



**EVOLUÇÃO DAS PROPRIEDADES ANELÁSTICAS DE UM AÇO LIGA
NOS ESTADOS MARTENSÍTICO E PERLÍTICO ENCRUADO
SUBMETIDO A AQUECIMENTO ATÉ 600° C**

ALAIN ISORÉ e L. T. MIYADA

PUBLICAÇÃO IEA N.º 392

Maio — 1975

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"
SAO PAULO — BRASIL

**EVOLUÇÃO DAS PROPRIEDADES ANELÁSTICAS DE UM AÇO LIGA
NOS ESTADOS MARTENSÍTICO E PERLÍTICO ENCRUADO
SUBMETIDO A AQUECIMENTO ATÉ 600°C**

Alain Isoré* e L.T. Miyada

**Coordenadoria de Ciência e Tecnologia de Materiais
Instituto de Energia Atômica
São Paulo - Brasil**

**Publicação IEA Nº 392
Maio - 1975**

***Da Cooperação Técnica Francesa.**

Instituto de Energia Atômica

Conselho Superior

Eng^o Roberto N. Jafet - Presidente

Prof. Dr. Emilio Mattar - Vice-Presidente

Prof. Dr. Jose Augusto Martins

Prof. Dr. Milton Campos

Eng^o Helcio Modesto da Costa

Superintendente

Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Piéroni

EVOLUÇÃO DAS PROPRIEDADES ANELÁSTICAS DE UM AÇO LIGA NOS ESTADOS MARTENSÍTICO E PERLÍTICO ENCRUADO SUBMETIDO A AQUECIMENTO ATÉ 600°C

Alain Isoré e L. T. Miyada

RESUMO

Dois picos de atrito interno foram observados num aço liga (1%C e 1,5%Cr), próximo a 220 e 280°C para uma frequência vizinha de 1,3 Hz. A evolução destes picos por aquecimento permite determinar os estágios de decomposição da martensita e de recristalização da perlita encruada. A martensita revenida e a perlita encruada apresentam o mesmo comportamento anelástico. Uma interpretação atomística dos picos é feita a partir de modelos existentes: os picos seriam devidos à interação discordâncias-carbono intersticial e interação discordância-carboneto.

1. Introdução

O atrito interno é a propriedade de um corpo absorver energia quando é submetido a deformações cíclicas. Esta absorção de energia é, geralmente, devida ao movimento dos defeitos que o corpo contém. O atrito interno é, assim, uma grandeza particularmente sensível às propriedades dos defeitos de estrutura e se aplica perfeitamente bem ao estudo de toda evolução da rede de defeitos de um metal, tais como: precipitações, recristalização ou mudança de fase.

No ferro α , de estrutura cúbica centrada, contendo impurezas intersticiais (C ou N) e após deformação, observa-se um pico de relaxação em atrito interno, situado entre 200 e 250°C para uma frequência vizinha de 1 hertz^(8,14) que denomina-se geralmente CWP (cold worked peak). Um pico de características semelhantes é igualmente observável nos aços martensíticos^(9,10).

Vários modelos atômicos foram propostos a fim de explicar o pico da ferrita encruada. Dividem-se em duas classes: uma atribui a absorção de energia ao movimento das discordâncias^(2,13) e a outra ao movimento das impurezas^(6,10). Estes modelos são a base da interpretação dos fenômenos observados nos aços martensíticos.

Este trabalho mostra a utilização das medidas de atrito interno em seguir a evolução de um aço liga (1%C e 1,5%Cr) no estado martensítico submetido a tratamentos de revenido. Três estágios de restauração puderam ser determinados entre 20 e 500°C. Paralelamente, foram efetuadas medidas em amostras recozidas e depois encruadas. Este estudo permitiu-nos estabelecer uma identidade dos estados microscópicos da perlita encruada e da martensita revenida.

2. Método Experimental

As medidas foram realizadas a uma frequência vizinha de 1,3 Hz em um pêndulo de torção anteriormente descrito⁽¹³⁾, no curso de subidas lineares da temperatura ($dT/dt \cong 1,2^\circ\text{C}/\text{min.}$).

Durante uma medida a deformação máxima da amostra é de 5×10^{-5} .

O atrito interno Q^{-1} é determinado a partir do decremento logarítmico Δ do movimento das amostras; tem-se $Q^{-1} = \Delta/\pi$.

O material estudado é um aço liga fornecido pela firma Ind. Villares S.A., cuja composição é: 1,06%C; 1,44%Cr, 0,30%Si; 0,28%Mn; 0,11%Ni; 0,02%Mo; 0,014%P e 0,012%S.

As amostras foram preparadas em forma de plaquetas (60 x 4 x 1 mm) e depois recozidas 1 hora a 950°C seladas sob vácuo primário (10^{-2} Torr) em tubos de quartzo. Uma parte foi resfriada lentamente no forno e a outra, temperada rapidamente em água à temperatura ambiente e em seguida resfriada no nitrogênio líquido para diminuir a taxa de austenita residual.

No microscópio ótico, as amostras resfriadas lentamente apresentam uma estrutura perlítica com numerosos precipitados (carbonetos de Cr e de Fe). As amostras temperadas apresentam uma estrutura martensítica contendo igualmente, alguns precipitados que, provavelmente, não foram dissolvidos quando do tratamento de austenitização a 950°C.

Os tratamentos térmicos foram efetuados no pêndulo sob uma atmosfera de 2 torr de He até 410°C; o erro na leitura da temperatura era inferior a 2°C. Acima de 410°C os tratamentos térmicos tiveram lugar em tubos selados sob vácuo de 10^{-2} Torr.

3. Resultados Experimentais e Discussão

3.1. Amostras perlíticas deformadas

A figura 1 mostra a evolução do atrito interno com a temperatura crescente entre 100 e 300°C de uma amostra deformada ciclicamente 30 vezes por torção. A deformação máxima de cada ciclo é atingida quando as bordas extremas da amostra fazem entre si um ângulo de 45°.

Os números indexando as curvas correspondem ao número da subida linear de temperatura efetuado segundo o programa: 1 a 3, subida até 250°C; 4 (300°C); 5 (320°C)

As curvas obtidas revelam a presença de dois picos de relaxação, próximo a 220°C (P_1) e próximo a 280°C (P_2). Abaixo de 150°C e acima de 300°C, há o que se chama "fundo" de atrito interno. A baixa temperatura, o fundo F é, geralmente, interpretado como sendo devido ao movimento das discordâncias entre seus pontos de ancoragem. O recrescimento do atrito interno a alta temperatura corresponde, provavelmente, a um outro pico de atrito interno (PJG) atribuído ao movimento viscoso das junções de grão e cujo máximo se encontra próximo a 600°C⁽⁸⁾.

Verificamos que P_1 e P_2 não aparecem em uma amostra perlítica não deformada. Sua existência está, assim, ligada à presença das discordâncias.

A evolução correspondente ao período de oscilação da amostra (P) é dada na figura 2. Esta evolução apresenta diferentes estágios (a e e) que confirmam a existência das diferentes componentes determinadas a partir da evolução de Q^{-1} . Com efeito, a evolução experimental

do período é idêntica à evolução esquemática resultante da soma de um "fundo" e de três picos de relaxação (fig. 3): o fundo varia linearmente com a temperatura, e ao nível de um pico, o módulo de elasticidade (proporcional a p^{-2}) passa de seu valor não relaxado a um valor relaxado mais fraco.

Observa-se uma ligeira diminuição do atrito interno entre a 1ª e a 2ª subidas. Nenhuma evolução é visível entre as subidas 2 e 6. A diferença entre 1 e 2 é devida à migração dos átomos de carbono para as discordâncias. Sabe-se que esta migração tem lugar desde a temperatura ambiente (10) e deve estar completamente terminada antes de 250°C, e todo aquecimento a temperatura superior não faz efeito.

Quando a temperatura de aquecimento se torna superior a 400°C, a altura das curvas evolui fortemente. A evolução aparente de P_1 e P_2 é fortemente mascarada pela evolução de PJG. Aparentemente, as alturas de P_1 e P_2 não começam a diminuir senão para aquecimentos a temperaturas superiores a 500°C. PJG aumenta com a temperatura de recozimento T_R até $T_R = 410^\circ\text{C}$ e diminui em seguida, continuamente. Estas evoluções devem estar relacionadas ao desaparecimento das discordâncias por recristalização primária, recristalização esta que provoca uma redistribuição dos precipitados e uma reorganização total da rede de junções de grão. O aumento do "fundo" a baixa temperatura é, igualmente, característica da recristalização (13).

3.2. Amostras martensíticas

O atrito interno e o período foram medidos em uma amostra martensítica no curso de um programa de subidas lineares sucessivas até temperaturas máximas crescentes: subida 1 até 100°C, subida 2 até 140°C,etc. Após cada subida, a amostra foi resfriada rapidamente (15°C/min) afim de evitar, se possível, toda restauração durante o resfriamento.

No curso da primeira subida, observa-se uma flexão da taxa de crescimento de Q^{-1} desde que a temperatura de medida atinge 90°C (ver fig. 4). Paralelamente (fig. 5), a evolução do período apresenta uma concavidade voltada para baixo, que é característica de uma restauração interna do metal. A restauração é igualmente visível a partir da diminuição entre as subidas 1 e 2 de Q^{-1} e de P medidos à temperatura ambiente. A temperatura de 90°C corresponde à temperatura geralmente obtida para o início da transformação da martensita com forte teor de carbono, em martensita a baixo carbono e em precipitados de carbonetos.

No curso das 2ª e 3ª subidas os mesmos fenômenos se repetem a partir de 100 a 140°C (temp. max. das subidas 1 e 2), respectivamente, mostrando que se prossegue o processo da decomposição da martensita.

As curvas 5 são idênticas às curvas 4. Pode-se, assim, deduzir que a 170°C o 1º estágio de decomposição da martensita está terminado.

O segundo estágio da evolução da martensita se situa de cerca de 200°C (limite de 200°C é determinado a partir da evolução de P - fig. 5) até 320°C (curvas 5 a 12). As curvas de atrito interno e de período não evoluem quando a temperatura de aquecimento passa de 320 a 350°C (curvas 11 e 12).

Uma observação é necessária no que concerne a este segundo estágio, pois ele corresponde ao domínio de temperaturas no qual se superpõem a decomposição da austenita residual e o

final da decomposição da martensita a baixo carbono em ferrita e cementita (ou carbonetos complexos de cromo e de ferro). A restauração do atrito interno poderia ser devida ao desaparecimento da austenita residual. É possível que os produtos de decomposição da austenita venham a perturbar os picos de atrito interno mas nunca se observou pico de atrito interno a alta temperatura, devido a uma interação discordâncias-impurezas nos metais de estrutura cúbica de face centrada. P_1 e P_2 são devidos a uma interação discordância-impurezas na parte martensítica ou ferrítica do aço estudado.

3.3. Discussão

Como já assinalamos, os picos do ferro α encruado e da martensita foram amplamente estudados mas as teorias estabelecidas para explicá-las nunca foram inteiramente satisfatórias. Em particular, as teorias relativas às amostras ferríticas deformadas não são aplicáveis às amostras martensíticas e vice-versa. Por isto, pode haver uma razão muito simples: a origem da relaxação é diferente nos dois casos.

Para explicar o CWP, o modelo que parece mais conveniente é o de Schoek⁽¹³⁾, que propõe que a origem do pico se deve ao movimento das discordâncias freiadas pelas impurezas intersticiais que se encontram em seu campo de ação. Ele mostra que a altura do pico $Q^{-1} \max$ é proporcional a $\Lambda \ell^2$; Λ sendo a densidade de discordâncias e ℓ o comprimento livre das discordâncias entre fortes pontos de ancoragem. Ino e Sugeho⁽²⁾ melhoraram este modelo e mostram que $Q^{-1} \max$ aumenta com a concentração C_0 das impurezas em solução sólida situada sobre as discordâncias.

Foi demonstrado experimentalmente^(2,14) que a existência do CWP na ferrita deformada necessita da presença de impurezas intersticiais em solução sólida. Na martensita, a situação é bem semelhante pois a martensita pode ser considerada como uma ferrita supersaturada em carbono tendo uma rede de discordâncias de elevada densidade.

Mura, Tamura e Brittain⁽¹⁰⁾ observaram um pico estável próximo de 260°C nos aços martensíticos. Nos mesmos aços no estado encruado, eles colocam em evidência um pico cuja temperatura é cerca de 40°C mais baixa que para as amostras martensíticas. Estes autores tentaram explicar os picos observados com a ajuda de um mecanismo que implica crescimento e dissolução de um precipitado de carboneto de tamanho crítico, sob o efeito do movimento oscilante de uma discordância. Mostraram que a altura do pico deve ser proporcional à concentração de carbono nos precipitados. MacGrawth e Rawling⁽⁸⁾ observaram igualmente, um pico estável próximo a 250°C num aço martensítico e não há dúvida que este pico deve estar ligado à presença de precipitados (carboneto ϵ ou Fe_3C) nas discordâncias. Entretanto, o modelo anteriormente descrito falha na explicação do CWP pois nunca foi possível observar, microscopicamente, precipitação nas discordâncias em ferrita encruada⁽¹¹⁾. É necessário notar, por outro lado, que os picos têm características diferentes nos dois estados (temperatura e energia de ativação).

Marquis, Dubé e Létendre⁽⁹⁾ obtiveram, igualmente, um pico cujo máximo se situa a 200°C em aços martensíticos contendo diversos teores de carbono (de 0,35 a 1,25%). Os resultados que eles obtiveram, porém, mostram que este pico começa a se restaurar desde que a temperatura de medida atinge 80°C, o que concorda perfeitamente com nossos resultados. Após um recozimento a 550°C, seu pico desapareceu completamente.

Parece, assim, que a martensita pode dar origem a picos estáveis ou instáveis: um pico instável que seria devido às impurezas intersticiais e um pico estável devido aos precipitados.

Em nosso trabalho, a evolução geral do atrito interno Q^{-1} de uma amostra martensítica no curso das subidas 1 a 5, revela a existência de um pico de relaxação situado próximo a 220°C e de amplitude muito elevada (pico identificado com o pico P_1 do aço perlítico deformado). Como o mostra a curva 1 (fig. 4), a altura deste pico sofre uma diminuição a partir do momento em que a temperatura atinge 90°C , temperatura a partir da qual os precipitados de carbono começam a se formar, a quantidade de carbono em solução sólida começando a diminuir. Esta evolução está em desacordo com a teoria de Tamura et alii e concorda com as teorias de Ino e Sugeno, e Schoek: a diminuição da amplitude do pico seria devida a uma diminuição de C_0 e de l (os precipitados formam pontos fortes de ancoragem para as discordâncias). P_1 seria, assim, devido a uma interação entre as discordâncias e os átomos de carbono em solução intersticial.

A presença do pico P_2 no aço martensítico surge desde a subida nº 7 mas é difícil, a partir de nossas medidas, identificar o fenômeno que o provoca. Por outro lado, a evolução aparente do máximo de P_2 é essencialmente devida à do máximo de P_1 . A única afirmação que se pode fazer é que sua existência deve estar ligada à existência dos precipitados formados quando da decomposição da martensita. Poder-se-ia então, interpretar P_2 a partir do modelo de Tamura et al. O fato que P_2 esteja situado a temperatura mais elevada que P_1 pode ser devido a que a energia de ligação da impureza do carbono seria maior no precipitado que no coração de uma discordância. Quando a decomposição da martensita é terminada, P_1 e P_2 não evoluem mais.

No aço que estudamos, a martensita revenida a 320°C tem um comportamento idêntico ao da estrutura obtida por resfriamento contínuo e depois deformada (ver na fig. 4 as curvas 11-12 e a curva AE que corresponde a uma amostra perlítica encruada). As duas estruturas podem assim ser consideradas como idênticas do ponto de vista microscópico da interação discordâncias-precipitados-impurezas intersticiais. Quanto à diferença de amplitude dos picos P_1 e P_2 nas duas estruturas há, provavelmente, o fato que a martensita revenida possui uma rede de discordâncias mais densa do que a da perlita encruada.

Os resultados que obtivemos revelam a existência de dois picos ligados à presença das discordâncias, que interagem com os carbonos no estado intersticial (P_1) e com os precipitados (P_2). Enquanto que, todos os trabalhos publicados até o presente sobre aços martensíticos e ferríticos encruados, não revelam senão a presença de um único pico (ou um ou o outro). Nós não temos explicação para este fenômeno; pode ser que seja necessário procurar a solução na presença do cromo que provoca a precipitação de carbonetos complexos.

4. Conclusão

Estudamos a influência de recozimentos no espectro de atrito interno entre 20 e 350°C de um aço liga hipereutectóide nos estados cozido-encruado e martensítico. Deste estudo destacam-se os seguintes pontos:

1. Tanto na martensita quanto na perlita encruada aparecem dois picos de relaxação em atrito interno: P_1 e P_2 . P_1 é atribuído a uma interação impurezas intersticiais-discordâncias e P_2 a uma interação precipitados-discordâncias.

2. Dois estágios de decomposição da martensita são determinados: de 90 a 170°C e de 200 a 320°C.
3. O desaparecimento das discordâncias tem lugar para aquecimentos a temperatura superior a 550°C.
4. De um ponto de vista microscópico (interação discordâncias-impurezas intersticiais-precipitados) a martensita revenida a 320°C é idêntica à perlita deformada. A martensita possui uma rede de discordâncias mais densa que aquela que se pode obter por deformação cíclica da perlita (a altura dos picos P_1 e P_2 não aumenta mais para deformações da perlita superiores a 15 ciclos).

Legenda das Figuras

- Fig. 1 - Evoluções do atrito interno em função da temperatura de medida para a amostra perlítica deformada 30 ciclos e submetida a diferentes tratamentos térmicos.
- Fig. 2 - Evoluções do período em função da temperatura de medida para uma amostra perlítica deformada 30 ciclos e submetida a diferentes tratamentos térmicos.
- Fig. 3 - Representação esquemática da evolução do período no caso em que se tem a superposição de um fundo e de tres picos de relaxação.
- Fig. 4 - Variações do atrito interno de uma amostra martensítica no curso de subidas em temperaturas sucessivas.
- Fig. 5 - Variações do período de vibração de uma amostra martensítica. Medidas simultâneas às medidas de atrito interno representadas na figura 4.

$Q^{-1} (10^{-3})$

recozimentos prévios			
2-6	aquecimento linear até	320 °c	
9	recozimento 30 mn a	440 °c	
10	" "	500 °c	
11	" "	550 °c	

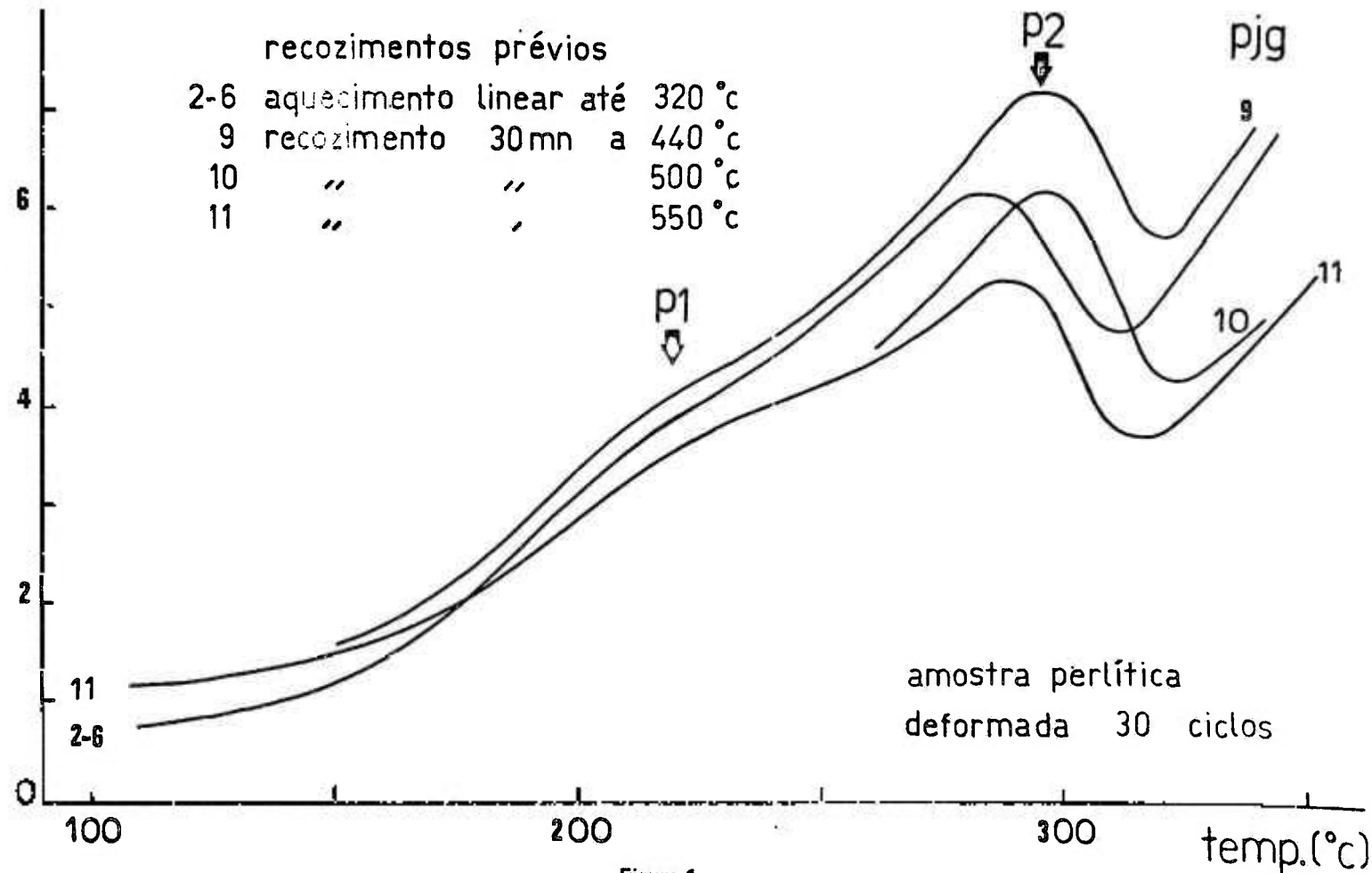


Figura 1

período

Amostra deformada 30 ciclos

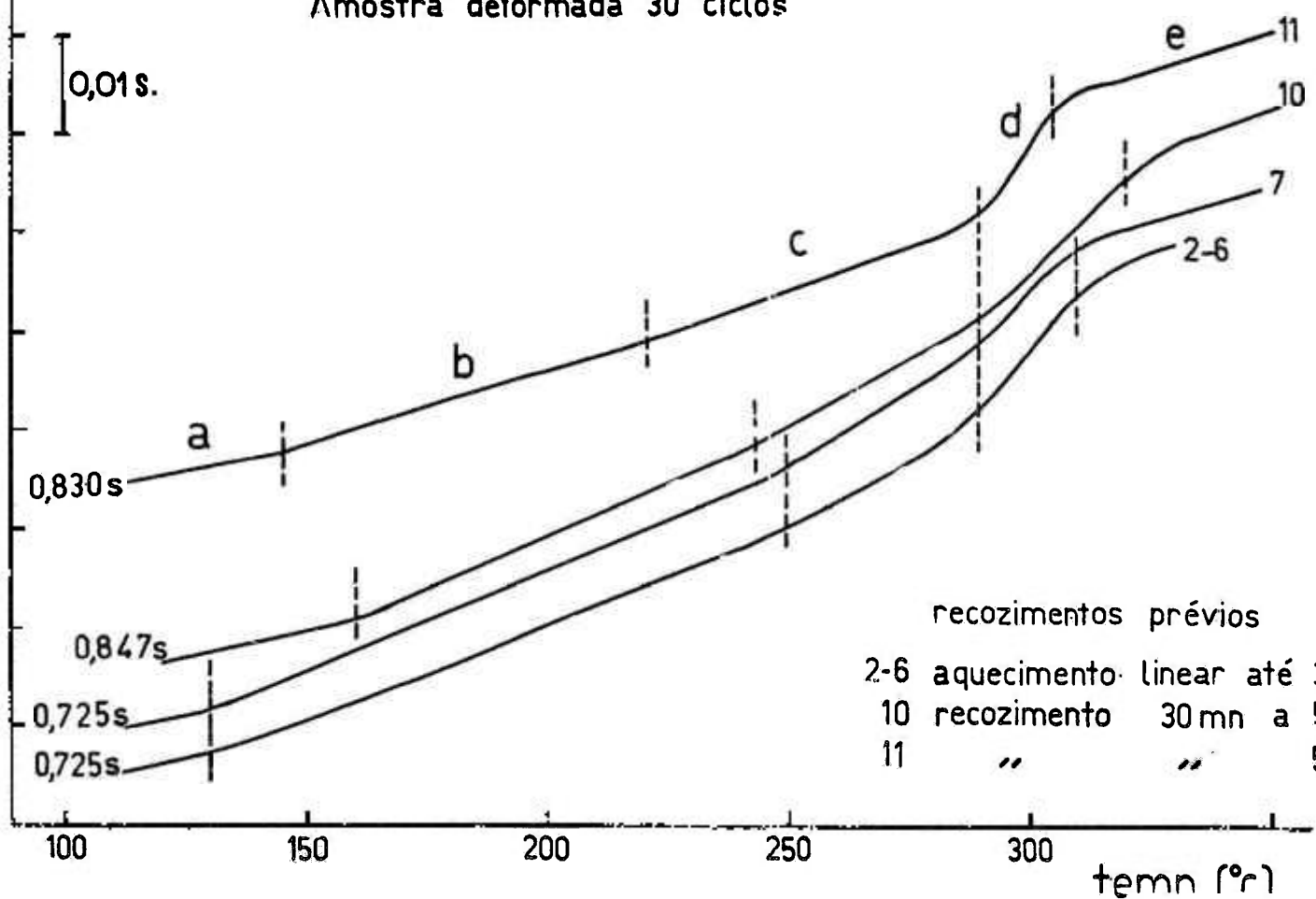


Figura 2

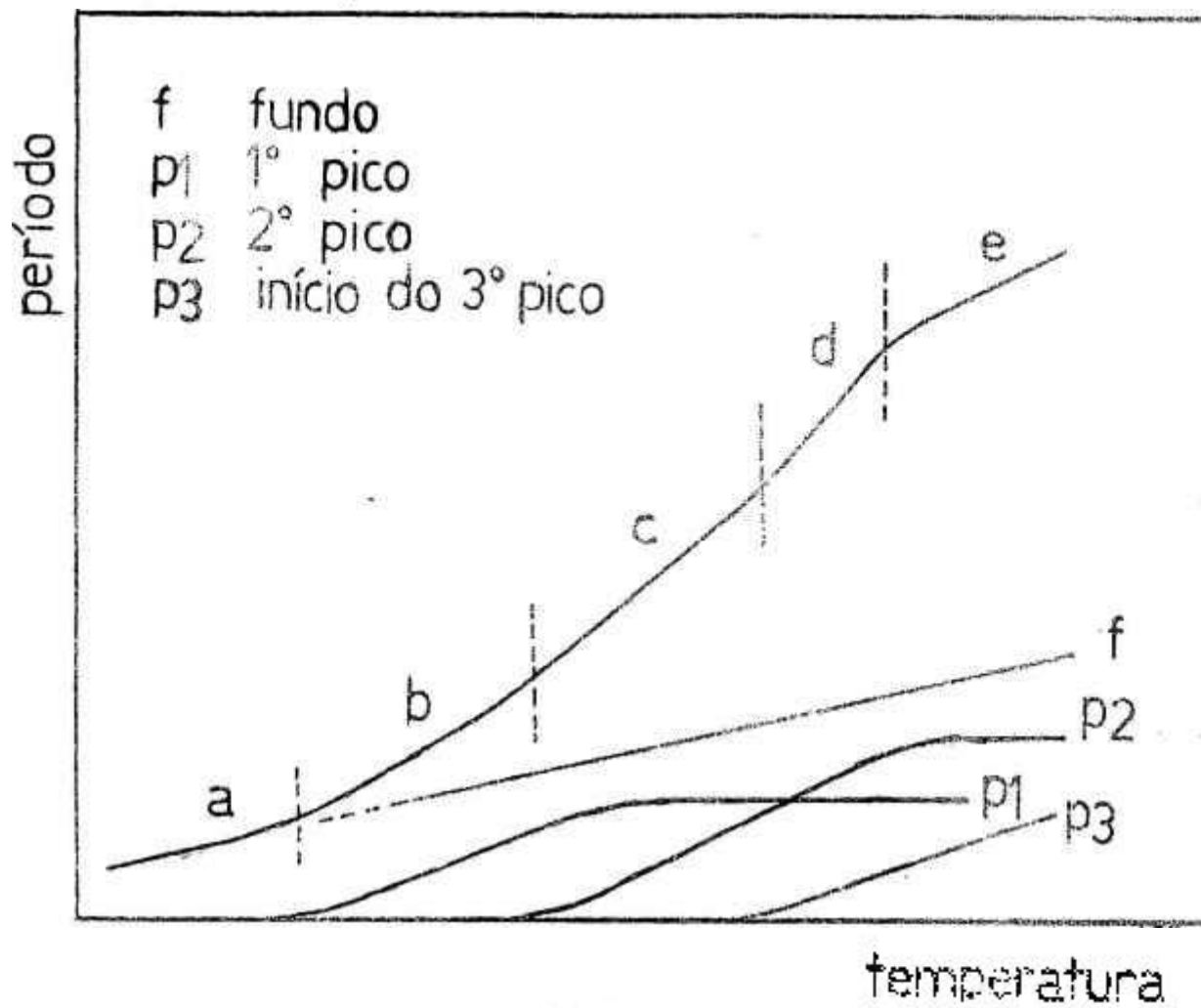


Figura 3

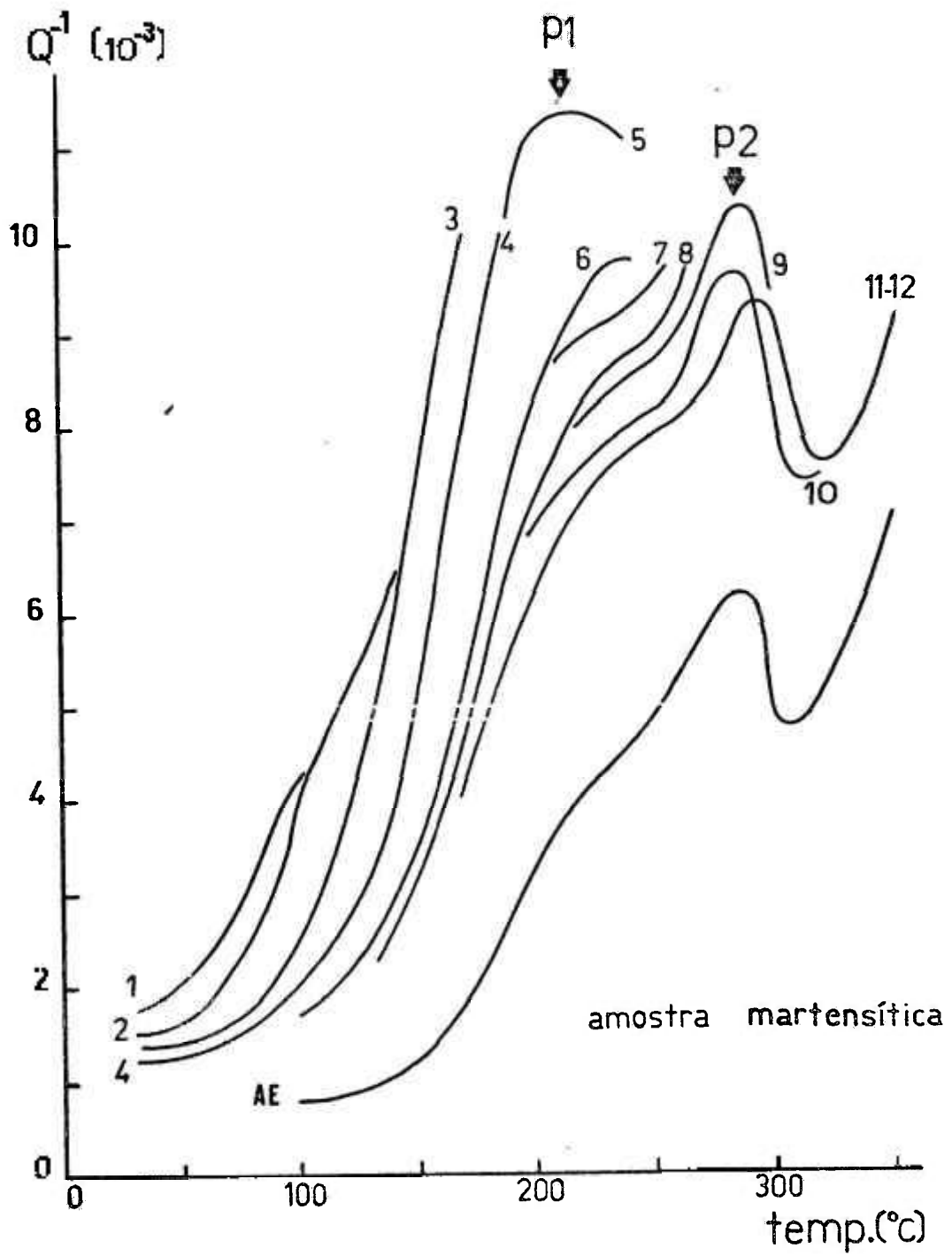


Figura 4

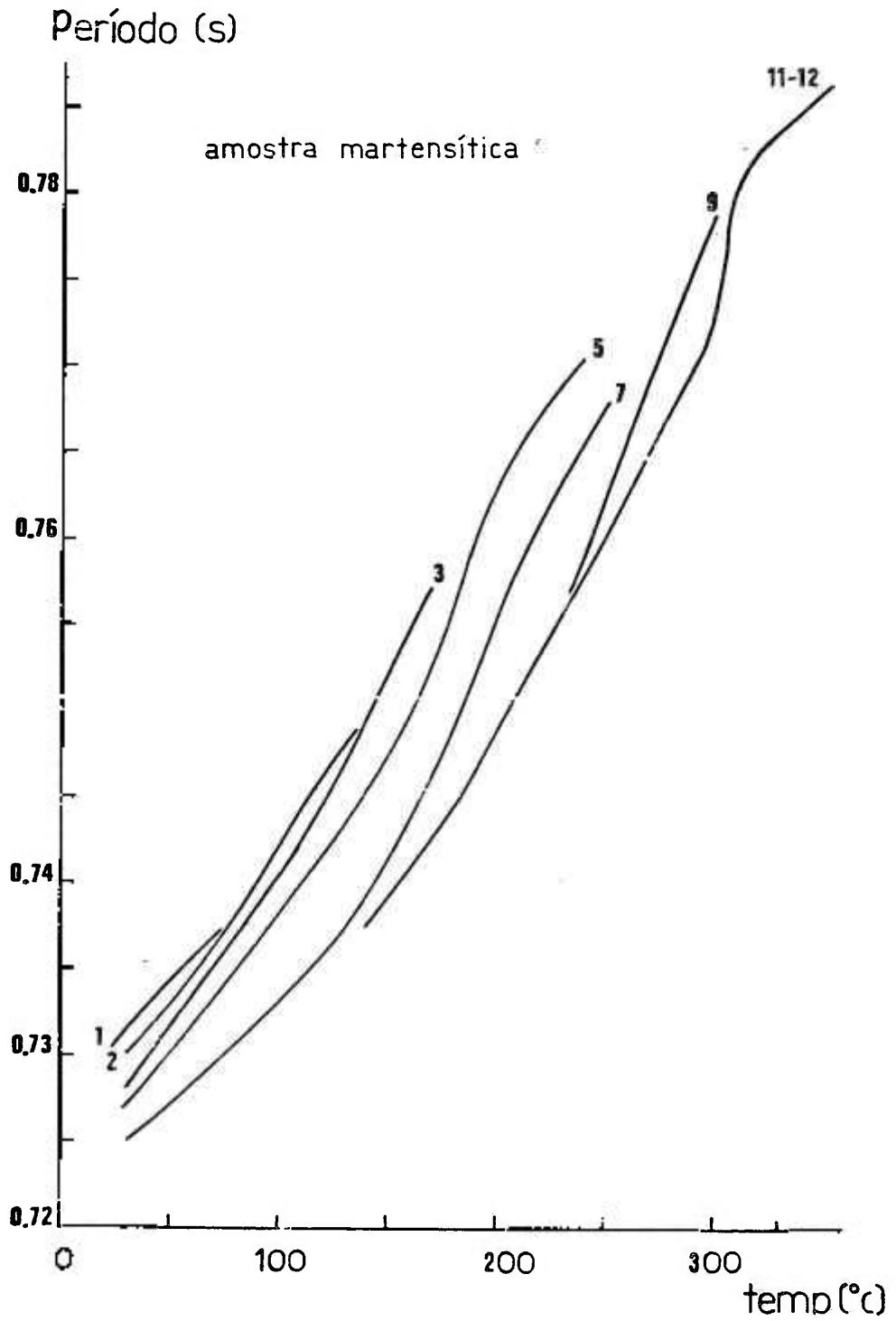


Figura 5

Agradecimentos

Agradecemos à Indústria Aços Villares S/A pelo fornecimento das amostras. Agradecemos também à Comissão Nacional de Energia Nuclear, pelo auxílio financeiro para realização deste trabalho.

ABSTRACT

Two internal friction peaks were observed in a ball-bearing steel in the martensitic and cold-worked states, near 220 and 280°C for a frequency of about 1,3-Hz. From peaks evolution by annealing up to 600°C, it is possible to follow the decomposition stages of martensitic and recrystallization of cold-worked pearlite. Annealed martensite and cold worked pearlite have the same anelastic behaviour. From existing atomistic models, it is possible to interpret these peaks by dislocations-interstitial carbon and dislocations-carbides interactions.

RÉSUMÉ

On observe deux pics de frottement intérieur dans un acier allié (1%C et 1,5%Cr) se trouvant à l'état martensitique ou état perlitique-écroui. Les pics se situent vers 220 e 280 °C pour une fréquence de 1,3 Hz. A partir de l'évolution de ces pics au cours de recuits jusqu'à 600 °C, il est possible de déterminer les stades de décomposition de la martensite et de recristallisation de la perlite écrouie. La martensite revenue et la perlite écrouie on le même comportement anélastique. A partir de modèles atomistiques existants, il est possible d'interpréter ces pics par des interactions dislocations-carbone interstitiel et dislocations-carbures.

REFERÊNCIAS

1. GOLOVIN, S. A. & SARKISYAN, S. Damping capacity of plastically deformed mild steel. *Physics Metals Metallogr.*, New York, **17**:111-4, 1964.
2. INO, H. & SUGENO, T. The cold-work damping peak in alpha-iron. *Acta Metall.*, Toronto, **15**:1197-205, 1967.
3. ISORÉ, A. & BENOIT, W. Étude de la recristallisation de l'argent de pureté 99,998% écroui, par des mesures de frottement intérieur et de défaut de module dans le domaine du kilohertz. *Mém. scient. Revue Métall.*, Paris, **69**:223-31, 1972.
4. KAMBER, K. et alii. Interactions of interstitials with dislocations in iron. *Acta Metall.*, Toronto, **9**:403-14, 1961.
5. KÉ, T. S. Anelastic properties of iron. *Trans. Am. Inst. Min. metall. Engrs.*, New York, **176**:448-76, 1948.
6. KOSTER, W. et alii. Das Dampfungverhalten von Gereckten Technischen Eisen. *Arch. Eisenhüttwes.*, Düsseldorf, **25**:569-78, 1954.
7. LIMA, L. F. C. P. et alii. Montagem do pêndulo de torção para estudo de defeitos estruturais em metais e cristais iônicos (resumo). *Ciênc. Cult.*, São Paulo, **24**(6, supl.):27, 1972.
8. McGRATH, J. & RAWLINGS, R. A longnormal distribution of relaxation times in the 250°C damping peak in steel. *Acta Metall.*, Toronto, **14**:1-4, 1966.
9. MARQUIS, H. et alii. Variations du frottement intérieur et du module de cisaillement durant le revenu des aciers trempés. *Mém. scient. Revue Métall.*, Paris, **59**:119-26, 1962.

10. MURA, T. et alii. On the internal friction of cold-worked and quenched martensitic iron and steel. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 32(1):92-6, 1961.
11. NOVICK, A. S. & BERRY, B. S. *Anelastic relaxation in crystalline solids*. New York, Academic Press, 1972. p.401.
12. PETARRA, D. P. & BESHES, D. N. Cold-work internal friction peak iron. *Acta Metall.*, Toronto, 15:791-800, 1967.
13. SCHOEK, G. Fricción interna a la interacción entre dislocaciones y atomos solutos. *Acta Metall.*, Toronto, 11:617-22, 1963.
14. SNOEK, J. L. Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron. *Physica*, Eindhoven, 8(7):711-47, 1941