

Análise comparativa entre a têmpera e partição versus a têmpera e revenimento para o aço SAE 4340

Comparative analysis between quenching and partitioning versus quenching and tempering for SAE 4340

Rafael César Lamim Martins de Oliveira¹, Luciano Volcanoglo Biehl¹,
Jorge Luis Braz Medeiros¹, Demostenes Ferreira Filho²,
José de Souza³

¹ Escola de Engenharia/ FURG – Av. Itália, km 8, Campus Carreiros – 96203-900, Rio Grande, Rio Grande do Sul, Brasil.

² Escola de Engenharia Elétrica, Mecânica e de Computação/ UFG, Goiânia, Goiás, Brasil.

³ Fundação Escola Técnica Liberato Salzano Vieira da Cunha, Novo Hamburgo, Rio Grande do Sul, Brasil.

e-mail: ppmec.secretaria@furg.br, rafaelrech@gmail.com, lucianobiehl@furg.br, jorge.braz@furg.br, demostenesferreira@ufg.br, josesouza@liberato.com.br

RESUMO

Um novo tratamento térmico tem sido pesquisado recentemente, cuja denominação é têmpera e partição (T&P), com o intuito de criar aços com austenita estável em sua microestrutura. Inicialmente, esse tratamento foi realizado em aços de alto silício, não obstante, seu potencial alcança outros diversos materiais como os de baixa liga contendo níquel ou manganês. O mesmo consiste em realizar a têmpera entre temperaturas inicial (Ms) e final (Mf) da transformação martensítica, seguidos por um reaquecimento a um estágio isotérmico durante um certo período. Neste trabalho, foi realizado a T&P no aço SAE 4340, austenitizados a 870 °C durante 30 min, então temperado em polímero ao patamar de 240 °C e por fim, particionado em três tempos distintos: 10 s, 30 s, e 90 s. Ainda, foi feito a têmpera e revenimento (TR) no mesmo material para comparações entre as microestruturas e propriedades mecânicas, através de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-x (DRX), além de ensaios de microdureza Vickers. Observou-se uma microestrutura complexa nas amostras oriundas da T&P, diferentemente dos corpos de prova da TR. A partir do DRX, obteve-se indícios de que o tempo de 30 s para o processo de partição foi o mais efetivo em estabilizar a austenita retida. Soma-se a isso, a alta dureza alcançada, chegando ao nível de 696HV1.

Palavras-chave: Aços de baixa liga. Austenita retida. Microestrutura. Martensita.

ABSTRACT

A new heat treatment has been recently researched, whose denomination is quenching and partitioning (Q&P), in order to stabilize the retained austenite in the microstructure of steels. Initially, this treatment was carried out on high-silicon-steels, although, its potential reaches other materials with low alloys containing nickel or manganese. The same is done to perform a quenching between the initial (Ms) and final (Mf) temperatures of martensitic transformation, followed by a reheating to a isothermal stage over a period of time. In this work, the Q&P was conducted on SAE 4340 steel, austenitized at 870 °C for 30 min, then quenching in polymer up to 240 °C and partitioned into three different times: 10 s, 30 s, and 90 s. Also, a quenching and tempering (TR) treatment was conducted on the same material to evaluate and compare the microstructures and mechanical properties obtained in both processes, through optical microscopy, scanning electron microscopy, x-ray diffraction (XRD), as well as Vickers microhardness tests. A complex microstructure was observed in the samples from Q&P, unlike TR specimens. From the XRD, indications were obtained that the time of 30 s for the partitioning process was the most effective in stabilizing the retained austenite. Added to this, the high hardness reached, 696HV1.

Keywords: Low alloy steel. Retained Austenite. Microstructure. Martensite.

1. INTRODUÇÃO

A necessidade de se obter materiais com propriedades mecânicas elevadas e boa tenacidade para atender a crescente do mercado global por segurança e eficiência nos projetos fez com que os pesquisadores nas últimas décadas buscassem desenvolver materiais que unissem diferentes fases constituintes, a fim de se obter um composto com as melhores qualidades possíveis. Nesse cenário, o tratamento térmico proposto por SPEER *et al.* [1], então denominada têmpera e partição (T&P) concede ao material uma microestrutura complexa, marcada pela austenita retida estabilizada à temperatura ambiente.

Esse tratamento passa pela austenitização do material, seguido por um rápido resfriamento para uma temperatura específica de têmpera (QT) entre o início da formação de martensita (Ms) e fim da formação da mesma (Mf) com a intenção de criar quantidades mensuráveis desse constituinte e por fim, um tratamento de partição, elevando a temperatura (PT) ao ponto de ocorrer o enriquecimento da austenita pelo carbono [1,2]. Os materiais resultantes desse tratamento são classificados como aços avançados de ultra resistência de terceira geração, pois combinam uma fase dura (*e.g.* martensita ou bainita) e quantidades significantes de uma fase dúctil (*e.g.* austenita) [3]. Isso só é possível mediante a supressão da formação de carbeto e do protagonismo da difusão intersticial a baixas temperaturas, a fim de permitir a partição do carbono advindo do constituinte supersaturado à austenita retida [1].

Portanto, deve se buscar aços com composições químicas específicas, com elementos como o silício o qual por possuir baixa solubilidade na cementita faz com que regiões enriquecidas desse elemento sejam criadas em volta do carbeto em crescimento e assim, evitando o seu desenvolvimento [4,5]. Outros, como o níquel e molibdênio vêm sendo alvo de pesquisas recentes nesse âmbito. O primeiro por refinar os grãos, favorece o enriquecimento do carbono e o segundo, em pequenas quantidades aumentam significativamente a fração de austenita retida [6,7].

Dessa forma, visando a compreensão de novos meios para obtenção de materiais de alta resistência, esse trabalho teve por objetivo principal avaliar e comparar as microestruturas obtidas pela T&P frente às qualidades comuns alcançadas pela têmpera e revenimento (TR) para o material SAE 4340. Para tanto, foi utilizado a microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para identificar as microestruturas, além difração de raios-x (DRX) para analisar as fases presentes e, por fim, a análise de microdureza Vickers com o intuito de classificar as propriedades mecânicas resultantes desses tratamentos térmicos.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O material (aço SAE 4340) desse estudo se apresentava como barra laminada recozida com diâmetro de 28,57 mm. Para elaboração dos corpos de prova, foram feitos cortes a fim de obter semicírculos com 5 mm de espessura. Todas as preparações e ensaios foram realizados nos laboratórios da engenharia mecânica na Universidade Federal do Rio Grande (FURG). Para determinação dos parâmetros do ciclo térmico das amostras dessa pesquisa foi utilizado a composição química – obtida através de um espectrômetro ótico, modelo Foundry-Master Pro (fabricante Oxford Instruments) – mostrada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição em (% em peso) do material utilizado e do especificado pela norma SAE J404 (intervalo de composição máxima-mínima esperada).

	Elemento (% em peso)							
	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
Norma SAE J404	0,38-0,43	0,60-0,80	0,035	0,04	0,15-0,35	1,65-2,00	0,70-0,90	0,20-0,30
SAE 4340								
Material utilizado	0,396	0,665	0,0062	0,0108	0,242	1,79	0,747	0,221

Para garantir sua austenitização completa, o material foi aquecido a uma temperatura de 870 °C, conforme indicado por KRAUSS [8], em um forno da marca EDG (modelo EDG10P-S). As amostras foram mantidas nessa temperatura por um período de 30 minutos. No processo de têmpera e revenimento (TR), foi efetuado o resfriamento rápido em uma solução polimérica de polivinilpirrolidona (PVP) com 20 % de con-

centração e então conduzido para a etapa de Revenimento à temperatura de 400 °C por duas horas, com o intuito de se evitar a suscetível fragilização desse procedimento.

Na têmpera e partição, diferenciou-se do processo anterior após a austenitização completa – pois, as amostras foram resfriadas até a temperatura de 240 °C (QT). Essa, é um patamar intermediário entre as temperaturas Ms e Mf a qual resulta em aproximadamente 50% de austenita transformada (fm) segundo a Equação 1 [9].

$$fm = 1 - e^{-0.011 \times (Ms - QT)} \tag{1}$$

Segundo EDMONDS *et. al.* [9], a temperatura QT de 240 °C para um aço de 0,4% C resulta numa quantidade ideal de constituintes os quais favorecem o enriquecimento da austenita retida pelo carbono. Mantida a temperatura QT, foi realizada a partição em três tempos distintos, 10 s, 30 s e 90 s e então realizado o último resfriamento até a temperatura ambiente. As amostras da T&P foram nomeadas como P10, P30 e P90 conforme se evoluiu o tempo despendido no processo de partição. Esse ciclo térmico é mostrado na Figura 1.

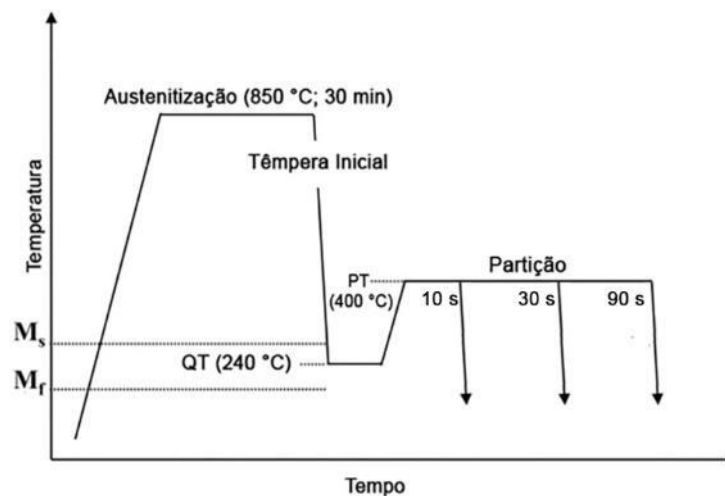


Figura 1: Ciclo térmico realizado para o tratamento de têmpera e partição.

Após os ciclos térmicos, as amostras foram lixadas em lixas d’água e então polidas com politriz semi-automática, da marca STRUERS, utilizando alumina. A análise microestrutural foi efetuada em microscópio óptico (MO) de luz refletida, Olympus GX 51S. Além disso, foi necessário a utilização de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo JSM-6610LV (fabricante JEOL), equipado com espectroscopia de energia dispersiva (EDS). A análise de difração de Raios-X (DRX) foi realizada por meio de um difratômetro modelo D8 Advance, do fabricante BRUKER, utilizando um tubo de cobre (Cu), voltagem 40 kV e corrente 40 mA. Os difratogramas alcançados foram analisados e identificados pela comparação com as fichas de padrões da “Crystallography Open Database (COD)”. Por fim, a análise de microdureza foi executada em um microdurômetro HMV-2T, da marca SHIMADZU, com carga de 1 kgf por 10 s de aplicação à temperatura ambiente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Seguindo o roteiro apresentado na metodologia, os ensaios realizados visaram a comparação entre os resultados dos tratamentos de têmpera e partição versus têmpera e revenimento. Em um primeiro momento, foi observado a microestrutura por meio do MO e MEV e em seguida, através da análise de DRX, permitiu-se comparar e avaliar as fases resultantes entre os materiais, enquanto o estudo da microdureza rotulou as propriedades mecânicas.

3.1 Análise por microscopia óptica

A Figura 2 apresenta as imagens resultantes do MO para as amostras consequentes dos tratamentos de têmpera e partição (P10, P30 e P90 para os tempos de partição de 10 s, 30 s e 90 s respectivamente), além da têmpera e revenimento (TR).

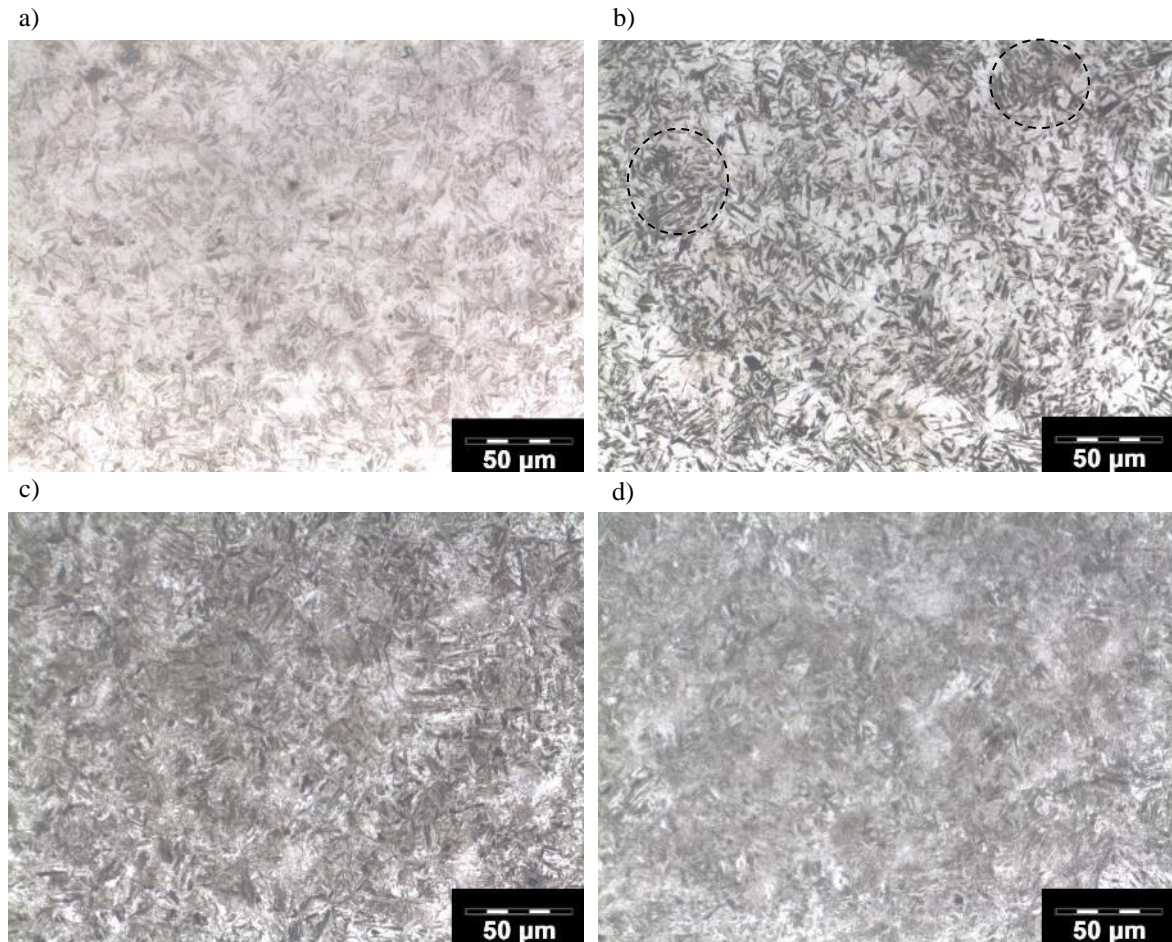


Figura 2: Resultado da microscopia óptica das amostras, a) P10 b) P30 c) P90 e d) TR.

A microestrutura resultante da T&P, Figuras 2a e 2b são semelhantes, onde a área branca mostra indícios da presença de ferrita livre e austenita, além disso, ocorrem aglomerados de finas tiras de martensita (indicado na Figura 2b) ocorrem. A Figura 2c aparenta para uma microestrutura mais difundida quanto a martensita; já para a Figura 2d fica claro a forma da martensita revenida. De uma maneira geral, as figuras oriundas da T&P apresentam uma microestrutura bastante complexa, algo que segundo SPEER *et. al.* [1] enaltece as propriedades mecânicas desse tratamento. Em outros estudos com materiais semelhantes [10,11], atingiu-se microestruturas análogas à Figura 2, sendo mais evidente às amostras particionadas em 30 s. Conclui-se que os tempos iniciais para o processo de partição parecem favorecerem a presença da austenita estável.

3.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura

A dificuldade de se observar a diferença entre os microconstituintes resultantes da T&P e TR faz com que análises em MEV se fizessem necessárias. Assim, é possível analisar o contraste das microestruturas e ressaltar a provável presença da austenita retida difundida nas matrizes das amostras. A Figura 3 apresenta o resultado das imagens obtidas por MEV.

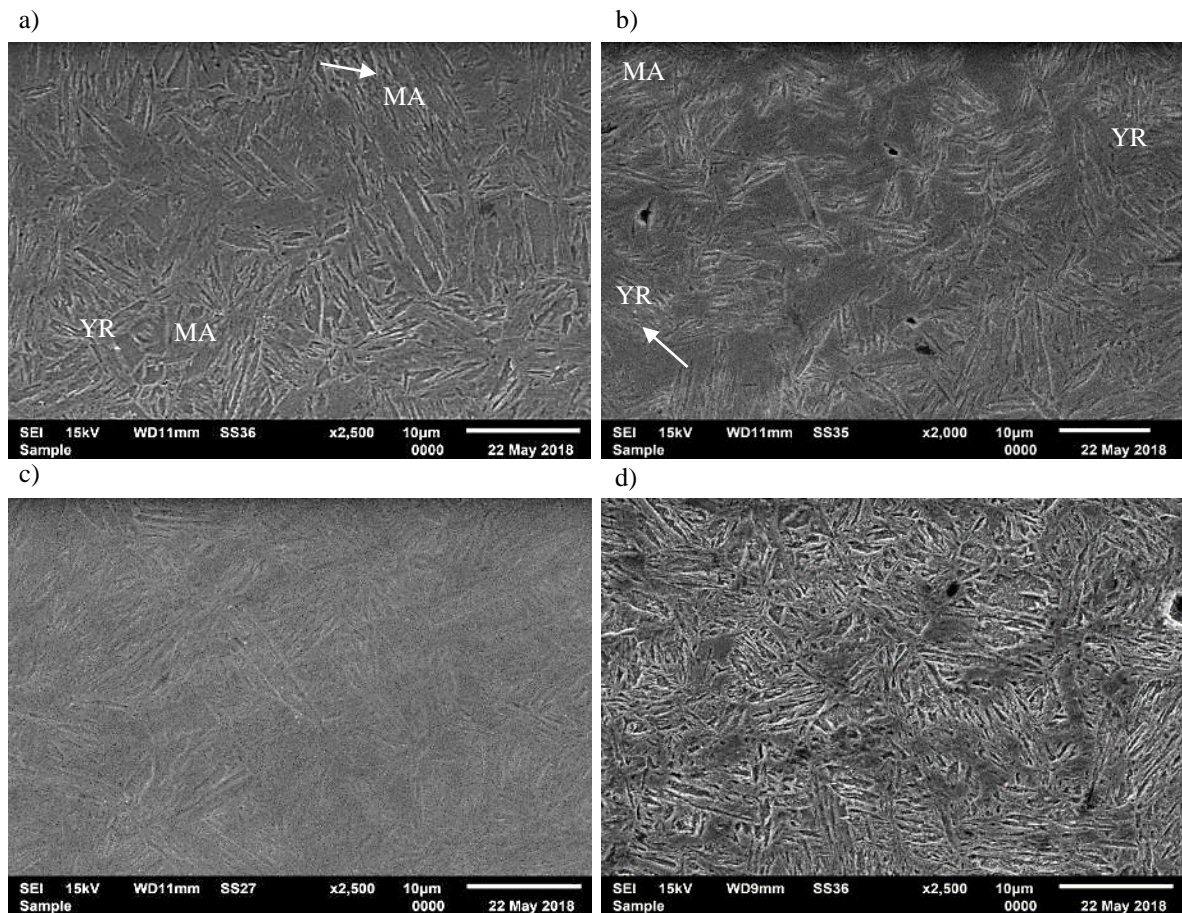


Figura 3: Resultado da microscopia eletrônica de varredura, a) P10 b) P30 c) P90 e d) TR.

Observa-se, de maneira geral, que as amostras oriundas da T&P, Figuras 3a, 3b e 3c, independente do tempo de partição, apresentaram uma região martensítica e uma região complexa, provável, de ferrita-carbetos-austenita. A precipitação dessa segunda região é um indício da decarbonetação da martensita ocorrida durante o processo de partição, segundo os estudos em [1] e [2] – uma vez que a austenita (YR) passa a ser estabilizada com o carbono da fase supersaturada. Dessa forma, têm-se blocos de martensita, aliados a provável martensita-austenita (MA) segundo aferido por HUPALO *et. al.*[12]. A mesma região comum às Figuras 3a, 3b e 3c não compete ao material tratado por Têmpera e Revenimento (TR), Figura 3d.

Em relação as tiras de martensita, aparenta ocorrer um agrupamento de diversas larguras – causado provavelmente pela diferença percentual de carbono ocorrida nas diferentes regiões pelo processo de partição. Constata-se que na amostra proveniente da TR, ocorreu maior homogeneização desse microconstituente, parecendo possuírem o mesmo tamanho.

3.3 Análise por difração de raios-x

O ensaio de DRX visa diferenciar nas amostras as duas fases presentes, sendo a ferrita caracterizada por manter uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), enquanto a austenita, cúbica de face centrada (CFC). Essa singularidade desse teste é de extrema importância para a T&P pela dificuldade em analisar a austenita retida. Para a comparação e análise, foi utilizado fichas cristalográficas padrão da COD [13]. A Figura 4 apresenta os resultados de DRX com as intensidades normalizadas, além disso são mostradas as direções esperadas de cada fase.

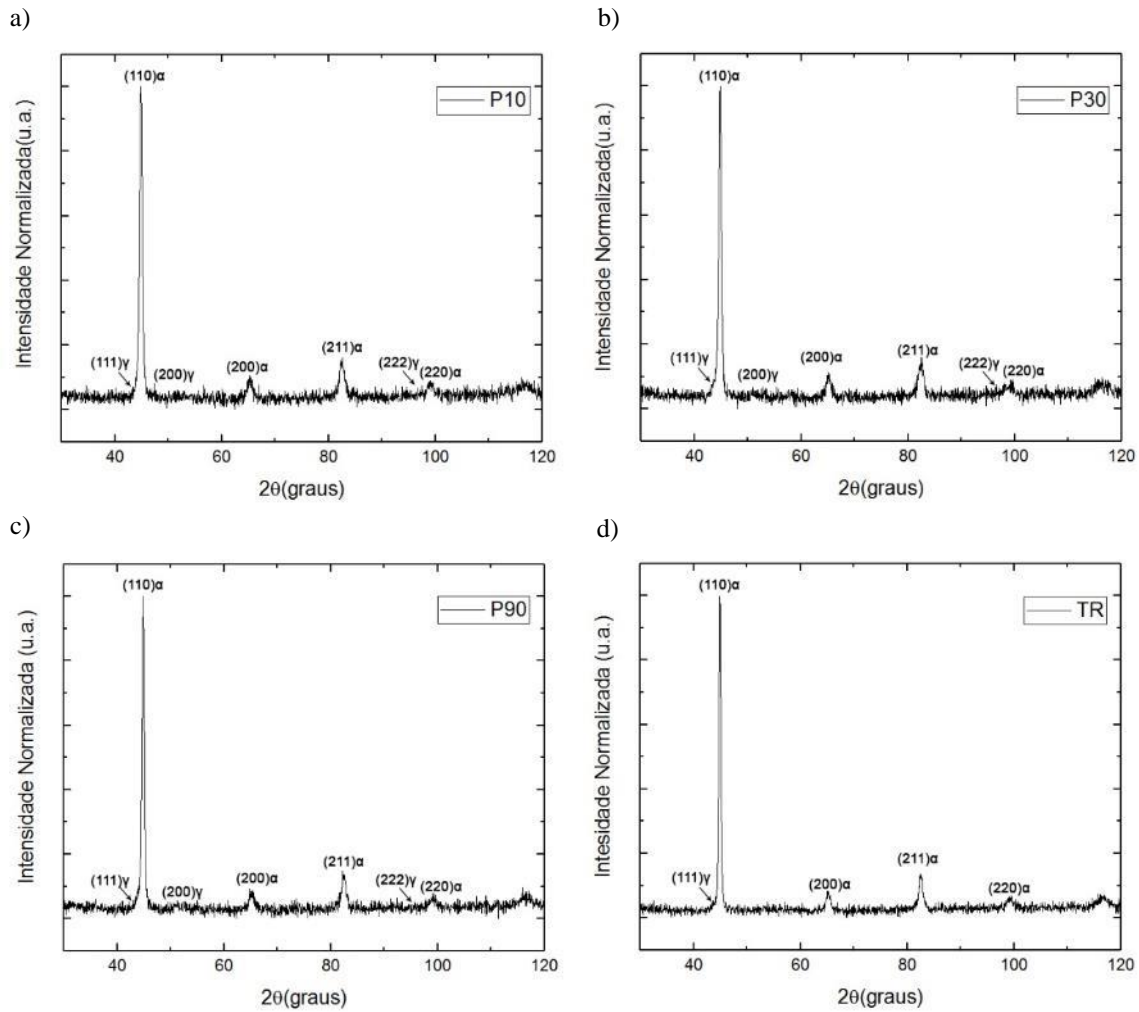


Figura 4: Resultado da difração de raios-x, a) P10 b) P30 c) P90 e d) TR.

Observando-se a Figura 4, a mudança entre as amostras provenientes do processo de partição é sutil, no entanto, essas apresentam um comportamento distinto da amostra advinda da têmpera e revenimento. Ainda, em uma análise mais minuciosa, conforme será apresentada na Figura 5, o primeiro tempo 10 s (P10), assemelha-se com o resultado do terceiro de 90 s (P90). Aparentemente, o tempo de partição de 30 s (P30) é o que apresenta maior proporção da fase de austenita quando comparado à fase de ferrita. Esse resultado está de acordo com o estudo [11], onde um tempo intermediário de partição apresentou os melhores indícios de austenita retida estável. Isso pode ser resultado da alta temperatura de partição utilizada, acarretando numa elevada sensibilidade quanto ao tempo – de forma que os segundos iniciais não são efetivos para estabilização da austenita e para o último tempo de partição utilizado, mecanismos competitivos, como a precipitação de carbeto, podem ter prejudicado a consolidação da austenita retida. Esses argumentos vão de acordo com os trabalhos de SPEER *et. al.* [1] e EDMONDS *et. al.* [9].

O gráfico apresentado na Figura 5, foi gerado a partir da razão da intensidade entre os planos (200) γ , para a austenita, e (211) α , para a ferrita.

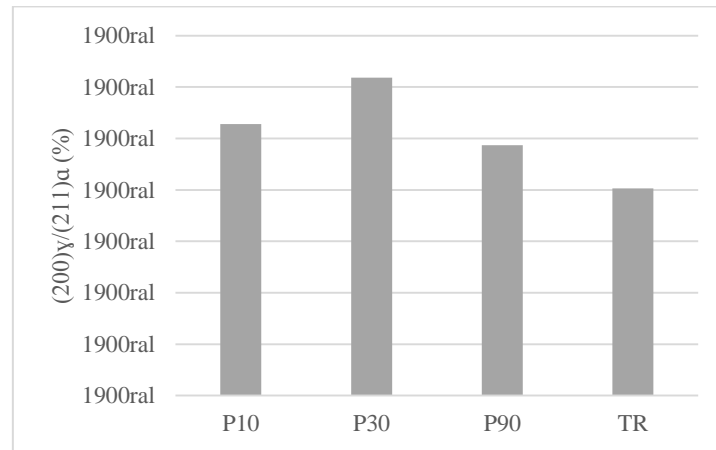


Figura 5: Comparação das intensidades entre os planos (200)γ e (211)α das amostras.

Assim, a partir da Figura 5 por meio da análise da razão entre as intensidades dos planos indicados, fica claro o favorecimento da presença de austenita no tempo de partição de 30 s. Somado a isso, percebe-se a semelhança entre as amostras P10 e P90, com uma sutil inferioridade para a última; bem como o patamar inferior obtido entre a razão para a amostra de TR.

3.4 Análise de microdureza

No tocante a análise de microdureza, para cada tratamento térmico foram realizadas 27 indentações utilizando uma carga de 1 kgf. Os resultados obtidos dessas leituras são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados do ensaio de microdureza.

AMOSTRA	MICRODUREZA MÉDIA (HV1)
P10	735 ± 36,6
P30	696 ± 46,6
P90	667 ± 22,0
TR	557 ± 36,2

A partir da Tabela 2 se percebe que as amostras de T&P (P10, P30 e P90), pela natureza do baixo tempo de partição, ganharam um alto índice de dureza quando comparado a amostra de TR. Esse aumento notável permite compreender o potencial da T&P. Caso se obtenha uma fase dúctil ao ponto de permitir certo alongamento ao material, é possível, então, alcançar um novo patamar de propriedades mecânicas [1].

Além disso, as amostras de T&P demonstraram um comportamento já esperado de decréscimo da dureza conforme o aumento do tempo de partição. Em [11], utilizando o mesmo material, a dureza foi sensivelmente inferior a alcançada por essa pesquisa. Isso pode ser causado pela variação da composição química e por elementos residuais originais da fabricação do material.

4. CONCLUSÕES

Essa pesquisa buscou analisar e comparar os tratamentos térmicos de têmpera e partição versus têmpera e revenimento. Apesar do segundo, ser amplamente difundido na literatura, a T&P é um processo recente e se mostrou como uma nova escolha promissora para materiais com composições químicas específicas ao ponto de ser atingido uma excelente resistência mecânica.

Com relação a temperatura utilizada de 400 °C para a partição, essa se mostrou capaz de permitir o enriquecimento da austenita retida advindo do carbono da martensita supersaturada. O tratamento de têmpera e partição revela-se sensível ao tempo de partição, obtendo diferenças nas microestruturas mesmo em variações pequenas desse parâmetro. O tempo de 30 s à 400 °C foi o intervalo que apresentou maiores indicações da fase de austenita presente no material à temperatura ambiente; já para os tempos de partição em 10 s e 90 s à 400 °C, apresentaram um percentual menor da fase de austenita, indicando que há desfavorecimento ao tratamento nesses intervalos.

É possível observar uma diferença significativa nas microestruturas resultantes entre os tratamentos de têmpera e revenimento frente a têmpera e partição. O primeiro apresenta uma microestrutura homogênea de seus constituintes, ao passo que o segundo há certa complexidade. A presença de uma microestrutura complexa formada por regiões de martensita e outras, prováveis de ferrita-carbetos-austenita, concederam ao material alta dureza quando comparadas ao tratamento convencional de têmpera e revenimento.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) pelo suporte aos ensaios realizados.

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] SPEER, J.G., MATLOCK, D.K., COOMAN B.C., *et al.*, “Carbon partitioning into austenite after martensite transformation”, *Acta Materialia*, pp. 2611-2622, 2003.
- [2] MATLOCK, D.K., BRÄUTIGAM, V. E., SPEER, J.G., “Application of the Quenching and Partitioning (Q&P) Process to a Medium-Carbon, High-Si Microalloyed Bar Steel”, *Materials Science Forum*, v. 426-432, pp. 1089-1094, 2003.
- [3] GRAJCAR, A., KUZIĄK, R., ZALECKI, W., “Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry”, *Archives Of Civil And Mechanical Engineering*, v. 12, n. 3, p.334-341, 2012.
- [4] Clarke, A., Carbon Partitioning into Austenite from Martensite in a Silicon containing High Strength Sheet Steel., Tese de D.Sc., Colorado School of Mines, CO. 2006.
- [5] KIM B., J. SIETSMA, M.J., SANTOFIMIA, M.J., “The role of silicon in carbon partitioning processes in martensite/austenite microstructures”, *Materials & Design*, v. 127, pp. 336-345, 2017.
- [6] KIM, K., LEE, S., “Effect of Ni addition on the mechanical behavior of quenching and partitioning (Q&P) steel”, *Materials Science & Engineering A*, v. 698, pp. 183-190, 2017.
- [7] MOOR, E., SPEER, J.G, FÖJER, C., *et al.*, “Effect of Si, Al, Mo Alloying on Tensile Properties Obtained by Quenching and Partitioning”, *Materials Science and Technology*, pp. 1554–1563, 2009.
- [8] KRAUSS G., *Steels: Heat Treatment and processing Principles*, Ohio, ASM, 1990.
- [9] EDMONDS, D.V., HE, D., RIZZO, F.C., *et al.*, “Quenching and partitioning martensite - A novel steel heat treatment”, *Materials Science And Engineering*, v. 438-440, pp. 25-34, 2006.
- [10] WIJANARKO, W., BERATA, W., SUTIKNO, SIDHARTA, I., “Experimental study of the influence of quenching and partitioning temperature variation on retained austenite fraction in AISI 4140 steel”, *Journal Of Engineering And Applied Sciences*, v. 11, n. 2, 2016.
- [11] INAM, A., ISHTIAQ, M., HAFEZ, A., *et al.*, “Quenching and partitioning of AISI 4340 steel”, *Journal Of Faculty Of Engineering & Technology*, v. 24, n. 2, pp.47-56, 2017.
- [12] HUPALO, M.F., RAMOS, D.S., RABELO, A., *et al.*, Aspectos cinéticos e microestruturais da transformação bainítica incompleta em ferros nodulares austemperados”, *Rem: Rev. Esc. Minas*, v. 65, n.2, pp. 217-224, 2012.
- [13] Crystallography Open Database, COD, <http://www.crystallography.net/cod/>. Acessado em 11 de junho de 2018.

ORCID

Rafael César Lamim Martins de Oliveira	https://orcid.org/0000-0002-1098-5486
Demostenes Ferreira Filho	https://orcid.org/0000-0003-4682-5959
Jorge Luis Braz Medeiros	https://orcid.org/0000-0003-3468-7632
José de Souza	https://orcid.org/0000-0001-5888-840X
Luciano Volcanoglo Biehl	https://orcid.org/0000-0002-5415-5863