

EFEITO DO ALÍVIO DE TENSÕES NA ESTABILIZAÇÃO DA AUSTENITA ANTES DO TRATAMENTO CRIOGENICO EM UM AÇO AISI D2¹

Paula Fernanda da Silva²

Ramon Valls Martin³

Rafael Agnelli Mesquita⁴

Celso Antonio Barbosa⁵

Fernando José Gomes Landgraf⁶

Hélio Goldenstein⁷

Resumo

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento capaz de aumentar a resistência ao desgaste e a tenacidade em aços ferramenta. Industrialmente há a necessidade de se fazer uma etapa de alívio de tensões prévia ao tratamento criogênico para evitar que matrizes com geometrias complexas, onde o custo da usinagem muitas vezes sobressai ao custo do material, trinquem devido a gradientes térmicos durante o tratamento térmico. No entanto, trabalhos anteriores indicaram um efeito de estabilização da austenita retida com a inserção desta etapa. Visando elucidar o efeito da etapa de alívio de tensões sobre a fração volumétrica de austenita retida, amostras de um aço AISI D2 foram submetidas a tratamentos térmicos a -78°C (gelo seco) e -196°C (nitrogênio líquido) por 2 h e 24 h. Foram determinadas as frações volumétricas de austenita retida utilizando-se o método de saturação magnética. Verificou-se que não há transformação da austenita retida em martensita nos tratamentos subzero quando submetidos previamente a alívio de tensões.

Palavras-chave: Tratamento criogênico; Austenita retida; Aço ferramenta; Saturação magnética.

STRESS RELIEF EFFECT IN THE AUSTENITE STABILIZATION PRIOR TO THE CRYOGENIC TREATMENT OF AN AISI D2 STEEL

Abstract

The cryogenic treatment has been showed as a treatment able to improve the wear resistance and tenacity in tool steels. However, industrially there is a necessity to make a stress relief step previously to the cryogenic treatment to avoid that dies with complexity geometries - where the cost to grind is bigger than the price of the material – crack due to thermal gradients during the thermal treatment. Nevertheless, previous work outpointed a retained austenite stabilization effect with the add of this step. Looking for elucidate the stress relief step effect under the volumetric fraction of retained austenite, samples of an AISI D2 were submitted to thermal treatments at -78°C (dry ice) and -196°C (liquid nitrogen) for 2 and 24 hours. The volumetric fraction of retained austenite was measured by the magnetic saturation method. It was verified that there is no retained austenite transformation in martensite in the subzero treatments when they were submitted previous to the stress relief treatment.

Key words: Cryogenic treatment; Retained austenite; Tool steel; magnetic saturation.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Mestre em Engenharia Metalúrgica, membro da ABM. Doutoranda em Eng. Metalúrgica pela Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, e-mail: pfsilva2@gmail.com*

³ *Doutor, Pesquisador do Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo, e-mail:ramon@ipt.br*

⁴ *Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, membro da ABM, Pesquisador da Villares Metals S. A., e-mail: rafael.mesquita@villares.com.br*

⁵ *Doutor, membro da ABM, Professor Titular do Departamento de Eng. Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, e-mail: f.landgraf@usp.br*

⁶ *Engenheiro Metalurgista, membro da ABM, Gerente de Tecnologia da Villares Metals S. A., e-mail: celso.barbosa@villares.com.br.*

⁷ *Doutor, membro da ABM, Professor Titular do Departamento de Eng. Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, e-mail: hgoldsens@usp.br*

1 INTRODUÇÃO

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento capaz de aumentar a resistência ao desgaste e a tenacidade em aços ferramenta. No entanto, os micromecanismos propostos para explicar os fenômenos que ocorrem com a microestrutura durante a permanência a temperatura criogênica e no aquecimento subsequente (podendo ou não ser o revenimento) não estão claramente estabelecidos. Os principais mecanismos propostos são os seguintes: i) transformação da austenita retida em martensita;⁽¹⁻³⁾ ii) decomposição e condicionamento da martensita;⁽³⁻⁵⁾ iii) precipitação^(3,5) ou aumento da fração volumétrica^(4,6) de carbonetos η (eta).

Dentre os trabalhos que apresentam hipóteses para os mecanismos de transformações de fases que ocorrem devido a inserção do tratamento criogênico no ciclo de tratamento térmico, o mais citado é o de Meng et al.⁽⁵⁾ Neste trabalho⁽⁵⁾ amostras de AISI D2 são austenitizadas em duas temperaturas diferentes, submetidas a envelhecimento e então tratadas a -50 e -180 °C. Segundo eles, a etapa de envelhecimento, realizada a 60 °C, tem a função de evitar trincas. Além de ensaios de desgaste e observação em microscopia eletrônica de transmissão, eles realizaram análises de difração de Raios-X para verificarem a quantidade de austenita retida. Esta análise foi feita previamente ao tratamento de revenimento. Verificaram que houve uma transformação considerável (de 36% na amostra temperada para 14% após tratamento a -50 °C e 10% após tratamento a -180 °C) da austenita retida em martensita. No entanto, não houve transformação completa da austenita retida em martensita.

A etapa de alívio de tensões (envelhecimento) é importante no procedimento industrial para evitar que matrizes com geometrias complexas, onde o custo da usinagem muitas vezes sobressai ao custo do material, trinquem devido a gradientes térmicos durante o tratamento térmico. No entanto, trabalhos anteriores indicaram um efeito de estabilização da austenita retida com a inserção desta etapa.⁽⁷⁾ Foram atribuídas a esta estabilização da austenita (devido ao alívio de tensões a 130 °C) a falta de resultados significativos em trabalhos anteriores, nos quais foram estudados o efeito do tratamento criogênico sobre a curva de revenimento⁽⁸⁾ e o desempenho frente ao desgaste abrasivo.⁽⁹⁾

A temperatura do alívio de tensões corresponde a temperatura do primeiro estágio do revenimento. Speich,⁽¹⁰⁾ em 1969, realizou trabalhos experimentais estudando o revenimento de martensita de baixo carbono e concluiu que no primeiro estágio do revenimento ocorre a precipitação de carbonetos ϵ . Segundo ele, isto ocorre devido a super saturação em carbono nas discordâncias que têm baixa energia. O carbono ocupará então posições intersticiais de energia mais alta que o carboneto ϵ , para diminuir a energia ocorrerá a precipitação de carbonetos ϵ .

Hirotsu e Nagakura,⁽¹¹⁾ no entanto, apresentam o carboneto η -Fe₂C como o fruto do primeiro estágio do revenimento em martensitas com alto carbono. No procedimento experimental utilizado por eles,⁽¹¹⁾ no entanto, as amostras são

resfriadas em nitrogênio líquido antes do revenimento a 120°C, primeiro estágio do revenimento. Desta forma, nenhuma das três teorias apresentadas (Meng et al.,⁽⁵⁾ Speich⁽¹⁰⁾ e Hirotsu e Nagakura⁽¹¹⁾) está refutada, sendo necessário estudos mais aprofundados.

Kurdjumov e Maksimova apud Cech e Hollomon⁽¹²⁾ apresentaram trabalhos experimentais com aço manganês, aço alto carbono e liga Fe-Ni-Mn nos quais a martensita era formada isotermicamente em uma determinada faixa de temperaturas. Eles verificaram que em alguns casos a formação da martensita podia ser suprimida pelo resfriamento rápido até a temperatura do nitrogênio líquido. A partir de observações microestruturais da martensita formada isotermicamente, eles concluíram que este fenômeno é controlado por nucleação e não por crescimento.

Para validar os resultados de Kurdjumov e Maksimova, Cech e Hollomon fizeram experimentos que resultaram em curvas de tempo-temperatura-transformação para a martensita, conforme apresentado na Figura 1.⁽¹²⁾

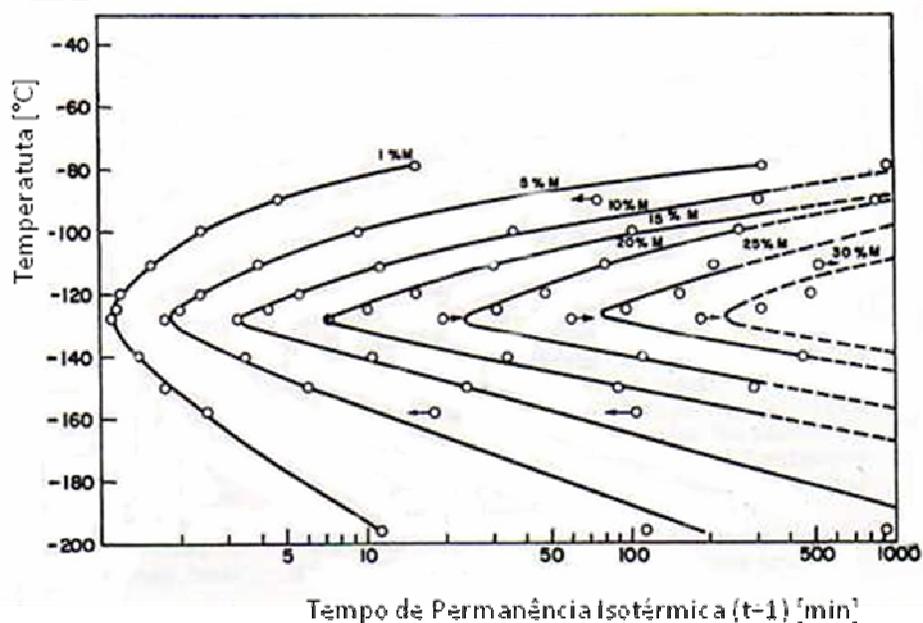


Figura 1 – Curva TTT para a formação de martensita em uma liga Fe-Ni-Mn.⁽¹²⁾

Eles⁽¹²⁾ concluíram que, para a liga Fe-Ni-Mn por eles estudada:

- a formação isotérmica da martensita ocorre na faixa de temperaturas entre -79°C e -196°C. A taxa de formação aumenta com a diminuição da temperatura até -128°C e diminui com o resfriamento para temperaturas mais baixas;
- a formação de martensita pode ser suprimida completamente para esta liga com têmpera rápida abaixo da temperatura ambiente;
- uma estabilização parcial da austenita pode ocorrer com o envelhecimento a temperatura ambiente, tanto antes do tratamento subzero como após alguma transformação isotérmica; e
- a transformação isotérmica ocorre devido ao atraso na formação de núcleos de martensita seguido pelo crescimento rápido até o tamanho completo das ripas de martensita.

Cohen apud Roberts et al.⁽¹³⁾ também mostrou que quanto maior o tempo de permanência a 60°C, maior a porcentagem de austenita retida a não se transformar

em martensita em temperaturas subzero, conforme a Figura 2. Segundo este gráfico, uma amostra com 10% de austenita retida, mantida por 50 horas a 60°C, quando submetida a -150°C por outras 50 horas transformará apenas cerca de 2% da austenita retida em martensita.

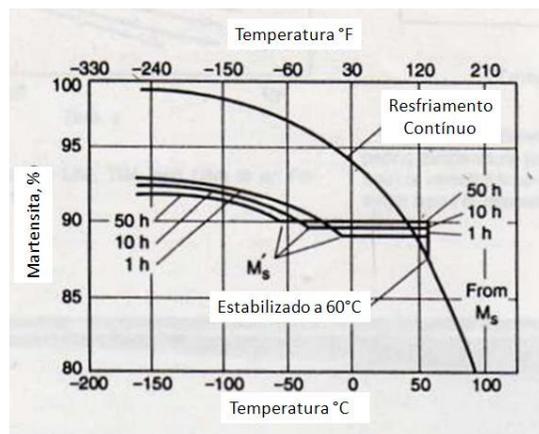


Figura 2- Atraso na transformação martensítica em função do tempo de permanência a 60°C.⁽¹³⁾

Este trabalho teve como objetivo verificar o efeito das temperaturas subzero e do tempo de permanência a estas temperaturas para eliminar a austenita retida presente no aço AISI D2 após a têmpera em óleo e após a têmpera em óleo + alívio de tensões. Com base nos dados apresentados na revisão bibliográfica foram escolhidas duas temperaturas para o tratamento subzero e dois tempos de permanência nestas temperaturas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas amostras de um aço ferramenta AISI D2 para trabalho a frio (composição química nominal na Tabela 1) lingotado convencionalmente e laminado até bitola de 52 mm.

Tabela 1- Composição química nominal de um aço AISI D2 em %peso, Fe-balanço

C	Mn	Si	Cr	V	Mo
1,4 – 1,6	0,2 – 0,4	0,1 – 0,4	11 - 13	0,2 – 1,0	0,7 – 1,20

Foram usinados corpos-de-prova cilíndricos para ensaio de saturação magnética com diâmetro de 13,5 mm e altura de 20 mm. Todos os corpos-de-prova foram retirados do meio-raio da mesma barra.

Os tratamentos térmicos, apresentados na Tabela 2, foram realizados no Centro de Pesquisas da Villares Metals S. A. A austenitização foi realizada em forno poço sob vácuo e as amostras foram temperadas em óleo. O tratamento térmico de revenimento e o de alívio de tensões foram realizados em forno mufla. O resfriamento até a temperatura do gelo seco (-78°C) foi feito por imersão em caixa de isopor com gelo seco e até a temperatura do nitrogênio líquido (-196°C) foi realizada por imersão em garrafa térmica com nitrogênio líquido.

Este trabalho utilizou o método de saturação magnética para determinação da fração volumétrica de austenita retida. Este método foi validado para este mesmo material em trabalho anterior.⁽⁷⁾

O ensaio de saturação magnética consistiu em submeter a amostra a um campo magnético de 1000kA/m e determinar a máxima saturação magnética ($J_{m\acute{a}x}$ em Tesla). Os ensaios foram realizados em equipamento disponível no IPT (Figura 3).

Tabela 2 - Identificação das amostras

Amostra	Tratamento térmico
0	Recozida
1	1.040 °C/40min
2	1.040 °C/40min + 560 °C/2h x2
3	1.040 °C/40min + 130 °C/90min
4	1.040 °C/40min + N ₂ líquido/2h
5	1.040 °C/40min + 130 °C/90min + N ₂ líquido/2h
6	1.040 °C/40min + N ₂ líquido/24h
7	1.040 °C/40min + 130 °C/90min + N ₂ líquido/24h
8	1.040 °C/40min + Gelo Seco/2h
9	1.040 °C/40min + 130 °C/90min + Gelo Seco/2h
10	1.040 °C/40min + Gelo Seco/24h
11	1.040 °C/40min + 130 °C/90min + Gelo Seco/24h

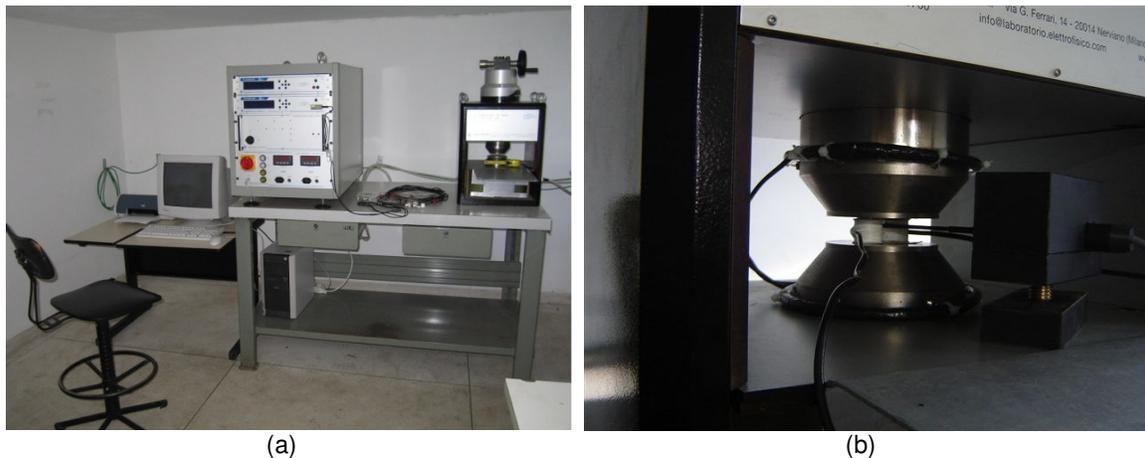


Figura 3 - (a) Vista geral do equipamento Hystergraf IS-300 utilizado para determinar a saturação magnética das amostras. (b) Detalhe do local onde a amostra é colocada.

A amostra recozida foi utilizada como padrão, sendo considerada com 0% de austenita retida. As demais frações volumétricas de austenita retida foram obtidas a partir deste padrão, conforme a equação abaixo:

$$\gamma_R = \frac{J_{m\acute{a}x_{Rec}} - J_{m\acute{a}x_n}}{J_{m\acute{a}x_{Rec}}} \cdot 100$$

onde: $J_{m\acute{a}x_{Rec}}$ é a máxima saturação magnética da amostra recozida (padrão) e $J_{m\acute{a}x_n}$ é a máxima saturação magnética da amostra analisada.

As amostras foram submetidas a medições de dureza Rockwell C em durômetro disponível no Centro de Pesquisas da Villares Metals S.A.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 apresenta a curva de saturação magnética obtida para a amostra recozida, todas as amostras apresentaram curvas semelhantes. O valor utilizado para o cálculo da fração volumétrica de austenita retida é o valor da saturação magnética.

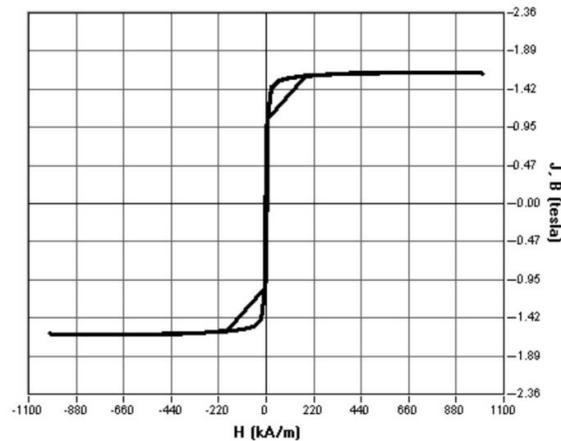


Figura 4 – Curva de saturação magnética obtida para a amostra recozida.

A Tabela 3 apresenta os valores de máxima saturação magnética para as amostras identificadas na Tabela 2, bem como os respectivos valores de fração volumétrica de austenita retida calculados conforme a equação apresentada no item anterior, além dos valores de dureza Rockwell C e respectivos desvios padrão. Verifica-se que as amostras 4, 6, 8 e 10 (sem a etapa de alívio de tensões) apresentaram valores de dureza de pelo menos 1,5HRC superior às amostras 5, 6, 7 e 8 (com a etapa de alívio de tensões), respectivamente.

Tabela 3 - Resultados de saturação magnética e porcentagem de austenita retida obtida pelo método de saturação magnética e de dureza Rockwell C com respectivo desvio padrão

Amostra	J _{máx} (T)	% γ_R (Sat. Magn.)	Dureza (HRC)
0	1,603	0	--
1	1,319	17,7	63,6 ± 0,24
2	1,589	0,4	52,5 ± 0,18
3	1,306	18,2	63,2 ± 0,09
4	1,47	8,6	64,7 ± 0,15
5	1,32	17,2	62,8 ± 0,14
6	1,459	8,8	64,3 ± 0,13
7	1,308	17,8	62,8 ± 0,06
8	1,5	7,0	64,9 ± 0,05
9	1,308	17,4	62,5 ± 0,1
10	1,495	6,6	64,8 ± 0,18
11	1,32	17,3	63,2 ± 0,13

A Figura 5 apresenta os resultados de fração volumétrica de austenita retida para todas as amostras, exceto para a amostra recozida – considerada com 0% de austenita retida. Nota-se que a amostra 2, temperada e revenida apresenta fração volumétrica de austenita retida muito baixa, tendo sido praticamente toda a austenita transformada em martensita. A amostra 3, temperada e com alívio de tensões,

apresenta um valor de fração volumétrica acima de todas as demais amostras, inclusive que da amostra 1 – somente temperada. Este pode ser simplesmente um erro de medida. No entanto, em trabalho anterior,⁽⁷⁾ verificou-se, sistematicamente, uma tendência a aumentar o valor da saturação magnética para as amostras com alívio de tensões.

O aumento no valor da saturação magnética máxima para a amostra 3, poderia ser atribuído a precipitação de carboneto ϵ ou carboneto η , que precipitam no primeiro estágio de revenimento^(5,10,11) – a temperatura de 130°C corresponde a este estágio. Estes carbonetos são fases não-magnéticas da mesma forma que a austenita. Portanto, a presença destes carbonetos diminuiria a saturação magnética da mesma forma que uma maior fração volumétrica de austenita. Uma outra explicação, a reversão da reação martensítica acima de uma temperatura A_s , foi observada apenas em aços isentos de intersticiais como os maraging.

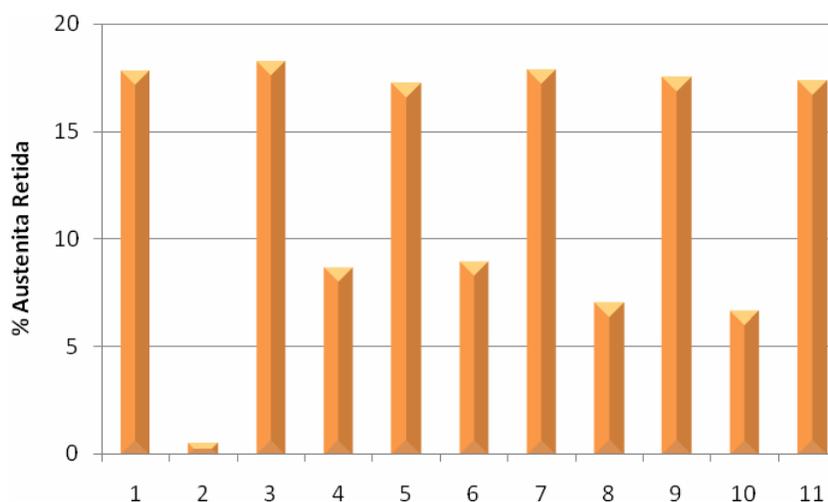


Figura 5 – Fração volumétrica de austenita retida determinada pelo método de saturação magnética para os diferentes tratamentos térmicos.

Na Figura 5 observa-se também que a fração volumétrica de austenita retida é menor nas amostras tratadas sem a etapa de alívio de tensões, isto é mostrado com mais detalhe na Figura 6. Na Figura 6 fica nítido também que há uma diminuição na fração volumétrica de austenita retida nas amostras tratadas em gelo seco quando comparadas com as amostras tratadas em nitrogênio líquido. Este resultado pode ser somente um artefato, sendo a diminuição do valor da saturação magnética atribuído a precipitação de carbonetos, ou pode estar ocorrendo um fenômeno como o apresentado na revisão bibliográfica⁽¹²⁾ no qual há uma temperatura ótima para transformação da austenita em martensita abaixo da qual a taxa de transformação diminui.

Desta forma, este trabalho indica a necessidade de uma caracterização microestrutural aprofundada (com MEV e TEM) para verificar a presença de possíveis carbonetos precipitados no alívio de tensões e no aquecimento após o tratamento subzero, bem como microscopia ótica para elucidar a presença de austenita retida.

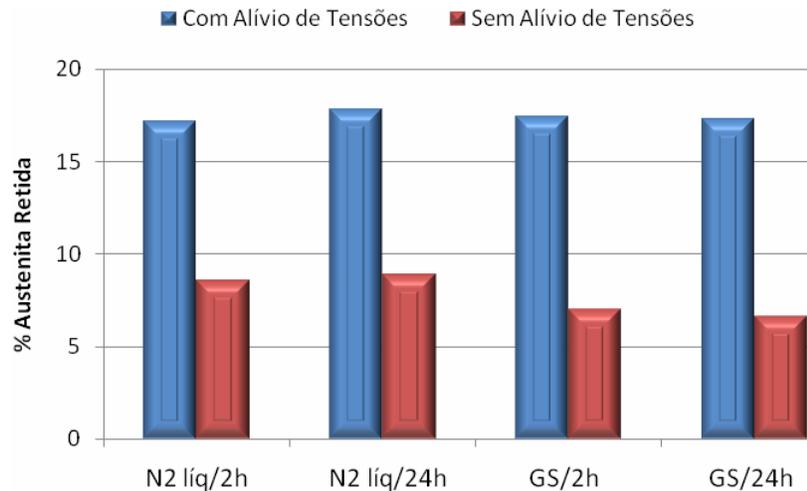


Figura 6 - Comparação das frações volumétricas de austenita retida nas amostras com ou sem a etapa de alívio de tensões entre a têmpera em óleo e o tratamento sub-zero (em nitrogênio líquido (N2 líq) ou gelo seco (GS) por duas ou vinte e quatro horas).

4 CONCLUSÕES

A inserção da etapa de alívio de tensões no ciclo de tratamento térmico do aço AISI D2 age como estabilizador da austenita. Assim, as amostras que foram submetidas a tratamento subzero sem a etapa anterior de alívio de tensões transformaram parte da austenita retida em martensita, enquanto nas amostras com alívio de tensões a austenita retida não foi transformada.

A dureza das amostras sem o tratamento prévio de alívio de tensões (com menor fração volumétrica de austenita retida) foi superior, em pelo menos 1,5 HRC, quando comparadas com o mesmo ciclo sem a inserção do alívio de tensões.

Há diferenças nos resultados de saturação magnética neste trabalho que foram atribuídas à maior fração volumétrica de austenita retida. No entanto, há indicações de que estes valores podem estar sendo influenciados pela precipitação de carbonetos durante a etapa de alívio de tensões e o aquecimento após o tratamento subzero.

Agradecimentos

À CAPES e à Villares Metals S.A. pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 BARRON, R.F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. *Cryogenics*, p. 409-413, 1982.
- 2 MOORE, K. e COLLINS, D.N. Cryogenic treatment of three heat-treated tool steels. *Key Engineering Materials*, v. 86 - 87, p. 4754, 1993.
- 3 MENG, F.K., TAGASHIRA, K. e SOHMA, H. Wear resistance and microstructure of cryogenic treated Fe-1.4Cr-1C bearing steel. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 31, n. 7, p. 865-868, 1994.
- 4 YUN, D., XIAOPING, L. e HONGSHEN, X. Deep cryogenic treatment of high speed steel and its mechanism. *Heat treatment of metals*, v. 3, p. 55 - 59, 1998.

- 5 MENG, F.K, 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.
- 6 HUANG, J.Y., et al. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. *Materials Science & Engineering A*, v. A339, p. 241-244, 2003.
- 7 SILVA, P.F. da; MARTIN, R.V.; MESQUITA, R.A.; LANDGRAF, F.; BARBOSA, C.A., GOLDENSTEIN, H. Determinação da fração volumétrica de austenita retida por meio de ensaio de saturação magnética de um aço AISI D2 tratado criogenicamente. In: *Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, 2008 – Águas de Lindóia – SP*.
- 8 SILVA, P.F. da; MESQUITA, R.A.; GOLDENSTEIN, H.; BARBOSA, C.A. Efeito do tratamento criogênico na curva de revenimento do aço ferramenta AISI D2. In: *Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, 6., 2008 – São Paulo – SP*. São Paulo: ABM, 2008, p. 125-134.
- 9 SILVA, P.F. da; MESQUITA, R.A.; COHEN, R.; BARBOSA, C.A., GOLDENSTEIN, H. Efeito do tratamento criogênico na resistência ao desgaste do aço ferramenta AISI D2. In: *Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais, 18., 2008, Porto de Galinhas – RE*. São Paulo: Metallum, 2008, p. 6403 – 6412.
- 10 SPEICH, G.R. Tempering of low-carbon martensite. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, v. 245, p. 2553-2564, 1969.
- 11 HIROTSU, Y.; NAGAKURA, S. Crystal structure and morphology of the carbide precipitated from martensitic high carbon steel during the first stage of tempering. *Acta Metallurgica*, v. 20, p. 645-655, 1972.
- 12 CECH, R.E.; HOLLLOMON, J.H. Rate of formation of isothermal martensite in Fe-Ni-Mn alloy. *Journal of Metals*, v. may, p. 685-689, 1953.
- 13 ROBERTS, G., KRAUSS, G., KENNEDY, R. *Tool Steels*. ASM International, 5th ed.