

EFEITO DAS CONDIÇÕES DE TÊMPERA NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO FUNDIDO CA6NM

José Francisco Fadel Gracioso

Mestre em Engenharia - Laboratório de Conformação Mecânica - Departamento de Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Santa Catarina – Campus Universitário – Trindade – CEP: 88040-900; e-mail: francisco@enclimar.com.br

Carlos Augusto Silva de Oliveira

Professor Adjunto – Laboratório de Conformação Mecânica - Departamento de Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Santa Catarina Campus Universitário – Trindade – CEP: 88040-900; e-mail: carlosa@emc.ufsc.br

Resumo. *Este trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de austenitização e da velocidade de resfriamento nas microestruturas e propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico CA6NM no estado como temperado e o efeito do tratamento de revenido sobre a têmpera.*

Foram utilizadas três temperaturas de austenitização (950, 1050 e 1150°C) e duas velocidades de resfriamento (ao ar e ao forno). O revenido foi realizado a 600°C.

As propriedades mecânicas foram avaliadas através de ensaio de tração, impacto e microdureza e a microestrutura através de caracterização metalográfica (por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura). A austenita retida foi determinada através de difração de raios-X.

No estado temperado, o material austenitizado na temperatura mais baixa (950°C) apresentou menor resistência ao impacto (menor valor médio e maior desvio padrão), ao passo que a maior resistência mecânica foi do material austenitizado na mais alta temperatura (1150°C). Isto foi atribuído a um possível predomínio do efeito positivo da dissolução de carbonetos em mais altas temperaturas, em relação ao efeito negativo de uma microestrutura mais grosseira, proveniente de um maior tamanho de grão austenítico.

O tratamento a 600°C (temperatura ligeiramente acima de Ac1) promoveu o revenimento da martensita e a formação de austenita que permaneceu retida após resfriamento. O revenido aumentou a tenacidade e ductilidade, porém reduziu os limites de resistência e de escoamento.

Palavras-chave: *aço inoxidável CA6NM, tratamento térmico, austenita retida.*

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos fundidos CA6NM foram desenvolvidos com o objetivo de melhorar a soldabilidade dos aços inoxidáveis martensíticos convencionais, como por exemplo, o CA15 (Crawford et al, 1982). A utilização de aços como o CA15, devido ao teor de carbono, da ordem de 0,15%, ocasiona uma grande quantidade de peças defeituosas com altos índices de trincas à quente, micro-rechupes e inclusões. Estes defeitos são decorrentes, principalmente, de um amplo intervalo entre as linhas *liquidus* e *solidus*. O aço CA6NM devido ao baixo teor de carbono e a

adição de níquel e de molibdênio apresenta um estreitamento no intervalo entre as linhas *liquidus* e *solidus* (110°C no CA15 e aproximadamente 26°C no CA6NM) proporcionando uma redução da ocorrência desses defeitos de solidificação e uma melhor soldabilidade, dispensando tratamento térmico após soldagem e pré-aquecimento do metal de base (Nalbone, 1982).

O aço CA6NM após revenido apresenta excelentes combinações de propriedades mecânicas, tais como resistência à deformação e à erosão por cavitação e ótima tenacidade inclusive à baixa temperatura. Possui uma temperatura de transição dúctil-frágil de -110°C e 20-J de energia absorvida a -140°C e resistência à corrosão sob tensão. O aço CA6NM devido a estas características é utilizado na fabricação de componentes para as mais diversas aplicações e, devido a sua alta temperabilidade é também usado em peças de grandes secções tais como: rotores de turbinas hidráulicas, componentes na indústria química e de petróleo, bombas e compressores (Crawford, 1974 e Gooch, 1995).

As transformações que ocorrem no revenido são fundamentais na obtenção da tenacidade dos aços CA6NM. Em temperaturas de revenido entre 550 e 620°C tem-se a formação de austenita estável e finamente dispersa. Esta austenita estável que não se transforma após o resfriamento e o revenido da martensita prévia confere aos aços CA6NM ótima tenacidade. Acima desta temperatura ocorre uma redução da austenita estável e a formação de uma austenita instável capaz de se transformar em martensita após o resfriamento do revenido (Crawford, 1974).

A Electro Aço Altona, localizada em Blumenau-SC, é uma das fabricantes nacionais deste tipo de aço que, no caso, são utilizados principalmente em turbinas do tipo Francis e Pelton. O processo produtivo destes envolve basicamente a fundição propriamente dita e o seu tratamento térmico (têmpera e revenido). Na fabricação, devido às condições de processamento e do tamanho dos rotores produzidos, há grande variação de propriedades mecânicas do produto, principalmente no ensaio Charpy. É de interesse portanto, estudar as causas desta variação para se obter produtos de melhor qualidade e aumentar a produtividade na sua fabricação.

Tendo em vista estes aspectos, o presente trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de austenitização e da velocidade de resfriamento nas microestruturas e propriedades mecânicas do aço CA6NM como temperado e o efeito do tratamento de revenido sobre a têmpera.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material estudado foi um aço inoxidável martensítico fundido CA6NM, fornecido pela empresa Eletro Aços Altona S.A. A sua fabricação foi realizada em um forno convencional a arco elétrico, com 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 Tab. 1.

Tabela 1- Composição química do Aço CA6NM estudado.

Elementos (% 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 Aço CA6NM	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	-----

Os tratamentos térmicos de têmpera e revenido foram realizados em um forno mufla (marca SCHALLY) sem proteção de atmosfera e com as temperaturas monitoradas pela utilização de termopares Cromel-Alumel. O forno apresentou uma variação de $\pm 5^\circ\text{C}$ no seu interior.

A têmpera foi realizada em quatro lotes diferentes de amostras, cada lote contendo um bloco e meio. Três lotes foram levados separadamente ao forno frio para serem aquecidos até as temperaturas de austenitização, que foram: 950, 1050 e 1150°C, com tempo de encharque de 2

horas, sendo em seguida, resfriados ao ar a partir das 03 temperaturas de austenitização. O último lote após austenitização a 1050°C foi resfriado dentro do forno. O revenido em todas as amostras foi realizado a 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, impacto e microdureza, no estado 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 com diâmetro nominal de 12,5mm. Utilizou-se como base de medidas para o alongamento, A (%), 50mm.

Os ensaios de impacto foram realizados 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. Os ensaios foram conduzidos na temperatura de 0°C.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados num microdurômetro SHIMADZU, Modelo HMV-2, sendo o ensaio realizado segundo a norma ASTM E384 – 72. Foi utilizada uma carga de 1,0 Kgf com tempo de impressão de 15 segundos. Foram realizadas 20 medidas para cada tratamento térmico, em uma única amostra polida e atacada previamente com reagente Vilella.

Para a análise metalográfica, as amostras foram embutidas, lixadas e polidas em pasta de diamante de 3 e 1µm. O reagente empregado foi o Vilella (5ml HCl, 1g ácido pícrico e 100ml de Metanol (95%)). As microestruturas foram analisadas em microscópio óptico Olympus – Modelo BX60M equipado com câmera digital Olympus – Modelo DP11, e eletrônico de varredura PHILLIPS – Modelo XL30.

A difração de Raios-X foi utilizada para verificar a presença de austenita retida na amostra resfriada ao ar a partir de 1050°C e nesta mesma condição após revenido. O difratômetro empregado foi da marca Philips, modelo X'pert MPD, utilizando radiação CuK α , 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 preparação das amostras foi efetuada, de maneira convencional. Na preparação destas amostras foram utilizados 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.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1 e 2 mostram as microestruturas das amostras como temperadas obtidas por microscopia óptica e por MEV, respectivamente. As micrografias obtidas por MEV correspondem as amostras austenitizadas a 1050°C resfriadas ao ar e no forno, respectivamente. Estas microestruturas são típicas de martensita em ripas. Pode-se notar que as ripas de martensita do material temperado a partir de 1150°C são maiores e mais grosseiras quando comparadas com as amostras austenitizadas em temperaturas mais baixas.

As Figuras 3 e 4 mostram as micrografias obtidas por microscopia óptica e por MEV das amostras após revenido a 600°C. As microestruturas ainda mantêm a morfologia de ripas da martensita que a originou. Pode-se observar a presença de precipitados e que a amostra temperada a partir de 1150°C e revenida, originou uma microestrutura mais grosseira quando comparada com as demais amostras que tiveram mais baixas temperaturas de austenitização.

A Figura 5 mostra o espectro de raios –X das amostras temperadas ao ar a partir de 1050°C e nesta mesma condição de têmpera após revenido a 600°C. Só se detectou a presença de austenita retida na amostra revenida.

A ausência de austenita retida na amostra temperada está de acordo com o mostrado por Crawford et al (1982) que também não a observou para os aços CA6NM, após têmpera. Possivelmente, as outras amostras temperadas também não tenham austenita retida.

O revenido no campo bifásico (α - γ) (Gracioso, 2003) e a partição dos elementos de liga para a austenita formada, estabilizou-a (Bilmes et al, 2001), permanecendo retida após revenido. É

importante ressaltar que apesar de não terem sido realizadas difrações de raios-X nas outras amostras revenidas a austenita deve ter permanecido estável após resfriamento.

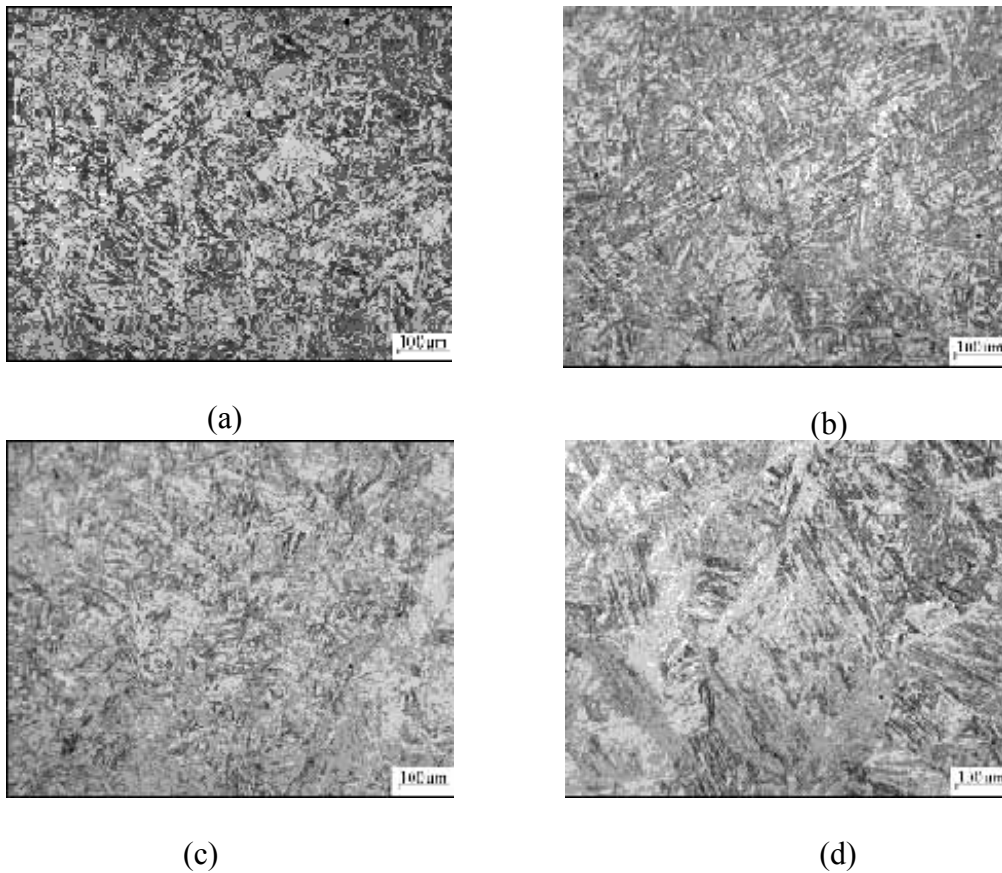


Figura 1- Micrografias das amostras como temperadas. (a) a 950°C; (b) a 1050°C e resfriada ao ar; (c) a 1050°C e resfriada no forno; (d) a 1150°C.

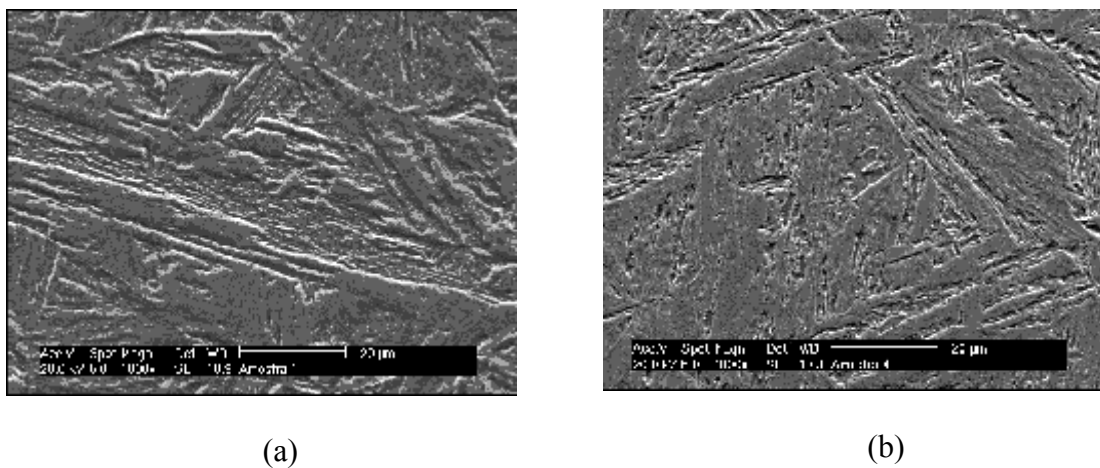


Figura 2- Micrografias das amostras como temperadas (MEV). (a) a 1050°C e resfriada ao ar; (b) a 1050°C e resfriada no forno.

As Figuras 6 e 7 mostram as propriedades mecânicas obtidas para as amostras como temperadas e após revenido a 600°C, respectivamente.

A Figura 6 mostra que a maior média de energia absorvida no impacto foi da amostra temperada a partir de 1150°C, embora a diferença só tenha sido significativa quando comparada com a amostra

austenitizada a 950°C. Mostra também, que os valores do limite de escoamento e de resistência, de microdureza, de alongamento e de redução de área não tiveram diferenças significativas.

Com o aumento da temperatura de austenitização há um aumento no tamanho de grão austenítico e de elementos de liga em solução. Após a transformação martensítica o tamanho de grão da austenita prévia determinará características importantes da martensita, como o tamanho dos pacotes e blocos (Petty, 1970), que afetará as propriedades mecânicas. De uma maneira geral, quanto menor o tamanho de grão austenítico, menor serão os pacotes e blocos da martensita, ou seja, mais refinada será a estrutura martensítica. Deste modo, maior será o valor do limite de escoamento e de tenacidade. Segundo Norström (1976), verifica-se uma relação do tipo Hall-Petch para o tamanho dos pacotes da martensita em ripas.

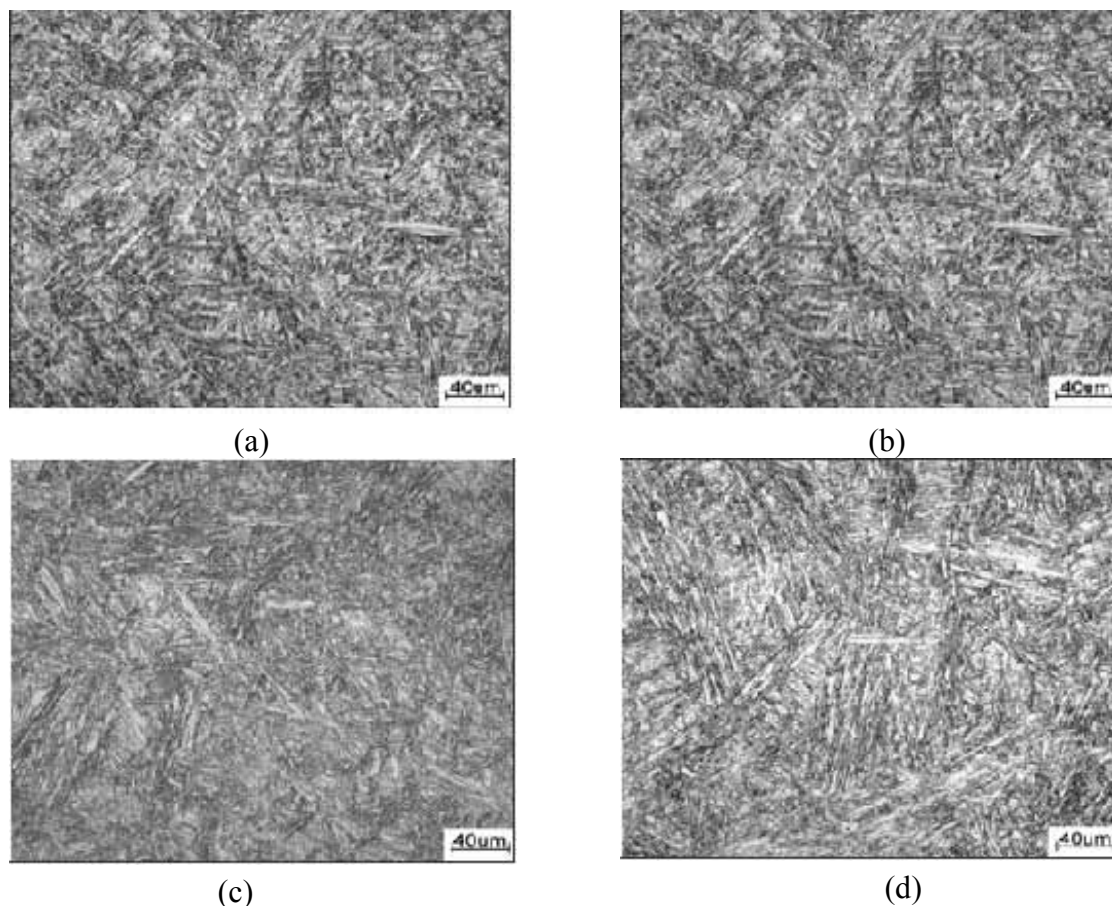


Figura 3- Micrografias das amostras após revenido. Austenitizadas (a) a 950°C; (b) a 1050°C e resfriada ao ar; (c) a 1050°C e resfriada no forno; (d) a 1150°C.

A redução do número de precipitados e conseqüentemente o aumento da quantidade de elementos de ligas em solução permitiu obter uma microestrutura mais homogênea (Andrés et al, 1998), que favoreceu um aumento nas propriedades mecânicas.

Com relação as propriedades obtidas no ensaio de tração e de microdureza acredita-se que o efeito do refino da microestrutura tenha sido contrabalançado pela maior solubilização dos carbonetos e portanto, não houve diferença significativa para estas propriedades. Com relação aos resultados de impacto a menor solubilização dos carbonetos deve ter contribuído para o menor valor de energia absorvida desta amostra, embora a diferença tenha sido pequena.

A Figura 7 mostra que após revenido as amostras tiveram o mesmo comportamento das amostras temperadas, ou seja: a maior média de energia absorvida no impacto foi da amostra austenitizada a 1150°C e revenida. Mostra também, que os valores do limite de escoamento e de resistência, de microdureza, de alongamento e de redução de área não tiveram diferenças significativas.

No revenimento 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 (Smith, 1993). Especificamente para aço CA6NM, um ganho extra de tenacidade está associado também a formação de austenita retida – devido ao aquecimento ligeiramente acima de A_{c1} (Crawford et al, 1982; Gooch, 1995; Bilmes et al, 2001 e Leem et al, 2001).

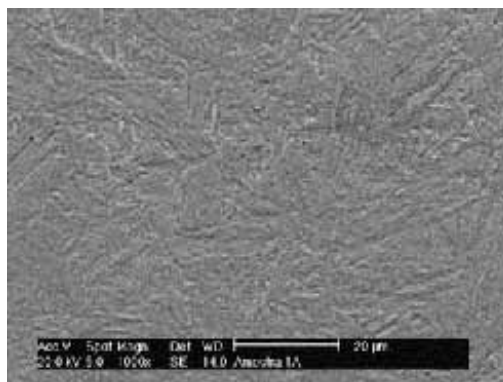


Figura 4- Micrografia da amostra austenitizada a 1050°C, resfriada ao ar e revenida.

Quanto ao limite de escoamento e de resistência após revenido, pode-se notar que as médias das amostras temperadas a partir de 1150°C foram superiores em relação às amostras temperadas a partir de 950°C. Desta forma, acredita-se que uma maior dissolução dos precipitados possa ter favorecido uma precipitação mais fina no revenido, aumentando os valores destas propriedades.

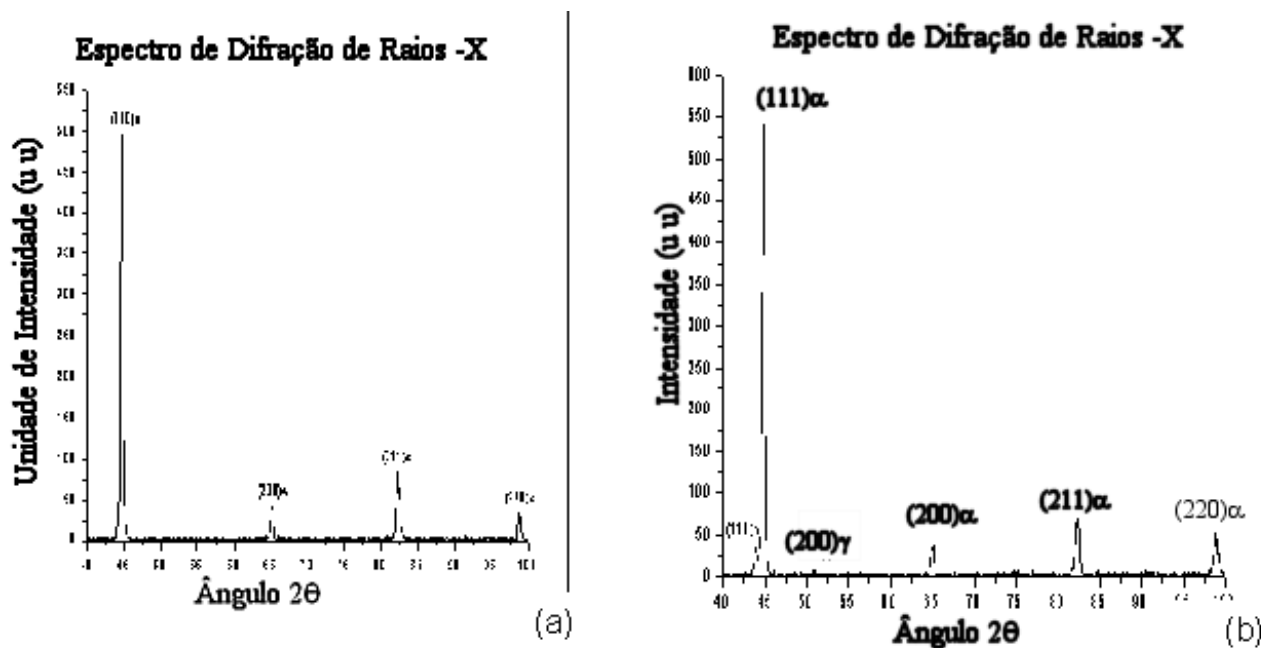
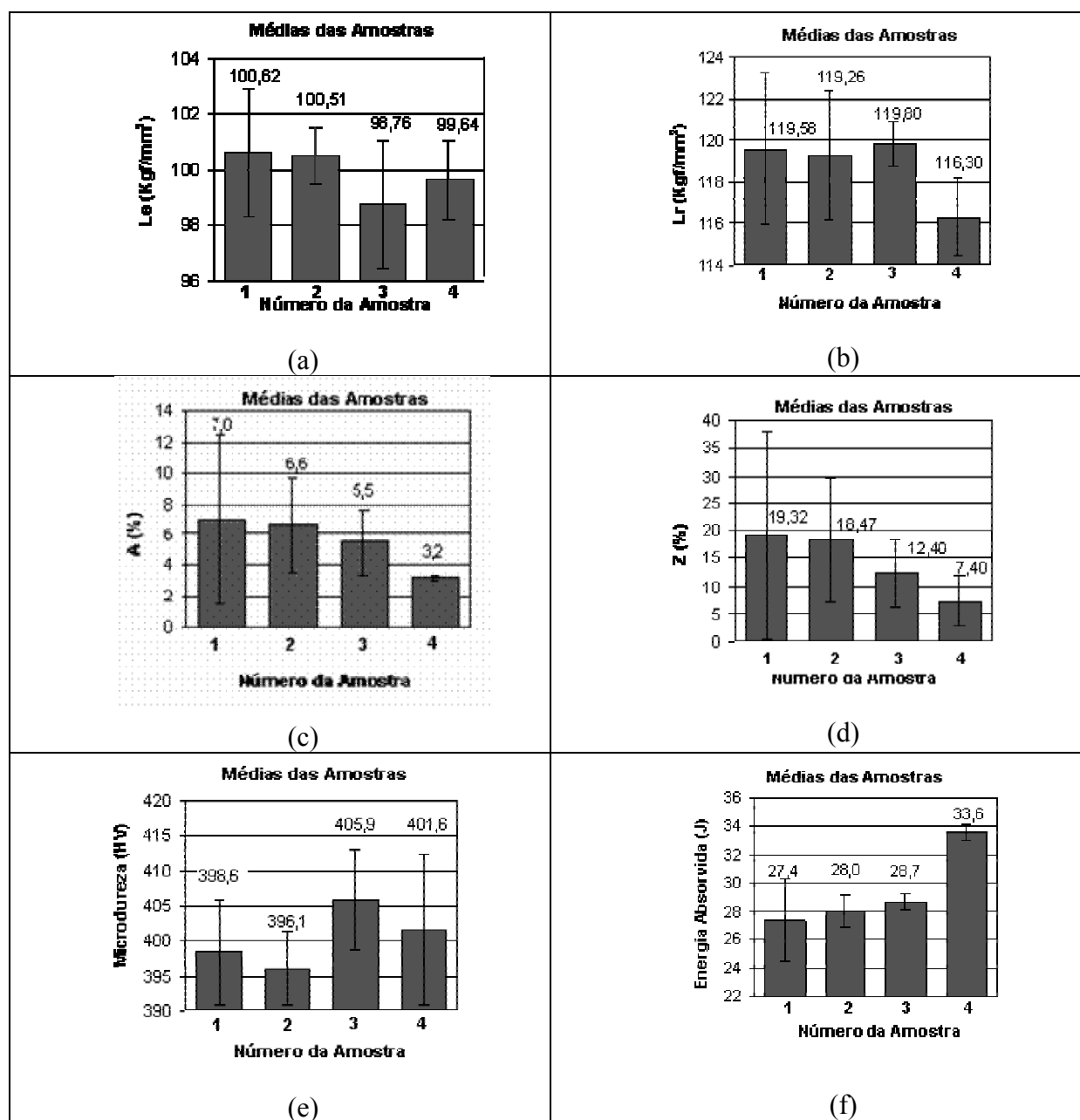


Figura 5- Espectro de raios – X das amostras: (a) austenitizada a 1050°C e resfriada ao ar; (b) mesma condição de têmpera e revenida a 600°C.

Comparando-se as Fig. 6 e 7 pode-se observar que todas as amostras temperadas tiveram a sua tenacidade praticamente duplicada após o revenido. Quanto à ductilidade (avaliada pelo alongamento e redução de área) percebe-se um aumento de cerca de 150% em relação às amostras temperadas. Os limites de escoamento e de resistência das amostras temperadas tiveram seus

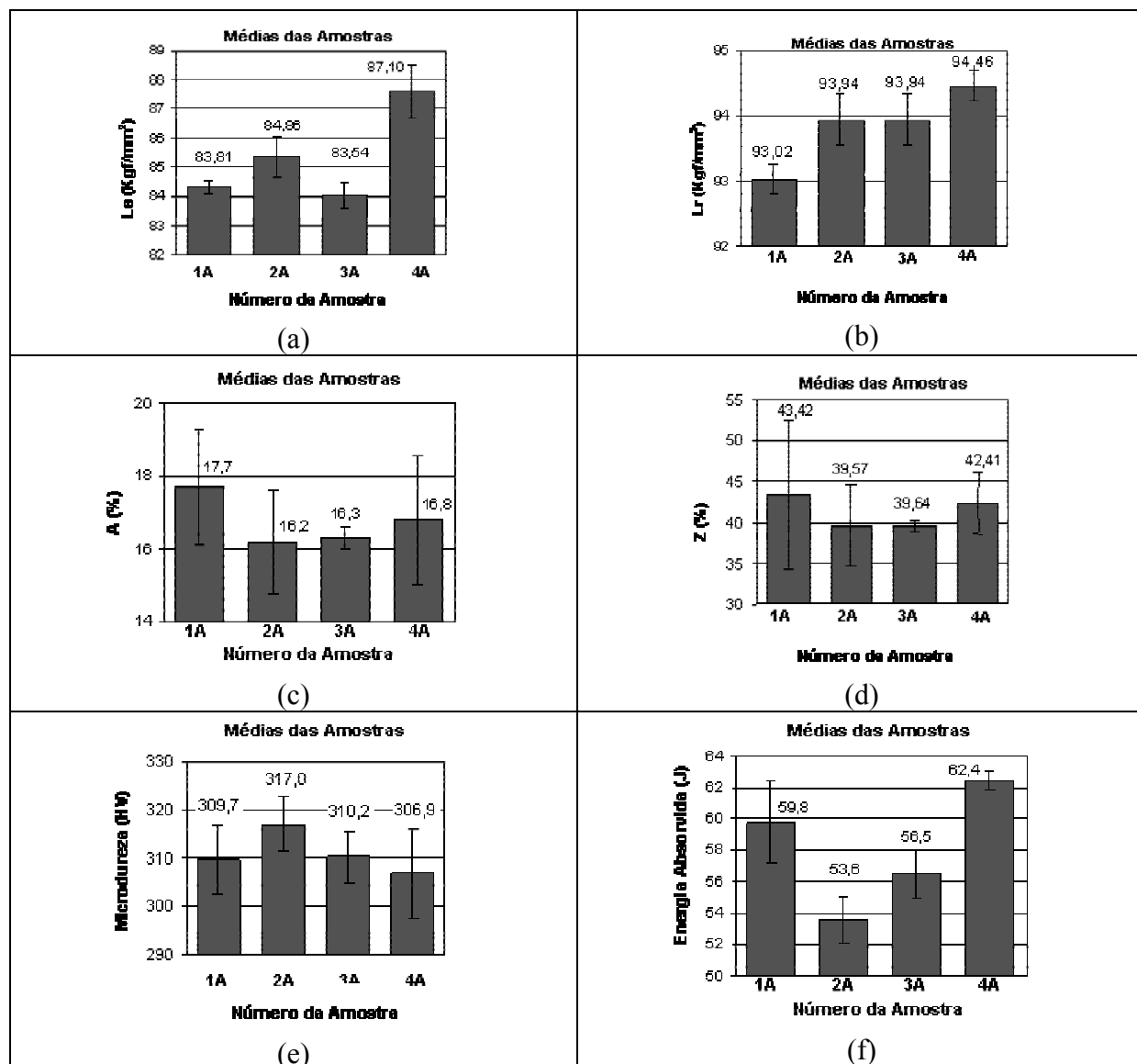
valores médios reduzidos de aproximadamente 22% após revenido. Esta mesma tendência ocorreu em relação a microdureza.



(*) o número das amostras significa: 1- austenitização a 950⁰C; 2- austenitização a 1050⁰C e resfriamento ao ar; 3- austenitização a 1050⁰C e resfriamento no forno; 4- austenitização a 1150⁰C.

Figura 6- Propriedades mecânicas das amostras como temperadas; a- Limite de escoamento; b- Limite de resistência; c- Alongamento; d- Redução de área; e- Microdureza; f- Energia absorvida no impacto

O acréscimo da tenacidade e ductilidade nos aços CA6NM está associado, além do revenimento da martensita, à formação e retenção de uma fração de austenita que permanece finamente dispersa na matriz ferrítica após aquecimento do material ligeiramente acima de Ac1 (Crawford et al, 1982; Gooch, 1995; Bilmes et al, 2001 e Leem et al, 2001).



(*) o número das amostras significa: mesmas condições de têmpera da figura anterior e revenida à 600°C.

Figura 7- Propriedades mecânicas das amostras após revenido; a- Limite de escoamento; b- Limite de resistência; c- Alongamento; d- Redução de área; e- Microdureza; f- Energia absorvida no impacto

4. CONCLUSÕES

1. O material austenitizado a 950°C foi o que apresentou uma pior resistência ao impacto (menor valor médio e maior desvio padrão), ao passo que a melhor resistência mecânica foi a do material austenitizado a mais alta temperatura (1150°C). 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, proveniente de um maior tamanho de grão austenítico.
2. Não se constatou a presença de austenita retida nas amostras temperadas.
3. A velocidade de resfriamento (ao ar e ao forno) não influenciou nas propriedades mecânicas das amostras.
4. O revenimento a 600°C (temperatura ligeiramente acima de Ac1) promoveu revenimento da martensita e a formação de austenita retida após resfriamento.

5. O revenimento aumentou acentuadamente a tenacidade e a ductilidade, porém reduziu o limite de resistência e de escoamento. A ductilidade foi avaliada através dos valores de alongamento percentual e de redução de área.
6. Observa-se, após o revenido, a mesma tendência do valor médio das amostras temperadas a partir de 1150°C em apresentarem superior resistência ao impacto, comparadas com as demais.

5. AGRADECIMENTOS

A CAPES e a Eletro Aços Altona S.A. pelo apoio para a realização do trabalho.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Andrés, C. G. et al., 1988, "Control of $M_{23}C_6$ in 0,45C-13Cr Martensitic Stainless Steel by Means of Three Representative Heat Treatment Parameters", Materials Science and Engineering, Vol. A241, pp. 211-215.
- Bilmes, P.D. et al., 2001, "Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of 13Cr-NiMo Martensitic Steel Weld Metals", Materials Characterization, Vol. 46, pp 285-296.
- Crawford, J. D., 1974, "CA6NM an Update", Proceedings of the 29th Annual Steel Founder's Society of America Technical and Operating Conference. Vol. 1, pp 1-13.
- Crawford, J.D. et al., 1982, "High-Strength Cast Stainless Steels with Enhanced Corrosion Resistance", Stainless Steel Casting, ASTM STP 756, V. G. Behal and A. S. Melilli, pp. 355-368.
- Gooch, T. G.; 1995, "Heat Treatment of Welding 13%Cr-4%Ni Martensitic Stainless Steel for Sour Service", Welding Research Supplement, pp. 213-222.
- Gracioso, J. F. F.; 2003, "Efeito das Condições de Têmpera na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de um Aço Inoxidável Martensítico Fundido CA6NM", Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC.
- Leem, D.S. et al., 2001, "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, Vol. 45, pp. 767-772.
- Nalbone, C.S., 1982, "Effects of Carbon Content and Tempering Treatment on the Mechanical Properties and Sulfide Stress Corrosion Cracking Resistance of AOD-Refined CA6NM," Stainless Steel Casting, ASTM STP 756. V. G. Behal and A. S. Melilli, pp. 315-331.
- Norström, L. A., 1976, Scand, J. Metall., Vol. 5, pp. 159-167.
- Petty, E. R., 1970, "Martensite: Fundamentals and Technology", Longman Group Ltd., pp. 119-136.
- Smith, W. F., 1993, "Structure and Properties of Engineering Alloys – Second Edition", Ed. McGraw-Hill, Inc., Singapore, p. 629.

THE QUENCHING EFFECT ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF A CASTING MARTENSITIC STAINLESS STEEL - CA6NM

José Francisco Fadel Gracioso

Mestre em Engenharia - Laboratório de Conformação Mecânica - Departamento de Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Santa Catarina – Campus Universitário – Trindade – CEP: 88040-900; e-mail: francisco@enclimar.com.br

Carlos Augusto Silva de Oliveira

Professor Adjunto – Laboratório de Conformação Mecânica - Departamento de Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Santa Catarina Campus Universitário – Trindade – CEP: 88040-900; e-mail: carlosa@emc.ufsc.br

Abstract. *This work aimed at studying the austenitization temperature and cooling rate effect on the microstructure and mechanical properties of a casting martensitic stainless steel - CA6NM – within two conditions: as quenching and after tempering.*

Three austenitization temperatures (950, 1050 and 1150°C) and two cooling rates (in the air and in the furnace) were applied. The tempering treatment was 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 and Mössbauer spectroscopy were used to verify retained austenite.

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 better carbide dissolution at elevated temperatures over the negative effect associated with a rougher microstructure resulting from a larger grain size.

The tempering at 600°C (slightly above the Ac1 temperature) promoted the tempering of the martensite and the retention of supercooled austenite. As a result, the impact toughness and ductility was enhanced, but the tensile and yield strength was reduced.

Keywords: *CA6NM stainless steel, heat treatment, retained austenite.*