



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS



ESCOLA DE ENGENHARIA ELÉTRICA, MECÂNICA E DE COMPUTAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Renata Rodrigues Alves

Efeito do Tempo de Austenitização na Evolução da
Microestrutura e Comportamento Mecânico dos Aços
Inoxidáveis UNS S42000 e UNS S41003

Goiânia

2023



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE ENGENHARIA ELÉTRICA, MECÂNICA E DE COMPUTAÇÃO

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO (TECA) PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS DE TESES

E DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a [Lei 9.610/98](#), o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou download, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

O conteúdo das Teses e Dissertações disponibilizado na BDTD/UFG é de responsabilidade exclusiva do autor. Ao encaminhar o produto final, o autor(a) e o(a) orientador(a) firmam o compromisso de que o trabalho não contém nenhuma violação de quaisquer direitos autorais ou outro direito de terceiros.

1. Identificação do material bibliográfico

Dissertação Tese Outro*: _____

*No caso de mestrado/doutorado profissional, indique o formato do Trabalho de Conclusão de Curso, permitido no documento de área, correspondente ao programa de pós-graduação, orientado pela legislação vigente da CAPES.

Exemplos: Estudo de caso ou Revisão sistemática ou outros formatos.

2. Nome completo do autor

Renata Rodrigues Alves

3. Título do trabalho

Efeito do tempo de austenitização na evolução da microestrutura e comportamento mecânico dos aços inoxidáveis UNS S42000 e UNS S41003

4. Informações de acesso ao documento (este campo deve ser preenchido pelo orientador)

Concorda com a liberação total do documento SIM NÃO¹

[1] Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. Após esse período, a possível disponibilização ocorrerá apenas mediante:

a) consulta ao(à) autor(a) e ao(à) orientador(a);

b) novo Termo de Ciência e de Autorização (TECA) assinado e inserido no arquivo da tese ou dissertação.

O documento não será disponibilizado durante o período de embargo.

Casos de embargo:

- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro;
- Publicação da dissertação/tese em livro.

Obs. Este termo deverá ser assinado no SEI pelo orientador e pelo autor.



Documento assinado eletronicamente por **Daniel Fernandes Da Cunha, Professor do Magistério Superior**, em 28/03/2023, às 17:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Renata Rodrigues Alves, Discente**, em 29/03/2023, às 10:14, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3630087** e o código CRC **25C10B32**.

Renata Rodrigues Alves

Efeito do Tempo de Austenitização na Evolução da
Microestrutura e Comportamento Mecânico dos Aços Inoxidáveis
UNS S42000 e UNS S41003

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Goiás, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica. Área de Concentração: Ciências Mecânicas

Orientador: Prof. Dr. Daniel Fernandes da Cunha

Coorientador: Prof. Dr. Kleber Mendes Figueiredo

Universidade Federal de Goiás
Escola de Engenharia Elétrica, Mecânica e de Computação

Goiânia
2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Alves, Renata Rodrigues

Efeito do Tempo de Austenitização na Evolução da Microestrutura e Comportamento Mecânico dos Aços Inoxidáveis UNS S42000 e UNS S41003 [manuscrito] / Renata Rodrigues Alves. - 2023.
97 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Fernandes da Cunha; co-orientador Dr. Kleber Mendes Figueiredo.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Goiás, Escola de Engenharia Elétrica, Mecânica e de Computação (EMC), Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Goiânia, 2023.

Bibliografia. Apêndice.

Inclui abreviaturas, símbolos, gráfico, lista de figuras, lista de tabelas.

1. Tempo de austenitização. 2. Aços inoxidáveis. 3. Tamanho de grão austenítico prévio. 4. Dissolução de carbonetos. 5. Martensita. I. Cunha, Daniel Fernandes da, orient. II. Título.

CDU 621



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

ESCOLA DE ENGENHARIA ELÉTRICA, MECÂNICA E DE COMPUTAÇÃO

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO

Ata nº **09** da sessão de Defesa de Dissertação de **Renata Rodrigues Alves**, que confere o título de Mestre(a) em **Engenharia Mecânica**, na área de concentração em **Ciências Mecânicas**.

Ao/s **vigésimo oitavo dia do mês de fevereiro do ano de dois mil e vinte e três**, a partir da(s) **16h00min.**, em sala virtual da plataforma **Google Meet**, realizou-se a sessão pública de Defesa de Dissertação intitulada **“Efeito do tempo de austenitização na evolução da microestrutura e comportamento mecânico dos aços inoxidáveis UNS S42000 e UNS S41003”**. Os trabalhos foram instalados pelo(a) Orientador(a), Professor(a) Doutor(a) **Daniel Fernandes da Cunha (UFG)**, com a participação dos demais membros da Banca Examinadora: Professor(a) Doutor(a) **Wilian da Silva Labiapari (APERAM)** e Professor(a) Doutor(a) **Kléber Mendes de Figueiredo (UFG)**, membros titulares externos; **cuja participação ocorreu através de videoconferência** Professor(a) Doutor(a) **André Contin (UFG)** **cuja participação ocorreu através de videoconferência**, membro titular interno. Durante a arguição os membros da banca **não fizeram** sugestão de alteração do título do trabalho. A Banca Examinadora reuniu-se em sessão secreta a fim de concluir o julgamento da Dissertação, tendo sido a candidata **aprovada** pelos seus membros. Proclamados os resultados pelo(a) Professor(a) Doutor(a) **Daniel Fernandes da Cunha (UFG)**, Presidente da Banca Examinadora, foram encerrados os trabalhos e, para constar, lavrou-se a presente ata que é assinada pelos Membros da Banca Examinadora, ao(s) **vigésimo oitavo dia do mês de fevereiro do ano de dois mil e vinte e três**.

TÍTULO SUGERIDO PELA BANCA



Documento assinado eletronicamente por **Daniel Fernandes Da Cunha, Professor do Magistério Superior**, em 28/03/2023, às 17:38, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **André Contin, Professor do Magistério Superior**, em 28/03/2023, às 17:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Wilian da Silva Labiapari, Usuário Externo**, em 28/03/2023, às 19:06, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Kléber Mendes De Figueiredo, Professor do Magistério Superior**, em 28/03/2023, às 19:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site

[https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0)

[acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **3630072** e o código CRC **370814B2**.

Referência: Processo nº 23070.005717/2023-14

SEI nº 3630072

Este trabalho é dedicado à minha mãe, Valmira, que descansa com os anjos. Também dedico ao meu pai e meu irmão, Renato e Leôncio, por sempre acreditarem em mim.

AGRADECIMENTOS

A **Deus** e ao **Universo**, pela força que me dá todos os dias para realizar meus sonhos e sabedoria para aceitar minhas limitações e forças. Obrigada por me permitir errar, aprender e crescer. Agradeço pela dádiva da vida, do amor e do conhecimento.

Ao **Prof. Dr José Lúcio**, pela orientação, competência, profissionalismo e dedicação tão importantes. Todas as nossas reuniões foram impulsos para que eu pudesse continuar. Obrigada por acreditar em mim e pelos conselhos e incentivos.

Aos **Professores Dr Kleber Mendes, Dr Daniel Fernandes, Dr Geraldo Faria Lúcio** pelo conhecimento compartilhado, apoio, dedicação e paciência por esclarecer diversas dúvidas e conselhos profissionais. Aos **Prof. Dr Demostenes Ferreira e Daniel Souza**, agradeço ainda pelas conversas, conselhos e trocas de conhecimento.

À empresa Aperam por fornecer os aços necessários para a pesquisa e em especial ao **Engenheiro Dr. Wilian da Silva Labiapari**, por confiar no meu trabalho e na instituição que represento.

À minha **mãe** e meu **pai** deixo um agradecimento especial, não apenas pela vida que me deram, mas pelo amor incondicional, pela dedicação e compreensão. Tenho certeza que só cheguei até aqui graças a meus pais que muitas vezes abdicaram de sonhos pessoais em prol dos meus. À minha família, prima e afilhado, pelo amor que me nutre, traz paz e confiança.

Agradeço também, a coordenação e todo corpo de servidores do programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Goiás, pelo árduo trabalho na criação e manutenção do programa.

Por fim, agradeço a todos aqueles que contribuíram, direta ou indiretamente, para a realização desta dissertação, o meu sincero agradecimento.

“Um cientista no seu laboratório não é apenas um técnico: é, também, um menino colocado à frente de fenômenos naturais que impressionam como se de um conto de fadas se tratassem!”

Marie Curie.

RESUMO

A têmpera é um dos métodos mais comuns de tratamento térmico e tem como objetivo aumentar a resistência mecânica do material por meio da transformação da austenita em martensita, à elevadas temperaturas, seguido de resfriamento rápido. A formação da martensita depende de diversos fatores, como por exemplo o tempo de manutenção do material na temperatura de austenitização. No contexto apresentado e com objetivo de contribuir para o melhor entendimento da evolução microestrutura e do comportamento mecânico em aços inoxidáveis, com diferentes teores de carbono, o presente trabalho se propôs a estudar o efeito do tempo de austenitização seguido do tratamento de têmpera. Os materiais trabalhados foram o aço de baixo teor de carbono, UNS S41003 conhecido comercialmente como 410D e o aço de médio teor de carbono, UNS S42000 conhecido como 420A. Foram estudadas duas condições de tratamento térmico, na primeira os aços foram austenitizados a 1000 °C variando o tempo de austenitização (5 min, 30, min, 60 min, 120 min e 240 min) e seguido de têmpera em água, já na segunda condição as amostras foram recozidas a 800 °C e em seguida austenitizadas a 1000 °C variando o tempo de austenitização (5 min, 30, min, 60 min, 120 min e 240 min), por fim temperadas em água. Simulações termodinâmicas foram realizadas com o software Matcalc com o objetivo de avaliar a estabilidade relativa de fases e precipitados em condição de equilíbrio. Foi observado que ambos os aços estariam austenitizados a 1000 °C, e os carbonetos dissolvidos, entretanto, fora do equilíbrio foi identificado que a dissolução dos carbonetos depende do tempo de austenitização. Apesar do baixo teor de carbono, a austenitização do aço 410D foi possível devido a presença de elementos austenizantes como Ni, Mn, e o N, assim, ambos os aços estudados apresentaram estrutura martensítica após o processo de têmpera em água. Sendo possível perceber que com aumento do tempo de austenitização as ripas de martensita aumentam devido ao aumento gradual do tamanho de grão. A distribuição do tamanho de grão austenítico prévio se mostrou heterogênea para tempos maiores, relacionada a dissolução dos carbonetos. Além de apresentar uma evolução microestrutural parecida os aços também apresentaram o comportamento mecânico similar, ocorrendo um amaciamento do material com aumento do tamanho de grão, associado ao movimento de discordância mais livre com aumento do tempo de austenitização. Por fim, os dados amostrais obtidos de tamanho de grão austenítico prévio e de dureza foram tratados com nível de confiança de 95%. Acredita-se que os resultados do presente estudo são dados de base que poderão contribuir para o melhor entendimento do parâmetro do tempo de austenitização nos tratamentos térmicos dos aços inoxidáveis.

Palavras-chaves: Tempo de austenitização; Aços inoxidáveis; Tamanho de grão austenítico prévio; Dissolução de carbonetos; Martensita.

ABSTRACT

Quenching is one of the most common methods of heat treatment and aims to increase the mechanical strength of the material by transforming austenite into martensite at high temperatures, followed by rapid cooling. The formation of martensite depends on various factors, such as the time the material is held at the austenitization temperature. In the context presented and with the aim of contributing to a better understanding of the microstructure evolution and mechanical behavior of stainless steels with different carbon contents, this study aimed to investigate the effect of austenitization time followed by quenching treatment. The materials studied were low carbon steel, commercially known as UNS S41003 or 410D, and medium carbon steel, commercially known as UNS S42000 or 420A. Two heat treatment conditions were studied, in the first one, the steels were austenitized at 1000 °C with varying austenitization time (5 min, 30 min, 60 min, 120 min, and 240 min) and then quenched in water, while in the second condition, the samples were annealed at 800 °C and then austenitized at 1000 °C with varying austenitization time (5 min, 30 min, 60 min, 120 min, and 240 min), and finally quenched in water. Thermodynamic simulations were performed using Matcalc software to evaluate the relative stability of phases and precipitates under equilibrium conditions. It was observed that both steels would be austenitized at 1000 °C, and the carbides dissolved, however, it was identified that the carbide dissolution depends on the austenitization time when outside of equilibrium. Despite the low carbon content, austenitization of the 410D steel was possible due to the presence of austenitizing elements such as Ni, Mn, and N, thus, both steels showed a martensitic structure after the water quenching process. It was possible to observe that with an increase in austenitization time, the martensite lath increased due to the gradual increase in grain size. The distribution of the prior austenitic grain size was found to be heterogeneous for longer times, related to the dissolution of carbides. In addition to presenting a similar microstructural evolution, both steels also exhibited similar mechanical behavior, with the material softening as the grain size increased, associated with the freer dislocation movement with increasing austenitization time. Finally, the obtained data on prior austenitic grain size and hardness were treated with a 95% confidence level. It is believed that the results of this study provide a foundation for a better understanding of the austenitization time parameter in the heat treatment of stainless steels.

Keywords: Austenitizing time; Stainless steel; Prior-austenite grain sizes; Dissolution of carbides; Martensite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Representação das estruturas cristalinas: (a) Austenita (CFC), (b) Ferrita (CCC), (c) Martensita (TCC)	10
Figura 2: Imagem de microscopia eletrônica de varredura de uma amostra do aço 410D temperada em água. M: Martensita.	13
Figura 3: Aço 410D após temperado e apresentando fases martensítica (M) e ferrítica (F)	14
Figura 4: Imagem microscópica da liga 420A temperada a ar com ataque vilella	16
Figura 5: Microestrutura representativa para um diagrama de fases eutetóide.....	17
Figura 6: Exemplo do efeito da temperatura de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico.....	19
Figura 7: Efeito das partículas de segunda fase interagindo com o contorno de grão .	22
Figura 8: Representação esquemática, do processo de austenitização, de um aço hipoeutectóide contendo partículas de segunda fase.	23
Figura 9: Representação esquemática da formação da martensita cristal	26
Figura 10: Arranjo das ripas da martensita	27
Figura 11: Fluxograma do procedimento experimental para caracterização microestrutural e de comportamento mecânico.....	30
Figura 12: Condições dos tratamentos térmicos realizados para os aços 410D e 420A. Sendo (a) condição T e (b) a condição RT	32
Figura 13: Bancada de solda do termopar na amostra de aço inoxidável	34
Figura 14: Forno utilizado nos tratamentos térmicos.....	34
Figura 15: Desenho de amostras utilizados no ensaio de tração para os aços 410D e 42A. Dimensões em mm	38
Figura 16: Imagens da microestrutura dos aços (a) 410D e (b) 420A, no seu estado de fornecimento. “f” indica os grãos de ferrita, a seta indica direção da laminação e os precipitados estão indicados no círculo.....	40
Figura 17: Imagens de MEV obtidas dos materiais no estado de fornecimento, (a) 410D e (b) 420A, os precipitados estão indicados por círculos	40
Figura 18: Diagrama de fases dos aços estudados de acordo com suas composições químicas: (a) aço inoxidável ferrítico 410D e (b) aço inoxidável martensítico 420A. Cálculos realizados no Matcalc	41

Figura 19. Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) dos precipitados nos aços 420A (a e b) e 410D (c e d).	43
Figura 20: Imagens dos aços (a) 410D e (b) 420A, após recozimento intercrítico.....	44
Figura 21: Resultado do EPMA indicando os mapas de concentração de cromo para os aços (a)410EF, (b)410R, (c)420EF e (d)420R.	45
Figura 22: Resultado do EPMA indicando os mapas de concentração de cromo para os aços (a)410T5, (b)410T240, (c)420T5 e (d)420T240.	47
Figura 23: Comparativo entre os difratogramas obtidos para os aços 410A (a) e 420A (b), nas condições de estado de fornecimento, austenitizados por 5 min e 240 min.....	49
Figura 24: Quantificação do TGAP nos aços 410D (a) e 420A (b)	51
Figura 25: Micrografia óptica ilustrando os grãos heterogêneos nos aços (a) 410D e (b) 420A austenitizados por 60 min, condição T	52
Figura 26: Microestrutura do aço 410D ataque vilella.....	54
Figura 27: Microestrutura do aço 4120A ataque vilella.....	55
Figura 28: Resultado de MOP para amostras dos aços 410D e 420A austenitizadas e temperadas por 120min, com mesma ampliação de 200x	57
Figura 29: Trinca na peça 420A austenitizada a 1000 °C por 120 min e temperada em água, condição T.....	57
Figura 30: Resultado do ensaio de dureza para as amostras (a) 410D e (b) 420A.....	59
Figura 31: Gráfico de tensão vs deformação do aço 410D nas condições descritas na legenda.....	60
Figura 32: Gráfico de tensão vs deformação do aço 420A nas condições descritas na legenda.....	61
Figura 33: Gráfico de probabilidade dos dados de TGAP	75
Figura 34: Gráfico de probabilidade dos aços 410D e 420A	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Elementos de liga presentes nos aços 410D e 420A e seus efeitos nos aços inoxidáveis.....	11
Tabela 2: Codificação empregada na identificação das amostras	33
Tabela 3: Ataque químico	35
Tabela 4: Composição química dos aços estudados (% em peso)	39
Tabela 5: Resultado do valor-P para distribuição lognormal dos dados de TGAP.....	74
Tabela 6: Resultado do valor-P e o intercalo de confiança de 95% para os dados de dureza.....	77

LISTA DE SÍMBOLOS

M_s – Temperatura em que a martensita se inicia

A_{e1} – Temperatura crítica inicial em equilíbrio

A_{e3} – Temperatura crítica final em equilíbrio

γ - Gama

α – Alfa

δ - Delta

D- Tamanho de grão

K_1 - Constante que depende da temperatura e do aço

t - Tempo de austenitização

σ - Limite de escoamento

σ_0 - Constante do material

k_2 - Coeficiente de reforço

D_c - Tamanho do cristalito (nm)

K - Constante de Scherrer

λ - Comprimento de onda do difrator de raio X

β - FWHM em radianos

θ - Posição do pico em radianos

T_0 - Temperatura na qual a energia livre da fase austenita é igual a energia livre da fase martensita

XXYYZZ – Tipo de aço e condição de tratamento térmico

EF – Estado de Fornecimento

R - Recozido

T – Temperado

RT- Recozido e Temperado

R- Recozido

ER – Retroespalhado

MAPA - Mapeamento

α -Fe - Ferrita

α' – Martensita

HV10 – Dureza Vickers medida com 10 kgf de carga

LISTA DE ABREVIACÕES

TGAP - Tamanho de grão austenítico prévio

CCC - Cúbica de corpo centrado

CFC - Cúbica de face centrada

TCC - Tetragonal de corpo centrado

FWHM - largura total a meia altura do pico de difração

MOP – Microscopia óptica

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

DRX – Difração de raio X

EPMA - Electron Probe Microanalyzers

ASTM - American Society for Testing and Materials

UNS - Unified Numbering System

SUS – Stainless steel grade

EN - European Standards

JCPDS - Joint Committee on Powder Diffraction Standards

Sumário

1.	Introdução.....	7
1.1	Justificativa.....	8
2.	Objetivos.....	9
2.1	Objetivo geral.....	9
2.2	Objetivos específicos.....	9
3.	Revisão bibliográfica.....	10
3.1	Aços inoxidáveis.....	10
3.1.1	Efeito dos elementos de liga no aço inoxidável.....	11
3.1.2	Características do aço inoxidável 410D.....	13
3.1.3	Características do aço inoxidável 420A.....	15
3.2	Tratamento térmico.....	16
3.3	Formação da austenita.....	18
3.3.1	Efeito da taxa de aquecimento.....	18
3.3.2	Efeito da temperatura de austenitização.....	19
3.3.3	Efeito do tempo austenitização.....	20
3.3.4	Efeito do tamanho de grão austenítico nas propriedades mecânicas.....	21
3.4	Precipitados de segunda fase.....	22
3.4.1	Endurecimento por precipitação de partículas de segunda fase.....	24
3.4.2	Carboneto de cromo do tipo $M_{23}C_6$	24
3.5	Transformação da martensita.....	25
3.6	Recozimento.....	28
4.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
4.1	Materiais e análise química.....	30
4.2	Predição termodinâmica das fases presentes no equilíbrio.....	31
4.3	Tratamento térmico.....	31

4.4	Caracterização microestrutural	35
4.5	Caracterização mecânica.....	36
4.5.1	Ensaio de dureza.....	36
4.5.2	Ensaio de tração	37
5.	RESULTADO E DISCUSSÃO.....	39
5.1	Material no estado de fornecimento.....	39
5.2	Simulação de fases em equilíbrio	41
5.3	Efeito do recozimento	44
5.4	Dissolução dos carbonetos de cromo.....	46
5.5	Caracterização das fases presentes através da difratometria de raios-X.....	48
5.6	Efeito do tempo de austenitização no tamanho de grão.....	50
5.7	Evolução da martensita.....	54
5.7.1	Trinca de têmpera.....	57
5.8	Propriedades mecânicas	58
6.	Conclusão	63
7.	Sugestão para trabalhos futuros.....	65
8.	Referência bibliográfica	66
9.	APÊNDICE A – ANÁLISE DE DADOS DO RESULTADO DE TGAP.....	74
10.	APÊNDICE B – ANÁLISE DE DADOS DOS RESULTADOS DE DUREZA	77

1. INTRODUÇÃO

O uso de tratamentos térmicos bem projetados é uma das formas mais comuns de controlar a microestrutura e as propriedades do aço (COLPAERT, 2008). A têmpera é um tratamento térmico convencional e tem como objetivo a formação de uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado, conhecida como martensita. Esta fase é formada quando altas taxas de resfriamento são aplicadas a um aço previamente austenitizado, promovendo uma transformação sem difusão (HANDBOOK, 1990; SILVA; MEI, 2010). Portanto, os fatores envolvidos na formação da martensita sofrem forte influência da austenitização da liga (COLPAERT, 2008).

Por exemplo, a temperatura em que a martensita se inicia (M_s) está associada ao tamanho de grão da austenita prévio (TGAP) (YANG; BHADESHIA, 2009; CELADA-CASERA; SIETSMA; SANTOFIMIA, 2019; GAO et al., 2014; GUIMARÃES; RIOS, 2010). Yang e Bhadeshia (2009) confirmaram, por meio da modelagem de particionamento geométrico, que a temperatura M_s aumenta enquanto o grão austenítico cresce e a taxa de transformação é acelerada em tamanho de grãos menores. Por outro lado, os carbonetos de cromo também desempenham um papel importante na temperatura M_s , quando não há tempo suficiente para precipitação de carbonetos durante a taxa de resfriamento, o grão austenítico fica rico em átomos de soluto causando a diminuição da temperatura M_s (GAO et al., 2014).

De acordo com a literatura técnica, outro fator que influencia a transformação da austenita na martensita é o teor de carbono na sua composição química. Quanto mais carbono o aço contém maior a distorção associada a formação da martensita (COLPAERT, 2008). Assim, o teor de carbono influencia fortemente a morfologia da martensita e seus efeitos nas propriedades mecânicas. Segundo Colpaert (2008), aços com até 0,6% de carbono apresentam martensita em pacotes do tipo ripas, já entre 0,6 e 1,0% de carbono, ocorre uma mistura de placas e ripas. Encontrada em aços mais usuais para construção mecânica, a martensita em ripa é caracterizada por regiões alongadas com orientações cristalográficas semelhantes alinhadas paralelamente umas às outras. Pesquisas recentes mostraram que o teor de carbono tem um efeito significativo na largura das ripas, a martensita de aços com baixo teor de carbono (0,2% em massa de carbono) são mais finas do que a martensita de aços com ultrabaixo teor de carbono (0,0049C% em massa de carbono) (MORITO et al., 2022; MORITO et al, 2017).

Segundo Bajzelj e Burja (2022) o tempo de austenitização tem um efeito na difusão dos elementos químicos e no grau de homogeneização do grão austenítico. Os autores investigaram o impacto do tempo e da temperatura de austenitização na transformação martensítica, para temperatura e tempo mais baixos encontraram transformação da austenita incompleta, heterogeneidades microestruturais e carbonetos não dissolvidos. Outro estudo mostrou que para o aço inoxidável ferrítico, UNS 41003, à medida que o tempo de austenitização e a temperatura intercrítica aumentam, a quantidade de fração de volume de martensita aumenta e o M_s aumenta (FARIA et al., 2020).

De acordo com revisão literária realizada, vários trabalhos publicados nas últimas décadas tiveram como objetivo estabelecer os mecanismos e eventos físicos que envolvem a transformação da austenita em martensita. Entretanto, ainda existem lacunas a serem preenchidas, em especial no aprofundamento do efeito do tempo de austenitização na microestrutura e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis.

Pensando neste contexto e com o objetivo de contribuir para o melhor entendimento da cinética de transformação da austenita em martensítica, o presente trabalho visou estudar o efeito do tempo de austenitização em aços inoxidáveis, com teores de carbono distintos. As ligas são o aço inoxidável de baixo teor de carbono, 410D (UNS S41003), e o aço inoxidável de médio teor de carbono, 420A (UNS S42000). O material no seu estado de fornecimento (EF) foi laminado a quente seguido de recozimento.

Foram realizadas duas condições de tratamento térmico no material. Na primeira os aços foram austenitizados variando o tempo de austenitização, em seguida temperados em água. Já na segunda condição ocorreu um recozimento intercrítico, resfriando o material no forno, e em seguida as amostras foram austenitizadas variando o tempo de austenitização e resfriadas em água. O recozimento prévio à têmpera, na segunda condição, teve como intuito de investigar o efeito da precipitação de carboneto (MOURA et al., 2022; HIDALGO et al., 2020; HANDBOOK, 1990).

1.1 Justificativa

A justificativa para o presente trabalho é contribuir para o melhor entendimento do efeito do tempo de austenitização na cinética de transformação da austenita em martensita em aços inoxidáveis de baixo e médio teor de carbono, propondo estudar como a microestrutura e

as propriedades mecânicas são afetadas. Os resultados apresentados neste estudo visam gerar base de dados que poderão contribuir para o melhor entendimento dos processos de tratamento térmico e o comportamento dos aços.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar o efeito do tempo de austenitização na microestrutura e propriedades mecânicas de aços inoxidáveis com baixo e médio teor de carbono.

2.2 Objetivos específicos

1. Caracterização química e microestrutural dos aços no estado de fornecimento
2. Caracterização microestrutural dos aços após têmpera
3. Avaliação da influência do tempo de austenitização no tamanho de grão austenítico
4. Avaliação da influência do tempo de austenitização na dissolução de precipitados
5. Avaliação da influência do tempo de austenitização na dureza
6. Avaliação da influência do tempo de austenitização no limite de escoamento

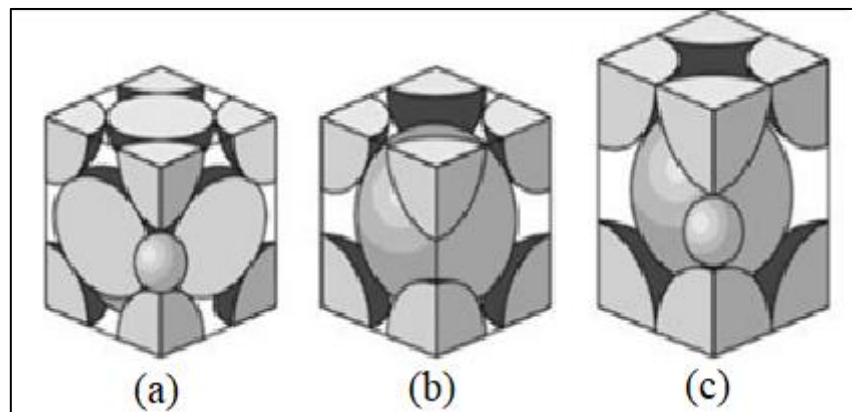
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas, Fe-Cr-C ou Fe-Cr, que possuem como principais características a resistência à corrosão em meio aquoso e a altas temperaturas. Outras características, como elevada resistência mecânica, facilidade de conformação e material inerte, são as vantagens que levam ao vasto uso do aço inoxidável na indústria química e alimentícia, na conformação de instrumentos cirúrgicos e odontológicos, dentre outras aplicações (MODENESI, 2001).

Segundo a microestrutura, as quatro principais classes dos aços inoxidáveis são: ferrítica, austenítica, martensítica e duplex, e se diferem entre si pelas suas estruturas cristalinas. Os chamados aços inoxidáveis ferríticos possuem a fase ferrita α e tem uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC). Para os aços austeníticos, com o campo de fase γ a temperatura ambiente, a estrutura cristalina apresentada é a cúbica de face centrada (CFC). Os aços inoxidáveis martensíticos temperados, tem estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) devido a formação martensita que ocorre com tratamento térmico de têmpera (SHACKELFORD, 2008). As estruturas cristalinas CCC, CFC e TCC podem ser observadas na Fig. 1.

Figura 1: Representação das estruturas cristalinas: (a) Austenita (CFC), (b) Ferrita (CCC), (c) Martensita (TCC)



Fonte: Totten et al. (2002)

3.1.1 Efeito dos elementos de liga no aço inoxidável

Além da sua composição básica de Fe, Cr e C, outros elementos são adicionados aos aços inoxidáveis, visando interferir nas propriedades mecânicas e microestrutura do material (FARAH, 2002). Em relação à microestrutura, os elementos de liga que são adicionados influenciam às alterações nas fases ou constituintes em equilíbrio. Os elementos que estabilizam a austenita, por exemplo, tendem a diminuir a temperatura de transformação da fase austenita γ para fase ferrita α e aumentar a temperatura da austenita γ para a fase ferrita δ . O níquel, manganês e nitrogênio são elementos que, quando adicionados em alta concentração, têm tal papel de estabilizador da austenita (COSTA E SILVA, 1988). Por outro lado, o cromo, molibdênio e nióbio, tem o papel de estabilizar a ferrita, que diminuem a faixa onde a austenita existe (BONIARDI; CASAROLI, 2014)

Quando Níquel é adicionado a uma liga de ferro com baixo teor carbono e 18% em peso de Cr, o campo da fase γ é expandido até cerca de 8% em peso de Ni, e a fase γ persiste até na temperatura ambiente, levando a criação da família dos aços austeníticos 18Cr-8Ni % em peso. Uma quantidade mínima de níquel é requerida para reter γ a temperatura ambiente. Manganês também expande o campo da austenita e pode, portanto, ser usado no lugar de níquel. Entretanto, uma concentração maior é necessária pois este não é um estabilizador de austenita tão forte quanto o níquel. Outro elemento de liga que é um forte formador de austenita, assim como o carbono, é o nitrogênio. Em forma de solutos intersticiais em austenita, tanto o carbono quanto o nitrogênio são as soluções sólidas mais eficazes fortalecedoras disponíveis (BHADESHIA; HONEYCOMBRE, 2006).

Além da estabilização de austenita e ferrita, os elementos de liga tem outras influências nos aços. O cromo, por exemplo, além de estabilizar a fase α e conferir resistência à corrosão, forma precipitados nos aços inoxidáveis que atuam no endurecimento por precipitação (YAN et al., 2013). Entretanto, seu teor deve ser limitado para que não ocorra formação de ferrita δ , levando a perda da resistência mecânica (SOUZA et al., 2010).

Os elementos de liga presentes nos aços inoxidáveis utilizados neste estudo, estão listados na Tab. 1 assim como suas possíveis consequências nas ligas.

Tabela 1: Elementos de liga presentes nos aços 410D e 420A e seus efeitos nos aços inoxidáveis

ELEMENTO	EFEITO
Carbono (C)	<ul style="list-style-type: none"> ● Elemento austenitizante ● Têm efeito acentuado sobre a temperabilidade dos aços ● Aumenta a resistência mecânica e dureza ● Efeito negativo na tenacidade a baixa temperatura e resistência a corrosão
Silício (Si)	<ul style="list-style-type: none"> ● Elemento ferritizante ● Diminui a formação de carepa do material ● Melhora resistência a carburização a alta temperatura
Fósforo (P) e Enxofre (S)	<ul style="list-style-type: none"> ● Melhora a usinabilidade ● Maior sensibilidade a fissuração
Cromo (Cr)	<ul style="list-style-type: none"> ● Melhora a resistência à corrosão ● Formador de ferrita e carboneto
Níquel (Ni)	<ul style="list-style-type: none"> ● Elemento austenitizante ● Têm efeito acentuado, sobre a temperabilidade dos aços ● Pode estabilizar a austenita a temperatura ambiente
Manganês (Mn)	<ul style="list-style-type: none"> ● Elemento austenitizante ● Aumento da resistência à fissura da solda em estruturas totalmente austeníticas
Nitrogênio	<ul style="list-style-type: none"> ● Elemento austenitizante

	<ul style="list-style-type: none">• Aumento a resistência mecânica
--	--

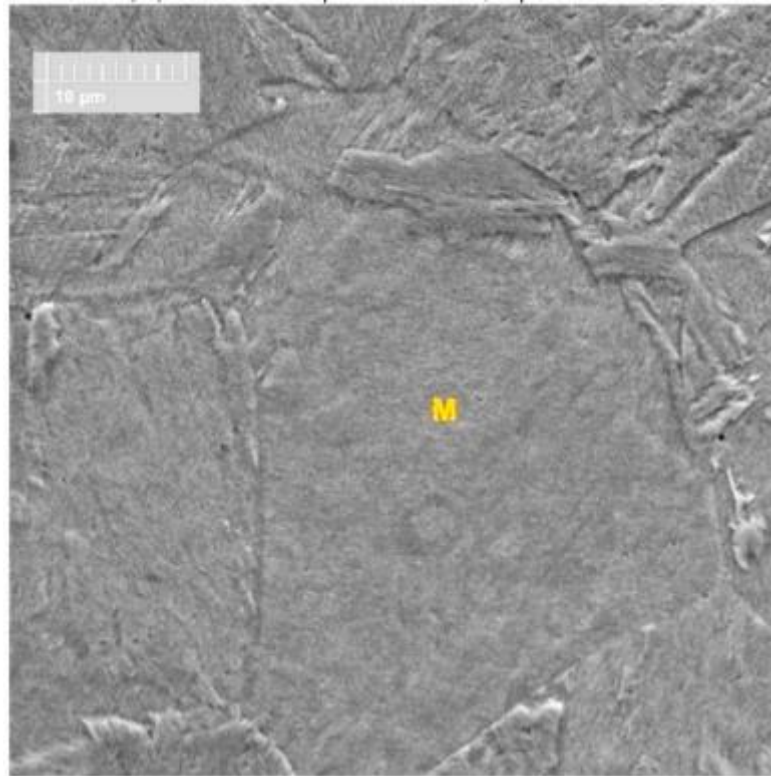
Fonte: Modenesi (2001) e Schackelford (2008)

3.1.2 Características do aço inoxidável 410D

O aço 410D é classificado, de acordo com sua composição química, como UNS S41003/EN 1.4003 e pode ser utilizado em diversos segmentos da indústria, inclusive em substituição ao aço carbono, galvanizado ou aluminizado (APERAM, “s.d”). Nos estudos de Faria et al. (2020) sobre o aço 410D laminado a quente, recristalizado e laminado a frio, este apresentou limite de escoamento de (405 ± 25) MPa, limite de resistência a tração de (595 ± 43) Mpa e dureza de 207 HV.

Apesar do baixo teor de carbono, o aço 410D pode ser endurecido por tratamento térmico devido a presença de elementos de liga estabilizadores de austenita (BETTANINI et al., 2019; FARIA et al., 2020; MOURA et al., 2022; SPEICH; DEMAREST; MILLER, 1981; SPEICH, 1981). Na Fig. 2 abaixo é possível identificar uma estrutura martensita no aço austenitizado a 1000 °C e resfriado rapidamente em água (FARIA et al. 2020).

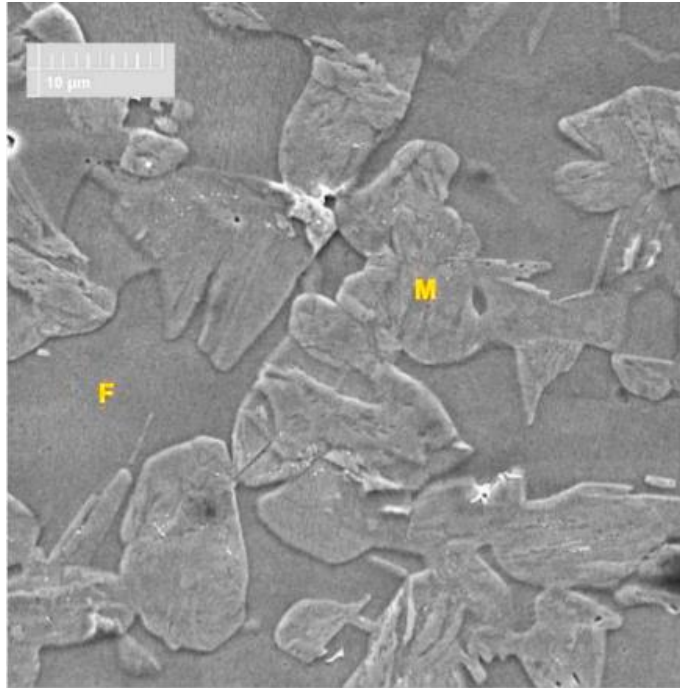
Figura 2: Imagem de microscopia eletrônica de varredura de uma amostra do aço 410D temperada em água. M: Martensita.



Fonte: Faria et al. (2020)

O aço inoxidável 410D apresenta uma estrutura composta pelas fases ferrita e martensita quando temperado após austenitização intercrítica. Faria et al. (2020) submeteram as amostras em diversas condições, variando o tempo e a temperatura de austenitização. Na Fig. 3, ao temperar o aço a uma temperatura intercrítica, 825 °C, por 15 min, foi encontrado uma microestrutura bifásica, ferrita/martensita.

Figura 3: Aço 410D após temperado e apresentando fases martensítica (M) e ferrítica (F)



Fonte: Faria et al. (2020)

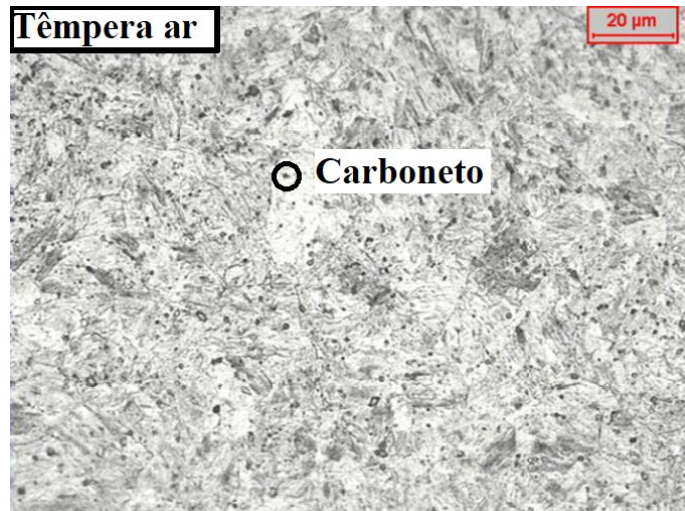
Os resultados do trabalho de Faria et al. (2020) indicaram que com aumento do tempo e temperatura intercrítica a fração de volume de martensita aumentou após têmpera. Segundo os autores, o crescimento de martensita se deu pelo aumento de austenita formada.

3.1.3 Características do aço inoxidável 420A

O aço inoxidável 420A, também conhecido como UNS S42000/SUS420J1, é da família dos aços martensíticos e a principal característica é a capacidade de ser endurecido por tratamento térmico. Quando endurecidos atingem altos níveis de resistência mecânica permitindo que sejam utilizados em instrumentos de corte como peças cirúrgicas, lâminas para facas e para equipamentos industriais (MARCUCI et al. 2013; APERAM, “s.d”).

Nos estudos de Alcândara et al. (2021) utilizando o aço AISI 420 com 0,19% de teor de carbono e 12,1% de teor de cromo, as amostras foram submetidas a 1050 °C por 5 min e resfriadas ao ar, que resultou em uma dureza de cerca de 474 HV. Neste mesmo estudo, os resultados indicaram que os carbonetos $M_{23}C_6$ (M=Fe.Cr) após a tratamento não foram completamente dissolvidos, como mostra a Fig. 4, os carbonetos presentes na matriz martensítica.

Figura 4: Imagem microscópica da liga 420A temperada a ar com ataque vilella



Fonte: Alcântara et al. (2021) (Adaptado)

Embora a dureza do aço martensítico esteja ligada à porcentagem de carbono, a temperabilidade também está ligada aos outros elementos de liga, como níquel. Assim, ao aumentar o percentual de carbono, apesar de elevar a resistência da martensita, favorece a ligação do carbono com cromo formando carboneto de cromo, o que pode levar a danos por fragilidade de impacto e baixa resistência à corrosão. Então, para combinar a resistência à corrosão com elevada resistência mecânica e ductilidade é necessário diminuir o percentual de carbono, o que pode ser uma perda na transformação da austenita em martensita. A fim de compensar a redução de carbono, é necessário adicionar elementos de liga, como o Níquel (Ni). Este elemento tem a capacidade de estabilizar a transformação austenita-martensita, já que limita a formação de ferrita delta (δ) durante temperaturas elevadas (DALMAU et al. 2018).

3.2 Tratamento térmico

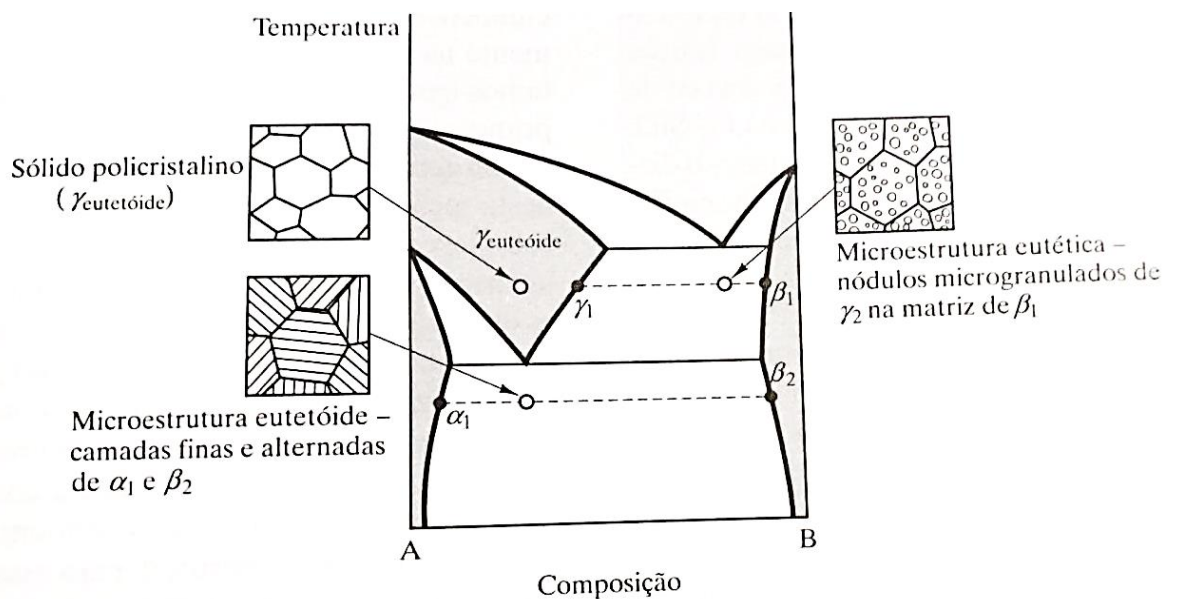
O uso de tratamento térmico em ligas metálicas é uma prática comum utilizada para alteração das características do material. Na maior parte dos casos, os tratamentos térmicos consistem em aquecimento e resfriamento, sendo mais comum: recozimento, normalização, têmpera e revenimento (CALLISTER, 2002).

A primeira etapa do tratamento térmico convencional envolve a passagem do aço a temperatura ambiente, geralmente formado por uma matriz de ferrita α com estrutura cristalina

de corpo centrado, para o campo monofásico austenítico. As temperaturas de transformação de fase entre ferrita, austenita e cementita são chamadas de “temperaturas críticas” (COLPAERT, 2008).

Os tratamentos térmicos convencionais, em geral, ficam na região intercríticas, sendo A_{e1} temperatura crítica inicial em equilíbrio, abaixo desta não existe austenita e A_{e3} temperatura final em equilíbrio, acima deste todo material é austenita. (COLPAERT, 2008). A microestrutura do material está diretamente relacionada a fase presente, portanto, para guiar os tratamentos térmicos é importante observar o diagrama de fases da liga (diagrama de equilíbrio), Fig. 5. Este funciona como um mapa que relaciona a composição química, temperatura e quantidade das fases em equilíbrio, mostrando quais estão mais estáveis a depender da composição química, pressão e temperatura. A área nos diagramas, assim como as posições, formatos das linhas, e intersecções presentes, são controladas por princípios termodinâmicos e as propriedades termodinâmica dos constituintes presentes (RHINES, 1956 Apude HANDBOOK, 1992).

Figura 5: Microestrutura representativa para um diagrama de fases eutetóide



Fonte: Shackelford (2008)

A obtenção da estrutura martensítica do aço está subordinada ao campo austenítico limitado pela composição química do material (CENTENO, 2018).

3.3 Formação da austenita

Embora o acesso à austenita seja mais difícil por ser feita à elevadas temperaturas, as características da sua microestrutura têm papel determinante no resultado da maioria dos tratamentos térmicos. Portanto, conhecer o mecanismo de formação da austenita é de grande importância. A formação da austenita é um processo que ocorre durante o aquecimento e manutenção do aço no patamar de campo austenítico. Nos tratamentos térmicos, a austenita é formada pela nucleação e crescimento a partir da microestrutura do aço (COLPAERT, 2008).

No caso do aço carbono hipoeutectóide, a temperatura ambiente e pressão normal, após o resfriamento lento a microestrutura consiste predominantemente de perlita e ferrita. Quando o aço é aquecido a uma temperatura acima da A_{e1} a austenita começa se formar primeiramente no contorno de grão da perlita e depois na ferrita. Na ferrita, os pontos triplos são pontos de nucleação preferencias. Após atingir a temperatura final de austenitização A_{e3} a transformação da austenita é finalizada (SAVRAN et al., 2007; SAVRAN; OFFERMAN; SIETSMA, 2010).

A escolha dos parâmetros da austenitização, taxa de aquecimento, temperatura e tempo de austenitização, são importantes não somente para garantir completa austenitização do aço, mas também na homogeneização da composição química da austenita e do tamanho de grão.

3.3.1 Efeito da taxa de aquecimento

A influência da taxa de aquecimento na austenitização no que tange à distribuição do tamanho de grão foi apontado em alguns estudos envolvendo os aços carbonos e aços de baixa liga (GUTIÉRREZ et al., 2013; DANON et al., 2003). Gutiérrez et al. (2013) identificaram a estrutura dos grãos austeníticos de um aço martensítico com teor de 9% em peso de Cr como homogêneo ou heterogêneo. A estrutura homogênea foi caracterizada por uma distribuição suave de tamanho de grãos equiaxiais normalmente crescidos. Já a estrutura heterogênea consistia em um crescimento exagerado de alguns grãos austeníticos envolvidos em uma matriz média ou pequena. Além disso, os autores notaram que para taxa de aquecimento de 1 °C/s apenas grãos homogêneos foram observados, enquanto para taxa de aquecimento maiores de 50 °C/s grãos heterogêneos foram observados. Uma possível explicação deste fenômeno seria a precipitação de partículas de segunda fase.

A taxa de aquecimento também pode influenciar a austenitização do aço, como indicado no trabalho de Mohanty, Girina, Fonstein (2011). Os autores variaram a taxa de aquecimento em 10 °C/s e 50 °C/s, para um aço bifásico de baixo carbono. Foi observado que o aumento da taxa de aquecimento retarda a formação da austenita, isso se dá ao fato de que a taxa de difusão do carbono é menor, reduzindo o número de grãos de ferrita recristalizados. Com isso, com a taxa de aquecimento mais elevada a quantidade de núcleo de austenita formado no contorno de grão da ferrita é menor que com a taxa de aquecimento mais baixa. Ademais, a taxa de aquecimento menor resultou em maior resistência a tração para o material estudado, o que está associado ao aumento do volume de austenita.

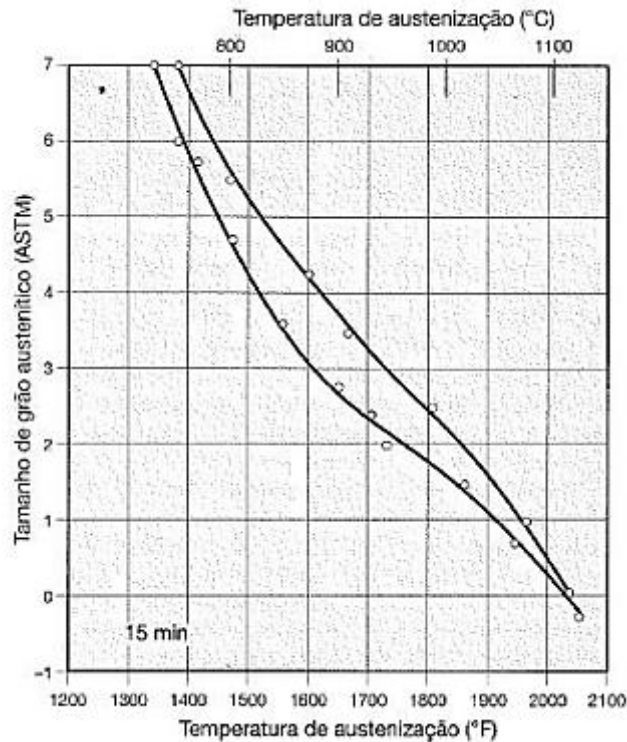
3.3.2 Efeito da temperatura de austenitização

A temperatura na qual o material se encontra dentro da fase γ é chamada de temperatura de austenitização. Recentes estudos indicam que a temperatura de austenitização afeta a cinética de formação da austenita devido as mudanças produzidas pela composição química (precipitação/dissolução de fases) e o tamanho de grão (MOURA et al 2022, BETTANINI et al, 2019).

Existem estudos que afirmam que com uma variação de em torno de 40 °C o tamanho de grão pode ser reduzido de cerca de 100 μm a alguns micrometros em aços de baixo teor de carbono (YANG; BHADSHIA, 2009; HANAMURA et al., 2013). No estudo de Souza, Moreira, Faria (2020), um aço de 0,1 % em peso de carbono, foi aquecido, de forma contínua, até 920°C, 1000°C, 1150°C e 1300°C, por 180 segundos, os autores encontraram um aumento gradual do TGAP. Contudo, a distribuição do tamanho do grão foi relativamente heterogênea, sendo identificada pelo alto desvio padrão da amostragem.

Segundo a Fig. 6, é evidente que quanto maior a temperatura de austenitização, maior o grão austenítico obtido para um aço desoxidado com silício (COLPAERT, 2008).

Figura 6: Exemplo do efeito da temperatura de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico



Fonte: Colpaert (2008)

A temperatura também afeta a dissolução dos precipitados. Bettanini et al. (2019) mediram a porcentagem do carboneto de cromo do tipo $M_{23}C_6$ no aço inoxidável AISI 410 ao aquecer o material até 1000 °C, com diferentes taxas de aquecimento. Os autores obtiveram resultados que indicam que a porcentagem de carboneto caiu drasticamente com aumento da temperatura, independente da taxa de aquecimento. O resultado da dissolução do carboneto levou ao aumento de cromo em soluto, retardando a austenitização da ferrita.

3.3.3 Efeito do tempo austenitização

O tempo de austenitização é o tempo que o material é mantido em uma determinada temperatura de austenitização, tendo um efeito significativo na microestrutura e nas propriedades do aço. Os estudos encontrados na literatura acerca do tempo de austenitização ressaltam principalmente seu efeito no tamanho de grão austenítico e na dissolução dos precipitados (XU et al., 2012; ZHAO et al., 2022; RAJI; OLUWATE, 2012; VERDIERE et al., 2020; YANG et al., 2022)

A dissolução dos carbonetos é um processo difusional relativamente lento. Durante o aquecimento acima da temperatura A_{e3} , inicialmente toda a ferrita e parte dos carbonetos são transformados em austenita. Então depois, o restante dos carbonetos se dissolve, a dissolução de carbonetos em austenita requer partição de carbono e outros elementos de liga durante a austenitização. Elementos de liga como Cr ou Mn levam a uma duração mais longa do período de incubação da nucleação da austenita, além de uma menor taxa de nucleação em comparação com as ligas Fe-C, o que pode ser explicado pelo elemento de liga afetando tanto a estabilidade do carboneto quanto os fluxos de difusão (VERDIERE et al. 2020; JUDD, PAXTON, 1968).

O tempo de austenitização tem forte efeito no tamanho de grão. Em um tratamento isotérmico, a relação aproximada do tempo de austenitização e tamanho de grão pode ser descrita abaixo:

$$D = k_1 \sqrt{t} \quad (3.1)$$

Sendo D o tamanho de grão, t é o tempo de austenitização e K_1 uma constante que depende da temperatura e do aço trabalho (COLPAERT, 2008).

Zhao et al. (2022) investigaram o efeito do tempo de austenitização no tamanho de grão em um aço de baixa liga. Quando o tempo de austenitização é igual a zero, o grão austenítico é fino e uniforme, porém com aumento do tempo o tamanho do grão austenítico aumenta. Alguns grãos de austenita são engolidos devido à migração do contorno de grão, que geralmente é considerada o mecanismo de crescimento de grão (HOLM; FOLIES, 2010). Com aumento do tempo de austenitização, e conseqüentemente aumento do grão austenítico prévio, a resistência do aço diminui (RAJI; OLUWOLE, 2012).

3.3.4 Efeito do tamanho de grão austenítico nas propriedades mecânicas

Compreender e controlar o crescimento de grãos é importante para quase todos os materiais de engenharia. Um tamanho de grão fino e estável é desejável para a maioria dos materiais que dependem de resistência, tenacidade ou conformabilidade, incluindo a maioria dos materiais nanocristalinos. No entanto, o tamanho de grão grande é preferível em alguns sistemas importantes, como pás de turbina de superliga e fotovoltaicos de silício (HOLM; FOLIES, 2010).

O refino do tamanho de grão é considerado um método eficiente para o aumento a resistência mecânica e tenacidade. Isso pode ser explicado pelo fato de os contornos agirem como fronteiras intransponíveis para as discordâncias, fazendo com as discordâncias causem tensão nos grãos adjacentes. Em grãos maiores ou mais grosseiros a energia interfacial é menor que em grãos mais finos, pois existe menos área de contorno total. Impedir esse movimento de deslocamento impedirá o início da plasticidade e, portanto, aumentará a resistência ao escoamento do material (CALLISTER, 2002).

A equação de Hall –Petch, (eq. 3.2) formula a relação entre o limite de escoamento (σ) e o tamanho de grão (D) (CALLISTER, 2002).

$$\sigma = \sigma_0 + k_2 \cdot \frac{1}{\sqrt{D}} \quad (3.2)$$

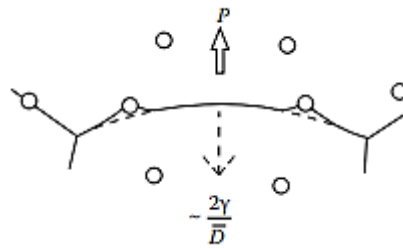
Onde σ_0 é uma constante do material na tensão inicial para movimento de deslocamento e k_2 é o coeficiente de reforço (uma constante específica para cada material).

3.4 Precipitados de segunda fase

A presença de microestruturas de segunda fase, como por exemplo precipitados de carbonetos, podem afetar a nucleação e crescimento do grão austenítico. A presença de carboneto não dissolvido pode suprimir o crescimento do grão de austenita (PAEFTHYMIU; BOUZOUNI; PETROV, 2018).

A obtenção de uma estrutura homogênea da austenita, com grãos austeníticos pequenos no tratamento térmico, é muitas vezes almejada. A dispersão fina de partículas de segunda fase pode ser usada com objetivo de controle do tamanho do grão uma vez que a relação das partículas de segunda fase e do contorno de grão geram uma interação suficiente para balancear a força motriz responsável pelo crescimento de grão, Fig.7 (PORTER; EASTERLING; SHERIF, 2009; COLPAERT, 2008).

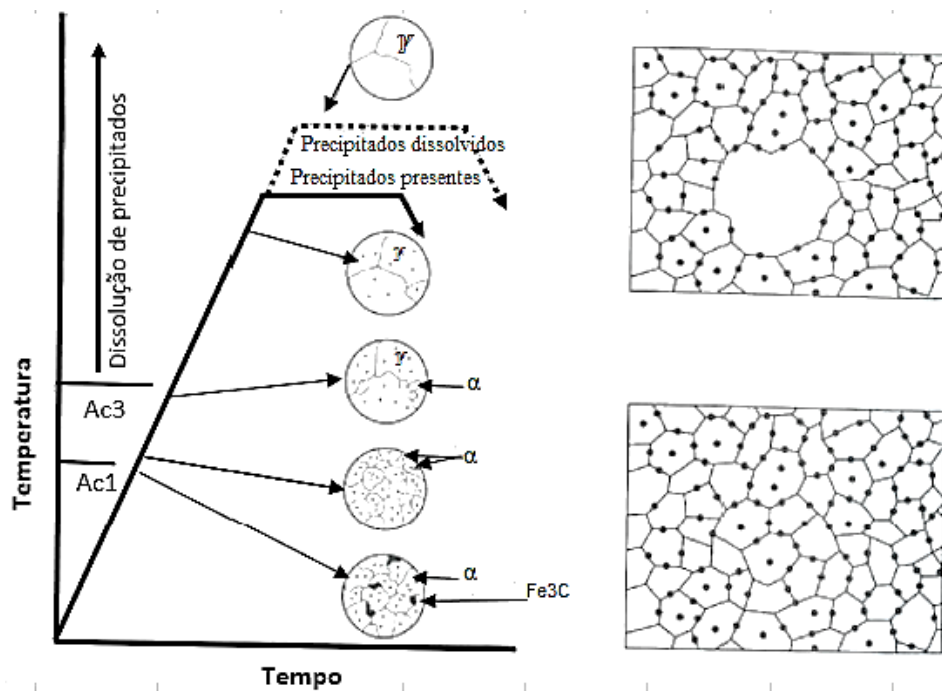
Figura 7: Efeito das partículas de segunda fase interagindo com o contorno de grão



Fonte: Porter; Easterling; Sherif (2009)

Entretanto, com a dissolução destes precipitados ocorre a transição dos grãos pequenos e homogêneos para grãos grosseiros, Fig. 8. O processo de dissolução depende do tempo de austenitização e da homogeneidade da dispersão das partículas.

Figura 8: Representação esquemática, do processo de austenitização, de um aço hipoeutectóide contendo partículas de segunda fase.



. Fonte: Colpaert (2008) (Adaptado)

O carbono, elemento intersticial, pode ficar na forma de precipitado de carboneto em temperaturas baixas. Para temperaturas superiores a 1000 °C os carbonetos se dissolvem, porém quando resfriados estes podem voltar a se formar (PAREDES, 2020; HONEYCOMBE; BHADSHIA, 2006). Darwish e Elliott (2013) estudaram o efeito da dissolução dos carbonetos no teor de carbono do grão austenítico com aumento da temperatura, concluindo que o tempo

de austenitização afeta a saturação de carbono na austenita, porém sendo predominante no estágio inicial da austenitização. A cinética para a formação da austenita nas ligas de Fe-C dependem tanto da difusão intersticial do carbono como de outros elementos de liga, por exemplo Cr, que podem diminuir a taxa de transformação da austenita (PAEFTHYMIUO; BOUZOUNI; PETROV, 2018 e BETTANINI et al., 2019).

3.4.1 Endurecimento por precipitação de partículas de segunda fase

Outra influência dos precipitados de segunda fase é no processo de endurecimento por precipitação. Os precipitados formados durante a decomposição da austenita são chamados de carbonetos de segunda fase, sendo mais estáveis e finos. A rede de carbonetos pode servir de obstáculo ao movimento de discordância e evitar o deslizamento dos contornos de grão, endurecendo o metal (SCHACKELFORD, 2008 E ASKELAND; PHULE, 2008).

Os aços inoxidáveis são susceptíveis a precipitados de carboneto de cromo, como o carboneto do tipo $M_{23}C_6$ ($M=Cr$), e estes quando finos e dispersos nos contornos de grãos podem levar ao endurecimento por precipitação. Além disso, a dissolução do carboneto de cromo tem uma grande importância na formação da austenita, uma vez que a elevadas temperaturas a dissolução deste carboneto pode retardar a austenitização da ferrita (BONIARDI; CASAROLI, 2014; BETTANINI et al., 2019; ARMAKI et al., 2010).

O conhecimento sobre o carboneto $Cr_{23}C_6$ é fundamental para determinar corretamente o tratamento térmico e otimizar as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis. Além do carboneto atuar como endurecimento por precipitação, este possui elevada dureza. No estudo de Lenda et al. (2022), através de nanoidentação do aço Fe-19Cr-8Ni, foi possível observar uma dureza de 8 GPa para o carboneto em diferentes condições de tratamento por envelhecimento.

3.4.2 Carboneto de cromo do tipo $M_{23}C_6$

Os precipitados de $M_{23}C_6$ desempenham um papel mais importante do que os precipitados MX no controle do crescimento dos subgrãos, principalmente porque as partículas

$M_{23}C_6$ têm um tamanho semelhante à espessura dos limites do subgrão durante o envelhecimento estático de longo prazo ou fluência (ARMAKI, 2011).

O crescimento e alargamento do $M_{23}C_6$ estão diretamente relacionados à difusividade dos elementos de liga e à autodifusão do ferro, que dependem muito da temperatura. O aumento do tamanho de partícula e uma redução no número de partículas, ambos os quais têm um efeito negativo no desempenho mecânico. (HU et al., 2006)

Um dos principais elementos formadores do carboneto do tipo $M_{23}C_6$ é o cromo, sendo $Cr_{23}C_6$ uma nanopartícula, que com aumento da temperatura e tempo, o tamanho médio cresce e se desloca para o contorno de grão ou para o contorno da ripa de martensita (GODEC; BALANTIČ, 2016).

Segundo Tamura et al. (2006) pode-se assumir que o tamanho do precipitado é igual ao tamanho do cristalito, sendo a equação de Scherrer, Eq. 3.3 uma das mais utilizadas

$$D_c = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.3)$$

Sendo,

D_c = tamanho do cristalito (nm),

K = constante de Scherrer igual a 0.9,

λ = comprimento de onda do difrator de raio X (0,15406 para tubo de cobre)

β = FWHM em radianos (largura total a meia altura do pico de difração)

θ = posição do pico em radianos

A equação de Scherrer é uma ferramenta vastamente utilizada para detectar o tamanho de cristalito em amostras policristalinas. Contudo, a aplicação para cristalitos de tamanho grandes não é garantida a confiabilidade, pois sua teoria é baseada na cinemática de difração de raio X (MUNIZ et al., 2016).

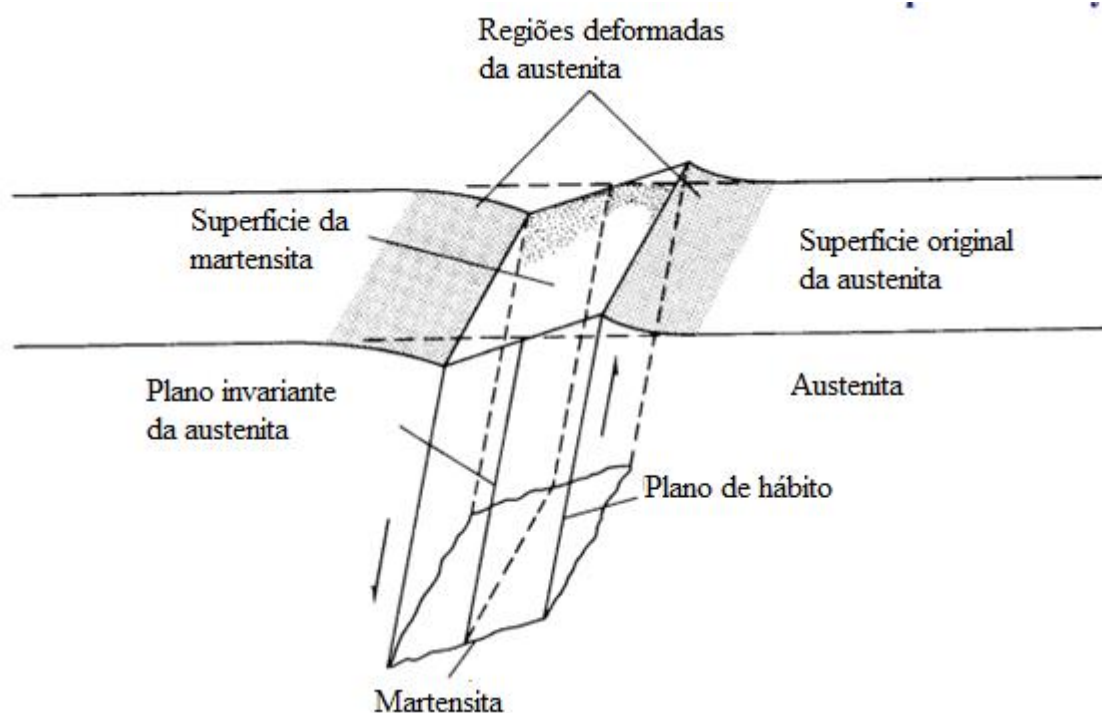
3.5 Transformação da martensita

À medida que a austenita é resfriada a mobilidade atômica fica cada vez mais restrita, assim quando não há mais condições para reorganização dos átomos através do processo de difusão e movimentos significativos dos átomos nas interfaces, a liga se organiza em estruturas

de menor energia do que a austenita. Estas estruturas de menor energia estão associadas a mudança da estrutura cristalina da austenita, e não a mudança da sua composição química. O principal exemplo de fase formada por esta transformação da austenita é a martensita, que tem uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (COLPAERT, 2008).

Como o processo de transformação da martensita é adifusional, portanto, esta possui a mesma concentração de carbono presente na austenita. Os átomos de carbono não difundem e a transformação ocorre por cisalhamento ou o movimento cooperativo de um grande número de átomos. A Fig. 9 mostra esquematicamente a formação de um martensítico cristal (COHEN, 1962, apud HANDBOOK, 1990; KRAUSS, 1989, apud HANDBOOK, 1990).

Figura 9: Representação esquemática da formação da martensita cristal



Fonte: HANDBOOK (1990)

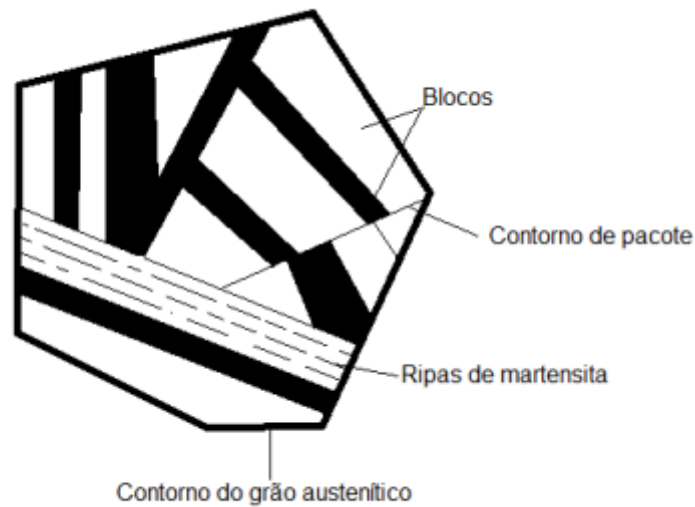
Segundo Zhao e Notis (1995), as transformações martensíticas podem ocorrer de duas formas: atérmica ou isotérmica. Na primeira, a quantidade de austenita transformada depende da temperatura e a reação prossegue como resultado da mudança desta temperatura, é independente do tempo. Na segunda forma, a martensita cresce isotermicamente, isto é, a transformação prossegue com o tempo. Embora haja evidências de formação isotérmica da martensita em aços não comerciais, na maioria dos aços ocorre a formação da martensita atérmica.

Considerando as transformações atérmicas da martensita, existe uma temperatura na qual a energia livre da fase austenita é igual a energia livre da fase martensita, ou seja, T_0 . No entanto, a transformação não tem início na T_0 e sim numa temperatura mais baixa, M_s , temperatura de início de formação da martensita. Estudos indicam que a temperatura M_s martensita diminui significativamente com o aumento da concentração de carbono nos aços, a maioria dos elementos de liga reduzem a M_s , exceto o cobalto. A razão pelo qual o carbono sólido reduz a temperatura de início de formação da martensita é sua influência na resistência ao cisalhamento da austenita, uma grande força motriz é requerida para iniciar o cisalhamento para a formação da martensita em ligas com alta concentração de carbono (KRAUSS, 1989, apud HANDBOOK, 1990).

A redução do tamanho de grão austenítico também abaixa significativamente a temperatura M_s (YANG; BHADSHIA, 2009; CELADA-CASERO; SIETSMA; SANTOFIMIA, 2019; GAO et al., 2014; GUIMARÃES; RIOS, 2010). Um argumento é que o refinamento do tamanho de grão da austenita leva ao reforço Hall-Petch da austenita, dificultando assim a formação da martensita devido a maior resistência ao movimento das discordâncias envolvidas no processo de nucleação (GHOSH; OLSON, 1994).

Existem duas morfologias da martensita, em ripas e em placas, para aços de baixo e médio teor de carbono a forma de martensita em ripa é predominante. As ripas da martensita são caracterizadas por se disporem em um arranjo paralelo, estruturando-se em blocos e pacotes, que subdividem a austenita prévia, Fig. 10. O pacote é reconhecido como um grupo de blocos com direções alongadas semelhantes (KRAUSS, 1979, apud HANDBOOK, 1990; MORITO et al., 2022).

Figura 10: Arranjo das ripas da martensita



Fonte: Tamura et al. (1987)

Segundo Back e Surreddi (2019) quanto menor o tamanho de grão menor mais fina as ripas de martensita, isso acontece, pois, as ripas colidem e param de crescer mais cedo em grãos menores. Além disso, o teor de carbono também influencia a espessura das ripas de martensita, a microestrutura se torna mais fina e mais complexa quanto maior o teor de carbono (MORITO et al., 2022). Portanto, a martensita também pode ser afetada pela dissolução dos carbonetos, uma vez que o carbono representa a maior contribuição para a resistência da martensita (VERDIERE et al., 2020).

3.6 Reozimento

O processo de reozimento acima zona crítica (recozimento pleno) ou dentro da zona crítica (recozimento intercrítico), seguido de um resfriamento lento (dentro do forno, por exemplo) pode ser usado para restituir as propriedades do material alteradas por um tratamento mecânico ou térmico anterior. Ainda o reozimento pode ser usado para homogeneizar estruturas brutas de fusão (COLPAERT, 2008).

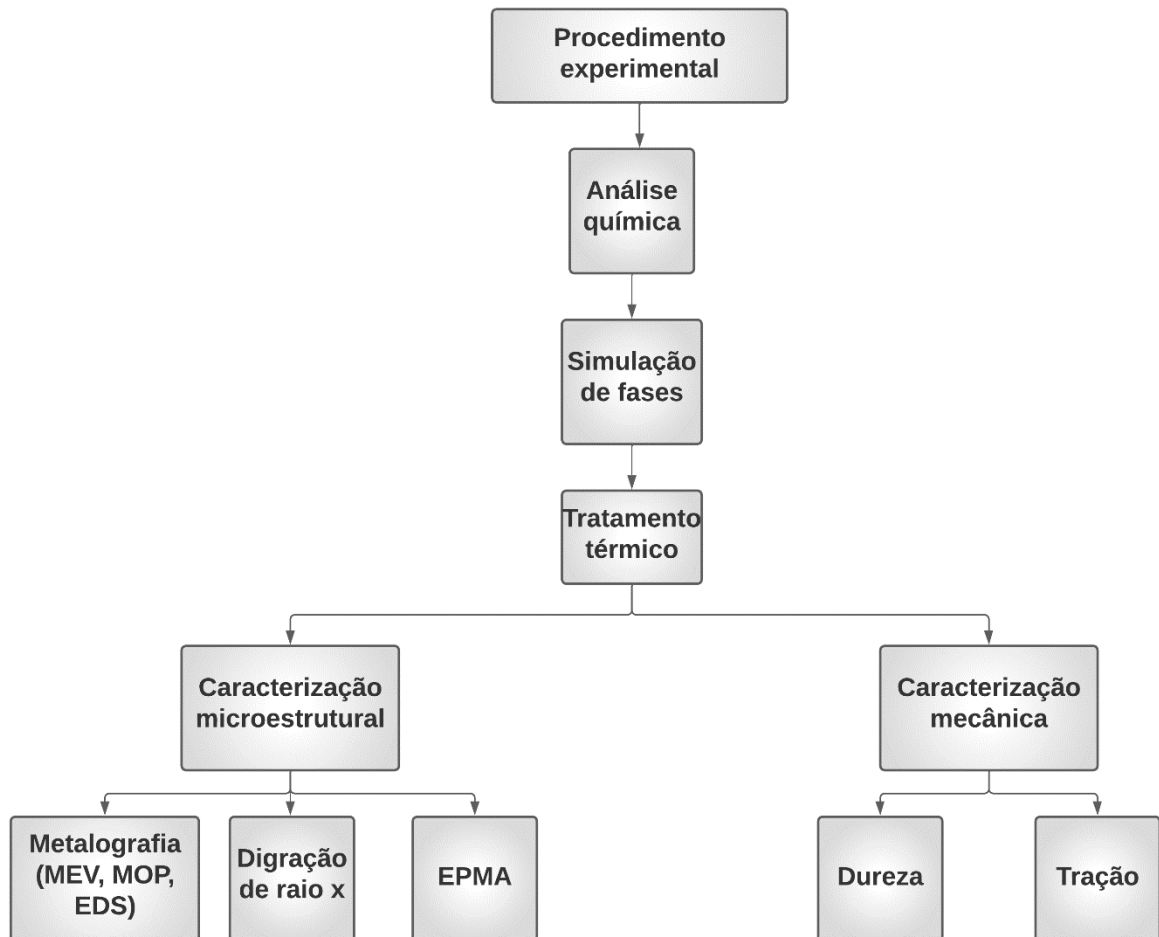
O reozimento geralmente é utilizado para controle da fase perlita e homogeneização do material, visto que a taxa de resfriamento é lenta e homogênea. Estudos indicam que uma alta densidade de textura de fibra γ formada no final chapas recozidas é benéfica para reduzir o enrugamento das chapas (HUH; ENGLER, 2001; LEE; SHIN; NAM, 2005).

Estudos recentes têm observado o efeito do recozimento sobre a precipitação de fases. Zeilinski, Wersta, Sroka (2022) ao manterem o aço 304H por longos períodos a 650 °C e 750 °C observaram que o processo leva a precipitação diversas fases como $M_{23}C_6$, MX carbonetos, fases σ , Z e ϵ -Cu. Além disso, o processo também modificou a resistência à fluência do material. Moura et al. (2022) também estudaram a precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ após o processo de recozimento nos aços AISI 410 e AISI 420, sendo o aço AISI 410 aquecido a 795 °C e AISI 420 a 770 °C, para as ambas amostras o tempo de austenitização foi de 30 s. Para o aço AISI 410 houve um aumento de quase 80% de carboneto de cromo, já para o aço AISI 420 o aumento foi de apenas 8%.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção são apresentados os materiais, os métodos e equipamentos utilizados na execução desta pesquisa. A sequência das atividades realizadas pode ser visualizada no fluxograma apresentado na Fig. 11.

Figura 11: Fluxograma do procedimento experimental para caracterização microestrutural e de comportamento mecânico



Fonte: Própria autora

4.1 Materiais e análise química

Os aços estudados neste trabalho foram entregues em forma de chapas, que foram laminadas a quente e recozidas. O aço inoxidável ferrítico UNS S41003/EN 1.4003 é conhecido comercialmente como 410D (FARIA et al., 2020; APERAM, “s.d”) e o aço inoxidável martensítico UNS S42000/SUS420J1 é conhecido comercialmente 420A (APERAM, “s.d”).

A análise química dos materiais foi realizada utilizando 3 (três) equipamentos distintos devido a maior precisão dos resultados em função da técnica, do elemento químico e do tipo de material.

- O carbono e o silício foram analisados técnica de absorção de infravermelho no equipamento do fabricante Leco, modelo CS4440;
- Nitrogênio analisado pela técnica de termocondutividade no equipamento do fabricante Leco, modelo TC4360;
- Os demais elementos químicos dos aços inoxidáveis analisados pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios-x no equipamento do fabricante ThermoARL, modelo 9900

4.2 Predição termodinâmica das fases presentes no equilíbrio

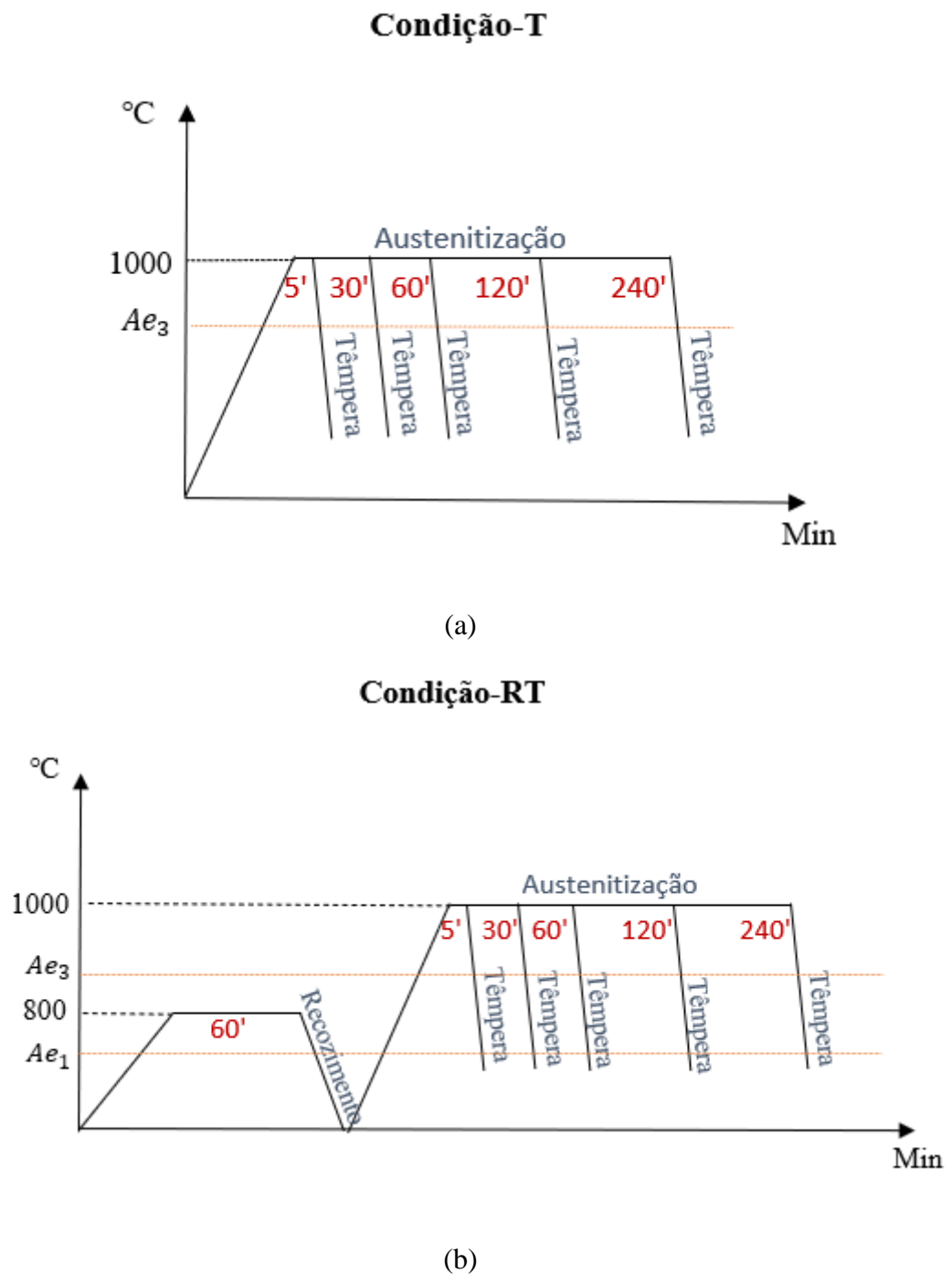
Ambos os aços estudados neste trabalho são susceptíveis a precipitação de segunda fase, em geral precipitados de carbonetos ou carbonitretos, podendo causar alteração nas propriedades mecânicas e na microestrutura final das amostras. Além disso, devido à forte influência da composição química da austenita em equilíbrio, foi realizada uma simulação termodinâmica com o objetivo de estimar a estabilidade relativa das fases em condição de equilíbrio. Foi utilizado o software Matcalc, versão da base de dados mc_fe_v2.057.tdb.

4.3 Tratamento térmico

Para analisar o efeito do tempo de austenitização nas amostras dos aços 410D e 420A foram realizadas duas condições de tratamento térmico como descrito na Fig. 12a e Fig. 12b. Na condição T os aços, no seu Estado de Fornecimento (EF), foram austenitizados a 1000 °C variando o tempo de austenitização de 5 min a 240 min, em seguida temperados em água. Na

condição RT, as amostras foram recozidas a 800 °C, e resfriadas no forno, em seguida foram austenitizadas a 1000 °C variando o tempo de austenitização de 5 min a 240 min, e por fim temperadas em água. A taxa de aquecimento foi de 1,11 °C/s.

Figura 12: Condições dos tratamentos térmicos realizados para os aços 410D e 420A.
Sendo (a) condição T e (b) a condição RT



Fonte: Autoria própria

A codificação empregada para identificação das amostras é baseada no tipo de aço inoxidável trabalhado (XX), condição do tratamento térmico (YY) e tempo de austenitização (ZZ).

Tabela 2: Codificação empregada na identificação das amostras

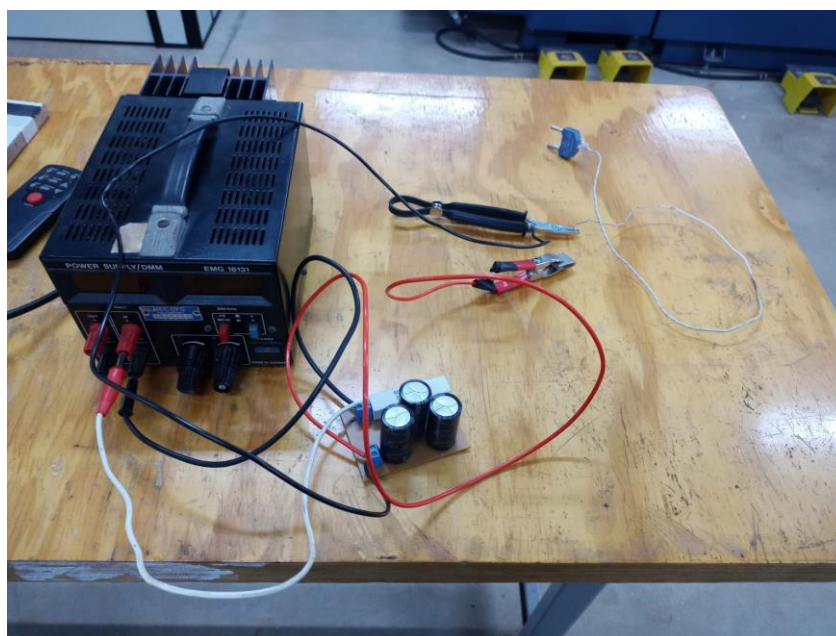
Identificação	Condição de tratamento térmico
XXYYZZ	Aço inoxidável, condição de tratamento, tempo de austenitização
410EF	Aço 410D, no Estado de Fornecimento
410T5	Aço 410D, condição T, austenitizada por 5 min
410T30	Aço 410D, condição T, austenitizada por 30 min
410T60	Aço 410D, condição T, austenitizada por 60 min
410T120	Aço 410D, condição T, austenitizada por 120 min
410T240	Aço 410D, condição T, austenitizada por 240 min
410R	Aço 410D, Recozimento intercrítico
410RT5	Aço 410D, condição RT, austenitizada por 5 min
410RT30	Aço 410D, condição RT, austenitizada por 30 min
410RT60	Aço 410D, condição RT, austenitizada por 60 min
410RT120	Aço 410D, condição RT, austenitizada por 120 min
410RT240	Aço 410D, condição RT, austenitizada por 240 min
420EF	Aço 420A, no Estado de Fornecimento
420T5	Aço 420A, condição T, austenitizada por 5 min
420T30	Aço 420A, condição T, austenitizada por 30 min
420T60	Aço 420A, condição T, austenitizada por 60 min
420T120	Aço 420A, condição T, austenitizada por 120 min
420T240	Aço 420A, condição T, austenitizada por 240 min
420R	Aço 410D, Recozimento intercrítico
420RT5	Aço 420A, condição RT, austenitizada por 5 min
420RT30	Aço 420A, condição RT, austenitizada por 30 min
420RT60	Aço 420A, condição RT, austenitizada por 60 min
420RT120	Aço 420A, condição RT, austenitizada por 120 min
420RT240	Aço 420A, condição RT, austenitizada por 240 min

Fonte: Própria autora

Os parâmetros de temperatura foram escolhidos, pois o material já estaria completamente austenitizado a 1000 °C, e o recozimento a temperatura intercrítica de 800 °C foi escolhido devido a estudos prévios com parâmetros similares (MOURA et al., 2022; SUN et al., 2020; BONIARDI; CASAROLI, 2014). Já a taxa de aquecimento rápida foi determinada com objetivo de alcançar grãos austeníticos homogêneos, assim como evidenciado no estudo de Guitérrez et a. (2013).

Para garantir maior confiabilidade da temperatura, foi realizada a verificação da temperatura no forno com auxílio de um termopar tipo J, Fig. 13, o experimento consistiu em soldar a ponta do termopar em uma amostra teste e colocá-la no forno junto as amostras ensaiadas, verificando quando a amostra atingiria a temperatura desejada.

Figura 13: Bancada de solda do termopar na amostra de aço inoxidável



Fonte: Aatoria própria

Os tratamentos térmicos de todas as condições foram realizados em um forno elétrico, marca Jung (Fig 14), modelo até 1000 °C.

Figura 14: Forno utilizado nos tratamentos térmicos



Fonte: Autoria própria

4.4 Caracterização microestrutural

As características microestruturais dos corpos de provas ensaiados nos tratamentos térmicos foram analisadas na seção longitudinal na direção da laminação. Após os tratamentos térmicos as amostras foram retificadas, na retifica de marca ATLASMAQ Modelo RPA 800, em seguida lixadas com lixa d'água granulometria de 320#, 400#, 500#, 600# e 2000#. A finalização da preparação metalográfica consistiu em polir com alumina em suspensão de granulometria de 1 μm e 0,05 μm , e pasta de diamante de 1 μm .

Para o estudo das características microestruturais da martensita obtida, o ataque químico foi feito com o reativo vilella, de acordo com a norma ASTM E407 - 07(2015), solução 81. A composição química do reativo está apresentada na tabela 2.

Tabela 3: Ataque químico

Reagente	Composição	Utilização	Método de ataque
Vilella	<ul style="list-style-type: none"> • 1 g ácido pícrico • 100 mL etanol (95%) • 5 mL HCL 	Revela a microestrutura da matriz martensítica	Imersão

Fonte: ASTM E407 - 07(2015)

Para a determinação do tamanho de grão austenítico prévio (TGAP), a solução contendo 60 ml de viella, 20 ml de nital 5 % (5 ml HNO₃ + 95 ml etanol 99,8%) e 15 ml de detergente neutro foi utilizado pelo método de imersão. A quantidade de grãos mesurada foi estipulada até atingir um nível de confiança de no mínimo 95% para uma distribuição lognormal, esta foi considerada com base em pesquisas indicando que os TGAP seguem tal distribuição devido sua possível heterogeneidade (GUTIÉRREZ et al. 2022).

A microestrutura das amostras no estado de fornecimento e após tratamentos térmicos foram observadas usando microscópio óptico ZEISS IMAGE M2m (MOP) e microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL JSM IT300LV. A análise qualitativa da composição química das fases foi realizada usando espectroscópio de energia dispersiva (EDS, Oxford Instruments). Os estudos MEV e EDS foram feitos com tensão de aceleração de 15 kV e 500 nA de corrente.

As fases presentes nas amostras no EF e após tratamento térmico foram analisadas por meio da difração de raio X. As medidas de difração de raios X (DRX) foram realizadas em um difratômetro Bruker D8 Discover, utilizando-se radiação monocromática de um tubo com anodo de cobre acoplado a um monocromador Johansson para K α 1 operando em 40kV e 40mA, configuração Bragg-Brentano θ -2 θ , detector unidimensional Lynxeye®, intervalo de 2 θ de 30° a 100°, com passo de 0,01°. As amostras foram mantidas em rotação de 15 rpm durante a medida. A partir dos difratogramas e da Eq. 3.3 o tamanho do grão médio do cristalito das nanopartículas foram calculados.

Por fim, tendo em vista que o principal precipitado reportado na literatura revisada é o carboneto de cromo, a concentração deste elemento foi inspecionada por mapas de composição, obtidos por Microanalisadores de sonda eletrônica (EPMA - Electron Probe Microanalyzers). As amostras foram analisadas em microsonda eletrônica JEOL JXA-8230, com cristais TAP, PET/L-H e LIF-L/H.

4.5 Caracterização mecânica

4.5.1 Ensaio de dureza

Para análise de microestrutura e dureza as amostras com dimensão de espessura x comprimento x largura: 5 x 21 x 25 mm para 410D, e 4,5 x 21 x 22 mm para o aço 420A.

A dureza Vickers foi determinada para cada condição sendo aferidos 10 (dez) pontos aleatórios em cada amostra, de acordo com a norma ASTM E 92-82 (2013), com carga de 10 Kgf por 15s, esta carga foi escolhida por proporcionar uma medida global de dureza (LABIAPARI, 2015). O equipamento utilizado para as medições foi o durômetro modelo HM100 Mitutoyo. Os dados de dureza foram analisados com um nível confiança de 95% a fim de verificar se seguem uma distribuição normal.

4.5.2 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram executados na máquina servo-hidráulica de ensaios 60 t - Shimadzu UHF- 600KNX. As dimensões originais das peças eram espessura x largura x comprimento de: 5 x 26 x 210 mm para o aço 410D e 4,5 x 30 x 190 mm para aço 420A. Para ficar de acordo com a norma NBR 6152 (2002), anexo C, as peças foram usinadas no centro de usinagem ROMI – Modelo D600, de acordo com as especificações descritas a baixo.

Para o aço inoxidável ferrítico 410D:

- Raio de concordância de no mínimo 12 mm;
- Comprimento original (L_0): $L_0 = K\sqrt{S_0}$. Onde, o valor internacionalmente adotado para k é de 5,65 e S_0 é a área da seção transversal do comprimento paralelo, que tem 12,5 mm de largura e 5 mm de espessura. Portanto, $L_0 = 5,65\sqrt{12,5 * 5} = 45$ mm
- Comprimento paralelo (L_c): $L_c \geq L_0 + 1,5\sqrt{S_0} \therefore L_c \geq 57$ mm. O valor escolhido de L_c foi de 80 mm.

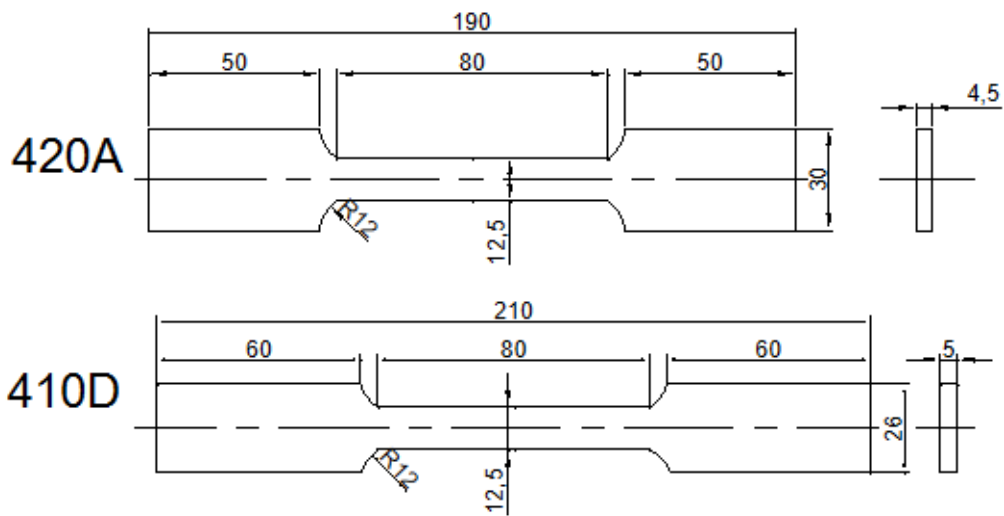
Para o aço inoxidável martensítico 420A:

- Raio de concordância de no mínimo 12 mm;
- Comprimento original (L_0): $L_0 = K\sqrt{S_0}$. Onde, o valor internacionalmente adotado para k é de 5,65 e S_0 é a área da seção transversal do comprimento paralelo, que tem 12,5 mm de largura e 4,5 mm de espessura. Portanto, $L_0 = 5,65\sqrt{12,5 * 4,5} = 42$ mm

- Comprimento paralelo (L_c): $L_c \geq L_0 + 1,5\sqrt{S_0} \therefore L_c \geq 53 \text{ mm}$. O valor escolhido de L_c foi de 80 mm.

As dimensões finais das amostras para ambos os aços estão representadas no desenho da Fig. 15.

Figura 15: Desenho de amostras utilizados no ensaio de tração para os aços 410D e 420A. Dimensões em mm



Fonte: Própria autora

A velocidade de tensionamento para ambos os aços foi de $10 \text{ N/mm}^2\text{s}^{-1}$, já este valor abrange um limite maior de módulo de elasticidade.

5. RESULTADO E DISCUSSÃO

5.1 Material no estado de fornecimento

A tabela 4 apresenta a composição química dos aços estudados no seu EF, de acordo a análise química descrita na seção anterior.

Tabela 4: Composição química dos aços estudos (% em peso)

Aço	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	N(ppm)
410D	0.0150	0.58	0.50	0.028	0.0008	11.16	0.34	160
420 ^a	0.3200	0.28	0.40	0.028	0.0011	12.18	0.19	137

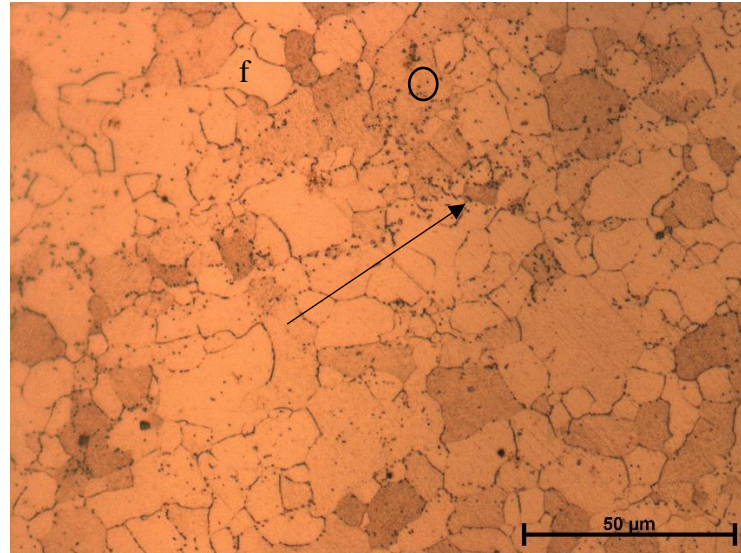
Fonte: Própria autora

Nota-se a presença dos elementos químicos austenitizantes: carbono, níquel, manganês e nitrogênio, que favorecem a estabilização da austenita γ , aumentando o campo da fase nos aços quando aquecidos. Além disso, nota-se a presença de cromo, elemento formador de carboneto (HANDBOOK, 1992).

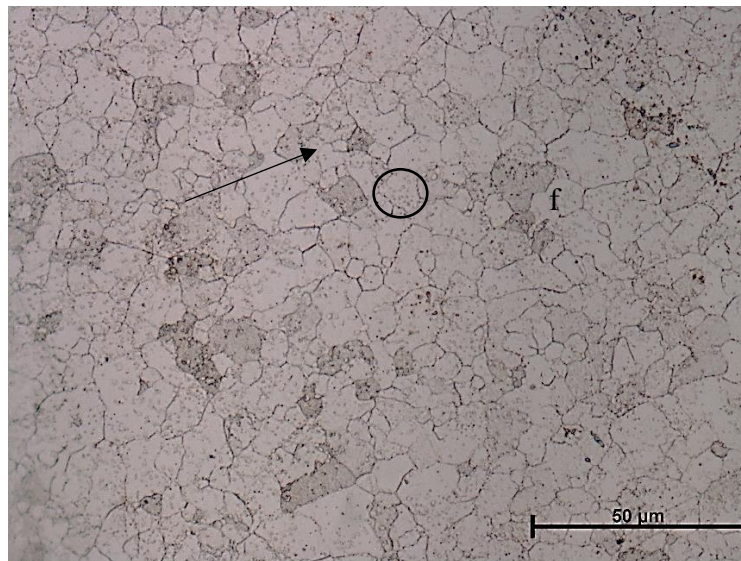
Apesar o aço 410D apresentar uma porcentagem em peso menor de carbono, principal elemento estabilizador de γ e formador de martensita, ele contém os elementos N, Ni e Mn com maior teor e Cr com um menor teor que o aço 420A. Tal balanço químico tende a favorecer a temperabilidade do aço 410D.

Os aços no seu estado de fornecimento, laminado e recozido, estão ilustrados nas Fig. 16(a) e Fig.(b). As características dos aços laminados foram apagadas pelo recozimento, sendo a microestrutura formada majoritariamente por grãos de ferrita poligonal, com tamanho de grão de (18 ± 5) μm para o aço 410D e (11 ± 3) μm para o aço 420A. Outra fase encontrada na microestrutura dos aços são os precipitados, que aparecem em bandas na direção da laminação dentro da matriz ferrita, de acordo com o apresentado na literatura (BETTANINI et al., 2019; HIDALGO et al. 2020).

Figura 16: Imagens da microestrutura dos aços (a) 410D e (b) 420A, no seu estado de fornecimento. “f” indica os grãos de ferrita, a seta indica direção da laminação e os precipitados estão indicados no círculo



(a)

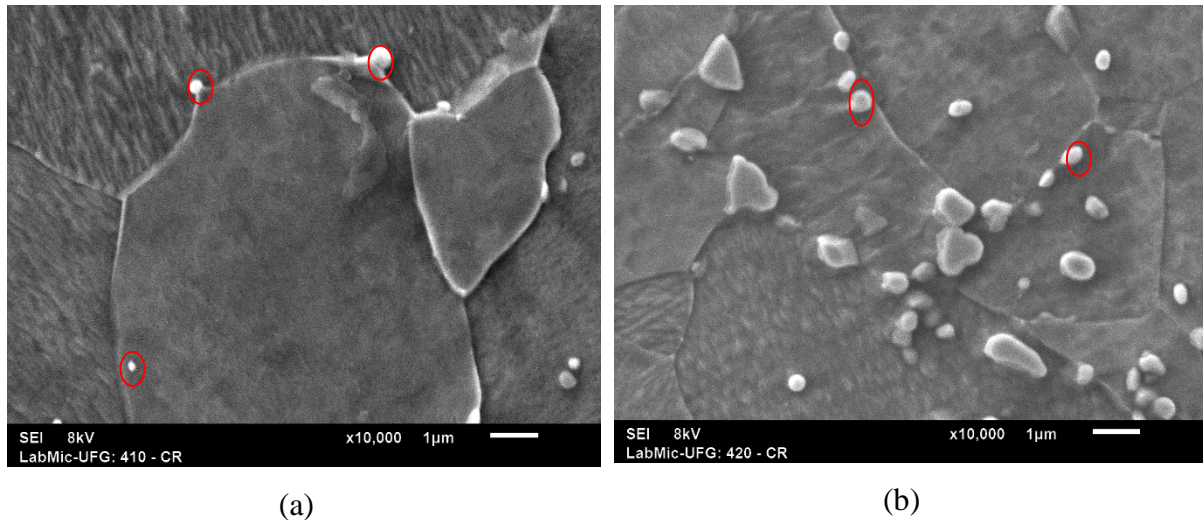


(b)

Fonte: Própria autora

As imagens de MEV obtidas dos aços 410D e 420A, Fig. 17(a) e Fig. 17(b), apresentam a estrutura esferoidizada dos precipitados, preferencialmente no contorno de grão, devido ser uma região de maior acúmulo energético.

Figura 17: Imagens de MEV obtidas dos materiais no estado de fornecimento, (a) 410D e (b) 420A, os precipitados estão indicados por círculos



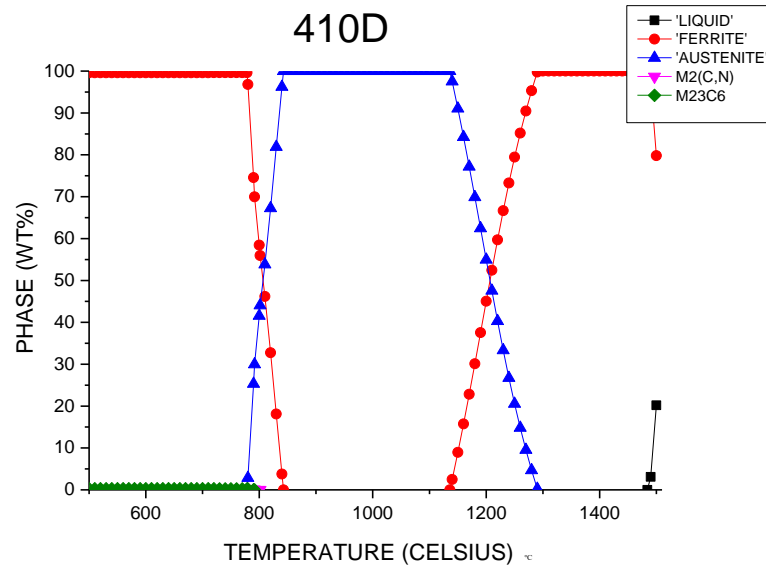
Fonte: Própria autora

5.2 Simulação de fases em equilíbrio

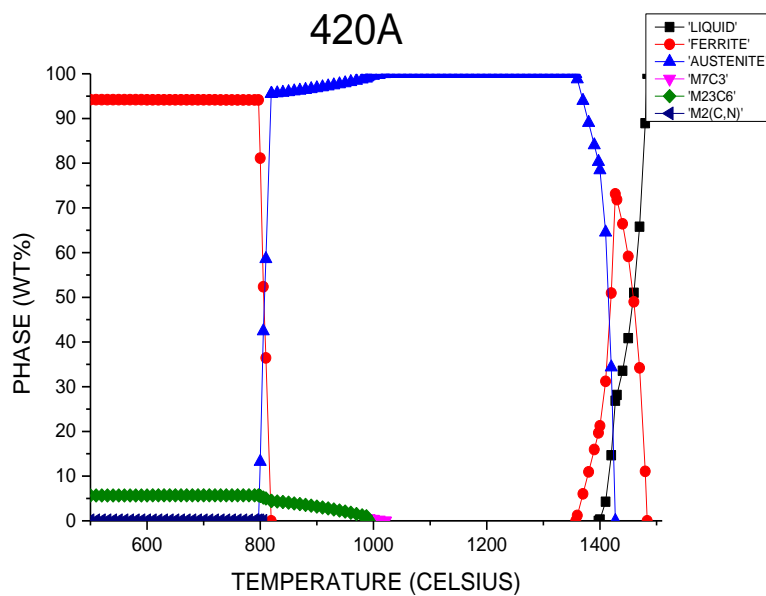
As frações em massa das fases presentes nos aços em função da temperatura, estão ilustradas nas Fig. 18(a) e Fig. 18 (b), considerando os critérios de equilíbrio termodinâmico. Para o aço 410D, a temperatura de 800 °C o aço se encontraria na zona crítica, com uma pequena quantidade de precipitados do tipo $M_2(C,N)$ ($\pm 0,01\%$ em massa), sendo que o precipitado $M_{23}C_6$ já estaria totalmente dissolvido. A temperatura de 1000 °C o aço 410D se encontraria totalmente austenitizado e os carbonetos dissolvidos.

Para o aço 420A, a temperatura de 800 °C o aço também se encontraria na zona crítica, com os precipitados de $M_{23}C_6$ ($\pm 5,2\%$ em massa) e $M_2(C,N)$ ($\pm 4,7 \cdot 10^{-6}\%$ em massa). Enquanto que a temperatura de 1000 °C o aço se encontraria totalmente austenitizado e com uma pequena porcentagem de M_7C_3 ($\pm 0,4\%$ em massa).

Figura 18: Diagrama de fases dos aços estudados de acordo com suas composições químicas: (a) aço inoxidável ferrítico 410D e (b) aço inoxidável martensítico 420A. Cálculos realizados no Matcalc



(a)

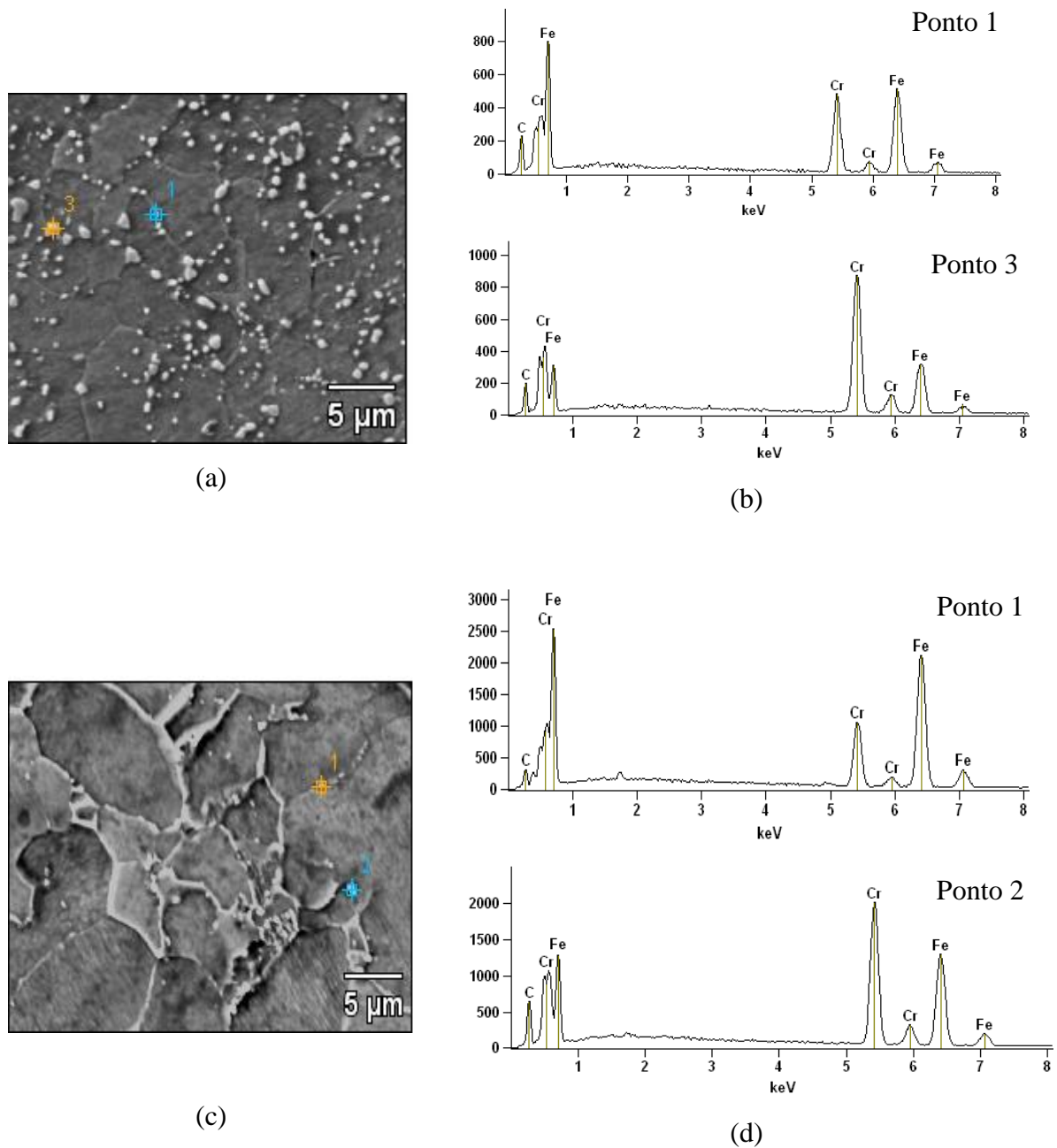


(b)

Fonte: Própria autora

Levando em consideração a presença de cromo na composição química de ambos os materiais e a literatura revisada pode-se considerar que os precipitados apresentados (M_3C_7 , $M_{23}C_6$ e $M_2(C,N)$) são carbonetos ou nitretos de cromo ($M=Cr$). A porcentagem de nitreto é quase zero, para os aços em equilíbrio, além disso, no estado de fornecimento não foi encontrado presença de nitrogênio nos precipitados, apenas de cromo e ferro, Fig. 19(a, b, c, d).

Figura 19. Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) dos precipitados nos aços 420A (a e b) e 410D (c e d).



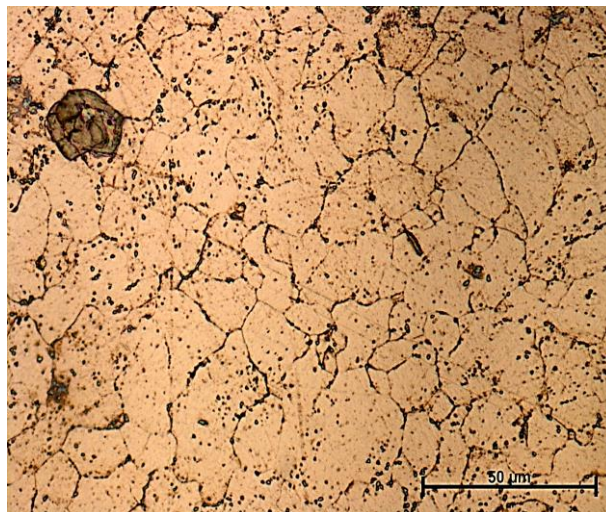
Fonte: Autoria própria

Neste contexto, além da influência do tamanho de grão, a dissolução do carboneto de cromo deve ser levada em consideração ao estudar o efeito do tempo de austenitização. Isso por que o tempo de austenitização determina a porcentagem de carbono e cromo dissolvidos na austenita, afetando a cinética da sua formação e, conseqüentemente, transformação na martensita (GORNÝ et al, 2019; BATRA; RAY; PRABHAKAR, 2003).

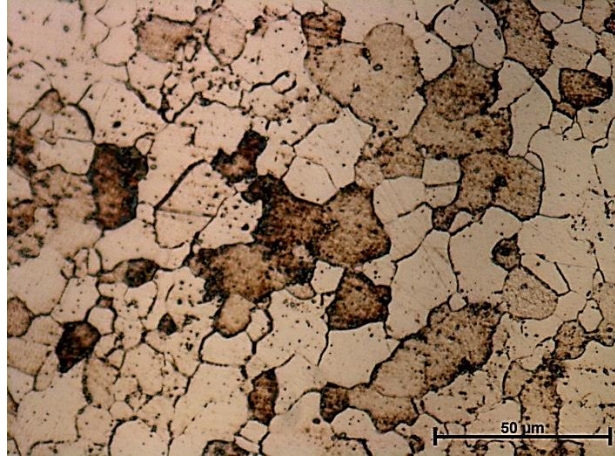
5.3 Efeito do recozimento

Na condição RT, o material no EF passou por um processo de recozimento intercrítico antes de ser austenitizado e temperado. As Fig. 20(a) e Fig. (b) ilustram a microestrutura das amostras após o tratamento de recozimento intercrítico à 800 °C. É possível verificar a presença de carbonetos de cromo esferoidizados dispersos na matriz ferrítica, para ambos os aços, contudo, os carbonetos se encontram mais dispersos que no aço sem recozimento intercrítico não sendo possível identificar a direção de laminação. O tamanho de grão do aço recozido foi de $(22 \pm 6) \mu\text{m}$ para o aço 410D e $(19 \pm 6) \mu\text{m}$ para o aço 420A, ou seja, ambos tiveram um aumento do tamanho de grão em relação aos aços no EF. Nos processos de recozimento é esperado um aumento do grão após a recristalização (COLPAERT, 2008).

Figura 20: Imagens dos aços (a) 410D e (b) 420A, após recozimento intercrítico



(a)

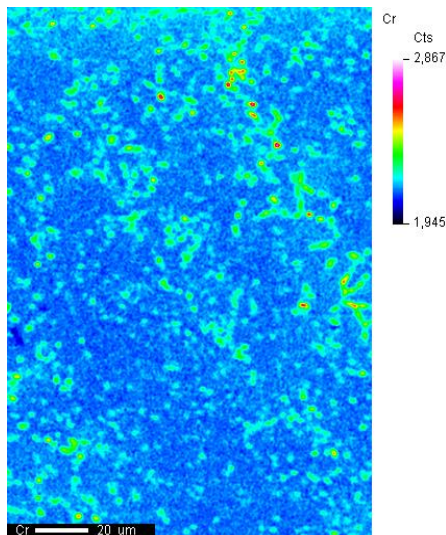


(b)

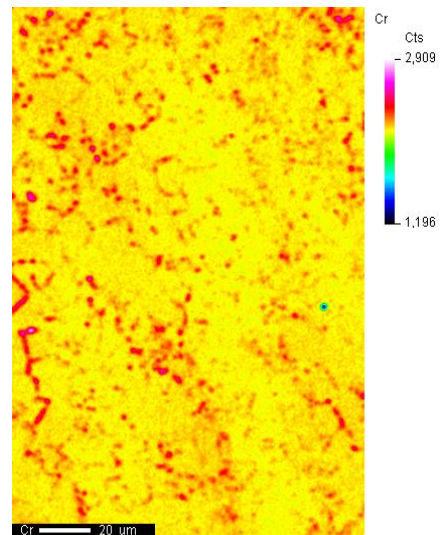
Fonte: Própria autora

A concentração do cromo foi observada com os resultados de mapeamento (MAPA). Para os aços 410D (Fig. 21(a, b)) e 420A (Fig. 21(c, d)), observa-se um aumento da concentração de cromo o aço R, as regiões onde os elementos de cromo estão concentrados são provavelmente precipitados de carboneto de cromo, visto que para sua formação deve-se haver uma elevada concentração do elemento.

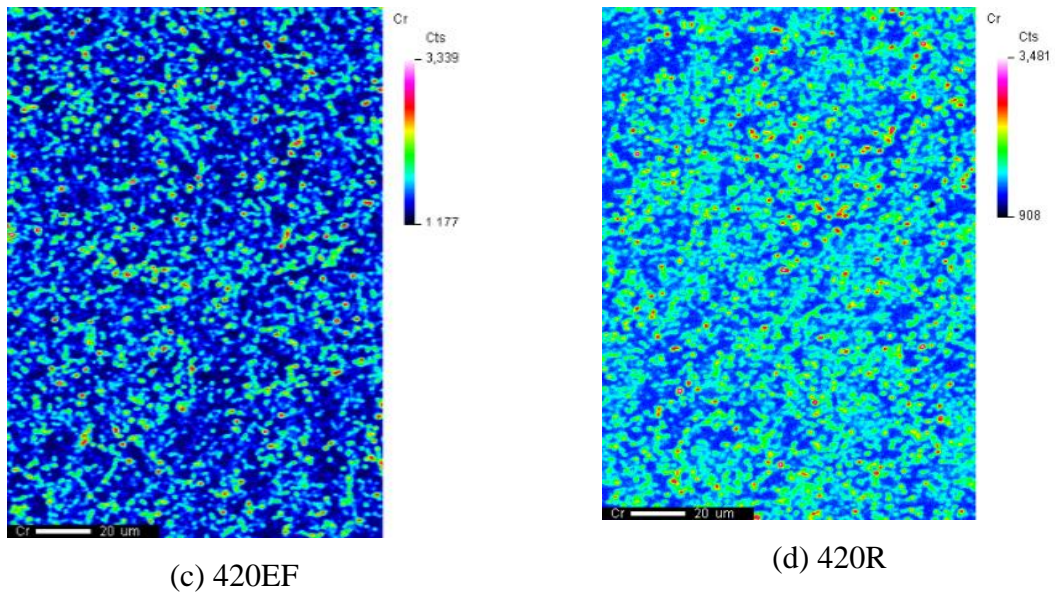
Figura 21: Resultado do EPMA indicando os mapas de concentração de cromo para os aços (a)410EF, (b)410R, (c)420EF e (d)420R.



(a) 410EF



(b) 410R



Fonte: Própria autora

Portanto, evidencia-se de forma qualitativa o aumento da presença de precipitados de cromo, nos aços 410D e 420A após recozidos a uma temperatura intercrítica de 800 °C, fenômeno corroborado com estudos anteriores que concluíram que o reaquecimento dos aços a temperaturas abaixo de A_{e3} leva a um aumento da precipitação de carboneto de cromo (MOURA et al. (2022); HONEYCOMBRE; BHADSHIA, 2006).

Apesar do 410D possuir um teor de carbono muito baixo, este já é suficiente para a precipitação de carbonetos de cromo, segundo Folkhard (1988) teores de carbono de 0,01 % já são suficientes para precipitação. Outro fator importante a ser observado é que devido ao aço 420A possuir um teor de carbono muito superior ao do aço 410D, este contém maior concentração de carboneto de cromo.

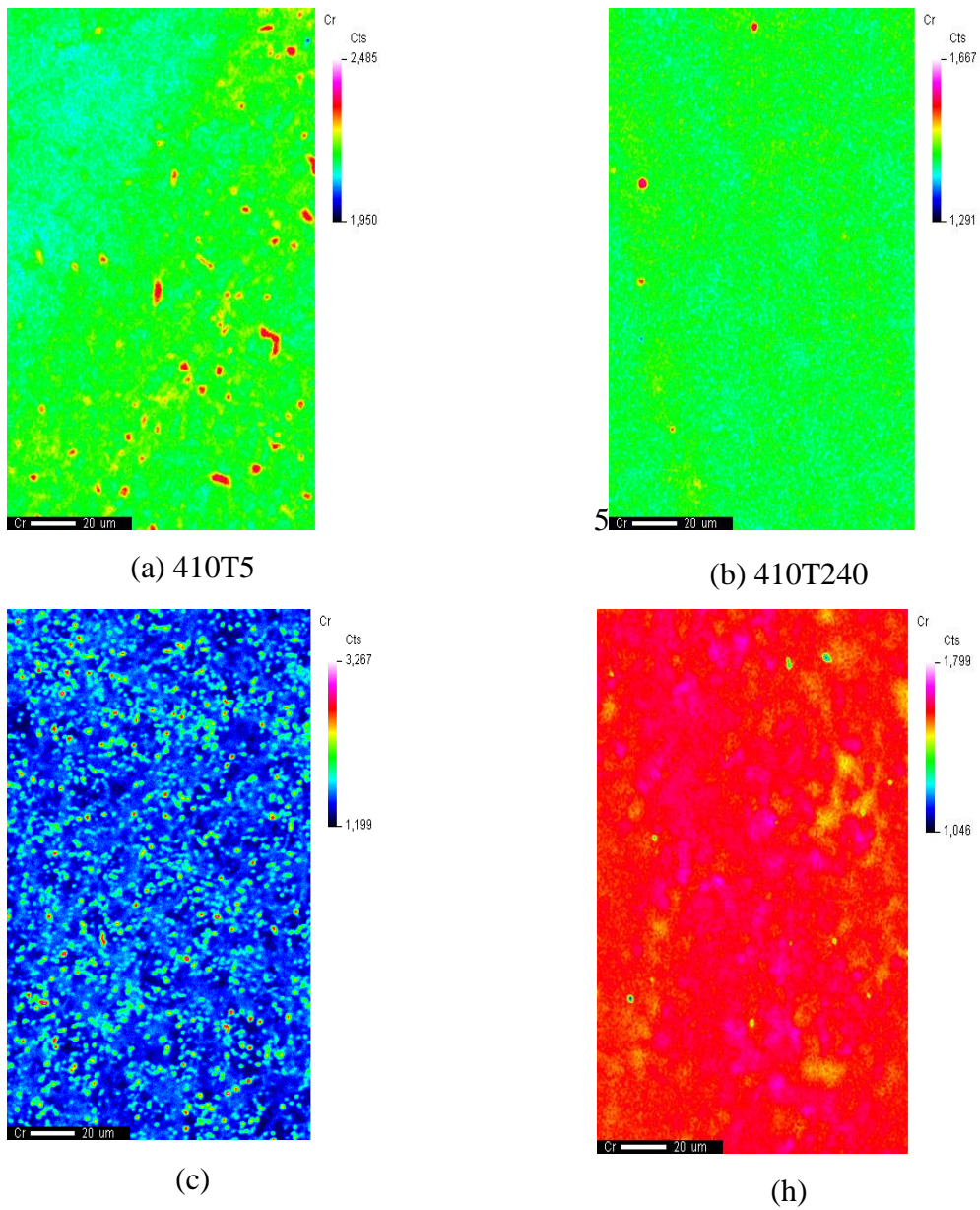
5.4 Dissolução dos carbonetos de cromo

As imagens de MAPA (Fig. 22(a, b, c, d)) apresentam o efeito do aumento do tempo de austenitização na dissolução dos carbonetos, na condição T, para ambos os aços. Percebe-se que, apesar do diagrama em equilíbrio indicar que os carbonetos de cromo estariam praticamente dissolvidos a 1000 °C, a 5 min ainda existiam carbonetos, porém a 240 min a maioria já estava dissolvido, indicando que este processo depende do tempo de austenitização. Xiang et al. (2019), após envelhecimento da liga 617B a 700 °C e 750 °C por 12000h,

observaram que o carboneto $M_{23}C_6$ se dissolve na matriz, resultando em diferentes morfologias durante a exposição térmica prolongada.

Além disso, os carbonetos de cromo não voltaram a se precipita após têmpera, assim como evidenciado por Lee et al. (2018), em um processo de aquecimento rápido a temperaturas entre 1250- 1350 °C seguindo de têmpera no aço SA213-T23.

Figura 22: Resultado do EPMA indicando os mapas de concentração de cromo para os aços (a)410T5, (b)410T240, (c)420T5 e (d)420T240.



Fonte: Própria autora

5.5 Caracterização das fases presentes através da difratometria de raios-X

A fim de investigar a evolução das fases com a variação do tempo de austenitização foi realizado o ensaio de DRX nas amostras no EF, 410T5, 420T5, 410T240 e 420T240.

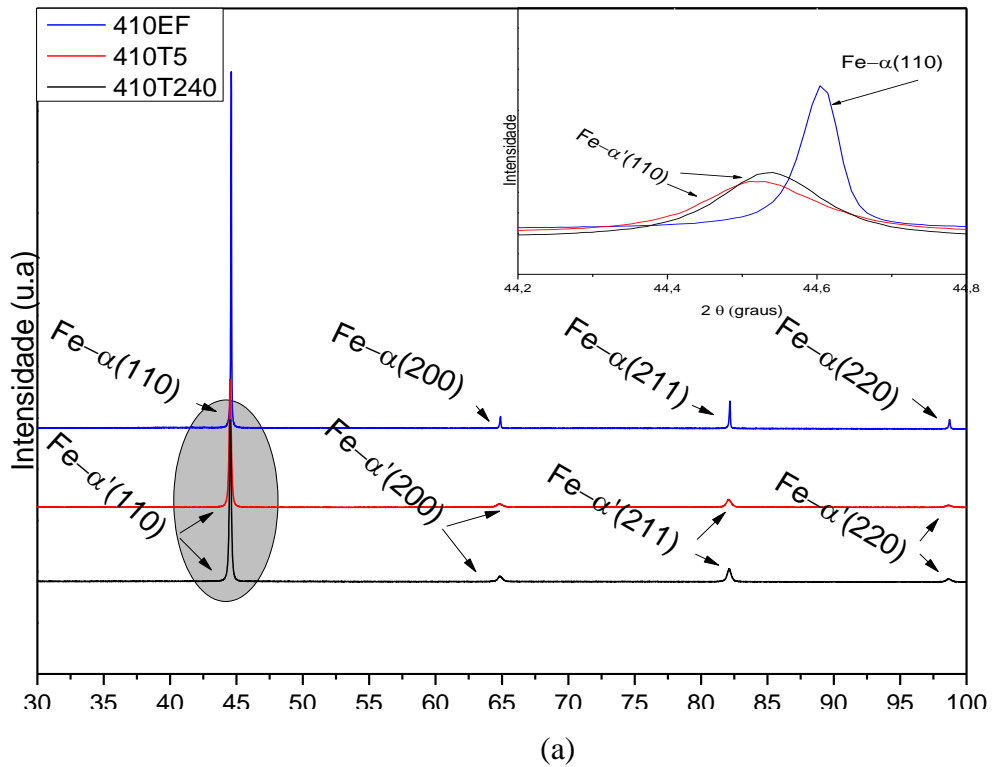
Os padrões de difração (Fig. 23(a, b)) correspondem às seguintes cartas JCPDS: 00-006-0696 para a fase ferrita; 00-044-1290 para a fase martensita; e 00-035-0783 para o carboneto de cromo do tipo Cr_{23}C_6 . Verifica-se, em ambos os aços, a presença dos planos difratadores (hkl) (110), (200), (211) e (220) que representam a fase α -Fe (ferrita) nas amostras no EF, e após temperadas um aumento de largura, diminuição e deslocamento dos picos indicam a formação da fase α' -Fe (martensita), para ambos os aços, como esperado (SEVERO, 2017; PINEDO; MAGNOBOSCO, 2015). O aumento de largura e queda dos picos na estrutura martensita pode estar relacionada com ao aumento da densidade de discordâncias devido a transformação da austenita para martensita, justificativa corroborada pelos estudos de Sousa (2014), segundo a autora o drx pode ser utilizado para caracterização da microestrutura quanto à densidade de discordâncias.

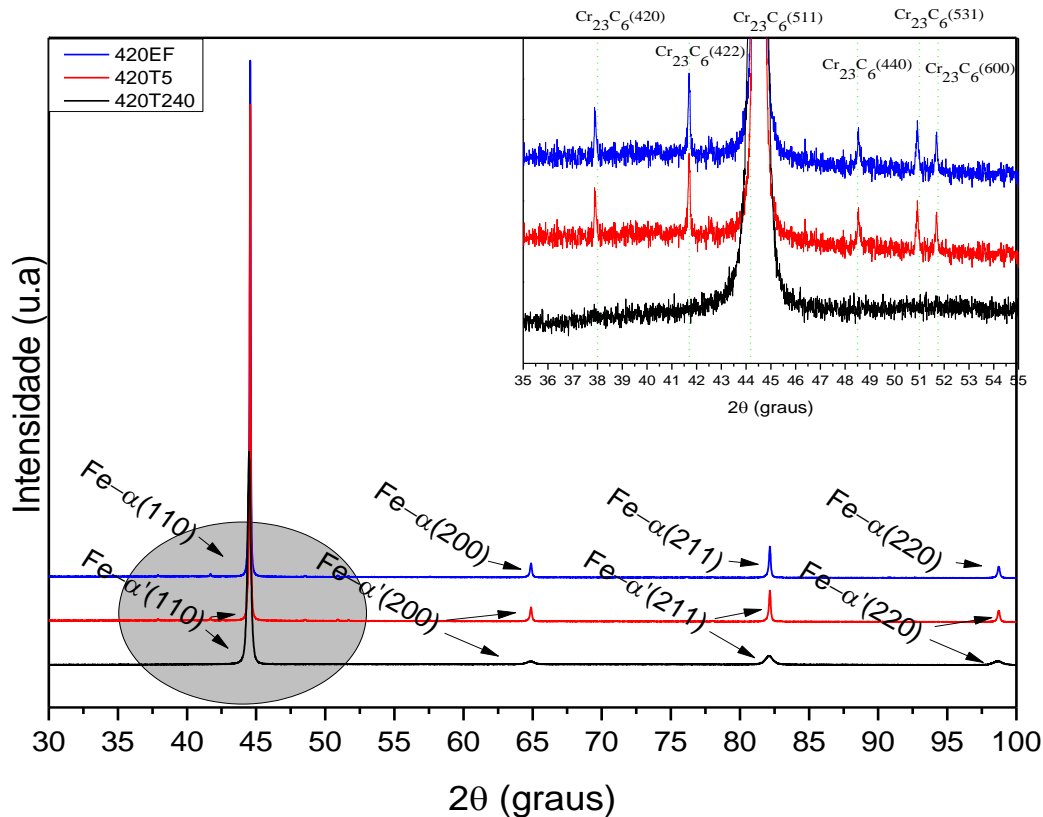
Para o aço 420A, nas amostras no 420EF e 420T5, foram encontrados a presença em picos de baixa intensidade correspondentes à fase Cr_{23}C_6 , nos planos (420), (422), (511), (440), (531) e (600), Fig. 23b, assim como apresentado no trabalho de Severo et al. (2017) para o aço AISI 420 com 0,305% e 12,21% em peso de carboneto e cromo, respectivamente. Com o aumento do tempo de austenitização para 240 min, o difratograma não identificou picos de carbonetos para o aço 420A, indicando dissolução dos carbonetos assim como corroborado pela análise dos MAPAS (Fig. 21). O mesmo ocorreu no aço 410D, que apesar de ser visível a presença de carbonetos nos ensaios de MOP e MEV, não foi percebido os picos de carboneto no ensaio de DRX. Tal fenômeno pode ser explicado pela baixa quantidade em massa de precipitados no aço 410D, e dissolução de carbonetos com aumento do tempo de austenitização. De acordo com Newman et al. (2015) os limites de detecção para o drx são tipicamente da ordem de poucos por cento de cristalinidade em massa, sendo atualmente, os limites de detecção para o intervalo de cristalinidade percentual de 0,2 a 5%, em peso, para os métodos existentes.

Por fim, apesar da dissolução dos carbonetos elevar o teor de carbono e cromo em solução sólida, o que provocaria aumento da quantidade de austenita retida em ambos os aços,

como observado por Severo (2017) e Bettanini et al. (2019), neste trabalho não foi identificado nos espectros picos da fase de austenita retida.

Figura 23: Comparativo entre os difratogramas obtidos para os aços 410A (a) e 420A (b), nas condições de estado de fornecimento, austenitados por 5 min e 240 min





(b)

Fonte: Própria autora

O tamanho do carboneto, calculado pelo tamanho do cristalito, foi determinado pela largura integral dos picos localizados nos planos (420) e (422), estes foram escolhidos, pois são os maiores picos e sem interferência pelos picos de ferrita e martensita. A média do tamanho do Cr₂₃C₆ para a amostra como fornecida foi de 38,4 nm, enquanto para amostra austenitizada por 5 min e temperada em água foi de 96,5 nm. O aumento do tamanho do cristalito tratamento térmico coincide com os resultados encontrados na literatura (TAMURA et al., 2006; XIE et al., 2022).

5.6 Efeito do tempo de austenitização no tamanho de grão

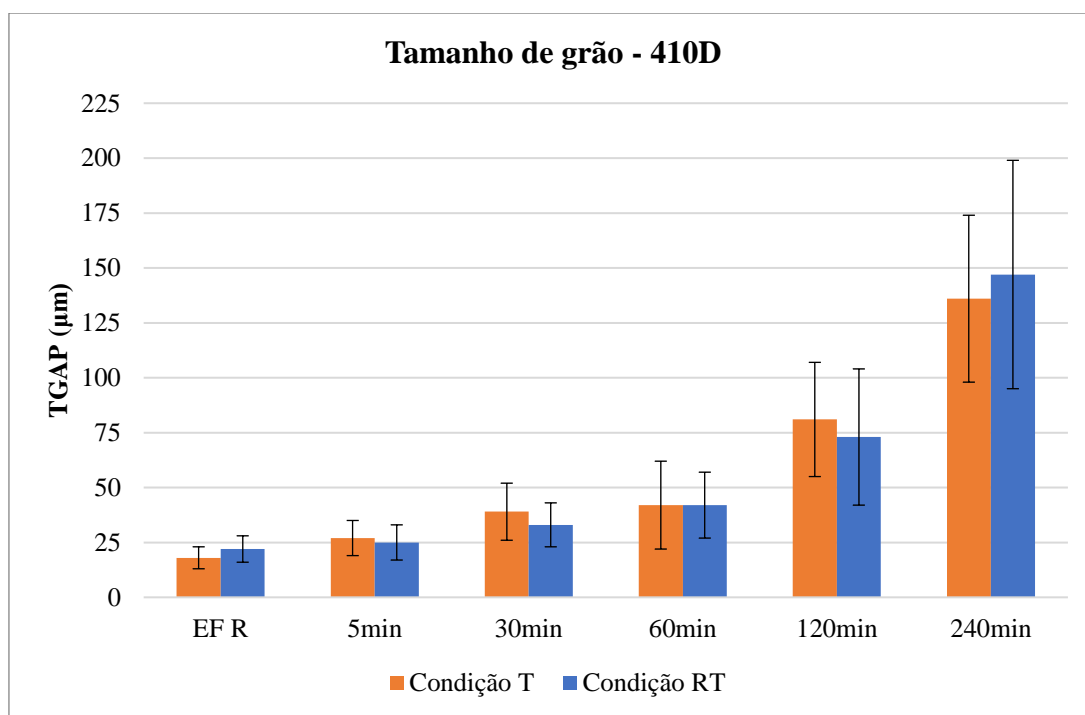
As Fig. 24(a) e Fig. 25 (b) apresentam a quantificação do tamanho de grão austenítico prévio (TGAP) para os aços 410D e 420A, respectivamente, na condição RT e T. Observa-se, que o aumento do tempo de austenitização é acompanhado pelo aumento do tamanho médio de

grão austenítico prévio, assim como evidenciado por Chentouf; Chamanfar; Jahazi (2020). O aço 410D possui valores mais elevados de tamanho de grão que o aço 420A, uma possível explicação para tal evidência seria a maior concentração de carboneto de cromo no aço 420A que atua refinando o grão (LEE, 2008).

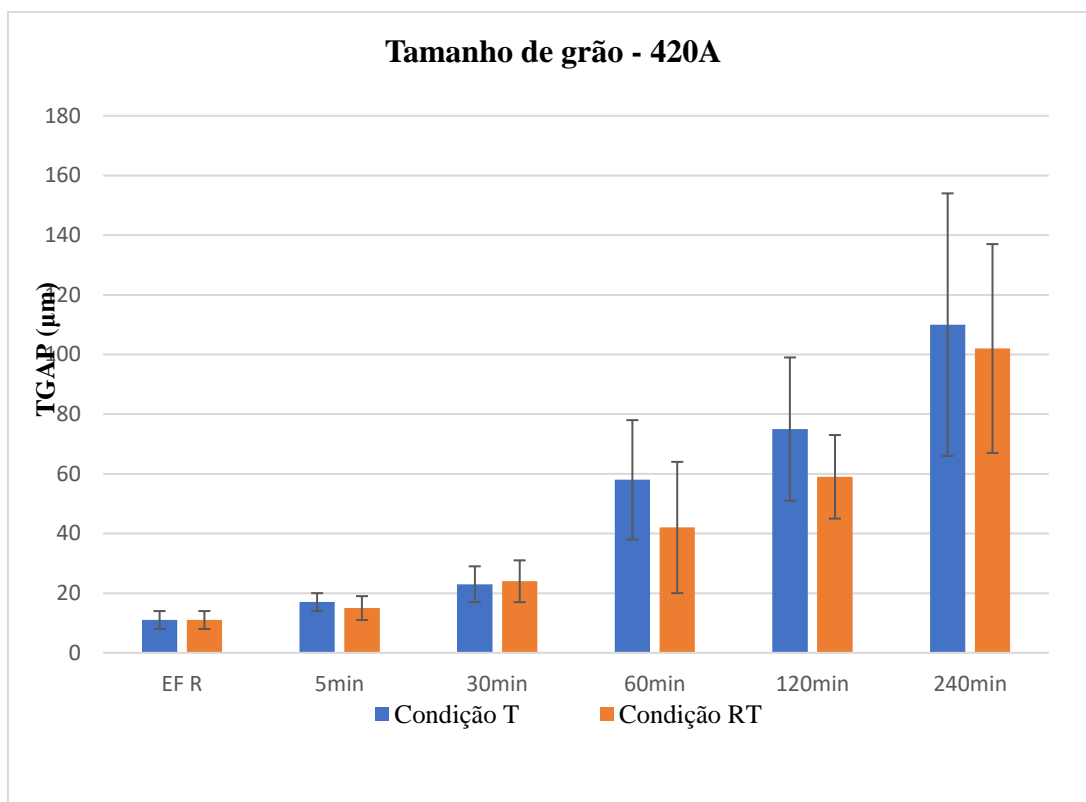
No início do tempo de austenitização, com 5 min, os tamanhos dos grãos da austenita são uniforme e fino, para ambos os aços. Isso pode ser atribuído à nucleação aprimorada durante o processo de aquecimento rápido. Entretanto, para o aço de baixo carbono, 410D, o grão cresceu lentamente até 60 min, ocorrendo um aumento mais acentuado do tamanho do grão para os tempos de 120 min e 240 min. Já para o aço de médio carbono, 420A, o grão cresce lentamente só até 30 min de tempo de austenitização. O que mostra que o carboneto de cromo não foi tão eficaz no refinamento do grão com aumento do tempo de austenitização.

O aumento do tamanho de grão pode ser explicado pelo critério de equilíbrio termodinâmico, visto que o aumento do tamanho de grão leva a uma redução da energia do sistema, pois contorno de grão é uma área de alta energia (BROOKS, 1991; CAHN; HAASEN, 1996).

Figura 24: Quantificação do TGAP nos aços 410D (a) e 420A (b)



(a)



(b)

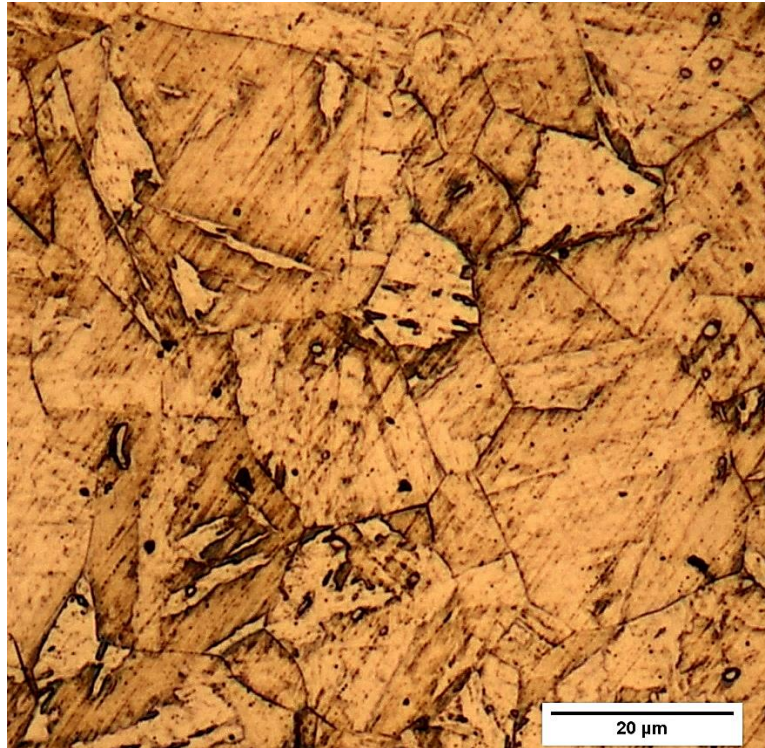
Fonte: Própria autora

Os dados de TGAP foram obtidos com nível confiança de 95% para uma distribuição lognormal. O valor – P é maior que 5% para todas as amostras, o que indica que as amostras seguem uma distribuição lognormal, os resultados dos gráficos de probabilidade lognormais podem ser vistos no apêndice A.

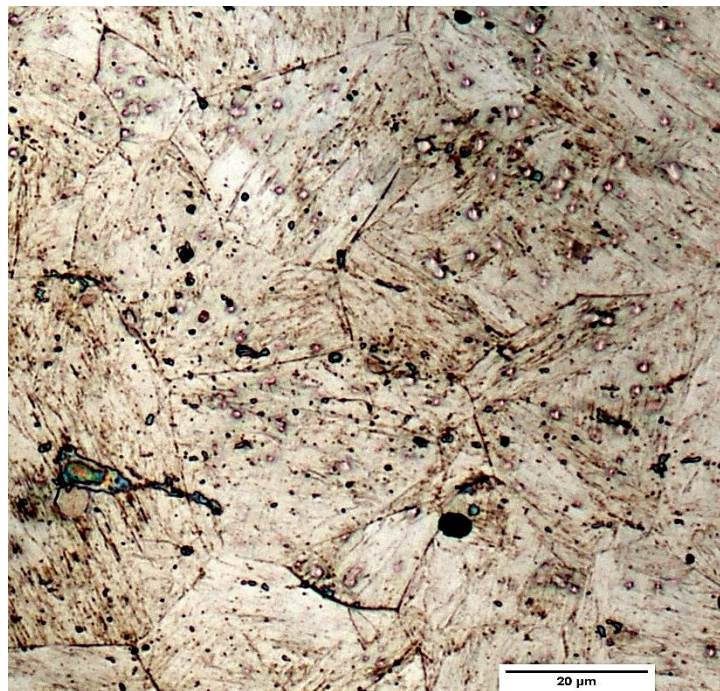
Outro fator que identifica a heterogeneidade do crescimento dos grãos é o aumento do desvio padrão com aumento de tempo de austenitização. Indicando que ocorreu uma dissolução progressiva dos carbonetos a 1000 °C devido ao aumento do tempo de austenitização, causada pela diminuição da força motriz para balancear o crescimento de grão. Maropoulos, Karagiannis, Ridley (2008) também chegaram a esta conclusão estudando um aço de baixa liga, eles reportaram que quando o aço chegava a temperaturas próximas da dissolução dos carbonetos, grãos heterogêneos eram formados.

As Fig 25(a) e Fig.(b) ilustram a presença de grãos heterogêneos em ambos os aços, 410D e 420A.

Figura 25: Micrografia óptica ilustrando os grãos heterogêneos nos aços (a) 410D e (b) 420A austenitizados por 60 min, condição T



(a)



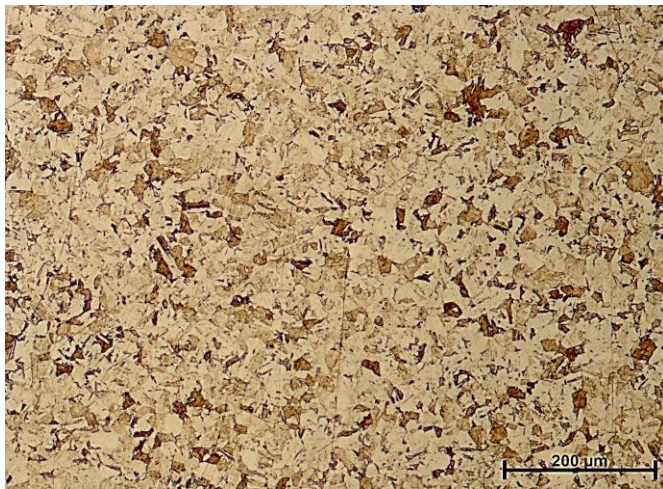
(b)

Fonte: Própria autora

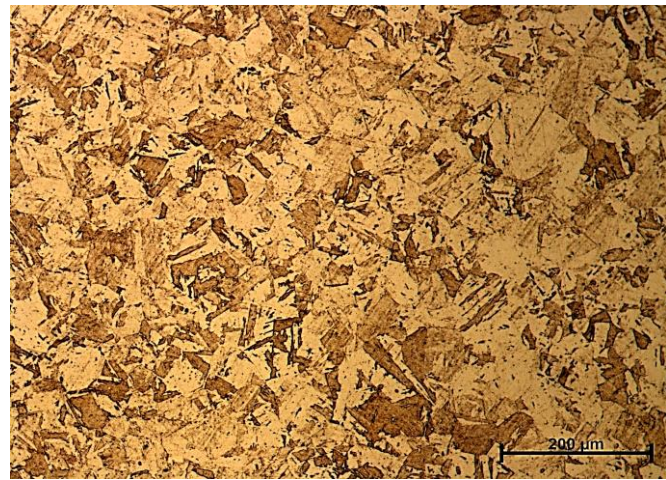
5.7 Evolução da martensita

Nos aços estudados observa-se um aumento do tamanho e largura da martensita com aumento do tempo de austenitização, para o aço 410D (Fig. 26(a, b, c, d, e)) e para o aço 420A, Fig. (Fig. 27(a, b, c, d, e)).

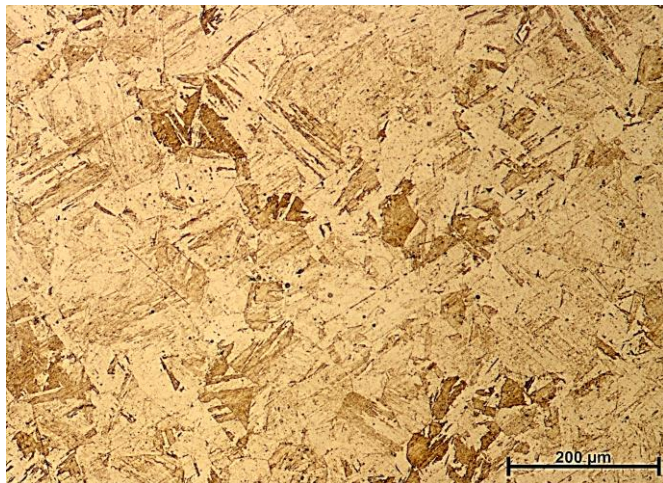
Figura 26: Microestrutura do aço 410D ataque vilella



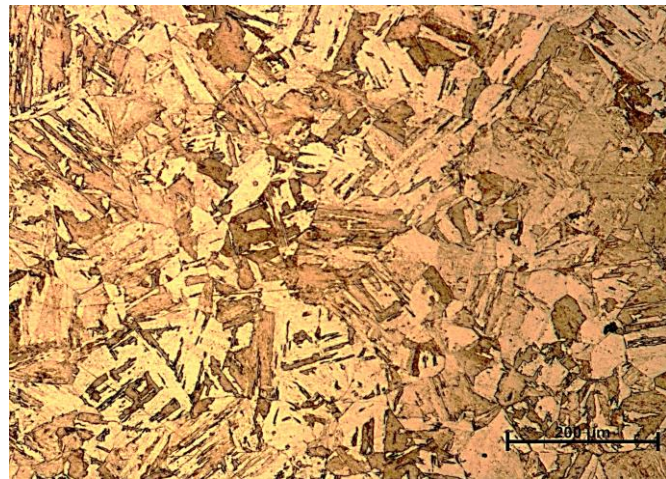
(a) 410T5



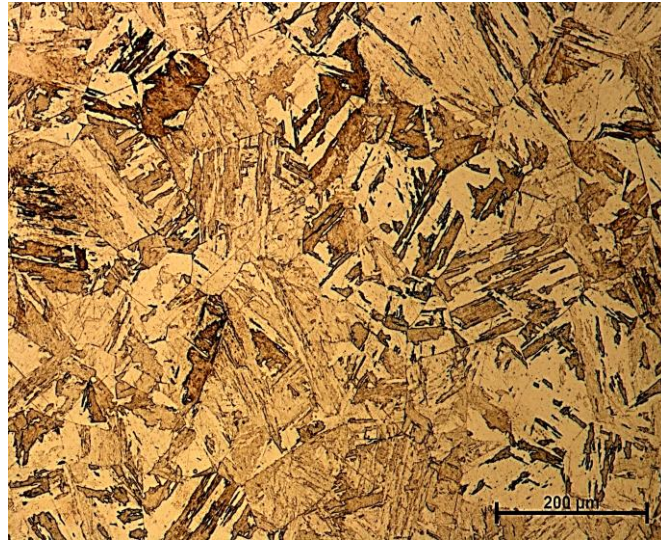
(b) 410T30



(c) 410T60



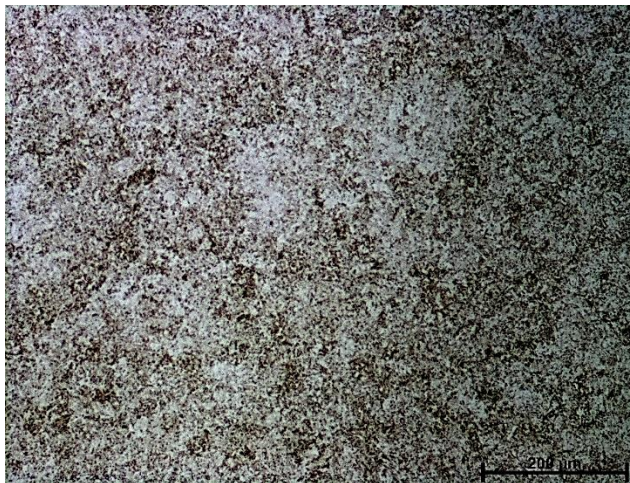
(d) 410T120



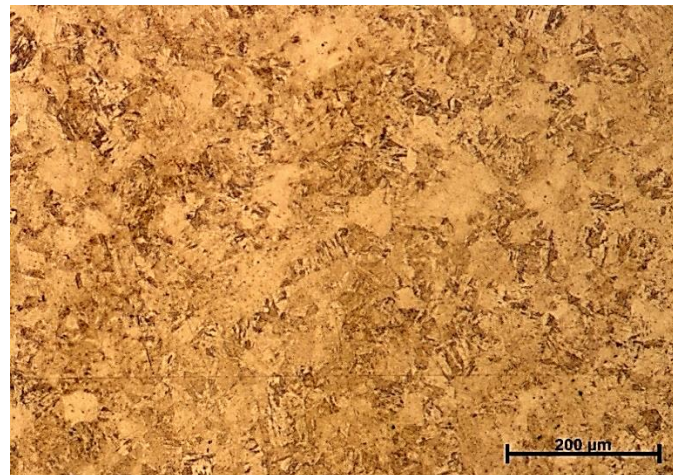
(e) 410T240

Fonte: Própria autora

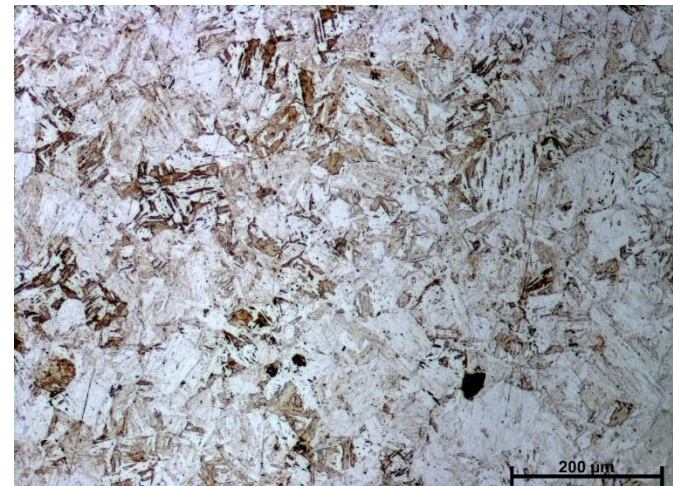
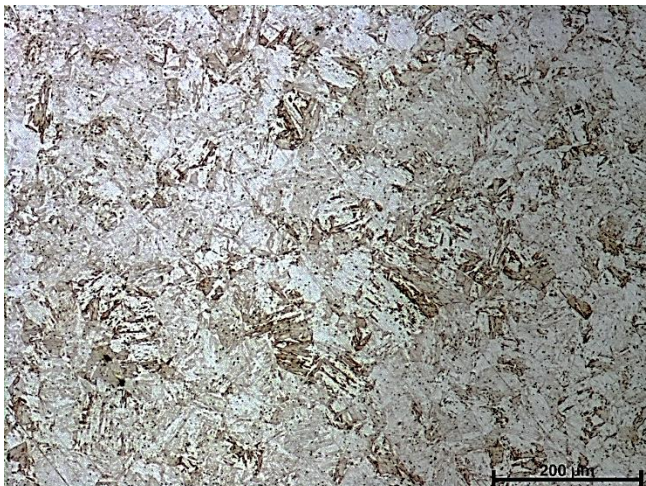
Figura 27: Microestrutura do aço 4120A ataque vilella



(a) 420T5

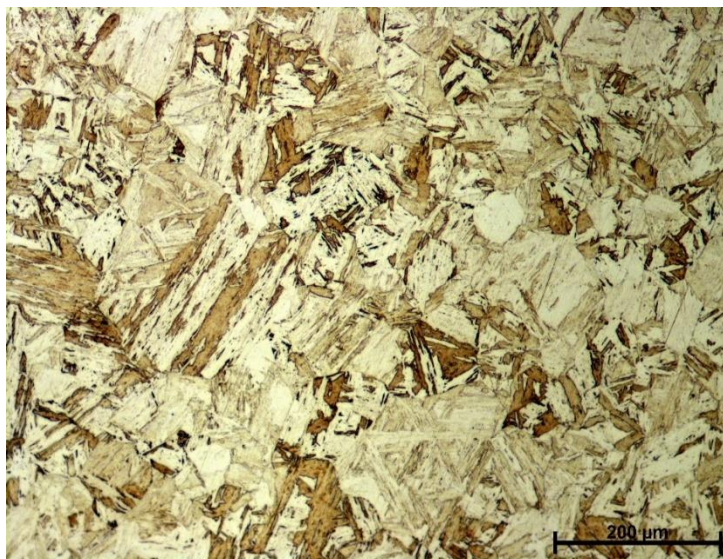


(b) 420T30



(c) 420T60

(d) 420T120



(c) 420T240

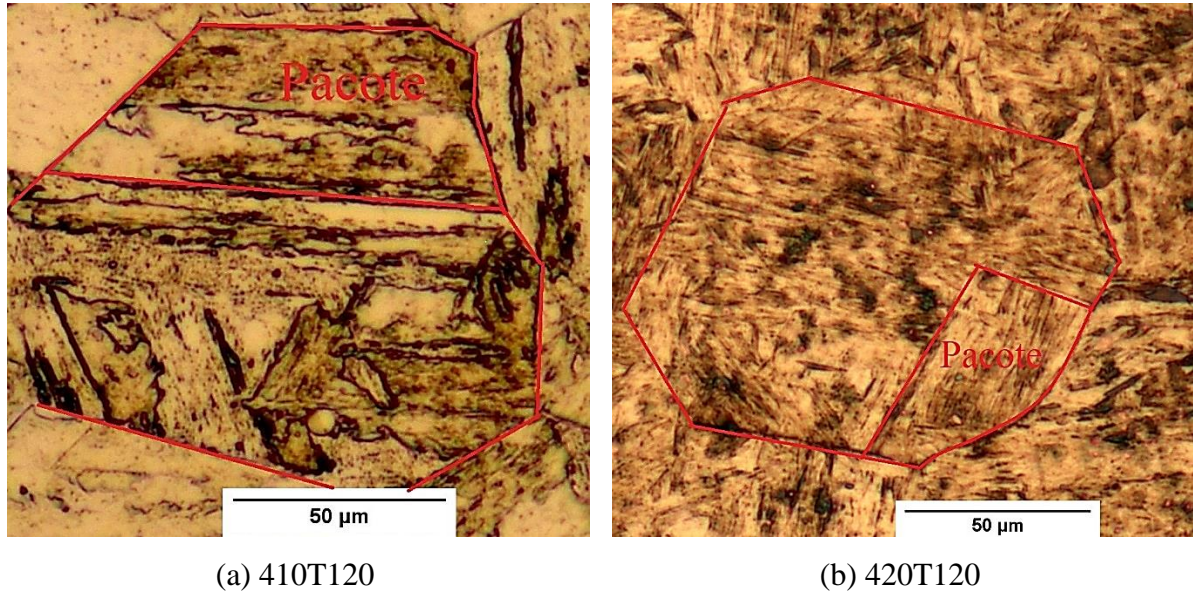
Fonte: Própria autora

Como mostrado até o momento o tempo de austenitização aumenta a dissolução dos carbonetos de cromo e TGAP, que são parâmetros importantes na formação da martensita (BHADESHIA; HONEYCOMBRE, 2006). Barlow e Toit (2012), descreveram que para o aço AISI 420, com aumento da temperatura de austenitização ocorre um aumento da dissolução do carboneto de cromo, e com isso a quantidade de carbono na austenita, formando martensita rica em carbono. Já TGAP menores limitam o tamanho da martensita, pois as ripas colidem e param de crescer mais cedo e, portanto, tornam-se mais finas e mais curtas (BACK; SURREDDI, 2019). Verdire et al. (2020) também concluíram que com aumento do tempo de austenitização ocorre um aumento significativo do tamanho de grão, e por consequência a ripa de martensita se torna mais maiores e mais largas devido aumento do bloco. Ou seja, enquanto a dissolução de carbonetos tenderia a contribuir para a formação de martensita mais refinada, o aumento do tamanho de grão leva a uma martensita mais larga.

Nota-se também a diferença na morfologia das ripas de martensita entre os aços estudados. As imagens de MOP, Fig. 28(a) e Fig. 28(b), corroboram com a afirmação que no aço 410D as ripas de martensita são mais largas que no 420A, é possível perceber que os aparentes pacotes do grão são maiores no aço 410D, e, portanto, a ripa de martensita mais larga. Este fenômeno está de acordo com os estudos de outros pesquisadores como Morito et al. (2006), Kwak et al. (2022) e Morito et al. (2022). Morito et al. (2003) estudando em aços com teores de carbono de 0.0026–0.61%C, concluíram que com aumento do teor de carbono o

tamanho dos blocos e pacotes presentes no grão prévio de austenita diminuía e, portanto, a ripa de martensita diminuía.

Figura 28: Resultado de MOP para amostras dos aços 410D e 420A austenitizadas e temperadas por 120min, com mesma ampliação de 200x



Fonte: Própria autora

5.7.1 Trinca de têmpera

As amostras do aço 420A, em ambas as condições (T e RT), apresentaram trincas após 60 min de austenitização seguido de têmpera em água (Fig. 29). As trincas de têmpera ocorrem devido as tensões geradas por dois fatores principais. Primeiro, variação de temperatura na peça devido o resfriamento rápido, logo meios de resfriamento mais severos são mais susceptíveis a trincas. E segundo, devido a variação drástica de volume da transformação da martensita (COLPAERT, 2008). A Fig. 33 ilustra uma das trincas junto as ripas martensíticas.

Figura 29: Trinca na peça 420A austenitizada a 1000 °C por 120 min e temperada em água, condição T



Fonte: Autoria própria

A variação de temperatura (temperatura de austenitização até o resfriamento total) entre os tempos de encharque foi aproximadamente o mesmo. Logo, a hipótese que o aumento das trincas ocorre por variação do volume de martensita é a mais aceitável.

5.8 Propriedades mecânicas

A resistência do material a tração e a dureza são uma das propriedades mecânicas principais dos aços, pois estão relacionados a resistência do material a deformação. Nesta seção serão apresentadas tais propriedades para os aços 410D e 420A, variando o tempo de austenitização.

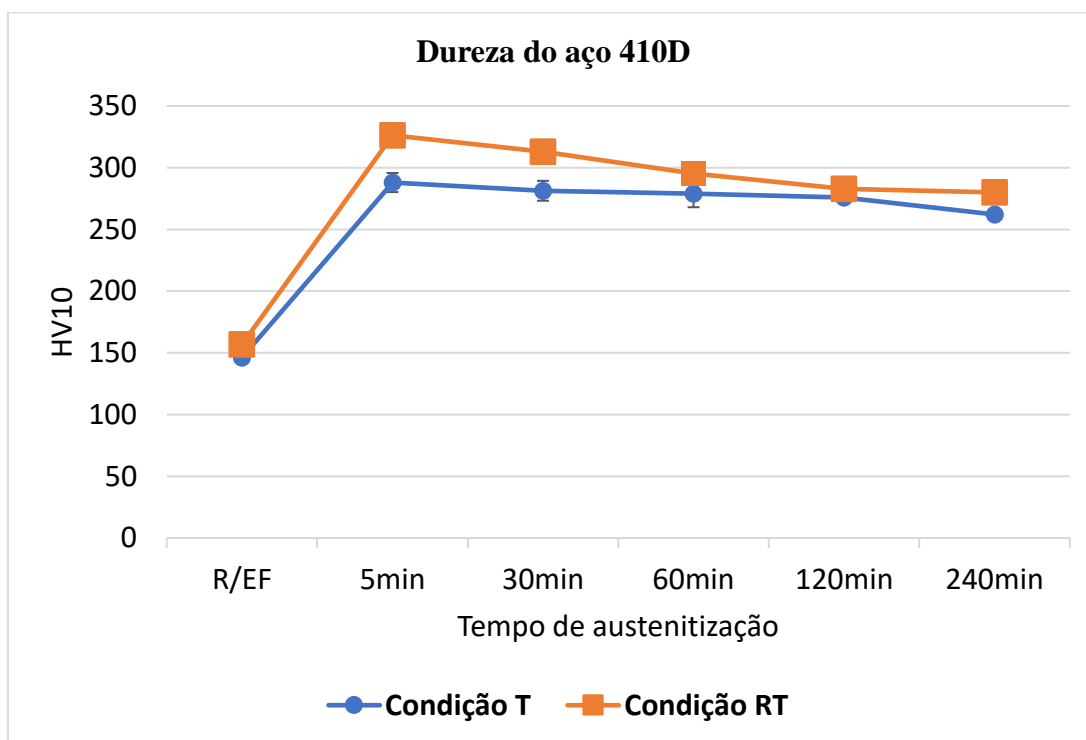
As Fig. 30(a) e Fig. 30(b) apresentam os resultados do ensaio de dureza Vickers, para os aços 410D e 420A, respectivamente. Percebe-se o endurecimento do material em relação ao EF e R, devido a formação de martensita pela têmpera, entretanto, ocorre um amaciamento com aumento do tempo de austenitização. Além disso, o aumento do tamanho de grão foi acompanhado com a queda de dureza, o que está associado a diminuição do contorno de grão. O contorno de grão atua como uma barreira ao movimento de discordância, pois dois grãos tendem a ter orientações cristalográficas diferentes dificultando esse movimento, além disso, na região do contorno de grão é comum ocorrer uma falta de ordem atômica, resultando em uma descontinuidade dos planos de escorregamento. Portanto, um material de granulometria

fina (com grãos menores), possui uma área total de contorno de grãos maior, dificultando o movimento de discordâncias e logo proporcionando maior dureza ao material (CALLISTER, 2016).

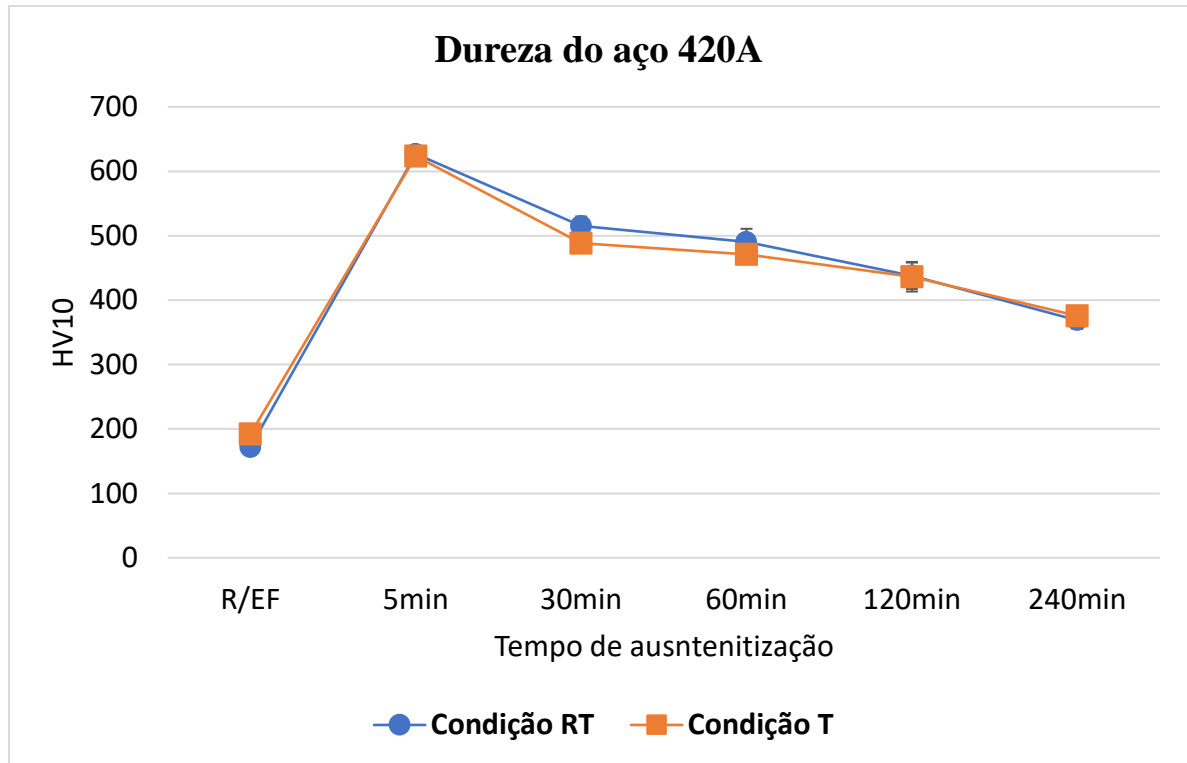
Outro fenômeno a se observar nos resultados de ensaio de dureza é que o aço 420A teve uma queda de dureza mais acentuada que o aço 410D, possivelmente associada ao carboneto de cromo. Segundo Lenda et al. (2022) o carboneto de cromo, Cr_{23}C_6 , possui uma dureza de 8 GPa (815,7 HV), portanto o precipitado eleva a medida global de dureza do aço. Como o aço 420A possui maior concentração de precipitados que o aço 410D, a dissolução do Cr_{23}C_6 tem um efeito mais significativo na queda de dureza do aço 420A.

Além disso, no ensaio de dureza foi possível observar que as amostras da condição RT possuem dureza maior que as amostras da condição T, principalmente para as amostras do 410D. Como já foi demonstrado anteriormente o recozimento intercrítico levou a um aumento de precipitados de carboneto de cromo considerável para o aço 410D, que provavelmente endureceram o aço por precipitação, como o aço 420A não teve um aumento considerável de precipitados a dureza da condição RT e T quase não se diferem (HANDBOOK, 1990; YAN et al., 2013)

Figura 30: Resultado do ensaio de dureza para as amostras (a) 410D e (b) 420A



(a)



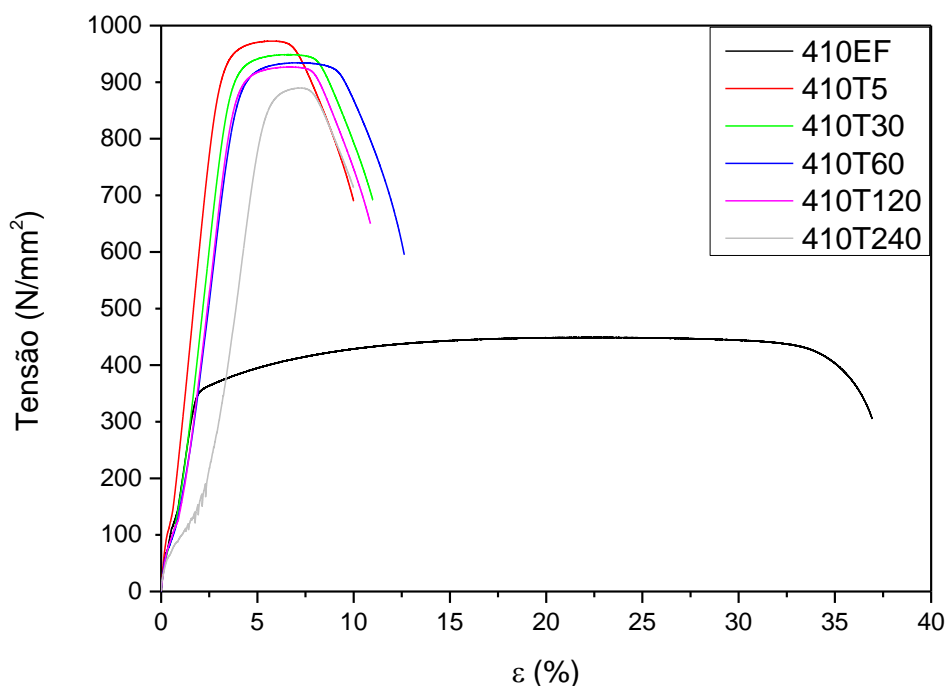
(b)

Fonte: Própria autora

Os dados de dureza obtidos foram validados com testes de normalidade para um intervalo de confiança de 95%. O valor $-P$ é maior que 5% para todas as amostras, o que indica que as amostras seguem uma distribuição normal, os resultados dos gráficos de probabilidade normais podem ser vistos no apêndice B.

Outra propriedade mecânica que varia com o tamanho de grão é o limite de escoamento, para o aço 410D, Fig. 31 é possível notar que no estado como fornecido o comportamento é típico de material dúctil, sem patamar de escoamento definido. Assim como esperado o limite de resistência a tração e a tensão de escoamento variam com aumento do tempo de austenitização, diminuindo gradualmente com aumento do tamanho de grão austenítico prévio (SATO; ICHINOSE; HIROTSU, 1989; LEE; SHIN; NAM, 2005). Yuana et al. (2014), também observou o comportamento das propriedades de tração com aumento do tempo de austenitização em um aço Fe-25Mn-3Cr-3Al-0.3C-0.01N, concluindo que as propriedades mecânicas e a morfologia de deformação da macla dependem fortemente do tamanho de grão.

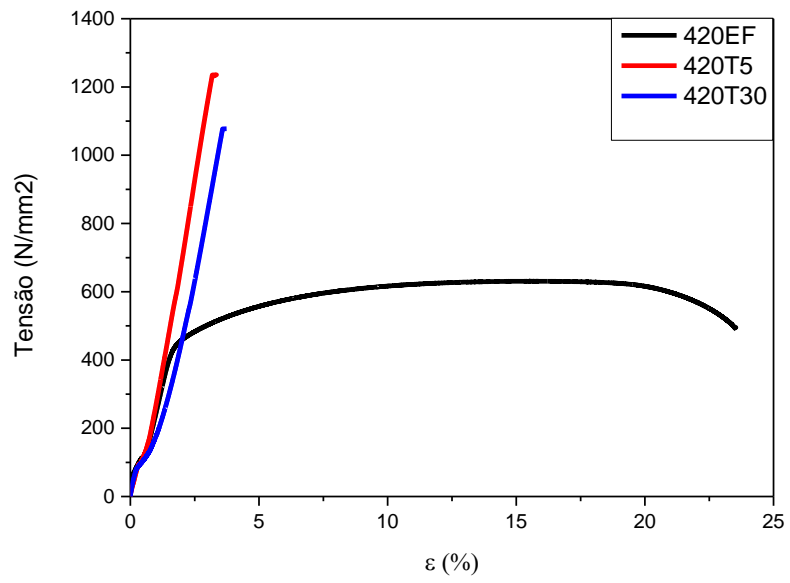
Figura 31: Gráfico de tensão vs deformação do aço 410D nas condições descritas na legenda



Fonte: Própria autora

Como o aço 420A apresentou trinca nos ensaios de têmpera para tempos maiores e iguais a 60 min, o ensaio foi realizado apenas para os tempos do material como fornecido, 5 min e 30 min, Fig. 32. O material como fornecido apresenta características típicas de material dúctil, porém após têmpera o material apresenta comportamento de material frágil. A fragilidade do material está associada a formação da martensita (COLPAERT, 2008), e uma queda no limite de resistência, que como explanado anteriormente está associado ao tamanho de grão (YUANA et al., 2014). Em comparação com o 410D, o aço 420A apresentou uma maior tensão de escoamento, Sierra-Soraluce et al. (2023) também estudaram o efeito do tratamento térmico de Q&P (Quenching and Partitioning) no limite de escoamento nos aços AISI 410 e AISI 420, foi possível perceber que o aço com maior teor de carbono apresentou maior limite de escoamento, assim como esperado visto que o carbono aumenta a resistência do material. Além disso, foi observado a influência de nanocarbonetos no aumento da resistência, devido a interação destes com o plano de deslizamento.

Figura 32: Gráfico de tensão vs deformação do aço 420A nas condições descritas na legenda



Fonte: Própria autora

6. CONCLUSÃO

Diante das evidências produzidas nesta pesquisa, segundo a análise e discussão dos resultados aqui explanados, as seguintes conclusões são apresentadas:

O aço inoxidável 410D, apesar do baixo teor de carbono, apresenta um balanço químico com elementos estabilizadores de austenita e ferrita que permite a austenitização do material e transformação martensítica. Ambos os aços, 410D e 420A, devido a presença de carbono e cromo em sua composição química são susceptíveis a precipitação de carboneto de cromo. Sendo verificado a presença do mesmo em formato esferoiteizado, principalmente nos contornos de grãos, por ser uma região de acúmulo de energia.

No equilíbrio há uma indicação que o carboneto de cromo estaria dissolvido a temperatura de 1000 °C, entretanto, como este é um processo difusional relativamente lento, isso não se mostrou verdade fora do equilíbrio. Sendo identificado precipitados de carboneto de cromo do tipo Cr_{23}C_6 , nos aços austenitizados e temperados. Para o aço 410D, a 800 °C no equilíbrio, não existe mais Cr_{23}C_6 , contudo, após resfriamento lento, esta volta a se formar em maior quantidade que o aço no seu estado de fornecimento, promovendo um aumento de dureza no material temperado. Nos ensaios de difração de raio X a presença do carboneto de cromo Cr_{23}C_6 foi identificada apenas no aço 420A, no seu estado de fornecimento e austenitizado por 5 min. Tal fenômeno ocorreu possivelmente pela baixa quantidade de carboneto no aço 410D, e no aço austenitizado por 240 min. Com aumento do tempo de austenitização, prévio a têmpera, o teor de carboneto de cromo diminuiu, contudo o tamanho médio do cristalito aumentou.

O aumento do tempo de austenitização é acompanhado pelo aumento de energia no sistema, para equilibrar o sistema ocorre um aumento do tamanho médio do grão austenítico prévio e com isso diminui a área de contorno de grão, visto que o contorno de grão é uma área de alta energia. No início da austenitização os grãos crescem de forma homogênea, porém com aumento do tempo de austenitização os grãos começam a crescer de forma heterogênea, uma vez que os carbonetos de cromo tendem a se dissolver e com isso a força motriz para balancear o crescimento do grão diminuiu. A distribuição heterogênea do tamanho do grão austenítico prévio seguiu uma distribuição lognormal com nível de confiança de 95%.

Tanto a dissolução do carboneto de cromo quanto o tamanho de grão austenítico prévio influenciam a formação da martensita, segundo a literatura. Entretanto, com aumento do tempo de austenitização, apesar da dissolução do carboneto de cromo enriquecer a martensita em

carbono, o que tenderia a formar uma martensita mais refinada, o aumento do tamanho de grão foi mais significativo tornando as ripas de martensita maiores e mais largas.

Os ensaios para identificar o comportamento mecânica dos materiais indicaram uma queda na dureza e na resistência a tração do material com aumento do tempo de austenitização. O que ocorreu devido ao aumento do tamanho de contorno de grão e com isso diminuição da área total de contorno de grão, facilitando o movimento de discordância.

7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar o aumento do volume de martensita com aumento do tempo de austenitização a temperatura acima A_{e3} , monitorando o volume de austenita retida;
- Caracterizar por meio de microscopia eletrônica de transmissão a espessura e largura da martensita, de modo a obter uma análise mais aprofundada da morfologia das ripas de martensita;
- Realizar o tratamento térmico com uma taxa de aquecimento maior, evidenciando o efeito da taxa de aquecimento na distribuição do tamanho dos grãos e na evolução da microestrutura.

8. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ALCÂNTARA, C. M. Microstructure and Pitting Corrosion Resistance of Quenched, Single Tempered and Double Tempered AISI 420 Martensitic Stainless Steel. **Materials Research**, v. 24, pp. 6, 2021. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0093>

APERAM. Aço inox - especificações técnicas. Disponível em: <<https://www.aperam.com/sites/default/files/documents/Aperam%20-%20A%C3%A7o%20Inox%20Especifica%C3%A7%C3%B5es%20T%C3%A9cnicas.pdf>>. Acesso em 10 fev. 2022.

APERAM. DIN WS 1.4003/UNS S41003 Aço Inoxidável Ferrítico para aplicações estruturais e de desgaste. Disponível em: <<https://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/11/DIN-WS-1.4003UNS-S41003-A%C3%A7o-Inoxid%C3%A1vel-Ferr%C3%ADtico-para-aplica%C3%A7%C3%B5es-estruturais-e-de-desgaste.pdf>>. Acesso em 10 fev. 2022.

ASKELAND, D., PHULE, P. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 1 ed, p. 594, 2008

BACK, J.G, SURREDDI, K.B. Microstructure analysis of martensitic low alloy carbon steel samples subjected to deformation dilatometry. **Materials Characterization**, v. 157, pp. 109926. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109926>.

BAJŽELJ, A., BURJA, J. Influence of Austenitizing temperature and Time on Martensitic and Isothermal Bainite Phase Transformation of Spring Steel. **Metals**, V. 12, pp. 1373, 2022.

BARLOW, L. D., Toit, M. D. Effect of Austenitizing Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of Martensitic Stainless Steel AISI 420. **JMEPEG**, v. 21, pp. 1327-1336, 2012.

BATRA, U., RAY, S., PRABHAKAR, S.R. Austempering and austempered ductile iron microstructure in copper alloyed ductile iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, V. 12, pp. 426-429, 2003.

BETTANINI, A. M. et al. Influence of M23C6 dissolution on the kinetics of ferrite to austenite transformation in Fe-11Cr-0.06C stainless steel. **Materials and design**, v.162, pp. 362-347, 2019.

BHADESHIA, H. K. D.H; HONEYCOMBE, R. **Steels: Microstructure and properties**. Editora: Elsevier, 2006.

BONIARDI, M., CASAROLI, A. **Stainless Steels**. 1ª ed. Brescia: Lucefin. 2014. 235 p.

BROOKS, C. **Principles of heat treatment of nonferrous alloys**. In: ARAI, T. et al. ASM Handbook: heat treating. USA: ASM International. p. 1826-2124, 1991.

CAHN, R. W.; HAASEN, P. **Physical Metallurgy**. 4 ed. Amsterdã: North Holland, 1996. 2740p.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma. Introdução**. John Wiley & Sons, Inc., 2002

CELADA-CASERO, C., SIETSMA, J., SANTOFIMIA, M. J. The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels. **Materials and Design**, V.167, pp. 107625, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107625>.

CENTENO, D. M. A. **Estudo das microestruturas e propriedades obtidas por tratamentos intercríticos e por tratamento de estampagem a quente em um aço Dual Phase classe 600**. Tese de doutorado - Universidade de São Paulo, São Paulo. 2018, 171 p.

CHENTOUF, S. M, CHAMANFAR, A., JAHAZI, M. Austenite grain growth and hot deformation behavior in a medium carbon low alloy steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, pp. 12102-12114, 2020.

COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4a ed. São Paulo: Blucher, 2008.

COSTA E SILVA, A. L. V. **Aços e ligas especiais**. 3ª ed., São Paulo: Edgard Blucher, 2010.

DALMAU, A. et al. Degradation mechanisms in martensitic stainless steels: Wear, corrosion and tribocorrosion appraisal. **Tribology International**, v. 121, n. December 2017, p. 167–179, 2018.

DANON A., et al. Heterogeneous austenite grain growth in 9Cr martensitic steels: influence of the heating rate and the austenitization temperature. **Materials Science & Engineering A**, p. 122-132, 2003.

DARWISH, N., ELLIOTT, R. Austempering of low manganese ductile irons. **Materials Science and Technology**, V. 9, pp. 572-585, 1993.

FARAH, M.A. **Caracterização de Frações de Petróleo pela viscosidade**. Tese doutorado - Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2006, 271 p.

FARIA, G. L. et al. Effect of martensite volume fraction on the mechanical behavior of an UNS S41003 dual-phase stainless steel. **Materials Science and Engineering A-Structural. Materials Properties Microstructure and Processing**, pp.140208, 2020.

FOLKHARD, E. **Welding Metallurgy of Stainless Steel**. Springer-Verlag Wien New York. 1988.

GAO, Q., WANG, C., QU F., WANG, Y., QIAO, Y. Martensite transformation kinetics in 9Cr-1.7W-0.4Mo-Co ferritic steel. **Journal of alloys and compounds**, V. 610, PP. 322-330, 2014.

GHOSH, G., OLSON, G.B. Kinetics of f.c.c. \rightarrow b.c.c. Heterogeneous martensitic nucleation. The critical driving force for athermal nucleation. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 42, pp. 3361-3370, 1994

GODEC, M., BALANTIC, S. Coarsening behaviour of M₂₃C₆ carbides in creep-resistant steel exposed to high temperatures. **Scientific reports**, v. 6, pp. 29734, 2016

GORNY, M., et al. Role of Austenitization Temperature on Structure Homogeneity and Transformation Kinetics in Austempered Ductile Iron. **Metals and materials international**, v. 25, 2019. DOI:10.1007/s12540-019-00245-y

GUIMARÃES, J. R. C., RIOS, P. R. Martensite start temperature and the austenite grain-size. **Material Science**, V. 45, pp.1074–1077, 2010. DOI 10.1007/s10853-009-4044-0.

GUTIÉRREZ, N. Z, et al. Heterogeneous austenite grain growth in martensitic 9cr steel: coupled influence of initial metallurgical state and heating rate. **Materials Science and Technology**. V. 29, pp.1254-1266, 2013. <https://doi.org/10.1179/1743284713Y.0000000271>

HANAMURA, T., et al. Effect of austenite grain size on transformation behavior, microstructure and mechanical properties of 0.1C–5Mn martensitic steel. **ISIJ Int.**, v. 53, pp. 2218-2225, 2013.

HANDBOOK, A. S. M. **Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**. ASM International, 1990.

HANDBOOK, A. S. M. **Volume 3: Alloy Phase Diagrams**. ASM International, 1992.

HIDALGO, et al. Influence of M₂₃C₆ carbides on the heterogeneous strain development in annealed 420 stainless steel. **Acta Materialia**, v. 200, pp. 74-90, 2020.

HOLM, E. A., STEPHEN, M. F. How Grain Growth Stops: A Mechanism for Grain-Growth Stagnation in Pure Materials. **Science**, v. 328, pp. 1138-1141, 2010. DOI: 10.1126/science.1187833. <http://dx.doi.org/10.4236/msa.2012.38072>

HUH, M. Y., ENGLER, O. Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet. **Materials science and engineering A**, v. 308, pp. 74-87, 2001. DOI:10.1016/S0921-5093(00)01995-X

HU, X., et al. Simulations of coarsening behaviour for M₂₃C₆ carbides in AISI H13 steel. **J. Mater. Sci. Technol.** V . 22, pp. 153–158, 2006.

JUDD, R. R., PAXTON, H. W. Kinetics of austenite formation from a spheroidized ferritecarbide aggregate. **Trans. Metall. Soc. Aime**, v.242, pp. 206–215, 1968.

KWAK A. K, et al. Correlation between strength and hardness for substructures of lath martensite in low- and medium-carbon steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 856, pp. 144007, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144007>

LABIAPARI, Wilian da Silva. **Abrasion-corrosion of ferritic stainless steel**. 2015. 211 f. Tese (Doutorado em Engenharias) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2015. DOI <https://doi.org/10.14393/ufu.te.2015.72>.

LEE, S. J, LESS, Y. Y. Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels. **Material and Design**, v. 29, pp.1840–18444, 2008.

LEE, S., et al. Microstructural Characteristics and M₂₃C₆ Precipitate Behavior of the Course-Grained Heat-Affected Zone of T23 Steel without Post-Weld Heat Treatment. **Metals**, v. 8, pp.170, 2018. <https://doi.org/10.3390/met8030170>

LEE, Y. B. L, SHIN, D. H, NAM, W. J. Effect of annealing temperature on tensile behavior of 5052 Al alloy deformed at cryogenic temperature. **Journal of Materials Science**, v. 40, pp.1313–1315, 2005.

LENDA, O. B, et al. Microstructure and nanoindentation studies of M23C6 carbides in Fe-18Cr-8Ni steel after long-term ageing at high temperature. **Advances in Materials and Processing Technologies**, v. 8, pp. 3859-3874, 2022.

MARCUCCI, J. R. J. et al. Mathematical modeling of dilatometric behavior of 420A and 440C martensitic stainless steels used in surgical tools. **Revista Brasileira de Engenharia Biomédica**, v. 29, n. 1, p. 25-31, 2013.

MARCUCCI, J. R. J., et al. Mathematical modeling of dilatometric behavior of 420A and 440C martensitic stainless steels used in surgical tools. **Engenharia biomédica**, v. 29, pp. 25-31, 2013.

MAROPOULOS, S., KARAGIANNIS, S., RIDLEY, N. The effect of austenitising temperature on prior austenite grain size in a low-alloy steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 483; pp. 735–739, 2008.

MODENESI, P. J. **Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis**. São Paulo: SENAI-SP, 2001.

MOHANTY, R.R., GIRINA, O.A., FONSTEIN, N.M. Effect of Heating Rate on the Austenite Formation in Low-Carbon High-Strength Steels Annealed in the Intercritical Region. **Metall Mater Trans A**, v.42, pp. 3680–3690, 2011. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0753-5>

MORITO, S. et al.. Three-dimensional Characterisation of Microstructures in Low-carbon Lath Martensite. **ISIJ International**, V. 62, 1972-1980, 2022.

MORITO, S. The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. **Acta Materialia**. v. 54, pp. 5323-5331, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.009>

MORITO, S., et al. The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. **Acta Materialia**, v. 53, pp. 1789–1799, 2003. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3).

MORITO, S., et al. Three-dimensional observations of morphology of low-angle boundaries in ultra-low carbon lath martensite. **Microscopy, [S.l.]**, v. 66, n. 6, p. 380-387, 2017. Oxford University Press (OUP). <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/dfx027>.

MOURA, A. N., et al. Microstructure and crystallographic texture of martensitic stainless steels after cold rolling and subsequent recrystallization. **Materials Characterization**, v. 192, pp. 112190, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112190>.

MUNIZ, F.T.L., et al. The Scherrer equation and the dynamical theory of X-ray diffraction. **Acta Cryst.**, v. 92, pp. 385-390, 2016.

NEWMAN, J. A., et al., 2023. Parts per Million Powder X ray Diffraction. **Analytical Chemistry**, v. 87, 2015.

PAPAEFTHYMIU, S., BOUZOUNI, M., PETROV, R.H. Study of Carbide Dissolution and Austenite Formation during Ultra-Fast Heating in Medium Carbon Chromium Molybdenum Steel. **Metals**, v. 8, pp. 646, 2018. doi:10.3390/met8080646.

PAREDES, R. **Aços inoxidáveis metalurgia e soldabilidade**. Curitiba: Setor de tecnologia, 2020

PINEDO, C. E; MAGNABOSCO, R. Mecanismos de nitretação sob plasma do aço inoxidável martensítico AISI 420 nitretado a alta e baixa temperatura. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, vol.12, n.3, pp..257-264, 2015

PORTER, D. A, EASTERLING, K. E., SHERIF, M. V. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. 3a ed. New York: CRC Press, 2009.

RAJI, N. A., OLUWOLE, O. O. Effect of Soaking Time on the Mechanical Properties of Annealed Cold-Drawn Low Carbon Steel. **Materials Sciences and Applications**, Vol. 3, pp. 513-518, 2012.

SATO, K., ICHINOSE, M., HIROTSU, Y. Effects of Deformation Induced Phase Transformation and Twinning on the Mechanical Properties of Austenitic Fe-Mn-Al Alloys. **ISIJ International**, v. 29, pp. 868- 877, 1989.

SAVRAN, V. I., et al. Microstructural Features of Austenite Formation in C35 and C45 alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v 38, p.946-955, 2007.

SAVRAN, V. I., OFFERMAN, S. E, SIETSMA, J. Austenite Nucleation and Growth Observed on the Level of Individual Grains by Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, p.583-591, 2010.

SEVERO, F. **Comportamento à erosão por cavitação do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2017. SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. 6. ed. Sao Paulo: Pearson Education do Brasil, 2008. 556 p.

SIERRA-SORALUCE A., et al. Effect of microstructure on tensile properties of quenched and partitioned martensitic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 864, pp. 144540, 2023.

SOUSA, T.G. **Avaliação de densidade de discordâncias em cobre e latão α deformados por análise de largura de pico de drx**. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais). Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2014.

SOUZA, S. M. C. et al. Avaliação da resistência à corrosão e das propriedades mecânicas do aço inoxidável martensítico contendo 15 % de cromo em meio de h₂s e co₂. **Corros. Prot. Mater.**, v. 29, n. 4, p. 120–125, 2010.

SOUZA, S. S., MOREIRA, P. S, FARIA, G. L. Austenitizing Temperature and Cooling Rate Effects on the Martensitic Transformation in a Microalloyed-Steel. **Materials Research**, v. 23, pp. 20190570, 2020.

SPEICH, G. R. Physical metallurgy of dual-phase steels, In Proceedings of the Fundamentals of Dual-Phase Steels. **The Metallurgical Society of AIME**, pp. 3–46, 1981.

SPEICH, G. R., DEMAREST, V., MILLER, R. Formation of austenite during intercritical annealing of dual-phase steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.12, pp. 1419-1428, 1981. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02643686>

SUN, C. et al. The Effect of Lath Martensite Microstructures on the Strength of Medium-Carbon Low-Alloy Steel. **Crystals**, V. 10, pp. 232, 2020; doi:10.3390/cryst10030232

TAMURA, et al. Tempering Behavior of 9%Cr–1%Mo–0.2%V Steel Manabu. **Isij international**, v. 46, pp. 1693-1702, 2006. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.46.1693>

VERDIERE, A., et al. Effect of the austenitizing parameters on the microstructure and mechanical properties of 75Cr1 tool steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 785, pp. 139331, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139331>.

XIE, et al. Characterization of Carbide Precipitation during Tempering for Quenched Dievar Steel. **Materials**, v. 15, 2022. doi: 10.3390/ma15186448

YAN, W. et al. Microstructural stability of 9–12%Cr ferrite/martensite heat-resistant steels. **Frontiers of Materials Science**, v. 7, n. 1, p. 1– 27, 29 maio 2013.

Yang J., et al. Austenite Grain Growth Kinetics of 15Cr12CuSiMoMn Steel [J]. **Metal Heat Treatment**, v. 47, pp. 53-58, 2022. DOI:10.13251/j.issn.0254 -6051.2022. 02.010.

YANG, H. S., BHADESHIA, H. K. D. H. Austenite grain size and the martensite-start temperature. **Scripta Materialia**, V. 60, pp. 493-495, 2009.

XIANG, X., et al. Dissolution behavior of intragranular M₂₃C₆ carbide in 617B Ni-base superalloy during long-term aging. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 797, pp. 216-228, 2019.

XU, Y., et al. Prediction model for the austenite grain growth in a hot rolled dual phase steel, **Materials & Design (1980-2015)**, Volume 36, 2012, Pages 275-278, ISSN 0261-3069, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.11.009>.

YUAN, X., et al. Dependence of grain size on mechanical properties and microstructures of high manganese austenitic steel. **Procedia Engineering**, v. 81, pp. 143-148, 2014.

ZEILINSKI, A., WERSTA, R., SROKA, M. The study of the evolution of the microstructure and creep properties of Super 304H austenitic stainless steel after aging for up to 50,000 h. **Archives of civil and mechanical engineering**, v. 22, 2022. DOI:10.1007/s43452-022-00408-6

ZHAO, J.; NOTIS, M. R. Continuous cooling transformation kinetics versus isothermal transformation kinetics of steel: a phenomenological rationalization of experimental observations. **Materials Science and Engineering**, v. R15, p. 135-208, 1995.

ZHAO, M. J., et al. Investigation and Modeling of Austenite Grain Evolution for a Typical High-strength Low-alloy Steel during Soaking and Deformation Process. **Acta Metall. Sin**, v. 35, pp. 996–1010, 2022. [HTTPS://DOI-ORG.EZ49.PERIODICOS.CAPES.GOV.BR/10.1007/S40195-021-01330-1](https://doi.org/10.1007/S40195-021-01330-1)

9. APÊNDICE A – ANÁLISE DE DADOS DO RESULTADO DE TGAP

O valor -P indica que probabilidade de se encontrar uma diferença tão grande ou maior do que a que foi observada sob a hipótese nula, sendo que em um teste de hipótese com nível de confiança de 95% rejeita-se a hipótese nula caso valor- P seja menor que 5%. Para os dados do tamanho dos grãos de austenita prévio o valor -P é maior que 5% em todos os casos, Tab.5.

Tabela 5: Resultado do valor-P para distribuição lognormal dos dados de TGAP

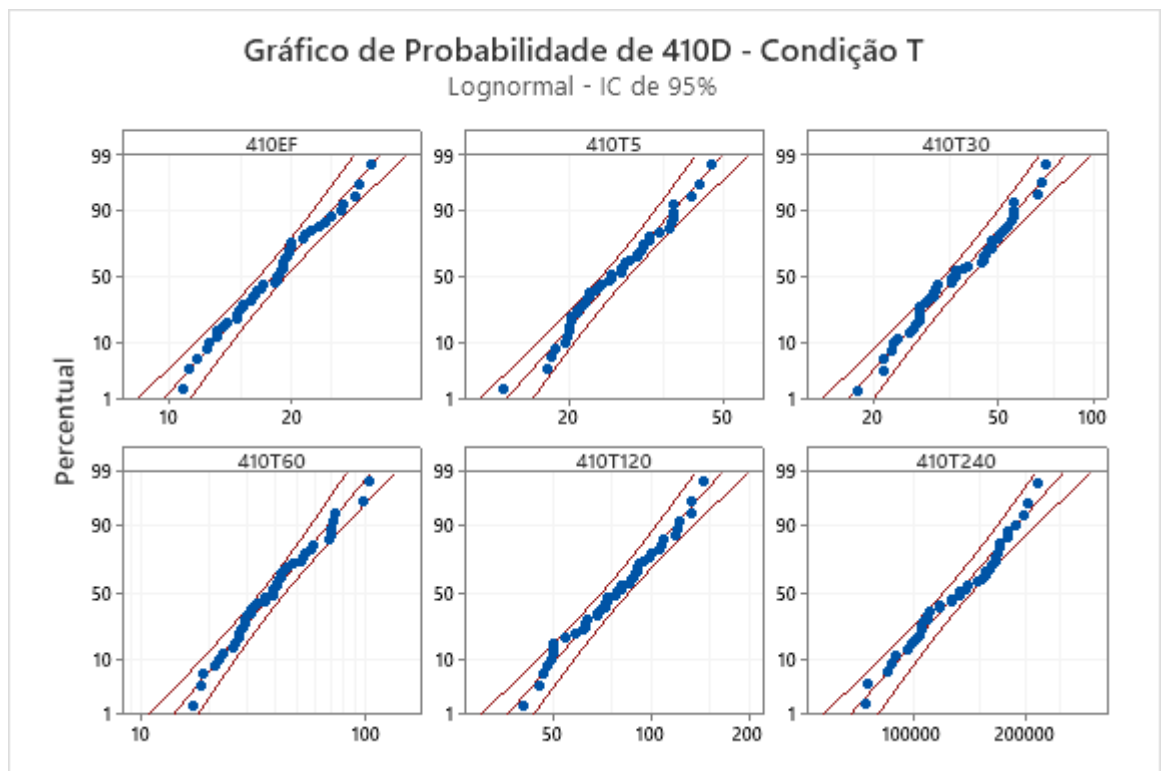
Amostras	Valor-P
410EF	0,700
410T5	0,525
410T30	0,205
410T60	0,554
410T120	0,742
410T240	0,228
410R	0,076
410RT5	0,054
410RT30	0,074
410RT60	0,456
410RT120	0,873
410RT240	0,769
420EF	0,108
420T5	0,563
420T30	0,058
420T60	0,077
420T120	0,705
420T240	0,088
420R	0,781
420RT5	0,297
420RT30	0,717
420RT60	0,338

420RT120	0,858
420RT240	0,808

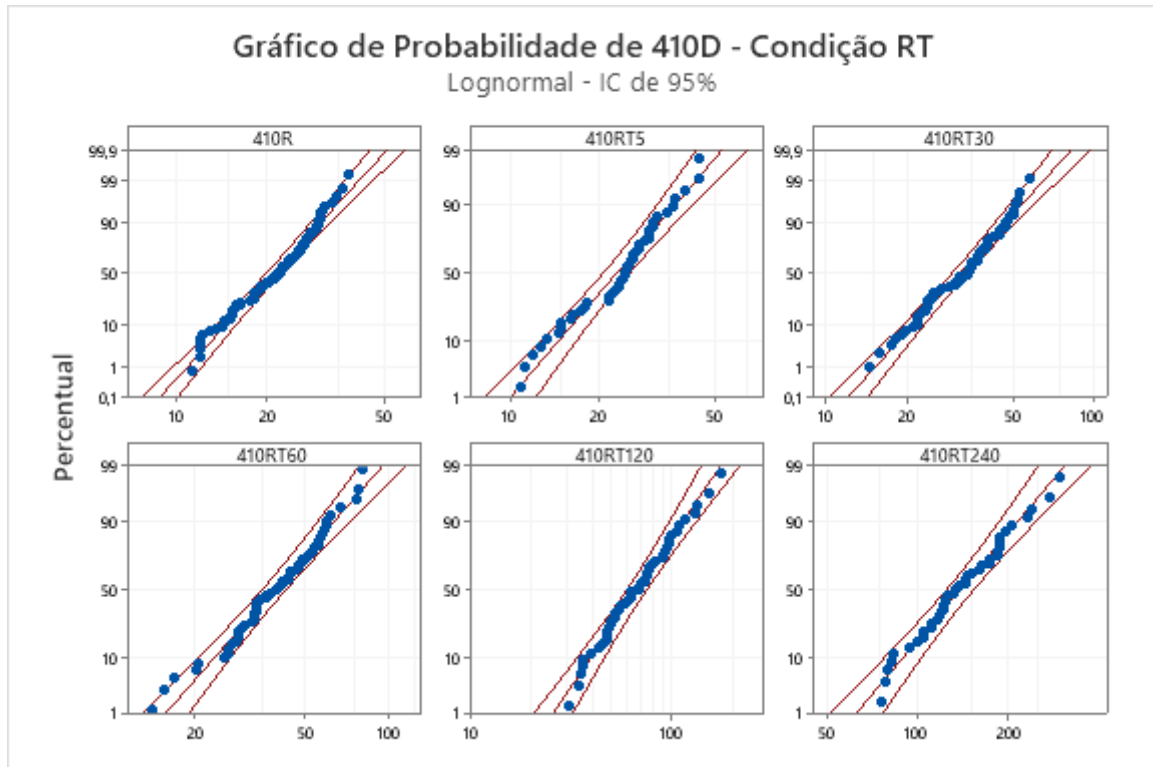
Fonte: Própria autora

Observando os gráficos de probabilidade (Fig. 33(a, b, c e d)) percebe-se que todas amostras tendem a seguir a linha de distribuição lognormal, corroborando com a hipótese assumida de distribuição heterogênea dos grãos.

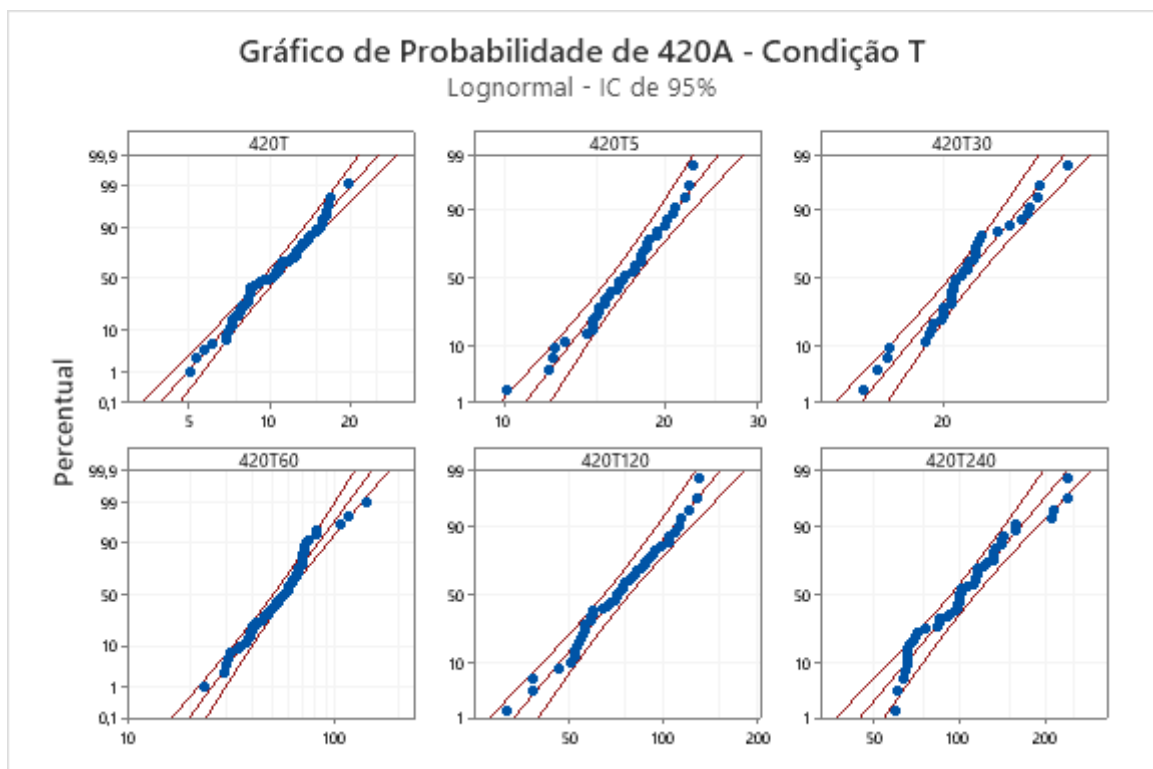
Figura 33: Gráfico de probabilidade dos dados de TGAP



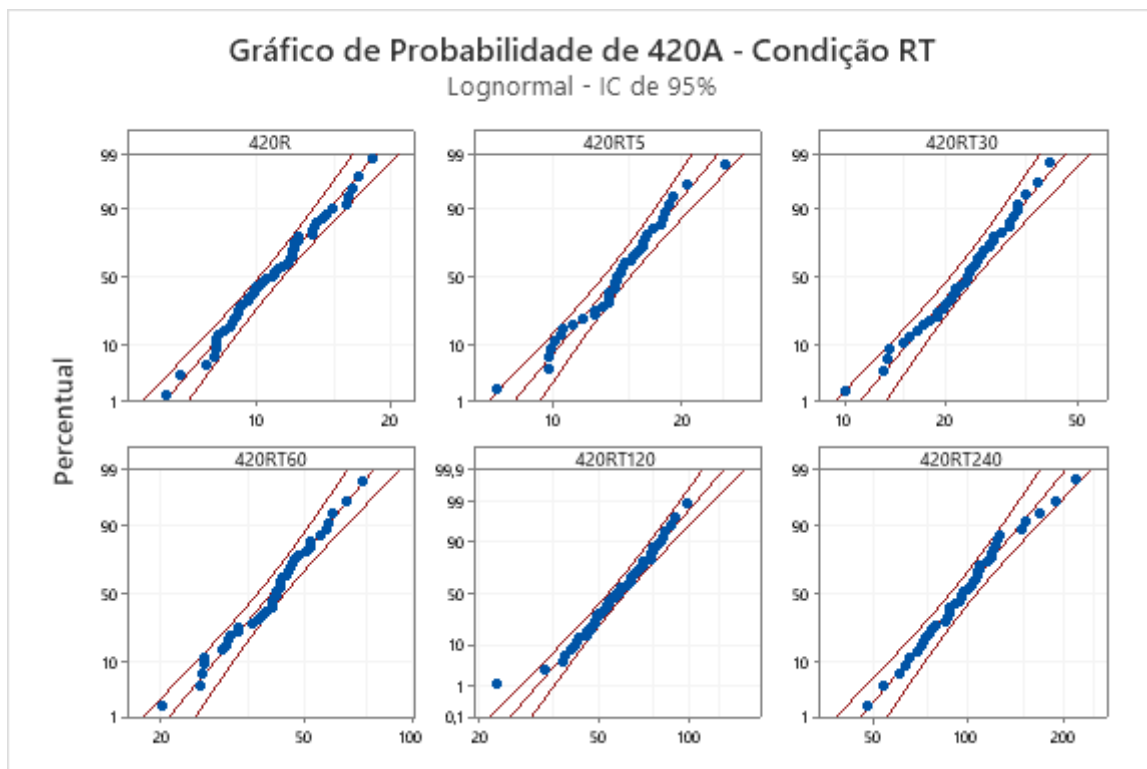
(a)



(b)



(c)



(d)

10. APENDICE B – ANÁLISE DE DADOS DOS RESULTADOS DE DUREZA

O intervalo de confiança e o valor - P do teste de normalidade de Anderson-Darling, para os dados de dureza, podem ser vistos na Tab. 6. Nota-se que a hipótese nula não seria rejeitada, visto que em todas as amostras Valor-P é maior que 0,05.

Tabela 6: Resultado do valor-P e o intervalo de confiança de 95% para os dados de dureza

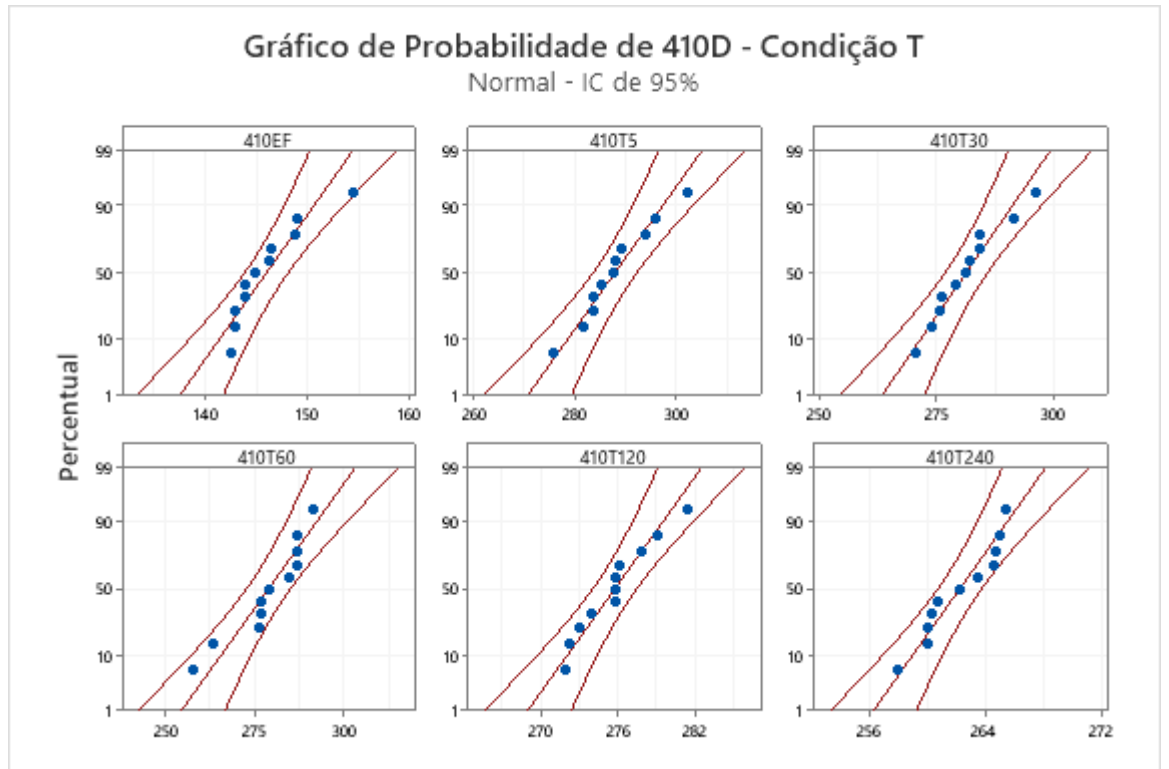
Amostras	Intervalo de confiança 95% (HV)	Valor-P
410EF	(143,6; 148,5)	0,111
410T5	(283; 292,9)	0,725
410T30	(276,1; 286,4)	0,705

410T60	(272; 286,1)	0,128
410T120	(273; 277,7)	0,594
410T240	(260,4; 263,9)	0,176
410R	(153,9; 159,8)	0,415
410RT5	(321,9; 330,6)	0,974
410RT30	(308; 318)	0,620
410RT60	(290,2; 300,3)	0,604
410RT120	(275,9; 289,7)	0,122
410RT240	(275,6; 284,3)	0,913
420EF	(191,5; 193,3)	0,378
420T5	(618,3; 628,6)	0,893
420T30	(479,4; 497,6)	0,938
420T60	(467,4; 473,5)	0,127
420T120	(419,9; 452,8)	0,425
420T240	(369,8; 381,9)	0,295
420R	(169,8; 173,8)	0,618
420RT5	(625,7; 629,3)	0,353
420RT30	(505,9; 524,6)	0,702
420RT60	(477,4; 503,4)	0,489
420RT120	(424,7; 450,9)	0,799
420RT240	(360,4; 377,12)	0,314

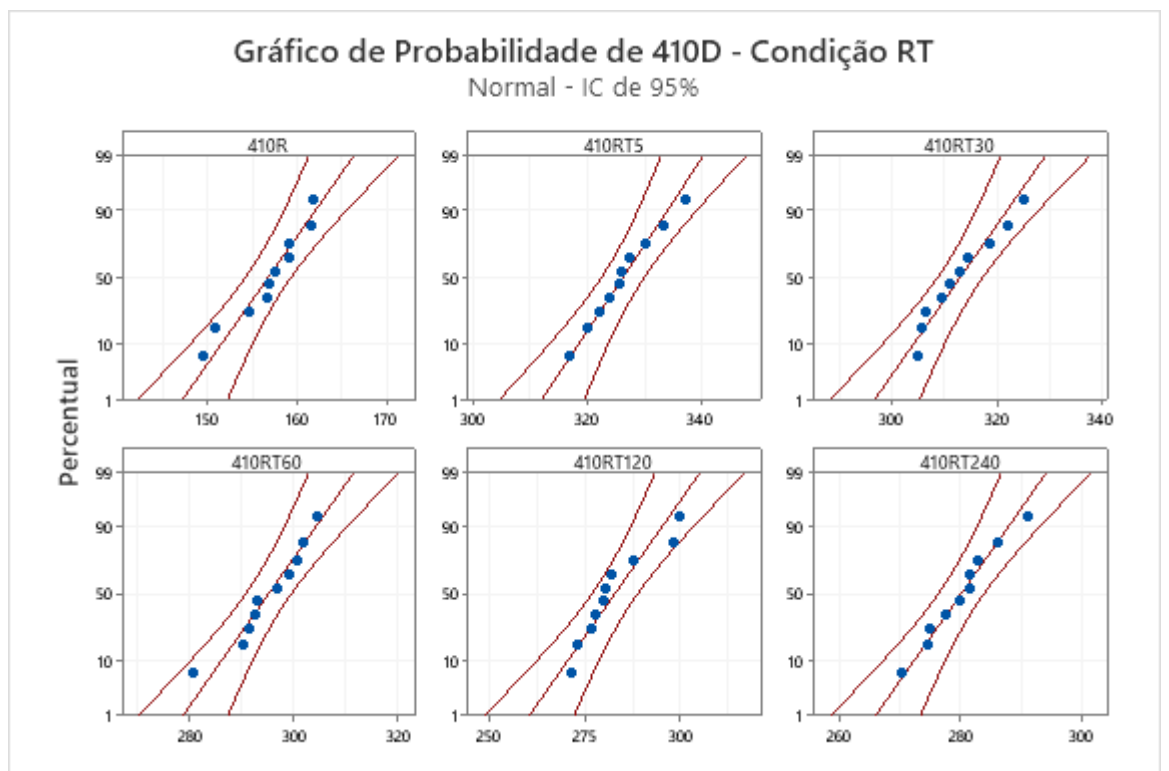
Fonte: Própria autora

As Fig. 34(a), Fig. 34(b), Fig. 34(c) e Fig. 34(d) apresentam os gráficos de probabilidade dos aços 410D e 420A, tanto na condição T quanto na condição RT. É possível perceber que todas amostras tendem a seguir a linha de distribuição normal com um nível de confiança de 95%.

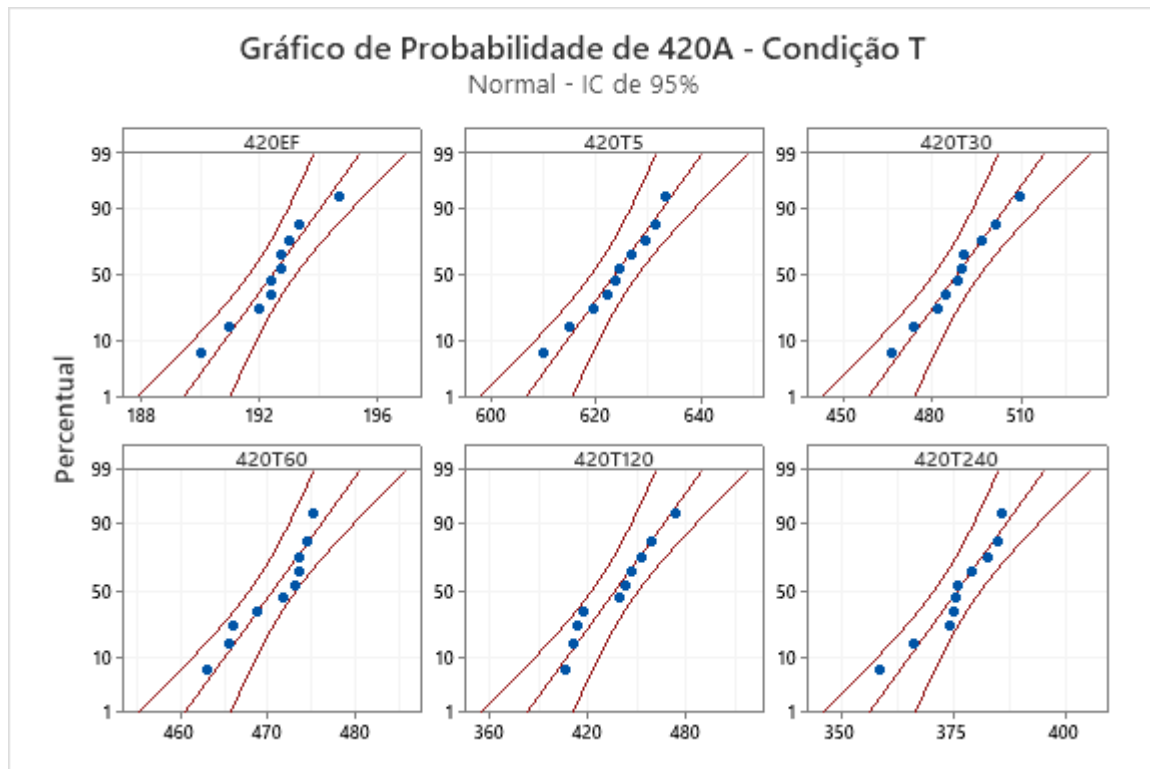
Figura 34: Gráfico de probabilidade dos aços 410D e 420A



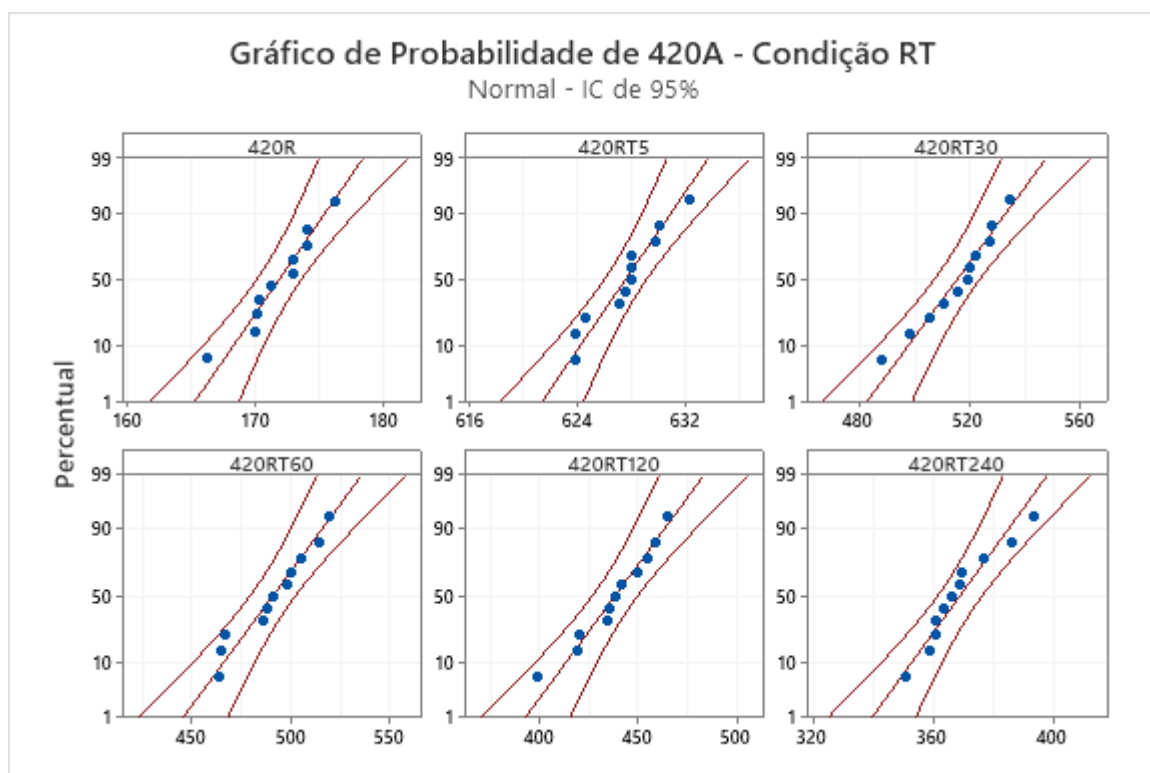
(a)



(b)



(c)



(d)