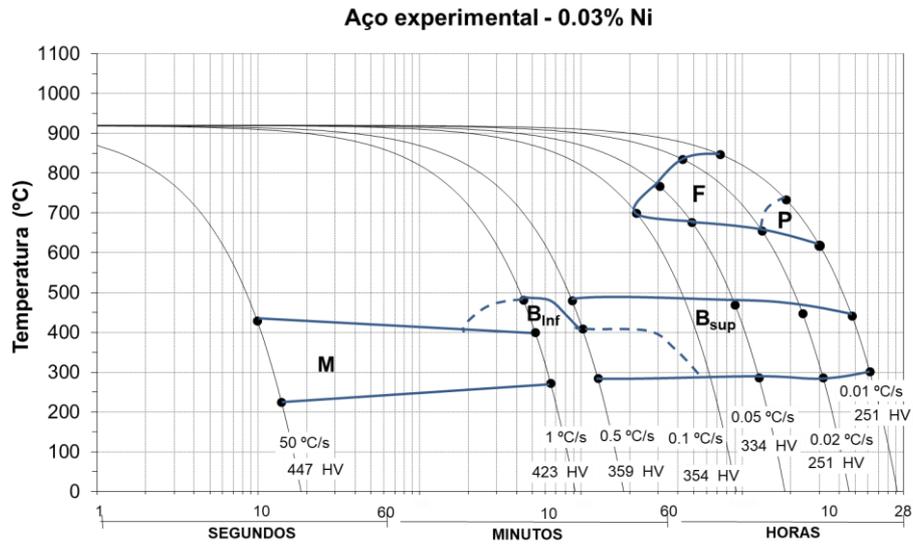


Figura 4.26 - Curva TRC do aço com 0,03% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

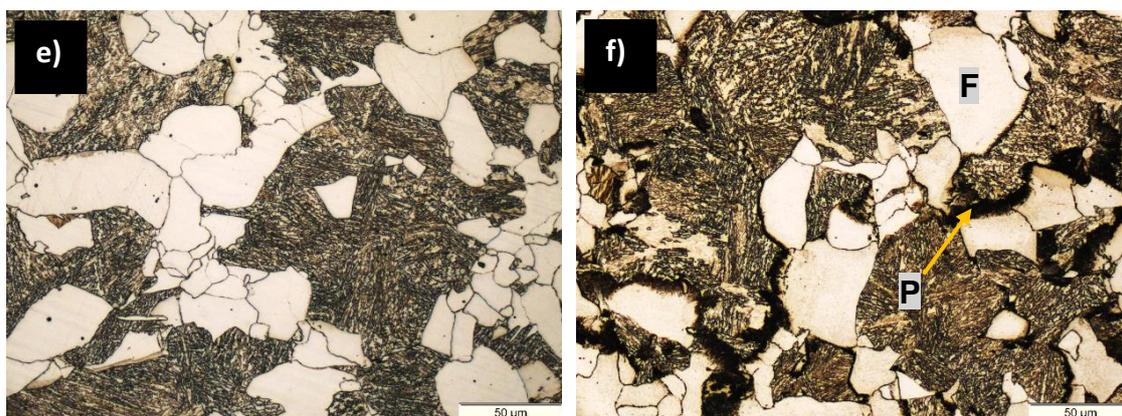


Figura 4.26 continuação - Curva TRC do aço com 0,03% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

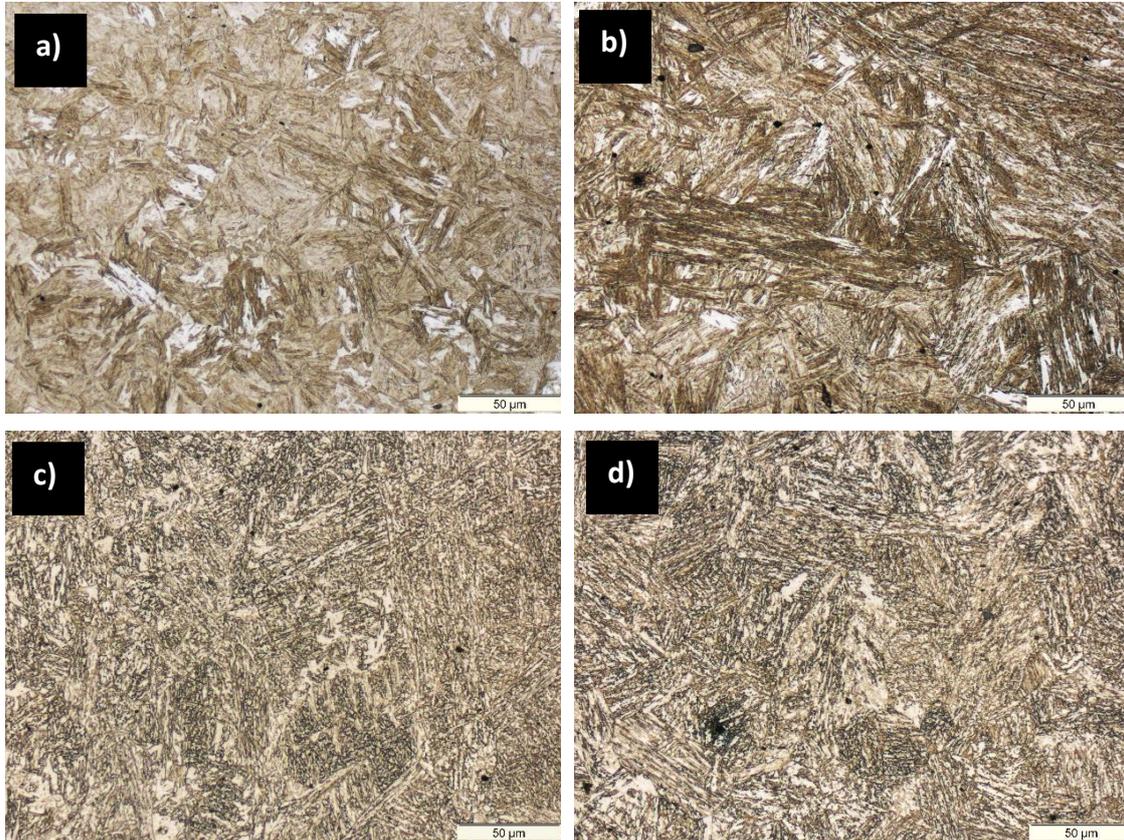
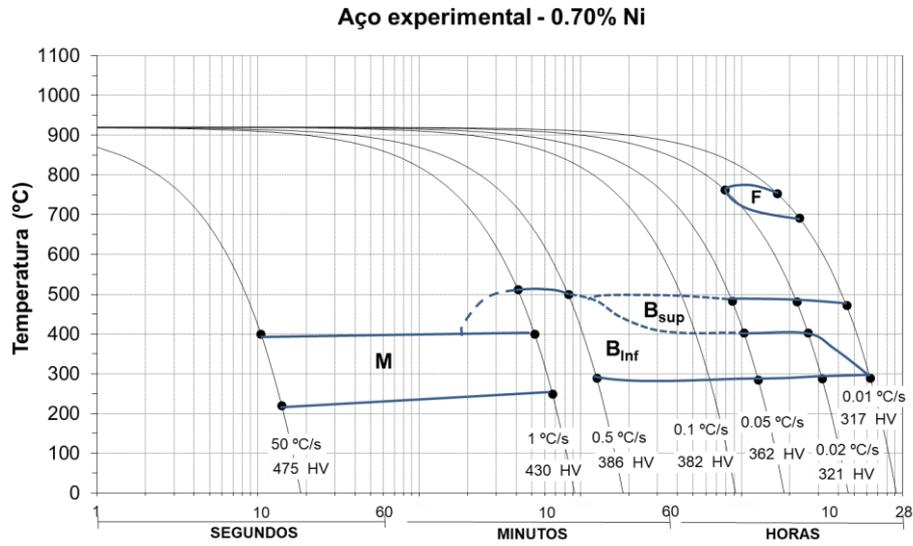


Figura 4.27 - Curva TRC do aço com 0,70% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

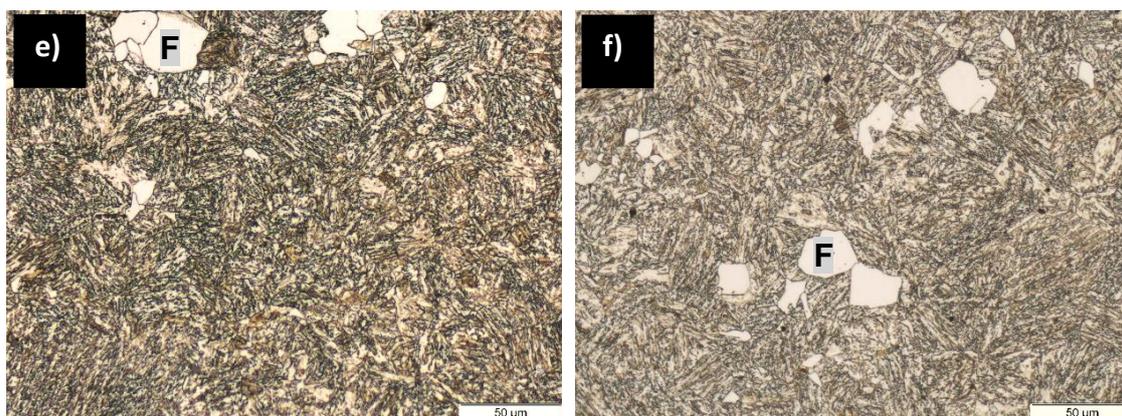


Figura 4.27 continuação - Curva TRC do aço com 0,70% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

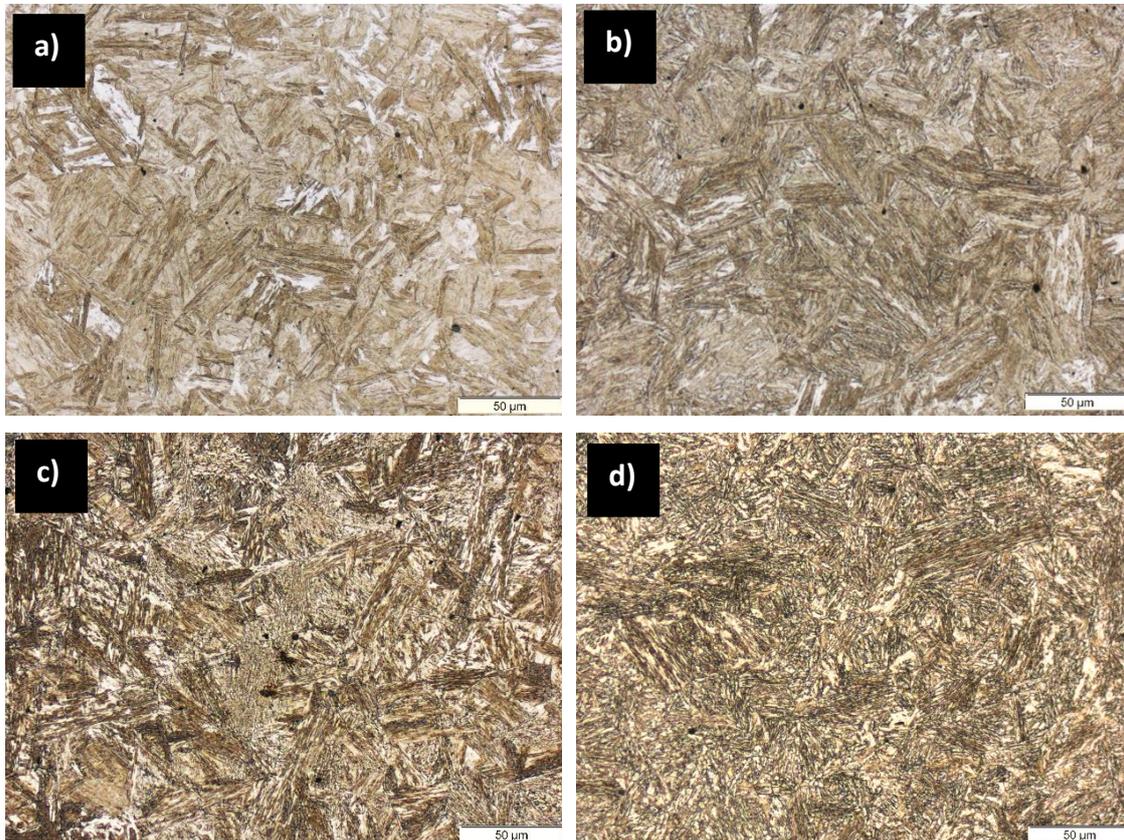
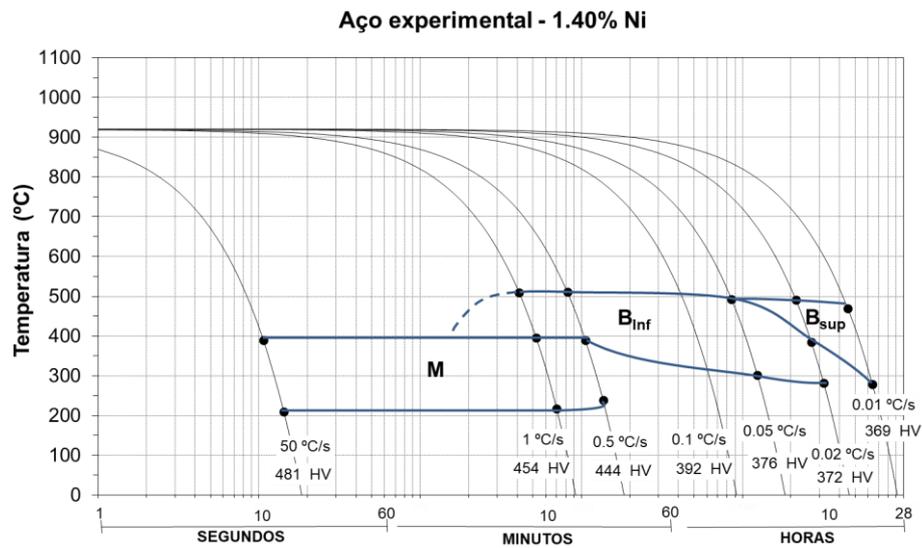


Figura 4.28 - Curva TRC do aço com 1,40% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

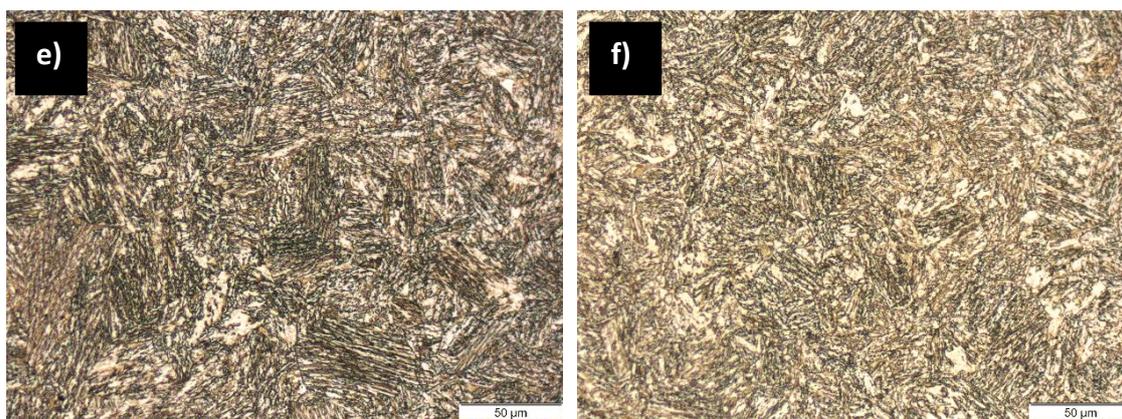


Figura 4.28 continuação - Curva TRC do aço com 1,40% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

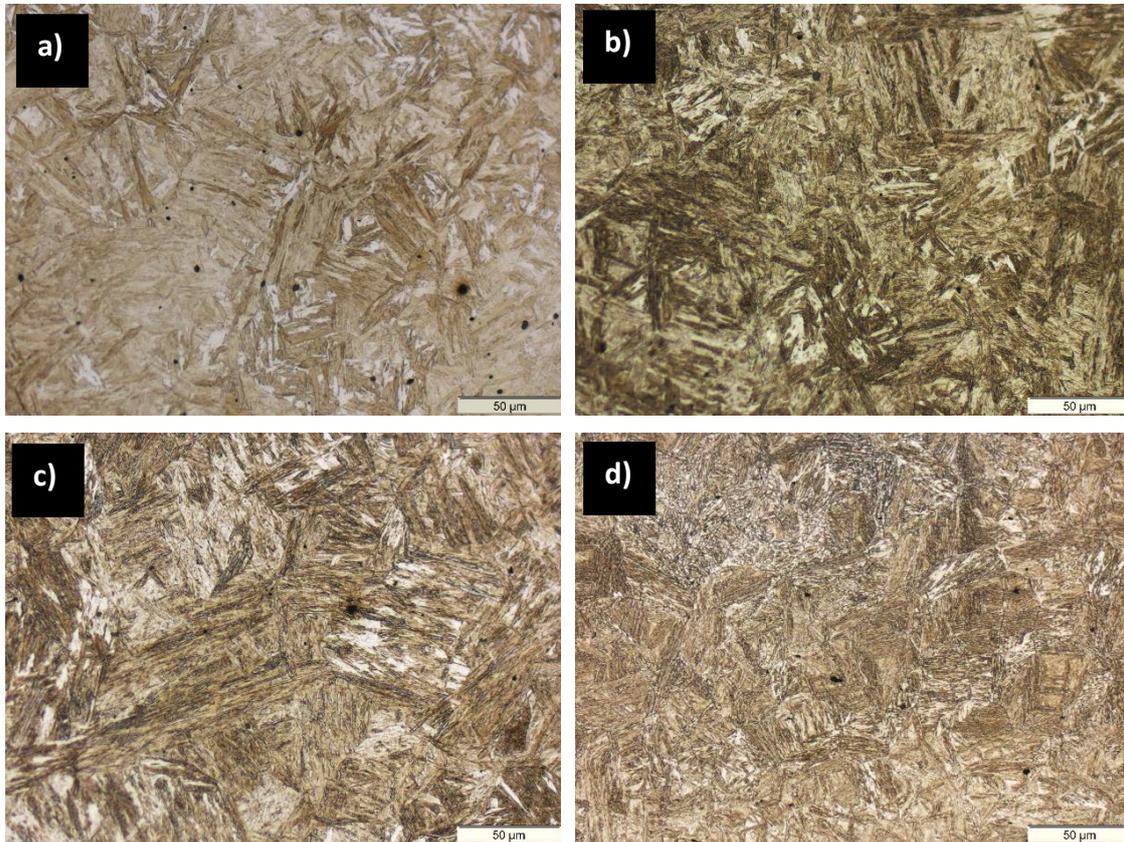
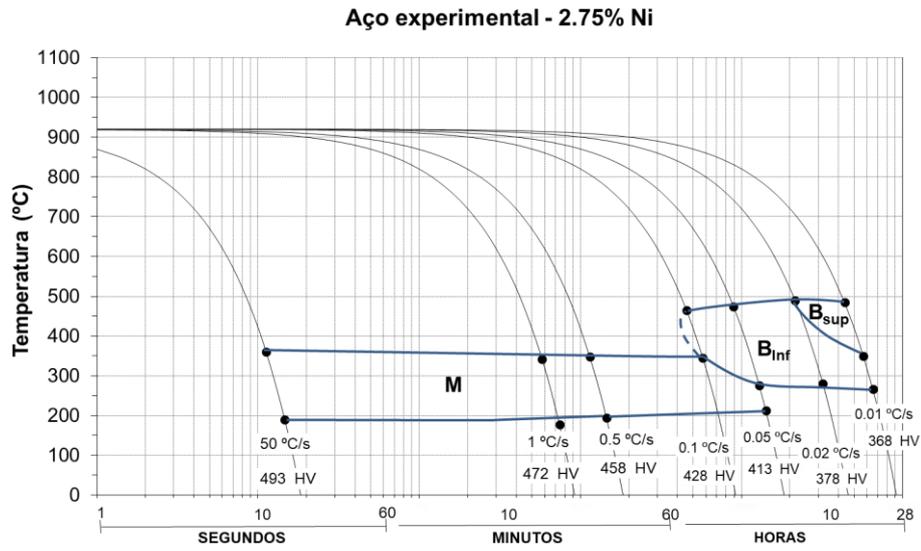


Figura 4.29 - Curva TRC do aço com 2,75% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

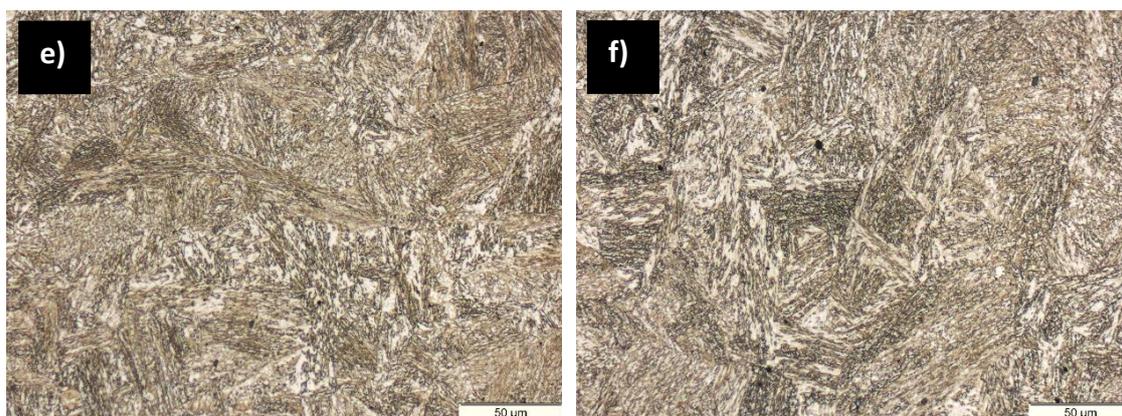


Figura 4.29 continuação - Curva TRC do aço com 2,75% Ni e imagens de MO das microestruturas após resfriamento nas seguintes taxas: a) 50°C/s; b) 1,0°C/s; c) 0,5°C/s; d) 0,05°C/s; e) 0,02°C/s; f) 0,01°C/s. Magnificação 500X, ataque Nital 4%.

Avaliando as microestruturas formadas nas taxas de resfriamento empregadas no aço DIN 1.8550, Figura 4.25, nota-se que esse aço possui baixa temperabilidade, uma vez que a partir da taxa de resfriamento de $0,5^{\circ}\text{C/s}$ já há a formação de ferrita pró-eutotéide. Na Figura 4.25 imagem-c), as setas indicam a presença de ferrita. Quando se aplica taxas mais lentas de resfriamento, entre $0,01^{\circ}\text{C/s}$ e $0,05^{\circ}\text{C/s}$, há intensa formação de ferrita + perlita que são microconstituintes de baixa dureza. Valores entre 200 e 245 HV foram medidos nas amostras, e não são suficientes para atender as propriedades mecânicas exigidas em roscas e cilindros. Por essa razão, é necessário, dependendo do diâmetro da barra fabricada, temperar o aço DIN 1.8550 em água ou óleo para que se atinja as propriedades mecânicas requeridas. Contudo, com o uso de meios mais severos de têmpera nesse aço, conforme já discutido na introdução do trabalho, ocorre o empenamento e distorção das barras devido a formação de martensita em sua superfície, e bainita ou mesmo ferrita+perlita no núcleo (dependendo da seção transversal do material beneficiado) que é oriundo da expansão volumétrica da transformação de fases em momentos distintos.

O aço experimental com 0,03% Ni também apresentou temperabilidade insatisfatória, como já evidenciado anteriormente na microestrutura da Figura 4.2 item-a), quando foi analisado as barras temperadas em linha, uma vez que houve formação de ferrita pró-eutetóide. Porém, já se nota que a composição química base proposta nos aços experimentais, mesmo ainda nesse caso sem adição significativa de níquel, apresenta campo bainítico bem definido na curva TRC, e microestrutura com matriz de bainita refinada, Figura 4.26.

Com o aumento do teor de Ni nos demais aços experimentais, percebe-se que esse elemento contribuiu com o aumento da temperabilidade, deslocando o campo ferrítico + perlítico para a direita das curvas TRC, vide Figuras 4.26 a 4.28.

O aço com 0,70% Ni apresentou boa temperabilidade, contudo nas taxas mais lentas de resfriamento como $0,02$ e $0,01^{\circ}\text{C/s}$ ainda houve formação de ferrita poligonal, conforme observado na Figura 4.27. Dessa maneira, caso seja empregado esse aço em barras de grandes diâmetros (por exemplo, 200 a 500

mm), haverá a formação de ferrita no núcleo e a microestrutura não será totalmente homogênea.

Avaliando a curva TRC do aço com 1,40% Ni, Figura 4.28, observa-se que mesmo para as taxas de resfriamento mais lentas, não houve formação de ferrita poligonal e, conseqüentemente, esse aço apresentou temperabilidade elevada. Com o teor de Ni de 1,40% nesse aço, ele apresenta uma significativa “baía” de campo bainítico em sua curva TRC, sendo possível a formação de microconstituintes homogêneos mesmo quando barras desse aço forem submetidas a uma ampla gama de taxas de resfriamento. A transformação de fases ocorrerá com expansão volumétrica praticamente no mesmo momento em toda seção transversal das barras quando resfriadas ao ar, minimizando as deformações e empenamentos do produto.

As microestruturas da Figura 4.28, aço com 2,75% Ni, apresentam características muito semelhantes entre si, independentemente das taxas de resfriamento empregadas. Ou seja, um nível elevado de homogeneidade microestrutural e de propriedades mecânicas será obtido em barras desse aço quando temperadas em linha ao ar calmo, independentemente de seu diâmetro.

Outro efeito do elemento Ni evidenciado nos aços propostos, é que ele também desloca o campo de bainita superior para a direita, do mesmo modo como faz com a ferrita + perlita. Com o aumento do teor de níquel, há o favorecimento da formação de microconstituintes mais refinados. Essa observação é confirmada novamente, quando se adiciona Ni em elevados teores, como é o caso do aço com 2,75%, Figura 4.29. Pode-se notar, que ocorreu significativo deslocamento do campo bainítico para a direita, favorecendo a formação de martensita.

A composição base dos aços experimentais propostos possui baixo teor de carbono, 0,20%, e devido a adição dos demais elementos, tornou-se possível temperá-lo, e obter microconstituintes metaestáveis como a martensita e bainita. Por ser de baixo teor de carbono, as nuances que distinguem a bainita superior da bainita inferior nos aços estudados são muito sutis, não sendo possível

distingui-las na resolução de microscopia óptica, e apenas por microscopia eletrônica de varredura, conforme apresentado na análise dos corpos de prova de impacto, Figuras 4.14 a 4.17. Entretanto, a expansão volumétrica do aço é identificada com precisão no ensaio de dilatométrica no início da formação de ambas bainita superior e bainita inferior, vide curvas do ensaio de dilatométrica na Figura 4.30. As curvas mais complexas que apresentam a formação de bainita superior e inferior, Figura 4.30 itens a), c) e f), são oriundas de convoluções de dois picos de expansão volumétrica, ou seja, um da B_{sup} e outro da B_{inf} .

Medidas de dureza também complementaram a caracterização das microestruturas obtidas nos ensaios de dilatométrica, e foram mais elevadas quanto mais refinado foi o microconstituente formado. Nas condições de resfriamento em que houve formação de martensita, a dureza superou 400 HV, enquanto nas condições em que houve apenas a formação de bainita, a homogeneidade de dureza foi muito grande variando apenas entre 10 e 20 HV em um mesmo aço independente da taxa de resfriamento empregada.

Correlacionando as taxas de resfriamento de barras industriais em sua superfície e núcleo, conforme simulação pelo método de elementos finitos Tabela 3.7, com as microestruturas formadas no ensaio de dilatométrica, define-se que o aço mais adequado para avançar com testes em escala industrial é o de 1,40% Ni, porque ele apresenta a maior homogeneidade microestrutural dentre os aços estudados e amplo campo de formação de bainita para diversas condições de resfriamento. A Tabela 4.4 apresenta as estimativas das microestruturas que se formariam nos aços experimentais e no DIN 1.8550 quando temperados ao ar, cobrindo toda faixa de diâmetros para aplicação em rosca e cilindros de plastificação. Observa-se, mais uma vez, que o aço com 1,40% de Ni é o mais homogêneo. Os efeitos de empenamento de barras e heterogeneidade de microestruturas definitivamente acompanham o aço DIN 1.8550, devido a sua baixa temperabilidade e ampla gama de formação de microconstituíntes. Por essa razão, industrialmente ele não é temperado em linha ao ar, e seu beneficiamento normalmente é realizado por têmpera em óleo para diâmetros até 150 mm. Acima dessa medida a têmpera é realizada em água

ou polímeros de t mpera, vide estimativa das microestruturas nas Tabelas 4.5 e 4.6.

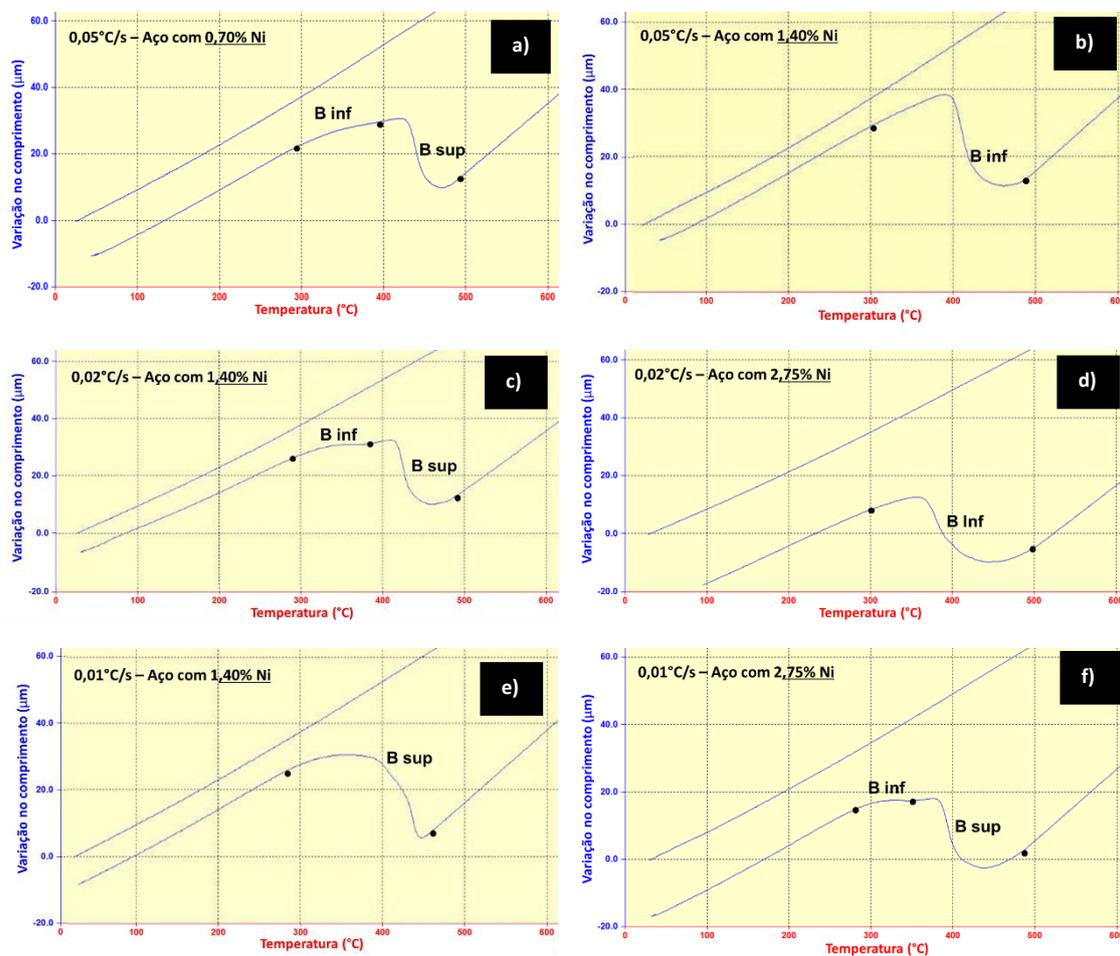


Figura 4.30 - Curvas do ensaio de dilatometria apontando a transforma o de fases da austenita em Bainita superior (B_{sup}) e de Bainita inferior (B_{inf}). [Taxas de resfriamento de $0,05^\circ\text{C/s}$: a) $0,70\%$ Ni e b) $1,40\%$ Ni]; [Taxa de resfriamento de $0,02^\circ\text{C/s}$: c) $1,40\%$ Ni e d) $2,75\%$ Ni]; [Taxa de resfriamento de $0,01^\circ\text{C/s}$: e) $1,40\%$ Ni e f) $2,75\%$ Ni].

Tabela 4.4 - Microestruturas esperadas em cada aço após têmpera em linha com resfriamento ao ar.

Diâmetro das barras (mm)	Taxas de resfriamento <u>ao ar</u> (°C/s)		0,03% Ni	0,70% Ni	1,40% Ni	2,75% Ni	DIN 1.8550
	Superfície =	Núcleo					
20	0,3		Bainita	Bainita	Bainita	Martensita	Ferrita + Bainita
70	0,1		Bainita	Bainita	Bainita	Martensita	Ferrita + Bainita
150	0,04		Ferrita + Bainita	Bainita	Bainita	Bainita	Ferrita + Perlita
330	0,02		Ferrita + Perlita + Bainita	Ferrita + Bainita	Bainita	Bainita	Ferrita + Perlita
500	0,01		Ferrita + Perlita + Bainita	Ferrita + Bainita	Bainita	Bainita	Ferrita + Perlita

Tabela 4.5 - Microestruturas esperadas na Superfície e Núcleo de barras do aço DIN 1.8550 quando temperado em óleo.

Diâmetro das barras (mm)	Taxas de resfriamento <u>em óleo</u> (°C/s)			DIN 1.8550	
	Superfície	≠	Núcleo	Superfície	Núcleo
20	5,7		5,6	Bainita + Martensita	Bainita + Martensita
70	1,6		1,3	Bainita + Martensita	Bainita + Martensita
150	0,7		0,5	Bainita	Ferrita + Bainita
330	0,3		0,2	Ferrita + Bainita	Ferrita + Bainita
500	0,2		0,1	Ferrita + Bainita	Ferrita + Bainita

Tabela 4.6 - Microestruturas esperadas na Superfície e Núcleo de barras do aço DIN 1.8550 quando temperado em água.

Diâmetro das barras (mm)	Taxas de resfriamento <u>em água</u> (°C/s)			DIN 1.8550	
	Superfície	≠	Núcleo	Superfície	Núcleo
20	17,4		14,6	Martensita	Martensita
70	5,2		2,9	Bainita + Martensita	Bainita + Martensita
150	2,9		0,9	Bainita + Martensita	Bainita + Martensita
330	1,8		0,3	Bainita + Martensita	Ferrita + Bainita
500	1,6		0,1	Bainita + Martensita	Ferrita + Bainita

Pode-se prever, por meio da curva TRC do aço com 1,40%Ni (Figura 4.28), que sob taxas de resfriamento entre 0,5 e 0,01°C/s, a microestrutura do material estará dentro do campo bainítico estendido, o que se confirma nas micrografias por microscopia óptica apresentadas na Figura 4.28 itens c) a f).

Este resultado mostra a efetividade da técnica do ensaio de dilatométrica no *alloy design* de novos aços.

4.6 Caracterização do aço V8550M[®] (com adição de 1,40%Ni) produzido em escala industrial

As Figuras 4.31 e 4.32 apresentam o perfil de dureza de barras industriais com 330 mm em diâmetro, respectivamente dos aços DIN 1.8550 e do aço com 1,4% de Ni, que quando produzido industrialmente passou a denominar-se V8550M[®].

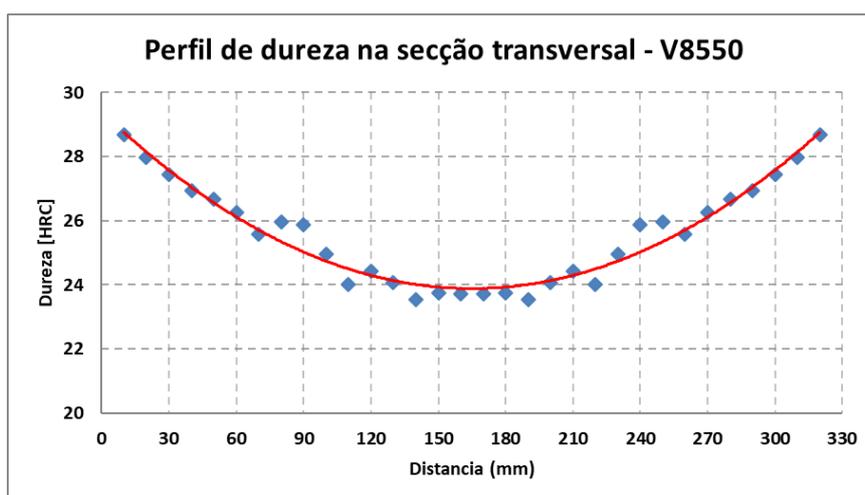


Figura 4.31 - Perfil de dureza na secção transversal do aço DIN 1.8550. Barra industrial com 330 mm em diâmetro.

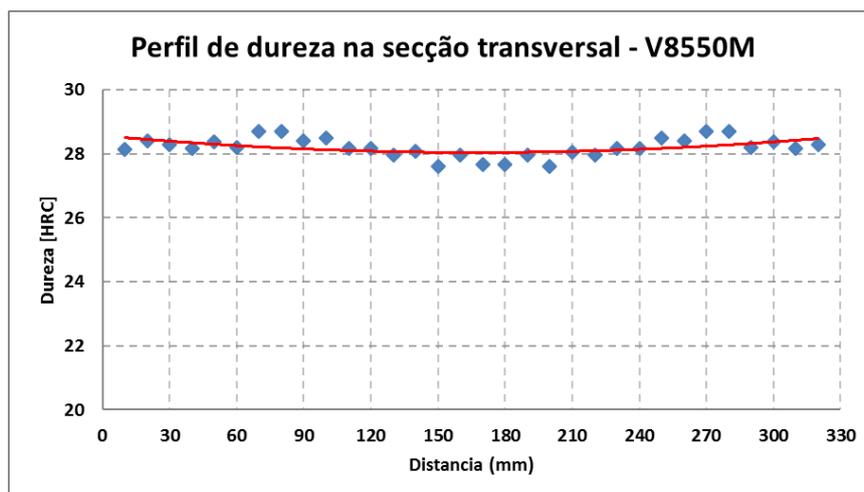


Figura 4.32 - Perfil de dureza na secção transversal novo aço V8550M[®], com adição de 1,40% Ni. Barra industrial com 330 mm em diâmetro.

Percebe-se que as propriedades mecânicas na superfície e núcleo variam significativamente no aço DIN 1.8550, mesmo quando temperado em água, e existem regiões da barra em que a dureza está abaixo do mínimo da especificação que é 26 HRC. Em contrapartida, o aço V8550M[®] apresentou elevada homogeneidade de dureza em toda secção transversal de barras de grandes diâmetros, mesmo quando temperado em linha ao ar calmo.

As microestruturas das regiões de superfície, meio raio e núcleo de ambos aços são apresentadas na Figura 4.33. De maneira geral, a microestrutura do aço V8550M[®] é significativamente mais refinada que o aço DIN 1.8550. Além disso, ela é homogênea, sendo formada exclusivamente de bainita (mix entre bainita superior e bainita inferior). Já o aço DIN 1.8550, mesmo quando temperado em água, houve a formação de ferrita pro-eutetóide no núcleo da barra e pacotes de ferrita bainítica muito grosseiros.

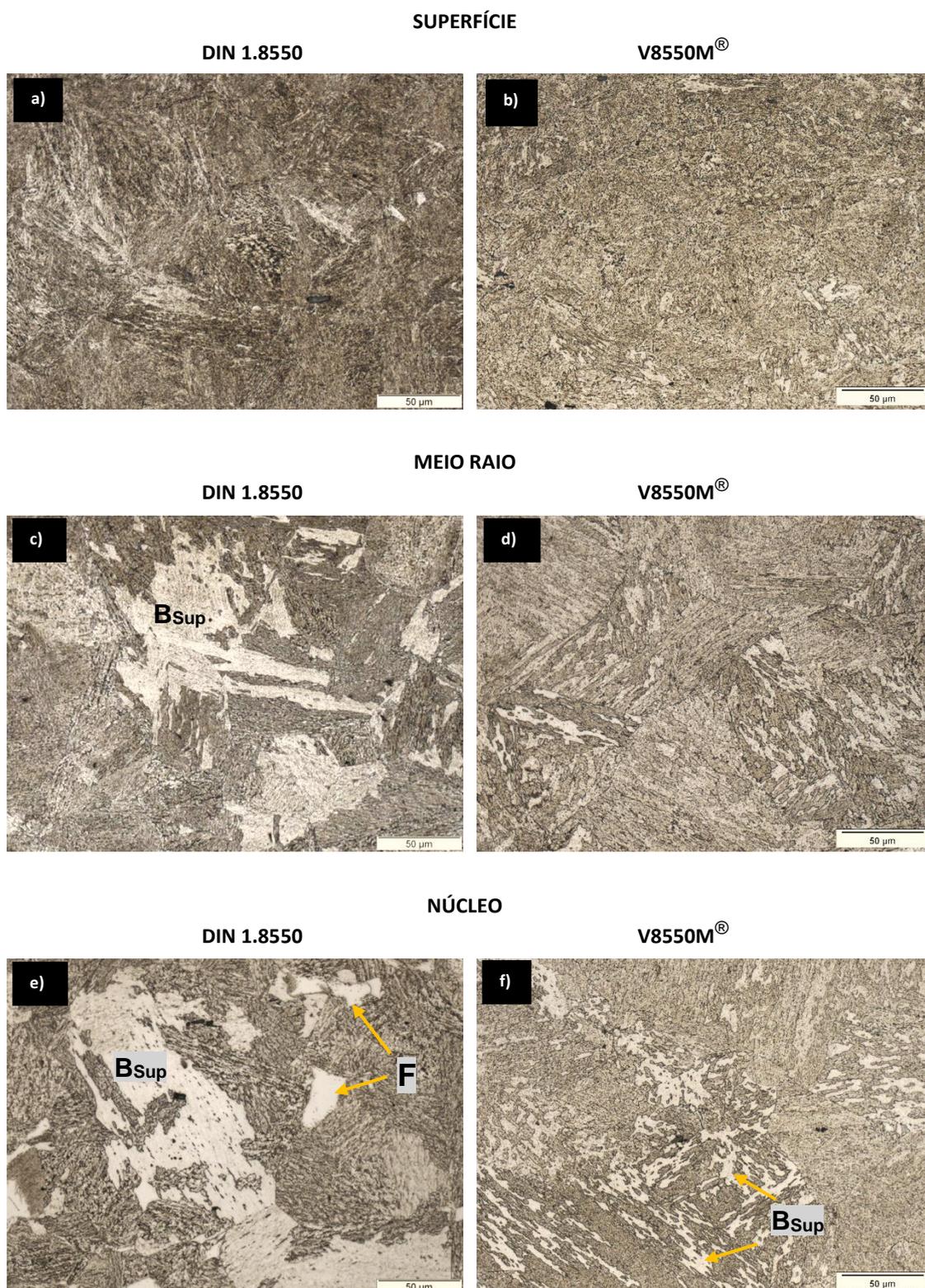


Figura 4.33 - Microestrutura das barras industriais com diâmetro de 330 mm. À esquerda aço DIN 1.8550: a) Superfície, c) Meio Raio, e) Núcleo. À direita aço V8550M[®] com adição de 1,40%Ni: b) Superfície; d) Meio Raio; f) Núcleo. Aumento de 500X. Ataque Nital 4%.

4.7 Testes de Campo

4.7.1 Manufatura de rosca e cilindro de extrusora

De caráter ilustrativo, apresenta-se imagens dos testes de campo realizados com o novo aço V8550M. Foi manufaturado pela empresa LGMT um cilindro de extrusora com diâmetro externo de 330 mm e 4.000 mm de comprimento, e uma rosca também de extrusora de polímeros fabricada pela empresa Universaloy com diâmetro externo de 70 mm e 6.000 mm de comprimento, Figuras 4.34 e 4.35, respectivamente.



Figura 4.34 - Canhão dupla-rosca produzido com aço V8550M[®]. Foto cortesia empresa LGMT de Piracicaba-SP.

Não há a pretensão nesse momento de apresentar dados comprobatórios cientificamente e com base estatística, mas sim registrar os relatos das empresas, que na prática, manufaturaram o cilindro e a rosca de extrusoras em escala real e industrial. Os relatos foram que os níveis de empenamentos observados e medidos das peças durante e após as operações de usinagem foram mínimos, e a performance de maneira geral muito superior a tipicamente observada na manufatura de roscas e cilindros de mesmas geometrias com o

aço DIN 1.8550. A Tabela 4.7 apresenta alguns dados quantitativos medidos da manufatura do cilindro.



Figura 4.35 - Rosca de extrusora de produzido com aço V8550M[®]. Foto cortesia empresa Universaloy de São Bernarado do Campo – SP.

Tabela 4.7 - Relato do desempenho de empenamento após fabricação do canhão dupla rosca.

Manufatura	Usinagem de torneamento e furação	Empenamento após furação (usinagem de desbaste)	Empenamento após furação (usinagem de acabamento)	Empenamento após processo de nitretação
Aço DIN 1.8550	Equivalentes	0,8 mm	0,6 mm	0,4 mm
Aço V8550M		0,2 mm	Não apresentou	Não apresentou

O resfriamento lento na têmpera em linha do aço V8550M[®] que possui altíssima temperabilidade, não gera expansões volumétricas na barra em momentos distintos, oriundas de transformação de fases. Como resultado, se obtém um aço com baixo nível de tensões residual, com microestrutura homogênea e elevada estabilidade dimensional para manufatura de roscas e cilindros de plastificação.

5 CONCLUSÕES

- Foi desenvolvido um novo aço para aplicação em roscas e cilindros de plastificação de polímeros. O endurecimento desse aço, por têmpera com resfriamento ao ar calmo é factível, uma vez que, ele apresenta altíssima temperabilidade.

- Verificou-se, que o elemento Ni atrasa a cinética de transformação da ferrita e perlita nos aços de baixo teor de carbono estudados. E favorece a formação de bainita e martensita.

- Nos aços bainíticos de baixo teor de carbono estudados, observa-se que o elemento Ni favorece a formação de bainita inferior em detrimento a bainita superior/bainita granular.

- O aço com 1,40% Ni apresentou elevada tenacidade, pois apresenta microestrutura majoritariamente composta de bainita inferior. Os carbonetos desse microconstituente estão dispersos de maneira mais homogênea no interior das placas de ferrita bainítica.

- Os aços com 0,03% e 0,70% Ni apresentaram menor tenacidade, uma vez que sua microestrutura é majoritariamente composta por bainita superior/granular. Os carbonetos nesse caso estão precipitados e aglomerados nos contornos dos pacotes da ferrita bainítica.

- A aglomeração dos carbonetos nos contornos da ferrita bainítica atuam como concentradores de tensão, e facilitam a propagação de trincas. Por essa razão a tenacidade dos aços com baixos teores de Ni é menor.

- No aço com 2,75%, a microestrutura formada é composta majoritariamente de martensita revenida. Uma vez que o elevado teor de níquel no aço, deslocou para a direita de sua curva TRC, além dos campos ferríticos e perlíticos, também a baía de bainita.

- Os carbonetos identificados por EDS no ensaio de microscopia eletrônica de transmissão são majoritariamente, compostos por Cr e Fe. Porém também existe Mo e V como elementos presentes em sua composição química.

- Não foi o objetivo principal do trabalho identificar e quantificar, os tipos e a morfologias dos carbonetos presentes nas microestruturas dos aços bainíticos de baixo teor de carbono estudados. Entretanto é sugerido que sejam possivelmente são do tipo $M_{23}C_6$ e M_7C_3 e M_3C .

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar análise de difração de raios-X (DRX) de amostras significativas (100 a 200 g) de carbonetos obtidos através da digestão ácida da matriz ferrítica/bainítica dos aços deste estudo. Promovendo a distinção e identificação dos tipos de carbonetos (Fe_3C , MC, M_7C_3 , M_{23}C_6) com campo amostral suficiente, e possibilitando o refinamento através de Rietveld para quantificar a fração (%) de cada tipo de carbonetos.

- Utilizar a técnica de mapeamento cristalográfico automatizado no microscópio eletrônico de transmissão (TEM) no modo nanobeam (ASTAR) para o mapeamento de carbonetos nas amostras de réplicas metalográficas. E identificar os distintos tipos de carbonetos (Fe_3C , MC, M_7C_3 , M_{23}C_6).

- Estudar a usinabilidade do novo aço V8550M® em comparação a material de referência DIN 1.8550, avaliando o desgaste de flanco das ferramentas de corte em processos de usinagem por torneamento e fresamento.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] HIPPENSTIEL, F. et al. **Handbook of plastic mold steel**. Wetzlar: Edelstahlwerke Buderus, 2004. 328p.
- [2] BACALHAU, J.B. **Desenvolvimento de aço para moldes plásticos com 40 HRC e elevada usinabilidade**. Orientador: Jorge Otubo. 2012. 140f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica). Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2012.
- [3] GEHRICKE, B.; SCHRUFF, I. Trends in plastic mould steel applications. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TOOLING, 5., 1999, Leoben. **Proceedings** [...]. Leoben: Univ. of Leoben, 1999. p.83-92.
- [4] BACALHAU, J.B.; BARBOSA, C.A.; OTUBO, J. Avaliação da temperabilidade de aços com baixos teores de carbono por dilatométrica. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 67. 2012, Rio de Janeiro. **Anais...** São Paulo: ABM, p. 697-707, 2012.
- [5] PLASTIC EUROPE. **An analysis of European plastics production, demand and waste data 2014-2015**. Disponível em: <https://www.plasticseurope.org/application/files/6315/4510/9658/Plastics_the_facts_2018_AF_web.pdf>. Acesso em: 15/04/2018
- [6] GREENPEACE. **Datos sobre la producción de plásticos**. Disponível em <<https://es.greenpeace.org/es/trabajamos-en/consumismo/plasticos/datos-sobre-la-produccion-de-plasticos/>>. Acesso em: 01/03/2019.

[7] WOETEX. **Catálogo institucional - Linha de Roscas e Cilindros da Wortex**. Disponível em: <www.wortex.com.br>. Acesso em: 20/01/2017.

[8] FLITE TECHNOLOGY. **Catálogo institucional - Cilindros y husillos alimentadores de calidad mundial**. Disponível em: <www.flitetech.com>. Acesso em: 31/08/2018

[9] VILLARES METALS. **Aço V8550**. 2005. Ficha técnica do aço. Disponível em: <<http://www.villaresmetals.com.br/villares/pt/Produtos/Acos-Ferramenta/Aplicacoes/Aplicacao-mecanica/V8550-e-V8550M>>. Acesso em: 18/04/2017.

[10] EDELSTAHL WITTEN-KREFELD GMBH. **Nitriding Steels: Nitrodur**. Disponível em: <https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Broschueren/063_DEW_Nitrodur_GB.pdf>. Acesso em: 27/11/2018

[11] SCHMOLZ + BICKENBACH. **Nitrodur 34CrAlNi7-10 (Aço 8550) – Ficha técnica**. Disponível em: <<https://www.yumpu.com/pt/document/read/14938832/nitrodur-34-cralni-7-aco-8550-schmolz-bickenbach-ag>>. Acesso em: 27/11/2018

[12] LGMT EQUIPAMENTOS INDUSTRIAIS. **Site institucional**. Disponível em: <<http://www.lgmt.com.br/>>. Acesso em: 05/03/2017.

[13] THELNING, K. E. **Steel and it heat treatment**. 2.ed. London: Butterworths, 1984. 678p.

- [14] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals handbook Volume 4 – Heat Treating**. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1991.
- [15] MACHERAUCH, F.; HAUKE, V. **Residual Stresses in Science and Technology**. Oberursel, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1986.
- [16] INTERNATIONAL CONFERENCE ON RESIDUAL STRESSES, 2. 1988, Nancy, France. **Proceedings** [...]. London; New York: Elsevier Applied Science, 1989. 1020p.
- [17] ROSE, A.; HOUARDY, H.P. Transformation Characteristics and Hardenability of Carburizing Steels. In: TRANSFORMATION AND HARDENABILITY IN STEELS. 1967, Michigan. **Proceedings** [...]. Michigan: Climax Molybdenum Company of Michigan, 1967. p.155-167.
- [18] HABRAKEN, A.M.; BOURDOUXHE, M.; DENIS, S.; SIMON, A. Generating of Internal and Residual Stresses in Steel Workpieces during Cooling. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RESIDUAL STRESSES, 2. 1988, Nancy, France. **Proceedings** [...]. London; New York: Elsevier Applied Science, 1989. p.593-599.
- [19] DENIS, S.; GAUTIER, E.; SIMON, A.; BECK, G. Stress-Phase Transformation Interactions - Basic Principles, Modelling and Calculation of Internal Stresses. **Materials Science and Technology**. v.1, n.10, 1985. p.805-814.
- [20] ERICSSON, T.; SJÖSTRÖM, S.; KNUUTTILA, M.; HILDENWALL, B. Predicting Residual Stresses in Cases. In: CASE HARDENED STEELS, MICROSTRUCTURAL AND RESIDUAL STRESS EFFECTS. 1983, Atlanta. **Proceedings** [...]. Metals Park, OH: American Society for Metals, 1984.

- [21] HILDENWALL, B.; ERICSSON, T. Residual Stresses in the Soft Pearlite Layer of Carburized Steel. **Journal of Heat Treating**. v.1, n.3. 1980, p.3-13.
- [22] SHIN, R.W.; WALTER, G.H. Case histories of residual stress related component failures. In: RESIDUAL STRESSES FOR ENGINEERS AND METALLURGISTS. 1980, Chicago. **Proceedings** [...]. Metals Park, OH: American Society for Metals, 1981, p.1-20.
- [23] ROSE, A.; HOUGARDY, H.P. Transformation Characteristics and Hardenability of Carburizing Steels. In: TRANSFORMATION AND HARDENABILITY IN STEELS. 1967, Michigan. **Proceedings** [...]. Michigan: Climax Molybdenum Company of Michigan, 1967. p.155-167.
- [24] MOHAMMAD, K. A. Heat treatment and effects of Cr and Ni in low alloy steel. **Bulletin of Materials Science**. v.34, n.7, Dec. 2011. p.1439-1445.
- [25] BOLD, T; PRZEGALINSKI, S; ZIRNSAK, A. The Effect of Nickel Content on the Structure and Properties of Steels for Heavy Forgings. **Pr. Inst. Met. Zelaza** v.30, n.3, 1978. p.151-163.
- [26] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook. Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys**. v.1. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1991.
- [27] YAO, Z.; XU, G.; JIANG, Z.; TIAN, J.; YUAN, Q. Effects of Ni and Cr on Cryogenic Impact Toughness of Bainite/ Martensite Multiphase Steels. **Metals and Materials International**. v.25, n.5, 2019. p.1151-1160.
- [28] TIAN, J.Y.; XU, G.; ZHOU, M.X.; HU, H. J. Refined Bainite Microstructure and Mechanical Properties of a High-Strength Low-Carbon Bainitic Steel Treated

by Austempering Below and Above Ms. **Steel Research International**. v.89, n.4, 2018. p.1-10.

[29] TIAN, J.; XU, G.; JIANG, Z.; HU, H.; ZHOU, M. Effect of Ni Addition on Bainite Transformation and Properties in a 2000 MPa Grade Ultrahigh Strength Bainitic Steel. **Metals and Materials International**. v.24, n.6, 2018. p.1202-1212.

[30] MECÂNICA DE FABRICAR. **Extrusão de plástico**. Disponível em: <<http://mecanicadefabricar.blogspot.com.br/2015/10/extrusao-plastica.html>>.

Acesso em: 29/03/2017.

[31] ROSCACIL. **Site institucional**. Disponível em: <<http://www.roscacil.com.br/new/construcao.html>> Acesso em: 18/04/2017.

[32] Feira Internacional do Plástico e da Borracha, São Paulo, 20 a 24 de março de 2017. Foto tirada dos Expositores Luigi Miotto – LGMT e Wortex.

[33] BACALHAU, J.B.; BARBOSA, C. A., OTUBO, J. Avaliação da temperabilidade de aços para moldes plásticos com baixos teores de carbono e níquel. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS, 67. 2012, Rio de Janeiro. **Anais** [...]. São Paulo: ABM, 2012. Trabalho aceito para apresentação.

[34] JUNIOR, R.T.C.F.; BACALHAU, J. B.; BARBOSA, C. A., Otimização do ciclo de tratamento térmico de grandes blocos do aço VP20ISO com auxílio de simulação numérica. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA

DE METAIS, 67. 2012, Rio de Janeiro. **Anais** [...]. São Paulo: ABM. 2012. Trabalho aceito para apresentação.

[35] BACALHAU, J.B.; OTUBO, J. Aço Para Moldes Plásticos De Alto Desempenho: Inovando Para O Aumento Da Competitividade Da Cadeia Produtiva. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS, 70. 2015, Rio de Janeiro. **Anais** [...]. São Paulo: ABM. 2015. * *Trabalho vencedor do 1º lugar do Prêmio de Inovação ABM em 2014.*

[36] BACALHAU, J. B.; SOUZA, E.N; FARINA, A. B; BARBOSA, C.A. Thermodynamic simulation of nitrogen and manganese contents in delta ferrite formation of plastic mold stainless steel. In: CALPHAD CONFERENCE, 40., 2011, Rio de Janeiro. **Resumos** [...]. São Paulo: ABM, 2011. p.125.

[37] MESQUITA, R. A. **Tool Steels: Properties and Performance**. Boca Raton: CRC Press, 2017. 245p.

[38] ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. **Tool steels**. 5.ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1998. 364p.

[39] ANYANG XINSHENG MACHINE TOOL CO. **Injection molding machine screw processing cnc, institutional video**. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=wHEQYI23uPg>>. Acesso em: Janeiro 2019.

[40] STAHL EISEN. **Stahl Eisen Liste: Register of European Steels Hardcover**. Dusseldorf: Verlag Stahl Eisen, 1999. 736p.

- [41] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A 681 – 08**: Standard Specification for Tool Steels Alloy. West Conshocken, PA: ASTM, 2008.
- [42] VILLARES METALS. **Aços para construção Mecânica**: ficha técnica do aço VL40. Disponível em: <www.villaresmetals.com.br>. Acesso em 27/03/2017.
- [43] BACALHAU, J.B.; RODRIGUES, F. M.; MESQUITA, R. A. Caracterização de novo aço ferramenta para matrizes de extrusão de alumínio, **Tecnologia em metalurgia, materiais e mineração**. v.11, n. 2, p. 1-5, abr./jun. 2014.
- [44] WEN, D. C. Plasma nitriding of plastic mold steel to increase wear and corrosion properties. **Surface & Coatings Technology**, v.204, n.4, p.511-519, 2009.
- [45] ALVES JUNIOR, C. **Nitreção a plasma**: fundamentos e aplicações. Natal: EDUFRN, 2001. 124p.
- [46] PYE, David. An Introduction to nitriding. In: **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2003. p.1-11.
- [47] ADOLF, Fry. **Process for hardening steel alloys**. Depositante: Krupp Stahl AG. US1487554A. Depósito: 26 mar. 1921. Concessão: 18 mar.1924.
- [48] ARCELOR MITTAL. **Ficha técnica aço 4140**. Disponível em: <<https://brasil.arcelormittal.com/>>. Acesso em: 04/01/2019

[49] ARCELOR MITTAL. **Ficha técnica aço 4340** – Disponível em: <<https://brasil.arcelormittal.com/>>. Acesso em: 04/01/2019

[50] METALTÉCNICA SUL. **Tabelas de ciclos de nitretação**. Disponível em: <<http://www.metaltecnicasul.com.br/nitretacaogasosa.html>> Acesso em: 08/04/2017.

[51] JINYI PRECISION MACHINERY. **Site institucional**. Disponível em: <<http://www.jinyiscrew.com/>>. Acesso em: 15/04/2017.

[53] TIANZE MACHINERY. **Bimetalic screws**. Disponível em: <<http://www.tizatech.com/screw.asp?catalD=4>>. Acesso em: 08/04/2017.

[54] CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7.ed. ampl. e rev. São Paulo: ABM, 2002. 599p.

[55] COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2008. 652p.

[56] BACALHAU, J. B.; BARBOSA, C. A.; MILLER, P. Development of a New Aluminum Extrusion Hot Work Tool Steel. In: ALUMINUM EXTRUSION TECHNOLOGY SEMINAR AND EXPOSITION, 10., 2012, Miami. **Proceedings [...]**. [s.l.: s.n.], 2012. p.69-75.

[57] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook. Welding, brazing and soldering**. v.6. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1991.

[58] HERMENEGILDO, T.F.C.; SANTOS, T.F.A.; TORRES, E.A.; AFONSO, C.R. M.; RAMIREZ, A.J. Microstructural Evolution of HSLA ISO 3183 X80M (API 5L X80) Friction Stir Welded Joints. **Metals and Materials International**. n.5, p.1-13, 2018.

[59] BECKER, H. J.; HABERLING, E.; OTTER, P. Properties of calcium-treated plastic mould steels. **Thyssen Edelstahl Technische Berichte**, special issue. p. 66-72, May 1990.

[60] JOSEPH, R. A.; TIPNIS, V. A. The influence of non-metallic inclusions on the machinability of free-machining steels. In: INFLUENCE OF METALLURGY ON MACHINABILITY, 1975. **Proceedings** [...]. Metals Park, Ohio: ASM, 1975, p. 55-72.

[61] KIESSLING, R. **Non-metallic inclusions in steel. Part 3**: The origin and behaviour of inclusions and their influence on the properties of steels. London: Iron and Steel Institute, 1968. 118p.

[62] MEQUITA, R. A; BARBOSA, C.A. **Aço Bainítico para Moldes**. Depositante: Villares Metals S.A. WO 2011120108. Depósito: 08 abr. 2010. Concessão: 06 out. 2011.

[63] LUO, Y. et al. A comparative study on non-quenched and quenched prehardened steel for large section plastic mould. **Journal of Materials Processing Technology**, v.209, n.14, p.5437-5442. jul.2009.

[64] CORRE, S. Development of a new prehardened mold steel with improved machining, welding, polishing and conducting capacities. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TOOLING, 5., 1999, Leoben. **Proceedings** [...]. Leoben: Univ. of Leoben, 1999. p.677-683.

[65] LUO, Y. et al. Microstructure and properties of big section microalloyed steel in unquenched and untempered for moulds. In: CONFERENCE ON TOOLING MATERIALS AND THEIR APPLICATIONS FROM RESEARCH TO MARKET, 7., 2006, Turin. **Proceedings** [...]. Turin: Politecnico di Torino, 2006. v.2, p.123-130.

[66] JIANG, L.; WANG, J. Development of non-quenched non-tempered bainitic steel for plastic mould: continuous cooling transformation behaviour. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TOOLING, 5., 1999, Leoben. **Proceedings** [...]. Leoben: Univ. of Leoben, 1999. p.685-690.

[67] LUO, Y. et al. Study on microstructure and hardness uniformity of non-quenched prehardened steel for large section plastic mould. **Materials Science and Engineering A**, v.492, n.1-2, p.205-210. sep. 2008.

[68] YAO, Z.; XU, G.; HU, H.; YUAN, Q.; TIAN, J.; ZHOU, M. Effect of Ni and Cr Addition on Transformation and Properties of Low-Carbon Bainitic Steels. **Transactions of the Indian Institute of Metals**. v.72, n.5, p.1167-1174, 2019.

[69] DAVENPORT, E.S.; BAIN, E.C. Transformation of Austenite at Constant Sub-Critical Temperatures, **Trans. AIME**. v.90, p.117-144, 1930.

[70] BHADESHIA, H.K.D.H. **Bainite in steels: theory and practice**, 3.ed. Leeds: Maney Publishing, 2015. 589p.

[71] BHADESHIA, H.K.D.H. The Bainite transformation: unresolved issues. **Materials Science and Engineering A**. v.273-275, p.58-66, 1999.

[72] MATSUDA, H.; BHADSHIA, H.K.D.H. Kinetics of the bainite transformation. **The Royal Society**. v.460, n.2046. p.1707-1722. 2004.

[73] LUKAS, H.L.; FRIES, S.G.; SUNDMAN, B. **Computational thermodynamics**: the Calphad method. Cambridge: Cambridge University Press: 2007. 324p.

[74] BACALHAU, J. B. et al. Thermodynamic simulation of nitrogen and manganese contents in delta ferrite formation of plastic mold stainless steel. In: CALPHAD CONFERENCE, 40., 2011, Rio de Janeiro. **Resumos** [...]. São Paulo: ABM, 2011. p.125.

[75] THERMO-CALC. **Thermo-calc user's guide version R**. Stockholm, Sweden: Foundation of Computational Thermodynamics, 2009.

[76] THE JAPAN WELDING ENGINEERING SOCIETY. **Carbon equivalents and transformation temperature**. Disponível em: <http://www-it.jwes.or.jp/weld_simulator/en/cal1.jsp>. Acesso em: Março 2018.

[77] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A370 - 12**: standard test methods and definitions for mechanical testing of steel products. West Conshocken, PA: ASTM, 2012. 47p.

[78] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E23 - 02a**: standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. West Conshocken, PA: ASTM, 2002. 26p.

[79] MARQUES, P. V. **Tecnologia da Sodagem**. Belo Horizonte: Esab, 1991. 352p.

[80] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook. Welding, brazing and soldering**. v.6. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1991.

[81] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. **DIN 50190-3**: hardness depth of heat-treated parts; determination of the effective depth of hardening after nitriding. Berlin: DIN, 1979.

ANEXO A

Parâmetros utilizados na difração de elétrons no MET:

Fe- γ (austenita): fcc

2θ	d (Å)	Int-v	h	k	l
42.795	2.1130	100	1	1	1
49.831	1.8300	50	2	0	0
73.136	1.2940	30	2	2	0
88.632	1.1035	33	3	1	1
93.719	1.0565	10	2	2	2
114.823	0.9150	5	4	0	0
133.316	0.8396	17	3	3	1
140.783	0.8184	17	4	2	0

Fe- α (ferrita): ccc

2θ	d (Å)	Int-v	h	k	l
44.180	2.0500	100	1	1	0
65.245	1.4300	66	2	0	0
83.301	1.1600	96	2	1	1
99.510	1.0100	49	2	2	0
115.809	0.9100	41	3	1	0
140.152	0.8200	41	2	2	2

Martensita: (tcc)

2θ	d (Å)	Int-v	h	k	l
44.220	2.0482	100	1	0	1
44.841	2.0213	50	1	1	0
63.342	1.4683	10	0	0	2
65.281	1.4293	18	2	0	0
80.921	1.1880	19	1	1	2
82.245	1.1722	35	2	1	1
97.650	1.0242	12	2	0	2
99.416	1.0107	7	2	2	0
112.681	0.9262	12	1	0	3
116.539	0.9064	12	3	0	1
117.012	0.9041	16	3	1	0
135.615	0.8326	10	2	2	2
165.308	0.7773	27	2	1	3

Fe₃C (cementita): Ortorrômbica

2θ	d (Å)	Int-f	h	k	l
26.506	3.3600	20	0	0	2
29.655	3.0100	20	1	1	1
35.451	2.5300	50	0	2	0
37.767	2.3800	60	1	1	2
37.933	2.3700	60			
40.040	2.2500	60	2	0	0
40.796	2.2100	60			
43.037	2.1000	80	1	2	1
43.915	2.0600	80	2	1	0
44.832	2.0200	80	0	2	2
45.067	2.0100	100	1	0	3
46.034	1.9700	80	2	1	1
48.650	1.8700	60	1	1	3
49.211	1.8500	80	1	2	2
51.909	1.7600	60	2	1	2
54.581	1.6800	60	0	0	4
57.166	1.6100	40			
58.355	1.5800	60	1	0	4
58.763	1.5700	20	1	2	3
60.024	1.5400	40	1	3	1
61.344	1.5100	40	2	2	2
61.797	1.5000	40	1	1	4
66.761	1.4000	40	0	2	4
69.581	1.3500	20	2	0	4
70.176	1.3400	40	1	2	4
71.401	1.3200	80			
73.327	1.2900	40	1	0	5
76.082	1.2500	40	3	0	3
78.304	1.2200	80			
79.077	1.2100	80	3	2	2

ANEXO B

Parâmetros empregados no mapeamento da fração de fases em difração de elétrons retroespalhados – EBSD (*Electrons backscattered diffraction*)

Parâmetros do microscópio:

<i>Accelerating Voltage</i>	20 kV
<i>Specimen Tilt (degrees)</i>	70°
<i>Hit Rate</i>	94.05 %
<i>Speed of Acquisition</i>	67.13 Hz

Aquisição das fases

Phase	a	b	c	Alpha	Beta	Gamma	Space Group	Database
Iron bcc (old)	2.87 Å	2.87 Å	2.87 Å	90°	90°	90°	229	HKL
Martensite	2.86 Å	2.86 Å	3.02 Å	90°	90°	90°	139	Fe Martensite.cry
Fe ₃ C	4.77 Å	4.77 Å	4.35 Å	90°	90°	120°	182	ICSD
Iron fcc	3.66 Å	3.66 Å	3.66 Å	90°	90°	90°	225	HKL