

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Material em estudo

O material em estudo, de procedência sueca (Sandvik), foi adquirido como chapa laminada a quente de 3 mm de espessura, recebendo posteriormente tratamento térmico de solubilização a 1120°C por 30 minutos, atingindo dureza de 256 HB. A composição química do material pode ser observada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Composição química (% em massa) do aço em estudo.

<i>Elemento</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>V</i>	<i>N</i>	<i>C</i>	<i>P</i>	<i>S</i>
<i>% em massa</i>	<i>22,2</i>	<i>5,7</i>	<i>2,98</i>	<i>1,6</i>	<i>0,44</i>	<i>0,07</i>	<i>0,161</i>	<i>0,016</i>	<i>0,02</i>	<i>0,001</i>

2.2. Tratamentos térmicos

A partir do material solubilizado, quatro séries de amostras foram produzidas através de envelhecimento isotérmico a 700°C, 750°C, 800°C e 900°C, por tempos de 10 minutos a 1032 horas, seguido de resfriamento em água. Os tratamentos foram conduzidos em forno tubular (com variação máxima de temperatura de 2°C), sob atmosfera de nitrogênio puro (99,99% N₂) para evitar oxidação excessiva da superfície nos tratamentos mais longos, e impedir a perda de nitrogênio das amostras.



Figura 3.1. Forno Tubular do LabMat - FEI

2.3. Preparação dos corpos-de-prova

As quatro séries de material envelhecido foram embutidas em resina termofixa de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova metalográficos onde a superfície de observação corresponde a seção longitudinal da chapa, com relação à direção de laminação.

Os corpos-de-prova metalográficos foram submetidos a lixamento até 500 *mesh*, para em seguida serem polidos utilizando pasta de diamante de diâmetros 6 μm , 3 μm e finalmente 1 μm , sempre utilizando como lubrificante água nas etapas de lixamento, e nas etapas de polimento, álcool etílico absoluto. Este procedimento é realizado na politriz automática STRUERS ABRAMIN (Figura 3.2).



Figura 3.2 Máquina Struers Abramin do LabMat - FEI

2.4. Identificação das fases por microscopia óptica

Para a revelação da microestrutura utiliza-se o reativo de *Behara* modificado, com composição de 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e deionizada e 1 g de metabissulfito de potássio; a esta solução de estoque, são adicionados 2 g de biftuoreto de amônio, e o ataque pode então ser conduzido, durante dois minutos de imersão. O ataque é interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico absoluto, auxiliada por jato de ar quente. Todas as amostras preparadas metalograficamente são observadas num microscópio LEICA DMLM (Fig. 3.3), identificando as fases presentes.

Já a fração volumétrica de fase sigma ($\% \sigma$) foi determinada por estereologia quantitativa. As amostras foram submetidas a ataque eletrolítico em solução de hidróxido de potássio (KOH-10%), a 2 Vcc de diferença de potencial por período de 1,5 minuto. Todas as amostras preparadas metalograficamente são então observadas num microscópio LEICA DMLM (Fig. 3.3), identificando as regiões que contém fase sigma.



Figura 3.3. Microscópio LEICA DMLM do LabMat - FEI

2.5. Análise da evolução de dureza devido ao envelhecimento

Para comprovar a formação de sigma, além de outras possíveis ocorrências microestruturais que possam acarretar a aumento de dureza (como a formação de nitretos de cromo e fase chi) mediu-se a dureza das amostras, utilizando microdurômetro modelo HMV-2, fabricado por SHIMADZU (Figura 3.4). Em cada amostra são efetuadas quarenta medidas, usando escala Vickers com 0,5 kgf de carga.



Figura 3.4. Microdurômetro modelo HMV-2, fabricado por SHIMADZU do LabMat - FEI

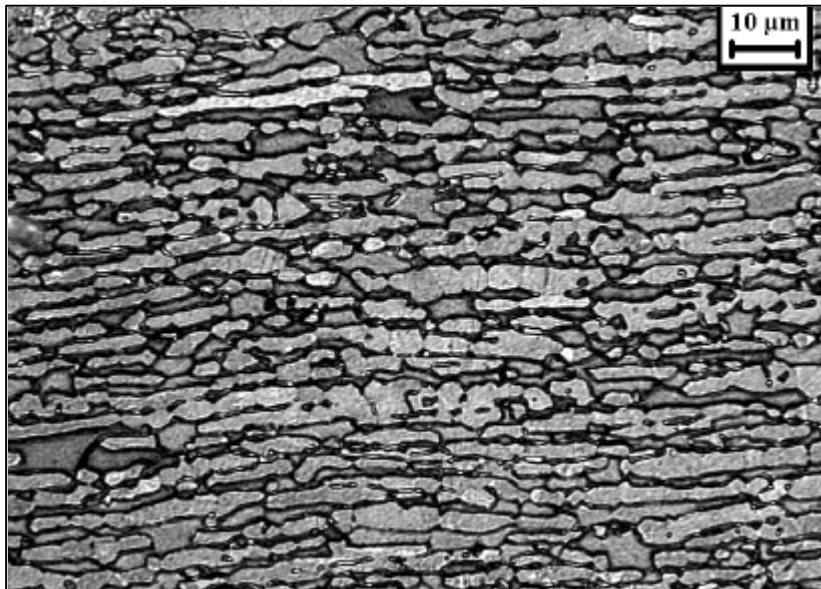
2.6. Microdureza de fase sigma

Para caracterizar as possíveis diferenças entre a formação de fase sigma em diferentes temperaturas de envelhecimento, o projeto previa a medição da microdureza desta fase, utilizando microdurômetro modelo HMV-2, fabricado por SHIMADZU. No entanto a fase sigma apresenta tamanho diminuto, além de grande fragilidade, dificultando assim a medição, e portanto tal etapa não foi executada. A dureza da fase sigma foi extrapolada a partir da construção de gráficos da dureza em função da fração volumétrica de sigma (medida no trabalho do bolsista Gustavo Henrique Bolognesi Donato).

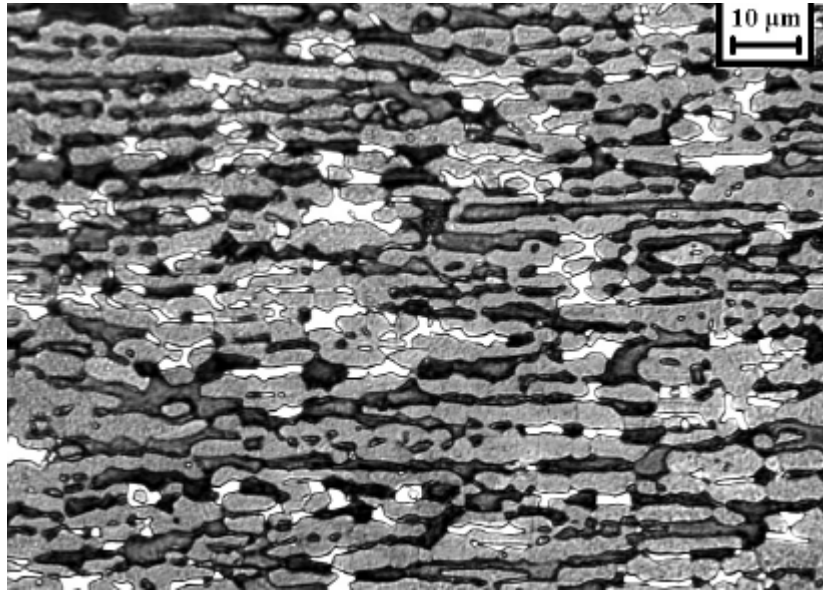
4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1 Identificação das fases por microscopia óptica

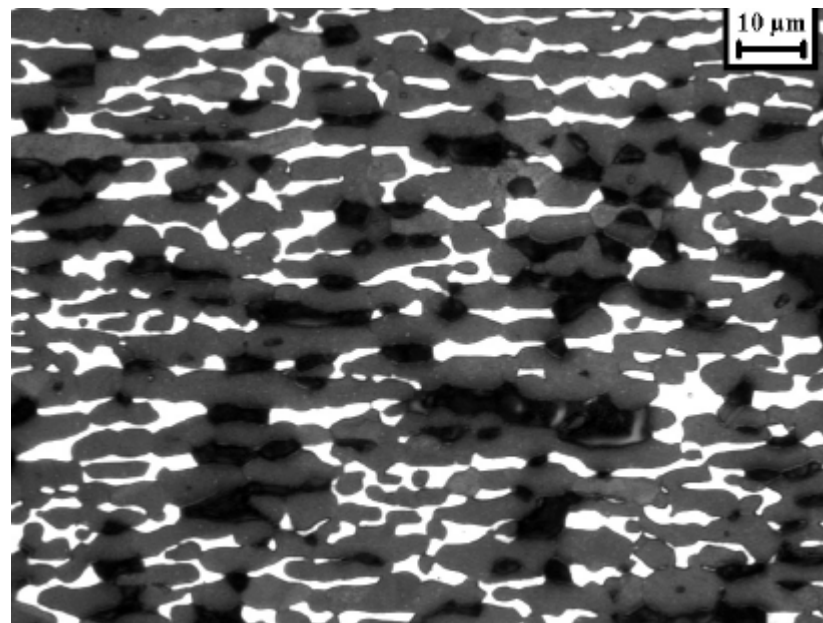
Após a preparação metalográfica e o ataque na solução de *Behara modificado* pôde-se observar as microestruturas representadas nas Micrografias 4.1 a 4.4. Na Micrografia 4.1, pode-se observar a microestrutura de material solubilizado, com presença de ferrita (fase mais escura) e austenita (cinza). Já na amostra envelhecida a 900°C por 0,67 horas, representada na Micrografia 4.2, nota-se a presença da fase sigma que não é atacada pelo reativo. Na Micrografia 4.3, representando a amostra envelhecida a 900°C por 8 horas, é notável o aumento da fração volumétrica de sigma e a redução da fração volumétrica de ferrita; ao passo que na amostra envelhecida a 900°C por 1032 horas já não há presença desta última fase, como pode-se observar na Micrografia 4.4.



Micrografia 4.1. Amostra solubilizada. Ferrita (escura) e austenita (cinza) Ataque: Behara modificado



Micrografia 4.2. Amostra envelhecida a 900°C por 0,67 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma (sem ataque) Ataque: Behara modificado



Micrografia 4.3. Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma (sem ataque). Nota-se aumento da fração volumétrica de fase sigma e diminuição da fração volumétrica de ferrita Ataque: Behara modificado