

EFEITO DAS CONDIÇÕES DE TÊMPERA E DUPLO REVENIDO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO FUNDIDO CA6NM¹

*José Francisco Fadel Gracioso²
Carlos Augusto Silva de Oliveira³*

Resumo

Este trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de austenitização nas microestruturas e propriedades mecânicas do aço CA6NM no estado como temperado e após revenido simples e duplo. Foram utilizadas três temperaturas de austenitização (950, 1050 e 1150°C). Os revenidos foram realizados a 600°C. As propriedades mecânicas foram avaliadas através de ensaio de tração e impacto e a microestrutura através de caracterização metalográfica (microscopia óptica e eletrônica de varredura). A austenita retida foi determinada através de difração de raios-X. Análise de fratura foi realizada nas amostras após ensaio de impacto para verificar o modo de fratura e possível fragilização intergranular. No estado temperado, o material austenitizado na temperatura de 950°C apresentou menor resistência ao impacto (menor valor médio e maior desvio padrão), ao passo que a maior resistência mecânica foi a do material austenitizado na temperatura de 1150°C. Isto foi atribuído a um possível predomínio do efeito da dissolução de carbonetos em mais altas temperaturas, em relação ao efeito de uma microestrutura mais grosseira, proveniente de um maior tamanho de grão. O primeiro revenimento a 600°C (temperatura ligeiramente acima de Ac1) promoveu revenimento da martensita e formação de austenita que permaneceu retida após resfriamento. O revenido aumentou a tenacidade e ductilidade, porém reduziu os limites de resistência e de escoamento. Através do segundo revenido houve ligeiro acréscimo da tenacidade e da ductilidade em relação ao primeiro revenido, seguido de pequeno decréscimo da tensão limite de escoamento e de impacto, que foram atribuídas a um revenimento mais completo da martensita e a um aumento da quantidade de austenita retida.

Palavras-chave: CA6NM; Aço inoxidável; Tratamento térmico; Austenita retida; Propriedades mecânicas.

¹ – Trabalho a ser apresentado no 60º Congresso Anual da ABM, 25 a 28 de julho de 2005, Belo Horizonte.

² – Mestre em Engenharia – Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina.

³ – Professor Adjunto – Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina.

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos macios (AIMM) foram desenvolvidos na década de sessenta com o objetivo de melhorar a soldabilidade dos aços inoxidáveis martensíticos convencionais, como por exemplo o CA15. A grande diferença dos aços AIMM com relação aos outros é a redução do teor de carbono e adição de níquel [1]. No final da década de oitenta, os aços inoxidáveis martensíticos de baixo carbono passaram a possuir uma composição com no máximo de 0,06% C, 12 a 17% Cr, 3,5 a 6% Ni e até 2,5% Mo. O baixo teor de carbono melhora a soldabilidade e reduz o intervalo entre as linhas liquidus e solidus, diminuindo a ocorrência de defeitos resultantes da solidificação. A adição de níquel diminui a formação de ferrita delta que tende a aumentar quando a porcentagem de carbono é reduzida.

Entre os aços AIMM destaca-se o CA-6NM, que possui teor de carbono máximo de 0,06%, níquel de 3,5 a 4,5% e molibdênio de 0,4 a 1,0%. Esta composição química resulta numa redução do intervalo entre as linhas *liquidus* e *solidus*, de 110 °C no aço CA15 para uma faixa de apenas 26 °C no CA6NM, proporcionando uma redução da ocorrência de defeitos resultantes da solidificação.

Os tratamentos térmicos empregados nos aços CA6NM são essenciais na obtenção das microestruturas desejadas e, portanto, de suas propriedades mecânicas [2]. Desta forma, um melhor desempenho das propriedades mecânicas, para uma mesma composição química e processo de fabricação, ocorrerá, basicamente, através da otimização dos tratamentos térmicos.

Nestes aços o tratamento térmico de austenitização promove a homogeneização do material com a dissolução de carbonetos, elementos segregados e decomposição da ferrita delta oriunda do material bruto de fundição [2]. No tratamento de revenido as propriedades mecânicas são fortemente influenciadas. Em temperaturas de revenido entre 550 e 620 °C tem-se a formação de austenita estável e finamente dispersa. A austenita estável que não se transforma após o resfriamento e o revenido da martensita prévia confere aos aços CA-6NM ótima tenacidade [3].

O aço CA-6NM é largamente utilizado na fabricação de peças para a área de hidrogeração, principalmente na produção de palhetas diretrizes e rotores para turbinas do tipo Francis e Pelton. O interesse de estudar este aço é baseado no fato de que as condições de processamento e a grande diversidade de tamanho dos rotores produzidos atualmente (em função das pequenas centrais hidrelétricas) ocasionam uma grande variação de propriedades mecânicas no produto, principalmente no ensaio Charpy.

Tendo em vista estes aspectos, o presente trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de austenitização nas microestruturas e propriedades mecânicas do aço CA6NM como temperado e após revenido simples e duplo a 600 °C.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Foi estudado um aço inoxidável martensítico fundido CA6NM, fornecido pela empresa Eletro Aços Altona SA. Na sua fabricação foi utilizado um forno de fusão convencional a arco elétrico, refino em forno AOD (Argon Oxygen Decarburization) e vazamento em moldes de areia na forma de blocos com dimensões de 240x190x30mm. A composição química é apresentada na Tabela 1.

Os tratamentos térmicos de têmpera e revenido foram realizados em um forno mufla sem atmosfera protetiva e com as temperaturas monitoradas pela utilização de termopares Cromel-Alumel. A variação de temperatura no forno foi de ± 5 °C.

Tabela 1. Composição química do Aço CA6NM estudado.

El. (% peso)	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	Cu
Aço utilizado	0,055	0,52	0,58	12,63	4,74	0,51	0,034	0,013	0,27
Norma ASTM Aço CA6NM [4]	máx. 0,06	máx. 1,00	máx. 1,00	11,5 - 14,0	3,5 - 4,5	0,4 - 1,0	máx. 0,04	máx. 0,03	-----

A têmpera foi realizada a partir de 950, 1050 e 1150°C, com tempo de encharque de 2 horas e resfriamento ao ar. As temperaturas de revenidos simples e duplo foram de 600 °C com tempo de encharque de 2 horas e resfriamento no ar.

A caracterização mecânica das amostras foi realizada através dos ensaios de tração e impacto, no estado como temperado e após revenido.

Os ensaios de tração foram realizados conforme a norma ASTM A370-97a, sendo utilizada uma Máquina Universal de Ensaio – LOS UHP 60. Os corpos de prova foram usinados com secção transversal circular e diâmetro nominal de 12,5mm. Utilizou-se como base de medidas para o alongamento, A (%), 50mm.

Os ensaios de impacto foram realizados a 0 °C em uma máquina de marca TREBEL e modelo PSW 30/15. Os corpos de prova foram usinados conforme norma ASTM E 23-72 nas dimensões de 10x10x55 mm com entalhe ISO V.

A análise metalográfica foi realizada em amostras polidas, de maneira convencional, em pasta de diamante de 3 e 1µm. Foram utilizadas menores pressões e maiores tempos de polimento do que o normalmente empregado, de forma a obter uma superfície mais livre possível de deformação, evitando, assim, a transformação da austenita induzida por deformação.

O reagente empregado para revelação dos contornos dos grãos austeníticos foi composto de 6g de ácido pícrico, 3ml HCl, 100ml de éter etílico e 100ml de água destilada. A temperatura de ataque foi de 50 °C durante 8 a 10 minutos. Para revelar a microestrutura da matriz martensítica foi utilizado o reagente Vilella (5ml de HCl, 1g de ácido pícrico e 100 ml de metanol 95%) por 2,5 a 3,0 minutos a frio. As microestruturas foram analisadas em um microscópio óptico Olympus – Modelo BX60M com câmera digital, e eletrônico de varredura PHILLIPS – Modelo XL30.

A difração de Raios-X foi empregada para verificar a presença de austenita retida nas amostras como temperada e após revenido. O difratômetro utilizado foi da marca Philips, modelo X'pert MPD, utilizando radiação $\text{CuK}\alpha$, monocromador de grafite, tensão de 40KV e intensidade de corrente no tubo de 30mA. A varredura foi feita num intervalo de $40^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$ com passo de 0,05° e um segundo de exposição.

A identificação das amostras tratadas termicamente foi realizada através de um código alfanumérico, conforme mostrado a seguir:

YX

onde:

Y – indica a condição do tratamento térmico aplicado durante a têmpera, ou seja, a temperatura de austenitização e meio de resfriamento.

1 – amostra aquecida a 950 °C e resfriada ao ar.

2 – amostra aquecida a 1050 °C e resfriada ao ar.

3 – amostra aquecida a 1150 °C e resfriada ao ar.

X – indica os tratamentos térmicos posteriores de revenido a 600 °C.

Branco – caso não apareça nenhuma letra após o número, então a amostra não foi submetida a nenhum tratamento térmico posterior.

A – amostra submetida a um único revenido.

B – amostra submetida a duplo revenido.

Desta maneira, por exemplo, as amostras 1, 1A e 1B indicam que elas foram aquecidas a 950°C, sendo que a amostra 1 foi somente temperada e as amostras 1A e 1B foram submetidas ao primeiro e ao segundo revenido, respectivamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os tamanhos dos grãos austeníticos obtidos após tratamento de têmpera das amostras 1, 2 e 3, respectivamente. Pode-se observar que com o aumento da temperatura de austenitização houve um crescimento no tamanho dos grãos, os valores médios são apresentados na tabela 3. Pode-se notar, Figura 2, que as microestruturas são típicas de martensita em ripas, sendo que a microestrutura do material temperado a partir de 1150°C (amostra 3) é mais grosseira quando comparada com as demais.

A Figura 3 mostra os resultados de difração de raios-X da amostra 2, pode-se observar a ausência de austenita retida após o tratamento de austenitização. Embora, a difração de raios-X possa ser influenciada por uma série de fatores como a textura do material e forma e distribuição da austenita que ocasionam uma redução da quantidade de austenita medida [6,7].

A ausência de austenita retida na amostra temperada está de acordo com o observado por Crawford [2] que não verificou a sua presença após têmpera dos aços CA6NM. Neste caso, a microestrutura consistiu basicamente de 100% de martensita. Há uma tendência porém, que aços com teor de cromo entre 15 e 17% e mesma composição base dos CA6NM, apresentem austenita retida. Isto se deve basicamente ao fato que, com o aumento do teor de cromo, diminui-se a temperatura M_f (aproximando-a da temperatura ambiente), tornando, assim, a transformação completa da austenita em martensita mais difícil.

Nos difratogramas das amostras 2A e 2B observou-se a presença de martensita e austenita, a figura 4 mostra o difratograma, respectivamente. É importante ressaltar que apesar de não terem sido realizadas difrações de raios-X em todas as amostras, como o revenido foi realizado no campo bifásico, provavelmente todas as amostras revenidas também devem ter apresentado austenita após resfriamento. A tabela 3 mostra o acréscimo relativo de austenita retida no material após primeiro revenido em relação ao segundo.

A presença de austenita retida no revenido está associada ao balanço entre a fração volumétrica de austenita numa determinada temperatura e a concentração de elementos de liga que a estabilizam [9, 11]. O revenido no campo bifásico ($\alpha+\gamma$) particiona os elementos de liga para a austenita formada e estabiliza-a.

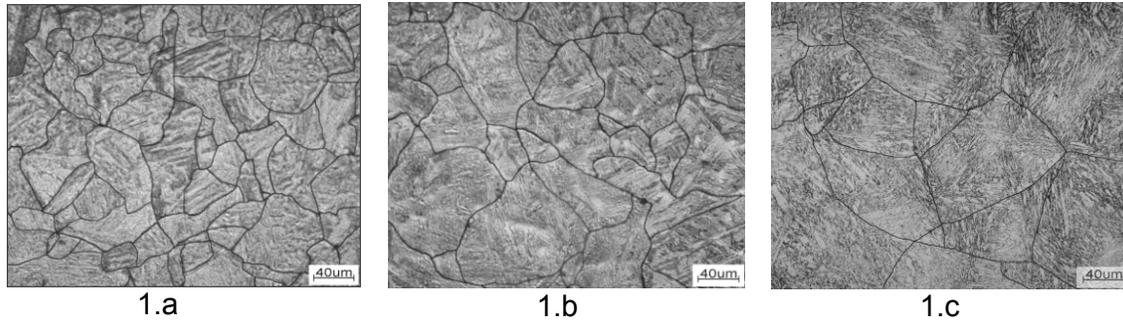


Figura 1. Efeito da temperatura no tamanho de grão austenítico. Amostras temperadas a partir de 950 °C (1.a), 1050 °C (1.b) e 1150 °C (1.c).

Tabela 2. Tamanho dos grãos austeníticos para as amostras dos diferentes tratamentos térmicos.

Tratamento Térmico	Diâmetro Médio* (μm)
Amostra 1	47 ± 14
Amostra 2	63 ± 15
Amostra 3	105 ± 22

- o número mais a direita corresponde ao erro padrão para um $\alpha = 95\%$.

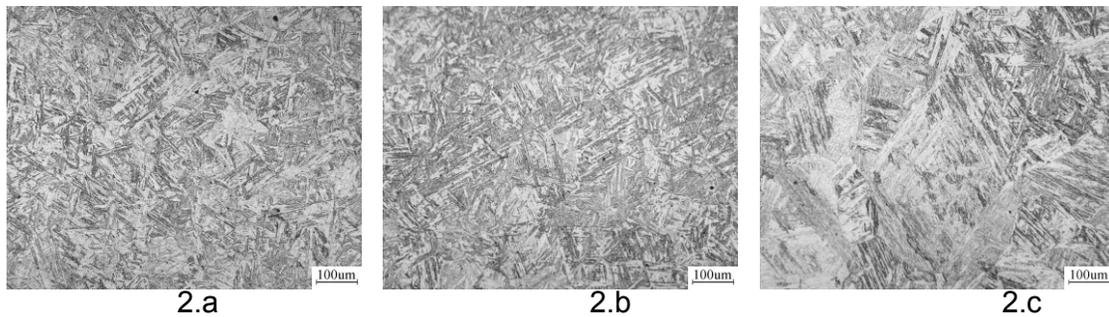


Figura 2. Microestrutura martensítica mostrando o aumento das ripas da martensita com o acréscimo da temperatura de austenitização. Amostras temperadas a partir de 950 °C (1.a), 1050 °C (1.b) e 1150 °C (1.c).

As amostras temperadas apresentaram fraturas dúcteis e frágeis, numa proporção aproximada de 90 e 10% respectivamente, a Figura 5 mostra uma fratura típica, no caso da amostra 2.

Todas as amostras após 1 e 2º revenido sofreram fraturas muito semelhantes, 100% dúctil, transgranular, de aspecto fibroso e sem diferenças perceptíveis em relação ao tamanho dos alvéolos formados. A figura 6 representa genericamente o conjunto de todas as amostras revenidas, mostrando as características de fratura dúctil, podendo ser vistos alvéolos (dimples), típicos deste mecanismo de fratura dúctil, podendo ser vistos alvéolos (dimples), típicos deste mecanismo de fratura dúctil, podendo ser vistos alvéolos (dimples), típicos deste mecanismo de fratura dúctil, podendo ser vistos alvéolos (dimples), típicos deste mecanismo de fratura dúctil. Os alvéolos se formam e coalescem ao redor de precipitados e/ou inclusões [8].

Tabela 3. Comparação das intensidades difratadas das amostras 1A e 1B.

Amostra	Plano Cristalino	Intensidade (u.u)	Proporção das Intensidades sendo indicado os respectivos planos.
2A	$\alpha(110)$	567	$\gamma(111) / \alpha(110) \rightarrow 35/567 = 6,17 (\%)$
	$\alpha(220)$	45	
	$\alpha(211)$	80	$\gamma(200) / \alpha(220) \rightarrow 8/45 = 17,7 (\%)$
	$\gamma(111)$	35	
	$\gamma(200)$	8	$\Gamma(220) / \alpha(211) \rightarrow 9/80 = 11,25 (\%)$
	$\gamma(220)$	9	
2B	$\alpha(110)$	430	$\gamma(111) / \alpha(110) \rightarrow 47/430 = 10,9 (\%)$
	$\alpha(220)$	64	
	$\alpha(211)$	120	$\Gamma(200) / \alpha(220) \rightarrow 15/64 = 23,4 (\%)$
	$\gamma(111)$	47	
	$\gamma(200)$	15	$\gamma(220) / \alpha(211) \rightarrow 16/120 = 13,4 (\%)$
	$\gamma(220)$	16	

A Figura 7 mostra a micrografia da amostra 2B obtida por MEV, mostrando precipitados formados no revenido.

Segundo Bilmes [9], a alta densidade de alvéolos (*micro-void*), observada nos aços 13Cr-4Ni, após revenimento, está associada a um grande número de interfaces internas provenientes tanto de inclusões não-metálicas quanto da presença de austenita retida. Estas características afetam a tenacidade do material.

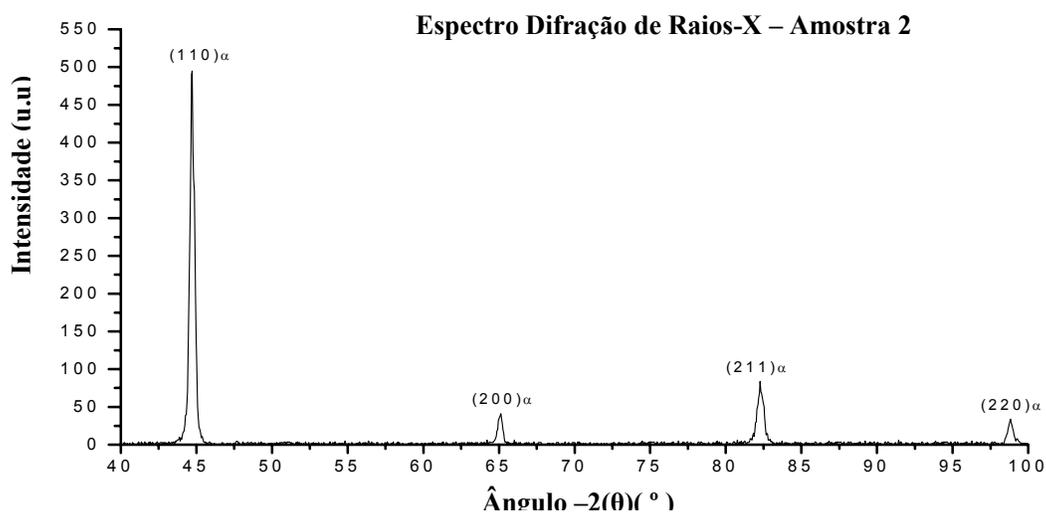


Figura 3. Espectro resultante de análise por difração de raios-X na amostra 2.

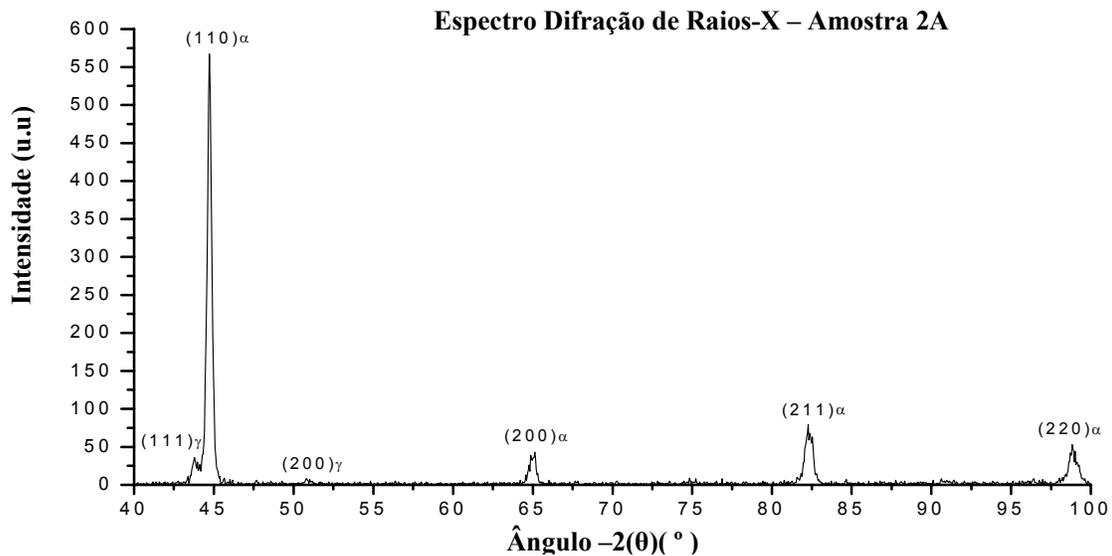


Figura 4. Espectro resultante de análise por difração de raios-x na amostra 2^A

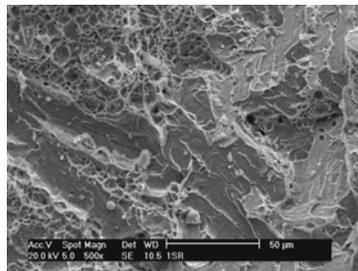


Figura 5. Fractografia - amostra 2

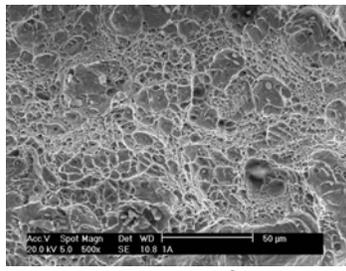


Figura 6. Fractografia - amostra 2^a

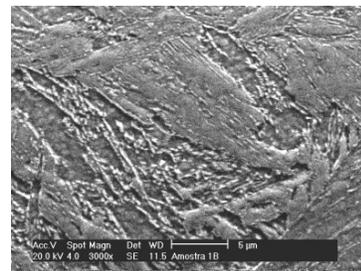


Figura 7. Micrografia da amostra 2B - MEV

Propriedades Mecânicas x Microestrutura

A Tabela 4 mostra os resultados obtidos no ensaio de impacto e de tração das amostras 1 a 3, respectivamente.

Os resultados do ensaio de impacto das amostras temperadas mostram que as amostras 1 e 3 foram as que apresentaram, respectivamente, um maior e menor valor no desvio padrão. Além disto, o valor médio da amostra 3 obtido foi de 33,6 J, sendo o maior valor médio encontrado. Tendo-se em vista o menor tamanho de grão, devido a mais baixa temperatura de austenitização utilizada na amostra 1, Figura 1 e Tabela 2, esperava-se que esta apresentasse maiores valores de impacto, não considerando o efeito dos precipitados. Apesar destes não terem sido medidos, sabe-se que uma temperatura mínima de austenitização é requerida para dissolução dos precipitados a fim de garantir uma boa homogeneização do material.

Portanto, apesar da amostra 1 ter apresentado uma microestrutura mais refinada, provavelmente a menor solubilização dos precipitados tenha sido responsável pelo menor valor de resistência ao impacto e maior desvio padrão. Deste modo, pode-se assumir que esta menor resistência ao impacto, se deve ao

predomínio do efeito do menor grau de solubilização dos precipitados sobre o da microestrutura mais refinada.

Quanto ao ensaio de tração, para as amostras temperadas, a diferença entre as médias dos limites de escoamento e de resistência é insignificante. Esperava-se que as amostras 1 e 3 apresentassem diferenças entre suas médias, sendo maior a da amostra 1, devido ao menor grão e maior número de precipitados. Na realidade, a amostra 1 apresentou um valor médio um pouco superior do que a amostra 3, porém, devido à instabilidade decorrente de uma microestrutura frágil (martensita não revenida) não foi possível verificar esta diferença.

Pode-se observar que o alongamento longitudinal e a redução de área na estrição se comportaram de maneira muito semelhante.

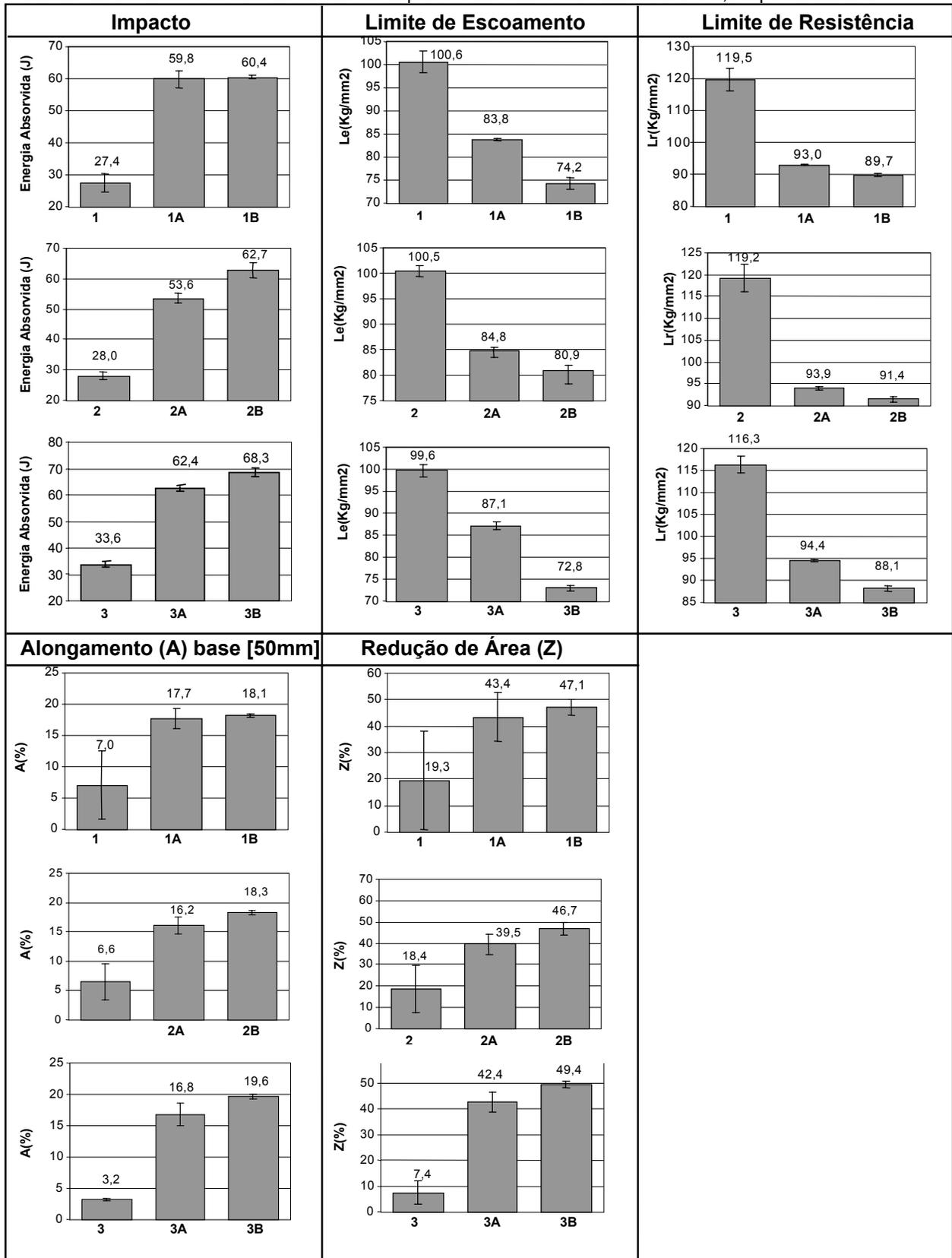
Com o revenido há um aumento da ductilidade e tenacidade, devido à segregação de carbono para os defeitos de rede, a precipitação de carbonetos, e a recuperação e recristalização da estrutura martensítica. Especificamente para aço CA6NM, um ganho extra de tenacidade está associado também a formação de austenita que permanece retida – pelo aquecimento do aço à temperatura ligeiramente acima de A_{c1} [2, 3, 5, 10, 11].

Como se pode observar pela tabela 4, a maior média de energia absorvida de impacto foi da amostra 3A (62,4J). Percebe-se que mesmo após o 1º revenido, ainda se preserva a mesma tendência de uma melhor tenacidade associada a uma mais alta temperatura de austenitização. Com o duplo revenimento houve um aumento da média de tenacidade, com o aumento da temperatura de austenitização, sendo significativo a diferença entre as médias das amostras 1B e 3B.

As médias dos limites de escoamento e de resistência após 1º revenido das amostras 3A foram maiores que das 1A. Desta forma, acredita-se que a maior dissolução dos precipitados na austenitização tenha favorecido uma precipitação mais fina no revenido, aumentando estas propriedades. No entanto, ao analisar estas propriedades após 2º revenido, nota-se que a amostra 2B - temperatura intermediária de austenitização (1050°C) -, foi a que apresentou maior valor.

De uma maneira geral, a maior proximidade dos valores das médias e os pequenos desvios padrões obtidos, em relação às diferentes propriedades mecânicas (impacto, resistência mecânica, ductilidade), é uma característica apresentada pelo material após 1º e 2º revenido. Este fato indica uma maior homogeneidade microestrutural alcançada pelo(s) revenido(s).

Tabela 4. Resultados obtidos no ensaio de impacto e mecânico das amostras 1 a 3, respectivamente.



CONCLUSÕES

- Com o aumento da temperatura de austenitização observou-se um acréscimo do tamanho médio do grão austenítico.
- O material austenitizado a mais baixa temperatura foi o que apresentou menor resistência ao impacto, ao passo que a melhor resistência mecânica foi a do material austenitizado a mais alta temperatura. Isto se deve possivelmente ao predomínio do efeito da dissolução de carbonetos em mais altas temperaturas, em relação ao efeito de uma microestrutura mais grosseira..
- O revenimento a 600 °C (temperatura ligeiramente acima de Ac1) promoveu revenimento da martensita e formação de austenita que permaneceu retida.
- Após revenido houve um acréscimo acentuado da energia absorvida e da ductilidade e uma redução dos limites de resistência e de escoamento.
- Após o revenido, houve a mesma tendência do valor médio das amostras temperadas a partir de 1150 °C em apresentarem maior resistência ao impacto, comparadas com as demais.
- Após o 2º revenido houve ligeiro acréscimo da tenacidade e da ductilidade, em relação ao 1º revenido e pequena redução dos limites de resistência e de escoamento, devido a um revenimento mais completo da martensita e aumento da quantidade de austenita retida.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- [1] CRAWFORD, J. D. CA6NM an Update. In; **29th Annual Steel Founder's Society of America Technical and Operating Conference**. Nov 1974, p 1-13.
- [2] CRAWFORD, J.D. et al. "High-Strength Cast Stainless Steels with Enhanced Corrosion Resistance," **Stainless Steel. ASTM STP 756. V. G. Behal and A. S. Melilli**. 1982, p355-368.
- [3] STRAUBE, H. Developments for Additional Improvement of Low Carbon Martensitic Cr-Ni Stainless Steels. **Conference on Materials Development in Turbo Machinery Design**. Cambridge, UK, Set. p 12-14, 1988.
- [4] ASTM A 743/A 743M – 98a^{ε1}. Standard Specification for **Castings, Iron-Chromium, Iron-Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application**.
- [5] GRACIOSO, J. F. F. – Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Mecânica – UFSC – 2003.
- [6] ZHAO, L. et al. Magnetic and X-Ray Diffraction Measurements for the Determination of Retained Austenite in TRIP Steels. **Materials Science and Engineering**, A313, 2001, p145-152.
- [7] THOMAS, G. **Metalurgical Transactions**, 9A, 1978, p 439. Citado em [55], p11.
- [8] METALS Handbook, V. 1, 9th edition Properties and Selection of Metals. U.S.A.: **ASM**, 1984.
- [9] BILMES, P.D. et al. Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of 13Cr-NiMo Martensitic Steel Weld Metals. **Materials Characterization**, 2001, V. 46, p285-296.
- [10] GOOCH, T. G. Heat Treatment of Welding 13%Cr-4%Ni Martensitic Stainless Steel for Sour Service. **Welding Research Supplement**. July, 1995, p 213-222.
- [11] LEEM, DONG-SEOL et al. Amount of Retained Austenite at Room Temperature after Reverse Transformation of Martensite to Austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si Martensitic Stainless Steel. **Scripta Materialia**, 2001, V. 45, p767-772.

THE EFFECT OF AUSTENITIZATION TEMPERATURE AND TEMPERING CONDICTION ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF A CASTED MARTENSITIC STAINLESS STEEL – CA6NM¹

*José Francisco Fadel Gracioso²
Carlos Augusto Silva de Oliveira³*

Abstract

This work aimed at studying the austenitization temperature and cooling rate effect on the microstructure and mechanical properties of a casted martensitic stainless steel - CA6NM – within three conditions: quenched and single- and double-stage tempering. Three austenitization temperatures (950, 1050 and 1150°C) and both tempering treatments were carried out at 600°C. Mechanical properties were evaluated through stress-strain, Charpy impact and micro-hardness testing. Microstructure was analyzed through metallographic characterization (by means of optical and scanning electron microscopy - SEM). X-ray diffraction was used to verify retained austenite. Fracture surfaces of Charpy specimens were examined with (SEM) to observe fracture mode. The specimen austenitized at 950°C presented lower toughness impact properties (lower mean and higher standard deviation value), whereas an elevated austenitization temperature (1150°C) enhanced it. This superior toughness behavior at 1150°C was attributed to the predominance of a better carbide dissolution at elevated temperatures over the negative effect associated with a rougher microstructure resulting from a larger grain size. The first-stage tempering at 600°C (slightly above the Ac1 temperature) promoted the tempering of the martensite and the retained austenite. As a result, the impact toughness and ductility were enhanced, but the tensile and yield strength were reduced. Toughness and ductility increased slightly through double-tempering treatment in relation to the previous tempering treatment. This increase was followed by a small decrease of tensile and yield strength due to a higher amount of retained austenite and a more complete tempering treatment of the martensite.

Key-words: CA6NM, stainless steel, heat treatment, retained austenite.

¹ *Trabalho a ser apresentado no 60º Congresso Anual da ABM, 25 a 28 de julho de 2005, Belo Horizonte.*

² *Mestre em Engenharia – Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina.*

³ *Professor Adjunto – Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina.*