

AValiação DO PERCENTUAL DE AUSTENITA RETIDA NO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO DIN 1.4110 COM DIFERENTES INTERVALOS DE TEMPO ENTRE O TRATAMENTO DE TÊMPERA E CRIOGENIA

F. J. MEURER¹, T. M. BUENO², L. SCHAEFFER³.

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo avaliar o percentual de austenita que se retêm na matriz do aço DIN 1.4110, seguinte aos processos de têmpera e criogenia em função da alternância do intervalo de tempo entre os dois tratamentos térmicos. Para isso, amostras do aço foram tratadas termicamente em um forno de 7 estágios com atmosfera controlada e resfriamento acelerado para realização da têmpera. Definiu-se 4 intervalos diferentes entre os tratamentos térmicos: imediatamente, 6, 12 e 24 horas após a têmpera. Realizou-se o tratamento criogênico com os mesmos parâmetros em todas as amostras.

Foram utilizados ensaios de dureza e metalografia a fim de caracterizar a liga e o ensaio de difração por raio X para avaliar a quantidade de austenita retida nas amostras. Os resultados obtidos apontam que o tempo de espera entre tratamentos reflete diretamente nos percentuais de austenita retida no aço. Como extremos do ensaio, obteve-se o percentual de 23,6% para criogenia feita 24 horas após o tratamento de têmpera; já para o tratamento criogênico feito imediatamente após a têmpera, atingiu-se o percentual de 11,9 por cento.

Palavras-chave: tratamento térmico austenita retida, aço inox, análise instrumental

ABSTRACT

This work aims to evaluate the percentage of austenite that is retained in the matrix of DIN 1.4110 steel, after the processes of tempering and cryogenics due to the alternation of time interval between the two heat treatments. For that, samples of steel were heat treated in a 7-stage oven in controlled atmosphere and accelerated cooling to perform the tempering. Four different intervals between heat treatments were defined: immediately, 6, 12 and 24 hours after tempering. Cryogenic treatment was performed with the same parameters for all samples. Hardness tests and metallography were used in order to characterize the alloy and the X-ray diffraction test to evaluate the amount of austenite retained. The results obtained indicate that the waiting time between treatments reflected directly in the percentages of austenite retained in the steel. As extremes of the test, the percentage of cryogenics performed 24 hours after the quenching treatment was 23.6; whereas for the cryogenic treatment performed immediately after tempering, the percentage of 11.9% was reached.

Keywords: heat treatment, retained austenite, stainless steel, instrumental analysis

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

1 INTRODUÇÃO

As propriedades com maior relevância retratadas pela literatura relacionada à inserção da etapa de criogenia são: aumento da resistência ao desgaste [1, 2, 3, 4, 5, 6], aumento da tenacidade [7], e aumento na dureza [6, 8, 9], podendo o aumento na dureza ser maior para temperaturas subzero do que para temperaturas criogênicas [2, 3]. O tratamento criogênico é usualmente classificado por duas categorias: tratamento criogênico superficial (SCT - 193 K) ou tratamento criogênico profundo (DCT - 77 K) [10].

Conhecido como tratamento sub-zero, este procedimento consiste no resfriamento da amostra até a temperatura de -80°C e tem por objetivo a transformação da austenita retida após a têmpera e a melhoria na estabilização da martensita [11]. A precipitação da martensita em temperaturas criogênicas ocasiona precipitados de carbonetos ultrafinos conhecidos como carbonetos η (eta) no revenido, sendo que estes carbonetos são responsáveis pelas alterações nas propriedades mecânicas do aço [12].

A austenita retida no aço é sensível à transformação em martensita nas operações de ordem de 273 K a 193 K, sendo que, entre 193 K e 77 K, somente um percentual muito pequeno de austenita se transforma [13]. O tempo de espera pós-tratamento térmico e pré-tratamento criogênico altera propriedades metalúrgicas do material. Neste contexto, o presente artigo busca avaliar propriedades alteradas, com enfoque na variação do percentual austenítico do aço DIN 1.4110, pela variação do tempo de espera entre os tratamentos de têmpera e criogenia.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aço inoxidável martensítico

Define-se, de maneira geral, os aços inoxidáveis como aços ao carbono contendo no mínimo 11% do elemento cromo em sua composição [13]. Relacionado a outras ligas ferrosas, o aço inoxidável é considerado um aço alta liga, conforme demonstra-se na figura 1. Quando tratado termicamente, possui estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado que é denominada de martensita, sendo a forma de endurecimento por meio aquecimento rápido. Essa estrutura lhes confere dureza, resistência e ductilidade, sendo possível ser magnetizada [14].

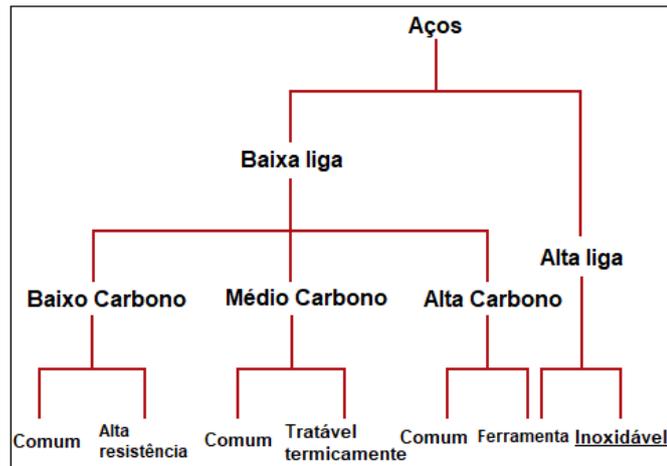


Figura 1 - Classificação de ligas ferrosas [10]

A possibilidade de tratar termicamente os aços inoxidáveis martensíticos confere a eles a capacidade de aumentar a resistência à corrosão devido a relação do percentual de Carbono com o percentual de Cromo e, principalmente, no aumento da resistência mecânica [15]. Uma gama de aços martensíticos apresentam baixo teor de carbono, e, conseqüentemente, denotam uma limitação de dureza de no máximo 45 HRc. Essa classe de aço recebe tratamento de revenimento, a fim de obter uma microestrutura de ferrita e carbonetos esferoidizados, de máxima usinabilidade e ductilidade [15].

O aço DIN 1.4110 (X55CrMo14) é um aço inoxidável martensítico com adição do elemento de liga Molibdênio [16]. Possui composição química de acordo com a Tabela 1. Apresenta como principal característica a elevada resistência ao desgaste e boa resistência contra a corrosão. Esse tipo de aço apresenta durezas acima dos aços convencionais quando tratados termicamente e passando pelas etapas de revenimento e sub-zero (tratamento criogênico) [16].

Especificação	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	V
Mínima (%)	0,48	-	-	-	-	13	0,5	-
Máxima (%)	0,60	1,0	0,04	0,015	1	15	0,8	0,15

Tabela 1 - Composição química especificada para o aço DIN 1.4110

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

Utiliza-se o aço inoxidável martensítico DIN 1.4110 extensivamente em cutelaria geral (ou seja, lâminas de processamento de alimentos e ferramentas de corte), devido à sua alta resistência à corrosão e mecânica, tal como alta dureza e resistência ao desgaste [17]. No momento que esferoidizado, o aço inoxidável DIN 1.4110 mostra uma microestrutura que consiste em carbonetos esferoidizados dispersos em uma matriz ferrítica e resulta em uma dureza média de 200 HV.

2.2. Tratamentos térmicos

2.2.1. Têmpera

A têmpera é o resfriamento rápido de um aço posterior ao aquecimento em temperatura de austenitização do mesmo. O objetivo é transformar a austenita em martensita, que é o produto de maior dureza das transformações dos aços [19]. Desta forma, é muito importante que ocorra um resfriamento rápido a fim de alcançar a máxima dureza do aço [20].

2.2.2 Tratamento criogênico

O tratamento criogênico é o processo que permite tratar materiais a temperaturas extremamente baixas [21]. Em ligas ferrosas, as principais atribuições ocorrem nas propriedades mecânicas: transformação completa de austenita retida em martensita, dispersão fina de carbonetos e remoção de estresse residual.

O tratamento é proposto por três formas principais: trocador de calor, imersão gradual e nebulização direta [22]. A figura 2, a seguir, mostra o esboço do sistema criogênico de nebulização direta. Em uma câmara criogênica as peças são alocadas. O funcionamento se inicia com a ação de termopares que produzem um sinal ao controlador que opera através das eletroválvulas realizando a liberação da passagem de nitrogênio líquido aos bicos injetores, onde estes nebulizam o fluido nas peças. O ventilador interno tem a função de distribuição homogênea e veloz da temperatura.

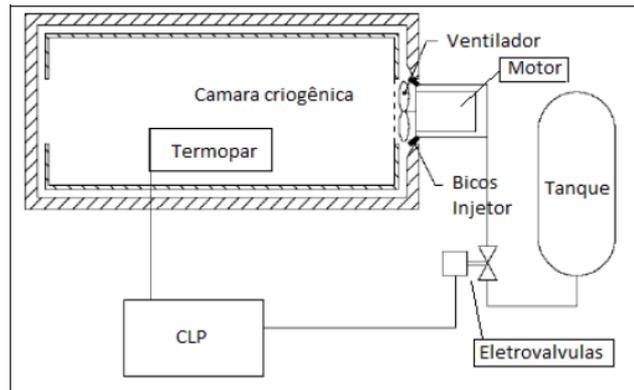


Figura 2 – Desenho esquemático de sistema criogênico por nebulização direta [21]

Há basicamente duas categorias de tratamento criogênico. Os grupos são elaborados de acordo com a temperatura que as amostras são expostas. Tratamento criogênico raso (TCR) – temperaturas próximas a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$; e tratamento criogênico profundo (TCP) - temperaturas próximas a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ [23]. O tratamento criogênico raso reduz a quantidade de austenita. Já no profundo, além desta redução, há um aumento no número de precipitados finos [24].

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1. Processo de tratamento de têmpera e criogenia em amostras

Como etapa inicial, corta-se, por método de cisalhamento, amostras de uma bobina de aço DIN 1.4110, com geometria especificada em desenho técnico. Após a etapa de corte, direcionou-se as amostras à etapa de tratamento térmico. Utilizou-se nesta etapa o forno com 7 estágios. As peças são transportadas em uma câmara interna do forno. Realiza-se a movimentação das peças por meio de uma esteira.

Na parte externa da câmara, a ação de aquecimento é gerada por 12 queimadores, sendo que estes estão dispostos com o mesmo distanciamento entre eles, distribuídos ao longo dos 6 primeiros estágios. Utiliza-se estas primeiras 6 zonas do forno para elevar a temperatura do material até a temperatura de austenitização.

No último setor do forno, resfria-se bruscamente as amostras por meio da ação de um turbo ventilador aliado a pulverização de uma solução contendo 60% de nitrogênio e 40% hidrogênio. O fluxo da mistura de nitrogênio e hidrogênio além de operar como constituinte de

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

refrigeração para a formação da martensita no processo de têmpera, opera também como elemento de limpeza da atmosfera do forno.

A limpeza ocorre através do araste de oxigênio para parte externa do mesmo - tanto pela entrada do forno como pela saída -, e pela própria solução formada pelos gases, que reagem com os óxidos presentes no aço. O intuito de se remover o oxigênio do forno se dá pela prevenção da adição de carepa ou aparição de porosidades na superfície das amostras, além da redução de óxidos já existentes nas peças. A configuração de tempos em cada zona do forno apresenta-se na figura 3.

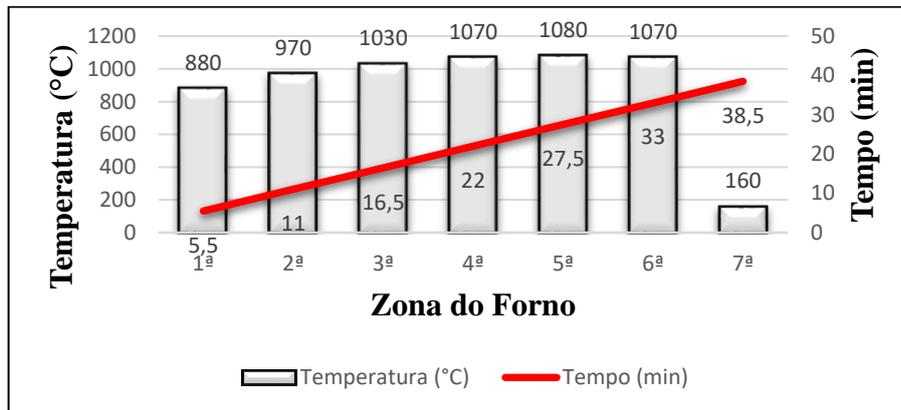


Figura 3 – Temperatura e tempo em cada zona do forno de têmpera

Após a etapa de tratamento térmico de têmpera, subdividiu-se as amostras em 4 grupos. A fim de melhor identificação, numerou-se as peças por meio de turbina pneumática.

- 1º grupo: Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico.
- 2º grupo: Tratamento criogênico realizado 6 horas após o tratamento térmico.
- 3º grupo: Tratamento criogênico realizado 12 horas após o tratamento térmico.
- 4º grupo: Tratamento criogênico realizado 24 horas após o tratamento térmico.

Utilizou-se o processo de criogenia raso, realizado a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, pelo método de nebulização direta. O equipamento utilizado é do modelo *Cryo Ap 700*, produzido pela empresa *Air Products*, que utiliza o nitrogênio como principal insumo. Nele utiliza-se um sistema de nebulização, conforme descrito na revisão bibliográfica: um controlador de temperatura, válvulas de passagem de nitrogênio vaporizado, ventiladores para homogeneização da temperatura e uma câmara devidamente isolada. O tempo de execução do tratamento criogênico foi de 20 minutos em uma temperatura estável de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.2. Preparação das amostras

Após os processos de tratamentos térmicos e criogenia, trabalhou-se nas amostras a fim de deixá-las apropriadas para posteriores análises. Nesta etapa, dimensionou-se as amostras, por meio de cortes, para possibilitar o trabalho com as mesmas em ensaios laboratoriais. Para que se manuseie as amostras do aço facilmente, elas são embutidas em uma bucha de resina termo fixa fenólica, comercialmente conhecida como baquelite. Realizou-se o procedimento de embutimento nas amostras na embutidora LaboPress-3 da Struers. Logo se inicia o processo de lixamento e polimento, para que a superfície da amostra seja livre de riscos indesejáveis. Para as etapas de lixamento e polimento, os principais parâmetros estão apresentados na tabela 2. Usou-se como equipamento para lixar as amostras, a politriz DP-10 da Struers.

Etapa	Superfície (lixa/pano)	Abrasivo / Lubrificante
Lixamento	Lixa de carbetto de silício (SiC)	320-1000 / Água
Polimento	Pano dureza média/alta DP - Mol	Pasta de diamante de 3 μ m / DP - Lubrificante Blue

Tabela 2 – Etapas da preparação metalográfica das amostras de 1.4110

O processo de lixamento é feito por lixas movimentadas mecanicamente, sendo estas com graduação de 320 a 1000 (variação do grão), partindo da mais grossa até a mais fina, tomando o cuidado de alterar a direção do lixamento e lavando as amostras a cada troca de lixa. Após inicia-se o polimento onde os discos são cobertos por panos onde são depositados os abrasivos. O visual das amostras é apresentado na figura 4.

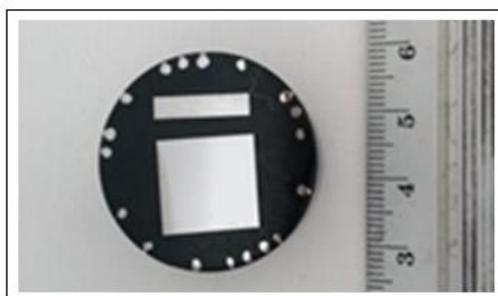


Figura 4 – Amostra após processo de lixamento e polimento

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

3.3. Ensaio de dureza Rockwell

O ensaio baseia-se na medição da profundidade de penetração gerada sob ação de um penetrador. Aspectos como rapidez de execução, maior exatidão e pequeno tamanho da impressão são característicos deste ensaio. O ensaio de dureza Rockwell é normalizado pela ASTM E18-11 (2008) (*Standard methods for Rockwell hardness and Rockwell superficial hardness of metallic materials*).

Trabalha-se a superfície da peça por meio de limpeza, secagem e posicionamento da mesma de maneira perpendicular ao penetrador do equipamento. Inicia-se o processo, liberando-se uma pré-carga sobre a peça; a pré-carga é necessária para eliminar a ação de defeitos superficiais, ajudar na fixação da amostra no suporte da máquina e para causar uma pequena deformação permanente na peça, para que se evite erros provenientes da deformação plástica [25]. Aplicou-se a pré-carga (10kgf) num tempo de aproximadamente 2 segundos, e após, conforme recomendado, aplicou-se a carga total (150kgf) num período de aproximadamente 7 segundos. A carga é proposta na região central da peça.

Utilizou-se um indentador de formato cônico com angulação 120° elaborado em diamante. A profundidade que o penetrador atinge é convertida diretamente pelo equipamento a um número arbitrário que apresenta-se no seu próprio visor (conforme figura 5). Desprezou-se a primeira leitura, que serviu apenas para a acomodação do penetrador em cada amostra.



Figura 5 - Durômetro Rockwell com carga aplicada sobre amostra

O procedimento do ensaio de dureza resume-se conforme a descrição a seguir:

- 1º passo: Aproximar a superfície do corpo de prova no penetrador do equipamento;
- 2º passo: Aplicar ao corpo de prova a pré-carga do equipamento;
- 3º passo: Liberar a carga até o ponteiro estabilizar;
- 4º passo: Fazer a leitura do valor indicado no mostrador a partir da escala apropriada e remover a carga.

3.4. Difração de Raios X

Com as amostras elaboradas, direciona-se as mesmas para a análise por difração de raio X. Utilizou-se o difratômetro *Seifert Charon XRD M – Research Edition*, figura 6, nele a produção dos raios X é decorrente da interação entre os elétrons acelerados provindos do catodo com os elétrons dos átomos do anodo do equipamento. No equipamento, a difração de raios X resulta de um processo em que os raios X são dispersos pelos elétrons dos átomos do material em análise, sem alteração do comprimento de onda.



Figura 6 - Difratômetro Seifert Charon XRD M – Research Edition [26]

Para análise, utilizou-se a técnica de medição de tensões residuais *Bragg-Brentano*, que consiste na diferença do caminho percorrido pelo feixe de raios X, que deve ser um número inteiro de comprimento de onda.

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

Parâmetros de Medição:

- Elemento do ânodo do tubo de raios X: Cr
- Comprimento de onda $k\text{-}\alpha_1$: 2.2897 Å
- Comprimento de onda $k\text{-}\alpha_2$: 2.2936 Å
- Filtro $k\text{-}\beta$: Vanádio
- Tensão do tubo: 30 kV
- Corrente: 50 mA
- Detector usado: Meteor 1D com 20 acumulações
- Tempo de escaneamento por passo: 20s
- Passo: 0,01°
- Tempo de ensaio: uma medição: ~1 hora.
- Variação do ângulo de difração 2θ : 45°-166°
- Colimador: 4 mm
- Raio do goniômetro: 150 mm

3.5. Microscopia Óptica

As avaliações por microscopia óptica realizam-se por meio do microscópio óptico da marca Olympus modelo BX60. Avaliou-se amostras nas condições após a realização do lixamento e posterior polimento, conforme comentado anteriormente. Na sequência realizou-se um ataque químico com o Reagente Picral (3 ml solução aquosa saturada de ácido pícrico, 25 ml C₂H₅OH), afim de revelar a microestrutura do material em análise.

4 RESULTADO E DISCUSSÃO

4.1. Dureza

A seguir, na tabela 3, apresenta-se os valores de dureza encontrados no ensaio de dureza realizado. Observa-se, por meio de inúmeras referências bibliográficas, que um dos efeitos da transformação da austenita retida em martensita nas propriedades do aço é o aumento da dureza. Além desta, outras propriedades mecânicas dos aços também sofrem alterações.

Número do grupo de amostras	Dureza média das amostras (HRc)
1	60
2	59
3	60
4	60
Média entre amostras	59,75

Tabela 3 – Dureza obtida no ensaio de Rockwell

Porém, observa-se neste caso que a dureza se manteve igual em todas as amostras avaliadas. Sugere-se que a dureza do aço pode ser dependente do tempo de encharque no banho criogênico e da taxa de resfriamento do mesmo [13, 27, 28]. Em todas as amostras, os parâmetros do equipamento utilizado na criogenia foram mantidos. Desta forma, é justificável a mesma dureza em todas amostras.

4.2. Difratoograma

Através da radiação incidente no material, os feixes difratados para base de dados formaram-se por meio de interferências construtivas. Desta forma, após a análise por difração de raio X, obteve-se os dados de cada amostra expressos nas tabelas 4, 5, 6 e 7 a seguir. Com os mesmos, plotou-se gráficos, demonstrados nas figuras 7, 8, 9, 10 para apresentação de elementos e seus percentuais contidos na liga.

A avaliação do tamanho de cada pico é que nos revela a quantidade presente de cada fase do metal. Observa-se que o tempo de intervalo entre os tratamentos apresentou diferenças nos percentuais de austenita retida. Sendo que quanto maior o tempo de espera, maior o percentual de austenita retida na matriz do aço.

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

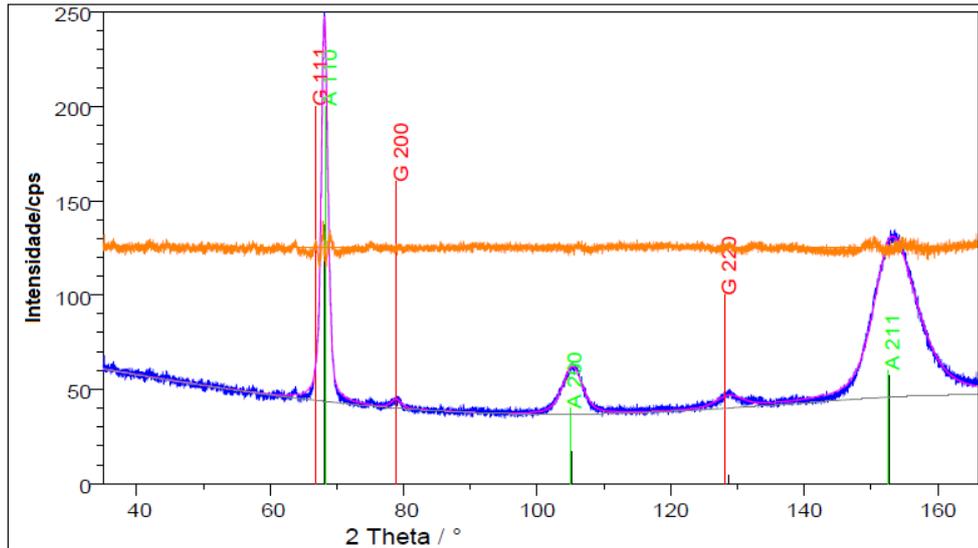


Figura 7- Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico

Fase	Ângulo (teo)/°	Ângulo (calc)/°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/°	R(Cr)	Quantidade/%
γ - Fe	78.9946	78.8512	80	6.4	1.6557	36.6	8.5; 5.6; 9.6
γ - Fe	128.1845	128.7016	50	22	4.7047	57.1	17.1; 11.6; 18.9
α - Fe	68.2417	68.1398	100	196.6	1.1368	105.0	91.5; 82.9
α - Fe	104.9879	105.2283	20	68.5	3.5098	23.4	94.4; 88.4
α - Fe	152.6134	152.8456	30	390.6	7.2585	237.0	90.4; 81.1

Austenita Retida: 11.9% (+7.0 %; -6,3 %)

Tabela 4 - Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico

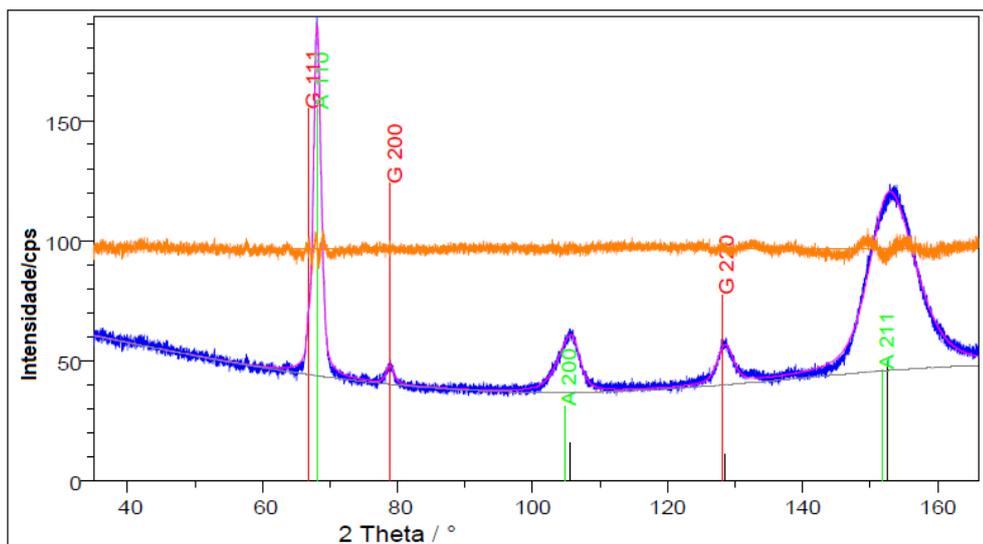


Figura 8 - Tratamento criogênico realizado 6 horas após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)/°	Ângulo (calc)/°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	66.8477	66.7358	100	2.9	0.3648	77.2	2.4; 1.3; 2.4
γ -Fe	78.9946	78.8594	80	8.4	1.3345	36.6	13.3; 7.5; 13.3
γ -Fe	128.1845	128.4427	50	34.7	2.6841	57.1	28.8; 17.7; 28.8
α -Fe	68.1101	68.0899	100	157.7	1.2814	105.0	97.6; 86.7; 71.2
α -Fe	104.7353	105.6508	20	66.2	3.6866	23.4	98.7; 92.5; 82.3
α -Fe	151.8274	152.5646	30	356.5	7.8736	237.0	97.6; 86.7; 71.2

Austenita Retida: 12.8% (+16.0 %; -11,5 %)

Tabela 5 - Tratamento criogênico realizado 6 horas após o tratamento de têmpera

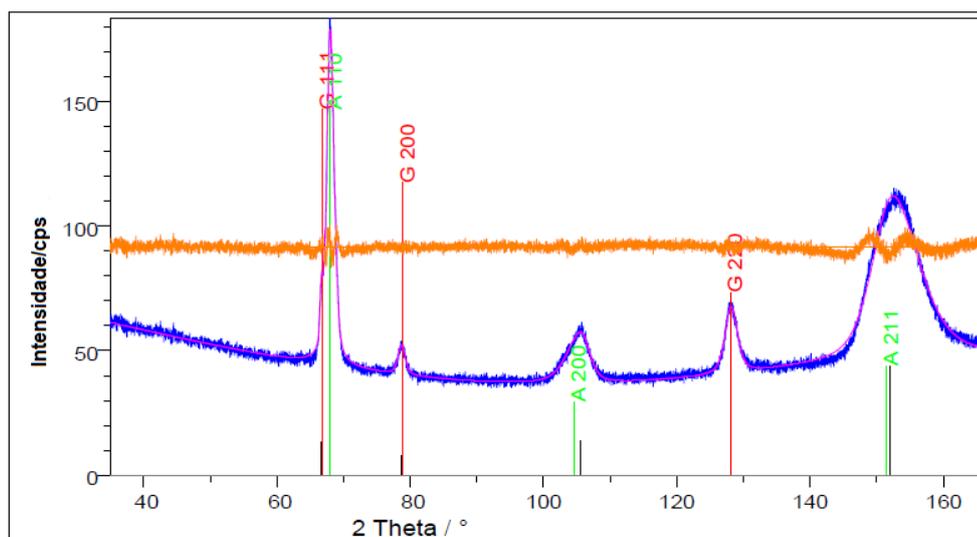


Figura 9 - Tratamento criogênico realizado 12 horas após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)/°	Ângulo (calc)/°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	66.8477	66.6478	100	7.7	0.4507	77.2	6.5; 3.7; 6.9
γ -Fe	78.9946	78.6837	80	12.8	1.2782	36.6	19.7; 11.8; 20.6
γ -Fe	128.1845	128.0847	50	47.9	2.1560	57.1	37.1; 24.3; 38.3
α -Fe	68.0593	68.0133	100	149.3	1.3191	105.0	93.5; 88.2; 75.7
α -Fe	104.6377	105.5690	20	61.0	3.9915	23.4	96.3; 88.2; 75.7
α -Fe	151.5291	152.0865	30	319.3	8.1706	237.0	93.1; 79.4; 61.7

Austenita Retida: 18.8% (+19.6 %; -15,1 %)

Tabela 6 - Tratamento criogênico realizado 12 horas após o tratamento de têmpera

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

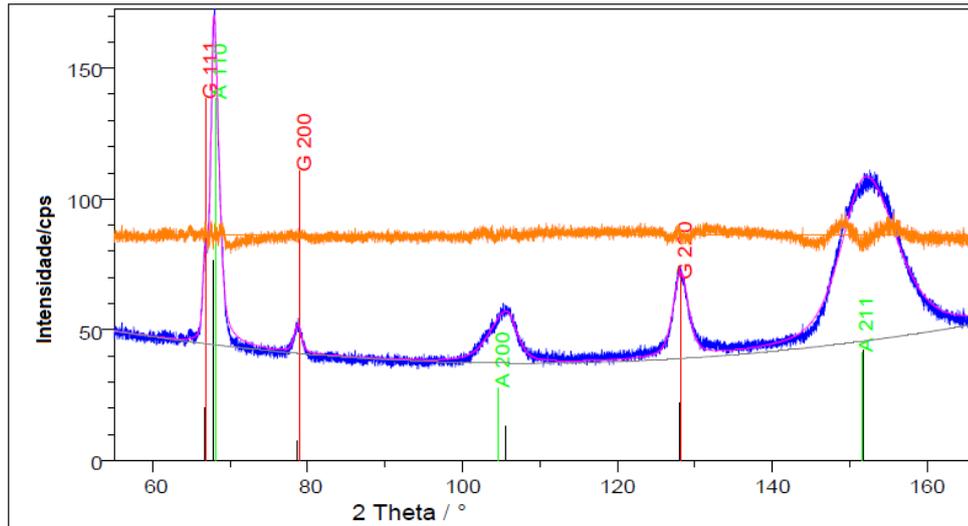


Figura 10 - Tratamento criogênico realizado 24 horas após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)/°	Ângulo (calc)/°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/ °	R(Cr)	Quantidade/%
γ - Fe	66.8477	66.6383	100	33.5	1.3670	77.2	29.6; 14.6; 24.9
γ - Fe	78.9946	78.6606	80	10.0	1.0888	36.6	21.0; 9.7; 17.3
γ - Fe	128.1845	128.0518	50	59.7	2.2584	57.1	50.3; 29.2; 44.4
α - Fe	68.0593	67.8406	100	108.4	1.1319	105.0	70.4; 79.0; 49.7
α - Fe	104.6377	105.5995	20	59.5	4.0876	23.4	85.4; 90.3; 70.8
α - Fe	151.5291	151.7964	30	310.4	8.3773	237.0	75.1; 82.7; 55.6

Austenita Retida: 23.6% (+23.6 %; -17,0 %)

Tabela 7 - Tratamento criogênico realizado 24 horas após o tratamento de têmpera

Observa-se também que, quanto maior o percentual encontrado, maior também as faixas de tolerâncias dos mesmos. Esse fato é devido ao padrão dos picos da difração, que possuem uma proporção de intensidades diferentes dos modelos teóricos da base de dados do *software* utilizado. Constatase também que o aumento do percentual da austenita retida é relacionado ao tempo de espera, porém não de forma linear. Para caracterização de uma curva, entende-se como necessário um número maior de amostras com mais intervalos de tempos entre os tratamentos térmicos.

4.3. Microestrutura

O resultado obtido é observado na figura 11. As subdivisões da figura A, B, C, D e E apresentam ampliação de 500 vezes. Já a subdivisão F apresenta ampliação de 1000 vezes.

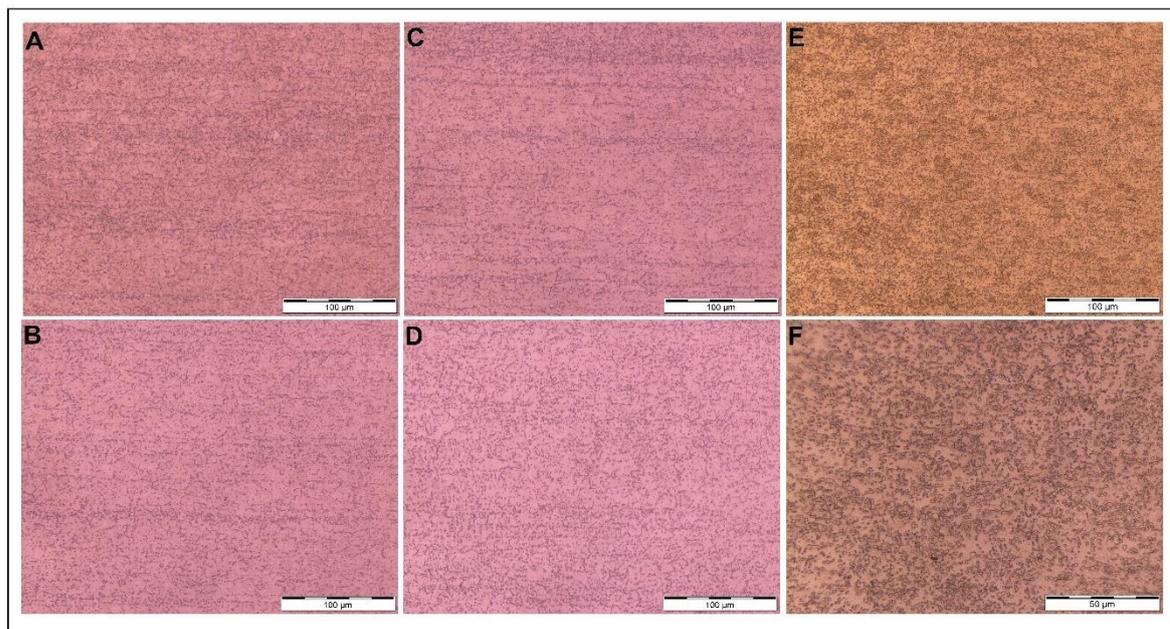


Figura 11- Microestrutura das amostras com tratamento de têmpera e criogenia aplicado (A, B, C, D) e amostras com material cru recebido da siderurgia (E, F)

As microestruturas observadas de todas as amostras com os tratamentos térmicos de têmpera e criogenia realizados não demonstraram diferenças consideráveis entre elas, apresentando microestrutura martensítica em ripas em toda a sua extensão e exibe carbonetos preferencialmente nos contornos de grão, mas também espalhados pelo resto da matriz do aço.

Na microestrutura das amostras cruas (sem tratamentos térmicos), há uma alta densidade de carbonetos presentes e uma dispersão homogênea em sua matriz. Já relacionando as metalografias tratadas e as não tratadas, as diferenças apresentadas são observadas no percentual de carbonetos presentes na matriz. Devido aos tratamentos térmicos, os carbonetos secundários visíveis nas amostras crus são dissolvidos na matriz martensítica, tornando assim a sua intensidade menos visível nas amostras pós tratamento.

4.4. Composição química

Por fim, pelo método de análise qualitativa de espectrometria identificou-se a composição química da liga, com intuito de avaliar se os valores encontrados em norma eram

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

seguidos pelo fabricante da liga. Os valores encontrados apresentam-se tabela 8. Constata-se, nas três análises feitas, que o percentual encontrado se enquadra nos valores comentados em norma. Observa-se também que os valores comentados na tabela 8 referem-se a valores exatos contidos em norma. Assim, ressalta-se que, quando relacionada as possíveis variações contidas na norma, a composição está correta.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
1	0,48	0,46	0,42	0,027	0,009	14,49	0,56	0,17	0,01
2	0,48	0,49	0,40	0,027	0,009	14,53	0,56	0,17	0,01
3	0,48	0,47	0,41	0,029	0,009	14,52	0,57	0,17	0,01
Média	0,48	0,47	0,41	0,028	0,009	14,51	0,57	0,17	0,01
Norma	0,54	1	1,0	0,04	0,015	14	0,65	-	-

Tabela 8 – Composição química do aço DIN 1.4110

5 CONCLUSÃO

Este artigo teve como objetivo principal avaliar o percentual de austenita que se retém na matriz ferrítica do aço DIN 1.4110, posterior ao processo de têmpera e criogenia em função da variação do intervalo de tempo entre os tratamentos térmicos.

Para tal, este estudo se dividiu em quatro etapas: A primeira foi uma revisão de literatura e análise de equipamentos disponíveis para futuros processos, que forneceram informações e dados referentes aos principais parâmetros do maquinário relacionando as interações pretendidas com o material a ser estudado; a segunda etapa caracterizou-se em elaborar as amostras como o material e tratamentos pretendidos, aliado a posterior remoções de imperfeições por meio de lixamento e polimento; na terceira etapa, foram utilizados ensaios de dureza, raio X e metalografia a fim de levantar dados relacionados as amostras; por fim, a quarta etapa foi a comparação de resultados obtidos através dos ensaios com modelos teóricos existentes, com o propósito de afirmar coerência nos resultados.

Entre as maiores dificuldades encontradas, destaca-se a de detectar as diferenças entre as amostras analisadas na difração realizada via raio X. Devido a pouca diferença temporal e uma excelente qualidade de têmpera, as curvas de caracterização de cada elemento apresentaram-se de maneira muito similar em todas amostras, demonstrando a homogeneidade da matriz do aço.

A metalografia do material demonstra que as microestruturas obtidas através análise em microscópio óptico com aumento de 500 vezes não apresentam diferença microestrutural considerável; porém, quando comparado ao material cru, fica visível a diferença na intensidade de carbonetos presentes na matriz.

Com base nos resultados da difração, é possível concluir que o tempo de espera entre um e outro tratamento térmico pode influenciar diretamente nas propriedades mecânicas do aço [13]. No caso avaliado, os percentuais de austenita retida cresceram com os tempos de espera entre os procedimentos térmicos. Desta forma, demonstra-se que a fim de se obter maiores percentuais de martensita na matriz do aço, é aconselhável que intervalos entre tratamentos sejam mais curtos possíveis. Além disso, pode indicar que, apesar de muito tênue existe que relaciona a precipitação de carbonetos com percentual de austenita retida.

É possível concluir também que, em um ramo de manuseio do aço como a cutelaria, casualidades relacionadas a tratamentos térmicos, como: temperaturas sem coesão, tempos de tratamentos ou até mesmo os tempos de intervalos entre tratamentos térmicos, podem ocasionar perdas irreparáveis de propriedades mecânicas. Ocasionalmente, desta forma, perdas de lote de material para determinada função.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MENG, F. *et al.*, **Role of eta carbide precipitations in the wear resistance improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment**. ISIJ International, v. 34, n.2, p. 205-210, 1994.
- [2] BARRON, R. F. **Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance**. Cryogenics, v. 22, n.8, p. 409-413, Ago., 1982.
- [3] RHYIM, Y.-M. *et. al.*, **Effect of deep cryogenic treatment on carbide precipitation and mechanical properties of tool steel**. Solid State Phenomena, v. 118, p. 9-14, 2006.
- [4] PELLIZARI, M.; MOLINARI, A., **Deep Cryogenic Treatment of Cold Work Tool Steel**. 6th International Tooling Conference. Karlstad - Suécia: [s.n.]. p. 657-669, 2002.

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br

- [5] YUGANDHAR, T.; KRISHNAN, P. K., **Cryogenic Treatment and it's effect on tool steel**. 6th International Tooling Conference. Karlstad, Suécia: [s.n.]. 10-13 Set, p. 671-684, 2002.
- [6] GOBBI, S. J. *et. al.* **Efeito do tratamento criogênico profundo no desgaste microabrasivo do aço AISI D2**. 18° CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Porto de Galinhas - PE - Brasil: [s.n.]. p. 6711-6722, 2008.
- [7] SARTORI, C. H.; YOSHIDA, S.; FAGUNDES, M. G., **Efeitos do tratamento criogênico na tenacidade à fratura dos aços AISI M2, AISI D2 e aço para trabalho a frio com 8% de Cr**. 61° Congresso Anual da ABM. Rio de Janeiro: ABM - São Paulo. p. 3532-3539, 2006.
- [8] DAS, S.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K., **Effect of deep cryogenic treatment on the carbide precipitation and tribological properties behavior of D2 steel**. *Materials and Manufacturing Processes*, v. 22, p. 474-480, 2007.
- [9] WIERSZYLLOWSKI, I.; NIEMCZYK, W., **The influence of deep cryogenic treatment on precipitation phenomena during tempering and ageing**. *Defect and Diffusion Forum*, v. 283-286, p. 65-73, 2009.
- [10] BENSELY, A., SENTHILKUMAR, D., MOHAN LAL, D., NAGARAJAN, G., & RAJADURAI, A., **Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17**. *Materials Characterization*, v. 58, p. 485-491, 2007.
- [11] HUANG, J.Y., ZHU, Y. T., LIAO, X. Z., BEYERLEIN, I. J., BOURKE, M. A., MITCHELL, T. E., **Microstructure of cryogenic treatem M2 tool steel**. *Materials In: Science and Engineering*, v. 339, p.241-244, 2003.
- [12] EBONI, G. A., **Efeito do Processamento Criogênico na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Aço SAE M2 Temperado e Revenido**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 86p., 2010.
- [13] COLLINS, D. N., **Cryogenic treatment of tool steels**. *Advanced Materials & Processes*. v. 12, p. H23-H29, 1998.
- [14] SHACKELFORD, J. F., **Introduction to materials science for engineers**. 8th e d./Global Edition. Upper Saddle River: Prentice-Hall, 2015.
- [15] CALLISTER, W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2002.
- [16] OUTOKUMPU STAINLESS AB., **Handbook of stainless steel**. Suécia: Outokumpu Oyj, 2013. Disponível em: <https://www.outokumpu.com/choose-stainless/stainless-basics/handbooks>. Acesso em 17 de jul. de 2019.
- [17] VERHOEVEN, J.D., PENDRAY A.H., CLARK H.F., **Wear tests of steel knife blades**. *Wear*. p.1093-1099, 2008.

- [18] ASM INTERNATIONAL., **ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams**. Materials Park: ASM International, v. 3, 1992.
- [19] DUFOUR, J.D., **An Introduction to Metallurgy**. 4 ed. Houston-TX, Cooper Cameron Corporation. 2002.
- [20] CHIAVERINI, V., **Aços e ferros fundidos**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, 1996.
- [21] BALDISSERA P *et. al.*, **Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review**. The Open Mechanical Engineering Journal, 2008.
- [22] RUSIÑOL D.M., **Efecto del Tratamiento Criogénico en las Propiedades Mecánicas de los Aceros de Herramienta de Trabajo en Frío**. Dissertação de mestrado - Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona, 2004.
- [23] BENSELY A. *et. al.*, **Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17**. Materials Characterization, 2004.
- [24] BENSELEY A., *et. al.*, **Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment**. Cryogenics v. 45, 2005.
- [25] FIGUEIREDO L.C., **Avaliação de Soldas produzidas por Arames Tubulares desenvolvidos em Laboratório do Tipo Básico com Adição de Polímero como Ingrediente do Fluxo**. Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 92p., 2016.
- [26] SILVA, G. C., **Estudo da influência dos parâmetros de usinagem nas tensões residuais geradas na peça torneada de aço inoxidável AISI 420C**. Trabalho de Conclusão do Curso - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 25p., 2013.
- [27] SARTORI, C. H., **Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 123p., 2009.
- [28] YUN D., X. L., **Deep cryogenic treatment of high speed steel: microstructure and mechanism**. International Heat Treatment and Surface Engineering, v. 2, p. 80-84, 2008.

¹ Engenheiro Mecânico, mestrando do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. fabio.meurer@outlook.com.br

² Engenheira Metalúrgica, mestranda do programa de pós-graduação em Minas, Metalurgia e Materiais - PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul. thais.morato@ufrgs.br

³ Engenheiro Mecânico, doutor em engenharia, professor titular, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. schaefer@ufrgs.br