

4. Materiais e métodos

4.1. Material em estudo

O material em estudo, de procedência sueca (Sandvik), foi adquirido como chapa laminada a quente de 3mm 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 constatada na tabela 4.1.

Tabela 4.1. Composição química (% em peso) do aço em estudo

Elemento	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	V	N	C	P	S
%em peso	22,2	5,7	2,98	1,60	0,44	0,07	0,161	0,016	0,020	0,001

4.2. Tratamentos Térmicos

A partir do material solubilizado, cinco séries de amostras foram produzidas através do 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.

4.3. Preparação dos corpos-de-prova

As cinco 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 ao sentido de laminação.

4.4. Caracterização microestrutural

4.4.1. Identificação das fases por microscopia óptica

Os corpos-de-prova metalográficos sofreram lixamento até 500 *mesh*, e em seguida foram polidos utilizando pasta de diamante de diâmetros de 6 μm , 3 μm e finalmente 1 μm , sempre utilizando como lubrificante das etapas de polimento álcool etílico absoluto. Para a revelação da microestrutura utilizou-se o reativo de *Behara* modificado, cuja composição é 20 mL de ácido clorídrico, 80 mL de água destilada e 1g de metabissulfito de potássio; a esta solução em estoque, foram adicionados 2 g de bifluoreto de amônio, e o ataque foi então conduzido, por diferentes tempos de imersão, variando entre 10 e 60 segundos sendo esse tempo tão menor quanto a fração volumétrica de ferrita. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através de evaporação de álcool etílico absoluto, auxiliada por jato de ar quente. Todas as amostras preparadas metalograficamente foram observadas num microscópio LEICA DMLM, identificando as fases presentes.

4.4.2. Evolução da microdureza devido ao envelhecimento

A evolução da microdureza foi feita realizando 40 medições de dureza Vickers com 0,5kg de carga por amostra, em todas as amostras, de todas as cinco séries, buscando seções transversais ao longo do corpo-de-prova, verificando então o aumento de dureza esperado ao longo do tempo em cada temperatura dado pela formação de sigma, utilizando microdurômetro modelo HMV-2, fabricado pela SHIMADZU.

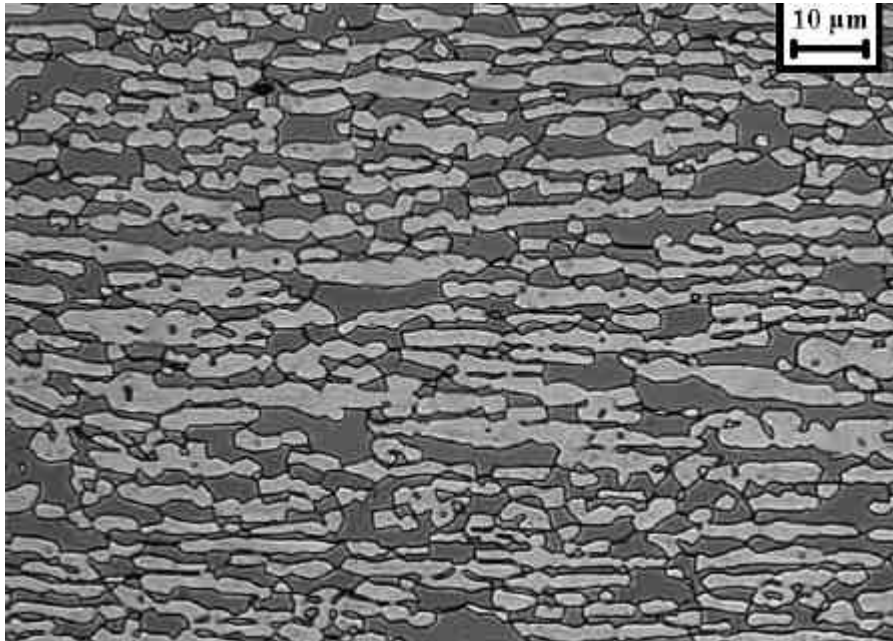
5. Resultados experimentais e discussão

5.1. Caracterização microestrutural

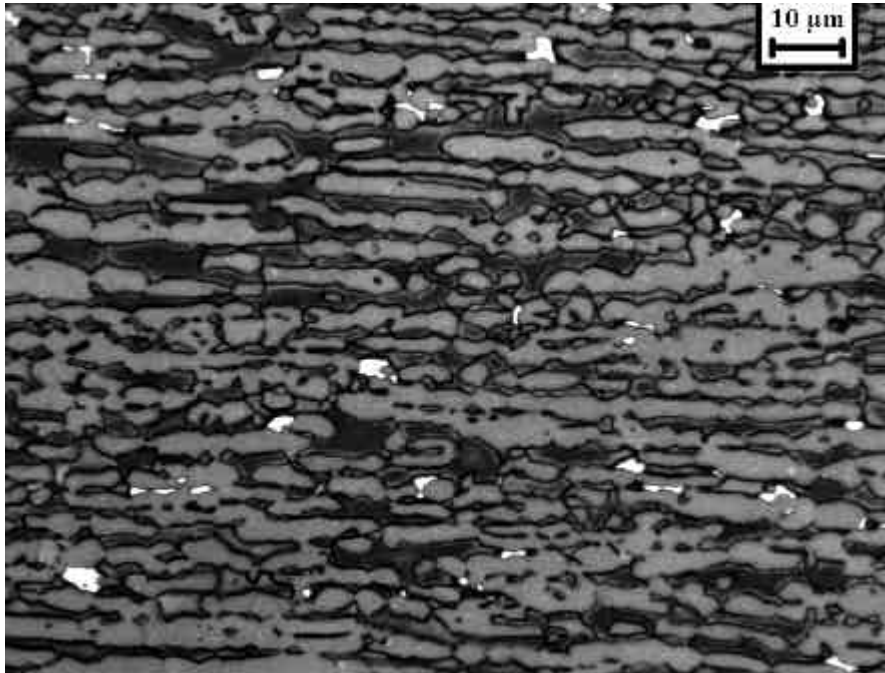
5.1.1. Microscopia óptica

Após a preparação metalográfica e ataque na solução de *Behara modificado* pôde-se observar as microestruturas representadas nas Micrografias 5.1 a 5.65. Na Micrografia 5.1 pode-se observar a microestrutura do material solubilizado, com a presença de ferrita (fase mais escura) e austenita (cinza), orientadas em bandas paralelas à direção de laminação. Nas micrografias subsequentes seguem a série de amostras envelhecidas a 900°C (5.2 a 5.17), a começar pela amostra com 10 minutos de envelhecimento a qual apresentou a estrutura representada na Micrografia 5.2, onde já se nota a presença de fase sigma, que não é atacada pelo reativo, e que ocorre sempre associada a ferrita (fase mais escura nas Micrografias 5.1 a 5.11). Na Micrografia 5.4, representando a amostra envelhecida a 900°C por 40 minutos, é nítido o aumento da fração volumétrica de fase sigma; nas amostras subsequentes

(Micrografia 5.4 a 5.17) observa-se a redução da fração volumétrica de ferrita, que está ausente da amostra envelhecida por 192 horas (Micrografia 5.14), até a amostra envelhecida por 1032 horas (Micrografia 5.17). É possível observar ainda, nas micrografias 5.11 a 5.17, que houve um aumento significativo das lamelas de austenita (γ) e esse aumento continua no decorrer do tempo de tratamento térmico explicando então a redução da dureza ao longo do mesmo, como discutir-se-á no item 5.2.



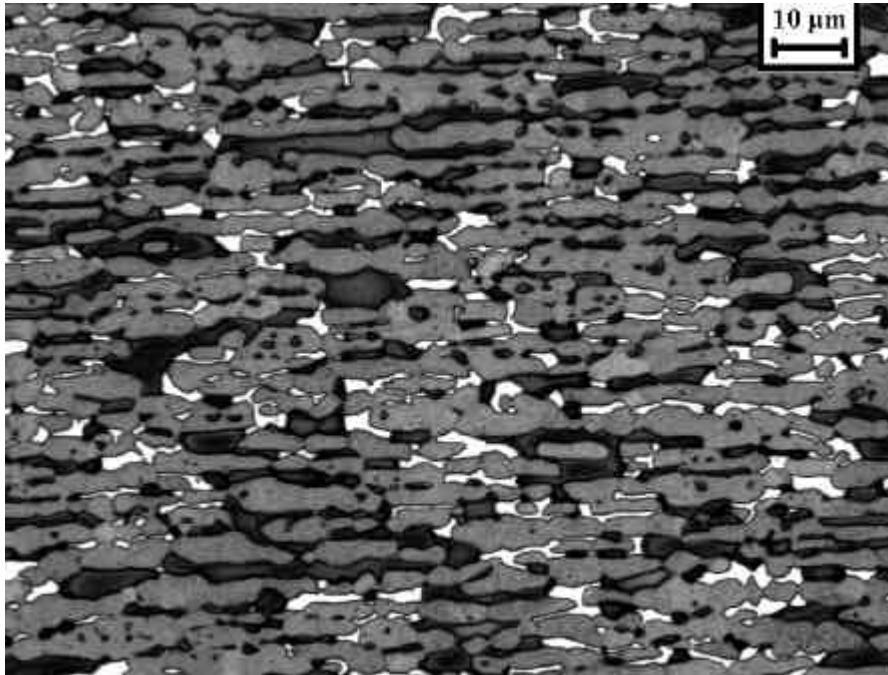
Micrografia 5.1. Amostra solubilizada. Ferrita (escura) e austenita (cinza). Ataque: Behara modificado.



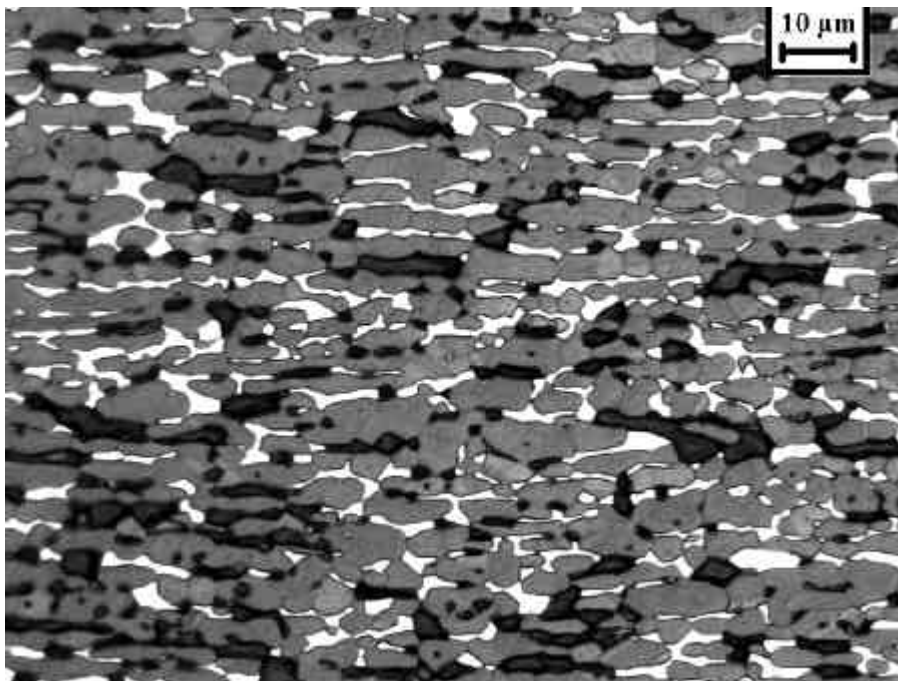
Micrografia 5.2. Amostra envelhecida a 900°C por 10 minutos. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma (sem ataque). Ataque: Behara modificado.



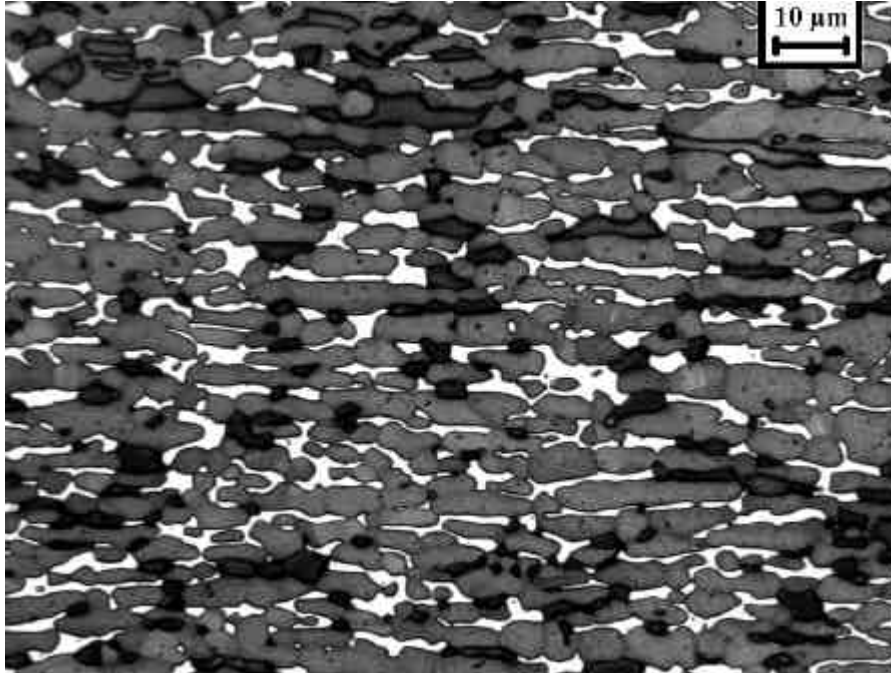
Micrografia 5.3. Amostra envelhecida a 900°C por 20 minutos. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma (sem ataque). Ataque: Behara modificado



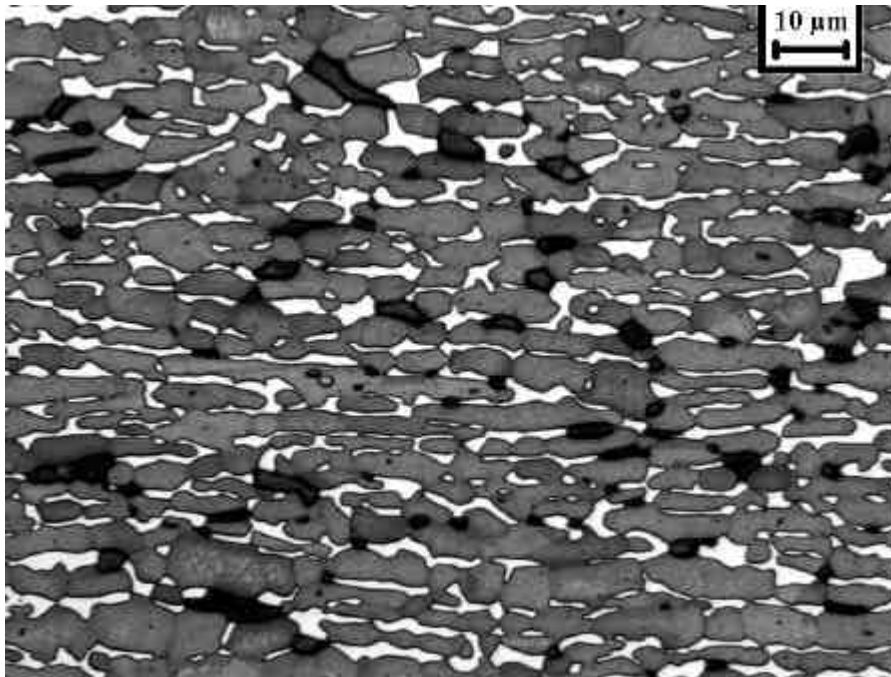
Micrografia 5.4. Amostra envelhecida a 900°C por 40 minutos. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma (sem ataque). Nota-se aumento da fração volumétrica de fase sigma com o aumento do tempo de envelhecimento. Ataque: Behara modificado.



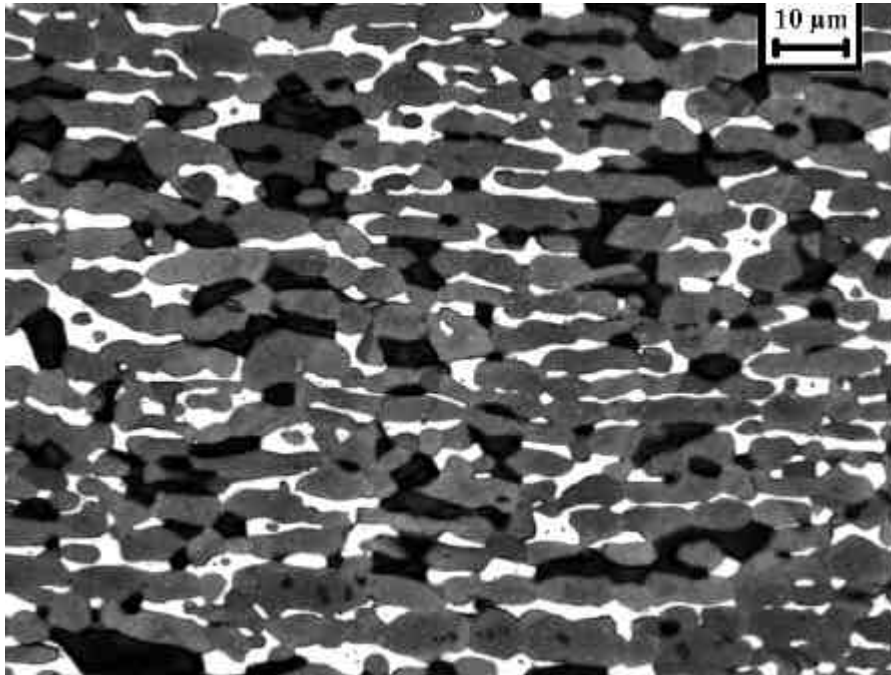
Micrografia 5.5. Amostra envelhecida a 900°C por 1 hora. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



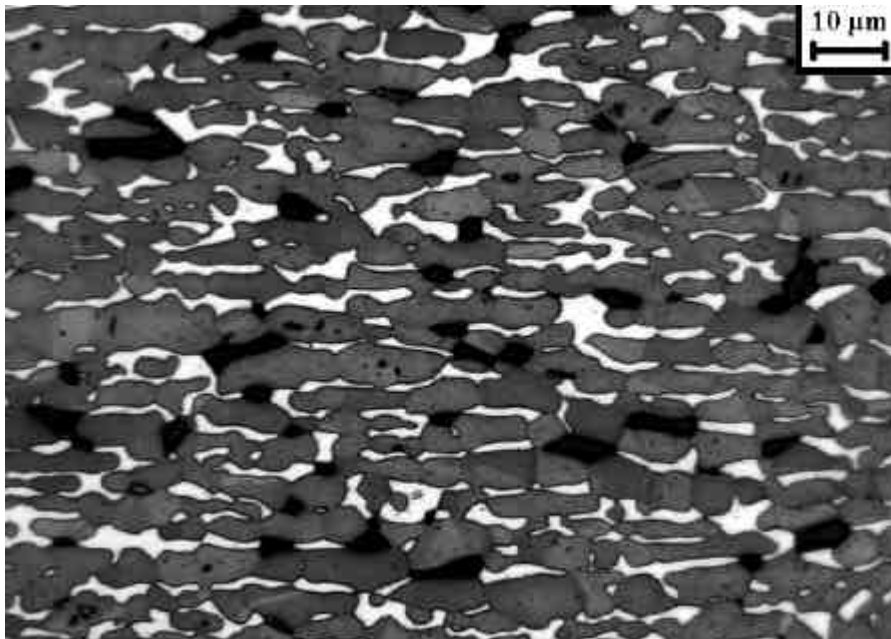
Micrografia 5.6. Amostra envelhecida a 900°C por 2 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



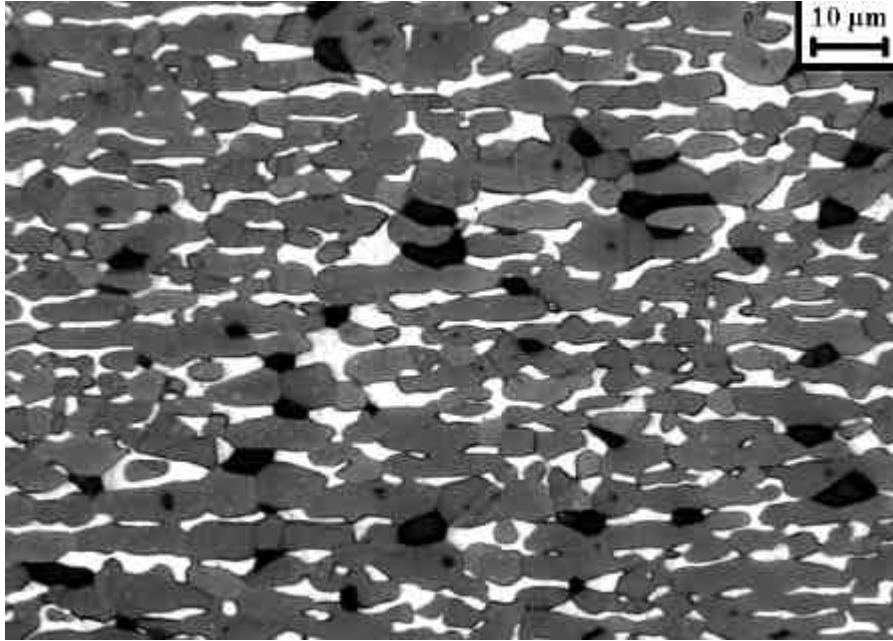
Micrografia 5.7. Amostra envelhecida a 900°C por 4 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



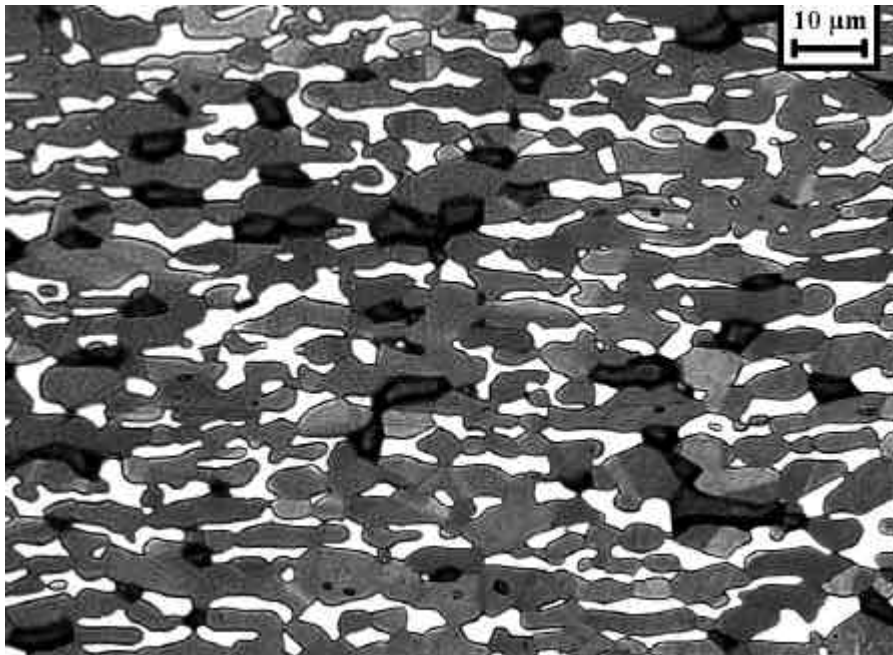
Micrografia 5.8. Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



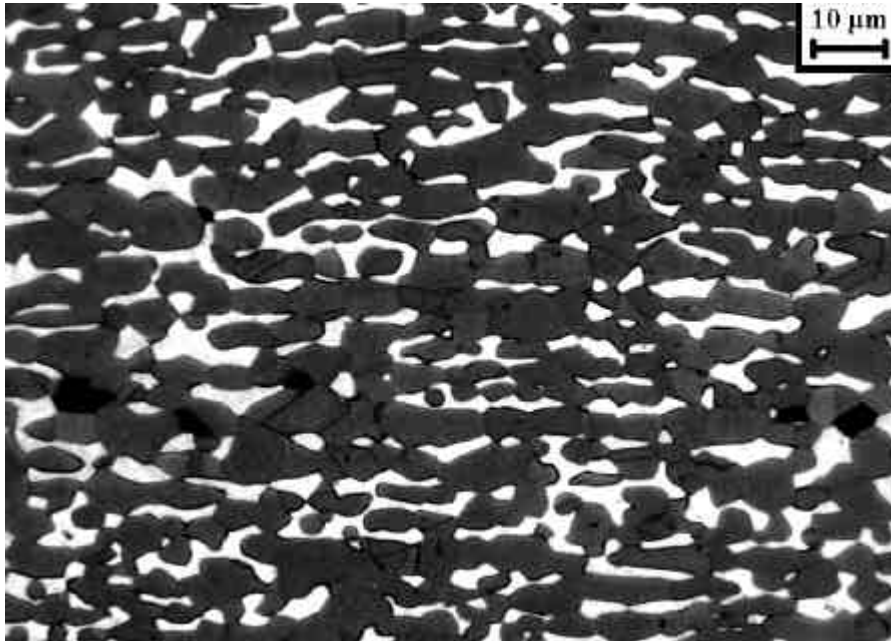
Micrografia 5.9. Amostra envelhecida a 900°C por 10 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



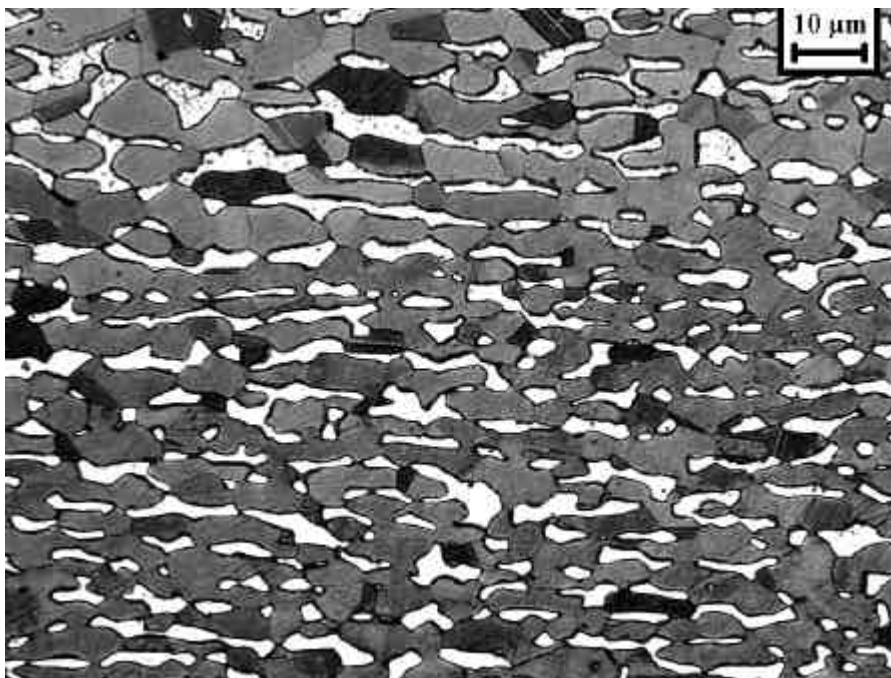
Micrografia 5.10. Amostra envelhecida a 900°C por 12 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



Micrografia 5.11. Amostra envelhecida por 24 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem



Micrografia 5.12. Amostra envelhecida a 900°C por 48 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.



Micrografia 5.13. Amostra envelhecida a 900°C por 96 horas. Ferrita (escura), austenita (cinza) e sigma sem ataque. Ataque: Behara modificado.