

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

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

Dissertação de Mestrado

Estudo de elevada taxa de resfriamento após recozimento intercrítico aliado com
redução a frio e recozimento subcrítico para viabilizar a esferoidização do aço
SAE 52100

Autora: Mirelle Oliveira Spindola
Orientador: Vicente Tadeu Lopes Buono

Novembro/2019

Mirelle Oliveira Spindola

Estudo de elevada taxa de resfriamento após recozimento intercrítico aliado com
redução a frio e recozimento subcrítico para viabilizar a esferoidização do aço
SAE 52100

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono

Belo Horizonte

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

2019

S757e Spindola, Mirelle Oliveira.
Estudo de elevada taxa de resfriamento após recozimento intercrítico aliado com redução a frio e recozimento subcrítico para viabilizar a esferoidização do aço SAE 52100 [recurso eletrônico] / Mirelle Oliveira Spindola. – 2019.
1 recurso online (xi, 76 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Vicente Tadeu Lopes Bueno.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Apêndices: f. 71-76.
Bibliografia: f. 67-70.
Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Aço – tratamento térmico - Teses. 3. Aço – Propriedades mecânicas - Teses. I. Bueno, Vicente Tadeu Lopes. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas



Dissertação intitulada "**Estudo de Elevada Taxa de Resfriamento após Recozimento Intercrítico Aliado com Redução a Frio e Recozimento Subcrítico para Viabilizar a Esferoidização do Aço SAE 52100**", área de concentração: Metalurgia Física, apresentada pela candidata **Mirelle Oliveira Spindola**, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono
Orientador - Dr. (UFMG)

Prof. Leandro de Arruda Santos
Dr. (UFMG)

Júlio Márcio Silveira e Silva
Dr. (V&M do Brasil)

Prof. Rodrigo Lambert Oréfice
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 12 de novembro de 2019

Agradecimentos

Ao Prof. Vicente Buono pela orientação e ensinamentos essenciais para a elaboração do trabalho.

À Vallourec Soluções Tubulares do Brasil, em especial à Superintendência de Tubos Trefilados e Forjados, pela oportunidade e disponibilização dos recursos necessários para a realização do trabalho.

À equipe do laboratório de ensaios mecânicos e metalografia da Vallourec Soluções Tubulares do Brasil, em especial ao César Augusto e Junia Ananias, pela disponibilidade e empenho na realização dos ensaios.

Ao Tadashi Abico, Poliane Nadu e Gabriel Araújo pela dedicação durante a execução dos testes.

Ao Jhefferson pelo companheirismo e apoio durante esses anos de convivência.

Resumo

Diante do alto custo associado com o tratamento térmico de esferoidização dos aços para rolamentos, se faz necessário estudar alternativas para reduzir o tempo de tratamento térmico. O objetivo desse trabalho foi desenvolver uma nova rota de produção para se obter uma microestrutura completamente esferoidizada. Avaliou-se a microestrutura do aço e suas propriedades mecânicas após recozimento intercrítico com maior taxa de resfriamento que o usual, seguido de conformação a frio em diferentes reduções de área e, por fim, após recozimentos subcríticos em que os tempos de encharque foram variados. Foi observado que a rota considerando o recozimento intercrítico com taxa de resfriamento 8,6 vezes maior que a convencional, seguido de alta redução a frio e recozimento subcrítico com tempo de encharque de 1 hora viabiliza a completa esferoidização do aço SAE 52100. Para baixas reduções a frio, mesmo após o recozimento subcrítico durante 3 horas de encharque, as amostras apresentaram carbonetos lamelares. Em relação as propriedades mecânicas, para uma mesma redução a frio, não foram observadas diferenças significativas para as características limite de escoamento, resistência à tração e dureza com o aumento do tempo de encharque durante recozimento subcrítico. Entretanto, o limite de escoamento para as amostras submetidas a maior redução a frio foi, em média, superior ao limite de escoamento para as amostras submetidas a menor redução a frio.

Palavras-chave: Esferoidização; Aço SAE 52100; Recozimento subcrítico após deformação a frio

Abstract

Considering the high cost associated with the spheroidization heat treatment of bearing steels, it is necessary to study alternatives to decrease the annealing heat treatment time. This work aimed to develop a new manufacturing route in order to obtain a completely spheroidized microstructure. The microstructure and mechanical properties of the steel were evaluated after intercritical annealing with higher cooling rate than the conventional one, followed by cold deformation with different reductions in area, and subcritical annealings with different soaking times. It has been observed that the route considering the intercritical annealing with cooling rate 8.6 times higher than the conventional one, followed by a high cold reduction and subcritical annealing for 1 hour turns feasible the complete spheroidization of SAE 52100 steel. For low cold reductions, even with subcritical annealing during 3 hours, the samples showed lamellar carbides. Regarding the mechanical properties, for the same cold reduction, it was not identified significative difference for yield strength, tensile strength and hardness by increasing the soaking time during subcritical annealing. Nevertheless, the yield strength for the samples in higher reduction was bigger than the samples in lower reductions.

Keywords: Spheroidization; SAE 52100 steel; Subcritical annealing after cold deformation

Lista de figuras

Figura 3-1: Esquema ilustrativo do mecanismo de fadiga de rolamentos (a) com e (b) sem carbonetos esferoidizados. [4]	16
Figura 3-2: Diagrama de fase Fe-C mostrando a faixa de temperatura indicada para esferoidização [6].....	17
Figura 3-3: Efeito do recozimento subcrítico na quantidade de partículas esferoidizadas em material sem deformação prévia (1) e após submissão de 25% de redução a frio (2) [7].....	18
Figura 3-4: Relação entre taxa de esferoidização e tempo de encharque em diferentes taxas de redução. [8]	19
Figura 3-5: Esquema representativo do recozimento intercrítico usual para esferoidização. [4].....	22
Figura 3-6: Modo da transformação eutetóide em função do espaçamento e sub-resfriamento. [19].....	23
Figura 3-7: Influência do (a) espaçamento interlamelar e (b) tamanho da colônia de perlita na (c) taxa de esferoidização e no (d) diâmetro médio carbonetos esferoidizados. [23].....	25
Figura 3-8: Avaliação microestrutural a partir de diferentes rotas de compressão a morno. [26]	27
Figura 3-9: Modo transformação eutetóide em função da temperatura de austenitização e teor de carbono. [19]	28
Figura 3-10: Microestrutura após 90% de laminação e recozimento a 650 °C por 1,8ks para a liga (a) Fe-0,8C, (b) Fe-0,8C-1Si, (c) Fe-0,8C-1Mn e (d) Fe-0,8C-1Cr. [10]	29
Figura 3-11: Tamanho das partículas da cementita de diferentes ligas em função do tempo de recozimento. [10]	30
Figura 3-12: Representação esquemática do modelo de Rayleigh [32].....	31
Figura 3-13: Representação esquemática do mecanismo de ranhuras térmicas [32].	31
Figura 3-14: Representação esquemática do mecanismo de migração de falhas [32]....	32
Figura 3-15: Ilustração esquemática do processo de esferoidização isotérmico [23].....	33
Figura 4-1: Curvas de tratamentos térmicos realizados em forno mufla.	35
Figura 4-2: Posição dos termopares utilizados para monitoramento do tratamento térmico isotérmico realizado em forno industrial.	36

Figura 4-3: Curva de tratamento térmico de recozimento intercrítico realizado em forno industrial objetivando uma maior taxa de resfriamento até A1.	36
Figura 5-1: Microestrutura do tubo laminado a quente.	39
Figura 5-2: Pontas fraturadas durante trefilação do aço SAE 52100 a partir do estado laminado.....	40
Figura 5-3: Curva tensão <i>versus</i> deformação de engenharia após tratamento de recozimento intercrítico.	42
Figura 5-4: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 1,5 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.....	43
Figura 5-5: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 2,0 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.....	44
Figura 5-6: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 3,7 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.....	45
Figura 5-7: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 8,6 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.....	46
Figura 5-8: Microestrutura após o tratamento térmico em escala industrial com elevada taxa de resfriamento.....	47
Figura 5-9: Curvas de tração dos materiais após trefilação a frio com baixa e alta redução.....	48
Figura 5-10: Curvas do ensaio de tração das amostras com (a) baixa e (b) alta redução após recozimento intercrítico em diferentes tempos de encharque.	51
Figura 5-11: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 1 h de encharque.	53
Figura 5-12: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 2 h de encharque.	54
Figura 5-13: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 3 h de encharque.	55
Figura 5-14: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 1 h de encharque.	56
Figura 5-15: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 2 h de encharque.	57

Figura 5-16: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 3 h de encharque.	58
Figura 5-17: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 1 h de encharque.	60
Figura 5-18: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 2 h de encharque.	60
Figura 5-19: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 3 h de encharque.	61
Figura 5-20: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 1 h de encharque.	61
Figura 5-21: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 2 h de encharque.	62
Figura 5-22: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 3 h de encharque.	62
Figura 9-1: Propriedades mecânicas após recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque para amostras submetidas a redução a frio com (a) baixa e (b) alta redução.	71
Figura 9-2: Saídas do Minitab para o teste ANOVA para igualdade de médias do (a) limite de escoamento, (b) resistência à tração e (c) alongamento.	73
Figura 9-3: Saída do Minitab para o teste de Tukey para limite de escoamento.	74
Figura 9-4: Teste ANOVA para igualdade de médias de dureza HB.	76

Lista de tabelas

Tabela 3-1: Composição química aço SAE 52100 [1].	15
Tabela 4-1: Composição química aço SAE 52100 [1].	34
Tabela 5-1: Propriedades mecânicas do tubo laminado a quente.	40
Tabela 5-2: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após os tratamentos térmicos realizados em forno mufla.	41
Tabela 5-3: Propriedades mecânicas após tratamento térmico realizado em forno industrial com taxa de resfriamento 8,6 vezes superior ao convencional.....	41
Tabela 5-4: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após trefilação a frio.....	48
Tabela 5-5: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque.	49
Tabela 5-6: Tamanho de grão austenítico das amostras em diferentes condições de recozimento subcrítico.	59
Tabela 9-1: Resultados de p-valor para o teste de normalidade de Anderson-Darling. .	72
Tabela 9-2: Resultados de p-valor para o teste de igualdade de variância de Bartlett. ..	72
Tabela 9-3: Resultados de p-valor para o teste de normalidade de Anderson-Darling para a característica dureza HB.	75

Lista de abreviaturas e siglas

MO	Microscópio Óptico
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
LE	Limite de Escoamento
RT	Resistência à Tração
Al	Alongamento
α	Ferrita
γ	Austenita

Sumário

1	Introdução.....	13
2	Objetivo	14
3	Revisão Bibliográfica	15
3.1	Aços para rolamentos	15
3.2	Tratamentos térmicos para esferoidização	16
3.2.1	Recozimento subcrítico.....	17
3.2.2	Recozimento cíclico.....	20
3.2.3	Recozimento intercrítico.....	21
3.3	Tratamentos termomecânicos para esferoidização.....	25
3.4	Efeito dos elementos de liga na esferoidização.....	28
3.5	Mecanismos de esferoidização.....	30
4	Materiais e métodos.....	34
4.1	Material	34
4.2	Metodologia	34
4.2.1	Efeito da taxa de resfriamento em recozimento intercrítico	34
4.2.2	Efeito da deformação a frio prévia no recozimento subcrítico	36
4.2.3	Ensaio laboratoriais	37
5	Resultados e Discussão.....	39
5.1	Caracterização do tubo laminado a quente.....	39
5.2	Efeito da taxa de resfriamento em recozimento intercrítico	40
5.2.1	Propriedades mecânicas	40
5.2.2	Microestrutura.....	42
5.3	Efeito da deformação a frio prévia no recozimento subcrítico	47
5.3.1	Propriedades mecânicas	47
5.3.2	Microestrutura.....	52
6	Conclusões.....	64
7	Sugestões para trabalhos futuros	66
8	Referências	67
9	Apêndice.....	71

1 Introdução

Grande parte dos rolamentos são produzidos a partir de tubos sem costura trefilados à frio em aço SAE 52100. Essa qualidade de aço no estado temperado e revenido garante a dureza necessária para resistir ao desgaste durante a aplicação. Entretanto, no estado laminado esse aço apresenta uma microestrutura constituída por perlita e cementita proeutetóide, o que dificulta a usinagem dos rolamentos em função da elevada dureza desses constituintes. Diante disso, faz-se necessário realizar o tratamento térmico de esferoidização para obter uma microestrutura constituída por carbonetos no formato globular dispersos em matriz ferrítica. Essa microestrutura esferoidizada, por apresentar menor resistência mecânica, facilita o processo de conformação à frio aplicado ao tubo laminado e também a usinabilidade dos rolamentos.

Em escala industrial, o tratamento térmico de esferoidização convencional consiste em aquecer o material em uma temperatura de austenitização intercrítica e depois resfriar lentamente até uma temperatura abaixo de A_1 com uma taxa entre 6 °C/h e 15 °C/h . Em função da baixa taxa de resfriamento, faz-se necessário estudar alternativas para reduzir o tempo de esferoidização dos aços para rolamentos e conseqüentemente aumentar a produtividade e reduzir o consumo energético associado ao longo tratamento térmico.

Sabe-se que a aplicação de deformação plástica antes do recozimento subcrítico tem significativo efeito no mecanismo e na cinética de esferoidização e tal observação já foi realizada para aços baixo e médio carbono. Entretanto, não foram identificados trabalhos que verificassem o efeito da deformação prévia no aço SAE 52100 antes do tratamento térmico de esferoidização, possivelmente por ser um aço de elevada resistência mecânica quando não esferoidizado.

Diante desse contexto, neste trabalho foi avaliada uma elevada taxa de resfriamento após recozimento intercrítico, seguido de diferentes graus de redução a frio e, por fim, recozimentos subcríticos com o intuito de avaliar o efeito na esferoidização do aço SAE 52100.

2 Objetivo

O objetivo geral foi avaliar os efeitos na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço SAE 52100 decorrentes da variação na taxa de resfriamento após recozimento intercrítico, seguido de diferentes graus de redução a frio, seguido de recozimento subcrítico.

Os objetivos específicos foram:

- Verificar a influência da taxa de resfriamento após recozimento intercrítico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE 52100;
- Definir os parâmetros de tratamento térmico para viabilizar a conformação do material;
- Caracterizar a microestrutura e propriedades mecânicas após conformação a frio e recozimento subcrítico.

3 Revisão Bibliográfica

3.1 Aços para rolamentos

Em decorrência de sua aplicação, os rolamentos devem apresentar boa resistência ao desgaste e à fadiga, além de estabilidade microestrutural em temperaturas extremas. Grande parte dos rolamentos são produzidos a partir de tubos sem costura trefilados à frio em aço SAE 52100, com composição química conforme apresentado na Tabela 3-1.

Tabela 3-1: Composição química aço SAE 52100 [1].

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr
0,93 – 1,05	0,25 – 0,45	máx 0,025	máx 0,025	0,15 – 0,35	1,35 – 1,60

Esse aço no estado laminado a quente apresenta uma microestrutura constituída por perlita e cementita proeutetóide, que é formada nos contornos de grãos da austenita prévia. Para facilitar a trefilação dos tubos e posterior usinabilidade dos rolamentos, realiza-se o recozimento de esferoidização para obter uma microestrutura constituída por carbonetos no formato globular dispersos em matriz ferrítica [2], que tende a apresentar uma vida útil de ferramentas de usinagem até 5 vezes maior se comparado com o material não esferoidizado [3].

Usualmente os materiais são submetidos a austenitização intercrítica para evitar o aumento do tamanho de grão e a formação de trincas durante têmpera. Esse tratamento proporciona uma microestrutura contendo martensita, em torno de 6% de austenita retida e 3-4% de partículas de cementita que não foram dissolvidas durante a austenitização. Por fim, os materiais são submetidos ao revenimento [2].

De acordo com KIM *et al.* [4], uma microestrutura constituída por carbonetos esferoidizados remanescentes após têmpera e revenimento prolonga a vida em fadiga do componente se comparado com uma microestrutura sem carbonetos esferoidizados. Isso é decorrente do aumento da resistência da matriz martensítica quando há carbonetos

esferoidizados, fazendo com que a tensão seja concentrada ao redor de uma inclusão de maior dureza, ao passo que o material sem carbonetos esferoidizados tende a concentrar a tensão durante fadiga na superfície, conforme esquema apresentado na Figura 3-1.

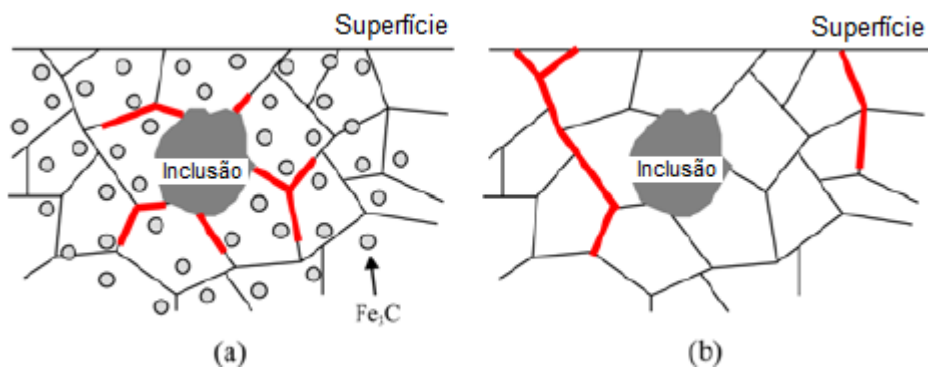


Figura 3-1: Esquema ilustrativo do mecanismo de fadiga de rolamentos (a) com e (b) sem carbonetos esferoidizados. [4]

O tamanho e a distribuição dos carbonetos também determinam a vida útil dos rolamentos, uma vez que carbonetos mais grosseiros propiciam sítios de nucleação, propagação e crescimento de trincas [2].

3.2 Tratamentos térmicos para esferoidização

A força motriz para a esferoidização é a redução da energia interfacial da ferrita/carboneto associado com a formação de partículas esféricas, visto que essas possuem a menor área superficial [5].

Além disso, o tratamento de esferoidização também altera as propriedades mecânicas do material via redução da resistência mecânica e aumento da ductilidade. Já a dureza é determinada principalmente pela matriz ferrítica, que é influenciada pela taxa de resfriamento a partir de A_1 , visto que determina a quantidade de carbono retido em solução na ferrita [3].

A Figura 3-2 apresenta a faixa de temperatura usualmente utilizada para esferoidização de aços hipoeutetóides e hipereutetóides.

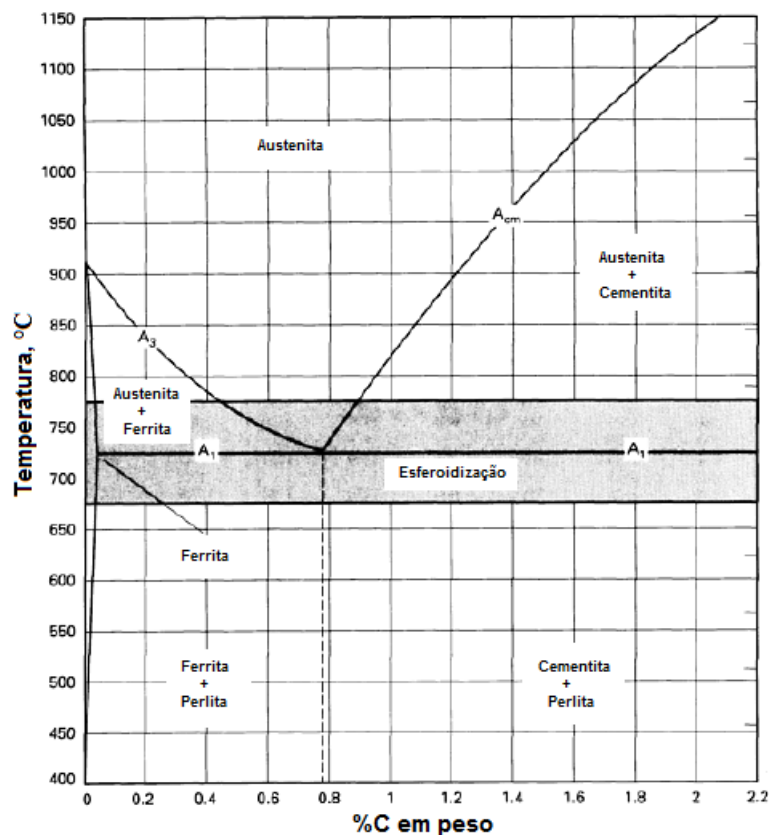


Figura 3-2: Diagrama de fase Fe-C mostrando a faixa de temperatura indicada para esferoidização [6].

Existem diversos métodos para se obter uma estrutura completamente esferoidizada, sendo eles [6]:

- recozimento subcrítico, que consiste em manter o material em temperatura ligeiramente abaixo de A_1 por um tempo prolongado;
- recozimento cíclico, ou seja, aquecimento e resfriamento alternado em vários ciclos em torno de A_1 ;
- recozimento intercrítico, em que o material é aquecido até uma temperatura acima de A_1 e depois é resfriado lentamente ou mantido durante longo tempo em temperatura abaixo de A_1 .

3.2.1 Recozimento subcrítico

Sabe-se que deformação plástica à frio prévia tem efeito no mecanismo e na cinética de esferoidização [3]. BARANOVA e SUKHOMLIN [7] estudaram a influência de uma deformação à frio prévia de 25% em aço 1045 e posterior recozimento subcrítico a 680 °C. Conforme pode ser observado na Figura 3-3, no material sem deformação prévia (1), o número de partículas esferoidizadas aumenta gradativamente a medida em que aumenta o tempo de recozimento e após um longo tempo a quantidade de partículas diminui em função do coalescimento dos carbonetos. Já para o material que foi submetido a uma deformação prévia (2), há um acentuado aumento de partículas esferoidizadas nos primeiros 30 min de tratamento e o aumento do tempo de recozimento propicia também um rápido coalescimento das partículas.

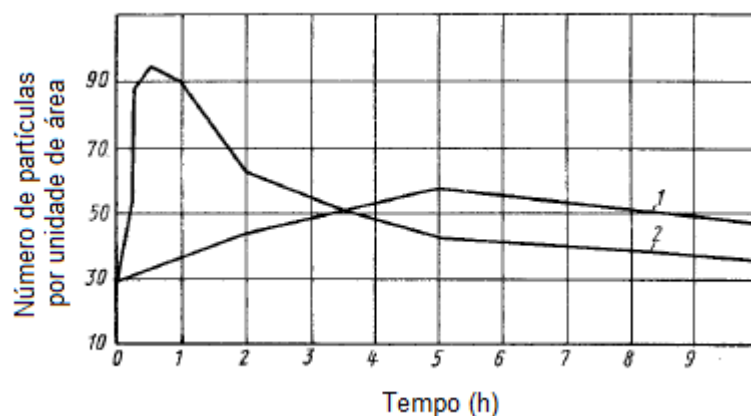


Figura 3-3: Efeito do recozimento subcrítico na quantidade de partículas esferoidizadas em material sem deformação prévia (1) e após submissão de 25% de redução a frio (2) [7].

GUO *et al.* [8] avaliaram um aço 50CrV4 que foi submetido a uma redução de 24% e 58% e posteriormente ao recozimento subcrítico a 720 °C em diferentes tempos e em seguida resfriado até a temperatura ambiente com taxa de 10 °C/min. Conforme apresentado na Figura 3-4, quanto maior a redução a frio maior a taxa de esferoidização, visto que a deformação plástica favorece a redução do espaçamento interlamelar e o aumento da densidade de deslocamentos favorece a ocorrência de subgrãos, lacunas e fissuras que são sítios de nucleação dos carbonetos esferoidizados. Observa-se ainda que a relação taxa de esferoidização e tempo de encharque apresenta uma curva sigmoide, ou seja, a taxa de esferoidização aumenta lentamente no início do recozimento, depois

rapidamente quanto o tempo de encharque é superior a 2 h e, por fim, a taxa de esferoidização reduz quando o tempo de encharque é superior a 6 h.

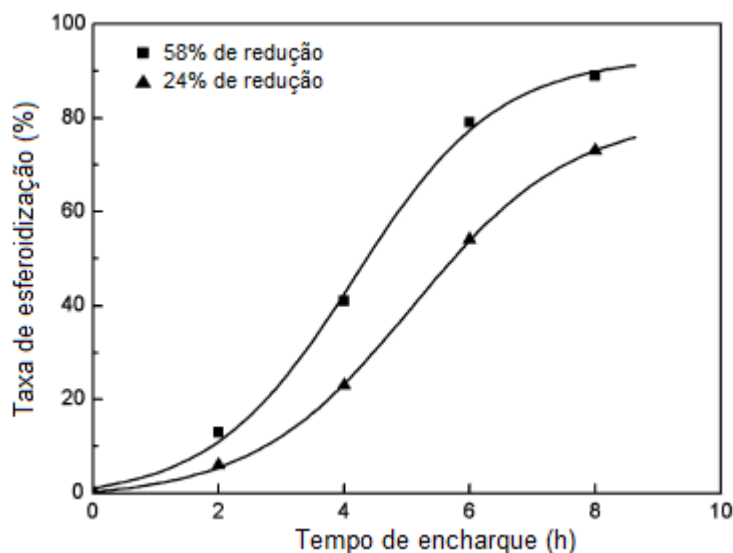


Figura 3-4: Relação entre taxa de esferoidização e tempo de encharque em diferentes taxas de redução. [8]

De acordo com GUO *et al.* [8], no início do tratamento térmico a quantidade de sulcos, vazios e fissuras está aumentando e poucas lamelas de cementita podem ser quebradas em segmentos menores e, por isso, a taxa de esferoidização aumenta lentamente. Quando o tempo de recozimento é superior a 2 h, grande quantidade de lamelas de cementita quebram-se em pequenos segmentos, o que leva ao rápido aumento da taxa de esferoidização. Quando o tempo de recozimento é superior a 6 h, lamelas de cementitas não podem mais ser fragmentadas e ocorre apenas difusão de átomos de ferro e carbono e, conseqüentemente, a taxa de esferoidização reduz gradualmente.

MAPELLI *et al.* [9] submeteram em aço 100Cr6 uma redução de 25% na trefilação de fio-máquina e posteriormente realizaram um recozimento subcrítico para obter uma microestrutura esferoidizada. Vale citar que não ficou claro no trabalho se essa deformação foi a frio ou a quente. Os autores identificaram que ao submeter o material a 720 °C por 9 h e posteriormente resfriamento a 6 °C/h até 500 °C e 20 °C/h a partir dessa temperatura, carbonetos homogeneamente esferoidizados em matriz ferrítica são obtidos.

LV *et al.* [10] caracterizaram um aço 0,8%C em três estágios distintos em função do tempo do recozimento subcrítico a 650 °C. As amostras foram previamente deformadas a frio com 90% de redução na espessura de parede. Até aproximadamente 600 s a recuperação e a recristalização são incompletas e maior é a densidade de defeitos da rede cristalina, logo as partículas de carbonetos se localizam principalmente nos contornos dos grãos ferríticos e nos defeitos da rede. Entre 600 s e 10.800 s, em que ocorre a recristalização completa do material e a densidade de defeitos na rede é pequena, os autores indicam que as partículas esferoidizadas de cementita se localizam preferencialmente nos contornos e nos pontos tríplices dos grãos de ferrita. Ao aumentar o tempo de encharque, o tamanho das partículas de cementita aumenta e o efeito de fixação nos contornos de grão reduz gradualmente.

3.2.2 Recozimento cíclico

O recozimento cíclico é mais difícil de aplicar em escala industrial. Entretanto, alguns trabalhos [11] [12] [13] [14] [15] indicam que é possível reduzir consideravelmente o tempo de tratamento térmico utilizando de 3 a 8 ciclos alternados ao variar a temperatura abaixo e acima de A_1 para materiais hipereutetóides e variar em torno de A_3 para materiais hipoeutetóides.

HAUSEROVA *et al.* [11] simularam um tratamento térmico em um dilatômetro para avaliar o efeito do recozimento cíclico no aço 100Cr6. A temperatura desse experimento alternou entre 650 °C e 775 °C. Após três ciclos já foi possível obter uma microestrutura quase completamente esferoidizada e a dureza reduziu de 351 HV para 277 HV.

HAUSEROVA *et al.* [12] identificaram que o processo de esferoidização é influenciado, além da temperatura, também pela taxa de aquecimento. Uma completa esferoidização foi possível em um aço 100CrMnSi6-4 quando o mesmo foi submetido a uma taxa de aquecimento de 20 °C/s até a temperatura de 800 °C, mas em maiores taxas de aquecimento, 60 °C/s e 180 °C/s, a microestrutura resultante apresentava uma pequena quantidade de lamelas de cementita não dissolvidas, em função da taxa de aquecimento ter sido muito alta para viabilizar a difusão, somente viabilizou a fragmentação das

lamelas. Os autores ressaltam ainda que os carbonetos obtidos através do recozimento cíclico são significativamente menores que os obtidos via recozimento convencional.

Em outro trabalho [13], os autores identificaram que quando o material é submetido a um ciclo longo (150 s ou 300 s) os carbonetos são maiores se comparados com ciclo de 15 s. Entretanto, após esses ciclos mais longos, foi possível observar a formação de novas lamelas de perlita. A combinação de três fatores determina se haverá a transformação da perlita divorciada durante o resfriamento: velocidade do movimento da interface γ - α , concentração de carbono na matriz e distância entre partículas de cementitas esferoidizadas já presentes na matriz [16]. Assim, a presença de novas lamelas de perlita está relacionada ao excesso de carbono dissolvido na austenita e que não difundiu completamente para as partículas de cementita durante o resfriamento.

SAHA *et al.* estudaram o tratamento cíclico em aço carbono (0,6%C). Amostras foram aquecidas em forno elétrico até a temperatura de 810 °C durante 6 min e posteriormente foram submetidas a resfriamento forçado até a temperatura ambiente, repetindo esse ciclo 8 vezes. O estudo indicou que após o primeiro ciclo ocorre somente a fragmentação da cementita e somente após o terceiro ciclo foi possível observar carbonetos esferoidizados em menor volume (10% cementita esferoidizada e 46% perlita). Após 8 ciclos de tratamento térmico foi possível obter uma microestrutura majoritariamente com carbonetos esferoidizados e traços de perlita (3%). Os autores indicam que a esferoidização acelerada é decorrente da elevada temperatura de trabalho que torna o processo difusional mais rápido. Além disso, o resfriamento forçado após cada ciclo gera mais falhas nas lamelas de perlita que atuam como locais potenciais para o processo de esferoidização.

3.2.3 Recozimento intercrítico

Considerando o aço SAE 52100, a literatura [17] indica que para uma completa esferoidização, conforme esquema apresentado na Figura 3-5, o material deve ser aquecido a uma temperatura igual a 795 °C, ser rapidamente resfriado a 750 °C e posteriormente um resfriamento até 675 °C com uma taxa que não exceda 6 °C/h, o que representa no mínimo 12,5 h para resfriamento. Outra proposta apresentada é o

aquecimento do material a 795 °C e resfriamento rápido para 690 °C e manter nessa temperatura por 16 h.

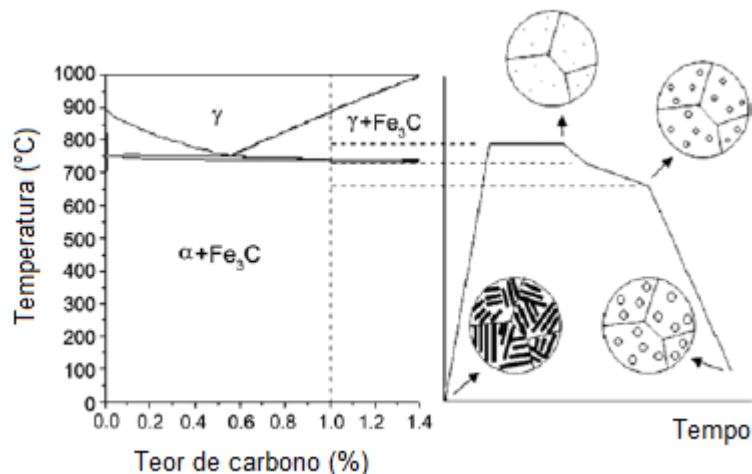


Figura 3-5: Esquema representativo do recozimento intercrítico usual para esferoidização. [4]

Apesar de difícil reprodutibilidade em escala industrial, SHEPELYAKOVSKII *et al.* [18] indicaram que é possível esferoidizar o material ao realizar o aquecimento por indução para austenitização em temperatura intercrítica (850 °C), manter na temperatura até a homogeneização na seção do material (30 s) e rápido resfriamento para transformação isotérmica (680 °C) por 1020 s. Com menos de 20 min obtiveram uma microestrutura completamente esferoidizada e que tende a propiciar melhor qualidade aos rolamentos, visto que a estrutura apresenta-se mais dispersa e com menor descarbonetação devido ao rápido aquecimento.

Uma das propostas do resfriamento contínuo é evitar a formação de perlita lamelar, pois quando o aço é aquecido até uma região bifásica (austenita e cementita), a presença da cementita pode retardar o início da perlita. Nesse caso, a cementita absorve o carbono que é particionado da transformação austenita/ferrita em um processo denominado “transformação eutetóide divorciada” ou “perlita divorciada”, que não depende do crescimento cooperativo entre ferrita e cementita [2].

VERHOEVEN e GIBSON [19] elaboraram um modelo para prever quando o mecanismo de “perlita divorciada” ocorre preferencialmente que a transformação lamelar

em função do espaçamento entre as partículas de cementita e o sub-resfriamento abaixo de A_1 . Conforme pode-se observar na Figura 3-6, temperatura mais próxima de A_1 e menor espaçamento entre as partículas de cementita tende a favorecer o mecanismo da “perlita divorciada”.

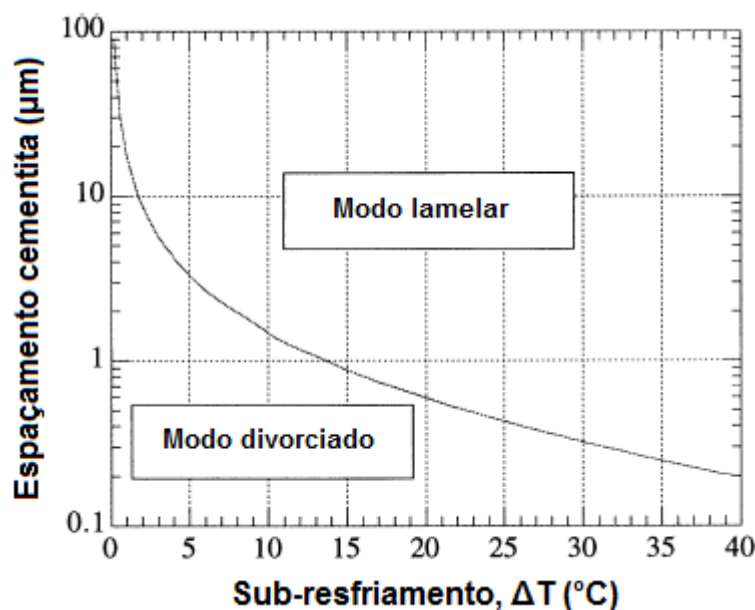


Figura 3-6: Modo da transformação eutetóide em função do espaçamento e sub-resfriamento. [19]

A “perlita divorciada” é favorecida por baixas temperaturas de austenitização, visto que altas temperaturas de austenitização resultam em maior coalescimento das partículas de cementita e conseqüentemente aumenta o espaçamento entre as partículas de cementita e maior a distância para difusão [20].

VERHOEVEN [21] também estudou os parâmetros de tratamento térmico que propiciam a transformação eutetóide divorciada em aço SAE 52100. Nesse estudo, amostras foram austenitizadas a 795°C por 30 minutos e posteriormente resfriadas até 680°C em taxas variando de 10°C/h até 23.900°C/h . O autor identificou que a formação de perlita iniciava-se somente com taxa de resfriamento superior a 500°C/h . Posteriormente o autor aumentou a temperatura de austenitização para avaliar a máxima temperatura que poderia propiciar a transformação eutetóide divorciada, ou seja, sem a presença de perlita. Nesse caso, foi identificado que a temperatura de austenitização não pode ultrapassar em torno

de 830 °C. Assim, o autor conclui que é possível obter uma estrutura completamente esferoidizada a partir da austenitização em torno de 830 °C, resfriamento até 680 °C com uma taxa de até 500 °C/h, reduzindo assim para 18 minutos o tempo necessário para resfriamento. O autor ressalta ainda que com esses parâmetros é possível obter carbonetos mais finos, que são benéficos para a vida em fadiga dos rolamentos.

Sabe-se que a microestrutura prévia pode influenciar os parâmetros de esferoidização. De acordo com CARUSO *et al.* [22] uma microestrutura sem partículas de cementita proeutetóide grosseiras facilita a ocorrência do fenômeno da “perlita divorciada”. Ao estudar um aço hipereutetóide, partindo de uma microestrutura completamente perlítica, constaram que na temperatura $A_1 + 65$ °C ou $A_1 + 100$ °C e taxas de resfriamento de no máximo 3 °C/min é possível obter uma microestrutura completamente esferoidizada. Maiores temperaturas e/ou taxas de resfriamento favorecem a formação de perlita lamelar. Quando os pesquisadores partiram de uma microestrutura com cementita proeutetóide, observaram que para taxas de resfriamento superiores a 1 °C/min há carbonetos esferoidizados e regiões perlítica.

LI *et al.* [23] também estudaram o efeito da microestrutura prévia nos parâmetros de esferoidização. Os autores avaliaram diferentes condições de laminação para alterar a microestrutura prévia e constataram que a redução do espaçamento interlamelar e do tamanho da colônia de perlita facilita a dissolução e fragmentação das lamelas de cementita, o que tende a reduzir o tempo necessário para a esferoidização, conforme apresentado na Figura 3-7. Além disso, o diâmetro médio dos carbonetos esferoidizados são menores quando se parte de uma microestrutura com menor espaçamento interlamelar.

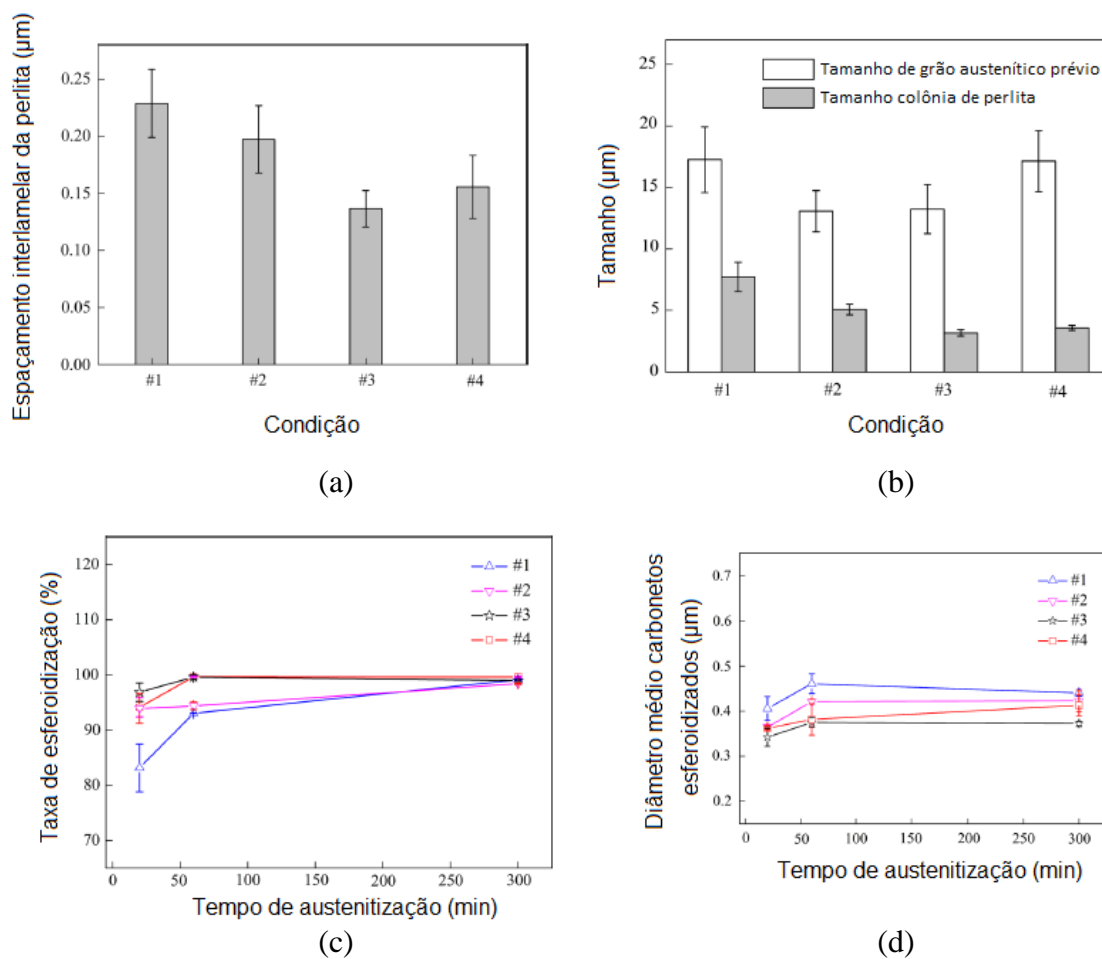


Figura 3-7: Influência do (a) espaçamento interlamelar e (b) tamanho da colônia de perlita na (c) taxa de esferoidização e no (d) diâmetro médio carbonetos esferoidizados. [23]

QIAN *et al.* [24] indicam que maiores temperaturas e maiores tempo de encharque tendem a aumentar o tamanho e a circularidade dos carbonetos, enquanto que maior taxa de resfriamento tem efeito somente no tamanho dos carbonetos.

3.3 Tratamentos termomecânicos para esferoidização

Deformação plástica durante o aquecimento também tem efeito na cinética de esferoidização [3].

DLOUHY *et al.* [25] avaliaram a microestrutura de um material em aço 100CrMnSi6-4 após diferentes condições de laminação controlada. As amostras foram aquecidas a 1000 °C durante 1 h e posteriormente foram laminadas e resfriadas ao ar. As amostras que foram deformadas ($\epsilon = 0,5$ e 1) a 665 °C, logo após a transformação perlítica, apresentaram uma microestrutura com as lamelas de cementita fragmentadas e algumas esferoidizadas, porém parte das colônias de perlita permaneceram intactas. Os autores concluíram que para garantir uma microestrutura completamente esferoidizada nessa condição seria necessário submeter ao material uma maior redução.

As amostras que foram reaquecidas a 830 °C e resfriadas ao ar apresentaram microestrutura parcialmente esferoidizada, decorrente do mecanismo da perlita divorciada. Já as amostras que foram reaquecidas de 665 °C para 830 °C e foram deformadas ($\epsilon = 0,5$) em diferentes temperaturas (810 °C, 760 °C e 690 °C) apresentaram microestrutura completamente esferoidizada. De acordo com os autores [25], a microestrutura obtida é mais fina e homogênea quando comparada com os tratamentos convencionais de recozimento.

Já QIAN *et al.* [26] realizaram um estudo para avaliação microestrutural após diferentes rotas de compressão a morno, em uma temperatura subcrítica. A Figura 3-8 apresenta os ensaios termomecânicos e as microestruturas obtidas em cada teste. Como é possível observar, no ensaio em que a amostra foi submetida a uma austenitização completa, mesmo após compressão a microestrutura ainda apresentou lamelas de perlita. Já a amostra que foi submetida a uma temperatura intercrítica antes da conformação a morno, foi possível obter uma microestrutura completamente esferoidizada, visto que os carbonetos não dissolvidos favorecem o fenômeno da “perlita divorciada”. Por fim, a amostra que foi austenitizada na mesma temperatura intercrítica, mas não foi submetida a compressão, apresentou carbonetos mais alongados, indicando que a deformação é necessária para garantir a microestrutura completamente esferoidizada pelos mecanismos de aumento de energia armazenada e pela redução da distância entre os carbonetos, também favorecendo o fenômeno da “perlita divorciada”. Por fim, de acordo com os autores, via essa rota é possível obter carbonetos mais finos que os métodos convencionais de recozimento intercrítico.

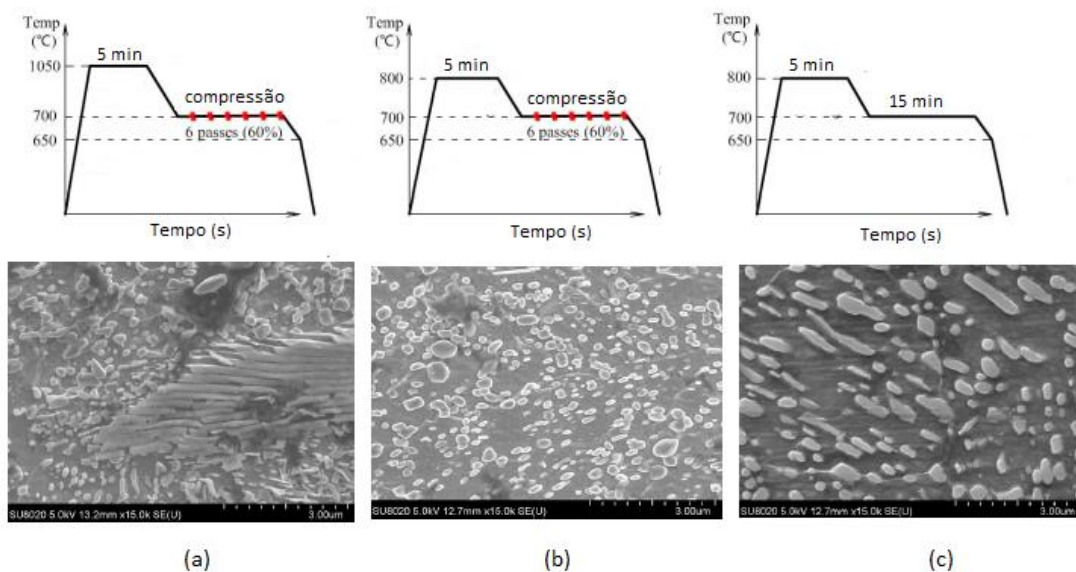


Figura 3-8: Avaliação microestrutural a partir de diferentes rotas de compressão a morno. [26]

HUO *et al.* [27] também avaliaram a microestrutura de aço SAE 52100 após ser submetido a compressão a morno, porém sem aquecimento superior ao da deformação. Os autores identificaram que a janela de deformação a morno para esse aço é entre 650 °C e 750 °C, visto que em maiores temperaturas os carbonetos tendem a dissolver na matriz. Os autores observaram também que quanto maior a temperatura e/ou a taxa de deformação, maior tende ser o tamanho dos carbonetos esferoidizados. Entretanto, essa taxa de deformação também não pode ser muito elevada, pois quanto maior a taxa de deformação menor o tempo para a deformação ocorrer e, conseqüentemente, mais difícil a difusão do carbono, não viabilizando a completa esferoidização do material [28].

STOROJEVA *et al.* [29] realizaram uma deformação a morno em um aço médio carbono em temperaturas variando de 600 °C até 710 °C e posteriormente realizaram o bobinamento na temperatura de deformação mantendo o material nessa temperatura por mais 2 h. Os autores obtiveram uma completa esferoidização da cementita, que se apresentou homogênea distribuída na matriz ferrítica. Ao passo que o material que foi submetido ao recozimento subcrítico a 710 °C por 16 h apresentou-se parcialmente esferoidizado, com lamelas de perlita.

Por fim, McNELLEY *et al.* [30] realizaram em blocos de aço AISI 52100 uma laminação isotérmica a morno em temperatura de 650 °C e deformação verdadeira de 2,3%, o que equivale a 90% de redução de área, sendo que as reduções foram realizadas em 17 passes com redução entre 0,3 e 0,4 cm por passe. Foi possível obter uma microestrutura com finos grãos ferríticos e finos carbonetos dispersos na matriz. Entretanto, mesmo com 2,3% de deformação verdadeira, algumas colônias isoladas de perlita ainda foram identificadas.

3.4 Efeito dos elementos de liga na esferoidização

A adição de elementos de liga propicia mudanças em propriedades químicas, mecânicas e físicas dos aços. Alguns elementos químicos influenciam favorecendo a esferoidização, como por exemplo via aumento do %C, que tende a aumentar os sítios de nucleação, ao passo que o fósforo tende a retardar a esferoidização [2]. Conforme apresentado na Figura 3-9, quanto menor a temperatura de austenitização e quanto maior o teor de carbono, a microestrutura após recozimento tende a ser esferoidizada [19].

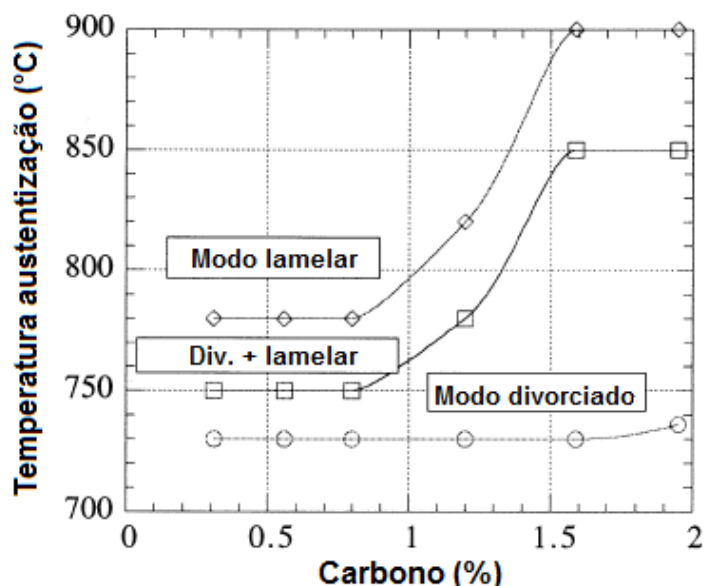


Figura 3-9: Modo transformação eutetóide em função da temperatura de austenitização e teor de carbono. [19]

Sabe-se também que aços desoxidados ao Al apresentam maior taxa de esferoidização se comparados aos aços desoxidados ao Si [3]. Já a adição de Cr, Mn e Si reduz a espessura

e o espaçamento interlamelar da perlita e conseqüentemente, durante o recozimento, reduz o tamanho das partículas inicialmente esferoidizadas. Além disso, restringe o coalescimento dos carbonetos esferoidizados e o crescimento dos grãos de ferrita. LV *et al.* [10] demonstraram que, conforme apresentado na Figura 3-10 e na Figura 3-11, a adição de Cr é mais eficaz para a redução do tamanho dos carbonetos se comparado com a mesma adição percentual de Mn e Si. Entretanto, a combinação de Mn e Si também apresentou ser efetiva para restringir o coalescimento das partículas.

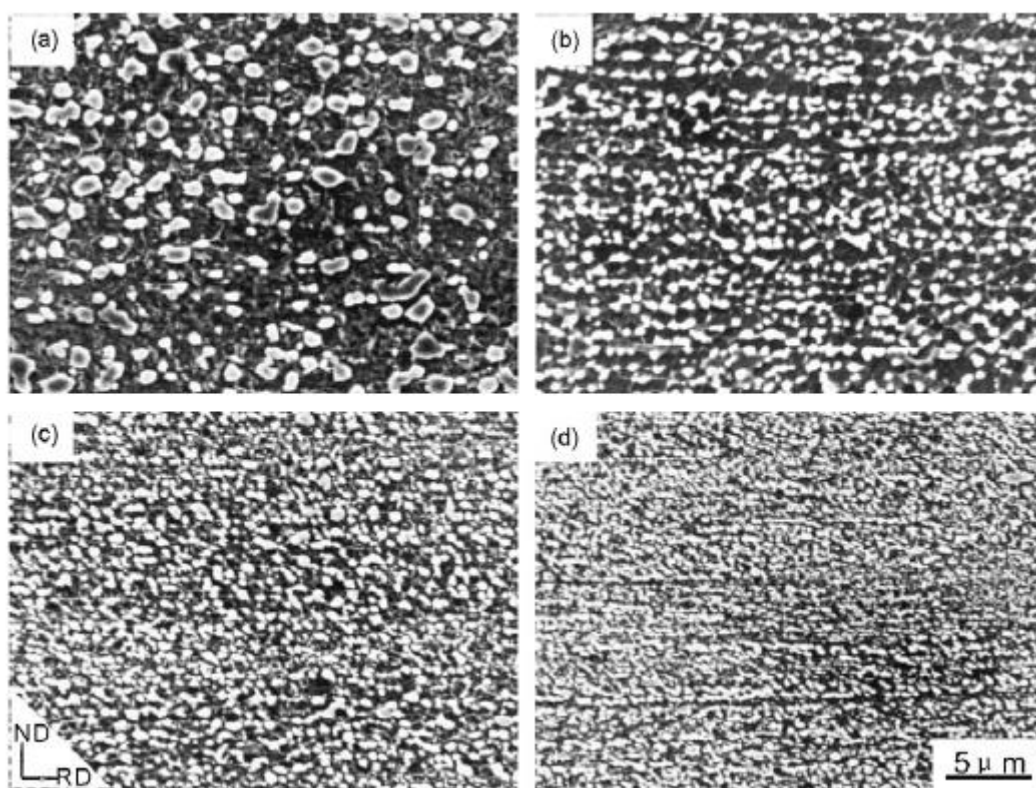


Figura 3-10: Microestrutura após 90% de laminação e recozimento a 650 °C por 1,8ks para a liga (a) Fe-0,8C, (b) Fe-0,8C-1Si, (c) Fe-0,8C-1Mn e (d) Fe-0,8C-1Cr. [10]

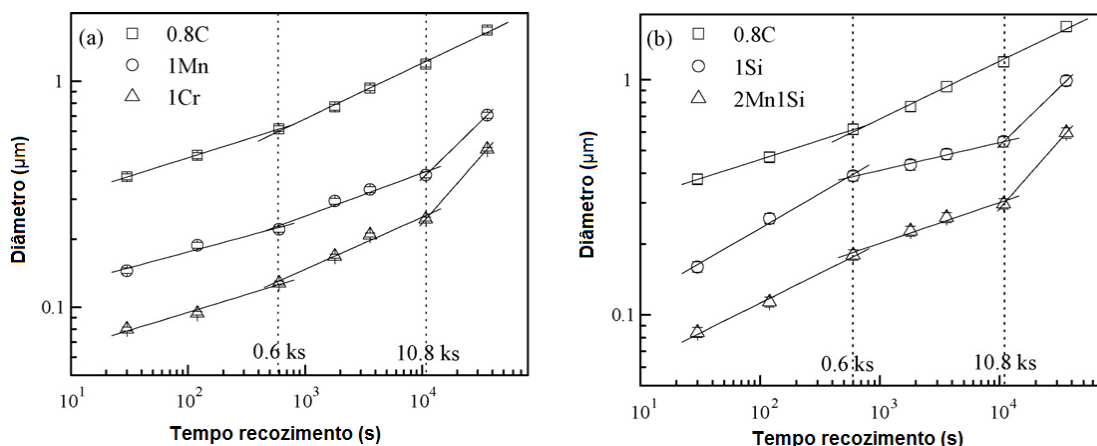


Figura 3-11: Tamanho das partículas da cementita de diferentes ligas em função do tempo de recozimento. [10]

ZHANG *et al.* [31] estudaram o efeito da adição de Mn, Si e Cr na dissolução e coalescimento da cementita durante o recozimento intercrítico. Para eliminar o efeito do espaçamento interlamelar, um tratamento térmico prévio foi realizado em todas as ligas de modo a obter estruturas com espaçamento interlamelar próximos. Os autores identificaram que a esferoidização das lamelas de cementita e a cinética de dissolução da cementita é retardada pela adição de Mn e Cr, porém não identificaram influência significativa com a adição de Si. Além disso, constataram também que a adição de Mn e Cr é mais eficaz para evitar o coalescimento das partículas esferoidizadas de cementita.

3.5 Mecanismos de esferoidização

Os mecanismos de esferoidização em tratamentos isotérmicos apresentados na literatura são [32]:

- 1) perturbação induzida pela capilaridade (Rayleigh);
- 2) ranhuras térmicas;
- 3) migração de falhas.

Conforme apresentado na Figura 3-12, o mecanismo da perturbação induzida pela capilaridade indica que uma longa fibra no formato de cilíndrico é intrinsecamente

instável e espontaneamente se divide em partículas esféricas a partir de perturbações causadas no sistema.

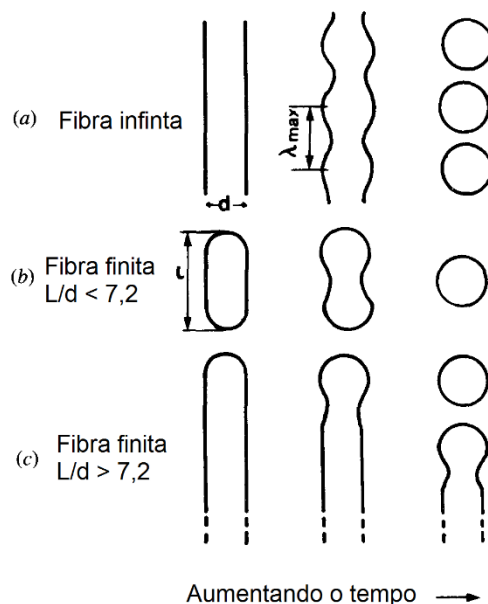


Figura 3-12: Representação esquemática do modelo de Rayleigh [32].

Já o mecanismo das ranhuras térmicas indica que a quebra da lamela de cementita é decorrente de difusão através de subcontornos, conforme apresentado na Figura 3-13. Subcontornos podem ser adicionados na estrutura lamelar via deformação, por exemplo. Esses subcontornos introduzem curvatura na lamela e conseqüentemente um gradiente de potencial químico. A difusão de átomos deixando a região curva ocasiona a quebra das lamelas.

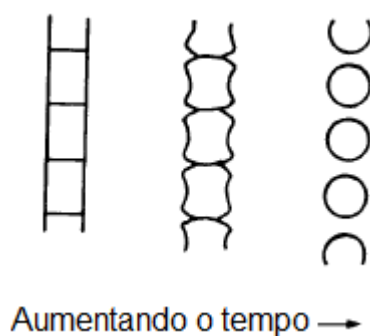


Figura 3-13: Representação esquemática do mecanismo de ranhuras térmicas [32].

Por fim, o mecanismo de migração de falhas indica que a esferoidização inicia e desenvolve nas regiões de terminações, visto que nessas regiões o potencial químico é maior que nas interfaces planas vizinhas. Assim, a força motriz para a esferoidização nesse mecanismo é o gradiente de potencial químico entre a região da lamela com curvatura e a região plana adjacente. Conforme esquema a apresentado na Figura 3-14, os átomos movem das regiões de terminação para as regiões planas, resultando na dissolução das extremidades.

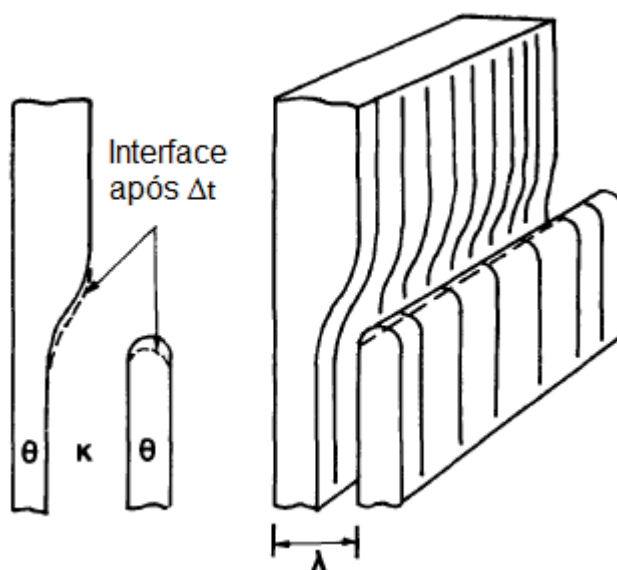


Figura 3-14: Representação esquemática do mecanismo de migração de falhas [32].

TIAN e KRAFT [32] observaram ainda que o início e desenvolvimento da esferoidização estão associados também com outras falhas morfológicas, tais como buracos e fissuras nas lamelas de cementita. Em materiais não deformados, a contribuição dos mecanismos de ranhuras térmicas e perturbação induzida pela capilaridade são limitados no início e final da esferoidização, respectivamente. Assim, o mecanismo de migração de falhas é o mecanismo dominante para o processo de esferoidização.

De acordo com MAITY *et al.* [14], os mecanismos de ranhuras térmicas, perturbação induzida por capilaridade e engrossamento das lamelas foram identificados como os principais processos responsáveis pela rápida esferoidização no recozimento cíclico. Os autores afirmam que em recozimento subcrítico o processo de migração de falhas é dominante, entretanto esse mecanismo não foi observado no recozimento cíclico. Esse

efeito é associado com a elevada mobilidade atômica em temperaturas acima de A_3 e com a geração de potenciais sítios de difusão em falhas nas lamelas durante cada ciclo de resfriamento.

LI *et al.* [23] dividiram o processo de esferoidização em três etapas, conforme apresentado na Figura 3-15. Na austenitização intercristalina, ocorre a dissolução da cementita. Na vizinhança da interface ferrita-austenita, podem existir três morfologias distintas da cementita, como indicado pelas letras A, B e C, ou seja, algumas são completamente dissolvidas, outras reduzem a espessura da lamela e por último pode ocorrer a dissolução parcial, deixando partículas de cementita no formato globular ou cilíndrico. Em função do efeito Gibbs-Thomson, o carbono tende a difundir das regiões com maior curvatura para as superfícies mais planas de lamelas de cementita. Logo, as extremidades não dissolvidas de lamelas de cementita tenderão a ficar mais espessas e dividir em partículas cilíndricas. A diferença de curvatura nas vizinhanças de defeitos também tende a gerar mais fragmentação das lamelas de cementita em formato cilíndrico. Em função da perturbação de Rayleigh, essas partículas em formato cilíndrico não são estáveis e dividem-se em partículas globulares. Essas partículas irão coalescer ao mesmo tempo que ainda ocorre a dissolução da cementita.

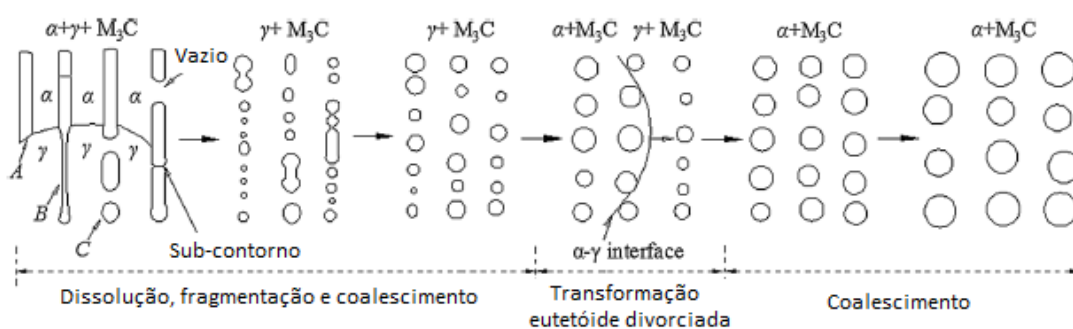


Figura 3-15: Ilustração esquemática do processo de esferoidização isotérmica [23].

Na segunda etapa, durante resfriamento, a austenita se transforma em ferrita pela transformação eutetóide divorciada e a cementita nucleia diretamente em partículas de cementita que não foram dissolvidas, acarretando no aumento do tamanho dessas partículas. Por fim, após a transformação se completar, as partículas de cementita coalescem novamente.

4 Materiais e métodos

4.1 Material

Para a realização desse trabalho, foi utilizado um aço com composição química nominal conforme especificação para o aço SAE 52100 (Tabela 4-1).

Tabela 4-1: Composição química aço SAE 52100 [1].

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr
0,93 – 1,05	0,25 – 0,45	máx 0,025	máx 0,025	0,15 – 0,35	1,35 – 1,60

O aço foi proveniente de processamento via aciaria com convertedor LD, lingotamento contínuo, tratamento difusional para reduzir as segregações, laminação a quente das barras e laminação a quente para a fabricação de tubos sem costura.

Foi utilizada uma mesma corrida para a execução de todo o trabalho, de modo a reduzir os efeitos de variações da análise química.

4.2 Metodologia

Dividiu-se esse estudo em duas etapas, sendo elas:

- avaliação de diferentes taxas de resfriamento no coalescimento dos carbonetos durante recozimento intercrítico;
- efeito da deformação a frio prévia ao recozimento subcrítico na esferoidização.

4.2.1 Efeito da taxa de resfriamento em recozimento intercrítico

Os tratamentos térmicos de recozimento intercrítico foram realizados em forno mufla, utilizando-se termopares fixados nas amostras para controle da temperatura. Foram avaliadas 4 taxas de resfriamento distintas, sendo elas superiores a taxa de resfriamento convencional em 1,5, 2,0 3,7 e 8,6 vezes.

As curvas dos tratamentos térmicos de recozimento intercrítico estão apresentadas na Figura 4-1.

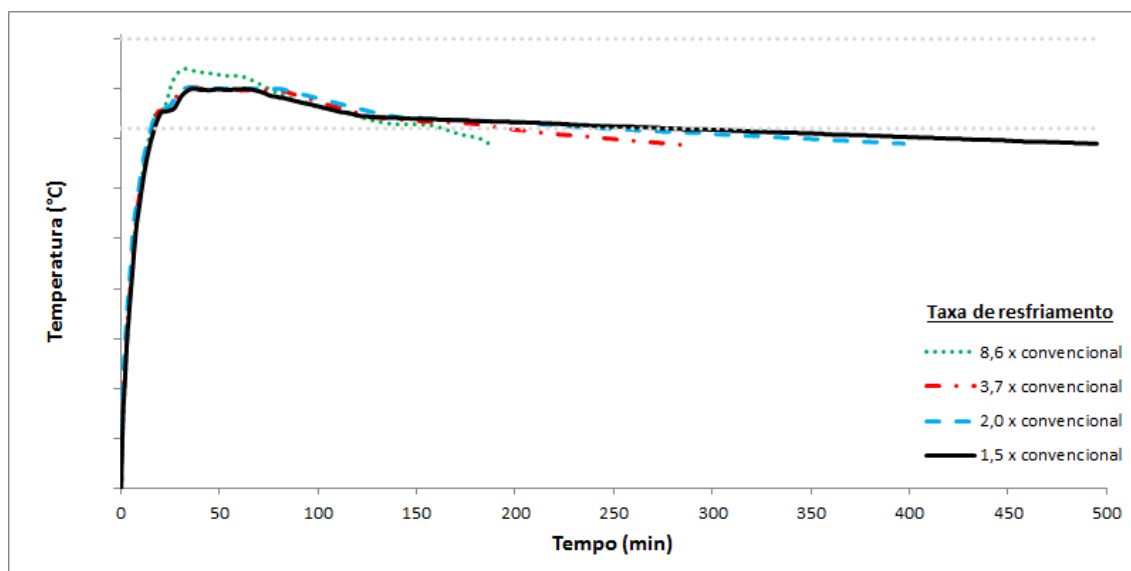


Figura 4-1: Curvas de tratamentos térmicos realizados em forno mufla.

Diante dos resultados que serão apresentados, optou-se por reproduzir em escala industrial o tratamento térmico de recozimento intercrítico com maior taxa de resfriamento (8,6 vezes superior à taxa de resfriamento convencional). As temperaturas dos tubos dispostos no leito do forno foram monitoradas via termopares, conforme apresentado na Figura 4-2. Sabendo-se que a taxa de aquecimento e resfriamento dos tubos dispostos na extremidade e no centro do forno são ligeiramente distintas, os termopares foram fixados em posições estratégicas (1, 2, 3 e 4) para mapear essa diferença. A curva desse tratamento térmico é apresentada na Figura 4-3.

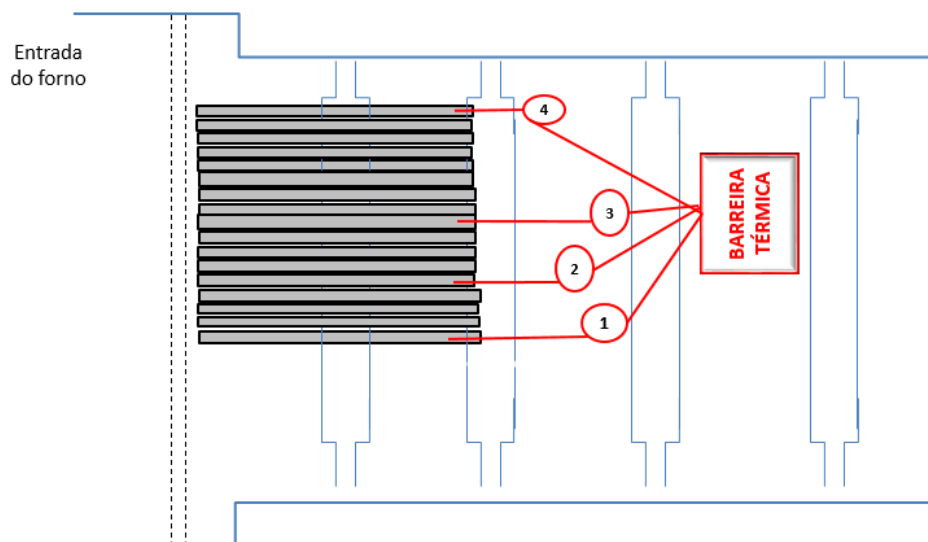


Figura 4-2: Posição dos termopares utilizados para monitoramento do tratamento térmico isotérmico realizado em forno industrial.

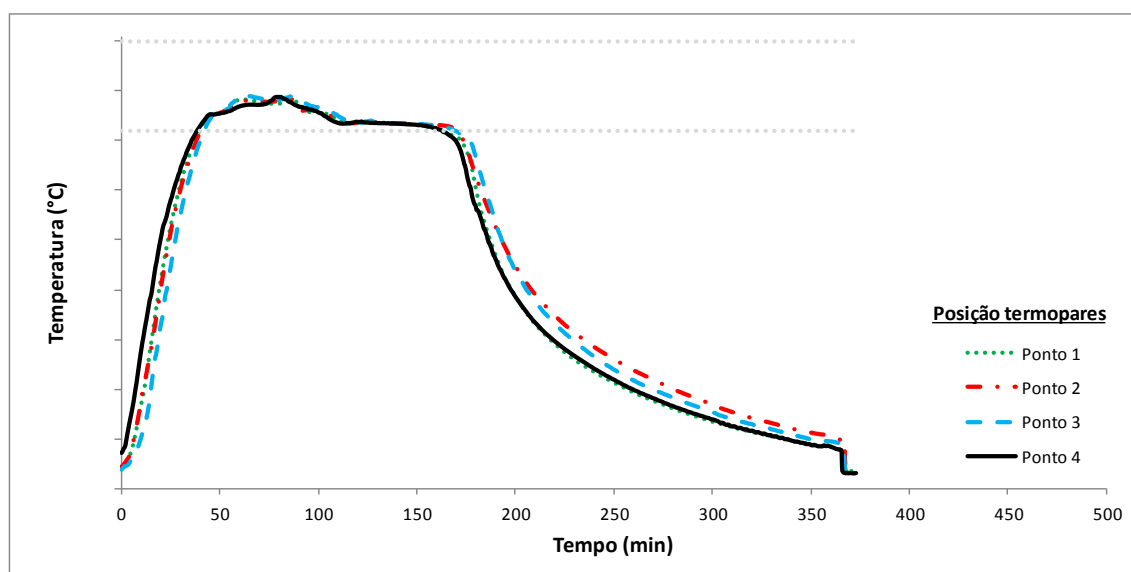


Figura 4-3: Curva de tratamento térmico de recozimento intercrítico realizado em forno industrial objetivando uma maior taxa de resfriamento até A1.

4.2.2 Efeito da deformação a frio prévia no recozimento subcrítico

Os tubos que foram tratados termicamente em forno industrial, foram, posteriormente, trefilados a frio em duas reduções de área distintas, sendo elas denominadas baixa e alta, sendo que a redução alta é 1,89 vezes superior que a redução denominada baixa.

Amostras foram retiradas em cada condição de deformação a frio e foram realizados tratamentos térmicos de recozimento subcrítico, em forno mufla, em diferentes tempos de encharque (1 h, 2 h e 3 h).

4.2.3 Ensaios laboratoriais

Na matéria-prima laminada e após as diferentes condições de recozimento intercrítico e subcrítico foram realizados os seguintes ensaios:

- tração longitudinal;
- dureza Brinell (HB) na seção transversal;
- avaliação microestrutural da seção longitudinal via microscopia óptica e eletrônica de varredura.

Com o intuito de simular o tratamento final de têmpera, avaliou-se ainda o tamanho de grão austenítico para as amostras submetidas ao recozimento subcrítico. Para isso, as amostras foram austenitizadas em forno mufla a 840 °C por 0,5 h e temperadas em água.

4.2.3.1 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados de acordo com as especificações da norma ASTM E370 [33]. Foram realizados 3 ensaios em cada condição estudada em um equipamento para tração universal com capacidade de 600 kN.

Os corpos de prova, do tipo cilíndrico, de tamanho reduzido com diâmetro nominal de 6,25 mm antes da trefilação e 4,00 mm após trefilação, foram usinados na direção longitudinal dos tubos amostrados.

4.2.3.2 Ensaio de dureza

Ensaio de dureza Brinell foram realizados de acordo com as especificações da norma ASTM E10 [34], com escala 2,5/187,5, ou seja, utilizando uma esfera com diâmetro de 2,5 mm e carga de 187,5 kgf.

Os corpos de prova foram avaliados na seção transversal dos tubos amostrados. Foram ensaiados 3 corpos de prova por condição avaliada, sendo realizadas 3 indentações por amostra.

4.2.3.3 Caracterização microestrutural

Os corpos de prova foram preparados para a análise em microscópio óptico (MO) e em microscópio eletrônico de varredura (MEV) através de lixamento em lixas de carbetto de silício e polimento com pasta diamantada.

Foram avaliadas 3 amostras por condição estudada. Para estas análises foi utilizado o reativo Nital 5% para a revelação da microestrutura.

A análise de tamanho de grão austenítico para as amostras submetidas ao recozimento subcrítico foi realizada de acordo com as especificações da norma ASTM E112 [35], pelo método comparativo. Para esta análise foi utilizado o reativo Teepol para a revelação dos contornos de grão.

5 Resultados e Discussão

5.1 Caracterização do tubo laminado a quente

Conforme apresentado na Figura 5-1, a microestrutura do tubo laminado é constituída por perlita e cementita.

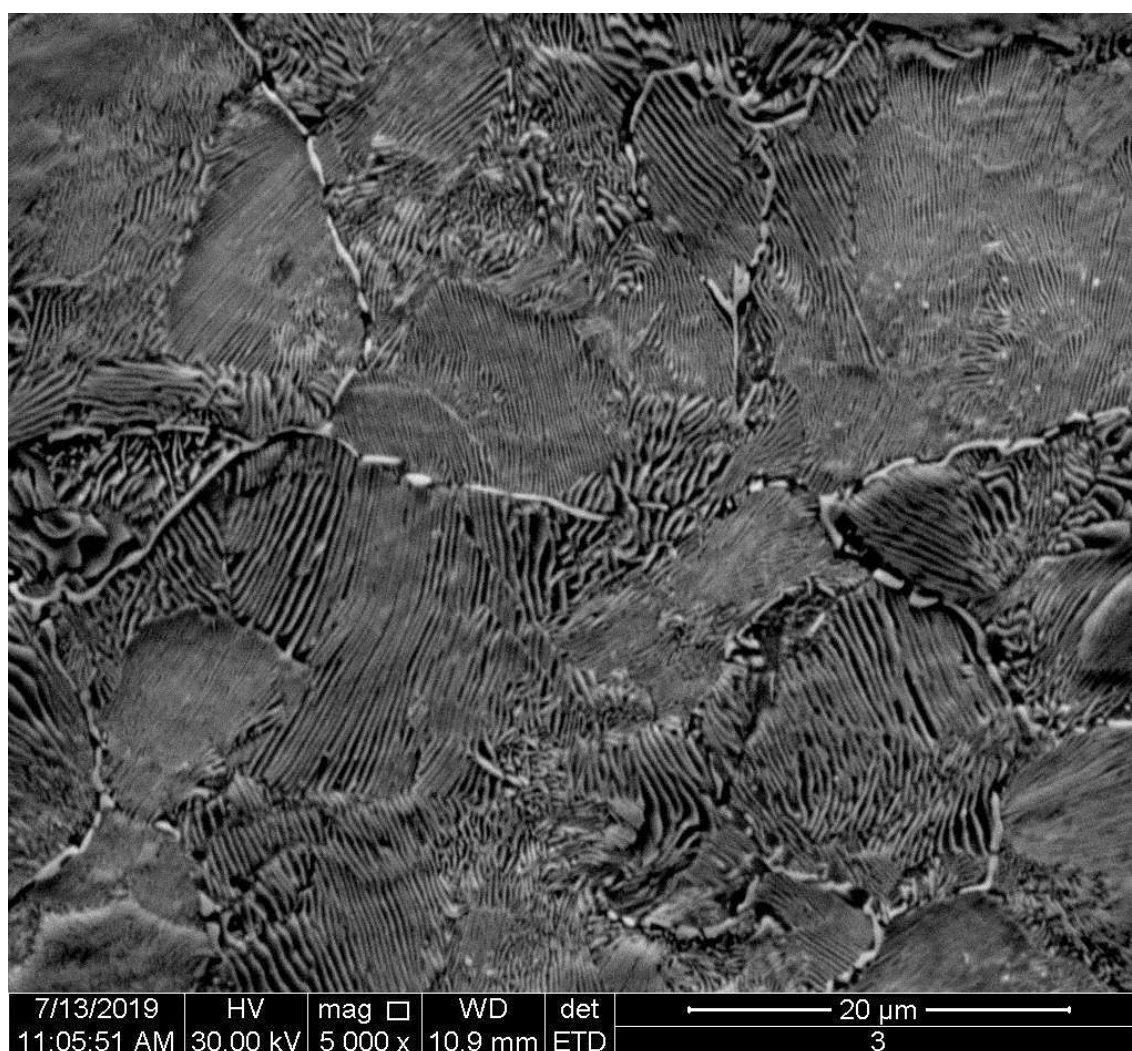


Figura 5-1: Microestrutura do tubo laminado a quente.

A Tabela 5-1 apresenta as propriedades mecânicas do tubo após laminação a quente.

Tabela 5-1: Propriedades mecânicas do tubo laminado a quente.

Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza HB
622	1121	10	320

Observa-se que em tal condição o material apresenta elevada resistência mecânica. Por esse motivo, associado ainda com a presença de um constituinte frágil nos contornos de grão, não é possível a trefilação a frio do aço SAE 52100 no estado laminado, visto que as peças fraturam no início do processo, conforme pode ser observado na Figura 5-2 ao submeter o tubo a uma baixa redução a frio.



Figura 5-2: Pontas fraturadas durante trefilação do aço SAE 52100 a partir do estado laminado.

5.2 Efeito da taxa de resfriamento em recozimento intercrítico

5.2.1 Propriedades mecânicas

Foram realizados ensaios de tração longitudinal e dureza HB após cada tratamento térmico intercrítico com diferentes taxas de resfriamento. Os resultados estão apresentados na Tabela 5-2.

Tabela 5-2: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após os tratamentos térmicos realizados em forno mufla.

Taxa de resfriamento (vezes taxa convencional)	Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)
1,5	428	667	30	196
2,0	405	648	39	196
3,7	409	666	38	195
8,6	410	696	31	205

Observa-se que, para todas as condições avaliadas, há uma redução acentuada nas propriedades mecânicas ao fazer a comparação com o material laminado a quente (Tabela 5-1). Não foram identificadas diferenças significativas para o limite de escoamento para as quatro condições avaliadas, ao passo que a diminuição da resistência à tração e dureza HB foi menos acentuada para o material submetido à maior taxa de resfriamento.

Diante dos resultados, optou-se por reproduzir em escala industrial a condição com maior taxa de resfriamento, por ser a condição com menor tempo de tratamento térmico, garantindo menor consumo energético, e ainda apresentar propriedades mecânicas que viabilizam a trefilação. As propriedades mecânicas desse tratamento térmico estão apresentadas na Tabela 5-3.

Tabela 5-3: Propriedades mecânicas após tratamento térmico realizado em forno industrial com taxa de resfriamento 8,6 vezes superior ao convencional.

Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)
435	684	29	205

Constata-se que mesmo em condição menos controladas, o tratamento térmico realizado em forno industrial se assemelha aos apresentados para aquele realizado em forno Mufla.

Observa-se na Figura 5-3 que nessa condição o material apresenta patamar de escoamento típico de materiais dúcteis. HALLBERG [36] identificou efeito similar em aço 100Cr6 com recozimento de esferoidização.

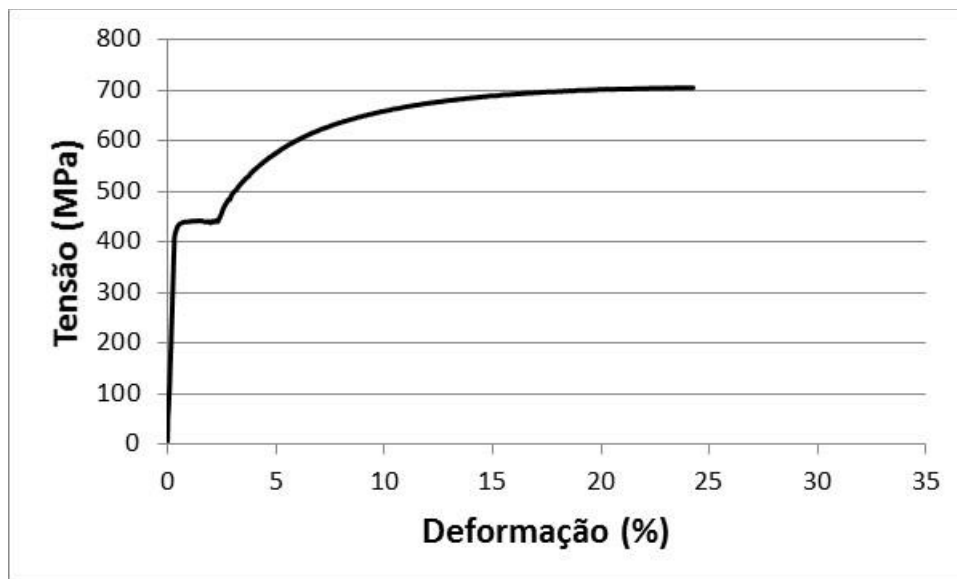


Figura 5-3: Curva tensão *versus* deformação de engenharia após tratamento de recozimento intercrítico.

5.2.2 Microestrutura

Analisou-se as microestruturas via microscopia eletrônica de varredura, conforme apresentado nas figuras de 5-4 a 5-7.

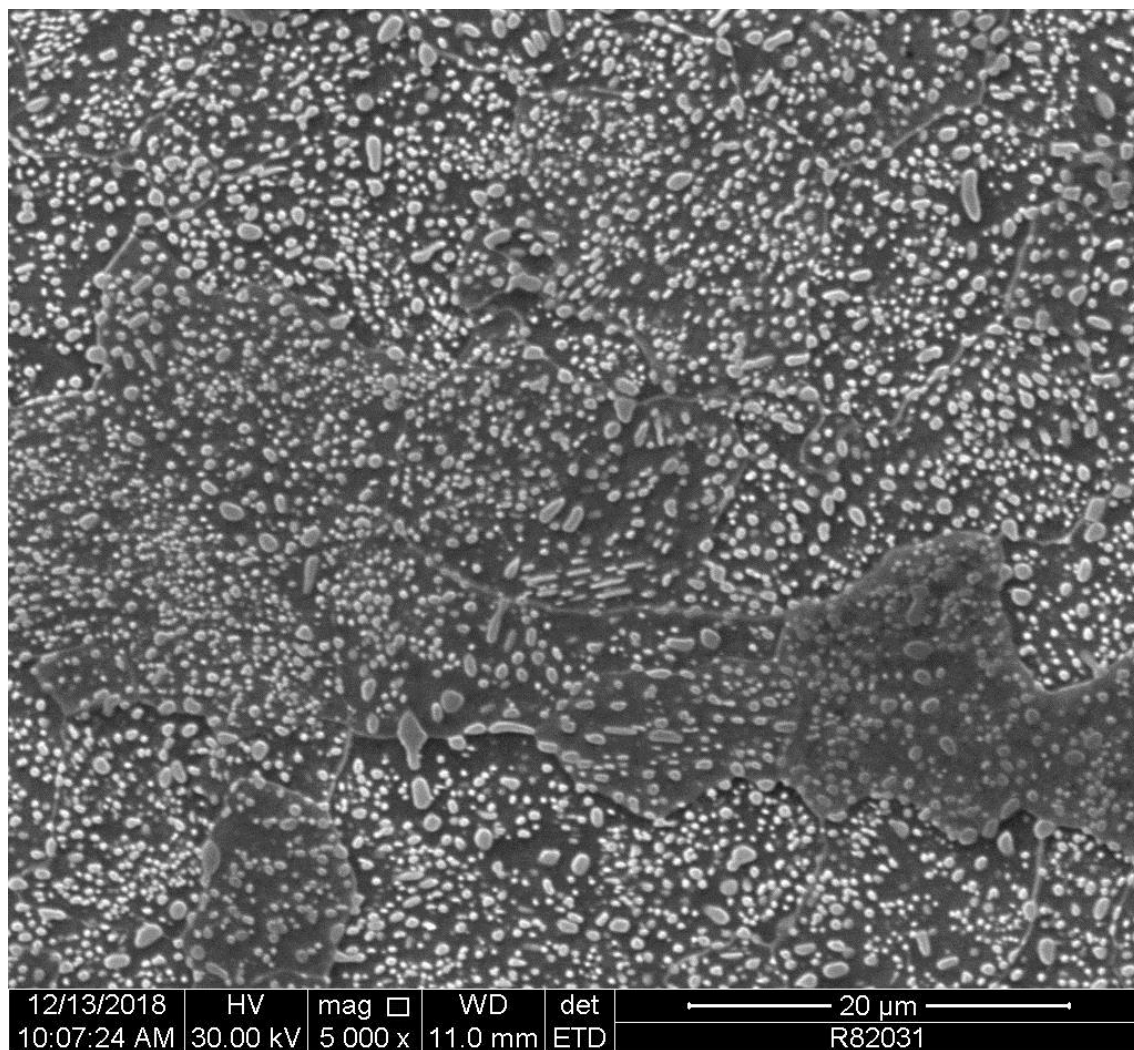


Figura 5-4: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 1,5 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.

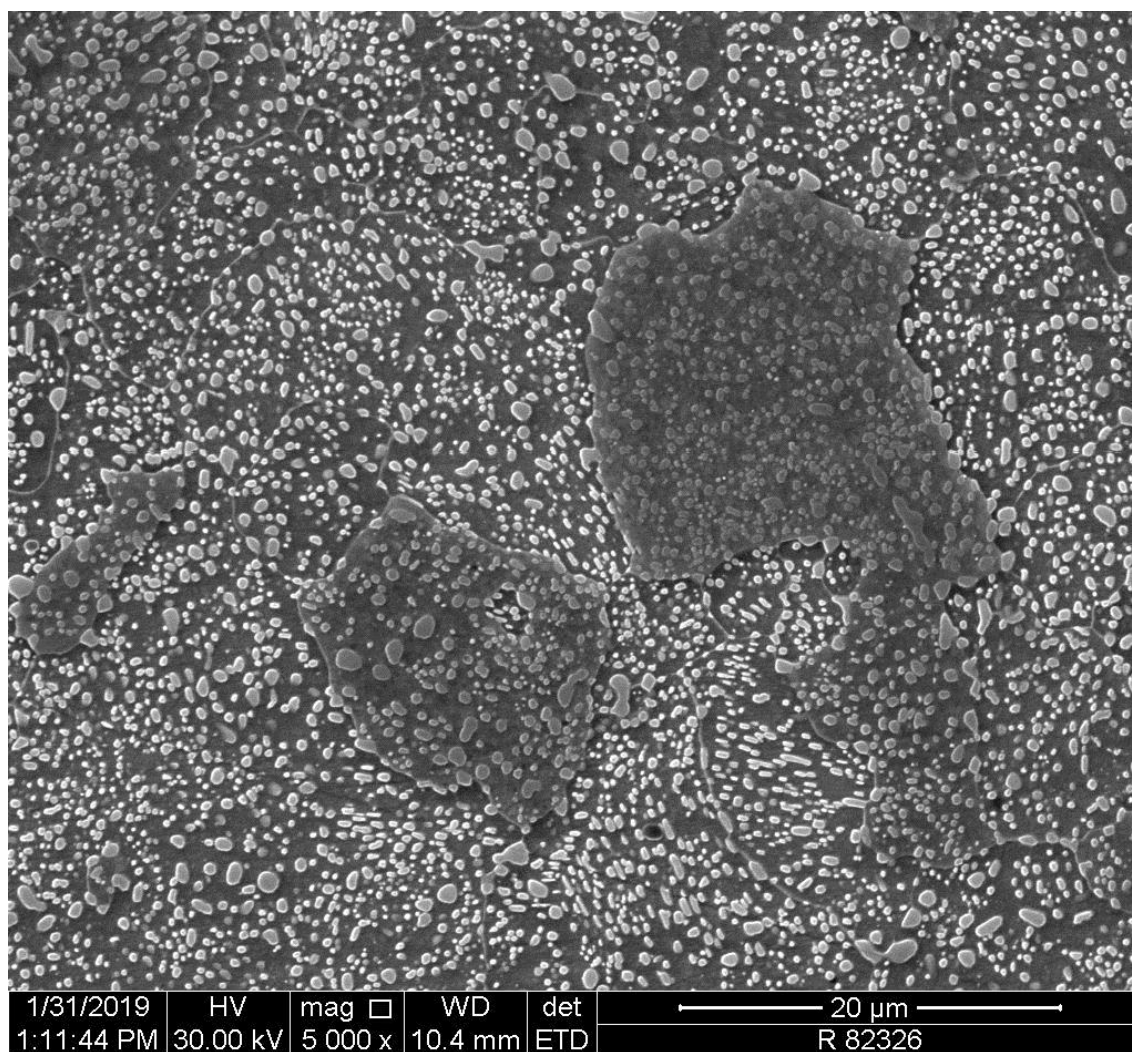


Figura 5-5: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 2,0 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.

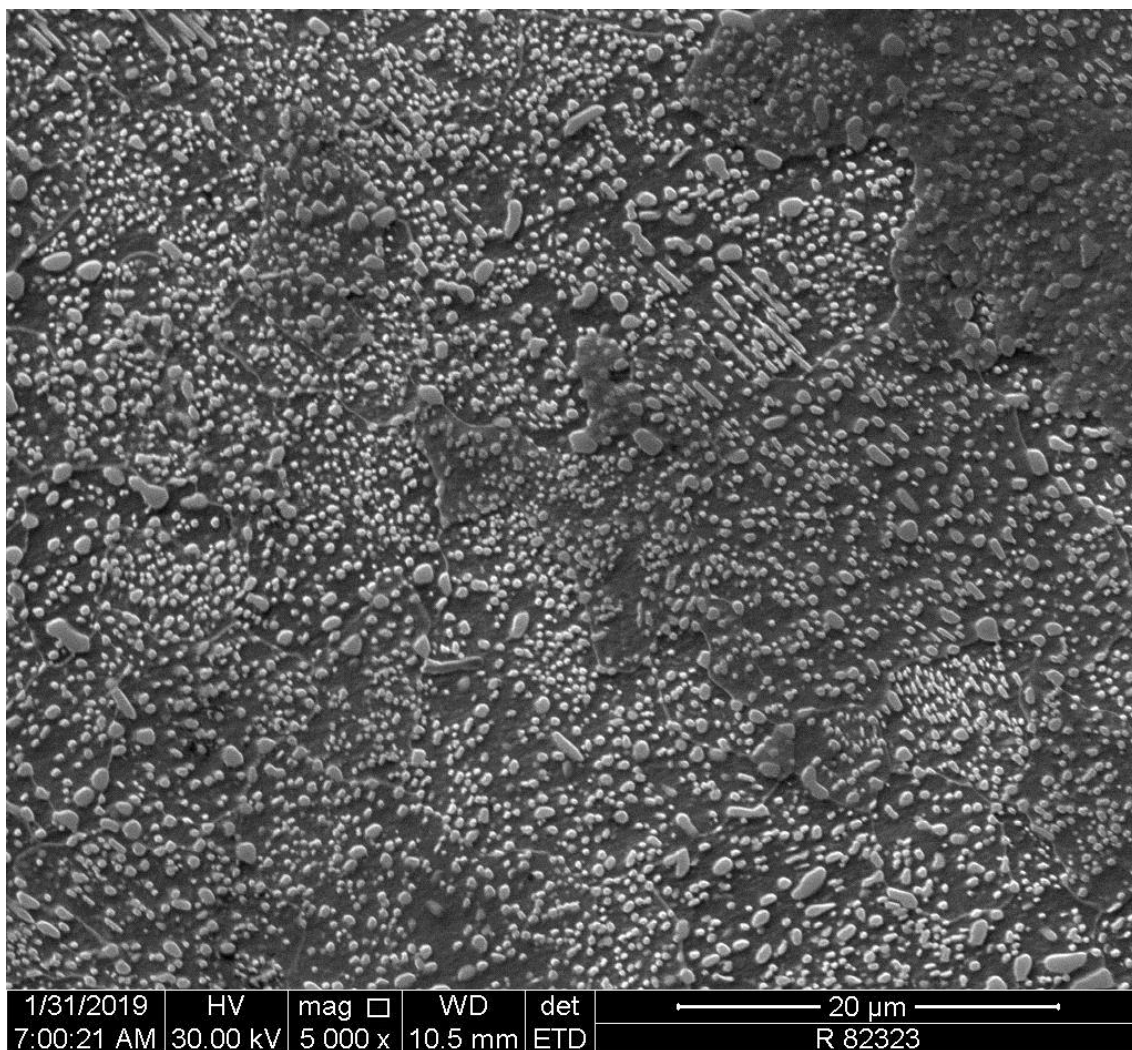


Figura 5-6: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 3,7 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.

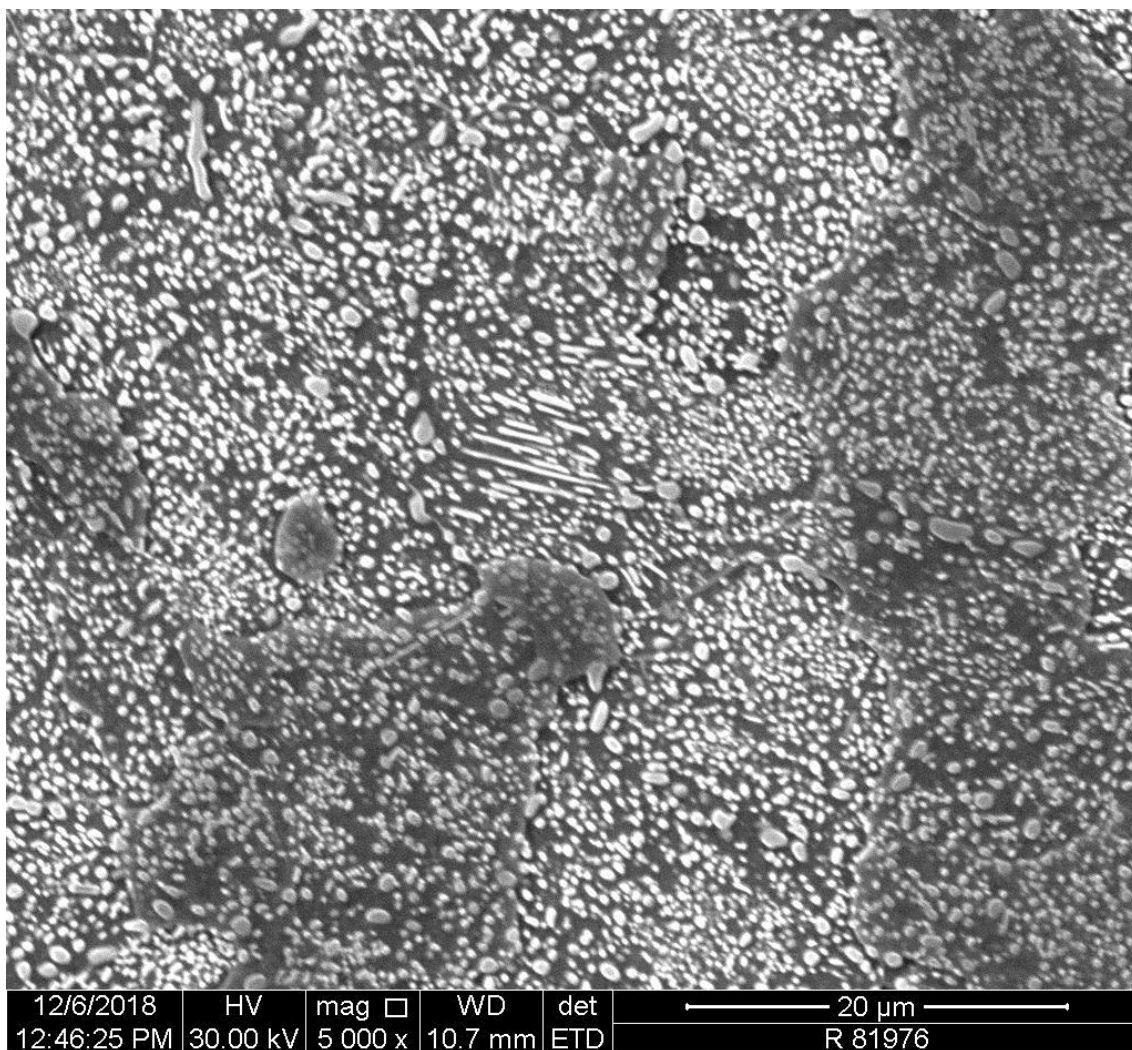


Figura 5-7: Microestrutura após o tratamento térmico com taxa de resfriamento 8,6 vezes superior à taxa de resfriamento convencional.

Observa-se que em todas as condições avaliadas a microestrutura é constituída por carbonetos majoritariamente esferoidizados em matriz ferrítica e que a medida em que se aumenta a taxa de resfriamento, maior a heterogeneidade da morfologia dos carbonetos e maior a quantidade de carbonetos alongados.

O tratamento térmico realizado em escala industrial objetivando a maior taxa de resfriamento indicada anteriormente apresentou também heterogeneidade dos carbonetos, conforme pode ser observado na Figura 5-8.

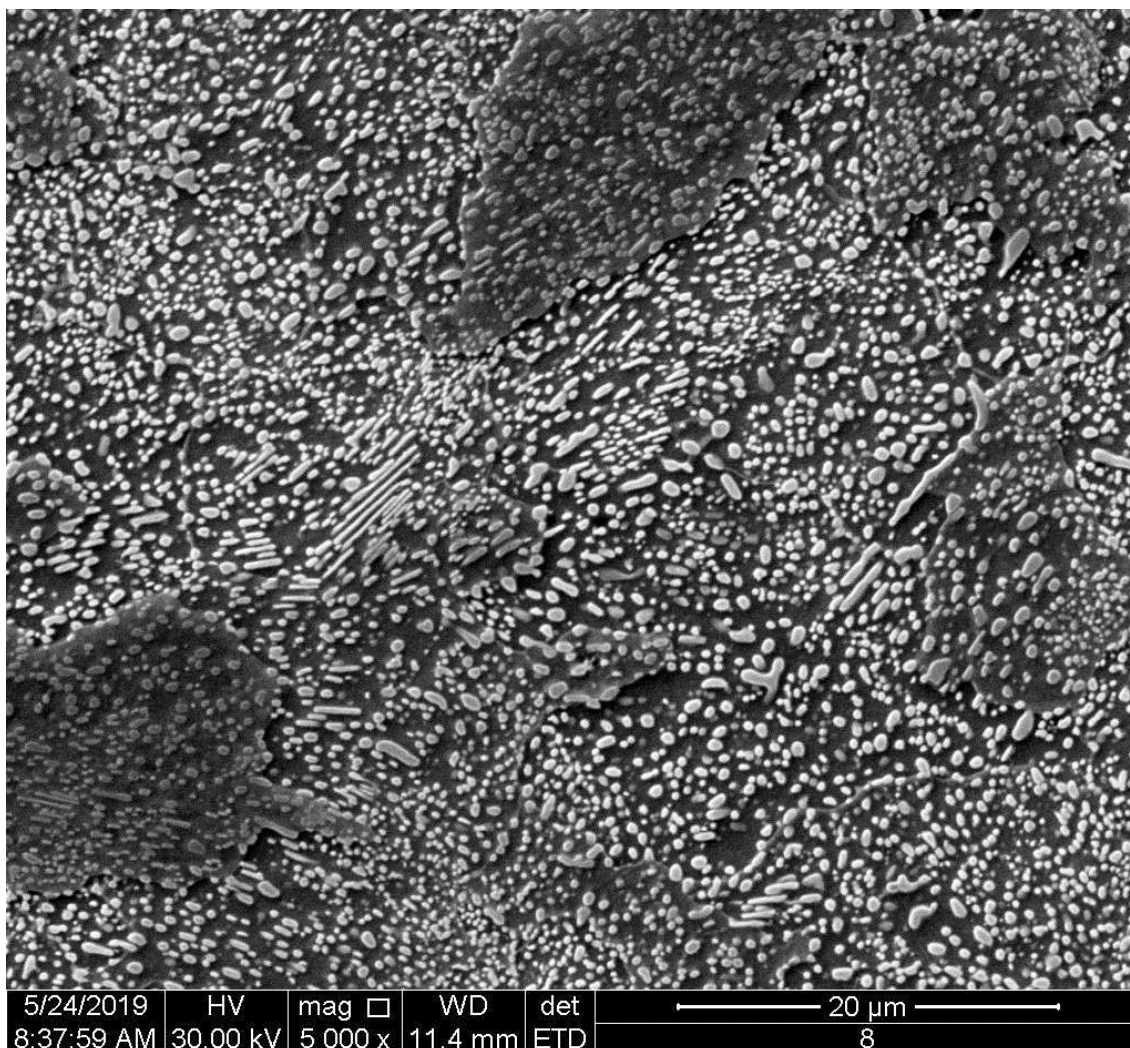


Figura 5-8: Microestrutura após o tratamento térmico em escala industrial com elevada taxa de resfriamento.

A microestrutura apresentada na Figura 5-8 ainda não está completamente esferoidizada e serviu de base para avaliar o estudo da deformação após esse estágio no processo de esferoidização do aço SAE 52100, conforme apresentado no próximo tópico.

5.3 Efeito da deformação a frio prévia no recozimento subcrítico

5.3.1 Propriedades mecânicas

Foram realizados ensaios de tração longitudinal e dureza HB após cada taxa de redução a frio estudada. Os resultados estão apresentados na Tabela 5-4.

Tabela 5-4: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após trefilação a frio.

Redução	Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)
Baixa	848	949	12	288
Alta	962	1062	11	322

Pode-se constatar que as propriedades mecânicas são maiores para a condição com alta redução em função de maior densidade de deslocamentos. Observa-se ainda na Figura 5-9 que após trefilação a frio não se observa nenhum patamar de escoamento, ao contrário do que tinha sido observado para o material após tratamento de recozimento intercrítico.

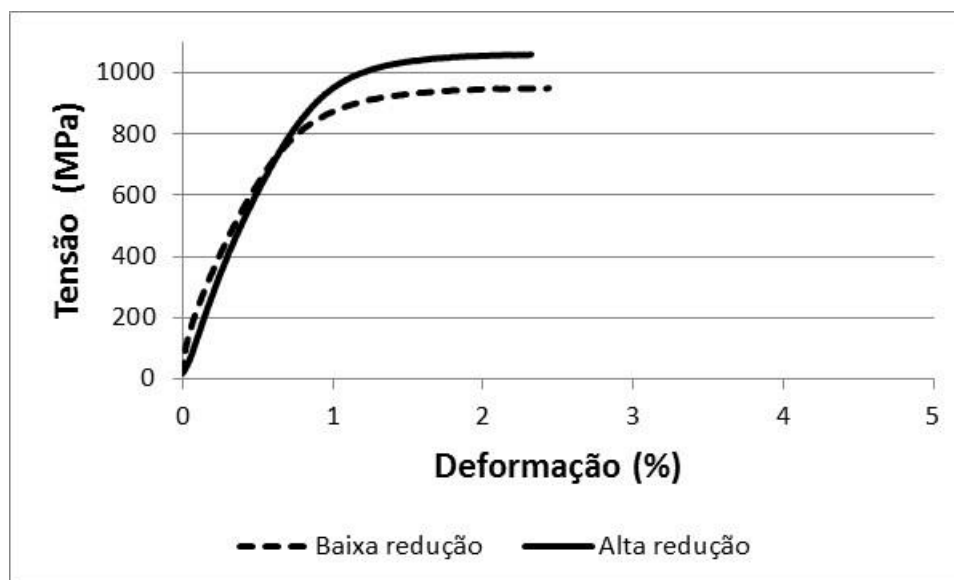


Figura 5-9: Curvas de tração dos materiais após trefilação a frio com baixa e alta redução.

A Tabela 5-5 apresenta os resultados do ensaio de tração e dureza HB após os tratamentos térmicos de recozimento subcrítico realizados após as diferentes reduções aplicadas.

Tabela 5-5: Resultados de tração longitudinal e dureza HB após recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque.

Condição (Redução - tempo encharque)	Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)
Baixa - 1 h	588	728	26	238
Baixa - 2 h	588	729	29	233
Baixa - 3 h	570	709	30	232
Alta - 1 h	655	737	32	236
Alta - 2 h	638	724	29	231
Alta - 3 h	623	716	30	229

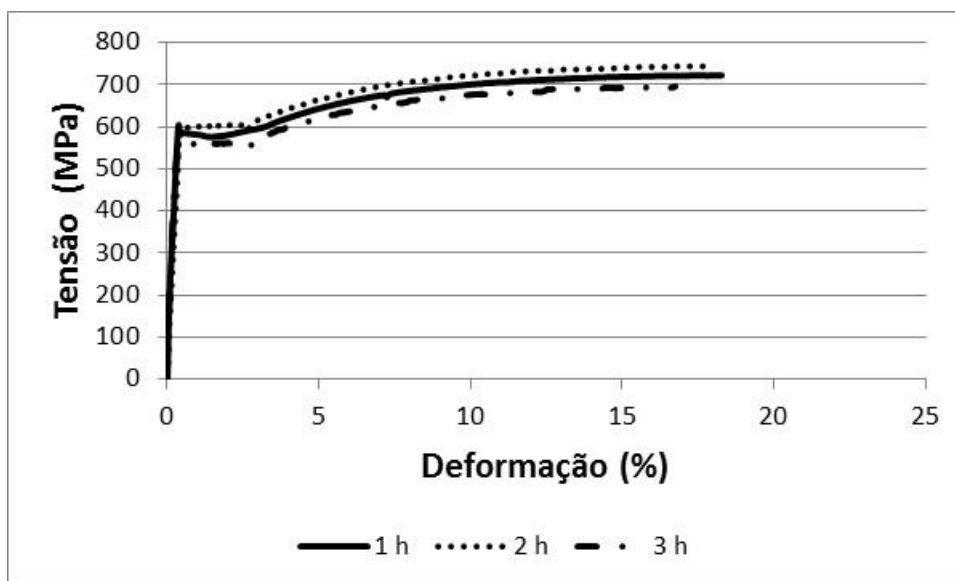
Observa-se que após o recozimento subcrítico as propriedades mecânicas reduzem significativamente em função do fenômeno de recuperação e recristalização parcial da ferrita. Entretanto, as propriedades mecânicas ainda são superiores ao identificado para o material após recozimento intercrítico. Pode-se supor que os parâmetros utilizados de tempo e temperatura reduziram a densidade de deslocações, porém ainda há uma parcela associada a deformação prévia.

No Apêndice verifica-se que, para uma mesma redução a frio, não há diferença estatisticamente significativa nos limites de escoamento, resistência à tração e alongamento com o aumento do tempo de encharque durante recozimento subcrítico. GUO *et al.* [8] também observaram em aço 50CrV4 que, com o aumento do tempo de encharque, não ocorrem mudanças significativas nas propriedades mecânicas após recozimento subcrítico com tempo de encharque entre 2 h e 8 h.

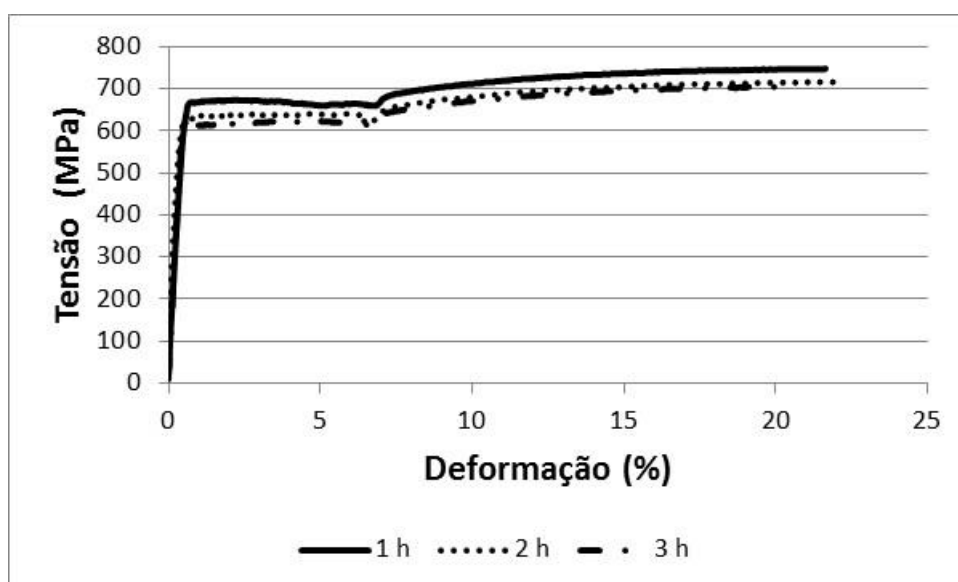
Guo *et al.* [8] constataram ainda que quanto maior a redução a frio menores as propriedades mecânicas após recozimento subcrítico. Eles afirmam que isso é decorrente da maior homogeneidade na distribuição dos carbonetos. Porém, nesse trabalho observou-se o contrário, identificou-se que o limite de escoamento das amostras submetidas a maior redução a frio é, em média, superior ao limite de escoamento das amostras submetidas a menor redução a frio. Tal comportamento não foi observado no limite de resistência à tração. Pode-se supor que as diferenças microestruturais que serão apresentadas no próximo tópico são menos significativas que o efeito da deformação prévia e consequente aumento de deslocações decorrentes das deformações aplicadas.

Por fim, não foram identificadas diferenças significativas na dureza HB do material nas condições avaliadas, conforme mostrado no Apêndice. GUO *et al.* [8] obtiveram resultados semelhantes para o aço 50CrV4, tendo concluído que o grau de esferoidização, o tamanho e distribuição dos glóbulos de cementita tem pouco efeito na dureza e na resistência do material. Como indicado por GUPTA e SEN [3], a dureza do aço esferoidizado é determinada principalmente pela matriz ferrítica e consequente quantidade de carbono retido em solução na ferrita. Assim, pode-se supor que os diferentes tratamentos de recozimento subcrítico não apresentaram diferenças significativas no que se refere a dissolução do carbono na matriz ferrítica.

As curvas de tensão *versus* deformação dos ensaios de tração realizados nas amostras submetidas ao recozimento subcrítico estão indicadas na Figura 5-10.



(a)



(b)

Figura 5-10: Curvas do ensaio de tração das amostras com (a) baixa e (b) alta redução após recozimento intercrítico em diferentes tempos de encharque.

Observa-se que as amostras submetidas ao recozimento subcrítico apresentam patamar de escoamento, sendo que quanto maior a redução prévia a frio mais pronunciado o patamar de escoamento. Pode-se supor que a diferença microestrutural que será apresentada no próximo tópico esteja relacionado com esse efeito, visto que para a redução baixa ainda foram identificados carbonetos alongados, enquanto que para a

redução mais elevada em todas as condições os carbonetos encontravam-se esferoidizados.

NAM e LEE [37] avaliaram fios em aço alto carbono trefilados a 700 °C em diferentes reduções e os autores também apresentaram graficamente que quanto maior a redução submetida no material maior o patamar de escoamento. Os autores observaram ainda o efeito pronunciado de Portevin LeChatelier para reduções superiores a 52%. Tal efeito não foi observado nas amostras ensaiadas nesse estudo, possivelmente em função de não ter ocorrido acentuado coalescimento dos precipitados nas reduções estudadas.

Pode-se observar ainda que as curvas apresentam comportamento semelhante no regime elástico. Tal efeito é esperado, visto que a deformação elástica depende da distorção da rede cristalográfica causada por uma força externa [24].

5.3.2 Microestrutura

Analisou-se as microestruturas via microscopia eletrônica de varredura das amostras após recozimento subcrítico realizados em diferentes tempos de encharque, conforme apresentado nas Figuras a seguir.

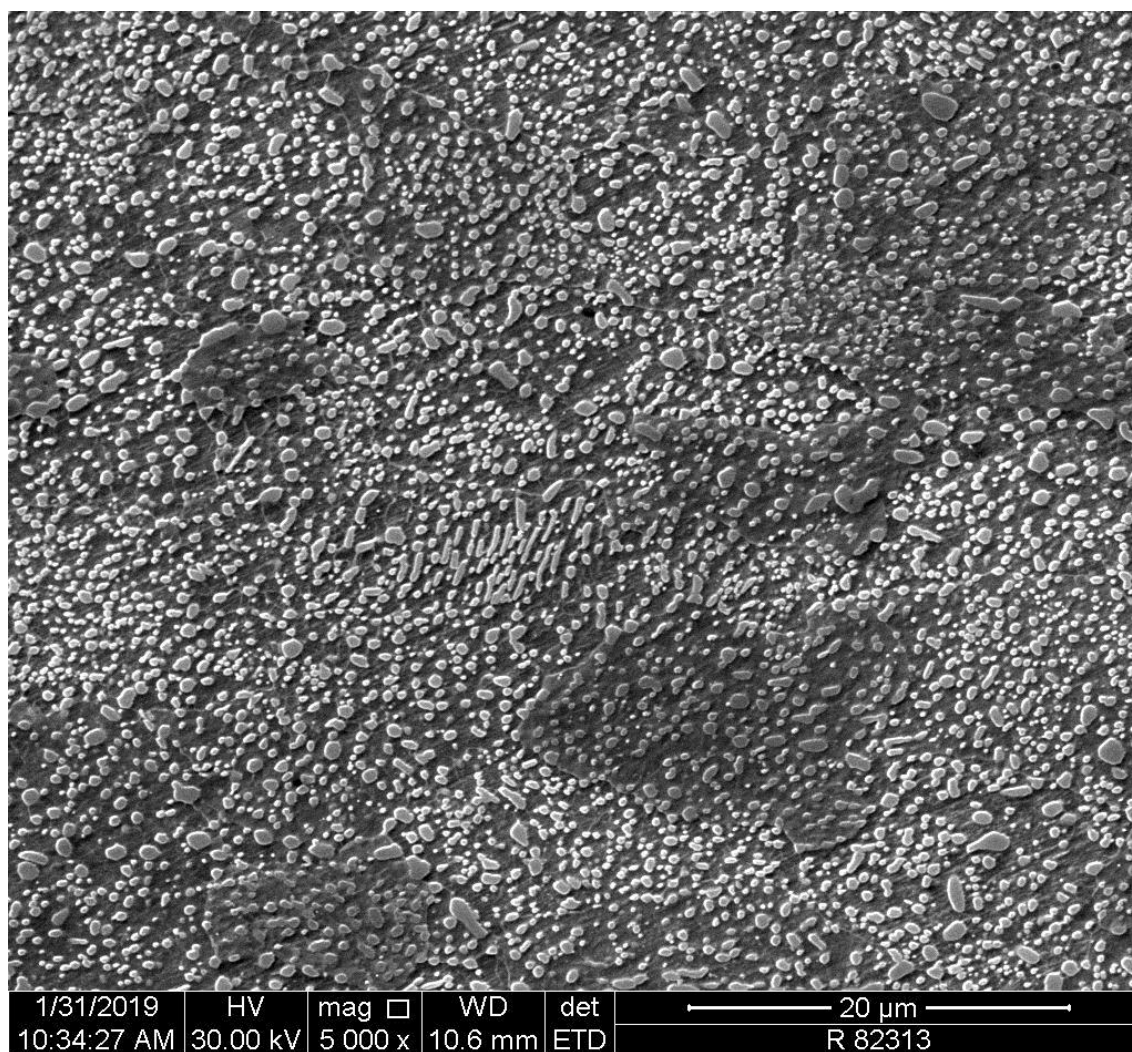


Figura 5-11: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 1 h de encharque.

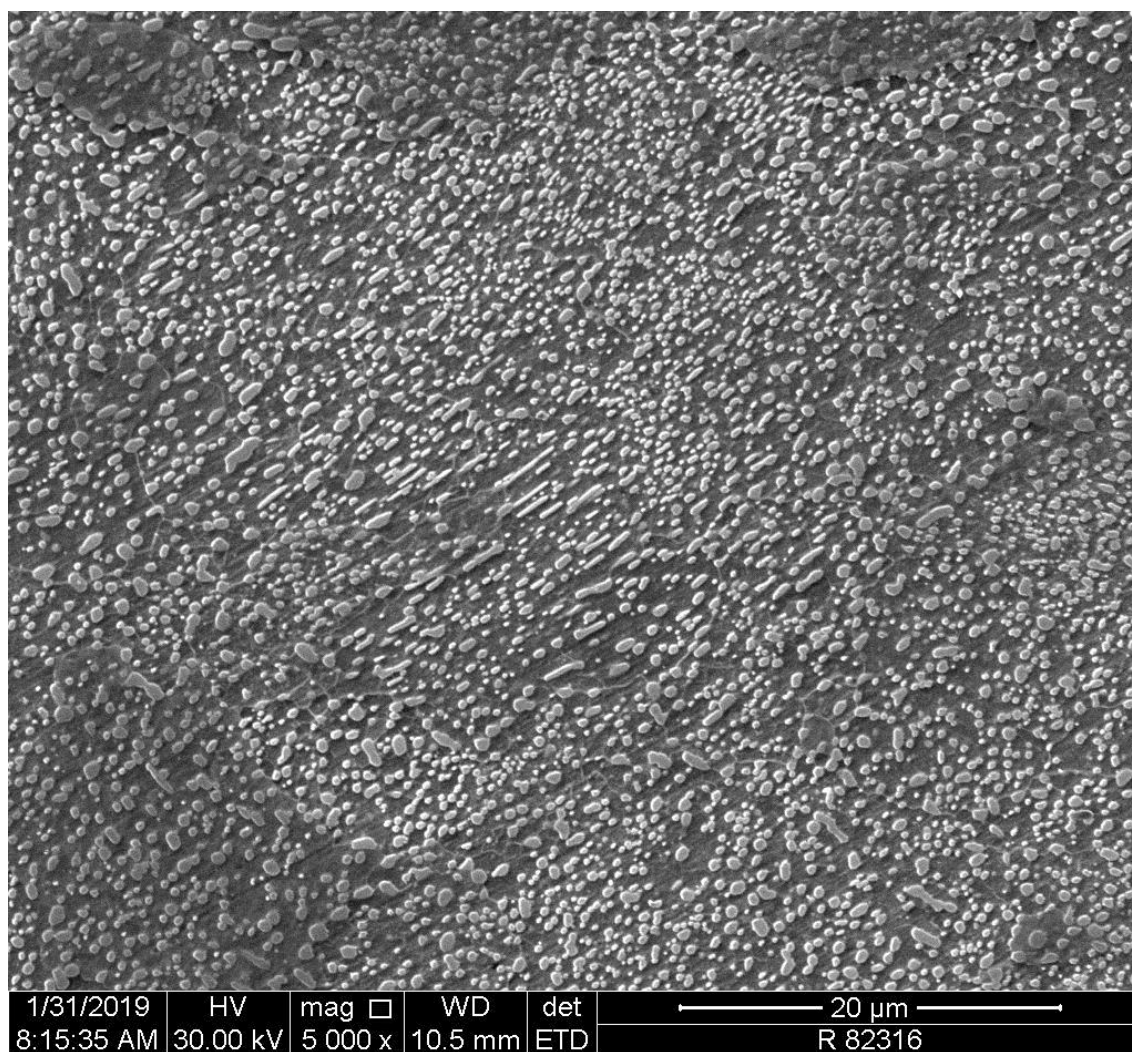


Figura 5-12: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 2 h de encharque.

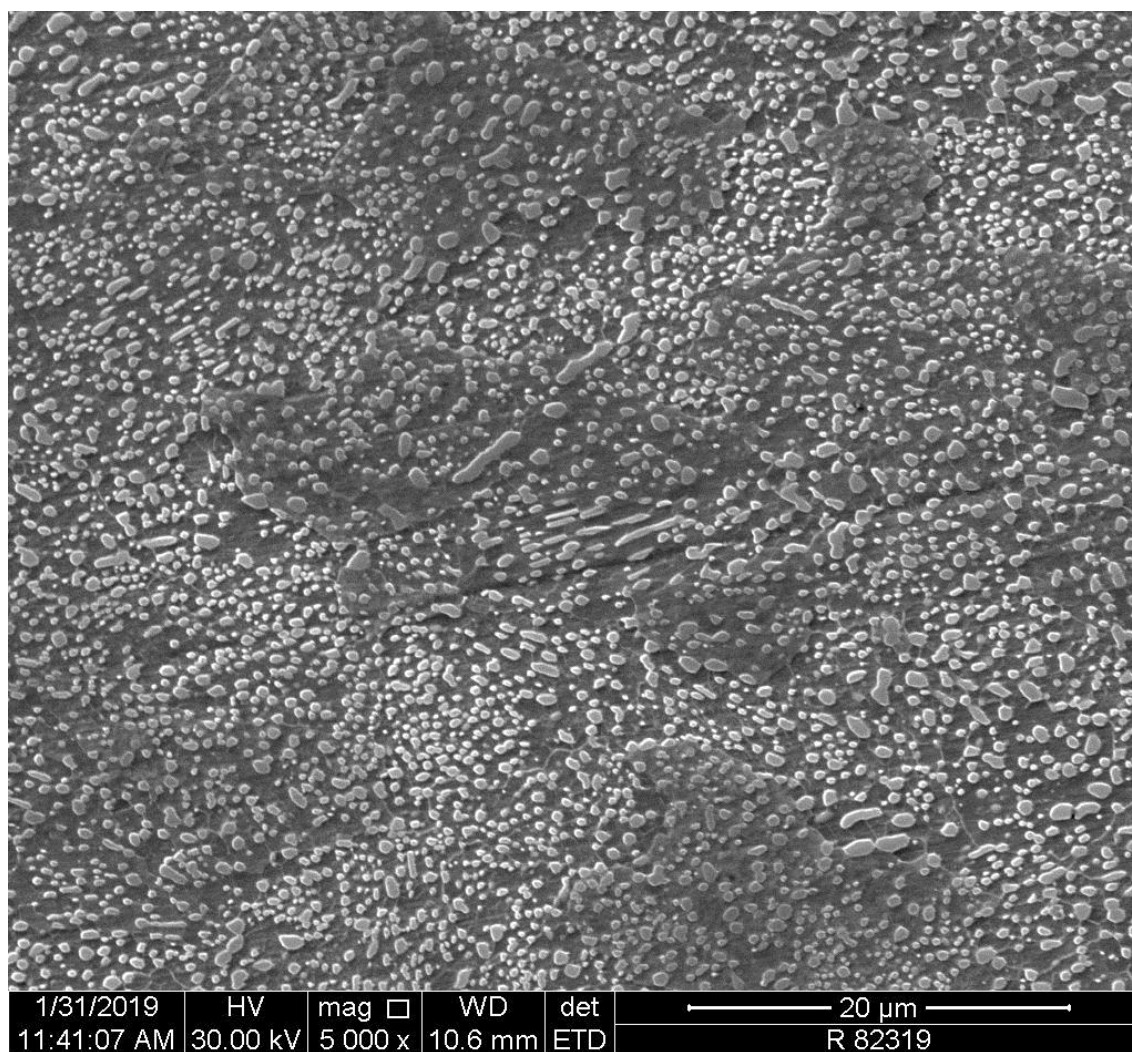


Figura 5-13: Microestrutura das amostras com baixa redução a frio após recozimento subcrítico por 3 h de encharque.

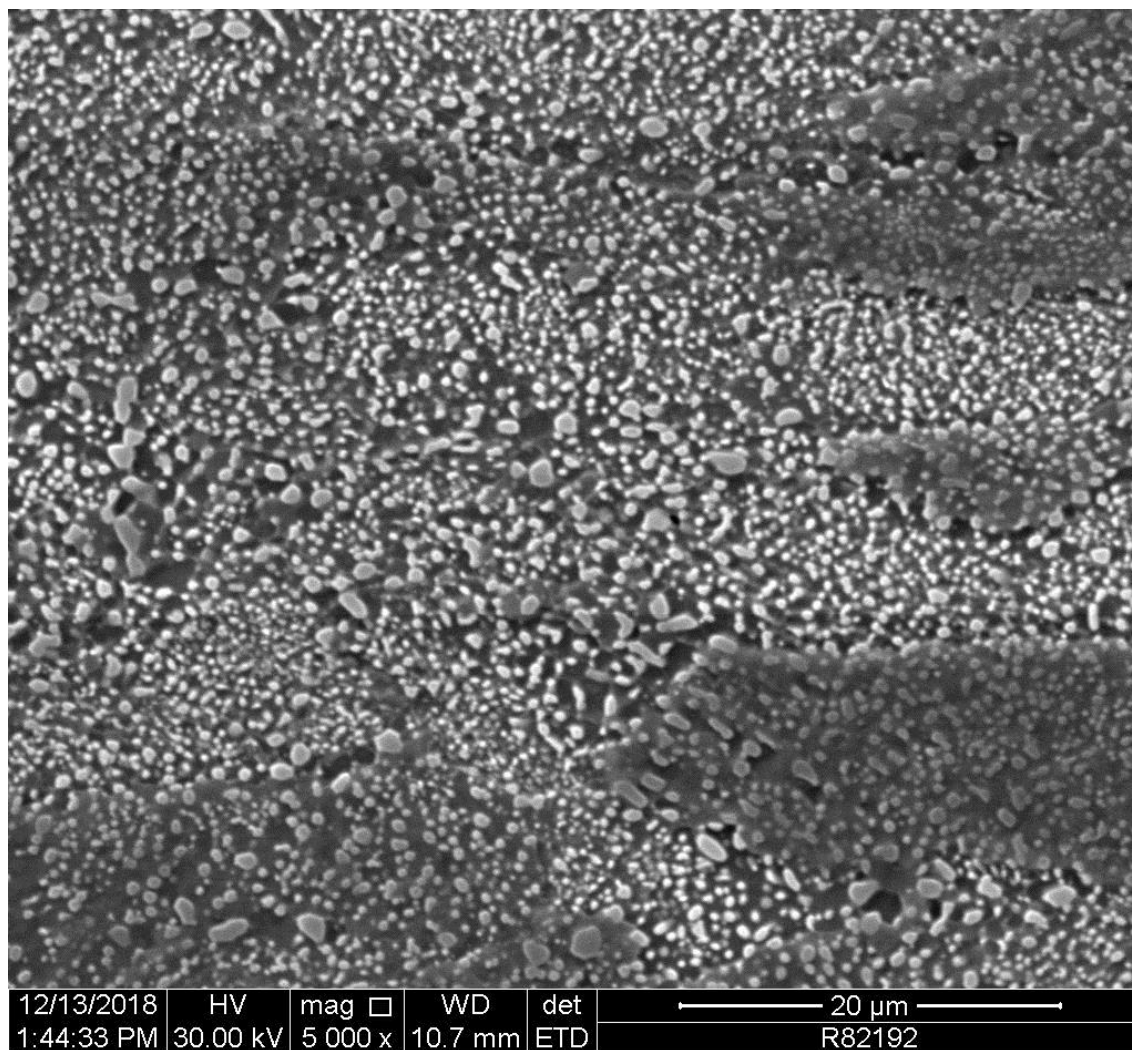


Figura 5-14: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 1 h de encharque.

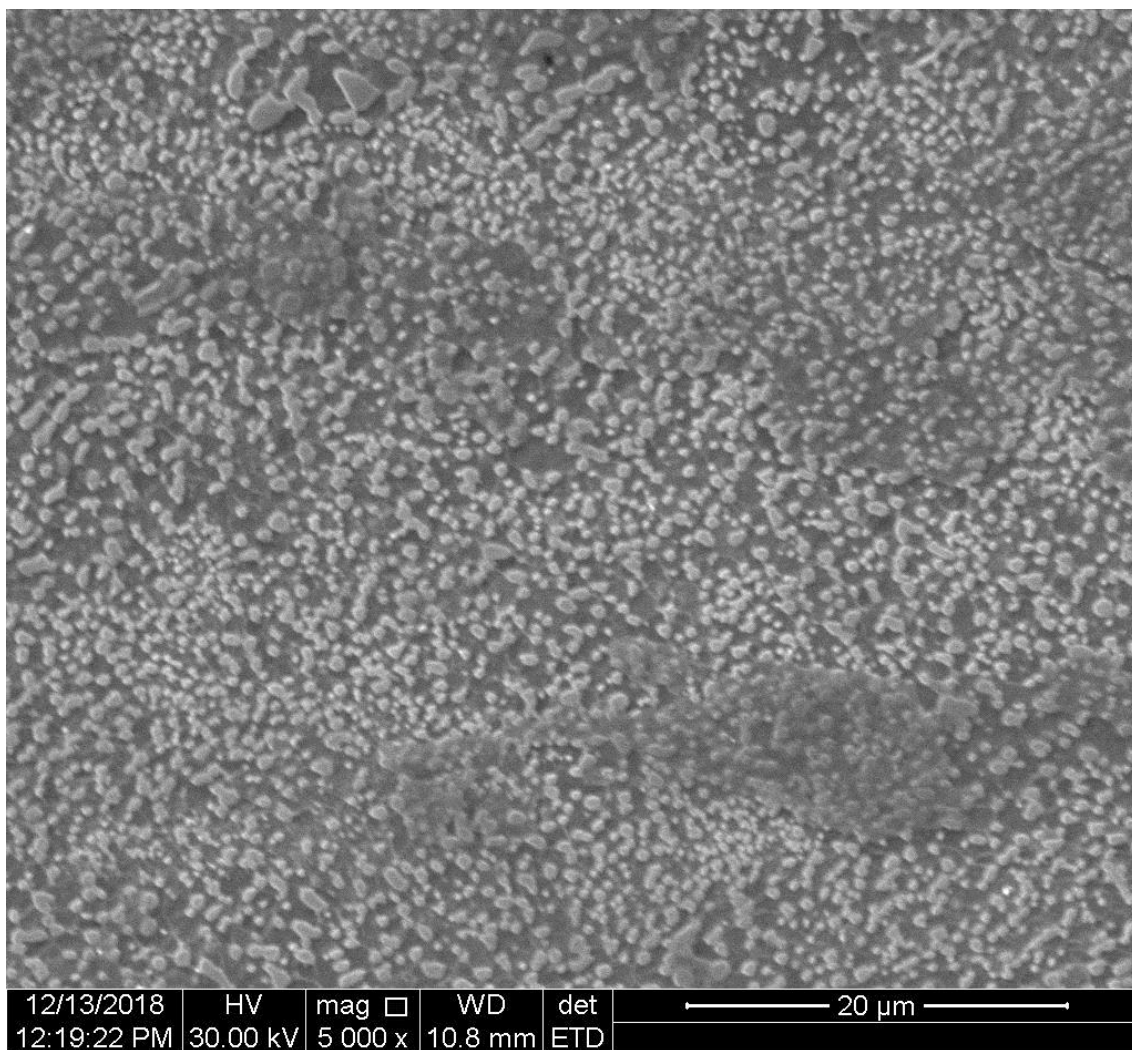


Figura 5-15: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 2 h de encharque.

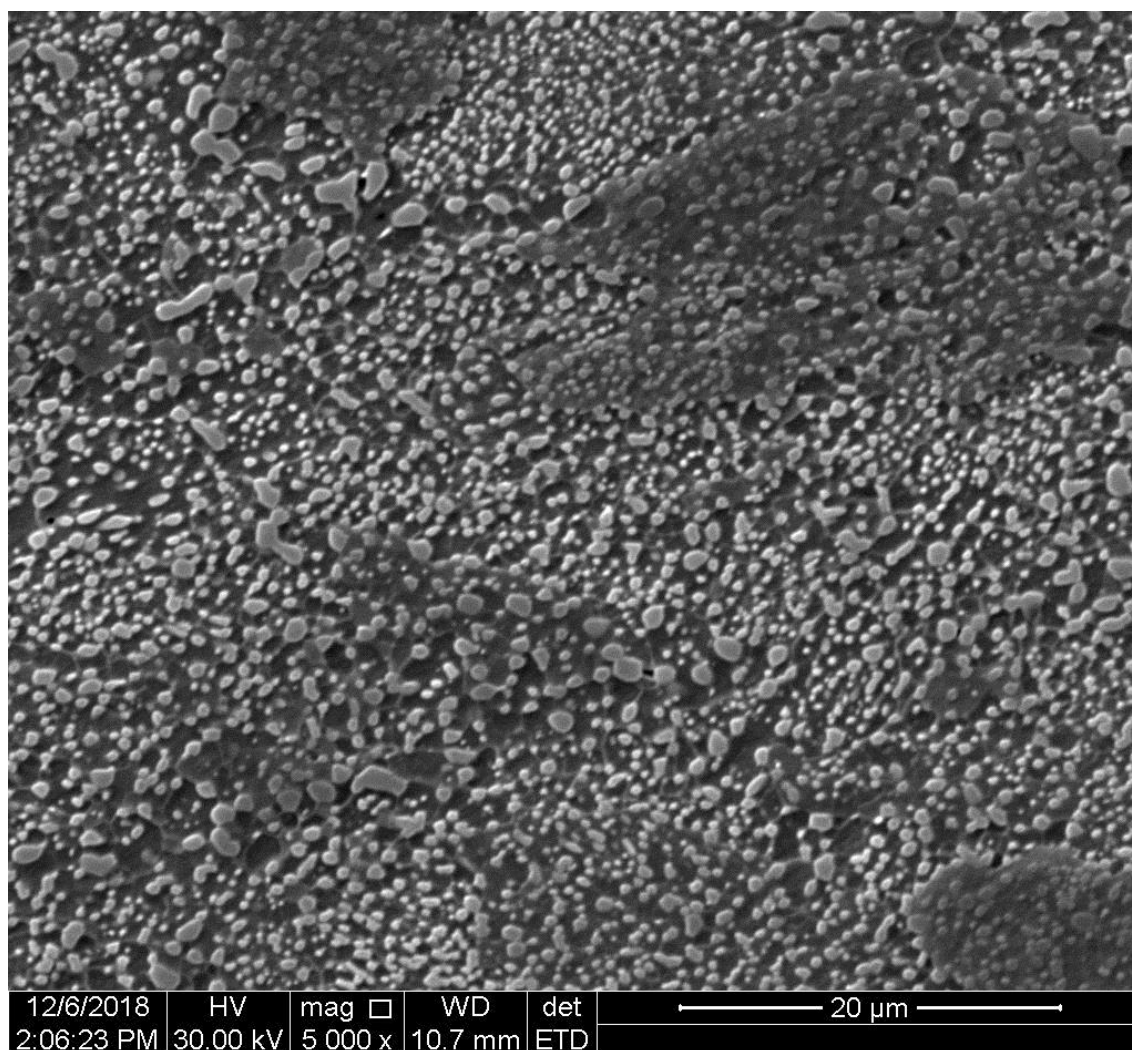


Figura 5-16: Microestrutura das amostras com alta redução a frio após recozimento subcrítico por 3 h de encharque.

Pode-se observar que a rota com baixa redução a frio apresentou carbonetos alongados mesmo após o recozimento subcrítico com tempo de encharque igual a 3 h. Já a rota com alta redução a frio apresentou uma microestrutura com carbonetos completamente esferoidizados para tempo de encharque de 1 h ou superior. Sabe-se que a deformação plástica favorece a esferoidização, uma vez que ela reduz o espaçamento interlamelar da perlita e aumenta a densidade de deslocações na ferrita, favorecendo a esferoidização dos carbonetos [8].

Os carbonetos são finos e estão distribuídos de maneira uniforme na matriz. Sabe-se que o refino desses carbonetos acelera a dissolução dos mesmos durante o processo de

austenitização anterior ao processo de têmpera em que os rolamentos são submetidos. Assim, para uma mesma condição de austenitização, maior o teor carbono na matriz martensítica e maior a dureza do rolamento [38].

Como o tamanho de grão também influencia na resistência dos rolamentos, avaliou-se o tamanho de grão austenítico após os diferentes tratamentos térmicos de recozimento subcrítico, conforme apresentado na Tabela 5-6.

Tabela 5-6: Tamanho de grão austenítico das amostras em diferentes condições de recozimento subcrítico.

Redução	Encharque (h)	1° quadrante	2° quadrante	3° quadrante	4° quadrante
Baixa	1	7,5	8	7,5	7,5
Baixa	1	7,5	8	7,5	8
Baixa	2	8,5	7,5	8	8
Baixa	2	7	7,5	7	8
Baixa	3	8,5	8,5	8,5	8
Baixa	3	7	8	7,5	7
Alta	1	8	7,5	8	8,5
Alta	1	8	8	8	8
Alta	2	8,5	8,5	8,5	8
Alta	2	8,5	8,5	8,5	8
Alta	3	7,5	8	8	7,5
Alta	3	8	8	8	8,5

As Figuras a seguir apresentam as metalografias em cada condição analisada.

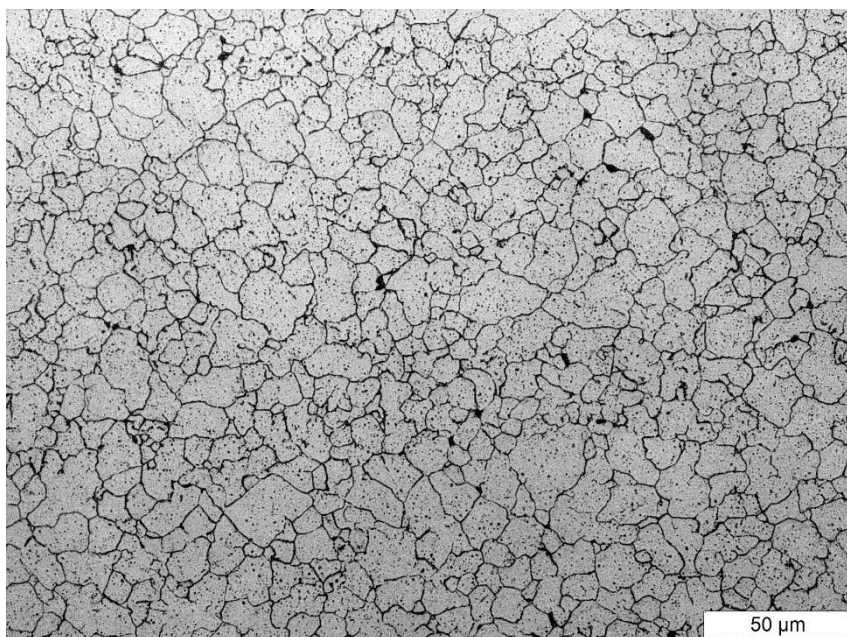


Figura 5-17: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 1 h de encharque.

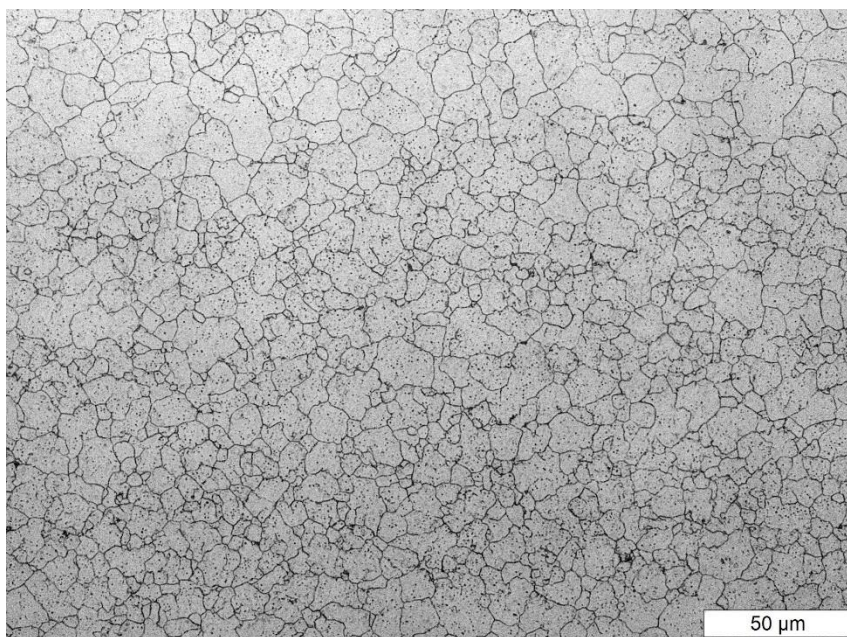


Figura 5-18: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 2 h de encharque.

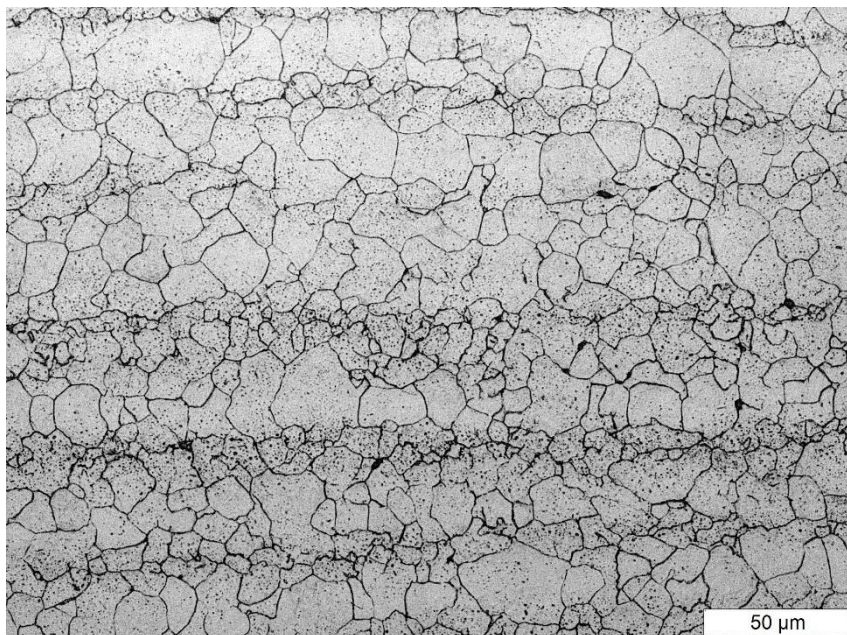


Figura 5-19: Grão austenítico da amostra submetida a baixa redução seguido de recozimento subcrítico por 3 h de encharque.

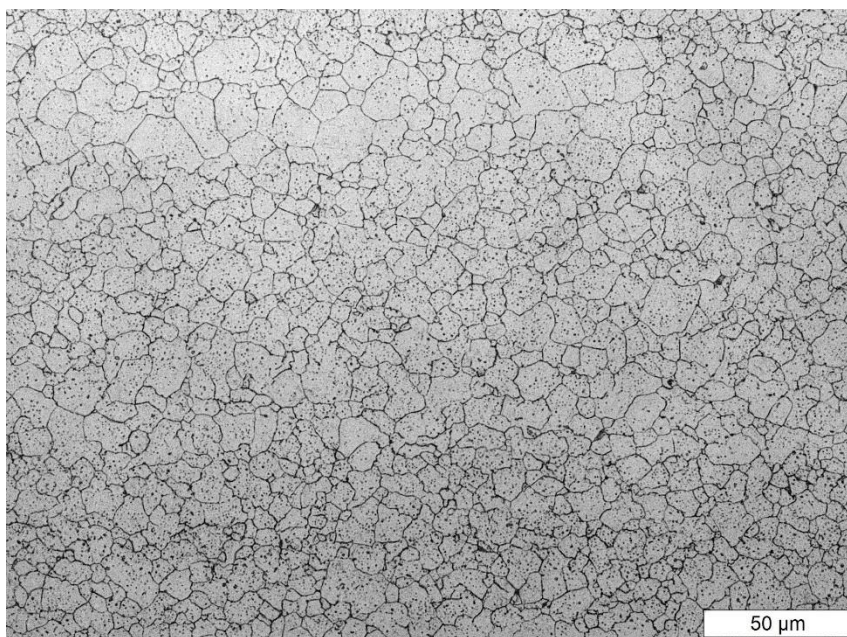


Figura 5-20: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 1 h de encharque.

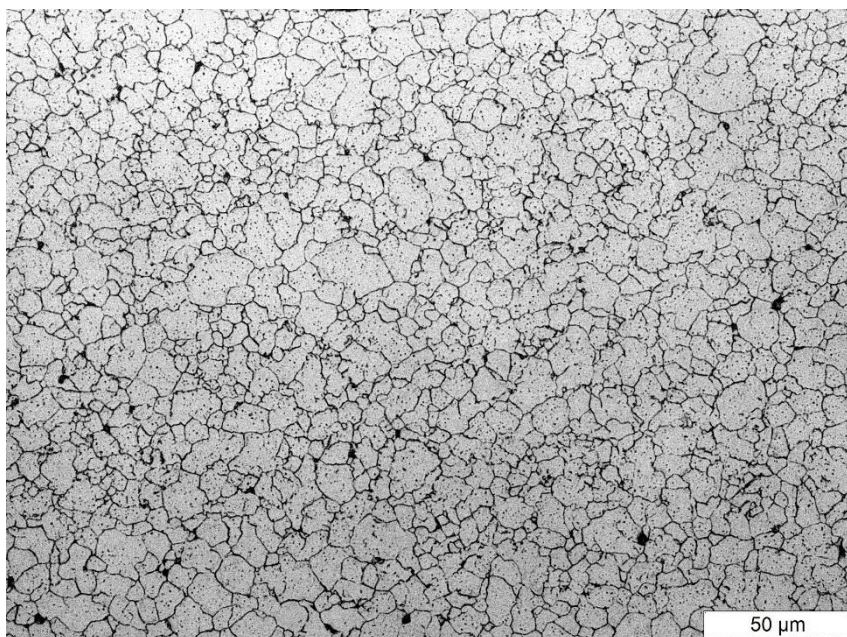


Figura 5-21: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 2 h de encharque.

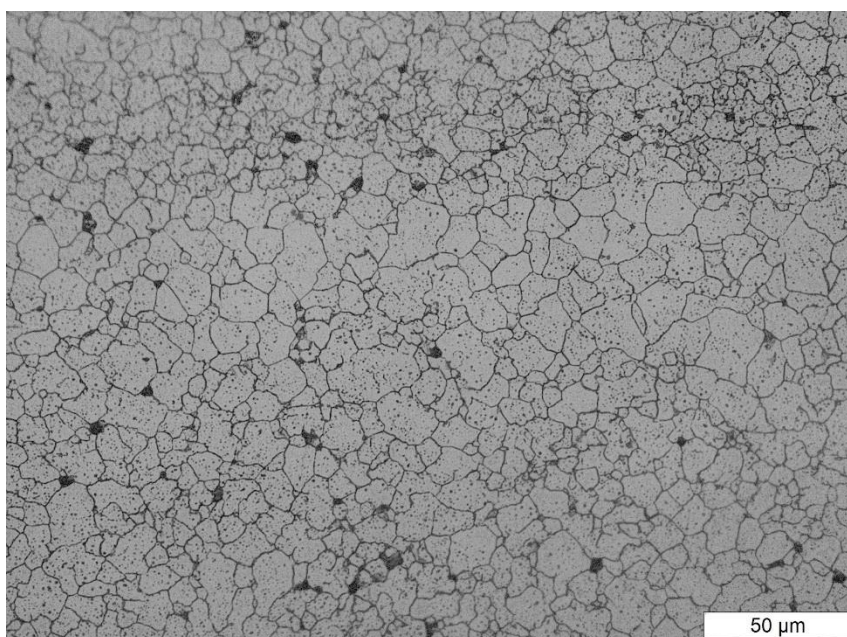


Figura 5-22: Grão austenítico da amostra submetida a alta redução seguido de recozimento subcrítico por 3 h de encharque.

De acordo com estudo realizado por BESWICK [39], quanto maior a redução a frio no aço SAE 52100 menor o tamanho de grão austenítico prévio. No presente trabalho,

observa-se que não há diferenças significativas entre os tamanhos de grãos austenítico das amostras conformadas a frio e posteriormente submetidas a recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque. Acredita-se que o tempo em campo intercrítico foi suficiente para anular qualquer efeito dos processos de deformação e tratamentos térmicos anteriores.

Os grãos apresentam-se visualmente heterogêneos em todas as condições avaliadas. Observa-se ainda que durante austenitização houve acentuada dissolução dos carbonetos e que os carbonetos remanescentes estão uniformemente distribuídos. Sabe-se pela literatura [2] [38] que a fração volumétrica de carbonetos não dissolvidos deve ser em torno de 3 a 6%, pois se for maior compromete a resistência e dureza do rolamento, e, se for menor, durante a aplicação dos rolamentos as trincas tendem a se formar na matriz martensítica, reduzindo a vida em fadiga do rolamento.

6 Conclusões

Diante dos resultados apresentados, pode-se concluir que:

- no recozimento intercrítico, quanto maior a taxa de resfriamento, maior a heterogeneidade da morfologia dos carbonetos e maior a quantidade de carbonetos alongados;
- o recozimento intercrítico com taxa de resfriamento 8,6 vezes maior que a convencional proporcionou o início da esferoidização dos carbonetos e uma redução significativa das propriedades mecânicas do aço SAE 52100, de modo a viabilizar a conformação do material;
- a submissão de baixa deformação a frio e posterior recozimento subcrítico com tempo de encharque variando de 1 h até 3 h não viabiliza a completa esferoidização dos carbonetos, ou seja, ainda são identificados alguns carbonetos alongados;
- a submissão de alta deformação a frio e posterior recozimento subcrítico com tempo de encharque a partir de 1 h já viabiliza a completa esferoidização dos carbonetos;
- para uma mesma redução a frio, não é perceptível diferença significativa para as características limite de escoamento, resistência à tração e dureza com o aumento do tempo de encharque durante recozimento subcrítico;
- o limite de escoamento para as amostras submetidas a maior redução a frio é, em média, superior ao limite de escoamento para as amostras submetidas a menor redução a frio. Entretanto, tal comportamento não foi observado para a resistência à tração e dureza HB;
- apesar dos grãos austeníticos apresentarem-se heterogêneos, não há diferenças significativas entre os tamanhos de grãos das amostras conformadas a frio e posteriormente submetidas a recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque em todas as condições avaliadas;

- durante austenitização houve acentuada dissolução dos carbonetos, sendo que os carbonetos remanescentes apresentam-se uniformemente distribuídos na matriz.

7 Sugestões para trabalhos futuros

Como trabalhos futuros sugere-se:

- caracterização de diferentes reduções a frio de modo a identificar qual a redução crítica que viabiliza a completa esferoidização do material;

- caracterização de uma rota com tratamento térmico final em temperatura próxima a eutetóide, com o intuito de avaliar se favorecerá a completa esferoidização, mesmo em baixas reduções a frio;

- testes de usinabilidade com as rotas propostas, com o intuito de avaliar o efeito das diferenças microestruturais apresentadas *versus* vida útil de ferramenta, por exemplo;

- testes de fadiga a partir das rotas propostas, a fim de validar a aplicabilidade dos rolamentos produzidos com essa nova proposta de tratamento térmico de esferoidização.

8 Referências

- [1] SAE INTERNATIONAL, *J404 Chemical Compositions of SAE Alloy Steels*, 2009, p. 6.
- [2] H. K. D. H. BHADSHIA, "Steels for bearings," *Progress in Materials Science*, vol. 57, pp. 268-435, 2012.
- [3] N. GUPTA and S. SEN, "Spheroidization Treatment for Steels," *Defence Science Journal*, vol. 56, no. 4, pp. 665-676, 2006.
- [4] K.-H. KIM, S.-D. PARK, J.-H. KIM and C.-M. BAE, "Role of Spheroidized Carbides on the Fatigue Life of Bearing Steel," *Metals and Materials International*, pp. 917-921, 2012.
- [5] G. KRAUSS, *Steels: Processing, Structure, and Performance*, 3 ed., Colorado: ASM International, 2005, p. 614.
- [6] ASM METALS HANDBOOK, Heat treating, 10 ed., vol. 4, ASM International, 1991, p. 2173.
- [7] V. A. BARANOVA and G. D. SUKHOMLIN, "Spheroidization of cementite in steel," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 23, no. 11, pp. 798-802, 1981.
- [8] W. Y. GUO, J. LI and X. F. JIANG, "Subcritical Spheroidization of Medium-Carbon 50CrV4 Steel," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 21, no. 6, pp. 1003-1007, 2012.
- [9] C. MAPELLI, R. VENTURINI and M. BONIARDI, "Simulation and optimisation of an industrial process of sub-critical spheroidization annealing of a 100Cr6 steel," *Scandinavian Journal of Metalurgy*, vol. 34, pp. 192-204, 2005.
- [10] Z. Q. LV, S. H. SUN, Z. H. WANG, M. G. QV, P. JIANG and W. T. FU, "Effect of alloying elements addition on coarsening behavior of pearlitic cementite particles after severe cold rolling and annealing," *Materials Science and Engineering A*, vol. 489, pp. 107-112, 2008.
- [11] D. HAUSEROVA, J. DLOUHY, Z. NOVY and J. ZRNIK, "Accelerated carbide spheroidisation in 100Cr6 steel," in *22nd International DAAAM Symposium*, Vienna, 2011.

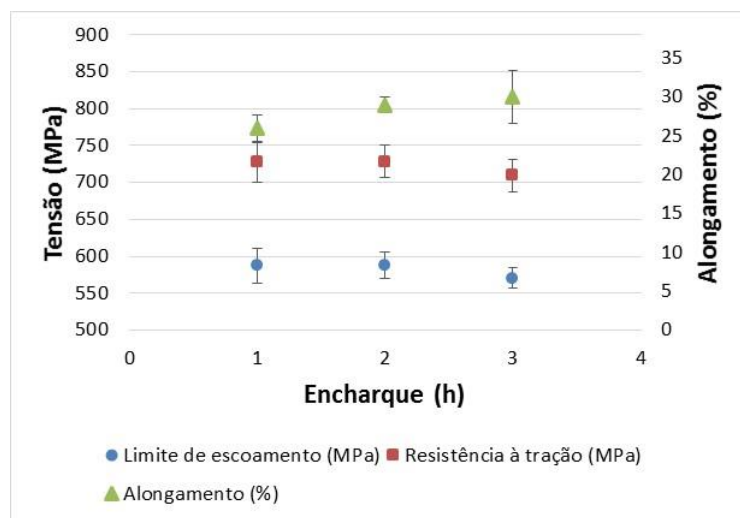
- [12] D. HAUSEROVA, J. DLOUHY and Z. NOVY, "Effect of heating rate on accelerated carbide spheroidization (ASR) in 100CrMnSi6-4 bearing steel," *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 59, no. 3, pp. 1199-1203, 2014.
- [13] D. HAUSEROVA, J. DLOUHY and Z. NOVY, "Microstructure Development of Bearing Steel during Accelerated Carbide Spheroidization," *Materials Science Forum*, vol. 782, pp. 123-128, 2014.
- [14] J. MAITY, A. SAHA, D. K. MONDAL and K. BISWAS, "Mechanism of accelerated spheroidization of steel during cyclic heat treatment around the upper critical temperature," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 93, no. 4, pp. 231-237, 2013.
- [15] A. SAHA, D. K. MONDAL and J. MAITY, "An Alternative Approach to Accelerated Spheroidization in Steel by Cyclic Annealing," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 20, pp. 114-119, 2011.
- [16] D. HAUSEROVA, J. DLOUHY and M. KOVER, "Pearlitic lamellae spheroidisation during austenitization and subsequent temperature hold," *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 62, pp. 201-204, 2017.
- [17] J. L. DOSSET and H. E. BOYER, *Practical Heat Treating*, 2 ed., Ohio: ASM International, 2006, p. 296.
- [18] K. Z. SHEPELYAKOVSKII, A. G. SPEKTOR, A. N. KUZNETSOV, V. T. GUBENKO and V. S. ZDANOVSKII, "Rapid spheroidizing annealing of roller bearings with induction heating," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 18, no. 1, pp. 78-80, 1976.
- [19] J. D. VERHOEVEN and E. D. GIBSON, "The Divorced Eutectoid Transformation in Steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29A, pp. 1181-1189, 1998.
- [20] A. S. PANDIT and H. K. D. H. BHADESHIA, "Divorced pearlite in steels," *Proceedings of the royal society A*, vol. 468, pp. 2767-2778, 2012.
- [21] J. VERHOEVEN, "The Role of the Divorced Eutectoid Transformation in the Spheroidization of 52100 Steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31A, pp. 2431-2438, 2000.

- [22] M. CARUSO, H. VERBOOMEN and S. GODET, "Direct spheroidization of high carbon steels: effect of thermomechanical processing," *Solid State Phenomena*, Vols. 172-174, pp. 922-927, 2011.
- [23] Z.-X. LI, C.-S. LI, J. ZHANG and B.-Z. LI, "Microstructure of Hot Rolled 1.0C-1.5Cr Bearing Steel and Subsequent Spheroidization Annealing," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47A, pp. 3607-3621, 2016.
- [24] D. S. QIAN, K. W. WANG, Q. L. LIU and L. HUA, "Effect of annealing parameters on microstructure and mechanical property of hot-rolled 100Cr6 bearing steel," *Materials Science and Technology*, vol. 32, no. 11, pp. 1086-1093, 2016.
- [25] J. DLOUHY, D. HAUSEROVA and Z. NOVY, "Carbide spheroidization in 100CrMnSi6-4 bearing steel by controlled rolling," *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 68, pp. 87-92, 2014.
- [26] D. QIAN, J. YANG, H. MAO and L. HUA, "Experiment study on warm ring rolling of 52100 bearing steel coupling microstructure spheroidisation," *Procedia Engineering*, vol. 207, pp. 1224-1229, 2017.
- [27] Y. HUO, T. HE, S. CHEN and R. WU, "Mechanical Behavior and Microstructure Evolution of Bearing Steel 52100 During Warm Compression," *Application of Advanced Characterization Techniques for Engineering Materials*, vol. 70, no. 7, pp. 1112-1117, 2018.
- [28] S. L. ZHANG, X. J. SUN and H. DONG, "Effect of deformation on the evolution of spheroidization for the ultra high carbon steel," *Materials Science and Engineering A*, vol. 432, pp. 324-332, 2006.
- [29] L. STOROJEVA, R. KASPAR and D. PONGE, "Ferritic-Pearlitic Steel with Deformation Induced Spheroidized Cementite," *Materials Science Forum*, Vols. 426-432, pp. 1169-1174, 2003.
- [30] T. R. McNELLEY, M. R. EDWARDS, A. DOIG, D. H. BOONE and C. W. SCHULTZ, "The Effect of Prior Heat Treatments on the Structure and Properties of Warm-Rolled AISI 52100 Steel," *Metallurgical Transactions A*, vol. 14A, pp. 1427-1433, 1983.

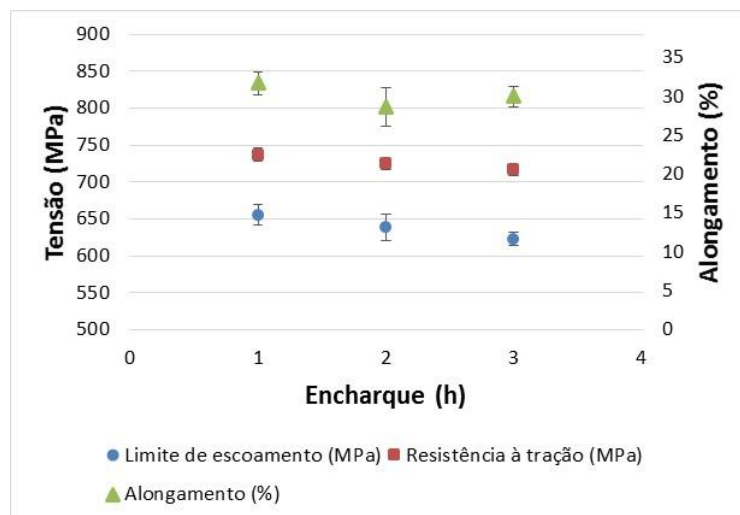
- [31] G.-H. ZHANG, J.-Y. CHAE, K.-H. KIM and D. W. SUH, "Effects of Mn, Si and Cr addition on the dissolution and coarsening of pearlitic cementite during intercritical austenitization in Fe-1mass%C alloy," *Materials Characterization*, vol. 81, pp. 56-67, 2013.
- [32] Y. L. TIAN and R. W. KRAFT, "Mechanisms of Pearlite Spheroidization," *Metallurgical Transactions A*, vol. 18A, pp. 1403-1414, 1987.
- [33] ASTM International, *A370 Standard Test Method and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products*, 2019.
- [34] ASTM International, *E10 Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials*, 2018.
- [35] ASTM International, *E112 Standard Test Method for Determining Average Grain Size*, 2013.
- [36] H. HALLBERG, "A Note on the Kelvin Effect in 100Cr6 Steel with Application to Identification of the Elastoplastic Limit," *International Scholarly Research Network*, pp. 1-4, 2012.
- [37] S. NAM and D. LEE, "Accelerated spheroidization of cementite in high-carbon steel wires by drawing at elevated temperatures," *Journal of Materials Science*, pp. 2319-2326, 1987.
- [38] Z.-X. LI, C.-S. LI, J.-Y. REN, B.-Z. LI and S. D-W, "Design of Online Spheroidization Process for 1.0C-1.5Cr Bearing Steel and Microstructure Analysis," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49A, pp. 1782-1794, 2018.
- [39] J. BESWICK, "Effect of Prior Cold Work on the Martensite Transformation in SAE 52100," *Metallurgical Transactions A*, vol. 15A, pp. 299-306, 1984.

9 Apêndice

A Figura 9-1 apresenta as propriedades mecânicas após submissão do recozimento subcrítico. Os símbolos correspondem às médias das amostras ensaiadas e o intervalo indica o desvio padrão amostral associado com as medidas. Vale ressaltar que a amostragem realizada nesse estudo foi pequena.



(a)



(b)

Figura 9-1: Propriedades mecânicas após recozimento subcrítico em diferentes tempos de encharque para amostras submetidas a redução a frio com (a) baixa e (b) alta redução.

A partir do teste de normalidade de Anderson-Darling constatou-se que os grupos apresentam distribuição normal, ao nível de significância de 5%, conforme apresentado na Tabela 9-1.

Ho: A amostra segue uma distribuição normal.

H1: A amostra não segue uma distribuição normal.

Tabela 9-1: Resultados de p-valor para o teste de normalidade de Anderson-Darling.

Redução	Encharque (h)	Nomenclatura do grupo	LE (MPa)	RT (MPa)	AI (%)
Baixa	1	B1	0,545	0,498	0,057
Baixa	2	B2	0,144	0,070	0,631
Baixa	3	B3	0,596	0,086	0,057
Alta	1	A1	0,138	0,578	0,487
Alta	2	A2	0,565	0,169	0,565
Alta	3	A3	0,536	0,357	0,631

A partir do teste de Bartlett identificou-se que os grupos apresentam igualdade de variância, ao nível de significância de 5%, conforme apresentado na Tabela 9-2.

Ho: As variâncias são iguais.

H1: As variâncias não são iguais, pelo menos uma é diferente.

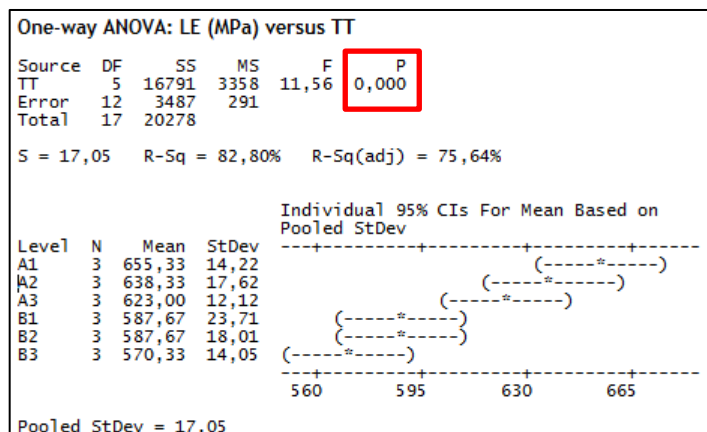
Tabela 9-2: Resultados de p-valor para o teste de igualdade de variância de Bartlett.

LE (MPa)	RT (MPa)	AI (%)
0,963	0,470	0,718

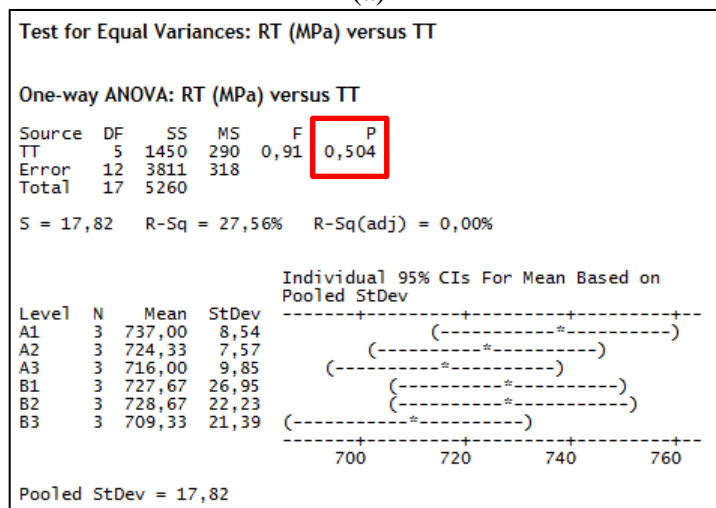
Por fim, como as hipóteses de normalidade e igualdade de variância não foram rejeitadas, aplicou-se o teste de análise de variância (ANOVA) para avaliar se as médias dos grupos de LE, RT e AI se diferem estatisticamente. As saídas do software Minitab para avaliação desse teste estão apresentadas na Figura 9-2.

Ho: As médias são iguais.

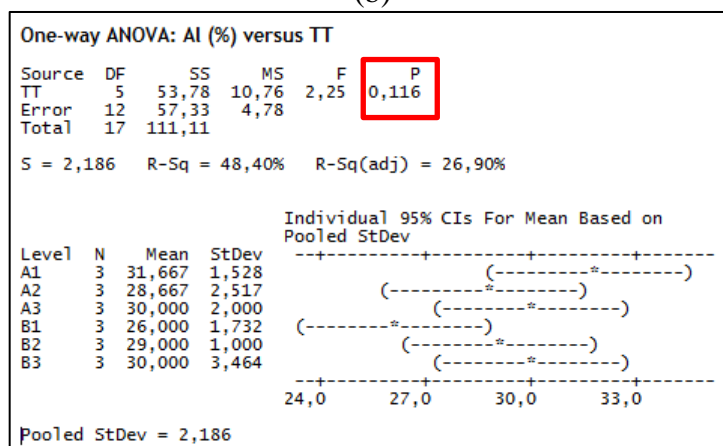
H1: As médias não são iguais, pelo menos uma é diferente.



(a)



(b)



(c)

Figura 9-2: Saídas do Minitab para o teste ANOVA para igualdade de médias do (a) limite de escoamento, (b) resistência à tração e (c) alongamento.

Pode-se afirmar que a hipótese de igualdade entre as médias de limite de escoamento é rejeitada ao nível de 5% de significância (p -valor = 0,000). Já a hipótese de igualdade entre as médias de resistência à tração e alongamento não é rejeitada com o mesmo nível de significância.

De modo a identificar quais médias de limite de escoamento que se diferem estatisticamente, utilizou-se o teste de Tukey. A saída do Minitab para esse teste é apresentada na Figura 9-3.

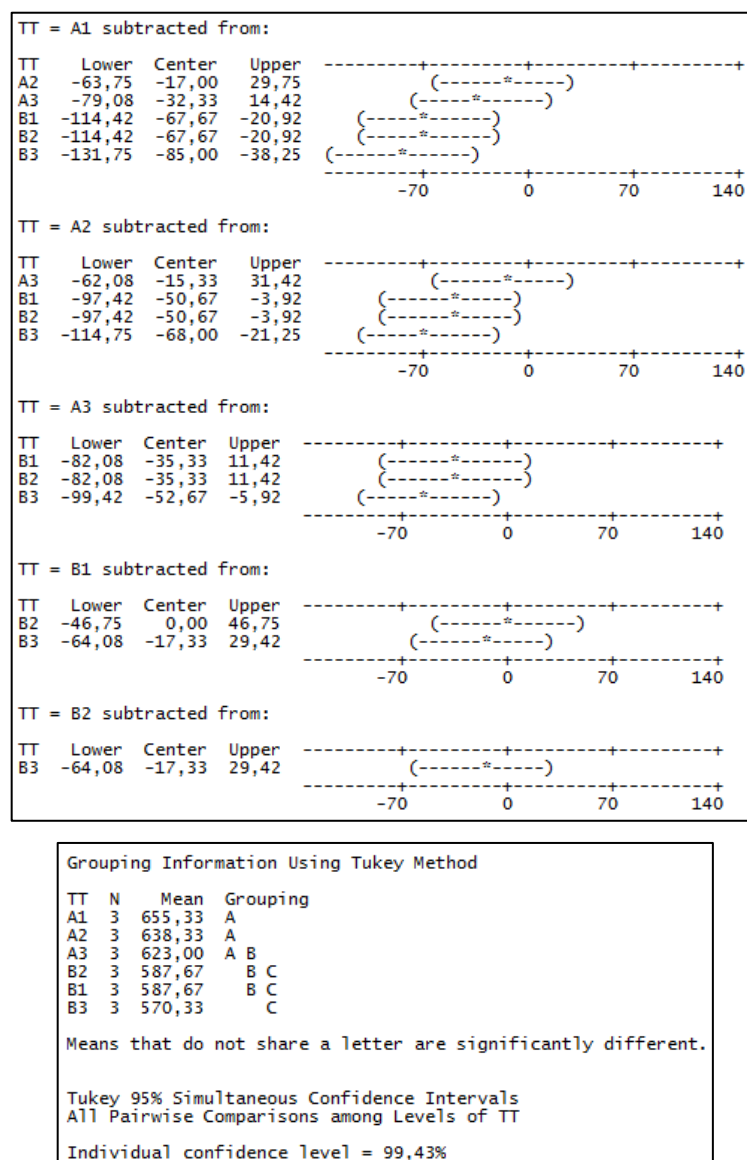


Figura 9-3: Saída do Minitab para o teste de Tukey para limite de escoamento.

Diante do teste de Tukey, pode-se afirmar que, ao nível de significância de 5%, as médias de limite de escoamento dos grupos apresentados abaixo não apresentam diferenças estatisticamente significativas:

- A1 = A2 = A3
- A3 = B1 = B2
- B1 = B2 = B3

Realizou-se a mesma análise para a característica dureza HB. A partir do teste de normalidade de Anderson-Darling constatou-se que os grupos apresentam distribuição normal, ao nível de significância de 5%, conforme apresentado na Tabela 9-3.

Tabela 9-3: Resultados de p-valor para o teste de normalidade de Anderson-Darling para a característica dureza HB.

Redução	Encharque (h)	Nomenclatura do grupo	Dureza HB
Baixa	1	B1	0,631
Baixa	2	B2	0,510
Baixa	3	B3	0,057
Alta	1	A1	0,142
Alta	2	A2	0,347
Alta	3	A3	0,200

A partir do teste de Bartlett (p-valor = 0,297) identificou-se que os grupos apresentam igualdade de variância, ao nível de significância de 5%.

Por fim, o teste ANOVA apresentado na Figura 9-4 apresentou p-valor = 0,303, ou seja, indicando que, ao nível de significância de 5% as médias de dureza HB para os grupos avaliados não apresentam diferenças estatisticamente significativas.

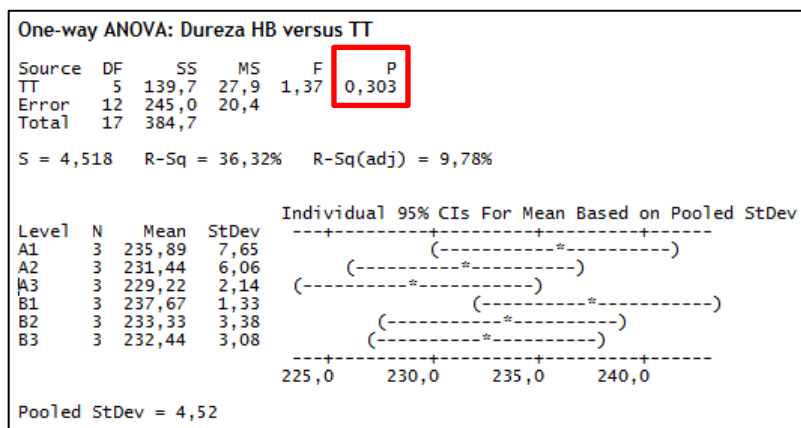


Figura 9-4: Teste ANOVA para igualdade de médias de dureza HB.