

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**DESENVOLVIMENTO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA INTENSIVA
NA SOLUBILIZAÇÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS TIPO 17-4 PH**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

RICARDO VIEIRA GONÇALVES

RIO GRANDE, RS

2021

RICARDO VIEIRA GONÇALVES

**DESENVOLVIMENTO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA INTENSIVA
NA SOLUBILIZAÇÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS TIPO 17-4 PH**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG como requisito para obtenção do título de “Mestre em Engenharia Mecânica” – Área de Concentração: Engenharia de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Jorge Luiz Braz Medeiros

RIO GRANDE, RS

2021



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec



Ata n° 04/2021 da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte dias do mês de abril de dois mil e vinte e um, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às treze horas e trinta minutos, online via zoom, a que se submeteu o mestrando RICARDO VIEIRA GONÇALVES, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa engenharia de soldagem e materiais, com o seguinte título: **DESENVOLVIMENTO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA INTENSIVA NA SOLUBILIZAÇÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS TIPO 17-4 PH**. Referendado pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores: Jorge Luis Braz Medeiros, Luciano Volcanoglo Blehl, Alex Fabiano Bueno e Carlos Alberto Mendes Moraes. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Jorge Luis Braz Medeiros: APROVADO
2. Luciano Volcanoglo Blehl: APROVADO
3. Alex Fabiano Bueno: APROVADO
4. Carlos Alberto Mendes Moraes: APROVADO

Foi concedido um prazo de 30 dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e val assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

1. _____
CPF: 588.871.210-87
 2. _____
CPF: 575.195.100-00
 3. _____
CPF: 561.810.780-53
 4. _____
CPF: 543.546.509-59
- RICARDO VIEIRA GONÇALVES: _____

Ficha Catalográfica

G635d Gonçalves, Ricardo Vieira.

Desenvolvimento do tratamento térmico de têmpera intensiva na solubilização de aços inoxidáveis tipo 17-4 PH / Ricardo Vieira

Gonçalves. – 2021.

81f.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rio Grande/RS, 2021.

Orientador: Dr. Jorge Luiz Braz Medeiros.

1. Aços 17-4 PH 2. Taxa de Resfriamento 3. Têmpera Intensiva
I. Medeiros, Jorge Luiz Braz II. Título.

CDU 691.714

Catálogo na Fonte: Bibliotecário José Paulo dos Santos CRB 10/2344

Dedico este trabalho aos meus pais,
Luiz e Neiva e à minha esposa Talita.
Obrigado por tudo!

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao professor e orientador Jorge Luiz Braz de Medeiros pela contribuição imprescindível prestada durante a execução deste trabalho, bem como pelos valiosos conhecimentos passados.

Ao professor e coordenador do Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica – PPMEC Luciano Volcanoglo Biehl, pelo incentivo e apoio concedidos durante a caminhada percorrida até este momento.

À Universidade Federal do Rio Grande – FURG, pelo ensino público, gratuito e de qualidade através da qual tive a oportunidade de realizar a tão sonhada graduação em engenharia mecânica e também conquistar este valioso título acadêmico de mestre em engenharia mecânica.

Ao servidor Jorge Ailton Badin de Oliveira, pelo apoio prestado na utilização dos laboratórios de metalografia, metalurgia e ensaios mecânicos.

Ao Centro Integrado de Análises da FURG – CIA, pelo apoio prestado na execução do tratamento térmico criogênico.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica do Sul da FURG – CEME-SUL que possibilitou as análises de microscopia de varredura (MEV) e de difração de raios-x.

Aos meus pais, minha eterna gratidão pelo apoio a mim oferecido ao longo da trajetória estudantil até a conclusão do curso de graduação que significou um marco muito importante na minha vida.

Em especial à minha esposa Talita, principal incentivadora do meu retorno ao meio acadêmico, minha gratidão pelo amor, companheirismo e exemplo. Agradeço também pela tua importante contribuição na revisão do texto contido neste trabalho.

RESUMO

Os aços inoxidáveis endurecidos por precipitação representam uma evolução nos aços utilizados em aplicações submetidas em diferentes ambientes corrosivos. Eles se caracterizam por diferentes aplicações aeroespaciais e automotivas, sendo considerados aços com excelentes propriedades mecânicas. O seu mecanismo de endurecimento ocorre pela dissolução de intermetálicos na solubilização e posterior precipitação no envelhecimento, conferindo elevada resistência mecânica a esta classe de aços. Neste trabalho foram investigados os efeitos da aplicação do conceito de têmpera intensiva, através da redução ou eliminação da etapa de vapor durante o resfriamento, nas propriedades metalúrgicas e mecânicas de aços 17-4 PH. Dessa forma, foi verificada a presença ou não de variações microestruturais, microdureza e difração de raios-x (DRX) nos precipitados originados. As elevadas taxas de resfriamento são comumente associadas ao trincamento dos aços de elevada temperabilidade, porém com taxas muitíssimo elevadas existem fenômenos que minimizam este efeito e contribuem para a melhora do desempenho destes aços. Foram utilizados meios de resfriamento em água e em polímeros a base de água em diferentes concentrações, sendo o resfriamento realizado em meio turbulento. Nos resultados obtidos, verificou-se que as taxas de resfriamento aplicadas não ocasionaram modificações significativas na microestrutura, na morfologia dos precipitados e nos picos de DRX. Entretanto, a solubilização em solução polimérica de baixa concentração apresentou microdureza superficial elevada em relação ao núcleo. Outro importante resultado foi a ausência de trincas em todas as amostras solubilizadas e envelhecidas, apesar da severidade do resfriamento. Conclui-se que as diferentes taxas de resfriamento foram eficientes para a obtenção de microestrutura martensítica e posterior precipitação de cobre uniforme nas amostras de aço 17-4 PH e que a minimização ou eliminação da etapa de vapor durante o resfriamento é uma rota possível para a aplicação de têmpera intensiva em aços alta e baixa liga.

Palavras-chave: Aços 17-4 PH; Taxa de Resfriamento; Têmpera Intensiva.

ABSTRACT

The stainless steels hardened by precipitation represent an evolution in the steels used in applications submitted in different corrosive environments. They are characterized by applications in different aerospace and automotive applications, and are considered as steels with excellent mechanical properties. Their hardening mechanism occurs by the dissolution of intermetallics in solubilization and subsequent precipitation in aging, giving high mechanical strength to this class of steels. In this work, the effects of the application of the concept of intensive quenching, through the reduction or elimination of the vapor step during cooling, on the metallurgical and mechanical properties of 17-4 PH steels were investigated. Thus, the presence or absence of microstructural variations, microhardness and x-ray diffraction (XRD) was verified in the precipitates that originated. The high cooling rates are commonly associated with the cracking of steels of high temperability, however with extremely high rates there are phenomena that minimize this effect and contribute to the improvement of the performance of these steels. Water and water-based polymers in different concentrations were used as cooling media, cooling being performed in turbulent environments. The obtained results showed that the cooling rates applied did not cause significant changes in the microstructure, in the microhardness, in the precipitate morphology and in the XRD peaks. However, solubilization in low concentration polymer solution showed high surface microhardness in relation to the core. Another important result was the absence of cracks in all solubilized and aged samples, despite the severity of the cooling. It was concluded that all cooling rates were efficient to obtain martensitic microstructure and subsequent precipitation of uniform copper in steel samples 17-4 PH steel samples and that minimizing or eliminating the vapor step during cooling is a possible route for the application of intensive quenching in high and low alloy steels.

Keywords: Steels 17-4 PH; Cooling Rate; Intensive Hardening.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Efeito da taxa de resfriamento dentro da faixa martensítica na formação de trincas em amostras cilíndricas de 6 milímetros de diâmetro feitas com aço 40Kh (0,42%C, 0,60%Mn, 0,28%Si 0,95%Cr, 0,25%Ni).	19
Figura 2 - Propriedades da peça em função da taxa de resfriamento.....	21
Figura 3 - Condições das tensões superficiais na têmpera intensiva.....	23
Figura 4 - Relação entre as tensões residuais de uma amostra cilíndrica de aço e o número de Biot generalizado.....	28
Figura 5 - Estágios da remoção de calor (a) vapor (b) ebulição (c) convecção.....	40
Figura 6 - Ilustração do mecanismo de têmpera em solução polimérica de PAG.	41
Figura 7 - Evolução do rompimento da camada de vapor no resfriamento de peça cilíndrica em água.	42
Figura 8 - Evolução de resfriamento de uma peça cilíndrica em óleo.	43
Figura 9 – Resfriamento de barra cilíndrica de aço ao cromo e níquel com PAG 10%.....	45
Figura 10 - Curvas de arrefecimento de um aço cilíndrico em diferentes pontos temperados em óleo mineral (linhas contínuas) e solução polimérica aquosa PAG 10% (linhas tracejadas).	46
Figura 11 - Curvas de resfriamento em água e distintas concentrações de soluções aquosas de PAG	47
Figura 12 - Fluxograma geral de etapas de estudo.....	48
Figura 13 - Amostras cortadas e identificadas.	49
Figura 14 - Localização dos pontos de medição superficial na amostra.	51
Figura 15 - Tanque e bomba utilizados para resfriamento.	53

Figura 16 - Micrografias das amostras solubilizadas: (a) em água. (b) em solução polimérica 10%. (c) em solução polimérica 25%. Ataque Vilela.	57
Figura 17 - Micrografias da amostra inicial: (a) material como recebido e (b) após tratamento térmico criogênico.	58
Figura 18 - Micrografias das amostras envelhecidas artificialmente após solubilização: (a) em água. (b) em solução polimérica 10%. (c) em solução polimérica 25%. Ataque Vilela.	59
Figura 19 - Perfis de microdureza das amostras solubilizadas.	65
Figura 20 – Micrografia após tratamentos térmicos de solubilização em água e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.	68
Figura 21 - Micrografia após solubilização em solução polimérica 10% e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.	69
Figura 22 - Micrografia após solubilização em solução polimérica 25% e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.	69
Figura 23 - Difratoograma DRX de caracterização inicial do aço 17-4PH.	71
Figura 24 - Difratoograma DRX após tratamento subzero.	71
Figura 25 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em solução aquosa 10% PVP seguido de precipitação.	72
Figura 26 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em água seguido de precipitação.	72
Figura 27 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em solução aquosa 25% PVP seguido de precipitação.	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Equações para o cálculo analítico do fator de Kondratjev (K).....	26
Tabela 2 - Tratamentos térmicos típicos dos principais aços inoxidáveis endurecidos por precipitação.....	33
Tabela 3 - Composição química da liga 17-4 PH (% em peso).....	37
Tabela 4 - Condições para tratamento térmico de solubilização e precipitação para aços inoxidáveis 17-4PH.....	37
Tabela 5 - Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis 17-4 PH para cada condição de tratamento.	38
Tabela 6 - Composição química da amostra inicial (% em massa).	55
Tabela 7 - Valores de microdureza HV após tratamento criogênico.	60
Tabela 8 - Valores de microdureza HV nas amostras após solubilização para as amostras inicial, grupo 0 (10% PVP), grupo 1 (água) e grupo 2 (25% PVP).....	61
Tabela 9 - Valores de microdureza HV após envelhecimento artificial para as amostras inicial, grupo 0 (10% PVP), grupo 1 (água) e grupo 2 (25% PVP).	62
Tabela 10 – Resumo dos valores médios de microdureza antes e após os tratamentos térmicos.....	63
Tabela 11 - Valores de microdureza da seção transversal.	64

LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ACR	Poliacrilato de Sódio
AISI	American Iron and Steel Institute
AMS	Aerospace Material Specifications
ASME	American Society of Mechanical Engineers
ASTM	American Society for Testing and Materials
CT	Cold Treatment
DCT	Deep Cryogenic Treatment
DIN	Deutsches Institut Für Normung
DRX	Difração de Raio-x
EDS	Espectrometria de Energia Dispersiva
HRC	Escala de dureza Rockwell
HV	Escala de dureza Vickers
IQ	Intensive Quenching
ISO	International Organization for Standardization
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIL-SPEC	Military Specifications
NBR	Norma Técnica Brasileira
NM	Norma Mercosul
PAG	Polialquilenoglicol
PEO	Polietileno Oxalona
PH	Precipitation Hardening
PVP	Polivinilpirrolidona
SAE	Society of Automotive Engineers
UNS	Unified Numbering System

LISTA DE SÍMBOLOS

M_i	Temperatura de início da transformação martensítica
M_f	Temperatura final da transformação martensítica
Kn	Número de Kondratjev
Ac_3	Temperatura final de transformação austenítica do aço no aquecimento
H	Fator de severidade de têmpera
Bi	Número de Biot
α	Coeficiente de transferência de calor
λ	Condutividade térmica do material
R	Raio do cilindro, placa ou esfera
m	Taxa de resfriamento de um corpo homogêneo e isotrópico
a	Difusividade térmica do material
K	Fator de forma de Kondratjev
m_∞	Fator de resfriamento na condição $Bi \rightarrow \infty$
L	Dimensão da aresta do cubo
Z	Altura de um cilindro finito
S	Área da superfície da peça
V	Volume da peça
Bi_v	Número de Biot generalizado
ψ	Critério de não uniformidade da temperatura na seção transversal da peça
$\underline{T_s}$	Temperatura média da superfície da peça
$\underline{T_v}$	Temperatura média do volume da peça
T_∞	Temperatura média do fluido de têmpera

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 Objetivo geral	18
1.2 Objetivos específicos.....	18
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	19
2.1 Têmpera intensiva.....	19
2.1.1 Formação das tensões residuais compressivas	21
2.1.2 Transferência de calor na têmpera intensiva.....	24
2.1.3. Técnicas de têmpera intensiva.....	28
2.1.3.1 Técnica IQ-1.....	29
2.1.3.2 Técnica IQ-2.....	29
2.1.3.3 Técnica IQ-3.....	30
2.1.3.4 Técnica IQ-4.....	31
2.1.3.5 Técnica IQ-5.....	32
2.2 Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação.....	32
2.2.1 Resistência à corrosão dos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação	35
2.2.2 Características do aço inoxidável 17-4 PH.....	36
2.3 - Tratamento térmico criogênico	38
2.4 – Estágios do resfriamento por imersão	39
2.5 Principais fluidos de resfriamento utilizados em tratamentos térmicos	41
2.5.1 Água	42
2.5.2 Óleo.....	43
2.5.3 Polímeros.....	44
2.6 Impactos da variação de concentração em soluções poliméricas aquosas	46
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
3.1 Material	49
3.2 Análise de composição química	50
3.3 Microscopia óptica.....	50
3.4 Microdureza	51
3.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	51
3.6 Difração de raio-x (DRX)	52
3.7 Tratamentos térmicos.....	52

4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	55
4.1 Análise química	55
4.2 Análise por microscopia óptica	56
4.3 Análise de microdureza	59
4.3.1 Análise da microdureza na superfície	60
4.3.2 Análise do perfil de microdureza na seção transversal.....	64
4.4 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV	66
4.5 Análise por difração de raio-x (DRX)	70
5 CONCLUSÕES	74
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
7 REFERÊNCIAS	76
7.1 Referências Nominais	76
7.2 Referências por extrato	80
7.3 Referências por Qualis	81
7.4 Referências por data dos artigos	81

1 INTRODUÇÃO

As operações de aquecimento e resfriamento controladas com o objetivo de modificar as características de aços e de ligas especiais, denominadas de tratamentos térmicos, possuem grande importância nas Engenharias Metalúrgica, de Materiais e Mecânica. Essa relevância pode ser mais bem compreendida pela enumeração dos diversos objetivos a que se destinam esses tratamentos como, por exemplo, na remoção de tensões internas, no aumento da resistência mecânica, na melhoria da ductibilidade e usinabilidade, dentre outras propriedades.

Contudo, entre esses objetivos, merece destaque a modificação da dureza dos aços, principalmente através do tratamento térmico de têmpera com a formação de martensita com elevados valores de dureza. Essa condição de extrema dureza contribui em muito para a elevação da resistência mecânica dos aços. Todavia, alguns inconvenientes surgem conjuntamente com a aplicação do processo de têmpera convencional como a redução da ductibilidade e da tenacidade, além do aparecimento de elevadas tensões internas, que podem, se não bem controladas, provocar deformação, empenamento e fissuração (trincas).

Segundo Kobasko *et al.* (2010), a partir de uma dada taxa de resfriamento – bem acima da aplicada no processo convencional de têmpera – decai consideravelmente a probabilidade de ocorrerem as trincas observadas na têmpera convencional, representando uma evolução importante no processo. O tratamento térmico que aplica elevadas taxas de resfriamento, embora pouco difundido no Brasil, ficou conhecido como têmpera intensiva ou *Intensive Quenching* (IQ), bastante utilizado em alguns países pelas diversas vantagens que apresenta em relação ao processo convencional, em termos de propriedades mecânicas, economia de energia, além de ser considerado ambientalmente “limpo” pela possibilidade de utilização de água sem aditivos como meio de resfriamento.

Apesar da quantidade de publicações acerca do assunto não ser muito grande, os resultados apresentados concentram-se em experimentos e aplicações realizadas em aços carbono comuns e alguns aços carbono ligados. Também são encontrados estudos dedicados à abordagem teórica acerca dos fenômenos ocorridos no processo de têmpera intensiva como, por exemplo, as trocas térmicas, as transformações

metalúrgicas e as propriedades mecânicas que podem ser alcançadas com esse tratamento. Todavia, não há publicações que demonstrem a realização de têmpera intensiva de forma experimental em aços inoxidáveis, tanto no Brasil quanto no exterior.

Dentro desse contexto, este trabalho destina-se ao desenvolvimento de diferentes formas de tratamento térmico em aço inoxidável endurecível por precipitação do tipo 17-4 PH, utilizando três meios diferentes de resfriamento para a solubilização do material: água, uma solução aquosa polimérica com concentração de 10% e outra com concentração de 25%. Após a solubilização as amostras foram envelhecidas artificialmente conforme condição H 900 estabelecida por ASTM (2000). Além destes procedimentos, uma das amostras do material de partida foi submetida a um tratamento térmico criogênico para avaliação do comportamento resultante.

1.1 Objetivo geral

Este trabalho tem como propósito verificar o comportamento das propriedades mecânicas e de microestrutura do aço inoxidável endurecível por precipitação do tipo 17-4 PH, quando submetido ao tratamento criogênico e também aos tratamentos térmicos de solubilização em água e soluções poliméricas com diferentes concentrações de polivinilpirrolidona, seguidos de envelhecimento.

1.2 Objetivos específicos

- Calcular a temperatura de transformação inicial da martensita no resfriamento, através da composição química do aço inoxidável tipo 17-4PH.
- Observar as mudanças nas microestruturas do aço inoxidável 17-4PH quando submetido aos diferentes tratamentos térmicos realizados.
- Verificar o comportamento da microdureza superficial do material nos diversos tratamentos térmicos aplicados e a microdureza no sentido da superfície para o núcleo após os tratamentos de solubilização.
- Verificar a presença de microestruturas incomuns para este tipo de material através de difração de raios-x (DRX).
- Investigar a possibilidade de diferentes rotas de têmpera intensiva, utilizando meios para eliminar ou atenuar a etapa de vapor durante o resfriamento do aço inoxidável endurecível por precipitação tipo 17-4 PH na sua solubilização.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

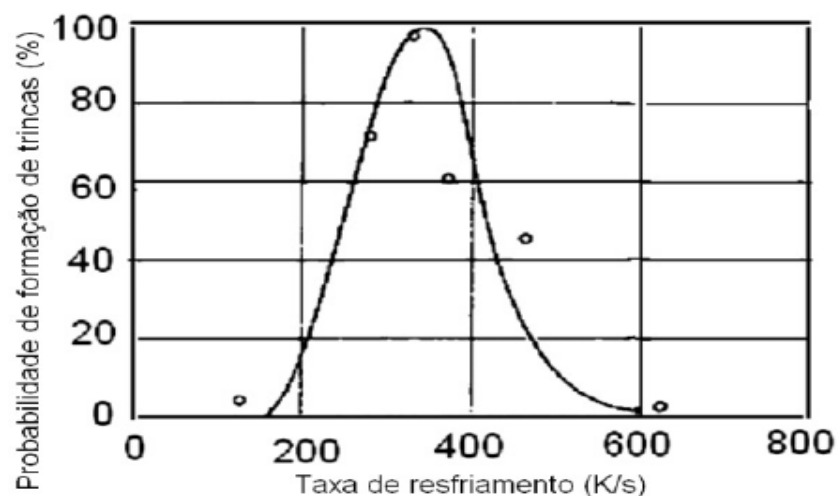
Este capítulo traz uma síntese dos principais conceitos em termos de materiais e tratamentos térmicos relacionados direta ou indiretamente com o tema deste trabalho.

2.1 Têmpera intensiva

A têmpera intensiva (conhecida pela sigla IQ, do inglês *Intensive Quenching*) é um tratamento térmico que se tornou conhecido através dos estudos e das publicações do cientista térmico ucraniano Nicolai Ivanovich Kobasko que, a partir de 1964, iniciou e desenvolveu o processo em conjunto com outros cientistas. Atualmente, conta com a sua validação por testes de laboratório e também por sofisticadas simulações computacionais.

As taxas de resfriamento normalmente atingidas pelo tratamento convencional de têmpera intensificam o risco de formação de trincas. Contudo, Kobasko *et al.* (2010) mostraram que taxas de resfriamento bem acima daquelas atingidas pelos processos convencionais reduzem de maneira significativa as probabilidades de formação dessas trincas, conforme mostrado na figura 1.

Figura 1 - Efeito da taxa de resfriamento dentro da faixa martensítica na formação de trincas em amostras cilíndricas de 6 milímetros de diâmetro feitas com aço 40Kh (0,42%C, 0,60%Mn, 0,28%Si 0,95%Cr, 0,25%Ni).



Fonte: Adaptado de Kobasko *et al.*, 2010.

A principal inovação da têmpera intensiva em relação ao processo convencional é a de executar a refrigeração do aço através de altas taxas de resfriamento durante sua faixa de transformação martensítica, ou seja, entre a temperatura de início (M_i) e final da transformação (M_f). Para Aronov *et al.* (2002), através desse tratamento térmico, além de reduzir drasticamente os efeitos prejudiciais observados com a têmpera convencional, é possível também obter os seguintes benefícios:

- Maiores valores de dureza na superfície e no núcleo;
- Aumento na espessura da camada endurecida;
- Criação de altas tensões residuais compressivas na superfície da peça;
- Processo mais limpo por utilizar água como meio de têmpera ou soluções de sais com baixas concentrações;
- Microestrutura com granulometria mais fina e superendurecimento da martensita;
- Melhoramento das propriedades de resistência à fadiga do aço;

A correlação entre as melhorias obtidas nas propriedades e a taxa de resfriamento para os procedimentos convencional e intensivo de têmpera está apresentada na figura 2. Para o processo convencional, a melhoria é contínua nas propriedades à medida que a taxa de resfriamento aumenta. Contudo, há uma descontinuidade na curva, ilustrando que, a partir de certo ponto, o processo convencional passa a resultar em distorções excessivas ou até trincamentos, limitando seu uso.

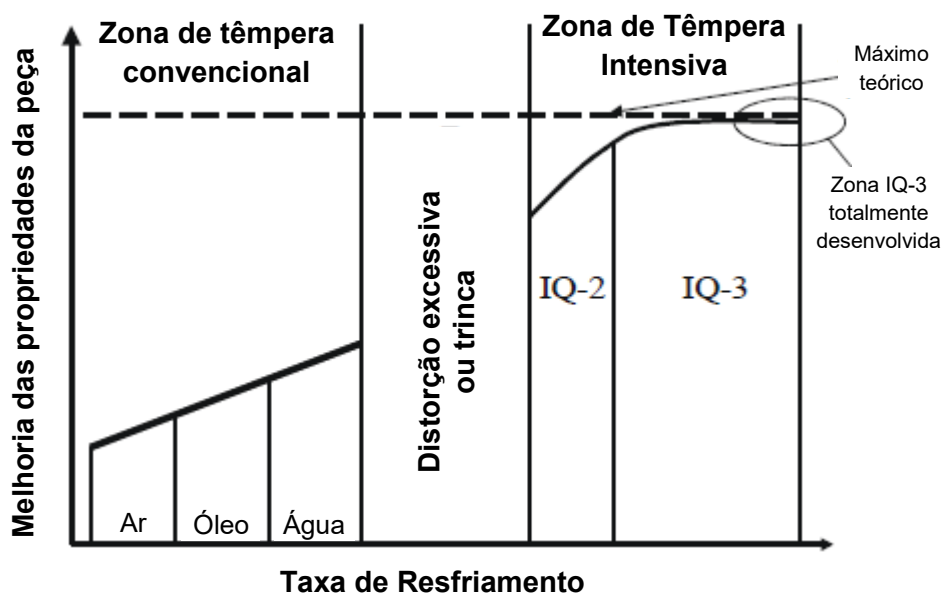
A segunda curva, à direita na figura 2, mostra a relação entre as propriedades e a taxa de resfriamento, adotando o processo intensivo de têmpera. No entanto, a curva apresenta uma estabilidade no resultado das propriedades do aço, ainda que se eleve a taxa de resfriamento. Isso ocorre porque a partir do momento em que a superfície da peça se equalizou com a do fluido de têmpera no processo intensivo, a taxa de extração de calor das camadas inferiores do núcleo da peça é limitada “naturalmente” pela condução de calor. Visto que a condução é uma forma uniforme

e mais rápida de extração de calor, a têmpera intensiva resulta em peças temperadas sem a presença de distorções, conforme Aronov *et al.* (2002).

Segundo Kobasko *et al.* (2006), para que o processo de têmpera seja classificado como “intensivo”, é necessário que alguns parâmetros sejam avaliados, sejam eles:

- Fornecimento de tensões residuais compressivas máximas;
- Taxa de agitação do fluido de resfriamento deve ser tal que o fator de severidade de têmpera, ou Fator de Grossman seja maior que 6,0;
- Número de Biot para tensões compressivas máximas deve tender ao infinito;
- Número de Kondratjev (Kn) deve estar entre $0,8 \leq Kn \leq 1,0$, para que ocorram as tensões residuais compressivas.

Figura 2 - Propriedades da peça em função da taxa de resfriamento.



Fonte: Adaptado de Aronov *et al.*, 2002.

2.1.1 Formação das tensões residuais compressivas

Para um entendimento de como são formadas as tensões compressivas na superfície de uma peça, Aronov *et al.* (2002a), de forma simplificada, discorrem a partir

do exemplo de uma peça de aço cilíndrica. Nessa peça, existem apenas duas seções: a camada superficial e o núcleo. A camada superficial é formada por um conjunto de segmentos unidos por molas, formando um “anel elástico”. A peça é aquecida uniformemente acima da temperatura A_{c3} (austenitização) para dar início ao processo de têmpera intensiva. Nesse momento, como não há gradiente de temperatura, as molas não apresentam tensão nem deslocamento ($\sigma=0$, conforme figura 3a). Ao iniciar o resfriamento, cai rapidamente a temperatura da camada superficial ocasionando uma contração nos segmentos, expandindo as molas, representando a presença de tensões térmicas de tração tangencial (figura 3b). Quando a camada superficial atinge a temperatura de formação inicial da martensita (M_i), os segmentos se transformam em martensita, cujo volume específico é maior do que o da austenita. Essa transformação resulta em expansão dos segmentos e contração das molas, ilustrando o aparecimento das tensões compressivas na superfície (figura 3c).

É importante lembrar que a queda da temperatura da superfície da peça no processo de têmpera intensiva é rápida, ocasionando a transformação martensítica na superfície, enquanto que as camadas mais profundas do núcleo ainda estarão à temperatura de austenitização.

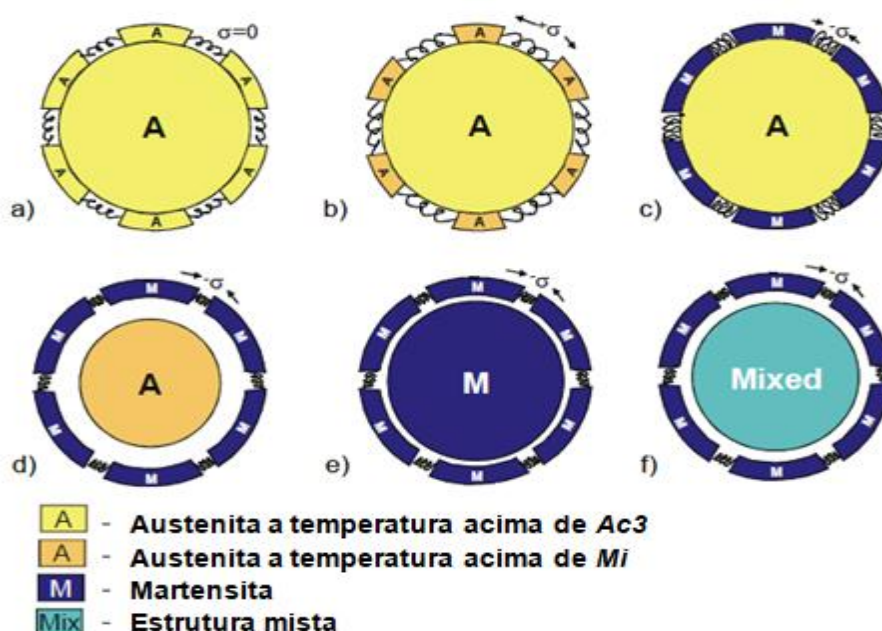
Com a evolução do resfriamento, o núcleo austenítico vai se aproximando da temperatura M_i , sofrendo contração térmica e aumentando ainda mais as tensões compressivas já originadas na superfície, pois a camada superficial mantém o tamanho original do componente com baixa distorção. O material entre o núcleo austenítico (que se contrai) e a camada superficial martensítica não se “quebra”. Essa ocorrência é devida ao estado superplástico da austenita aquecida. Quando as tensões entre a superfície e o núcleo atingem patamar da tensão de escoamento do material, a austenita se deforma para manter a integridade do conjunto.

Com o andamento do processo, o núcleo atingirá a temperatura M_i , formando a martensita também no núcleo, resultando na sua expansão de volume. Essa expansão empurrará a camada superficial, acarretando em uma diminuição de suas tensões compressivas (figura 3e). Existe um ponto ótimo em que as tensões compressivas atingem seu máximo valor antes do início da formação de martensita no núcleo. Esse ponto é um dos objetivos perseguidos durante o processo de têmpera intensiva. Para sua obtenção, é necessário promover a interrupção do resfriamento

rápido, retirando a peça do fluido de têmpera. Dessa forma, a taxa de resfriamento da superfície do componente diminui, reduzindo ou até cessando inteiramente o avanço da transformação da martensita no núcleo, em que passa a transformar-se em fases intermediárias como bainita, ferrita e perlita (figura 3f).

As tensões compressivas que se atingem no processo intensivo não são observadas na têmpera convencional, pelo contrário, usualmente esse processo resulta em tensões trativas ou neutras na superfície da peça. Isso ocorre porque na têmpera convencional a temperatura do núcleo do componente está um pouco acima da temperatura M_i quando a martensita começa a se formar na camada superficial. Dessa maneira, as tensões compressivas que surgem na superfície da peça são pequenas e logo vão sendo reduzidas pela transformação martensítica que começa a ocorrer no núcleo, resultando em tensões nulas ou trativas na superfície, explicando o fato de que componentes temperados convencionalmente podem trincar se não forem revenidos logo após serem temperados, segundo Aronov *et al.* (2002a).

Figura 3 - Condições das tensões superficiais na têmpera intensiva.



Fonte: Adaptado de Aronov *et al.*, 2002a.

2.1.2 Transferência de calor na têmpera intensiva

Um dos parâmetros, já mencionados anteriormente, que caracterizam o processo de têmpera intensiva é a taxa de agitação do fluido utilizado no resfriamento. Uma forma de se quantificar essa taxa é utilizar o chamado “Fator de Severidade de Têmpera”, também conhecido como Fator de Grossmann ou Fator H. Este fator é determinado através da têmpera de diversas amostras de peças cilíndricas de um determinado aço e posterior avaliação de sua microestrutura final. Os diversos resultados obtidos são apresentados através de um gráfico que relaciona o diâmetro de cada amostra e o diâmetro máximo em que ocorre a presença de um mínimo de 50% de martensita e o fator H.

De acordo com Aronov *et al.* (2008), nos processos de têmpera convencional esse fator varia entre valores próximos a zero como no caso de têmpera ao ar sem agitação ou circulação, até um máximo de 5,0 para têmpera com salmoura e agitação severa de fluido. Por outro lado, Mei (1990) relata que, para se atingir as condições de têmpera intensiva, um dos parâmetros que deve ser observado é que o fator de severidade de têmpera ou Fator de Grossmann alcance um valor maior que 6,0.

Aronov *et al.* (2008) demonstraram que há uma similaridade entre o Fator de Grossmann e o número de Biot generalizado, possibilitando, através de expressões analíticas, em detrimento do fator H do material em análise que nem sempre pode estar disponível, obter parâmetros que servirão de base para a aplicação no processo de têmpera intensiva. Esses parâmetros estão relacionados com as tensões residuais compressivas desejadas na superfície da peça ao final do processo. Desse modo, há uma simplificação na previsão das tensões residuais alcançadas ao final do processo de têmpera, a partir das condições de resfriamento do fluido utilizado.

Segundo Kobasko *et al.* (2010), o número de Biot é um adimensional que pode descrever a transferência de calor durante a têmpera, pois desempenha papel fundamental nos problemas de condução de calor envolvendo efeitos convectivos nas superfícies, sendo expresso pela equação 1.

$$Bi = \frac{\alpha}{\lambda} R \quad (1)$$

Para a equação 1:

α = coeficiente de transferência de calor;

λ = condutividade térmica do material; e

R = raio do cilindro, esfera ou de uma placa.

Fisicamente, esse adimensional relaciona o calor perdido por convecção na superfície da peça (que depende da temperatura da sua superfície e das condições externas), a capacidade da peça em conduzir calor através de seu interior e de sua dimensão. Durante a têmpera, valores de $Bi \geq 18$ originam tensões de compressão na superfície do material que já são suficientes para evitar a possibilidade de formação de trincas na peça temperada.

Outro conceito importante na análise da transferência de calor em processos de têmpera intensiva é o Fator de Kondratjev, utilizado no cálculo dos parâmetros não-estacionários para a formação dos filmes de vapor e nucleação das bolhas de vapor durante o resfriamento. O primeiro teorema de Kondratjev, segundo Kobasko *et al.* (2010), apresenta que a taxa de resfriamento m de um corpo homogêneo e isotrópico, de qualquer geometria, com valores finitos de coeficiente de transferência de calor, é proporcional à área de superfície do corpo e inversamente proporcional à sua capacidade térmica. De acordo com um segundo teorema de Kondratjev, quando o número de Biot tende ao infinito, o fator de resfriamento para essa situação torna-se diretamente proporcional à difusividade térmica do material e pode ser calculada pela equação 2. Com isso:

$$a = K \cdot m_{\infty} \quad (2)$$

onde:

a = difusividade térmica do material em m^2/s ;

K = fator de forma de Kondratjev; e

m_{∞} = fator de resfriamento quando $Bi \rightarrow \infty$.

O fator de forma de Kondratjev é determinado a partir do segundo teorema de Kondratjev. Para peças de geometria simples, Kobasko (2010) disponibiliza uma série de equações para o cálculo do fator. Algumas dessas equações estão descritas na tabela 1.

Tabela 1 - Equações para o cálculo analítico do fator de Kondratjev (K)

Formato	K (m ²)
Placa infinita de espessura $2R$	$\frac{4R^2}{\pi^2}$
Cilindro infinito de raio R	$\frac{R^2}{5,783}$
Esfera de raio R	$\frac{R^2}{\pi^2}$
Placa finita com dimensões L_1 , L_2 e L_3	$\frac{1}{\pi^2 \left(\frac{1}{L_1^2} + \frac{1}{L_2^2} + \frac{1}{L_3^2} \right)}$
Cubo de lado L	$\frac{L^2}{3\pi^2}$
Cilindro finito de altura Z	$\frac{1}{\frac{5,783}{R^2} + \frac{\pi^2}{Z^2}}$

Fonte: Adaptado de Kobasko *et al.*, 2010.

De acordo com Kobasko *et al.* (2010), a relação entre a taxa de resfriamento m e a taxa de resfriamento na condição para $Bi \rightarrow \infty$, m_∞ , é chamada de número de Kondratjev, Kn , dado pela equação 3. O número Kn foi nomeado em homenagem ao cientista térmico G. M. Kondratjev que desenvolveu a teoria das condições térmicas regulares.

$$Kn = \frac{m}{m_\infty} \quad (3)$$

Para que a forma e o tamanho da peça sejam mais bem relacionados com o número de Biot, Kobasko *et al.* (2010) indicam a utilização do número de Biot generalizado Bi_v , dado pela equação 4:

$$Bi_v = \frac{\alpha}{\lambda} K \left(\frac{S}{V} \right) \quad (4)$$

onde:

S = área da superfície da peça; e

V = volume da peça.

Kondratjev (1954) e Lykov (1967) apresentam uma relação universal entre Kn e o número generalizado de Biot Bi_v , através das equações 5 e 6:

$$Kn = \psi Bi_v = \frac{Bi_v}{\sqrt{(Bi_v^2 + 1,437Bi_v + 1)}} \quad (5)$$

$$\psi = \frac{\underline{T}_s - T_\infty}{\underline{T}_v - T_\infty} \quad (6)$$

onde:

ψ = critério de não uniformidade da temperatura na seção transversal da peça;

$\underline{T}_s$ = temperatura média da superfície da peça;

$\underline{T}_v$ = temperatura média do volume da peça; e

T_∞ = temperatura do fluido de têmpera.

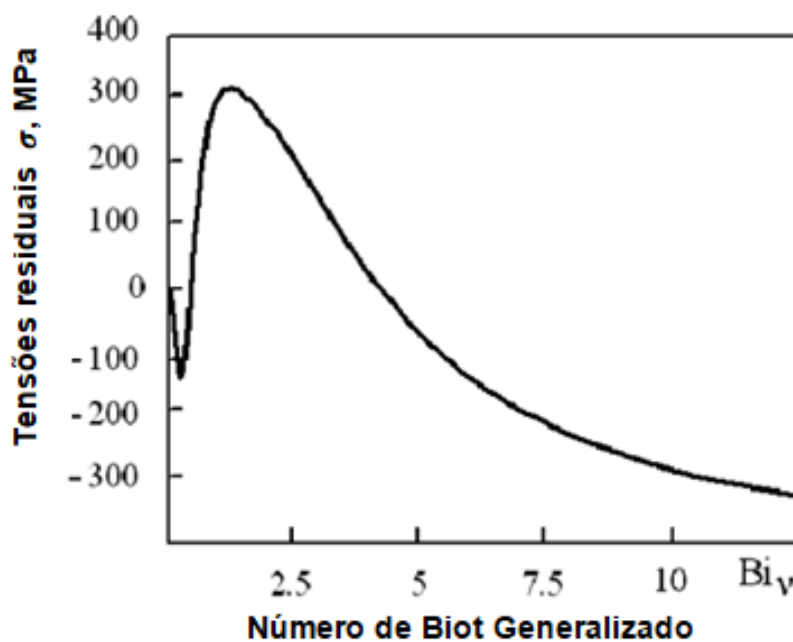
Da análise das equações 5 e 6, Aronov *et al.* (2008) concluíram que:

1. Se $Bi_v \rightarrow 0$, $\psi \rightarrow 1$ e $\underline{T}_s \cong \underline{T}_v$, significando uma uniformidade no campo de temperatura do corpo de prova, quando submetido ao processo de têmpera.
2. Se $Bi_v \rightarrow \infty$, $\psi \rightarrow 0$ e $\underline{T}_s \cong T_\infty$, significando que não há diferença entre a temperatura da superfície do corpo de prova que está sendo resfriado e a temperatura do fluido de têmpera. Para que essa condição seja satisfeita, a alta quantidade de calor que está sendo liberada pela superfície da peça no momento do resfriamento tem que ser retirada em sua plenitude pelo fluido de têmpera, necessitando não apenas de altas taxas de agitação como também de um volume de fluido suficiente.

3. Se a condição de resfriamento, relatada no item anterior, for atingida, pode-se assumir que a temperatura no centro da peça praticamente não foi alterada. Essa condição torna possível a obtenção das altas tensões residuais compressivas na superfície da peça, conforme já citado anteriormente.

Kondratjev (1954) conduziu testes acerca do efeito da taxa de resfriamento em amostra cilíndrica de 6 mm de diâmetro em aço AISI 1045, relacionando o número de Biot generalizado e o efeito resultante nas tensões residuais geradas através da têmpera do material. O resultado é mostrado na figura 4, em que é possível notar que em média para $Bi_v \geq 6$, com o aumento da severidade do resfriamento, essas tensões residuais passam a ser compressivas, atingindo seus valores máximos para a condição de $Bi_v \geq 18$.

Figura 4 - Relação entre as tensões residuais de uma amostra cilíndrica de aço e o número de Biot generalizado.



Fonte: Adaptado de Kondratjev, 1954.

2.1.3. Técnicas de têmpera intensiva

Ao longo dos anos, foram desenvolvidas cinco diferentes técnicas de têmpera intensiva nomeadas como: IQ-1, IQ-2, IQ-3, IQ4 e IQ5. Essas técnicas diferem principalmente pelo modo de transferência de calor em que a superfície da peça é

submetida durante o resfriamento, segundo Aronov *et al.* (2002). Nos subitens seguintes, essas técnicas serão descritas de forma a estabelecer essas diferenças e apresentar suas peculiaridades.

2.1.3.1 Técnica IQ-1

A técnica de têmpera intensiva IQ-1 é realizada em duas etapas de resfriamento, segundo Aronov *et al.* (2002), normalmente aplicados a aços com médio e alto teor de elementos de liga. Na primeira etapa, a peça encontra-se na temperatura de austenitização e sofre um resfriamento lento até próximo a temperatura de início de formação da martensita M_i . Esse resfriamento é feito em óleo ou solução aquosa com alta concentração polimérica. Para essas condições, o gradiente de temperaturas na seção da peça é insignificante, podendo-se admitir que a temperatura ao longo de toda a seção da peça seja uniforme e encontrar-se a um patamar pouco acima de M_i .

A segunda etapa ocorre dentro da faixa da transformação martensítica, entre as temperaturas M_i e M_f . Nessa etapa, é implementado um resfriamento intenso, utilizando água sob jatos de alto fluxo em torno da peça, estabelecendo-se altas taxas de resfriamento. Esse resfriamento intenso promove a formação das altas tensões superficiais de compressão na superfície da peça. Essas tensões fixam as baixas distorções obtidas no primeiro estágio de resfriamento e incrementam o endurecimento do material, também conhecido como superfortalecimento.

Contudo, a técnica IQ-1 possui algumas deficiências como, por exemplo, a necessidade de efetuar a segunda etapa do resfriamento em uma câmara separada, equipada de maneira a proporcionar o resfriamento adequado, elevando o custo do processo. Outra restrição da técnica é o fato da utilização, na primeira etapa, de fluidos refrigerantes usuais na têmpera convencional o que acarreta em uma limitação na capacidade de endurecimento da peça.

2.1.3.2 Técnica IQ-2

De acordo com Aronov *et al.* (2002), a técnica IQ-2 é executada em três etapas. Inicia-se com um rápido resfriamento em modo de transferência de calor de ebulição

nucleada, sendo formada rapidamente a martensita na camada superficial da peça. O resfriamento é interrompido quando há a formação de 50% de martensita nessa camada, mantendo-a com certa plasticidade. Nessa técnica, costuma-se utilizar soluções salinas ou poliméricas como fluido de resfriamento, normalmente carregadas anionicamente, evitando assim a formação de filme de vapor, principalmente na primeira etapa de resfriamento. Esse filme de vapor é minimizado, pois o metal tende a liberar cargas positivas durante o aquecimento transferindo-as para o filme de vapor e o alto fluxo de solução aniônica sobre o filme catiônico promove a quebra desse filme. Dessa forma, não havendo formação do filme, evitam-se trincas e distorções.

Na segunda etapa, a peça é retirada do fluido líquido e segue resfriamento ao ar. Esse procedimento promove uma equalização da temperatura por toda a seção transversal da peça, possibilitando a formação das tensões residuais compressivas na superfície. Há também nessa etapa um auto revenimento, eliminando as possibilidades de trinca. Na terceira etapa, a peça retorna ao tanque de têmpera para que ocorram as transformações de fase adicionais através da transferência de calor por convecção, de forma lenta.

A deficiência da técnica IQ-2, afirma Aronov *et al.* (2002), é que a temperatura do fluido de resfriamento nem sempre coincide com a temperatura necessária para a formação da martensita.

2.1.3.3 Técnica IQ-3

A técnica IQ-3 é a mais eficiente para a criação das tensões superficiais compressivas ao longo da geometria, em profundidades ideais, já que promove maior superfortalecimento da camada tratada, assim tendo o melhor custo/benefício segundo Aronov *et al.* (2002). Essa técnica apresenta uma única etapa de resfriamento, sendo ele de forma intensiva, diferenciando-se das técnicas IQ-1 e IQ-2.

Aronov *et al.* (2002) explicam a técnica IQ-3 conforme segue: o fluxo da água (ou soluções) é tão severo que proporciona um resfriamento superficial da peça quase que instantâneo, impedindo ou minimizando consideravelmente a formação de ebulição nucleada e filme de vapor, fazendo com que a transferência de calor na

interface metal/fluido seja unicamente por convecção. Esse resfriamento é imposto à peça até que os valores de tensão residual compressiva em sua superfície atinjam seus valores máximos e com profundidade de têmpera ideal. Nesse instante, a têmpera é interrompida para que não haja uma formação de tensões trativas na superfície, diminuindo as compressivas máximas já atingidas.

Existem três grandes questões que cercam a implementação dessa técnica. A primeira é que nem sempre é possível atingir a taxa de fluxo ideal para o resfriamento uniforme de toda a superfície da peça, especialmente aquelas com geometria mais complexa. A segunda se refere à têmpera de peças relativamente finas (com espessuras menores que 0,6 milímetros), em virtude da dificuldade em fornecer o gradiente de temperatura ideal para obter uma camada 100% martensítica na superfície da peça, mantendo um núcleo austenítico. Para que seja possível tal condição, o fluxo de água necessitaria ser muito alto, além do tempo para interrupção do banho ser muito curto (um segundo ou menos), tornando-o impraticável. A última questão é relativa à aplicação da técnica a lotes de peças, uma vez que o fornecimento de fluxo ideal para todas as peças fatalmente não seria simples. Para essa situação, a técnica IQ-2 atende melhor aos propósitos.

2.1.3.4 Técnica IQ-4

A técnica IQ-4, conforme Kobasko *et al.* (2010), está relacionada ao tratamento térmico de peças com uma configuração complexa, em especial, eixos com diferentes seções ao longo do comprimento. Normalmente, essas peças são resfriadas por jatos de água e ar regulados de forma que os valores de coeficientes de transferência de calor sejam menores para as seções mais finas e maiores sobre as seções mais espessas. Geralmente para o IQ-4, as seções mais espessas de um eixo são refrigeradas por *sprays* de água a uma vazão entre 2,5 e 14 m³/m².hr e as seções mais finas as vazões variam entre 14 e 25 m³/m².hr. O processo intenso de resfriamento IQ-4 é interrompido quando a temperatura central das seções alcança entre 450-500 °C. Esse método resulta em uma redução da temperatura de fragilidade a frio e facilita a formação de altas tensões residuais compressivas na superfície.

Assim, a têmpera de peças de ligas de aço com uma configuração complexa é realizada de tal forma que seu resfriamento proporciona uma condição de igualdade nos números de Biot ($Bi \geq 20$), resultando em uma formação uniforme de tensões residuais compressivas ao longo de toda a superfície da peça. Dessa forma, para a seção mais fina, a taxa de vazão da mistura ar-água deve ser maior, pois para que a condição de $Bi \geq 20$ seja alcançada, lembrando que $Bi = \alpha R / \lambda$, é necessário que os valores do coeficiente de transferência de calor α sejam altos.

A seleção de parâmetros para a taxa de vazão de água, de ar-água e os valores de pressão dos jatos na refrigeração, é baseada em dados experimentais apresentados por Kobasco *et al.* (2010). A melhoria das propriedades mecânicas como a diminuição na temperatura de fragilidade a frio e a formação de tensões residuais compressivas na superfície trazem um aumento da vida útil de peças endurecidas de aço.

2.1.3.5 Técnica IQ-5

A essência da técnica da têmpera intensiva IQ-5 consiste no isolamento parcial da superfície de uma peça com geometria complexa evitando o contato com os jatos de água intensos, enquanto que a superfície sem isolamento é resfriada de forma intensiva. O isolamento é colocado sobre a superfície de modo que as tensões compressivas são formadas somente sobre a superfície de trabalho da peça. Mais informações sobre esta tecnologia podem ser encontradas em Kobasco (1997) e Tensi *et al.* (1994), em que a técnica foi aplicada a lâminas de corte para aplicação em máquinas agrícolas.

2.2 Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação

Os aços inoxidáveis endurecidos por precipitação surgiram para atender as necessidades das indústrias aeronáutica e aeroespacial por materiais cujas propriedades mecânicas e de corrosão fossem superiores às dos aços inoxidáveis até então existentes, juntamente com uma ductilidade apropriada para a fabricação de componentes através de conformação e soldagem, conforme Casteletti (2008).

Essa classe de aços inoxidáveis recebeu essa nomenclatura pelo fato de permitir o tratamento térmico de envelhecimento por precipitação, relativamente simples, com uma ampla gama de níveis de dureza, sem que ocorra a perda de ductibilidade e resistência à corrosão quando comparado com aços de níveis de resistência semelhantes. Essas propriedades são possíveis através da aplicação de um ou ambos os mecanismos de endurecimento: a formação de martensita e o endurecimento por precipitação. Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são subdivididos em semi-austeníticos, austeníticos e martensíticos (PECKNER; BERNSTEIN, 1977). A tabela 2 apresenta os tratamentos térmicos típicos para os principais aços desse grupo.

Tabela 2 - Tratamentos térmicos típicos dos principais aços inoxidáveis endurecidos por precipitação.

Ligas	Tratamento de solubilização	Condicionamento da martensita	Transformação martensítica	Envelhecimento
Martensíticos				
13-8PH Mo	925°C, 30min	-	-	510-620°C, 4h
15-5PH	1035°C, 30min	-	-	480°C, 1h; 495-620°C, 4h
17-4PH	1035°C, 30min	-	-	480°C, 1h; 495-620°C, 1h
Custom 450	1035°C, 1h	-	-	480-620°C, 4h
Semi-Austeníticos				
15-7PH Mo	1065°C, 30min	955°C, 10min	Resfriamento a 75°C, 8h	510°C, 1h
17-7 PH	1065°C, 30min	760°C, 90min	Resfriamento a 15°C, 30min	565°C, 90min
AM-350	1065°C, 90min	930°C, 90min	Resfriamento a 75°C, 3h	455°C, 3h
AM-355	1025°C, 90min	930°C, 90min	Resfriamento a 75°C, 3h	535°C, 3h
Austeníticos				
A-286	900°C, 2h	-	-	730°C, 16h

Fonte: Lamb, 1999.

Os aços endurecíveis por precipitação semi-austeníticos apresentam a temperatura de transformação inicial da martensita abaixo da temperatura ambiente, em virtude da sua composição. Dessa forma, a partir da temperatura de solubilização e resfriamento ao ar sua microestrutura se compõe de matriz austenítica com 5 a 20% de ferrita. Nessa condição, a ductibilidade e a conformabilidade são altas. Após a conformação, M_i e M_f são elevadas e a transformação para a martensita é alcançada por um tratamento de condicionamento, precipitando-se carbonetos nos contornos de grão. Utilizando-se uma temperatura de condicionamento baixa (730 a 760°C), a M_f se aproxima da temperatura ambiente e a martensita se transforma completamente após resfriamento. Por outro lado, quando a temperatura de condicionamento é alta (930 a 955°C), uma quantidade menor de carbonetos precipitam e a M_f permanece abaixo da temperatura ambiente, sendo necessário um resfriamento subzero para completar a transformação martensítica. A formação de martensita por condicionamento a alta temperatura possui uma quantidade maior de carbono, sendo mais resistente mecanicamente que a transformada a baixas temperaturas. Essa transformação pode também ser obtida por conformação a frio. Contudo, para qualquer forma de transformação adotada, o envelhecimento é realizado em uma faixa de temperaturas de 455 a 565 °C, conforme Davies (1994).

Nos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação austeníticos a M_i encontra-se muito abaixo da temperatura ambiente. Com isso, a sua microestrutura se mantém austenítica e bastante estável mesmo para temperaturas abaixo de zero ou quando submetidas a grande trabalho a frio. Para alcançar o endurecimento nessas ligas, é necessário realizar a precipitação de compostos intermetálicos na matriz austenítica. Contudo, a tensão de escoamento é normalmente inferior a alcançada pelas ligas martensíticas e semi-martensíticas. Aplicações são encontradas principalmente para trabalhos sob alta temperatura como motores a jato, turbinas e carcaças, segundo Peckner e Bernstein (1977).

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação martensíticos são os mais conhecidos dessa classe. Sua M_f encontra-se pouco acima da temperatura ambiente, tendo sua transformação martensítica transformada completamente após a solubilização (DAVIES, 1994). A resistência à corrosão destes aços é próxima à dos aços inoxidáveis austeníticos mais comuns, porém superior em todos os aspectos aos

aços inoxidáveis martensíticos temperados e revenidos. Possuem a vantagem de ter baixa variação dimensional após tratamento térmico, resultando em um custo menor de fabricação de peças se comparados aos aços baixa liga convencionais temperados e revenidos, como AISI 4340 (PECKNER; BERNSTEIN, 1977).

2.2.1 Resistência à corrosão dos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são normalmente aplicados em situações que requerem elevada dureza e resistência mecânica (PECKNER; BERNSTEIN, 1977). A resistência à corrosão desses aços é superior à dos aços inoxidáveis martensíticos e próxima à dos aços inoxidáveis austeníticos (DAVIES, 1994).

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação podem estar, durante sua vida útil, submetidos a algumas formas de corrosão. A seguir serão citadas essas formas e uma avaliação qualitativa acerca da resistência à corrosão que essas ligas possuem.

A corrosão uniforme ou generalizada é aquela em que toda a superfície do material é afetada, perdendo espessura de maneira uniforme (GENTIL, 1996). Para essa forma de corrosão, as ligas PH possuem boa resistência devido ao alto percentual de cromo que possuem. Todavia, os tratamentos térmicos e as microestruturas finais necessitam ser controlados. O envelhecimento pode assumir impacto negativo na resistência à corrosão. Dessa forma, quando essa resistência é fundamental para a aplicação desejada, é recomendável evitar a máxima precipitação (PECKNER; BERNSTEIN, 1977).

A corrosão por pites ou puntiforme é a corrosão que ocorre em pontos ou em pequenas áreas na superfície do metal, produzindo cavidades profundas denominadas pites, segundo Gentil (1996). Na condição envelhecida, as ligas PH possuem baixa resistência a essa forma de corrosão (PECKNER; BERNSTEIN, 1977).

A corrosão intergranular ocorre entre os grãos da rede cristalina do material metálico, reduzindo suas propriedades mecânicas levando a fratura quando solicitado

por esforços mecânicos (GENTIL, 1996). Os aços PH apresentam, normalmente, carbonetos de cromo junto às fases precipitadas, levando a um empobrecimento desse elemento nessas zonas. Em decorrência disso, há uma maior susceptibilidade ao ataque de ácidos corrosivos (PECKNER; BERNSTEIN, 1977).

Por fim, a fragilização por hidrogênio é outra forma de corrosão que os aços inoxidáveis PH estão sujeitos. O fenômeno ocorre devido à penetração do hidrogênio atômico no material metálico e, pelo seu pequeno volume atômico, difunde-se rapidamente para regiões com descontinuidades, como inclusões e vazios. Ele, então, ao se encontrar com outros átomos de hidrogênio, se transforma em hidrogênio molecular, H_2 , exercendo pressão e originando a formação de bolhas (GENTIL, 1996). Os aços inoxidáveis PH expostos em atmosferas marinhas podem sofrer essa fragilização pelo hidrogênio quando submetidos a tensões de escoamento acima de 1035 Mpa. Entretanto, pode ocorrer fragilização em menores tensões para amostras entalhadas ou pré-trincadas. Para aços inoxidáveis PH superenvelhecidos, há uma redução significativa na tensão de escoamento e, conseqüentemente, aumento da resistência à fragilização pelo hidrogênio. Essa resistência também pode ser aumentada pela adição de elementos de liga como nióbio (DAVIES, 1994).

2.2.2 Características do aço inoxidável 17-4 PH

O aço 17-4 PH é a base dos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação martensíticos. O endurecimento desse material é alcançado através da presença de cobre e sua precipitação no envelhecimento. Esses precipitados são muito finos e podem ser detectados somente por microscopia eletrônica de transmissão (DAVIES, 1994).

A liga é conhecida comercialmente pela denominação 17-4 PH, contudo, há outras codificações como: UNS 17400, AISI S17400, AMS 5604, AMS 5622, AMS 5643, ASME AS 564 (630), ASTM A 564 (630), ASTM A 693 (630), MIL SPEC MIL-C-24111, MIL-S-82591, SAE J467 (17-4PH), DIN X 5 CrNiCuNb 17 4 4 (LAMB, 1999). A tabela 3 apresenta a composição química do aço 17-4 PH.

Tabela 3 - Composição química da liga 17-4 PH (% em peso).

C*	Mn*	Si*	Cr	Ni	P*	S*	Cu	Nb
0,07	1,00	1,00	15,0-17,5	3,0-5,0	0,04	0,03	3,0-5,0	0,15-0,45

* Valores máximos.

Fonte: ASTM, 2000.

O tratamento térmico para o aço 17-4 PH consiste basicamente nas etapas de solubilização, com resfriamento rápido de forma a manter o cobre em solução sólida e posterior envelhecimento com reaquecimento a temperaturas bem inferiores ao tratamento anterior, para precipitação dos compostos intermetálicos de cobre (ASTM, 2000).

A tabela 4 mostra as diferentes condições padronizadas para os tratamentos térmicos de solubilização e precipitação (ASTM, 2000).

Tabela 4 - Condições para tratamento térmico de solubilização e precipitação para aços inoxidáveis 17-4PH.

Condição Tratamento	Solubilização [°C]	Envelhecimento [°C]	Tempo [h]	Resfriamento
H900	1040 (±15°C)	480	1	Ar
H925	1040 (±15°C)	495	4	Ar
H1025	1040 (±15°C)	550	4	Ar
H1075	1040 (±15°C)	580	4	Ar
H1100	1040 (±15°C)	595	4	Ar
H1150	1040 (±15°C)	620	4	Ar
H1150M	1040 (±15°C)	760	2	Ar

Fonte: Adaptado de ASTM, 2000.

A tabela 5 apresenta as propriedades mecânicas obtidas em cada uma das condições padronizadas de tratamento térmico imposta ao aço inoxidável 17-4 PH (ASTM, 2000).

Tabela 5 - Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis 17-4 PH para cada condição de tratamento.

Condição Tratamento	Lim. Res. Tração [MPa]	Limite Escoamento [MPa]	Alongamento [%]	Redução de Área [%]	Dureza [HRC]
H900	1310	1170	10	40	40
H925	1170	1070	10	44	38
H1025	1070	1000	12	45	35
H1075	1000	860	13	45	32
H1100	965	795	14	45	31
H1150	930	725	16	50	28
H 1150M	795	520	18	55	24

Fonte: Adaptado de ASTM, 2000.

O aço inoxidável 17-4 PH apresenta grande potencial de consumo, pois preenche um vazio imposto pelos limites de endurecimento das ligas inoxidáveis austeníticas e ferríticas, assim como pela baixa ductilidade e tenacidade das ligas inoxidáveis martensíticas comuns. Tal versatilidade tem levado a um crescimento de consumo dessas ligas, tendo sido abertos mercados em indústrias aeroespaciais, químicas, petroquímicas, de papel e de celulose, nucleares e até mesmo na indústria de processamento de alimentos. Destaca-se a aplicação em eixos de bombas, fusos e pinos para trens de pouso de aeronaves (HSIAO *et al.*, 2002).

2.3 - Tratamento térmico criogênico

O tratamento térmico criogênico consiste em baixar a temperatura de um material de forma lenta e gradual, a uma taxa de resfriamento de aproximadamente 2,5 °C/min, da temperatura ambiente até a temperatura do nitrogênio líquido que é de -196 °C. Ao atingir esta temperatura, o material é imerso no nitrogênio por um tempo apropriado (podendo ser de 24 chegando até a 48 horas). Ao final desse tempo, o material é removido do meio refrigerante e exposto ao ar para equilíbrio com a temperatura ambiente. Esse tratamento pode ser feito em atmosfera gasosa de

nitrogênio onde há um maior controle da taxa de resfriamento e previne choques térmicos no material. Há ainda a possibilidade de ser executado através de imersão direta no nitrogênio líquido (ASM 1991).

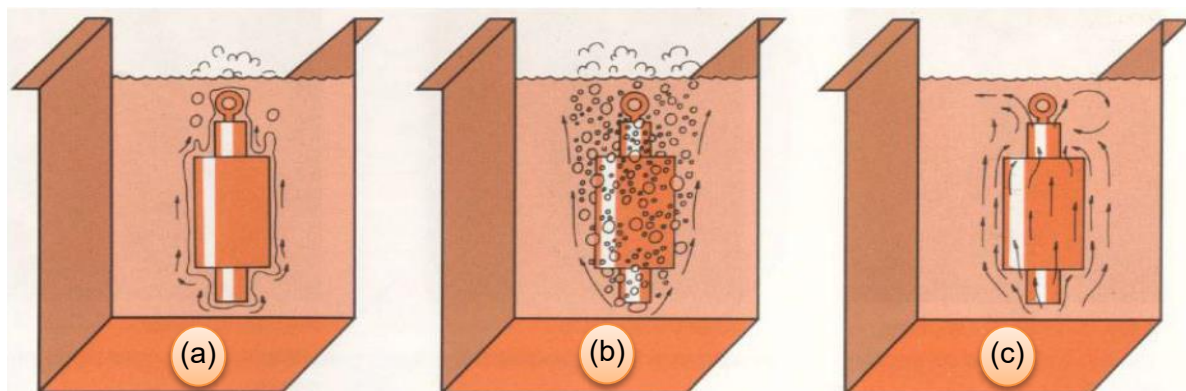
É importante salientar que existem dois tipos de tratamento térmico de baixa temperatura. O Tratamento Criogênico, também conhecido pela sigla em inglês DCT (*Deep Cryogenic Treatment*), descrito no parágrafo anterior e o Tratamento Térmico Subzero ou CT (sigla em inglês para *Cold Treatment*) que trabalha com temperaturas de aproximadamente - 80 °C, correspondente a do gelo seco ou metanol, cuja finalidade é de estabilizar dimensionalmente o material tratado, geralmente pela redução de austenita retida ou residual.

Dentre os fatores benéficos relatados por pesquisadores utilizando tratamento criogênico em aços estão: a melhoria do tempo de vida à fadiga, o aumento da resistência ao desgaste, o aumento ou a manutenção da tenacidade, a redução de austenita retida, a melhoria da condutividade térmica e elétrica e o aumento da resistência ao desgaste (HUANG *et al.* 2003; MARIANTE, 1999; SILVA, 1999; STRATTON, 2007).

2.4 – Estágios do resfriamento por imersão

O resfriamento por imersão de um aço, a partir de sua temperatura de austenitização, passa por diferentes estágios de remoção do calor que são respectivamente: filme de vapor, ebulição e convecção conforme esquematizado na figura 5.

Figura 5 - Estágios da remoção de calor (a) vapor (b) ebulição (c) convecção



Fonte: Adaptado de Mackenzie, 2014.

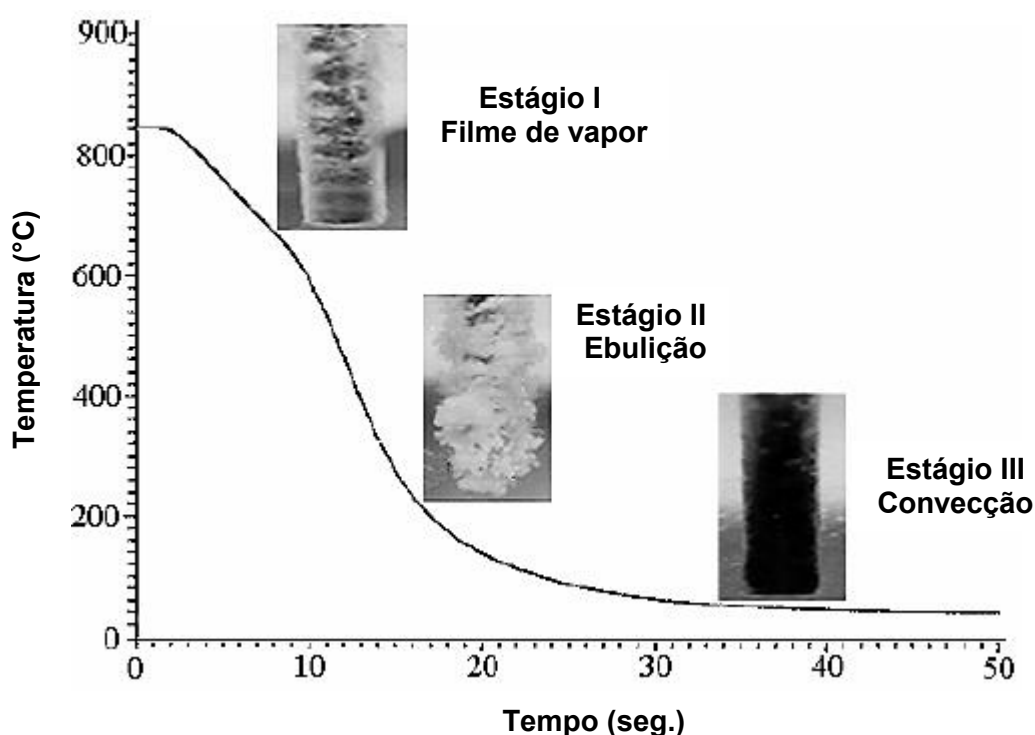
A realização desse processo de remoção de calor com a finalidade de tratamento térmico de aços é iniciada com o aquecimento do material a uma temperatura suficientemente elevada que proporcione a austenitização por completo do aço. Para o resfriamento, o fluido utilizado normalmente encontra-se a temperatura ambiente ou próximo a ela. No momento em que a peça é mergulhada no fluido de resfriamento, dá-se início aos estágios de remoção de calor (MACKENZIE, 2014).

Segundo Totten *et al.* (1998), no primeiro estágio, chamado de filme de vapor, a temperatura da peça é de tal magnitude que vaporiza o fluido do meio de resfriamento. Esse vapor forma uma película estável em toda a superfície da peça submersa, com característica isolante, dificultando as trocas térmicas, que passam a ocorrer principalmente por radiação, reduzindo em muito a velocidade de resfriamento do material. Esse estágio se mantém na medida em que o fornecimento de calor do interior para a superfície da peça for suficiente para manter a evaporação do fluido em contato.

O segundo estágio é iniciado quando a peça não é capaz de fornecer a energia térmica suficiente para evaporar o fluido refrigerante e, conseqüentemente, a película de vapor é rompida e começa a ocorrer a ebulição. Nesse estágio, o meio de resfriamento entra em contato com a superfície da peça e vaporiza-se rapidamente elevando de forma rápida a velocidade de resfriamento. A duração desse estágio estende-se até que a temperatura da peça alcance patamar mais baixo que o ponto de ebulição do fluido de resfriamento, encerrando a formação de bolhas de vapor.

O terceiro estágio é caracterizado pelo mecanismo de convecção, que apresenta novamente uma baixa taxa de arrefecimento. A duração desse estágio é a mais longa de todo o processo e ocorre até que haja um equilíbrio térmico entre a peça e o fluido refrigerante. A figura 6 mostra a curva do comportamento da temperatura ao longo do tempo na realização de têmpera com resfriamento em solução polimérica de PAG (TOTTEN *et al.*, 1998).

Figura 6 - Ilustração do mecanismo de têmpera em solução polimérica



Fonte: Adaptado de Totten *et al.*, 1998.

2.5 Principais fluidos de resfriamento utilizados em tratamentos térmicos

Os fluidos mais comuns utilizados como meio de resfriamento em tratamentos térmicos são a água, os óleos vegetais e minerais, as soluções salinas e as soluções aquosas poliméricas (TOTTEN, 2007). Para a seleção do fluido a ser utilizado, é necessário que haja uma compreensão das propriedades mecânicas e microestruturas finais pretendidas no material ao final do tratamento térmico, além das propriedades desses fluidos como viscosidade, condutividade térmica, calor

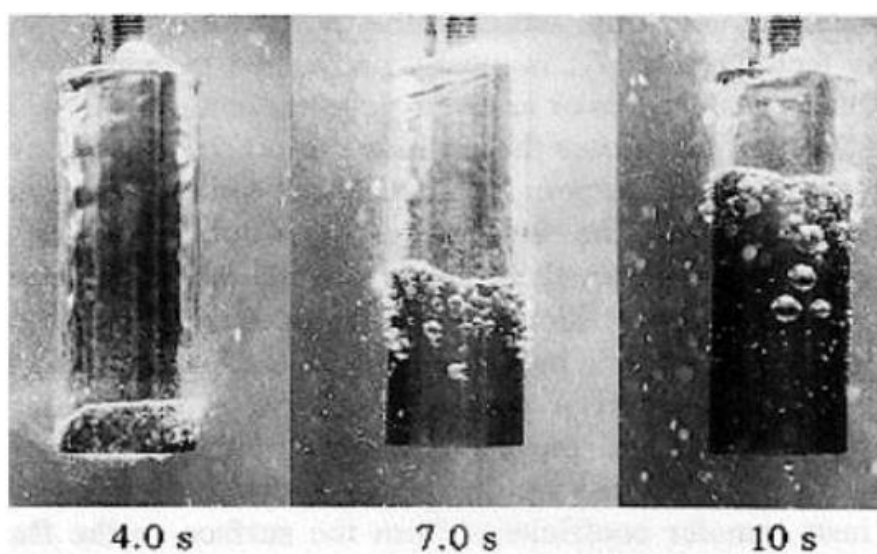
específico e temperatura de ebulição e dos fatores econômicos e ambientais atrelados (TOTTEN *et al.*, 1999). Nos itens seguintes, serão abordadas essas diferenças entre os principais fluidos utilizados em tratamentos térmicos de materiais metálicos.

2.5.1 Água

Fluido que apresenta custo baixo, fácil disponibilidade, baixo risco ambiental e de operação. Produz a formação de um filme de vapor muito instável, que colapsa facilmente. Como forma de minimizar as tensões residuais, costuma-se empregar uma agitação durante o processo que ocasiona a quebra da camada de vapor mais rapidamente (TOTTEN *et al.*, 1993).

No resfriamento em água, o rompimento da camada de vapor inicia-se na borda inferior da peça, evoluindo em direção à borda superior no decorrer do tempo, conforme constatado por Totten (2000). No experimento realizado que demonstra esta conclusão, o autor utilizou uma peça cilíndrica de 15 mm de diâmetro e 45 mm de comprimento de uma liga de aço ao cromo e níquel, utilizando água a 60 °C e sem agitação, cuja evolução da quebra da camada de vapor é exibida na figura 7 em três momentos diferentes.

Figura 7 - Evolução do rompimento da camada de vapor no resfriamento de peça cilíndrica em água.



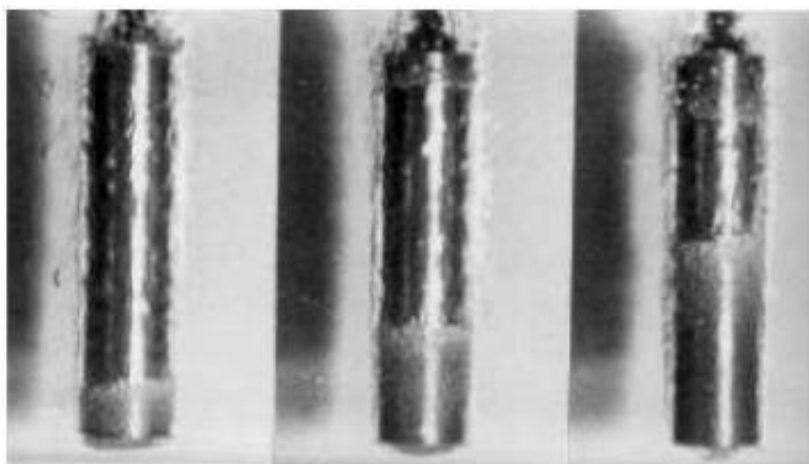
Fonte: Totten, 2000.

2.5.2 Óleo

Amplamente utilizados na indústria, os óleos se distinguem em lentos, convencionais, rápidos, de têmpera a quente e de martêmpera. Apresentam baixa capacidade de remoção de calor em relação aos outros meios utilizados. Os óleos minerais são derivados do petróleo e variam suas propriedades químico-físicas de acordo com as características do material base do qual são produzidos. Possuem como característica um acentuado gradiente durante a quebra da camada de vapor, oferecendo como resultado tensões residuais e propriedades não uniformes ao longo da peça. Apresentam também como desvantagens a inflamabilidade, a produção de fumaça durante o resfriamento e a dificuldade de descarte por ser danoso ao meio ambiente.

A figura 8 mostra um resfriamento em óleo sem agitação de uma peça cilíndrica de 25 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento. É possível perceber que a quebra da camada de vapor no tempo é menos agressiva que o observado em água e que o início e a evolução dessa quebra é semelhante à ocorrida naquele fluido (TOTTEN, 2000).

Figura 8 - Evolução de resfriamento de uma peça cilíndrica em óleo.



Fonte: Totten, 2000.

2.5.3 Polímeros

As soluções poliméricas aquosas são composições a base de água contendo polímeros orgânicos dissolvidos. Os principais polímeros utilizados nessas soluções destinadas ao tratamento térmico são o poliacrilado de sódio (ACR), a poliacrilamida, o polietileno oxazolona (PEO), o polivinilpirrolidona (PVP) e o polialquilenoglicol (PAG), esse último o mais utilizado (TROELL *et al.*, 2010).

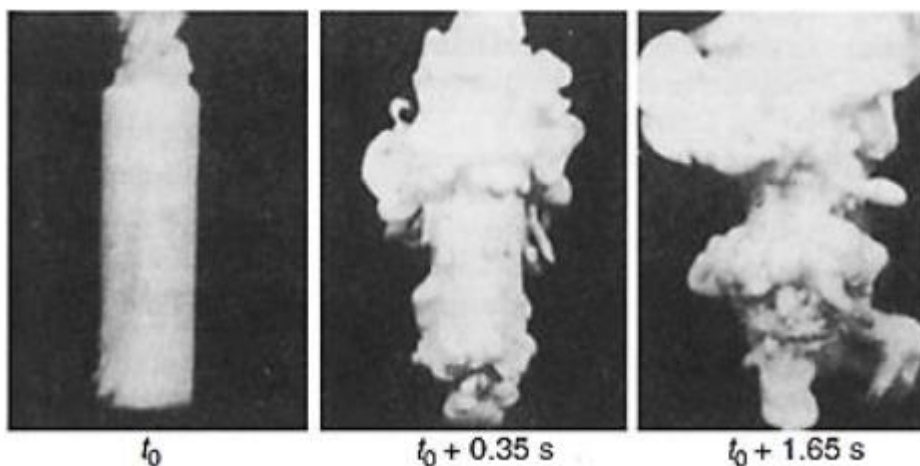
Dentre as vantagens da utilização dos polímeros no tratamento térmico, relacionam-se a maior flexibilidade no processo, a biodegradabilidade, os baixos índices de toxicidade e a inflamabilidade, tornando assim muito mais seguro sob o aspecto da saúde do operador, podendo também ser incorporados à solução alguns aditivos como antiespumantes, bactericidas e inibidores de corrosão. Essas vantagens têm feito, nos últimos anos, com que seu uso apresentasse um aumento expressivo em tratamentos térmicos, principalmente na têmpera (TROELL *et al.*, 2010).

Os principais fatores que alteram a capacidade de arrefecimento das soluções poliméricas são a natureza do polímero, a concentração de soluto, a temperatura do banho e o nível de agitação. O aumento da temperatura do banho e da concentração de polímero na solução minimizam a taxa de resfriamento do processo. De outro lado, o aumento da taxa de agitação do fluido eleva a capacidade de resfriamento como resultado da maior facilidade com que a camada de vapor é quebrada, ampliando a taxa de fluxo térmico durante o estágio de ebulição. Em consequência disso, o estágio de convecção também apresenta uma taxa de arrefecimento maior (FERNANDES; PRABHU, 2007).

É importante levar em consideração quando do uso de soluções aquosas poliméricas que após vários ciclos de resfriamento a viscosidade da solução sofre alteração no sentido de ser reduzida. Isso se deve a degradação térmica sofrida pelo polímero, ocasionando o aumento gradativo da taxa de transferência de calor durante o processo. A alteração das propriedades da solução polimérica pode ser ocasionada também pela sua contaminação, através de emulsões de corte, óleos, detergentes, inibidores de corrosão e outros lubrificantes presentes no processo. A partir de 5% de contaminantes presentes na solução, o fluido inicia a redução de sua capacidade refrigerante (TROELL *et al.*, 2010).

O processo de resfriamento utilizando soluções aquosas poliméricas caracteriza-se por seguir as mesmas três etapas do resfriamento por imersão. Contudo, um fator diferencial em relação aos outros fluidos utilizados em tratamentos térmicos é em relação ao primeiro estágio. Segundo Canale *et al.* (2006), no momento em que a peça austenitizada entra em contato com a solução polimérica, um filme dessa solução se forma na superfície da peça. Por sua vez, esse filme é separado da superfície do metal por um vapor superaquecido. Na sequência do resfriamento, o filme de polímero se rompe de forma súbita (através do vapor de água), elevando em muito as taxas de resfriamento. Acrescenta-se ainda que isso resulta em um processo homogêneo de resfriamento como o ilustrado pela figura 9. No momento que a temperatura superficial atinge o ponto de ebulição da água, o resfriamento passa a ser convectivo. O experimento da figura 9 foi realizado através de têmpera de barras cilíndricas de aço ao cromo e níquel com dimensões de 25 mm de diâmetro e 100mm de altura, utilizando solução de PAG com concentração de 10% (TENSI *et al.*, 1994).

Figura 9 - Resfriamento de barra cilíndrica de aço ao cromo e níquel com PAG 10%.

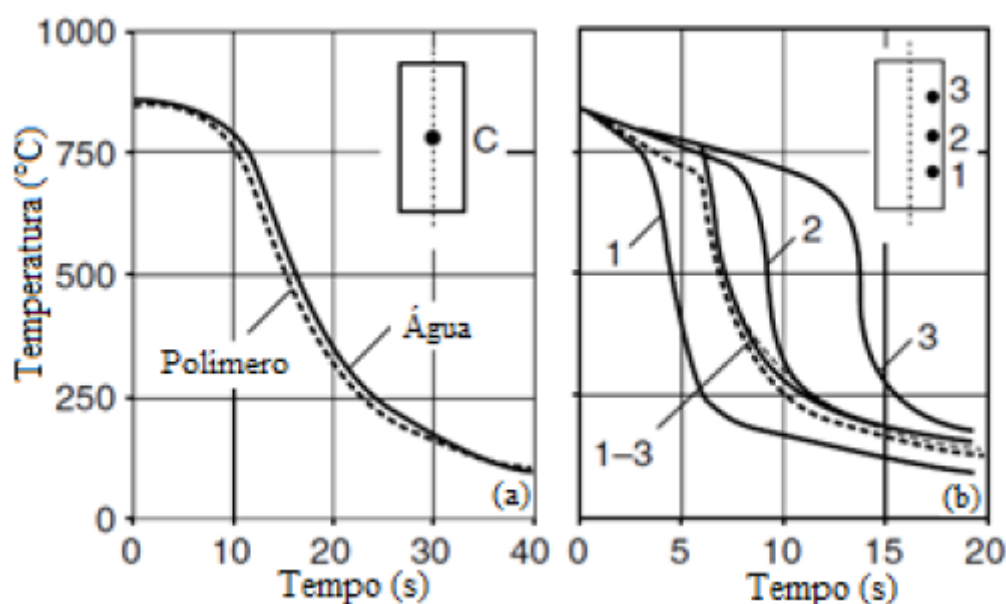


Fonte: Tensi *et al.*, 1994.

Esse comportamento no processo de resfriamento utilizando soluções poliméricas promove não só taxas de resfriamento mais rápidas como também um resfriamento uniforme em toda a peça, minimizando as tensões residuais típicas desses processos e as possibilidades de trincas e distorções (TOTTEN, 2007).

Esse mesmo experimento foi realizado com arrefecimento em óleo mineral e a figura 10 mostra uma comparação entre as curvas de resfriamento para ambos os fluidos, obtidas através de termopares localizados nos pontos indicados, evidenciando a uniformidade do processo com soluções poliméricas.

Figura 10 - Curvas de arrefecimento de um aço cilíndrico em diferentes pontos temperados em óleo mineral (linhas contínuas) e solução polimérica aquosa PAG 10% (linhas tracejadas).



Fonte: Adaptado de Totten, 2007.

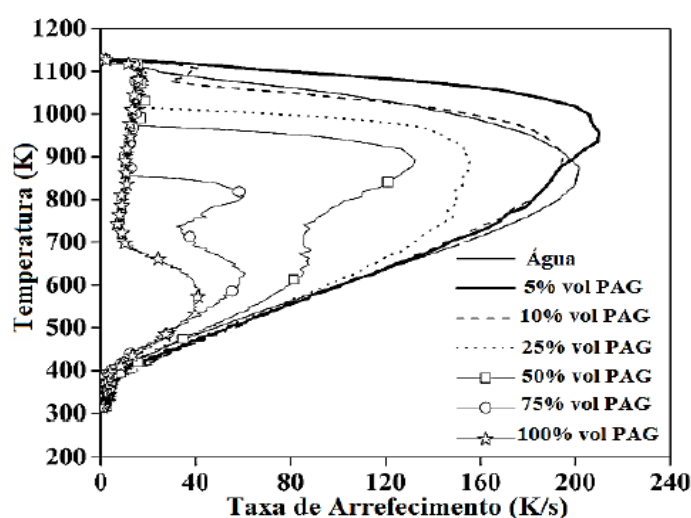
2.6 Impactos da variação de concentração em soluções poliméricas aquosas

A concentração das soluções poliméricas configura o principal parâmetro de flexibilização do processo, visto que influenciam diretamente a capacidade de troca térmica dos fluidos, segundo estudo realizado por Ramesh (2016). De maneira geral, o autor revela que a elevação da quantidade de polímero eleva a viscosidade da solução, diminuindo a velocidade do resfriamento e, por consequência, reduzindo a capacidade de formação de martensita. Isso ocorre porque conforme eleva-se a concentração, a camada de vapor formada torna-se mais espessa, dificultando seu colapso. Em função disso, o tempo de duração do primeiro estágio do processo é prolongado, resultando em um resfriamento mais lento do corpo em virtude da baixa troca térmica, que ocorre de forma exclusiva por radiação.

Em seus estudos realizados com o polímero de têmpera PAG, Ramesh (2016) demonstrou que o aumento progressivo da concentração do polímero à solução minimiza gradualmente a capacidade de retirada de calor das peças. Nesse experimento, foi realizada a têmpera de amostras de AISI 1080, em água e em soluções com as concentrações de 5, 10, 25, 50, 75 e 100% de PAG. Assim sendo, verificou que para resfriamento com solução aquosa de 5% em PAG, há as mais elevadas taxas de troca térmica, as quais são próximas às taxas da água, seguidas de 10 e 25% de PAG. A partir de 50%, o arrefecimento das amostras começa a ser mais lento, dificultando a transformação adifusional da microestrutura.

Ainda, segundo o estudo, isso fica mais evidente na medida em que constatou que as amostras temperadas em água com 5 e 10% de PAG obtiveram 93% de martensita em sua composição, enquanto que as resfriadas em 25 e 50% apresentaram uma queda para, respectivamente, 90 e 82% de martensita. Quando o material foi arrefecido em 75% de PAG apresentou 31% de martensita e o arrefecido em 100% de PAG obteve apenas 0,6% desse microconstituente, evidenciando o insucesso do procedimento, segundo Ramesh *et al.* (2016). A figura 11 mostra as curvas de resfriamento obtidas nesses experimentos descritos anteriormente em água e PAG nas diversas concentrações.

Figura 11 - Curvas de resfriamento em água e distintas concentrações de soluções aquosas de PAG



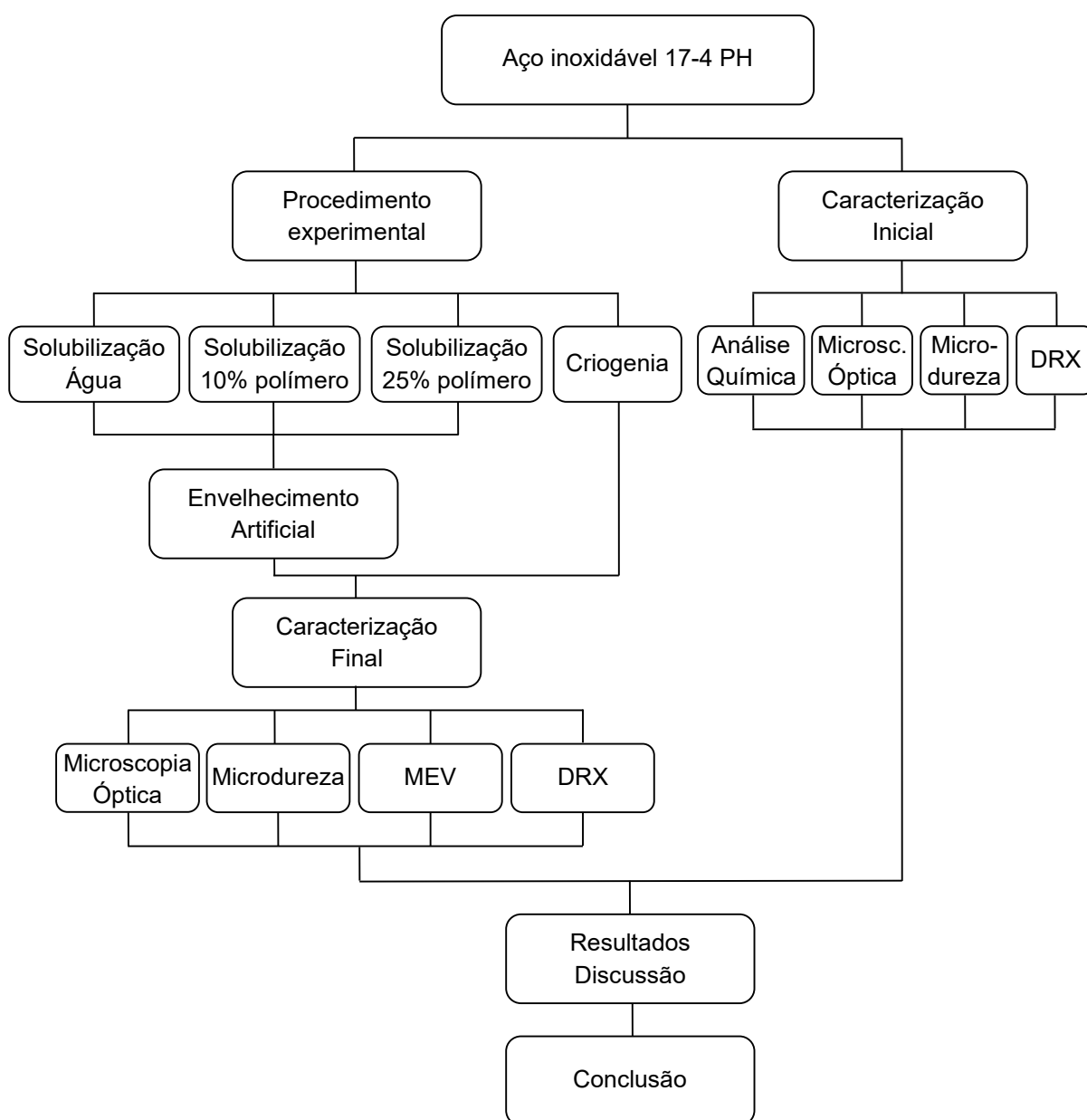
Fonte: Adaptado de Ramesh, 2016.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta os detalhes dos materiais utilizados, das etapas de obtenção dos corpos de prova, dos processos experimentais e dos ensaios realizados neste trabalho para atingir os resultados obtidos.

A figura 12 apresenta um fluxograma simplificado das etapas seguidas para a uma compreensão facilitada da sequência executada.

Figura 12 - Fluxograma geral de etapas de estudo.



Fonte: Autor, 2021.

3.1 Material

Os corpos de prova utilizados neste estudo são provenientes de uma barra de seção redonda com 15,5 milímetros de diâmetro, de aço inoxidável endurecível por precipitação do tipo 17-4 PH.

Dessa barra redonda, foram cortadas perpendicularmente ao seu eixo principal dez amostras, todas com altura de nove milímetros. Estas amostras foram divididas da seguinte forma: uma para caracterização inicial, identificada por uma fenda, três para realização do procedimento de solubilização utilizando solução aquosa polimérica com concentração de 10%, marcadas com o número 0 (grupo 0), três para realização do procedimento de solubilização utilizando água, marcadas com o número 1 (grupo 1) e três para a realização de solubilização utilizando solução aquosa polimérica com concentração de 25%, marcadas com o número 2 (grupo 2). Para a distinção das amostras marcadas com números iguais, cada uma recebeu a gravação de um, dois ou três pontos ao lado de seus respectivos números, conforme mostra a figura 13.

Figura 13 - Amostras cortadas e identificadas.



Fonte: Autor, 2021.

3.2 Análise de composição química

A amostra retirada para caracterização inicial, após a preparação metalográfica, foi analisada quimicamente no laboratório da Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG, por meio de um espectrômetro óptico, modelo FOUNDRY-MASTER, fabricado por Oxford Instruments. O resultado dessa avaliação foi então comparado com os valores limites de composição química para o aço analisado, estabelecidos em ASTM (2000).

3.3 Microscopia óptica

Para a análise da constituição microestrutural das amostras, a preparação metalográfica foi executada de acordo com a estabelecida por ABNT (1995). A extração dos corpos de prova da barra redonda foi feita através de cortadora metalográfica, com os cuidados necessários para não haver mudança na estrutura metalográfica do material. Após os cortes, os corpos de prova foram lixados com lixas de granulometria 180, 220, 320, 400, 600 e 1200. Posteriormente, as amostras foram polidas em politriz semiautomática com disco de tecido, em duas etapas, ambas com óxido de alumínio como abrasivo. Na primeira etapa, o polimento foi executado com abrasivo de granulometria de 1 μm e posteriormente com outro de granulometria de 0,5 μm , com a finalidade de obter uma superfície isenta de riscos e deformações para observação ao microscópio. Para finalizar, as superfícies preparadas dos corpos de prova foram atacados por imersão com reagente de Vilella, por tempo de quatro minutos, para revelação da estrutura metalográfica.

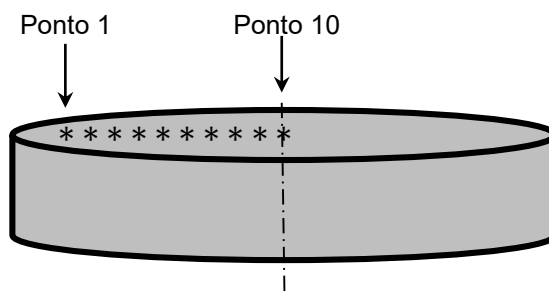
Os corpos de prova preparados foram analisados com a utilização de microscópio óptico de luz refletida marca OLYMPUS modelo GX51, com sistema de aquisição de imagens ANALYSIS, permitindo a comparação e análise das caracterizações inicial e final da microestrutura do material. Todas as etapas de preparação e análises desse item foram realizadas nos laboratórios da Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG.

3.4 Microdureza

O comportamento da dureza das amostras foi verificado através de ensaio de dureza Vickers. As medições ocorreram nas superfícies de todas as amostras, bem como nas seções transversais das amostras solubilizadas. As áreas de medições nas amostras passaram pela preparação metalográfica das amostras e foram realizadas nos laboratórios da Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG.

A microdureza foi avaliada por um microdurômetro marca SHIMADZU modelo HMV 2T. Os ensaios seguiram os preceitos definidos em ABNT (2008) com aplicação de uma carga de 300 gramas e um tempo de indentação de dez segundos. Nas análises superficiais foram realizadas medições em dez pontos ao longo da direção radial da seção da amostra, conforme mostrado na figura 14. Nas análises para obtenção do perfil de dureza, foram realizadas medições em dez pontos, afastados entre si de 0,1 milímetros, a partir da superfície, no sentido do núcleo da amostra.

Figura 14 - Localização dos pontos de medição superficial na amostra.



Fonte: Autor, 2021.

3.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para uma identificação mais aprofundada da estrutura metalográfica resultante da aplicação dos tratamentos térmicos, as amostras foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o auxílio do microscópio marca JEOL, modelo JSM-6610LV, do CEME-SUL, vinculado à FURG.

3.6 Difração de raio-x (DRX)

Com o objetivo de analisar qualitativamente as fases presentes nas amostras, foi utilizado a técnica de análise por difração de raio-x nas amostras. O equipamento utilizado foi o difratômetro de raios-X de marca BRUKER, modelo D8 ADVANCE, dotado de tubo de cobre (Cu), com tensão de 40 kV e corrente de 40 mA, pertencente ao Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) vinculado à Universidade Federal do Rio Grande- FURG.

As seções das amostras foram varridas de forma contínua na banda de 10° a 90° , com passo de $0,05^\circ$ e tempo de 1 s.

3.7 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos aplicados às amostras foram de solubilização e envelhecimento artificial e executados no laboratório de Engenharia Mecânica da FURG.

As soluções poliméricas aquosas utilizadas no tratamento térmico de solubilização foram preparadas a partir do polímero polivinilpirolidona Durquench 90, da marca Durferrit. Duas soluções distintas foram preparadas a partir da diluição desse produto em água, as quais possuíam 10 e 25% de concentração de PVP em volume. Para cada uma das concentrações, foram preparados 5 litros de solução. As concentrações de 10 e 25% foram escolhidas por terem, respectivamente, taxas de resfriamento mais próximas da água e do óleo.

Para a solubilização, cada conjunto de três amostras, identificadas com o mesmo número (grupo 0, grupo 1 e grupo 2), foi colocado em forno previamente aquecido a uma temperatura de 1050°C , permanecendo nessa temperatura pelo tempo de 36 minutos, de acordo com a condição A estabelecida pela ASTM (2000), de forma a dissolver os compostos intermetálicos na matriz austenítica. Por questões de ordem operacional e de instrumentação do forno de aquecimento utilizado, foi estabelecido um patamar de temperatura 10°C acima do valor normatizado para a solubilização. Essa diferença foi adotada como forma de garantir que as amostras alcançassem a temperatura apontada pela norma, sendo importante mencionar que a mesma atribui uma tolerância de $\pm 15^\circ\text{C}$ a esta temperatura. Após decorrido esse

tempo de aquecimento, cada conjunto de amostras foi resfriado em um meio diferente. As amostras do grupo zero foram resfriadas em solução aquosa contendo 10% de PVP, as amostras do grupo um foram resfriadas em água apenas e por fim as amostras do grupo dois foram resfriadas em solução aquosa contendo 25% de PVP.

Para executar os resfriamentos, os diferentes fluidos foram inseridos separadamente antes de cada tratamento térmico, em um volume aproximado de 5 litros cada, em um pequeno tanque contendo uma bomba operando afogada, como mostrado pela figura 15. Esta bomba produz uma velocidade de saída do fluido em seu recalque de 0,7 m/s. A inserção da bomba teve o intuito de aumentar o grau de agitação do fluido. Esse fator, segundo Canale *et al.* (2006), é fundamental para uma melhor homogeneidade no resfriamento e, geralmente resulta em um aumento das taxas de agitação do fluido entre os componentes, aumentando, dessa forma, a severidade do resfriamento. Esse efeito é sentido na superfície metálica das peças assim que resfriadas. Todos os fluidos utilizados como meio de resfriamento estavam em temperatura ambiente de aproximadamente 23°C antes de cada tratamento térmico.

Figura 15 - Tanque e bomba utilizados para resfriamento.



Fonte: Autor, 2021.

Concluída a solubilização, as nove amostras foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento artificial que consistiu em um novo aquecimento, em forno

preaquecido, a uma temperatura de 480 °C e mantidas pelo tempo de uma hora, conforme condição H 900 da ASTM (2000). Decorrido esse tempo, as amostras foram retiradas do forno e resfriadas ao ar.

Outro experimento conduzido foi o tratamento criogênico, no qual a amostra inicial foi imersa em tanque contendo nitrogênio líquido a temperatura de - 196,7 °C, por um tempo de duas horas. Decorrido esse tempo, a amostra foi retirada do tanque para retorno a temperatura ambiente.

4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 Análise química

A tabela 6 exibe o resultado da composição química da amostra inicial do aço 17-4 PH, obtido por espectrometria de emissão óptica, comparando-os aos valores normalizados por ASTM (2000). De maneira geral, os percentuais de cada elemento estão em consonância com os estabelecidos na referida norma, contudo com baixa porcentagem contida de Silício, Fósforo e Enxofre, sendo os últimos deletérios ao aço quando os percentuais em massa são superiores ao especificado (HSIAO *et al.*, 2002).

Tabela 6 - Composição química da amostra inicial (% em massa).

Elemento (% p.)	ASTM A 705 / A 705M	Amostra analisada
Carbono	0,07*	0,05
Manganês	1,00	0,63
Silício	1,00*	0,06
Cromo	15,00 – 17,50	16,87
Níquel	3,00 - 5,00	4,20
Fósforo	0,04*	0,002
Enxofre	0,03*	0,003
Cobre	3,00 – 5,00	3,00
Nióbio	0,15 – 0,45	0,27
Nitrogênio	-	0,018
Outros	-	0,15

* Valores máximos.

Fonte: Autor, 2021.

A partir da composição química do aço, algumas equações podem ser utilizadas para estimar a temperatura de início da transformação martensítica (M_i). Dentre elas, Monkman *et al.* (1957) apresentam uma relação linear entre a composição e a temperatura M_i , descrito pela equação 7:

$$M_i (^{\circ}F) = 2160 - 66 (\%Cr) - 102 (\%Ni) - 2620 (\%C + \%N) \quad (7)$$

Aplicando-se a equação 7 para a composição química da amostra analisada, contida na tabela 6, o valor encontrado para M_i é de aproximadamente 440 °F (227°C). Ainda que os autores desse estudo considerem a equação imprecisa, devido à complexa influência do carbono e do nitrogênio, percebe-se que em temperatura ambiente o material apresenta estrutura martensítica.

Hsiao *et al.* (2002) obtiveram experimentalmente, a partir de amostras de aço inoxidável 17-4 PH, curvas dilatométricas de aquecimento e resfriamento a taxa de 10 °C/s. Como resultado, a temperatura M_i encontrada foi de aproximadamente 105°C. De acordo com os autores do estudo, a diferença entre os valores de M_i obtido experimentalmente e o calculado pela composição química está ligada possivelmente à estabilidade da austenita durante o resfriamento, uma vez que o efeito da adição de cobre não foi considerado na equação. Contudo, M_i ainda se encontra acima da temperatura ambiente.

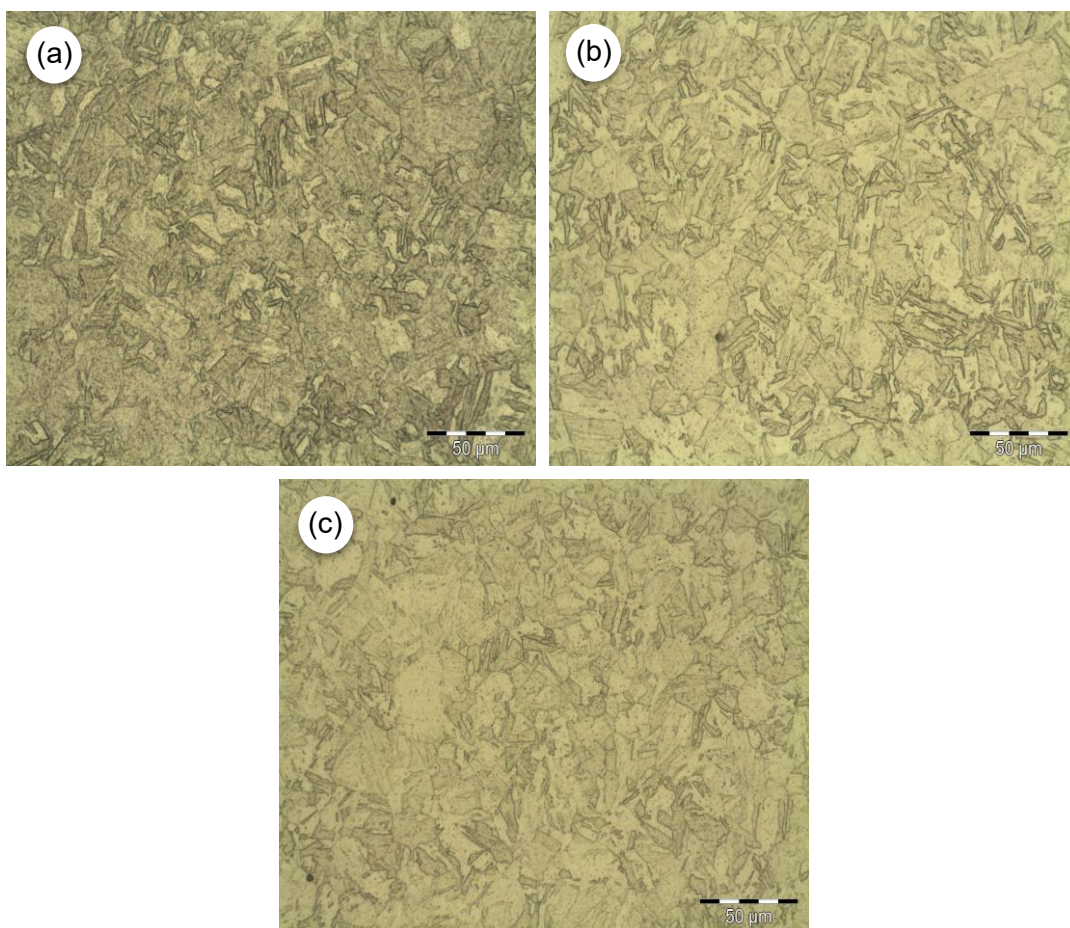
4.2 Análise por microscopia óptica

A figura 16 apresenta as imagens das micrografias das amostras tratadas termicamente por solubilização, com ampliação de 500 vezes e ataque com reagente de Vilela. A morfologia apresentada é de microestrutura essencialmente martensítica, típica dos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação, com presença de intermetálicos. A matriz martensítica junto com a presença de intermetálicos indica a eficiência da solubilização (LEO *et al.*, 2019). Não foi verificada a presença de austenita retida nem de ferrita delta nas amostras. Essas duas condições indicam que um processo preliminar de laminação ocorreu (DAVIES, 1994). A condição preliminar aos processos de fabricação representa um fator de grande importância para os aços inoxidáveis, pois a presença de ferrita delta colabora para a fragilização do material tanto no aspecto das propriedades mecânicas como das metalúrgicas e de corrosão (NAKAGAWA; MIYAZAKI, 1999).

A utilização de diferentes concentrações de polímeros não ocasionou efeito significativo nas microestruturas solubilizadas. Como um dos objetivos deste trabalho

foi a aplicação de têmpera intensiva, através de baixas concentrações de polímero em aço classificado como de alta liga, a ausência de trincas nas amostras representou um fator relevante para este estudo. A correlação dos aspectos microestruturais com os valores de microdureza são relevantes para este estudo. Porém, destaca-se a maior homogeneidade microestrutural junto à superfície das amostras resfriadas em polímero do que a obtida com resfriamento em água. O mecanismo relacionado a este fenômeno relaciona-se ao fato da formação da fase vapor no resfriamento em água, gerando pequeno percentual de ferrita livre em algumas regiões (TOTTEN *et al.*, 1993).

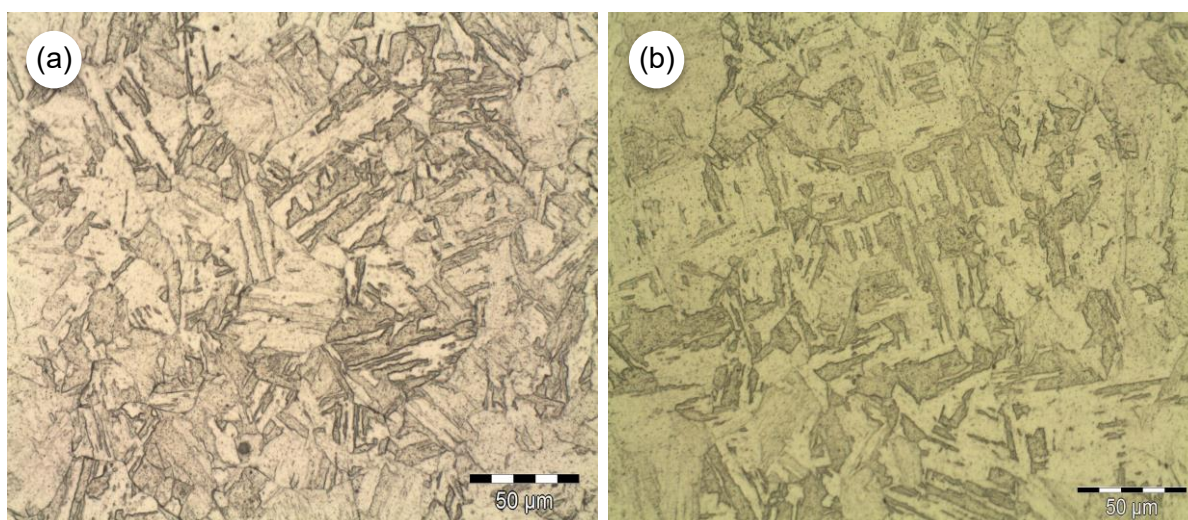
Figura 16 - Micrografias das amostras solubilizadas: (a) em água. (b) em solução polimérica 10%. (c) em solução polimérica 25%. Ataque Vilela.



Fonte: Autor, 2021.

As figuras 17(a) e 17(b) mostram, respectivamente, as microestruturas da amostra inicial e após o tratamento criogênico. Na amostra submetida ao tratamento criogênico, não foram observadas diferenças consideráveis em relação à micrografia da amostra inicial. Essa constatação pode ser justificada devido à análise microestrutural do material conforme recebido, em que foi possível verificar que sua microestrutura já se encontrava totalmente martensítica, não havendo, portanto, nenhuma transformação microestrutural a ser realizada com o tratamento criogênico.

Figura 17 - Micrografias da amostra inicial: (a) material como recebido e (b) após tratamento térmico criogênico.

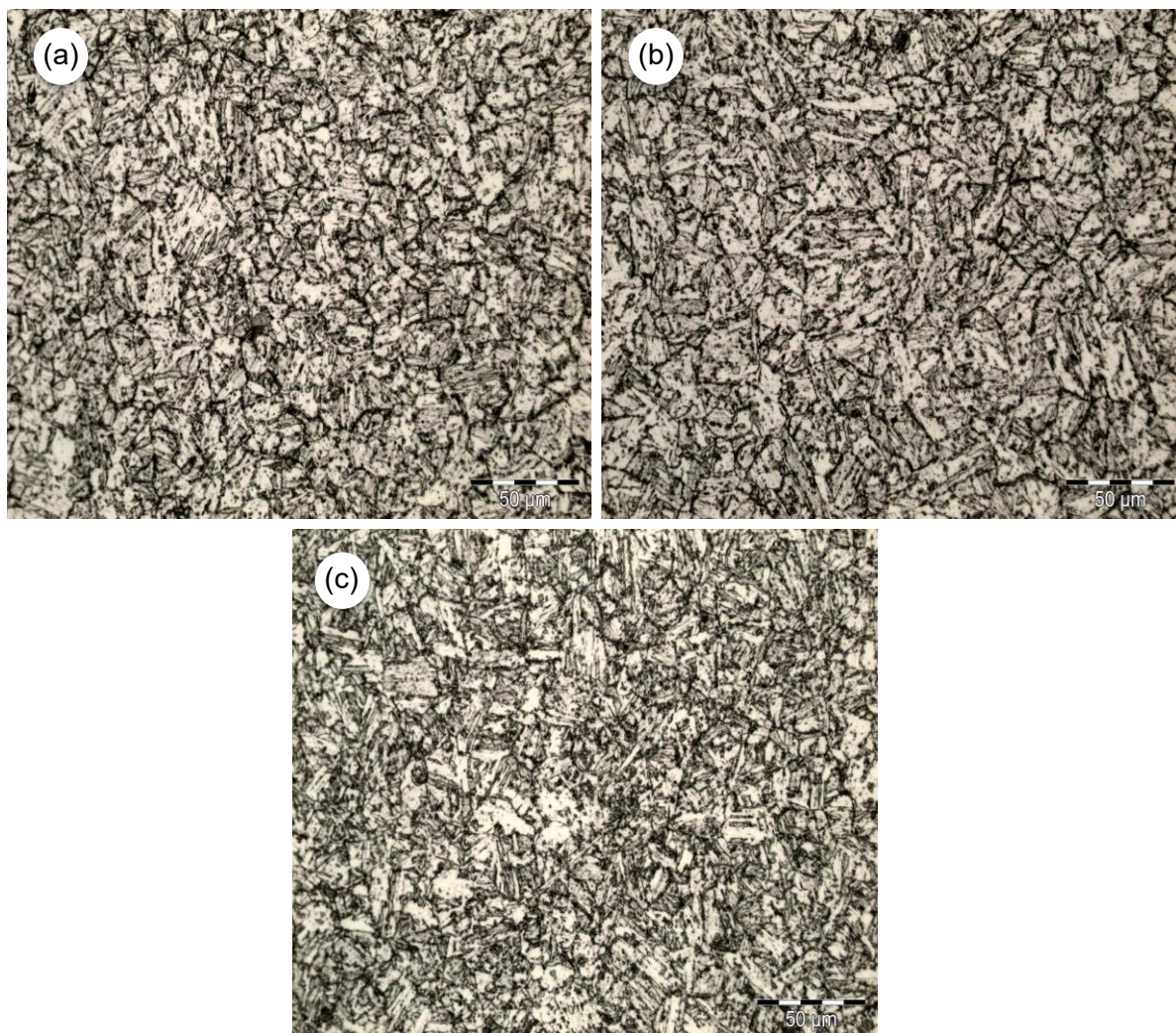


Fonte: Autor, 2021.

A figura 18 mostra as micrografias resultantes do tratamento térmico de envelhecimento artificial realizado nas amostras previamente solubilizadas em cada um dos três diferentes meios de resfriamento utilizados. As microestruturas apresentaram matriz martensítica com maior uniformidade e mais fina em comparação às solubilizadas. Visualmente, as micrografias das amostras envelhecidas revelaram a presença de uma matriz martensítica revenida e homogênea em cada uma das amostras e com similaridade morfológica entre si.

Hsiao *et al.* (2002) observaram que o envelhecimento do aço inoxidável 17-4 PH a 620°C por quatro horas (condição H 1150) apresenta significativas quantidades de austenita reversa. Comparativamente, para o envelhecimento executado neste trabalho não revelou a presença de austenita residual nas amostras.

Figura 18 - Micrografias das amostras envelhecidas artificialmente após solubilização: (a) em água. (b) em solução polimérica 10%. (c) em solução polimérica 25%. Ataque Vilela.



Fonte: Autor, 2021.

4.3 Análise de microdureza

Em razão da dureza dos aços ser uma propriedade bastante sensível à mudança pelos tratamentos térmicos, serão apresentados, nesta seção, os resultados das medições de microdureza para os diferentes tratamentos aplicados ao longo da superfície externa das amostras. Ainda relacionado à medição de microdureza, porém com foco no resultado obtido após as solubilizações realizadas neste trabalho, serão mostrados os resultados ao longo da seção transversal das amostras e seus efeitos no sentido do núcleo das amostras.

4.3.1 Análise da microdureza na superfície

Através da amostra destinada à caracterização inicial, foram realizadas as medições de microdureza superficial do material como recebido e após o tratamento criogênico. Os resultados encontram-se dispostos na tabela 7.

O material de partida apresentou uma microdureza média próxima ao valor máximo de 38 HRC da condição A previsto pela ASTM (2000), apontando para um possível tratamento térmico anterior de solubilização nos parâmetros indicados pela referida norma.

Tabela 7 - Valores de microdureza HV após tratamento criogênico.

Ponto	Distância do centro [mm]	Dureza [HV]
1	7,65	378
2	6,80	358
3	5,95	362
4	5,10	359
5	4,25	364
6	3,40	384
7	2,55	357
8	1,70	353
9	0,85	355
10	0,00	367
Dureza média		364
Desvio padrão		10
Dureza média HRC*		37

* Conversão para a escala Rockwell C segundo ASTM (2013).

Fonte: Autor, 2021

Após a amostra inicial ter sido submetida ao tratamento térmico criogênico, sua microdureza média sofreu um pequeno aumento de 3,7%, conforme mostrado na tabela 7, informação que reforça a constatação obtida na análise microestrutural de que o material de partida possui pouca austenita retida em sua microestrutura e essa ter tido a sua transformação martensítica completada ao final deste tratamento. Em

relação ao desvio padrão obtido, houve uma queda de 37,5% em comparação à amostra inicial em virtude de uma maior uniformidade na microestrutura resultante.

Tabela 8 - Valores de microdureza HV nas amostras após solubilização para as amostras inicial, grupo 0 (10% PVP), grupo 1 (água) e grupo 2 (25% PVP).

Ponto	Distância do centro [mm]	Dureza Inicial [HV]	Dureza Grupo 0* [HV]	Dureza Grupo 1* [HV]	Dureza Grupo 2* [HV]
1	7,65	318	297	360	294
2	6,80	342	299	332	320
3	5,95	365	304	341	319
4	5,10	366	297	330	319
5	4,25	338	316	305	301
6	3,40	349	287	301	294
7	2,55	373	303	296	297
8	1,70	351	283	292	290
9	0,85	347	295	300	302
10	0,00	356	332	285	298
Dureza média		351	301	314	303
Desvio padrão		16	14	25	12
Dureza média HRC**		36	30	32	30

* Valor obtido das medições de apenas uma amostra de cada grupo.

** Conversão para a escala Rockwell C segundo ASTM (2013).

Fonte: Autor, 2021.

Os tratamentos de solubilização utilizando solução aquosa polimérica de PVP com teores de 10% e 25% do aço 17-4 PH, exibidos na tabela 8, indicaram comportamento de microdureza bem semelhantes, tanto no valor de microdureza médio quanto na dispersão dos valores pontuais. Esse resultado encontra relação com a agitação do fluido de resfriamento durante o resfriamento, provocada pela bomba instalada no tanque de resfriamento. Para Canale *et al.* (2006), uma agitação uniforme através dos componentes traz uma maior homogeneidade no resfriamento. Menciona-se também que o aumento das taxas de agitação implica em aumento da severidade do resfriamento, efeito este sentido na superfície dos componentes. Além desses fatores, a solubilização realizada com resfriamento em solução polimérica se

beneficiou de uma das características desse fluido que é a de proporcionar um resfriamento homogêneo em toda a superfície da peça, conforme constatado por Tensi *et al.* (1994).

A solubilização realizada com resfriamento em água (grupo 1) mostrou uma microdureza média levemente acima da obtida nos demais grupos, porém ainda abaixo do patamar máximo de 38 HRC indicado por ASTM (2000) para esse tratamento térmico. Em relação à dispersão dos resultados pontuais, o desvio mais acentuado pode ser explicado pela não homogeneidade nas trocas térmicas ao longo da superfície das amostras resfriadas com água, conforme constatado por Totten (2000).

Tabela 9 - Valores de microdureza HV após envelhecimento artificial para as amostras inicial, grupo 0 (10% PVP), grupo 1 (água) e grupo 2 (25% PVP).

Ponto	Distância do centro [mm]	Dureza Grupo 0* [HV]	Dureza Grupo 1* [HV]	Dureza Grupo 2* [HV]
1	7,65	431	454	425
2	6,80	441	444	445
3	5,95	423	446	435
4	5,10	418	441	426
5	4,25	420	424	415
6	3,40	412	407	409
7	2,55	411	395	409
8	1,70	407	392	416
9	0,85	413	388	403
10	0,00	410	394	408
Dureza média		419	419	419
Desvio padrão		11	26	13
Dureza média HRC**		43	43	43

* Valor médio obtido das medições nas três amostras do grupo.

** Conversão para a escala Rockwell C segundo ASTM (2013).

Fonte: Autor, 2021.

Após o envelhecimento artificial das amostras, a microdureza média medida resultou em valor superior ao mínimo estabelecido por ASTM (2000) para esse tratamento térmico, que é de 40 HRC. Isso indica a provável precipitação de compostos intermetálicos responsáveis pelo endurecimento da liga. A tabela 9 apresenta os resultados para os grupos de amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento artificial. Bressan *et al.* (2007), em pesquisa aplicada ao mesmo material e utilizando parâmetros semelhantes de envelhecimento artificial, porém com resfriamento de solubilização ao ar, obtiveram 425 HV (43 HRC) de microdureza, valor bem próximo ao alcançado neste trabalho. Hsiao *et al.* (2002) avaliaram o efeito da dureza em aço 17-4 PH tratado em diferentes tempos e temperaturas de envelhecimento. O resultado mostra um pico de dureza de aproximadamente 440 HV para envelhecimento na condição H 900 (a mesma aplicada neste trabalho). Entretanto, para tempos entre duas e oito horas de envelhecimento e sob a mesma temperatura, observaram que não há uma diminuição substancial da microdureza.

Na tabela 10, são apresentados de forma resumida os valores médios de microdureza da amostra inicial e após a aplicação dos tratamentos térmicos propostos neste trabalho.

Tabela 10 – Resumo dos valores médios de microdureza antes e após os tratamentos térmicos

Inicial	Criogenia	Solubilização			Envelhecimento		
		Grupo 0	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 0	Grupo 1	Grupo 2
351 HV	364 HV	301 HV	314 HV	303 HV	419 HV	419 HV	419 HV

Fonte: Autor, 2021.

4.3.2 Análise do perfil de microdureza na seção transversal

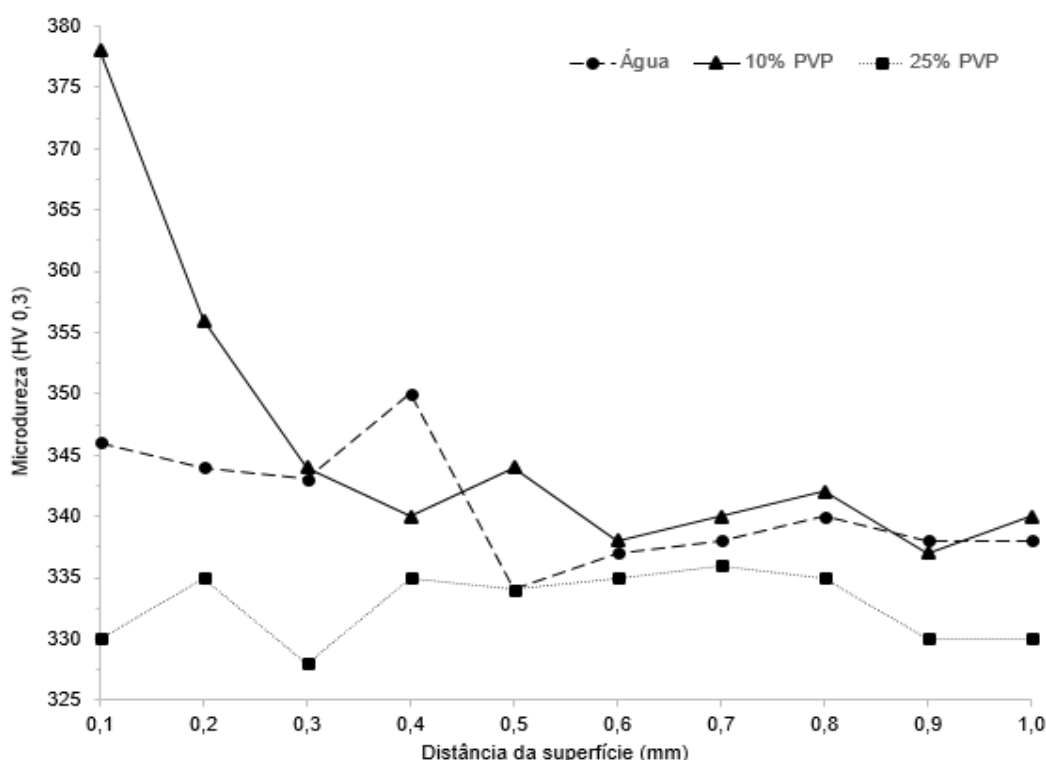
Para a medição e a análise da microdureza ao longo da seção transversal do material tratado termicamente, uma amostra solubilizada de cada um dos três grupos foi seccionada na direção transversal e procedida a medição da microdureza em dez pontos, afastados entre si de 0,1 milímetros, a partir da superfície. Os resultados das medições estão apresentados na tabela 11 e os perfis de microdureza gerados estão representados na figura 19.

Tabela 11 - Valores de microdureza da seção transversal.

Ponto	Distância da superfície [mm]	Dureza Grupo 0 (10% PVP) [HV]	Dureza Grupo 1 (Água) [HV]	Dureza Grupo 2 (25% PVP) [HV]
1	0,1	378	346	330
2	0,2	356	344	335
3	0,3	344	343	328
4	0,4	340	350	335
5	0,5	344	334	334
6	0,6	338	337	335
7	0,7	340	338	336
8	0,8	342	340	335
9	0,9	337	338	330
10	1,0	340	338	330
Dureza média		341	346	333
Desvio padrão		4,8	12,5	2,9

Fonte: Autor, 2021.

Figura 19 - Perfis de microdureza das amostras solubilizadas.



Fonte: Autor, 2021.

Em relação às médias das microdurezas registradas na tabela 11, observa-se resultados próximos quando da utilização de água e solução polimérica com baixa concentração (10%). Por outro lado, em termos absolutos, estabelecendo-se o resfriamento em água como referência, dado que esse é um fluido base dentre todos, o resultado médio no uso de solução 10% PVP ficou 1,4% abaixo, enquanto para o uso da solução com 25% PVP apresentou queda de 3,8%. Apesar da pouca diferença entre os resultados, o comportamento global reflete uma característica importante das soluções poliméricas, conforme concluído por Vieira *et al.* (2019). No estudo, afirmam que a redução da capacidade de arrefecimento das soluções está ligado ao aumento da concentração do PVP, resultando em menores índices de microdureza obtidos.

No tocante às dispersões em torno das médias, os resultados seguem o comportamento semelhante ao registrado na superfície. Verifica-se valores de desvios semelhantes quando do resfriamento com soluções poliméricas e um desvio significativamente alto quando resfriado com água, restando conclusão semelhante à encontrada para a análise na superfície no que se refere à irregularidade da água como meio refrigerante.

Os perfis de microdureza apresentados na figura 19 revelam de forma mais clara as diferenças encontradas na utilização de fluidos com taxas de resfriamento diversas.

A maior concentração de PVP na solução trouxe como resultado uma maior homogeneidade na microdureza no sentido do núcleo. Em contrapartida, os valores absolutos encontrados ao longo da seção foram os menores de todos os três resfriamentos realizados.

O emprego de água como meio refrigerante na solubilização denuncia a grande irregularidade no resfriamento, através da grande dispersão na microdureza resultante, fruto da grande instabilidade do filme de vapor gerado e que colapsa facilmente, conforme apontado por Totten *et al.* (1993).

Por fim, o resfriamento em solução polimérica contendo 10% de PVP, demonstrou uma microdureza superficial alta, seguida de uma grande redução nos valores subsequentes, culminando com uma ligeira estabilidade próximo ao núcleo. Contudo, um importante resultado obtido nesse resfriamento foi a alta microdureza próxima à superfície. Esse índice elevado pode indicar a formação de possíveis tensões compressivas na superfície da peça, revelando um caminho possível de aplicação de têmpera intensiva através da atenuação da etapa de vapor, na combinação de solução polimérica e agitação durante o resfriamento de aços alta liga, como o 17-4PH.

4.4 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

Com o objetivo de complementar a análise micrográfica das amostras após a realização dos tratamentos térmicos, foram coletadas imagens com o auxílio de microscópio eletrônico de varredura, o que possibilitou a verificação de maiores detalhes das microestruturas resultantes. Essas imagens são mostradas nas figuras de 20 a 22.

Observou-se, de maneira geral, que não há indícios de microtrincas nas amostras solubilizadas e envelhecidas. De acordo com Silva (2002), a grande estabilidade da fase vapor no resfriamento em água tende a causar trincas em peças

de aço, fazendo desse fluido um meio de resfriamento excepcionalmente rápido. Por outro lado, Totten *et al.* (1993) afirmam que uma forma de minimizar as tensões residuais é o emprego de agitação durante o resfriamento em água, o que ocasiona a quebra da camada de vapor mais rapidamente. Ainda, Kobasko (2010) mostrou que taxas de resfriamento bem acima daquelas atingidas pelos processos convencionais reduzem de maneira significativa as probabilidades de formação de trincas.

Nesse sentido, a utilização do bombeamento para o aumento da agitação do fluido de arrefecimento, durante as etapas de solubilização realizadas neste trabalho, teve importante contribuição para a ausência de microtrincas nas amostras. Essa constatação aponta para um dos benefícios que se obtém da aplicação de têmpera intensivas em aços, conforme Aronov *et al.* (2002). Da mesma forma, a redução da etapa de vapor durante os resfriamentos mostrou ser uma alternativa diferente e possível de aplicação da técnica de têmpera intensiva.

Assim como observado na microscopia óptica, a morfologia verificada nas imagens das amostras, após os tratamentos térmicos, é de uma microestrutura resultante martensítica. Wu (2003) aponta que para envelhecimentos acima de 600°C ocorre a segregação de elementos estabilizantes da austenita, gerando a ocorrência de austenita reversa na morfologia resultante.

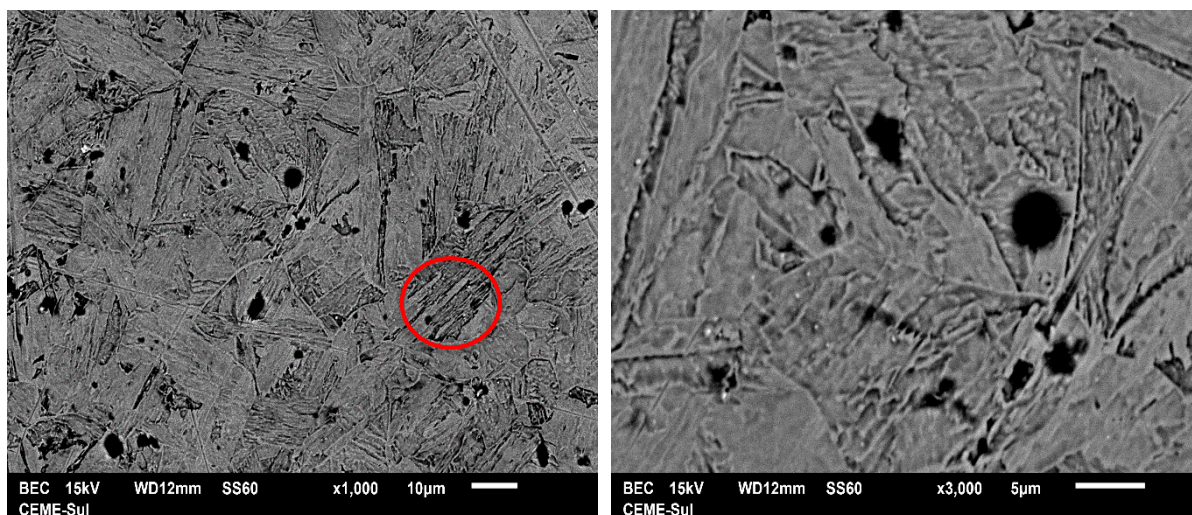
Outra característica que foi possível verificar nas imagens geradas pelo MEV foi a diferença nos resultados microestruturais obtidos com a utilização dos diferentes fluidos de resfriamento.

A micrografia após tratamento térmico de solubilização em água e precipitação na condição H 900, exposta na figura 20, apresenta regiões de altas densidades de ripas de martensita, como exibida pela área destacada pelo círculo. Hsiao *et al.* (2002) observaram em microscópio eletrônico de transmissão, com baixa magnificação, microestrutura semelhante a esta para amostra de aço 17-4 PH solubilizada em água e envelhecida na condição H 900.

No tratamento térmico de solubilização em solução polimérica aquosa com concentração de 10% e precipitação na condição H 900, apresentada na figura 21, houve uma ligeira diminuição nas regiões com altas densidades de ripas de martensita, em comparação ao observado na solubilização em água. Em relação à

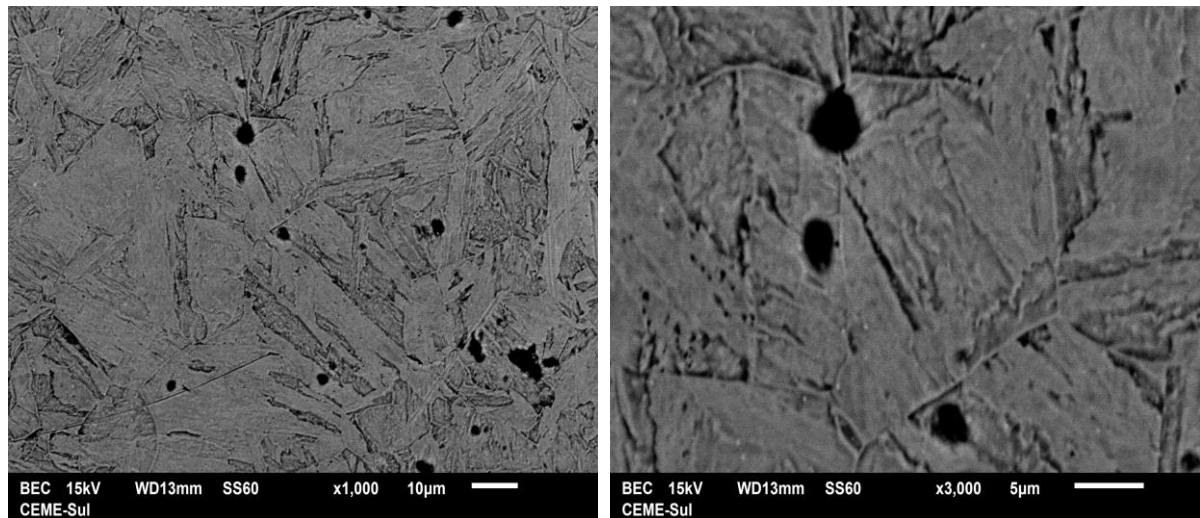
micrografia após tratamento térmico de solubilização em solução 25% PVP e precipitação na condição H 900, exibida na figura 22, o decréscimo dessas regiões foi maior. Essas constatações são reflexo das características das soluções poliméricas nos tratamentos térmicos. Vieira *et al.* (2019) realizaram estudo de têmpera em amostras de aço AISI 4140, utilizando soluções poliméricas em PVP com diferentes concentrações. A partir dos resultados, uma das conclusões foi que “a adição de PVP às soluções eleva a viscosidade cinemática do fluido, reduzindo sua capacidade de arrefecimento, minimizando a formação martensítica e os índices de microdureza”.

Figura 20 – Micrografia após tratamentos térmicos de solubilização em água e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.



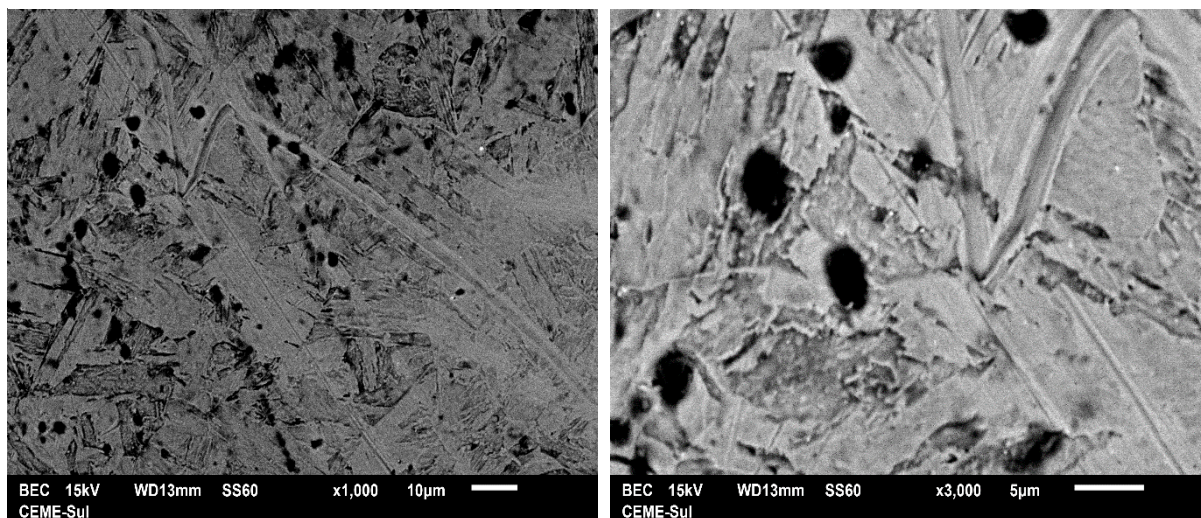
Fonte: Autor, 2021.

Figura 21 - Micrografia após solubilização em solução polimérica 10% e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.



Fonte: Autor, 2021.

Figura 22 - Micrografia após solubilização em solução polimérica 25% e precipitação. À esquerda ampliação de 1000 x. À direita ampliação de 3000 x.



Fonte: Autor, 2021

4.5 Análise por difração de raio-x (DRX)

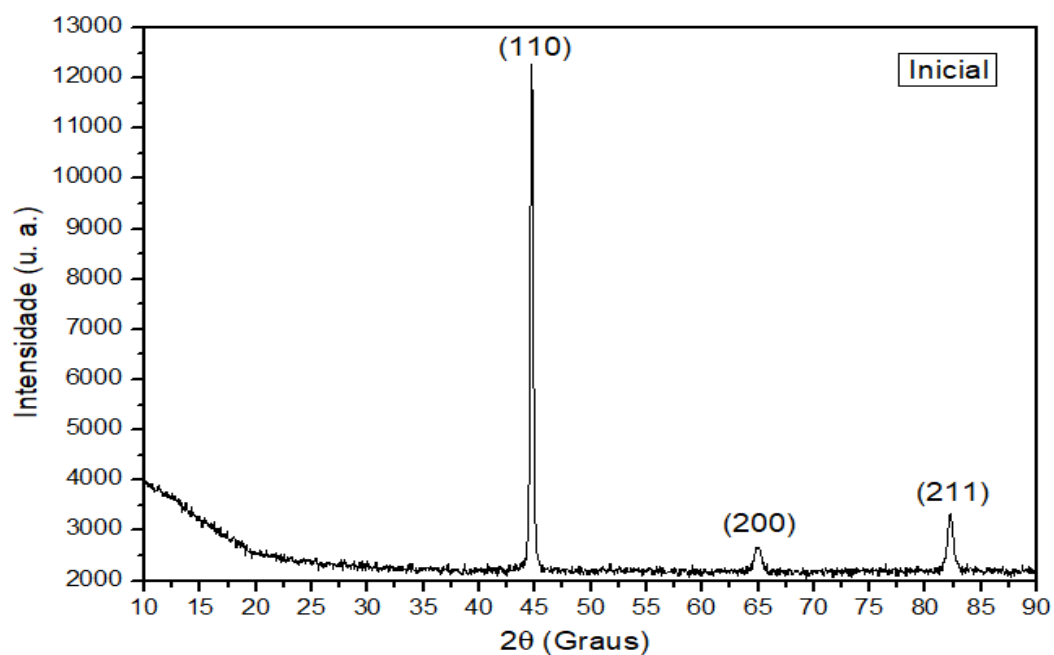
Os difratogramas resultantes das análises por difração de raio-x na amostra inicial e nas demais tratadas termicamente foram gerados com o auxílio do software OriginPro 8.5.0 e apresentados nas figuras de 23 a 27.

A figura 22 mostra o difratograma do material como recebido. Esse espectro assemelha-se aos resultados obtidos por Pinedo *et al.* (2016) e Leo *et al.* (2019), indicando que os três picos marcados são característicos de martensita. Os demais espectros dos materiais tratados termicamente se assemelham ao da amostra inicial na existência dos três picos e nos seus respectivos ângulos 2θ .

Os difratogramas confirmam a ausência de picos relativos à ferrita e à austenita, impossibilitando a existência de quantidades de ferrita e de austenita retida na microestrutura. Também não se detectou a presença de carbonetos nos “picos” obtidos, demonstrando a não degradação do material pela presença de carbonetos junto aos contornos de grão.

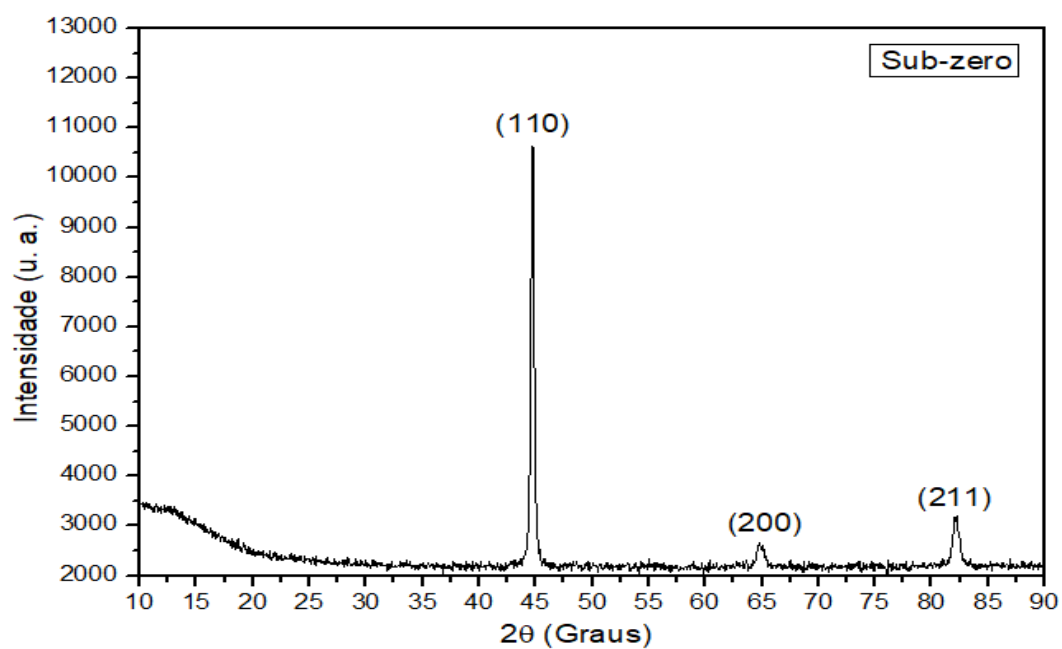
Bhambroo *et al.* (2013) analisaram a evolução da formação da austenita reversa no aço 17-4 PH, quando envelhecida a 580 °C para tempos de quinze minutos a seis horas. Através dos espectros DRX, concluíram que a formação da austenita reversa inicia nos estágios iniciais do envelhecimento, atingindo um pico no tempo de uma hora para um ângulo 2θ de aproximadamente 43,5°.

Figura 23 - Difratoograma DRX de caracterização inicial do aço 17-4PH.



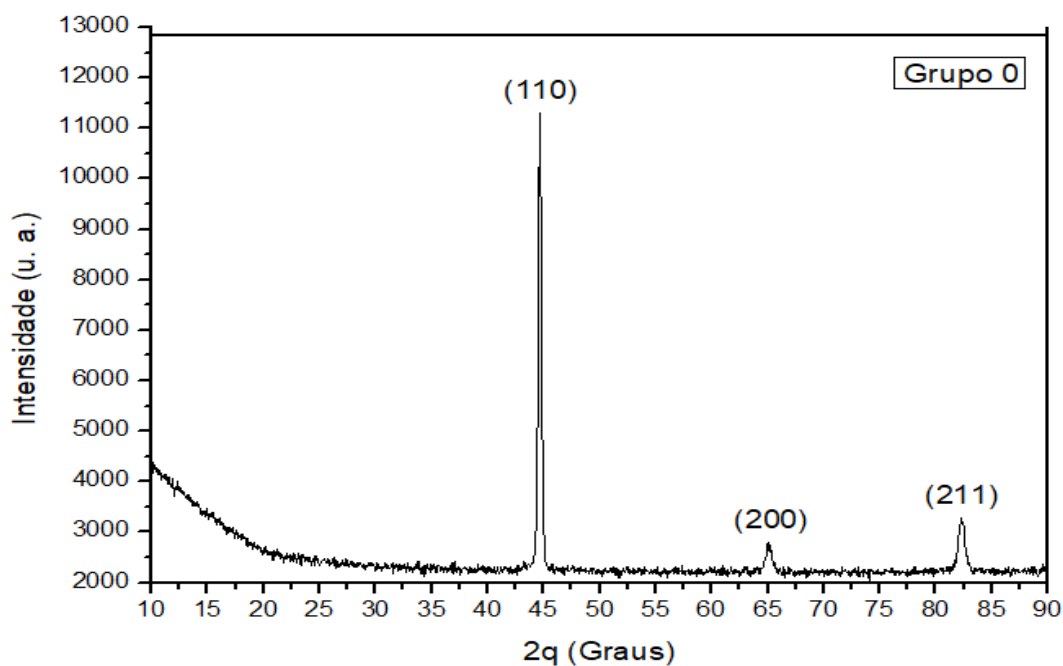
Fonte: Autor, 2021.

Figura 24 - Difratoograma DRX após tratamento subzero.



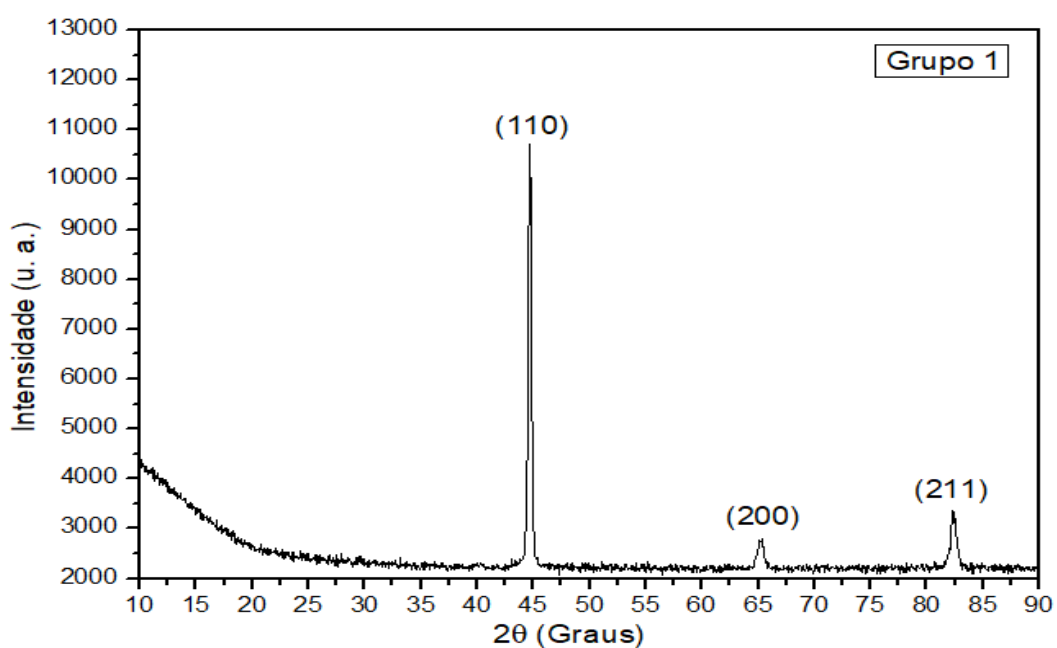
Fonte: Autor, 2021.

Figura 25 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em solução aquosa 10% PVP seguido de precipitação.



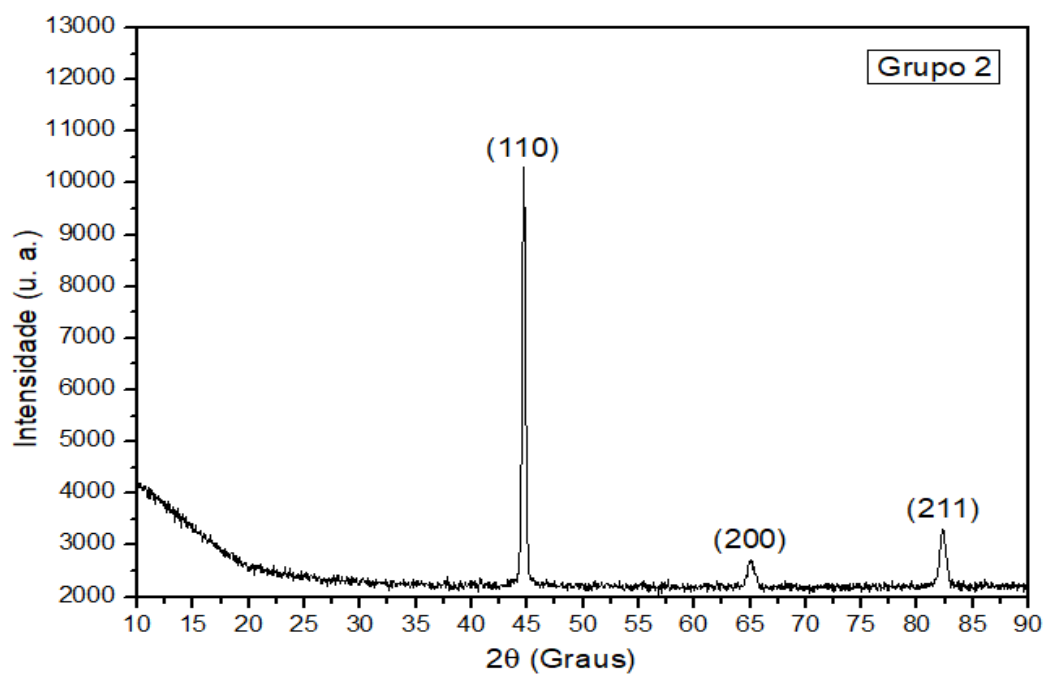
Fonte: Autor, 2021.

Figura 26 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em água seguido de precipitação.



Fonte: Autor, 2021.

Figura 27 - Difratoograma DRX após tratamento térmico de solubilização em solução aquosa 25% PVP seguido de precipitação.



Fonte: Autor, 2021.

5 CONCLUSÕES

Após as análises dos resultados e as discussões conclui-se que:

- A composição química das amostras atende as especificações dos aços inoxidáveis tipo 17-4 PH, não apresentando segregações ou alterações significativas que pudessem ocasionar variações na solubilização e envelhecimento artificial. A partir da composição química, obteve-se o valor teórico do início de transformação martensítica em 227°C.
- As microestruturas resultantes dos meios de resfriamento intensivo (polímeros em baixa concentração) não representaram efeitos significativos na morfologia dos precipitados de cobre, após o envelhecimento. A microestrutura de todas as amostras apresentou matriz martensítica e precipitados homogeneamente distribuídos.
- A aplicação do resfriamento com polímeros minimizou a presença de pontos de baixa microdureza superficial através do aumento da velocidade de resfriamento pela redução da fase vapor nas amostras. A severidade de têmpera em água foi elevada, porém minimizada pela presença da fase vapor. Já para a utilização de 10% em polímero, a fase vapor teve um período mais curto de existência, aumentando em muito a severidade do resfriamento. No aumento da concentração de PVP para 25%, a viscosidade e a espessura do filme polimérico na superfície das peças resultou na menor severidade de resfriamento registrada através das microdurezas. O perfil de microdureza revelou que a amostra resfriada com solução 10% PVP apresentou no ponto mais próximo à superfície, microdureza muito superior à registrada no núcleo, evidenciando a presença de tensões compressivas na superfície da amostra.
- Os difratogramas de DRX apresentaram similaridade com três “picos” característicos de martensita em todas as amostras. Após o envelhecimento e a criogenia, ficou evidenciado a inexistência de austenita retida nas amostras.
- A têmpera intensiva pela via da minimização da fase vapor é uma rota possível para aços alta liga (17-4 PH) e baixa liga, porém com mecanismos diferentes dos obtidos em aços cementados.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar análises mais detalhadas das microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos realizados neste trabalho, através de espectrometria de energia dispersiva (EDS) acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para verificar a presença de precipitados e segregações nas amostras.
- Repetir o procedimento de solubilização utilizado, variando os níveis de agitação dos fluidos de resfriamento utilizados e avaliar os impactos resultantes nas propriedades do aço 17-4PH, especialmente quanto à formação de tensões superficiais compressivas.
- Realizar a medição das tensões residuais após os tratamentos térmicos realizados neste trabalho.
- Repetir as solubilizações do aço 17-4PH com soluções poliméricas, utilizando soluções à base de PAG, nas mesmas concentrações, e comparar com os resultados obtidos como PVP.

7 REFERÊNCIAS

7.1 Referências Nominais

American Society for Metals, **Metals handbook**. 9 ed. Ohio, USA: ASM International, 1981. 4 v. 826 p.

American Society for Metals, **Handbook Heat Treating**. Ohio, USA: ASM International, 1991. 4 v.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E140-12b**: Standard hardness conversion tables for metals relationship among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness. Pensilvânia: ASTM, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM A 705/A 705M**: Standard Specification for Age-Hardening Stainless Steel Forgings. Pensilvânia: ASTM, 2000.

Aronov, M.A.; Kobasko, N. I.; Powell, J. A. **Review of practical applications of intensive quenching methods for steel parts**. In: *Proceedings of The 13th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress*, 2002, Columbus, Ohio, USA. p. 7-10.

Aronov, M. A.; Kobasko, N. I.; Powell, J. A. **Basic principals, properties and metallurgy of intensive quenching**. SAE International Journal of Materials and Manufacturing, Ohio, USA, p. 37-44, 2002a.

Aronov, M.A.; Kobasko, N.I.; Powell, J.A.; Hernández-Morales, J.B. **Correlation between Grossmann H – Factor and Generalized Biot Number BiV**, In: *5th WSEAS Int. Conf. on Heat and Mass transfer (HMT'08)*, 2008, Acapulco, México.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13284**: Preparação de corpos-de-prova para análise metalográfica – Procedimento. Rio de Janeiro: ABNT, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM ISO 6507-1**: Materiais Metálicos – Ensaio de dureza Vickers - Parte 1: Método do ensaio. Rio de Janeiro: ABNT, 2008.

Bhambroo, R.; Roychowdhury, S.; Kain, V.; Raja, V. S. **Effect of reverted austenite on mechanical properties of precipitation hardenable 17-4 stainless steel**. Materials Science and Engineering: A, v. 568, p. 127-133, 2013.

Bressan, J. D.; Daros, D. P.; Sokolowski, A.; Mesquita, R. A.; Barbosa C. A. **Influence of hardness on the wear resistance of 17-4 PH stainless steel evaluated by the pin-on-disc testing**. Journal of materials processing technology, v. 205, n. 1-3, p. 353-359, 2007.

Canale, L. C. F.; Totten, G. E.; Canale, A. C.; **Polímeros de têmpera à base de PAG**. Minerva, São Carlos, v. 3, n. 2, p. 209-214, 2006.

Casteletti, L. C., **Avaliação da resistência ao desgaste de aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação nitretados**, *In: IX Seminário Brasileiro de Aço Inoxidável*, 2008, São Paulo, Brasil.

DAMING, M. **Intensive Quenching method for Preventing Quench Cracking**, *In: 7th International Congress of Heat Treatment and Technology of Surface Coating*, 1990, Moscow, Russia.

Davies, J. R., **ASM Specialty Handbook: Stainless Steels**. ASM International, USA, p. 291-301, 1994.

Fernandes, P.; Prabhu, K.N. **Effect of section size and agitation on heat transfer during quenching of AISI 1040 steel**. Journal of Materials Processing Technology, V. 193, p.1-5, 2007.

GENTIL, Vicente. **Corrosão**. 3^a edição. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S. A., 1996.

Hsiao, C. N.; Chiou, C. S.; Yang, J. R. **Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel**. Materials Chemistry Physics, v. 74, n. 2, p. 134-142, 2002.

Huang, J. Y., Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Beyerlein, I. J., Bourke, M. A., Mitchell, T. E., **Microstruture of cryogenic treatem M2 tool steel materials**, Science and Engineering, V.339, p. 241-244, 2003.

Kobasko, N. I.; Aronov, M. A.; Powell, J. A.; Totten, G. E. **Intensive quenching systems: engineering and design**, Pensilvânia: ASTM International, 2010.

Kobasko, N. I., **Intensive method for thermal hardening of cutting parts for agricultural machines**, Promyshlennaya Teplotekhnika, Vol. 19, n. 1, p. 30–33, 1997.

Kobasko, N. I., Aronov M. A., Powell, J. A., Canale, L. C. F., Totten, G. **Improved production of automotive parts by intensive quench procesing**. La Metallurgia Italiana, p. 1-10, 2006.

Kondratjev, G. M., **Regulyarnyi teplovoy Rezhim (Regular thermal mode)**, Gostekhzizdat, Moscow, 1954.

Lamb, S.; Bringas, J. E., **Practical handbook of stainless steels & nickels alloys**, Ohio: CASTI Publishing Incorporated, 1999.

Leo, P.; D'Ostuni, S.; Perulli, P.; Sastre, M. A. C.; Fernández-Abia, I.; Barreiro, J. **Analysis of microstructure and defects in 17-4 PH stainless steel sample manufactured by selective laser melting**. Procedia Manufacturing, v.41, p. 66-73, 2019.

Lykov, A. V., **Teoriya teploprovodnosti (theory of heat conductivity)**, Vysshaya Shkola, Moscow, 1967.

Mackenzie, D. S., **Selection of oil quenchants for heat treating processes**, International Heat Treatment and Surface Engineering, v. 8, p. 8-14, 2014.

Mariante, G. R., **Efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2**. 1999. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1999.

Mei, P. R.; Costa, A. L. V. **Aços e ligas especiais**. Editora Blucher, 1990.

Monkman, F. C.; Cuff, F. B.; Grant, N. J. **Computation of Ms for stainless steels**. Metal Progress, v. 71, p. 94, 1957.

Nakagawa, H.; Miyazaki, T. **Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel**. Journal of Materials Science, Japan, v. 34, p. 3901-3908, 1999.

Peckner, D.; Bernstein, I. M., **Handbook of stainless steel**, New York : McGraw-Hill, 1977.

Pinedo, C. E.; Larrota, S. I. V.; Nishikawa, A. S.; Dong, H.; Li, X.; Magnabosco, R.; Tschiptschin A. P. **Low temperature active screen plasma nitriding of 17-4 PH stainless steel**, *Surface & Coatings Technology*, 2016, v. 308, p. 189-194.

Ramesh, G.; Prabhu **Effect of polymer concentration on wetting and cooling performance during immersion quenching**, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2016, v. 47, p. 859-881.

Silva, F. J., **Influência do Tratamento Criogênico no Desempenho de Ferramentas de Aço Rápido**. 1999 Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, 1999.

Stratton, P. F., **Optimising nano-carbide precipitation in tool steels**. *Material Science and Engineering*, 2007, v. 449-451, p. 809-812.

Tensi, H. M., Kobasko, N. I., and Morhuniuk, W. S., **Specific features of using intensive methods of quenching for the strengthening part of complex configuration**, *In: International Heat Treating Conference: Equipment and Process*, 1994, Ohio, USA.

Tensi, H. M.; Canale, L. C. F.; Totten, G. E. **The quenching process: an overview of the fundamental physics properties of liquid quenching**. *In: Congresso Anual da ABM*, 2003, Rio de Janeiro, Brasil.

Totten, G. E., **Polymer quenchants for induction heat treating applications: the basics**. *In: 9th International Induction Heat Treating Seminar*, 2000, New York, USA.

Totten, G. E., Liščić, B., Kobasko, N. I., Han S. W., Sun, Y. H., **Advances in polymer quenching technology**. *In: The 1st International Automotive Heat Treating Conference*, 1998, p. 37-44.

Totten, G.E. **Steel Heat Treatment Handbook**. 2 ed. Nova Iorque: CRC Press, 2007.

Totten, G. E.; Tensi, H. M.; Lainer, K. **Performance of vegetable oils as a cooling medium in comparison to a standard mineral oil**. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1999, v. 8, p. 409-416.

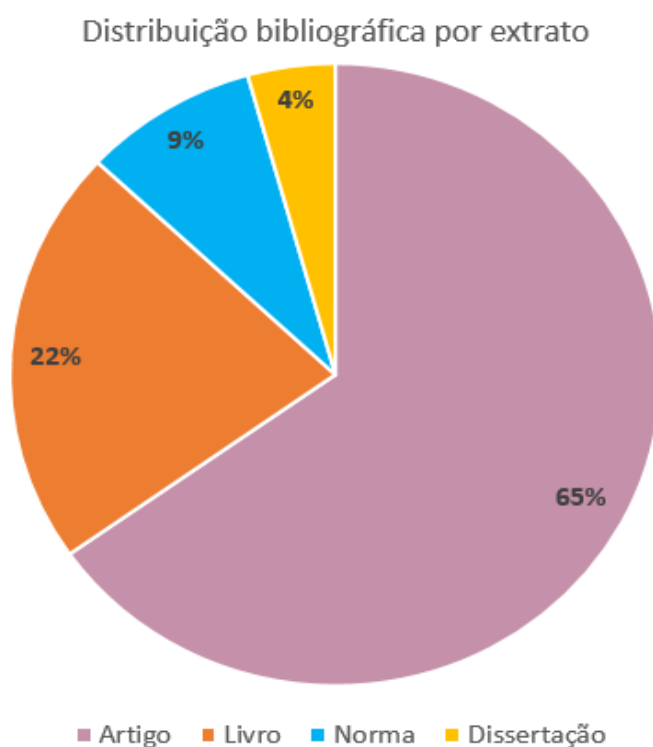
Totten, G.E; Bates, O. E.; Clinto, N. A. **Handbook of quenchants and quenching technology**. Ohio: ASM International, 1993.

Troell, E.; Kristoffersen, H. **Influence of ageing and contamination of polymer quenchants on cooling characteristics**. Berg und Hüttenmännische Monatshefte, 2010, v. 155, p. 114-118.

Vieira, E. R.; Biehl, L. V.; Medeiros, J. L. B.; Silva, A. B.; Silva, M. S. **Efeitos da variação da concentração de solução polimérica aquosa a base de PVP na têmpera de aço AISI 4140**. Matéria, 2019, v. 24, n. 3.

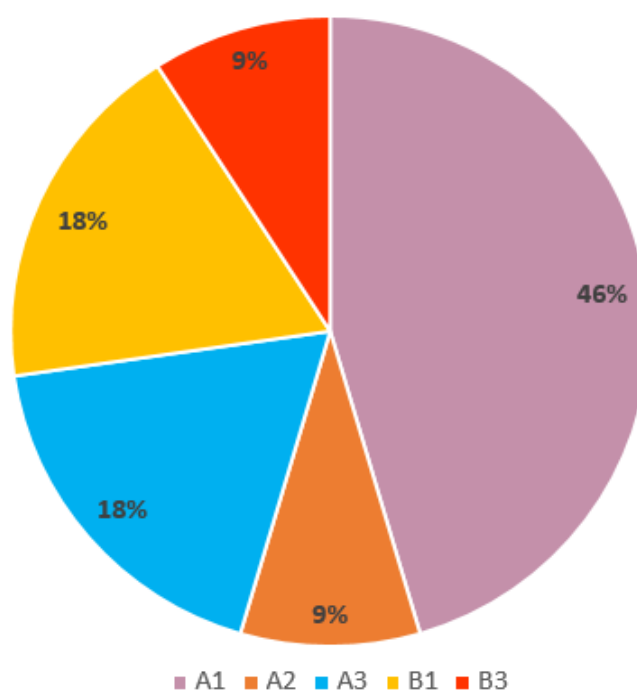
Wu, J.; Lin, C. **High-temperature mechanical properties, fatigue, and fracture behavior of 17-4 PH**. Materials Transactions, 2003, v. 44, v. 4, p. 713-721.

7.2 Referências por extrato



7.3 Referências por Qualis

Distribuição dos artigos por Qualis



7.4 Referências por data dos artigos

Distribuição por data dos artigos

