

FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO

Mestrado Integrado em Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais

## Estudo do Arrefecimento de Aços em Solução Aquosa de Polialquilenoglicol

Autor: Tiago Gomes dos Santos

Orientador: Prof. Dr. Henrique Santos

Data: 30 de Julho de 2009

<i>CANDIDATO</i>	Tiago Gomes dos Santos		<i>Código</i>	030508011
<i>Título</i>	Estudo do Arrefecimento de Aços em Solução Aquosa de Polialquilenoglicol			
<i>DATA</i>	10 de Setembro de 2009			
<i>LOCAL</i>	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - Sala C603- 14:30h			
<i>JÚRI</i>	<i>Presidente</i>	Professor Doutor Manuel Fernando Gonçalves Vieira	DEMM/FEUP	
	<i>Arguente</i>	Professora Doutora Ana Maria Pires Pinto	DEM/EEUM	
	<i>Orientador</i>	Professor Doutor Henrique Manuel Cunha Martins dos Santos	DEMM/FEUP	

## Agradecimentos

Gostaria de deixar aqui os meus mais profundos agradecimentos a todos os que tornaram possível a minha formação.

Em especial à minha família, por todo o apoio, carinho e sacrifícios feitos para que eu pudesse aqui chegar.

À minha namorada que foi amiga e companheira nestes anos, nem sempre fáceis.

Ao professor Doutor Henrique Santos pela dedicação que demonstra nas suas actividades de ensino, assim como pela orientação prestada neste trabalho.

À empresa TRATERME pela proposta do tema desta tese e seu patrocínio.

À empresa A. Jorge Lima LDA, em especial ao Eng. Acácio Lima e o colega Paulo Pereira pela cedência do equipamento para a realização de ensaios não destrutivos.

Aos colegas e amigos da faculdade Andreia, Jorge, Rui, Tito, Ivo, Daniel, Paulo, Inês, Nuno, Virgínia, Natércia e Elsa. Todos foram indispensáveis ao longo do caminho percorrido.

## Índice

Resumo .....	1
Abstract.....	1
1. Introdução .....	2
1.1. Considerações gerais.....	2
1.2. Organização do presente trabalho .....	3
2. Enquadramento teórico .....	3
2.1. O processo de fabrico do aço .....	3
2.2. Aços ao carbono hipoeutectóides .....	4
2.3. Aços ligados .....	4
2.4. Aços Cr-Mo.....	5
i. Aços da série 41xx.....	5
ii. Estrutura.....	5
2.5. Aços ferramenta .....	6
i. Aços ferramenta temperados em óleo. (Tipo O).....	7
2.6. Aço Inoxidável austenítico de fundição .....	9
i. Sensibilização e tratamento de solubilização de aços inoxidáveis austeníticos e duplex .....	10
2.7. A Temperabilidade .....	11
i. Determinação da temperabilidade pelo método de Grossman .....	12
ii. Efeito da composição química na temperabilidade .....	12
iii. Efeito do tamanho de grão austenítico na temperabilidade dos aços .....	13
2.8. A Têmpera .....	13
i. O processo de têmpera .....	13
2.9. Análise da curva de arrefecimento .....	15
2.10. O Meio de arrefecimento .....	17
2.11. Deformação no tratamento térmico de têmpera .....	25
2.12. Testes para avaliação da propensão para distorção e fissuração.....	27
2.12.1. O anel em C (C-Ring) .....	27
2.12.2. Provetes cilíndricos .....	28
3. Procedimento Experimental.....	29

3.1.	Aquisição de curvas de arrefecimento .....	29
3.2.	Estudo do arrefecimento do aço AISI 1045.....	29
3.3.	Ensaio de avaliação da propensão à deformação do aço AISI 4140 (DIN 42CrMo4).....	29
3.4.	Avaliação da propensão à fissuração de aço AISI O1 .....	30
3.5.	Tratamento de Solubilização Aço inoxidável .....	31
4.	Resultados .....	32
4.1.	Aquisição de curvas de arrefecimento em provete de aço inoxidável AISI 304. 32	
i.	Curvas de arrefecimento e respectivas taxas de arrefecimento (dT/dt).....	32
ii.	Cálculo da severidade de têmpera a partir das curvas de arrefecimento....	34
4.2.	Estudo do arrefecimento em aço “CK45” (AISI 1045) .....	35
i.	Curvas de arrefecimento .....	35
ii.	Durezas aço AISI 1045 após têmpera .....	36
iii.	Microestruturas após têmpera .....	38
4.3.	Ensaio de deformação .....	39
i.	Análise térmica do arrefecimento do provete do ensaio de deformação AISI 4140.....	39
ii.	Ensaio de deformação AISI O1 .....	42
4.4.	Tratamento de solubilização de aço inoxidável.....	42
5.	Discussão .....	44
6.	Conclusão .....	50
7.	Referências Bibliográficas .....	51

## **Resumo**

O tema deste trabalho foi proposto pela empresa de tratamentos térmicos TRATERME com sede na MAIA.

A proposta da empresa consistiu no estudo de uma solução de polímeros que pudesse vir a ser implantada na empresa como forma de substituir o óleo no arrefecimento de peças após têmpera em tanque aberto.

Foi seleccionado o THERMISOL 251 da FUCHS (uma solução de polímeros baseada em Polialquilenoglicol).

Foi feita inicialmente uma caracterização da severidade da solução de polímeros a diferentes concentrações (10%, 20% e 30%) e temperaturas (30°C, 45°C e 60°C). Foram realizadas têmperas a provetes cilíndricos de aço AISI 1045 com diâmetros de 10mm e 18mm com aquisição da curva de arrefecimento.

Realizaram-se ensaios de avaliação da propensão à deformação e fissuração em aço AISI 4140 (com aquisição de curva de arrefecimento) e AISI O1.

Foi realizado um tratamento de solubilização ao aço inoxidável CF-5M com arrefecimento realizado em solução de polímeros.

Foram obtidos valores de severidade de têmpera decrescentes com o aumento da temperatura e/ou concentração de soluto no meio de arrefecimento. Verificou-se que o óleo usado actualmente na empresa apesar de originar um arrefecimento lento, possui uma severidade relativamente elevada. Por outro lado o arrefecimento conseguido por este meio revelou-se mais eficaz no que diz respeito à uniformidade de extracção de calor quando comparado com os polímeros. Os ensaios de avaliação da propensão à deformação/fissuração revelaram que aços propensos à fissuração em água podem ser temperados em solução de polímeros, embora apresentem valores de deformação mais elevados que aqueles obtidos com o arrefecimento em óleo.

A solução de polímeros (a 15% e a 30%) revelou-se eficaz no arrefecimento após solubilização do aço inoxidável CF-5M, estando de acordo com o nível aceitável definido na norma ASTM A262 .

## **Abstract**

This work's subject was proposed by the heat treating company TRATERME from Maia.

The company's proposal consisted on the study of an aqueous polymeric solution for replacement of oil as quenching media.

It was selected a polialquileneglicol (PAG) based solution from FUCHS known as THERMISOL251.

The cooling power of the solution was characterized initially by means of the cooling curve obtained by quenching a stainless steel probe in the medium with different concentrations (10%, 20%, and 30%), and different temperatures (30°C, 45°C e 60°C). AISI 1045 steel rods with different diameters (10mm and 18mm) were quenched with cooling curve acquisition.

“C-ring” test probes made with AISI 4140 and AISI O1 were quenched with cooling curve acquisition (AISI 4140) for deformation propensity evaluation.

A solution annealing treatment was made into two cast stainless steel rods of CF-5M followed by cooling on the polymer solution.

The results showed a progressively diminishment of quench severity with the raising concentration and/or temperature of the polymer solution. It was verified that the oil currently used on Traterme produces a slow cooling, but still with a relatively high quench severity. This oil also showed high uniformity of cooling by cooling curve evaluation on C-ring specimens, comparatively with polymeric solutions. C-ring specimens exhibited that steels crack-prone in water can be quenched on polymeric solutions; however the deformation values are higher than those obtained with oil quench.

The structure obtained after solution annealing and polymer solution cooling (at 15% and 30% concentration) of the cast stainless steel was considered acceptable by the screening test described on ASTM A262 standard.

## **1. Introdução**

### **1.1. Considerações gerais**

No âmbito de uma solicitação de um cliente, a TRATERME deu início a um estudo sobre a aplicabilidade da utilização de uma solução aquosa de polímeros como meio de arrefecimento nos tratamentos térmicos de têmpera. O polímero seleccionado pela empresa foi o polialquilenoglicol (PAG) por ser o que à partida permitiria maior flexibilidade no que diz respeito à gama de severidades de têmpera possíveis (variando desde uma severidade próxima da água até à do óleo). A solução aquosa de polímeros seria então utilizada na empresa como alternativa aos arrefecimentos em óleo nas peças que assim o permitissem.

Por solicitação da TRATERME, neste trabalho foi realizado um estudo comparativo entre as soluções de polímeros e o óleo da empresa ao nível das curvas de arrefecimento, deformações em provetes “C-ring” e do arrefecimento após solubilização de aço inoxidável.

## 1.2. Organização do presente trabalho

O presente trabalho possui no capítulo 2 um enquadramento teórico onde são apresentados alguns fundamentos relativos aos materiais utilizados, ao processo de têmpera e às deformações. No capítulo 3 são apresentados os materiais e procedimentos experimentais realizados com vista à aquisição de curvas de arrefecimento, às deformações de provetes C-ring, caracterização microestrutural e de durezas. No capítulo 4 são apresentados os resultados relativos à aquisição de curvas de arrefecimento, microestruturas e durezas de aço AISI 1045 após têmpera em diferentes meios, deformações de aço AISI 4140 e AISI O1, assim como o teste segundo a norma ASTM A262 do arrefecimento após solubilização de um aço inoxidável austenítico de fundição. Os resultados obtidos são discutidos no capítulo 5 e as conclusões são apresentadas no 6.

## 2. Enquadramento teórico

### 2.1. O processo de fabrico do aço

Historicamente o processo de fabrico do aço envolvia a fusão em alto-forno do minério de ferro, coque e cal. No entanto, ao longo dos anos, a fusão em forno eléctrico foi tomando terreno ao alto-forno como principal processo de obtenção de aço. O ferro extraído do alto-forno contém entre 4 a 4,5% de carbono e outras impurezas que fazem deste um metal frágil para a maior parte das aplicações de engenharia. O processo básico de produção de aço por oxidação toma este ferro líquido e sucata reciclada de aço. A redução do teor em carbono para valores entre aproximadamente 0 e 1,5%, é feita pela insuflação de oxigénio através do metal num convertidor para produzir o aço fundido. O forno de arco eléctrico é usado para refundir a sucata de ferro e aço a partir do qual são então aplicados processos secundários de produção, em que por vazamento contínuo obtêm-se produtos tais como *slabs*, *blooms* ou *billets* [1].

As operações de formagem primária, tais como laminagem a quente são aquelas que são aplicadas aos *slabs*, *blooms* e *billets* do vazamento contínuo (e aos lingotes tradicionais). O principal propósito é normalmente atingir grandes variações de forma, mais do que desenvolver as propriedades do aço, embora estas possam ser também alteradas significativamente [1].

O aço pode também ser conformado por fundição. Existem vários processos de fundição disponíveis que divergem quer ao nível do processo de fusão quer ao nível da moldação. Quanto ao processo de fusão, de forma genérica o arco eléctrico e os

fornos de indução são os mais apropriados enquanto que no que diz respeito aos processos de moldação, há uma grande quantidade destes, desde as areias à cera perdida (investment casting) [2].

Existe uma grande variedade de operações de formagem secundárias que são aplicadas para dar ao componente em aço a sua forma e propriedades finais, tais como conformação a frio, maquinação, ligação, revestimento, tratamento térmico, tratamentos superficiais, etc [1].

## **2.2. Aços ao carbono hipoeutectóides**

Uma amostra de aço com 0,4%C aquecida até cerca de 900°C por um tempo suficientemente longo, a sua estrutura será constituída por austenite homogénea. Se este aço for arrefecido lentamente até cerca de 775°C, começará a nuclear homogeneamente nas fronteiras de grão de austenite uma ferrite proeutectóide, até cerca de 50% da amostra estar transformada. O excesso de carbono da ferrite que é formada será rejeitado na interface austenite-ferrite para a austenite remanescente, que se torna mais rica em carbono. Durante este arrefecimento a %C na austenite é enriquecida de 0,4 para 0,8%. A 723°C, se prevalecerem condições próximas do equilíbrio, a restante austenite será convertida em perlite pela reacção eutectóide: austenite -> ferrite + cementite [3]. Na figura 1 está representado o diagrama TAC para o aço AISI 1045, com algumas curvas de arrefecimento sobrepostas. As estruturas após tratamento possíveis são a martensítica, para arrefecimentos rápidos, ferrite + perlite para arrefecimentos lentos (ou recozimentos). Podem-se obter misturas de estruturas para arrefecimentos intermédios tais como perlite + martensite.

## **2.3. Aços ligados**

Embora os aços ao carbono possam ser produzidos numa grande gama de resistências a custo relativamente baixo, as suas propriedades não são sempre adequadas para todas as aplicações de engenharia. Em geral os aços têm as seguintes limitações:

- A sua resistência não ultrapassa os 690 MPa sem significativa perda de tenacidade e ductilidade;
- Não se conseguem obter grandes secções com estrutura integralmente martensítica; não são endurecíveis em profundidade.

- São necessárias taxas de arrefecimento elevadas para endurecer totalmente um aço de médio carbono. Este arrefecimento rápido leva a uma distorção de forma e fissuração do aço tratado termicamente.
- Aço ao carbono têm baixa resistência ao impacto a baixas temperaturas.
- Possuem baixa resistência à corrosão para muitos dos ambientes em aplicações de engenharia
- Oxidam facilmente a temperaturas mais elevadas.

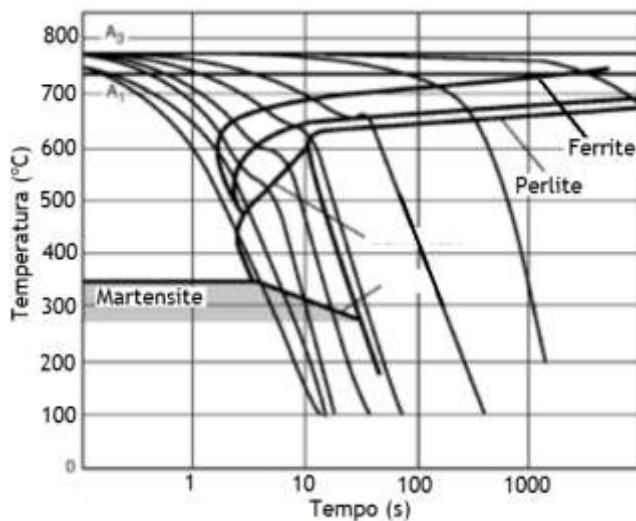


Figura 1 - Diagrama de transformação em arrefecimento contínuo para o aço com 0,45%C sem liga (adaptado de [4]).

Por estas e outras razões, desenvolveram-se os aços ligados, que embora mais caros, são mais económicos para muitas aplicações. Em algumas aplicações as ligas de aço são os únicos materiais que são capazes de atingir os requisitos de engenharia. Os principais elementos de liga são o níquel, cromo, molibdénio, manganês, silício e vanádio [3].

## 2.4. Aços Cr-Mo

### i. Aços da série 41xx

Os aços da série 41xx possuem adições de Cr (entre 0,5 a 0,95%) e de pequenas quantidades de Mo (0,13 a 0,20%) à liga simples de Fe-C. A adição de Cr provoca um aumento da temperabilidade, resistência mecânica e resistência ao desgaste comparativamente a aços com o mesmo teor em carbono. Os aços de baixa liga com Cr e Mo podem ser temperados em óleo devido à sua temperabilidade elevada [3].

### ii. Estrutura

A eficácia do molibdénio em modificar a transformação de fase de um aço 0,4% C, neste tipo de aços, é melhorada pela adição de cromo especialmente se em

quantidades próximas de 0,7%. A temperatura e gama de temperaturas para a transformação austenite-martensite e austenite-bainite é alargada e a temperatura  $B_s$  diminui com a adição de crómio. A temperabilidade da liga aumenta com as adições de crómio e há um maior atraso para o início da transformação austenite-perlite nas ligas Cr-Mo [3].

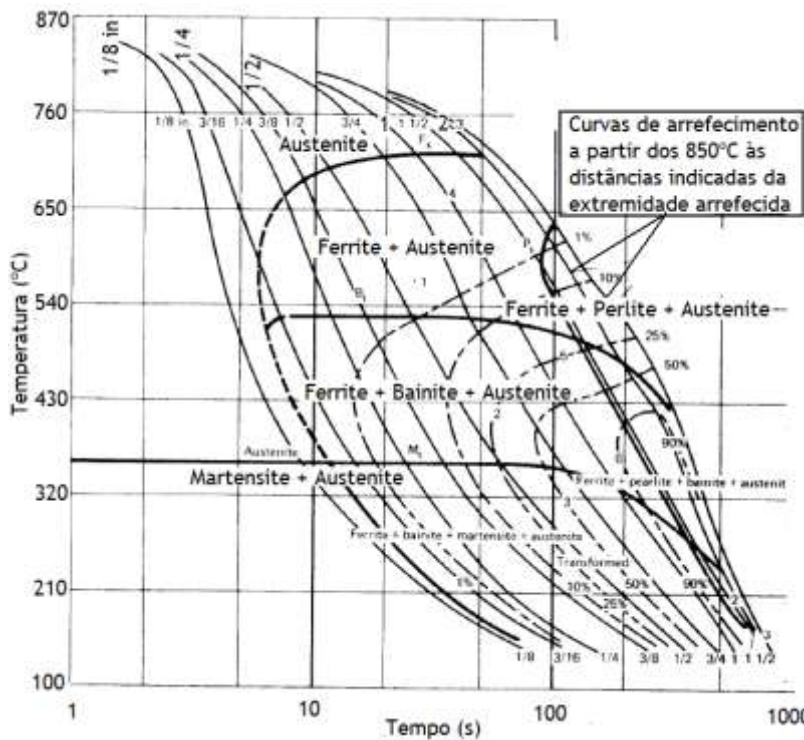


Figura 2 - Diagrama de transformação em arrefecimento contínuo para um aço AISI 4140 com tamanho de grão ASTM 9 (adaptado de [5]).



Figura 3 - Microestrutura de aço AISI 4140 após têmpera em óleo. A estrutura consiste em martensite (adaptado de [3]).

## 2.5. Aços ferramenta

Do ponto de vista de utilização, os aços ferramenta são usados para dar forma aos materiais básicos tais como metais, plásticos e madeira. Do ponto de vista da

composição, os aços ferramenta são ligas de aço ao carbono ou ligados capazes de serem endurecidos e revenidos. Algumas propriedades desejáveis dos aços ferramenta são a elevada resistência ao desgaste, elevada dureza, elevada resistência a quente e resistência suficiente para trabalhar outros materiais. Em alguns casos, a estabilidade dimensional pode ser muito importante. Os aços ferramenta também devem ser de uso económico e serem capazes de ser formados ou maquinados nas formas desejadas para a ferramenta [3].

Uma vez que os requisitos de propriedades são também especiais, os aços ferramenta são normalmente fundidos em fornos eléctricos usando um controlo de qualidade metalúrgico muito apertado. É feito um grande esforço para manter os níveis de porosidade, segregação, impurezas e inclusões não metálicas tão baixas quanto possível [3].

Embora os aços ferramenta sejam uma percentagem pequena do total da produção de aço, estes tem uma posição estratégica em que são usados na produção de outros produtos de aço e materiais de engenharia. Algumas aplicações dos aços ferramenta incluem brocas, moldes para estampagem profunda, lâminas de corte, punções, matrizes de extrusão e ferramentas de corte [3].

#### *i. Aços ferramenta temperados em óleo. (Tipo O)*

Os aços ferramenta para trabalho a frio são muito usados em aplicações de ferramentas onde a resistência ao desgaste e tenacidade são importantes. Os principais grupos de ferramentas de trabalho a frio são os temperáveis em óleo, ao ar, e de elevado carbono elevado cromo [3].

Os aços ferramenta temperáveis em óleo estão entre os mais amplamente usados. As suas propriedades incluem uma elevada dureza após têmpera, elevada temperabilidade a partir de temperaturas de austenitização baixas (austenitização parcial), baixa propensão à fissuração de formas intrincadas e manutenção de um fio de corte afiado para efeitos de corte. Possuem como principais limitações o corte a elevadas velocidades e o trabalho a quente [3].

#### **Tratamento térmico e microestruturas (AISI O1)**

Um dos aços ferramenta mais amplamente usados é o tipo O1 temperável em óleo. O seu elevado teor em manganês, em conjunto com 0,50%Cr e 0,50%W, aumenta a temperabilidade do aço de tal forma que se pode optar por um meio de arrefecimento menos severo que a água. O diagrama de transformação isotérmica

(figura 4) mostra que se podem usar taxas de arrefecimento mais lentas para se produzir martensite quando comparado com outros aços [3].

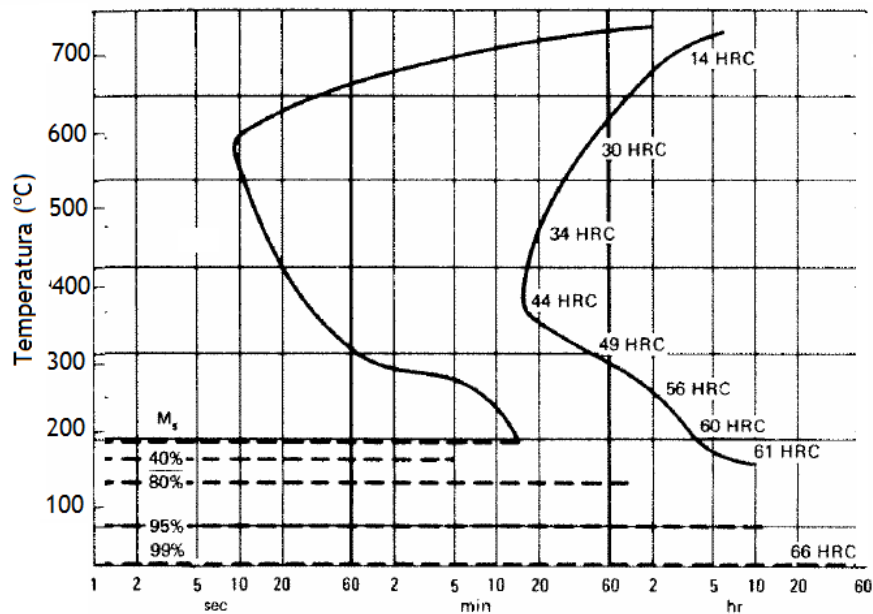


Figura 4 - Diagrama de transformação isotérmica para o aço AISI O1 [3].

O aço ferramenta tipo O1 na condição recozida é constituído por ferrite e partículas de carboneto esferoidizadas (figura 5). Muitos dos carbonetos são dissolvidos durante a austenitização a 815°C, mas uma pequena quantidade permanece por dissolver. Após têmpera em óleo a estrutura é constituída por martensite não revenida, carbonetos não dissolvidos, eventualmente bainite e austenite residual (figura 6)[3].

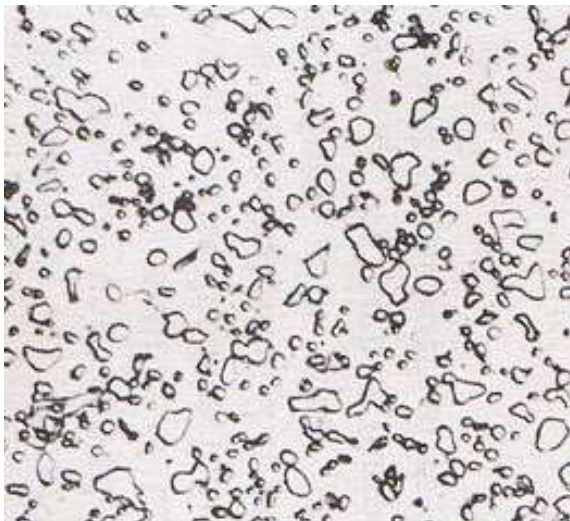


Figura 5 - AISI O1 no estado de recozimento total. A microestrutura apresenta-se sob a forma de carbonetos esferoidizados (1270X) [3].

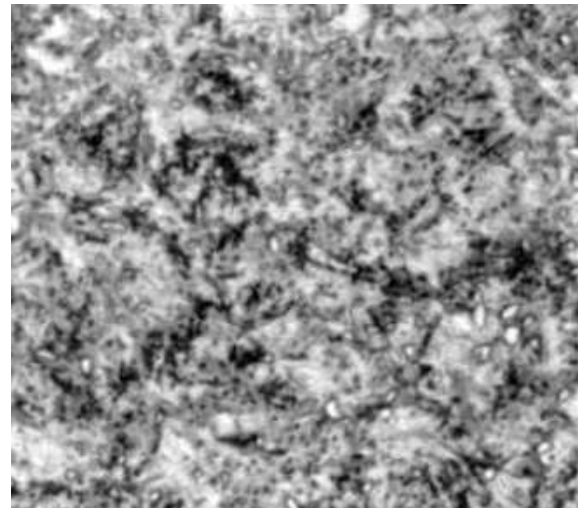


Figura 6 - AISI O1 após têmpera em óleo a partir da temperatura de 815°C. Microestrutura constituída por carbonetos não dissolvidos numa matriz de martensite (1270X) [3].

## 2.6. Aço Inoxidável austenítico de fundição

Os aços inoxidáveis de fundição são amplamente utilizados pela sua resistência à corrosão em meio aquoso à temperatura ambiente e para serviço na presença de gases e líquidos a quente. O principal elemento de liga é o Cr que está presente numa quantidade superior a 10% (dependendo da origem da informação, este valor oscila entre os 10 e os 12%).

Os aços inoxidáveis vazados podem ser classificados com base na microestrutura. As estruturas podem ser austenítica, ferrítica, martensítica, ou duplex (ferrite+austenite). O crómio (promotor da ferrite e martensite), o níquel e carbono (promotor da austenite) são particularmente importantes no controlo da microestrutura. No geral, aços ligados ao crómio são martensíticos ou ferríticos, os Cr-Ni são duplex ou austeníticos e os Ni-Cr são totalmente austeníticos.

Os aços inoxidáveis austeníticos vazados normalmente possuem entre 5 a 20% de ferrite distribuída em ilhas ao longo da matriz, dependendo do teor em níquel, crómio e carbono. A presença de ferrite nos aços austeníticos é benéfica, pois os aços inoxidáveis totalmente austeníticos são susceptíveis à fissuração a quente [6].

A presença de ferrite aumenta a soldabilidade dos aços inoxidáveis austeníticos por diminuir a susceptibilidade à fissuração. No entanto, nem sempre a presença de ferrite é benéfica nos aços austeníticos. Algumas soluções atacam a ferrite, enquanto que outras atacam a austenite. A resistência à corrosão pode ser aumentada ou diminuída pela presença da ferrite dependendo da composição química da liga, do tratamento térmico, e das condições de serviço.

O controlo da quantidade de ferrite presente no aço pode ser efectuado a partir do balanço dos elementos químicos formadores de uma e outra fase. O diagrama de Schoefer (figura 7) permite prever a quantidade de ferrite formada a partir do rácio de  $Cr_e/Ni_e$  (crómio equivalente/níquel equivalente) obtidos a partir de:

$$Cr_e = \%Cr + 1,5 (\%Si) + 1,4 (\%Mo) + \%Nb - 4,99 \quad (1)$$

$$Ni_e = \%Ni + 30 (\%C) + 0,5 (\%Mn) + 26 (\%N - 0,02) + 2,77 \quad (2)$$

O diagrama de Schoefer deriva do diagrama de Schaffler para o material de solda em aço inoxidável austenítico.

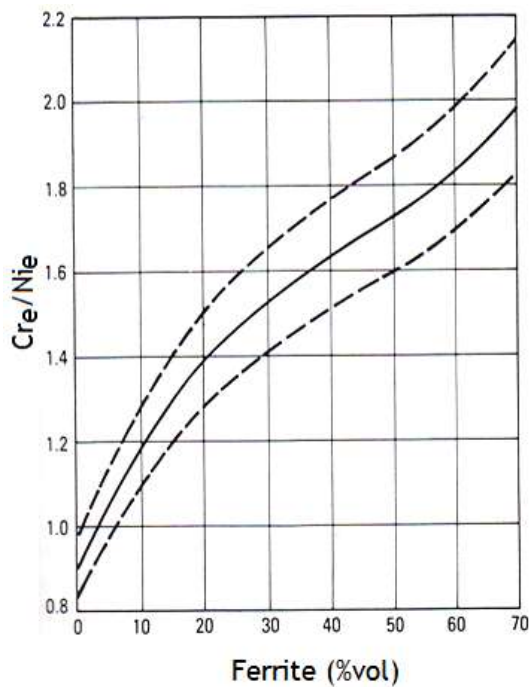


Figura 7 - Diagrama de Schoefer para estimar o conteúdo de ferrite num fundido. As linhas a tracejado delimitam o intervalo de incerteza da análise química dos elementos individuais. (Retirado de [6])

Para a sua correcta utilização é requerido que todos os elementos estabilizadores da ferrite sejam convertidos num valor de crómio equivalente, enquanto que todos os elementos estabilizadores da austenite sejam convertidos num valor de níquel equivalente.

*i. Sensibilização e tratamento de solubilização de aços inoxidáveis austeníticos e duplex*

Quando os aços austeníticos e duplex são aquecidos ou arrefecidos lentamente numa gama de temperaturas entre os 425 e 870°C, formam-se carbonetos ricos em crómio nas fronteiras de grão das ligas austeníticas e nas interfaces austenite-ferrite nas ligas duplex. Estes carbonetos empobrecem a matriz em crómio, diminuindo assim a resistência à corrosão da liga. Em pequenas quantidades, este empobrecimento pode levar à corrosão por picadas. No entanto, quando a exposição a temperaturas elevadas é prolongada, formam-se zonas extensas empobrecidas em crómio que podem levar à desintegração intergranular da liga em certos ambientes. Uma liga nestas condições é dita estar sensibilizada, uma situação que é mais pronunciada em ligas austeníticas. Nas estruturas austeníticas, os carbonetos complexos de crómio precipitam preferencialmente ao longo das fronteiras de grão [6].

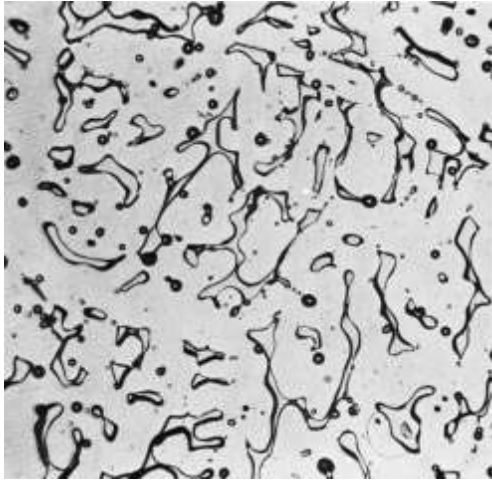


Figura 8 - Microestrutura austenite-ferrite (ácido oxálico 15V, 250X). Observa-se uma matriz austenítica a rodear ilhas de ferrite. Estrutura típica do estado solubilizado (Retirado de [7]).

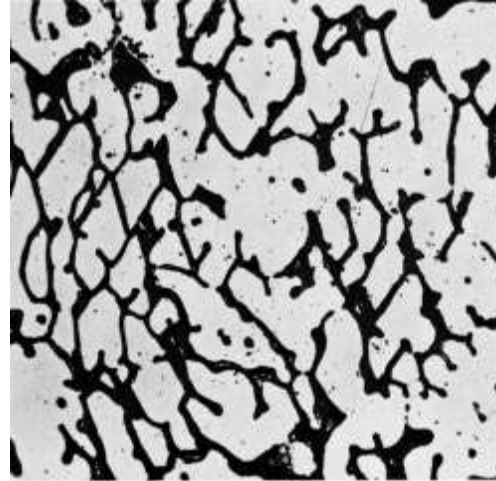


Figura 9 - Vales interdendríticos. (ácido oxálico 15V, 250X). Observa-se uma rede contínua de vales escavados. Segundo a norma ASTM A262 ([7]), isto pode significar que o aço em questão está sensibilizado, sendo indicados ensaios do tipo perda de massa para verificar a aceitabilidade do material (adaptado de [7])

O tratamento de solubilização dos aços inoxidáveis austeníticos e duplex torna estes aços menos susceptíveis ao ataque intergranular, ao assegurar a completa solubilização do cromo na matriz. As temperaturas de solubilização variam entre os 1040 e os 1200°C, assegurando a completa dissolução dos carbonetos e fases, tais como a  $\sigma$  e  $\chi$ , que por vezes se formam em aços inoxidáveis altamente ligados.

Os procedimentos de solubilização para todas as ligas austeníticas requerem o aquecimento até à temperatura de solubilização, manutenção durante um certo tempo para se completar a solubilização dos carbonetos, seguido de arrefecimento rápido, especialmente na gama de temperaturas entre os 870 a 540°C para prevenção de nova formação de carbonetos. O arrefecimento em água a partir da temperatura de solubilização, normalmente completa o tratamento [6].

## 2.7. A Temperabilidade

A temperabilidade de um aço é definida como a propriedade que determina a profundidade e distribuição de dureza induzida por têmpera. A temperabilidade é uma característica de um aço e é determinada principalmente a partir da composição química e do tamanho de grão austenítico [8].

*i. Determinação da temperabilidade pelo método de Grossman*

Nos estudos iniciais de Grossmann, a determinação da temperabilidade de um aço era feita pelo endurecimento por têmpera de uma série de barras cilíndricas de diferentes diâmetros, num meio de têmpera particular. Após observação metalográfica, a barra com 50% de martensite no seu centro é seleccionada como a barra com o diâmetro crítico,  $D_0$ . Assim o diâmetro crítico é o diâmetro da maior barra com um núcleo endurecido na secção transversal após arrefecimento num dado meio [9].

O diâmetro crítico de uma barra de aço temperável depende, para além da sua estrutura e composição, do meio em que é temperada. A taxa à qual o aço é arrefecido a partir da temperatura de austenitização afectará o valor do diâmetro crítico da barra. De forma a eliminar a variável da taxa de arrefecimento, todas as medidas de temperabilidade são referidas como uma têmpera ideal. A têmpera ideal é obtida com um meio de arrefecimento hipotético, em que se assume que a superfície da barra temperada será arrefecida instantaneamente para a temperatura do meio arrefecedor. O diâmetro crítico de aço quando usada a têmpera ideal é o diâmetro ideal  $D_i$ . Este trabalho inicial permitiu a obtenção de relações entre o tamanho de grão inicial, o teor em carbono e a composição química dos aços que podem ser usadas hoje para de uma forma rápida calcular o maior diâmetro temperável dum aço.

Embora não exista têmpera ideal, pode contudo, ser feita uma comparação entre a têmpera ideal e os meios de têmpera comuns, como a água, óleo, ou sais. As intensidades do arrefecimento de diferentes meios são referidas com números  $H$ , que representam coeficientes de severidade do meio de arrefecimento; ao meio de arrefecimento ideal é atribuído o valor de infinito [9].

*ii. Efeito da composição química na temperabilidade*

A composição química tem uma grande influência na temperabilidade de um aço. A concentração de carbono de um aço influencia a sua temperabilidade e a dureza após têmpera. Um teor em carbono até 0,5% provoca um aumento da temperabilidade. Teores em carbono superiores farão com que o  $M_f$  se situe abaixo da temperatura ambiente levando ao aumento da fracção de austenite residual.

Os elementos de liga têm grande influência no tempo necessário para o início e fim de transformação austenítica. O efeito dos elementos de liga no aumento da temperabilidade pode variar significativamente com o conteúdo em carbono e composição base. Podem-se indicar por ordem decrescente de potencial para aumento da temperabilidade os elementos vanádio, molibdénio, crómio, manganês,

silício, cobre e níquel. O crómio provoca o aumento do tempo de incubação necessário à transformação da austenite ao mesmo tempo que provoca um endurecimento por solução sólida. Assim para um aço com maior teor em crómio poder-se-ão utilizar arrefecimentos mais lentos para a obtenção de uma estrutura integralmente martensítica.

*iii. Efeito do tamanho de grão austenítico na temperabilidade dos aços*

O efeito do tamanho de grão austenítico na temperabilidade dos aços é explicado pela nucleação heterogénea de perlite nas fronteiras de grão austeníticas. Durante a transformação da austenite em perlite, a perlite nucleia preferencialmente nas fronteiras de grão da austenite. Assim, quanto mais pequeno o tamanho de grão do aço, menor será a sua temperabilidade [3].

## **2.8. A Têmpera**

A têmpera refere-se ao processo de arrefecimento dos aços a partir da temperatura de austenitização ou de solubilização, tipicamente na gama dos 815 a 870 °C com o objectivo de produzir um aumento de resistência do material. O endurecimento por têmpera é um processo comum para produzir componentes em aço com elevada resistência, dureza e resistência ao desgaste. Embora esta seja uma parte importante do processamento dos aços, é também uma das principais causadoras da rejeição de componentes que precisam de retrabalho. A distorção, fissuração, atingir a distribuição microestrutural desejada e tensões residuais são considerados os problemas mais importantes da têmpera [10].

*i. O processo de têmpera*

A taxa de extracção de calor pelo meio de têmpera e a forma como é usado afecta substancialmente o desempenho do processo de têmpera. As variações nas práticas de têmpera resultaram na atribuição de nomes específicos a algumas técnicas de têmpera:

Têmpera directa

Têmpera temporizada

Têmpera selectiva

Têmpera por spray

Têmpera por nevoeiro

Têmpera interrompida

A têmpera directa refere-se ao arrefecimento directamente a partir da temperatura de austenitização e é de longe o mais amplamente usado na prática. O termo

têmpera directa é usado para diferenciar este tipo de ciclo das práticas mais indirectas em que o arrefecimento é interrompido [10].

A têmpera temporizada é usada quando a taxa de arrefecimento do componente precisa de ser abruptamente alterada durante o ciclo térmico. A mudança na taxa de arrefecimento pode consistir quer num aumento quer numa diminuição na taxa de arrefecimento dependendo do que for necessário para os resultados desejados. A prática usual é a de baixar a temperatura do componente num meio com características elevadas de remoção de calor (por exemplo água) até que a temperatura deste esteja abaixo do nariz da curva TTT. Nesta altura o componente é transferido para um segundo meio (por exemplo óleo), para que este arrefeça lentamente através da gama de transformação martensítica. Em algumas aplicações, o segundo meio pode ser ar ou um gás inerte. Este tipo de têmpera é normalmente usado para a minimização de fissuração, distorção e alterações dimensionais [10].

A têmpera interrompida refere-se ao arrefecimento rápido do metal a partir de uma temperatura de austenitização para um ponto acima de  $M_s$  onde é mantido por um período de tempo especificado, seguido de arrefecimento ao ar. Existem três tipos de têmpera interrompida, austêmpera, martêmpera, e têmpera isotérmica.

A austêmpera consiste no arrefecimento rápido do metal a partir da temperatura de austenitização para uma temperatura entre os 230 a 400°C (dependendo das características de transformação do aço em particular), mantendo a uma temperatura constante para permitir a transformação isotérmica, seguida por arrefecimento ao ar. A austêmpera é aplicável a muitos aços ligados de médio carbono. Os sais fundidos são normalmente os mais práticos para aplicações de austêmpera. Foram desenvolvidos óleos que são satisfatórios em alguns casos, mas os sais fundidos possuem melhores propriedades de transferência de calor e eliminam o risco de incêndio.

A martêmpera é semelhante à austêmpera em que o componente é arrefecido rapidamente a partir de uma gama de austenitização para um banho agitado mantido próximo mas acima da temperatura  $M_s$ . Ela difere da austêmpera pois o componente mantém a temperatura apenas durante o tempo necessário para se obter uma uniformização da temperatura ao longo da peça. Quando a temperatura homogeneizar no componente, mas antes do início da transformação, este é retirado do banho de sais e arrefecido ao ar até à temperatura ambiente. Se a taxa de arrefecimento for muito elevada, os aços com elevada temperabilidade são susceptíveis à fissuração durante a formação de martensite. A martêmpera não remove a necessidade de revenido subsequente, pois a estrutura do metal é essencialmente a mesma que se forma durante a têmpera directa.

A têmpera isotérmica é semelhante à austêmpera no sentido em que o aço é rapidamente arrefecido através da gama de formação da ferrite e perlite para uma temperatura imediatamente acima da temperatura  $M_s$ . Contudo, a têmpera isotérmica difere da austêmpera na medida em que são aplicados dois banhos. Após o primeiro arrefecimento, e depois da transformação ter tempo para começar, a peça é transferida para um segundo banho a uma temperatura algo superior onde é isotermicamente transformada, seguido de arrefecimento ao ar.

## 2.9. Análise da curva de arrefecimento

A avaliação do desempenho de uma têmpera a partir da análise da curva de arrefecimento é cada vez mais popular e é talvez o método mais informativo de caracterizar um meio de têmpera. As curvas de arrefecimento são obtidas pela têmpera do componente de teste contendo um ou mais termopares numa amostra de teste do fluido, ou no banho de têmpera industrial. O provete para aquisição da curva pode ser construído a partir da liga de interesse, de aços inoxidáveis ou em ligas de níquel tais como inconel. O uso de aço inoxidável ou de liga de níquel reduz ou elimina a necessidade de atmosferas protectoras durante o tratamento de solubilização [10].

Nas curvas temperatura-tempo são geralmente considerados três estágios de remoção de calor, referidos como A, B, e C associados ao arrefecimento em líquidos. Uma curva temperatura-tempo de arrefecimento ilustrando estes três estágios é apresentada na figura 10. A curva foi obtida com um provete de aço inoxidável, cilíndrico com 25 mm de diâmetro, aquecido a 845°C e arrefecida em água a 90°C com alguma agitação [11].

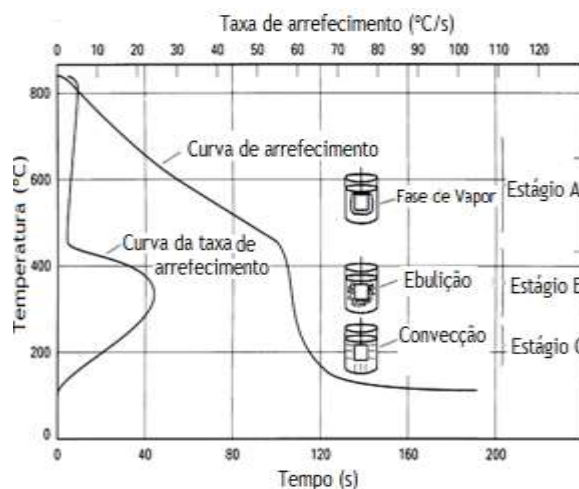


Figura 10 - Curva de arrefecimento e de taxa de transferência de calor de um provete com 25 mm de diâmetro arrefecida em água a 90°C com alguma agitação [11].

A transferência de calor durante a têmpera ocorre via todos os mecanismos de transferência de calor possíveis. Basicamente o calor é removido da superfície da amostra por transferência

convectiva e por radiação para o meio, o que dá origem a gradientes térmicos que levam à condução de calor no interior do componente [8].

O primeiro estágio do arrefecimento, referido como estágio A, é caracterizado por uma bolsa de vapor de meio de t mpera   volta da pe a. O est gio A   tamb m chamado por fase de vapor e   caracterizado por um fen meno de Leidenfrost (barreira de vapor). A barreira de vapor desenvolve-se e   mantida enquanto o fornecimento de calor a partir do interior da pe a exceder a quantidade de calor necess ria para evaporar o meio e manter a bolsa gasosa em volta da pe a. Durante este per odo a taxa de arrefecimento obtida   relativamente lenta, uma vez que o vapor actua como um isolador e a transfer ncia de calor d -se principalmente por radia o atrav s do filme gasoso. A temperatura acima da qual o filme de vapor   mantido   chamada a temperatura de Leidenfrost e   independente da temperatura inicial do metal a ser temperado [10].

Este primeiro est gio de arrefecimento n o est  normalmente presente em partes temperadas em solu es aquosas contendo mais do que 5% de material i nico tal como cloreto de pot ssio, cloreto de l tio, hidr xido de s dio, ou  cido sulf rico. As curvas de arrefecimento para estas solu es iniciam imediatamente com o est gio B. A presen a de sais junto da superf cie do metal inicia a nuclea o de bolhas (ebuli o na superf cie do metal) quase que imediatamente. Em meios de arrefecimento n o vol teis tais como sais fundidos esta fase tamb m   suprimida, ao contr rio da transfer ncia de calor em meios gasosos que se d  apenas por um mecanismo id ntico ao da fase de vapor [11].

No est gio B atingem-se as taxas de arrefecimento mais elevadas, sendo este est gio conhecido pela ebuli o do meio (nuclea o de bolhas na superf cie do material). Durante este per odo, o envelope de vapor em redor da pe a colapsa, e s o atingidas elevadas taxas de transfer ncia de calor associadas   ebuli o do meio que chega   superf cie do metal [11].

O est gio C   de arrefecimento do l quido. O est gio C inicia-se quando a temperatura da superf cie do metal passa para baixo do ponto de ebuli o do meio l quido. Abaixo desta temperatura a ebuli o cessa e o arrefecimento toma lugar por condu o e convec o no meio. As taxas de arrefecimento durante o est gio C s o dependentes da viscosidade, agita o e temperatura do meio. Viscosidades elevadas d o origem a taxas de remo o de calor mais baixas.

A agita o tem uma influ ncia extremamente importante na transfer ncia de calor pois causa a destabiliza o da fase de vapor (est gio A) e proporciona uma transi o mais r pida para o est gio B. Inversamente, as temperaturas do banho de t mpera mais elevadas produzem tipicamente um est gio A mais demorado e taxas de

arrefecimento mais lentas nas regiões dos estágios B e C. Contudo, temperaturas modestamente mais elevadas em banhos de têmpera de óleos podem melhorar as características de transferência de calor devido à redução da viscosidade, e consequente aumento da molhabilidade pelo óleo da superfície do metal [11].

As taxas de transferência de calor mais elevadas são normalmente obtidas em soluções aquosas de sais, seguidas pela água, meios de polímeros sintéticos, óleos, banhos de sais, e gases. Existem variações significativas das características de remoção de calor dentro das classes de meios em particular dependendo da temperatura, da agitação, das características de molhabilidade, concentração de polímero ou aditivo, pressão e velocidade do gás [10].

Os parâmetros mais comuns obtidos a partir das curvas de arrefecimento são a taxa de arrefecimento máxima e a taxa de arrefecimento a 300°C. Normalmente é desejável que a taxa de arrefecimento máxima ocorra a temperaturas superiores, na região da transformação da ferrite e perlite para obtenção de dureza máxima, pois isto minimizará a formação das fases mais macias. As taxas de arrefecimento na região onde a martensite começa a formar a partir da austenite,  $M_s$ , devem ser minimizadas para reduzir o potencial para fissuração e distorção. A taxa de arrefecimento aos 300°C é normalmente usada uma vez que está próxima da temperatura  $M_s$  para muitos aços ao carbono e de baixa liga [10].

A transferência de calor durante a têmpera pode ser matematicamente descrita em termos do coeficiente de transferência de calor na interface. No entanto, é comum usar-se o número de Grossmann para caracterizar a transferência de calor conseguida num determinado meio de têmpera.

O número de Grossmann para a severidade de têmpera é definido como:

$$H = \frac{h}{2k}, \quad (3)$$

onde  $h$  é o coeficiente de transferência de calor na interface e  $k$  é a condutividade térmica do metal. Alternativamente, o número de Grossmann pode ser obtido a partir da curva de arrefecimento através da seguinte igualdade:

$$H = A(TA_{700})^C \exp(BX^D), \quad (4)$$

em que  $TA_{700}$  é a taxa de arrefecimento a 700°C obtida com um provete fabricado em aço inoxidável AISI 304, e  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $D$  são parâmetros de ajuste da curva que se encontram tabelados para vários diâmetros do provete [10].

## 2.10. O Meio de arrefecimento

Existe uma variedade grande de meios diferentes para têmpera. São incluídos alguns na lista que se segue:

Água

Soluções aquosas de sais  
Soluções cáusticas  
Óleos  
Soluções aquosas de polímeros  
Sais fundidos  
Gases  
Spray  
Nevoeiro

### **Água**

A água agitada vigorosamente produz taxas de arrefecimento aproximadas das taxas máximas atingíveis com os meios líquidos. A água é barata, altamente disponível e a menos que contaminada é facilmente eliminada sem perigo ambiental. Esta é usada sempre que uma severidade de têmpera elevada não resulte em distorção excessiva ou fissuração nos metais. A principal desvantagem da água é que a sua taxa de remoção de calor persiste a baixas temperaturas onde a distorção e fissuração tendem a ocorrer, conseqüentemente, a têmpera em água é normalmente restrita a peças simples, simétricas, feitas a partir de aço com baixa temperabilidade. Uma segunda desvantagem da utilização de água simples é que esta pode ter uma fase de vapor com duração exagerada. A têmpera em água pode também oxidar o aço a menos que se empreguem inibidores de corrosão [11].

Para a obtenção de resultados reprodutíveis por têmpera em água, a temperatura, agitação e extensão de contaminação devem ser controlados. Geralmente, a água vai proporcionar uma velocidade de têmpera uniforme e resultados reprodutíveis se a temperatura for mantida entre os 15 a 25°C e agitada a velocidades superiores a 0,25m/s [10].

O efeito dos contaminantes nos banhos de têmpera com sais de tratamento térmico irão tender a aumentar a taxa de arrefecimento porque os sais reduzem a duração da fase de vapor. Contaminantes tais como sabões, algas, lamas e emulsionantes reduzem a taxa de arrefecimento criando filmes que retardam a transferência de calor a partir da superfície e previnem o contacto de água fresca com o componente.

### **Óleos de têmpera**

Os óleos de têmpera podem ser divididos em vários grupos distintos baseados na composição, na presença de aditivos, e na temperatura de aplicação. Assim estes são normalmente categorizados como lentos, convencionais, rápidos, de martêmpera ou de têmpera a quente [10].

Os óleos lentos e convencionais contêm poucos aditivos embora possam conter antioxidantes. Os óleos de têmpera rápidos são misturas de óleos minerais que contêm aditivos proprietários para melhorar a têmpera e por vezes, agentes antioxidantes e molhantes [11].

Os óleos de martêmpera ou de têmpera a quente são óleos com boa estabilidade térmica e resistência à oxidação. São usados a temperaturas entre os 95°C e os 230°C. Os óleos de martêmpera podem também conter antioxidantes para melhorar a sua estabilidade ao longo do tempo.

As emulsões de óleos solúveis são normalmente empregues como meios de arrefecimento em processos de polimento, corte e por vezes formagem. Podem ser também usados para têmpera, no entanto a obtenção de uma severidade constante não é fácil devido à sua instabilidade nas condições de têmpera [10].

O óleo convencional e lento exhibe tempos de arrefecimento comparativamente mais longos no estágio A, durante o qual a velocidade de arrefecimento é relativamente lenta. A taxa de arrefecimento aumenta durante o estágio B do arrefecimento seguida por arrefecimento lento no estágio C.

Os efeitos de têmpera do óleo convencional e rápido são apenas ligeiramente afectados pelas suas temperaturas de utilização sob condições de têmpera normais. Por razões práticas, estes óleos são geralmente mantidos a temperaturas entre os 40 e 95°C. Temperaturas mais elevadas causarão o envelhecimento acelerado do óleo e podem levar a um aumento na emissão de fumos. Por razões de segurança, a temperatura de utilização do óleo deve ser pelo menos 50°C abaixo da temperatura de ignição do óleo. Por seu lado, temperaturas de óleo mais baixas podem aumentar o perigo de incêndio pois a maior viscosidade do óleo frio leva a um aquecimento localizado podendo atingir o ponto de ignição deste. A viscosidade do óleo irá diminuir com o aumento da temperatura, aumentando a molhabilidade da superfície da peça [11].

A contaminação e oxidação podem também produzir variações importantes no desempenho do meio de têmpera. Por exemplo, o efeito do aumento da oxidação do óleo num óleo convencional pode resultar numa variação substancial na taxa de arrefecimento como se pode ver na figura 11.

A contaminação com água é perigosa, não só porque cria não uniformidades de têmpera mas também porque em óleos a serem usados acima dos 100°C forma espuma na superfície podendo levar à inflamação, ou em certos casos à explosão.

O controlo dos óleos de têmpera pode ser efectuado através da análise da curva de arrefecimento, do teste de aquecimento até 100°C (determinação qualitativa de

água); conteúdo (quantitativo) de água (ASTM D95), viscosidade a 40°C (ASTM D445, D2161), teste de lamas (ASTM D2273) [11].

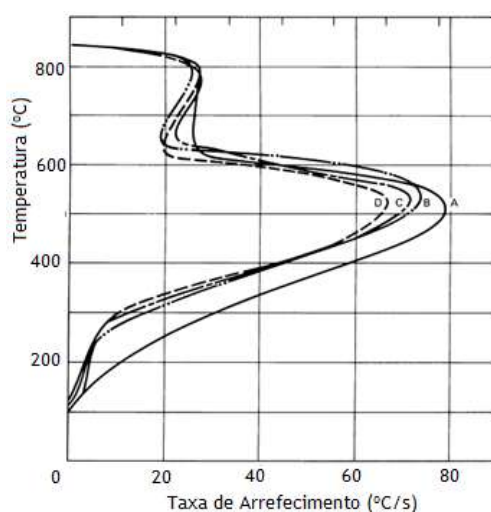


Figura 11- Variação na taxa de arrefecimento do óleo para martêmpera em função do tempo em uso: A - óleo novo; B - 3 meses de utilização; C - 7 meses de utilização; D 25 meses de utilização [10].

### Soluções de polímeros

A tecnologia da têmpera em solução de polímero cresceu muito nos últimos anos. Os polímeros comercialmente mais usados são o polialquilenoglicol (PAG), o polivinilo pirrolidono (PVP), e poliacrilato de sódio (PA). No geral tem sido um objectivo do meio de têmpera de polímeros desenvolver características de arrefecimento desde as equivalentes ao óleo às que podem ser mais elevadas do que água.

### Polialquilenoglicol

Os polímeros de PAG exibem solubilidade inversa, isto é, são solúveis à temperatura ambiente mas insolúveis a temperaturas elevadas (a partir dos 80°C). Este fenómeno é termicamente reversível e proporciona um mecanismo único para controlo da transferência de calor do metal quente pelo seu envolvimento por um polímero. No arrefecimento, quando a temperatura do componente metálico aproxima-se da temperatura do meio, o revestimento de PAG dissolve-se novamente no banho.

A figura 12 ilustra os três estágios do arrefecimento numa solução de polímeros: fase de vapor (estágio A), nucleação de bolhas (estágio B), e convecção (estágio C). O meio de têmpera é uma solução de polímeros de polialquilenoglicol.

Os meios de PAG são particularmente úteis em vista da latitude de processamento que eles proporcionam uma vez que podem ser atingidas severidades de têmpera desde o óleo às soluções aquosas de sais pela variação da temperatura do banho, taxa de agitação, e concentração de polímero. As soluções relativamente dilutas proporcionarão uma severidade de têmpera semelhante à água mas reduzirão a

fissuração e distorção devido ao arrefecimento mais lento a temperaturas mais baixas [10].

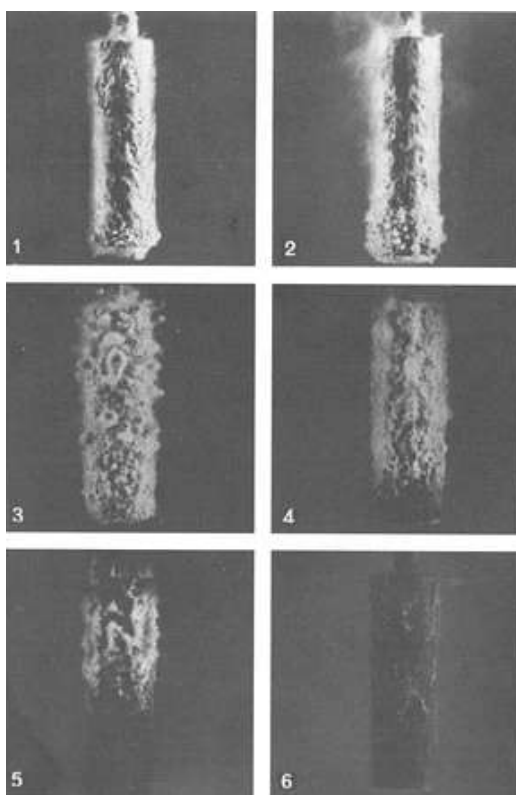


Figura 12 - Sequência de fotos de varão de aço a ser arrefecido numa solução aquosa de polímero (PAG). Quando o varão é imerso forma-se um filme de polímero na sua superfície (1). Após 15 s, o polímero activa e começa a ferver (2). Aos 25s, ocorre ebulição ao longo do varão com conseqüente aumento da taxa de transferência de calor (3). Após 35s, a evaporação colapsa e o estágio de convecção inicia (4). Após 60s, o polímero começa a dissolver-se (5). Finalmente aos 75s, o filme de polímero dissolve-se totalmente e a taxa de transferência de calor é atingida inteiramente por convecção [11].

Os três parâmetros principais reconhecidos como controladores da taxa de arrefecimento durante a têmpera em solução de polímeros são a concentração do meio, a temperatura e a agitação. A influência da temperatura do meio nas taxas de arrefecimento é mostrada na figura 13 para um provete em aço inoxidável austenítico com 25 mm de diâmetro.

As taxas de arrefecimento mais lentas conseguidas a concentrações mais elevadas correspondem a um aumento na espessura da camada de polímero que rodeia a peça durante a têmpera. Os meios de PAG são pouco sensíveis a pequenas alterações na concentração de polímero, o que é uma vantagem, pois durante a utilização a concentração deste pode variar muito devido a vários factores entre eles o arrastamento a partir da solução, a evaporação de água e a degradação [11].

A utilização de polialquilenoglicol sem agitação não é recomendada. Em geral, é essencial agitação baixa a moderada para assegurar um adequado fornecimento de polímero à superfície do metal quente e para assegurar uma transferência de calor uniforme a partir do metal para o meio envolvente. A figura 14 relaciona a

severidade de t mpera com a concentra o de pol mero, a agita o do meio e a temperatura do banho de t mpera.

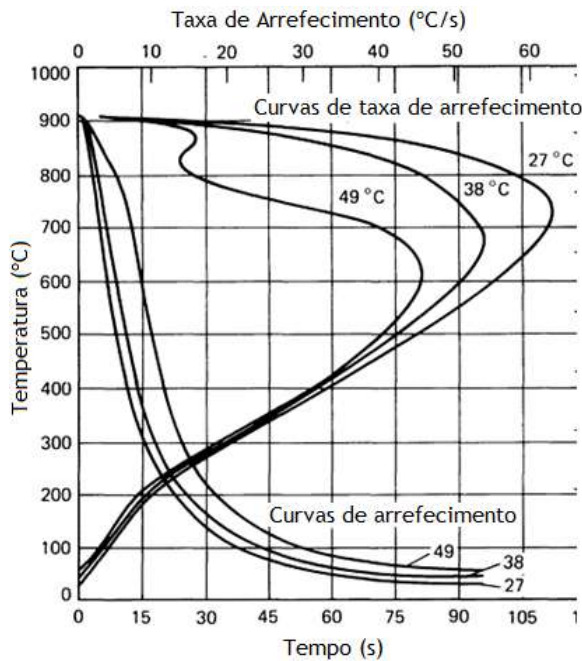


Figura 13 - Curvas de arrefecimento e curvas de taxa de arrefecimento para um provete com 25 mm de di metro em a o inoxid vel arrefecida em 10% PAG a 27, 38, e 49  C, com fluxo de 0,25m/s [10].

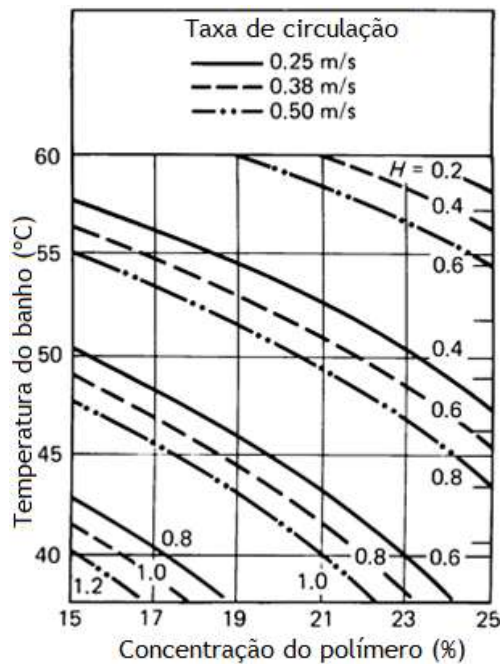


Figura 14- Varia o da severidade de t mpera medida pelo n mero de Grossmann (H) para diferentes temperaturas, concentra o e agita o do banho [10].

#### As medidas de controlo das solu es aquosas de pol mero

O  ndice de refrac o das solu es de polialquilenoglicol (na gama usada para a t mpera)   quase linear com a concentra o. Assim, o  ndice de refrac o para uma solu o de PAG pode servir como uma medida da concentra o do produto. Embora o

refractómetro seja uma ferramenta útil para a verificação dia a dia da concentração do banho, este regista também outros componentes solúveis em água tais como os sais presentes no meio. Para o PAG, a viscosidade possui também uma relação com a concentração do polímero e é a forma mais prática de verificar os valores obtidos com o refractómetro, no entanto, esta não se relaciona directamente com a concentração do polímero, pelo que se devem possuir dados para a conversão entre os valores. Na figura 15 é apresentado um gráfico que relaciona para a solução de polímeros THERMISOL 251 da FUCHS, a variação da viscosidade com a concentração do polímero.

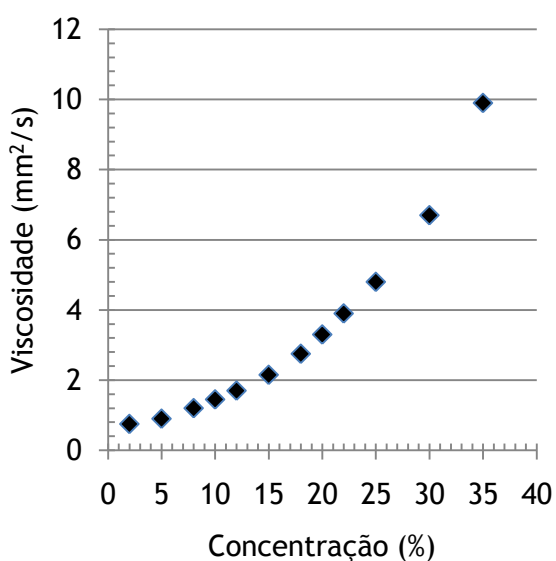


Figura 15 - Variação da viscosidade da solução de polímero com a concentração de THERMISOL 251 da FUCHS. Verifica-se uma relação aproximadamente exponencial (adaptado de [12])

Os testes adicionais a realizar de apoio para um programa de monitorização serão o pH, nível de inibidor e condutância [11].

A recuperação do meio pode ser efectuada termicamente se o nível de contaminantes se tornar excessivo. O procedimento é simples e consiste no aquecimento da solução de têmpera acima da temperatura de separação. Obtém-se assim uma camada rica em polímero mais densa que tenderá a ficar no fundo, separando-se da restante solução que pode ser removida à superfície. A figura 16 representa esquematicamente o fenómeno [10].

Geralmente a camada de polímero fica situada na camada de baixo mas, nalguns casos quando ocorrem elevadas contaminações de sais, pode ocorrer uma inversão das camadas. A remoção de contaminantes sólidos, tais como lascas, requer a separação por decantação, filtração, ou centrifugação. Os separadores por membrana são também usados para remover os contaminantes ao permitem a saída da água e sais solúveis da solução de PAG [10].

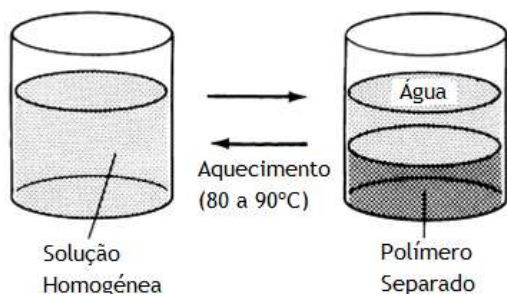


Figura 16 - Representação esquemática do procedimento para recuperação da solução de polímero tirando partido da solubilidade inversa da solução com a temperatura [10].

### **Polivinilo pirrolidona**

O polivinilo pirrolidona é também um polímero hidrossolúvel caracterizado pelas suas propriedades coloidais e pela sua inércia fisiológica. As características de arrefecimento, parâmetros de processamento e forma de controlo são idênticos aos usados para o PAG [10].

### **Poliacrilato de sódio**

Os poliacrilatos (PA) são outra classe de polímeros que é usada para formular meios de têmpera. A capacidade de reduzir a taxa de remoção de calor do poliacrilato de sódio é proporcional ao peso molecular deste e do seu efeito na viscosidade da solução [10].

As curvas de arrefecimento obtidas com soluções de poliacrilato (PA) podem ser quase lineares com o tempo o que é resultado de um primeiro estágio de arrefecimento exagerado, e de taxas de arrefecimento reduzidas durante a fase de ebulição. Esta propriedade dos meios de poliacrilato permite o seu uso em componentes sensíveis à fissuração feitos de aços muito temperáveis. Na figura 17 pode-se observar uma comparação do arrefecimento conseguido em PA, água e óleo [10].

### **Álcool polivinílico**

Para o álcool polivinílico, as características de extracção de calor variam muito com a concentração do polímero. Uma vez que variações de concentração tão baixas como 0,1% possuem efeitos significativos, é necessário um controlo apertado das soluções de PVA. O controlo desta solução não é simples. O arrastamento de polímero para fora da solução a quando da retirada da peça temperada reduz a sua concentração no banho. A dificuldade em manter a concentração de polímero é uma das principais razões da fraca utilização deste nas aplicações industriais [10].

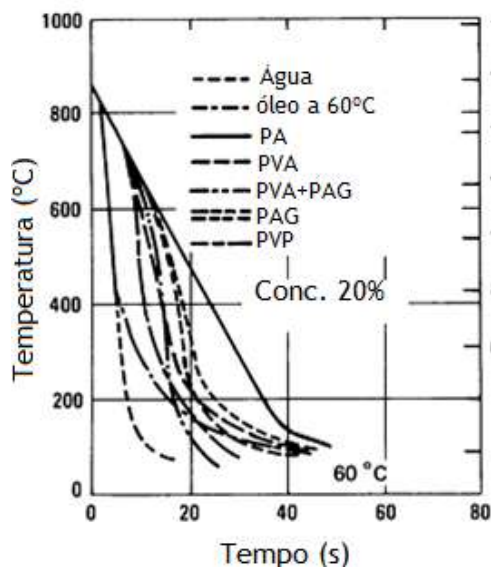


Figura 17 - Comparação das curvas de arrefecimento entre água, óleo a 60°C, poliacrilatos, PVA, PVA+PAG, PAG, PVP [10].

### 2.11. Deformação no tratamento térmico de têmpera

As variações de forma e tamanho de um componente durante o tratamento térmico podem ser atribuídas a três causas fundamentais:

- Tensões residuais que causam variação de forma ao excederem a tensão de cedência do material, o que poderá acontecer durante o aquecimento devido à perda de resistência (tal como acontece no corte por desequilíbrio de tensões).
- Tensões causadas por uma expansão diferencial devido a gradientes térmicos.
- Variações de volume devido a transformações de fase.
- Fluência

#### Distorção durante o processamento

A forma de um componente no aquecimento pode variar devido ao alívio de tensões, às tensões térmicas causadoras de fluxo plástico e variações de volume devido a mudanças de fase [13].

A presença de tensões residuais de operações anteriores causará variações de forma se as tensões forem aliviadas pelo aquecimento do componente a um ponto onde a tensão de cedência do material diminui abaixo do nível de tensão residual do material. A extensão da deformação plástica resultante será então dependente da magnitude e distribuição dos campos de tensões no componente [13].

A variação de forma causada pelas tensões térmicas manifesta-se devido aos gradientes térmicos entre a superfície e o núcleo durante o aquecimento. A superfície mais quente tenderá a expandir segundo o coeficiente de expansão térmica do material, enquanto que o núcleo mais frio e mais duro tenderá a

contrariar esta expansão. As tensões compressivas estarão presentes nas camadas exteriores, enquanto as camadas interiores estarão sob tracção. Ocorrerá deformação se o balanço das tensões resultar na deformação plástica quando a tensão de cedência do material aquecido diminuir abaixo do nível de tensão do material [13].

#### **A distorção de componentes devido a transformações de fase no aquecimento**

As variações de volume, no caso dos aços, devidas às mudanças de fase ocorrem quando este é aquecido continuamente a partir da temperatura ambiente, expandindo até  $Ac_1$ , temperatura à qual se dá o início da formação de austenite, acompanhada por uma contracção. A extensão de diminuição de volume é relacionada com o teor em carbono na composição do aço. O aquecimento adicional expande a nova austenite formada. A taxa de aquecimento é a principal responsável pela distorção no aquecimento. Elevadas taxas de aquecimento darão origem a grandes distorções, enquanto que o aquecimento lento, ou o pré-aquecimento a baixo da temperatura de austenitização fornecerá melhores resultados [13].

#### **A distorção de componentes durante o processamento a temperaturas elevadas**

Uma vez atingida a temperatura de processamento constante há alguns factores que irão causar variação de forma, mas as principais variações ocorrerão no arrefecimento. Os factores a serem considerados durante o processamento a elevadas temperaturas são a expansão de volume durante os tratamentos de difusão e distorção devido à fluência [13].

#### **Distorção durante o arrefecimento**

Entre os vários processos de tratamento térmico, a têmpera é dos que mais aparece relacionada com distorção, fissuração e tensões residuais em componentes de aço temperados. Embora a fissuração por têmpera possa ser eliminada, a distorção não. A distorção deve então ser controlada. As distorções podem ser de forma, ou de tamanho. A primeira ocorre por dobragem, ondulação e rotação do componente, enquanto que a segunda inclui as variações dimensionais observáveis como alongamento, contracção, espessamento e adelgaçamento. A distorção de tamanho é devida às variações volumétricas que acompanham cada transformação de fase formada na têmpera [13].

## **Efeito das características de arrefecimento nas tensões residuais e distorção de têmpera**

A têmpera de aço requer uma grande variação de taxas de arrefecimento para atingir a dureza e resistência requeridas, que estão por sua vez dependentes da temperabilidade do aço e tamanho da secção da peça. Ao mesmo tempo, a distorção e formação de fissuras devem ser minimizados. Estes são no entanto objectivos normalmente contraditórios. A distorção durante a têmpera é afectada por muitos factores tais como o meio, a temperatura do banho e a agitação. As dimensões, forma e material também influenciam a distorção.

A selecção do meio é o factor a ser considerado no controlo de tensões e distorção durante o arrefecimento. A selecção de um determinado meio depende da severidade de têmpera desejada, no entanto deve ser obtido um compromisso entre o endurecimento por têmpera e as deformações [13].

### **2.12. Testes para avaliação da propensão para distorção e fissuração**

Há muitos testes que foram aplicados para avaliar o potencial para um aço distorcer ou fissurar após tratamento térmico. Em muitos casos, os provetes de teste são produzidos especificamente para este procedimento. Serão apresentados alguns provetes que podem ser ensaiados de forma a comparar os efeitos de um determinado tratamento térmico, em especial no arrefecimento, na de formação, distorção e fissuração [11].

#### **2.12.1. O anel em C (C-Ring)**

Um dos testes mais antigos para a avaliação da distorção em têmpera é o chamado *Navy C-Ring*. Na figura 18 é mostrada uma versão modificada do provete tradicional com um entalhe para avaliar a sensibilidade à fissuração. Este provete é de fácil utilização experimental. As deformações podem ser facilmente medidas e quantificadas pelas variações de tamanho das várias características geométricas do provete [11].

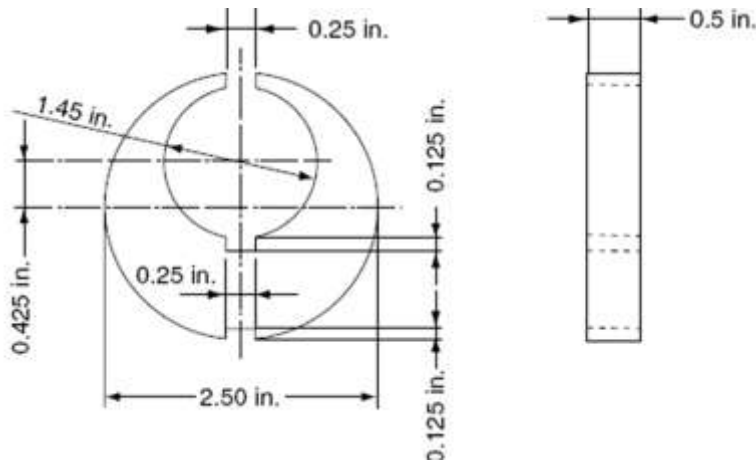


Figura 18 - “navy C-Ring”, provete usado para a avaliação da propensão à fissuração dum aço num determinado meio. As dimensões são apresentadas em polegadas [13].

### 2.12.2. Provetes cilíndricos

Provetes cilíndricos simples com um comprimento de 3 a 4 vezes o diâmetro podem ser usados para avaliar o efeito da severidade do meio durante as transformações de fase do material. Alternativamente, pode ser feito um entalhe na secção longitudinal, figura 19, para se forçar o empeno do varão.

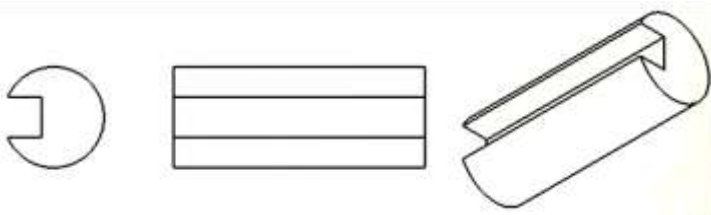


Figura 19 - provete cilíndrico entalhado longitudinalmente (key-hole) [13].

Podem ser também usados Cilindros com variações de diâmetro (figura 20) para determinar o efeito do tamanho da secção transversal na distorção.

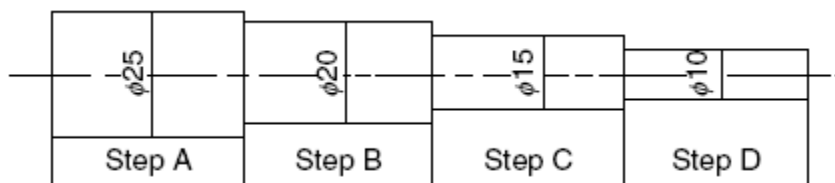


Figura 20 - Barra cilíndrica com variação de secção; cada secção vai obrigar a curvas de arrefecimento diferentes ao longo da barra [13].

### **3. Procedimento Experimental**

#### **3.1. Aquisição de curvas de arrefecimento**

A aquisição de curvas de arrefecimento foi realizada através da colocação de um termopar tipo K isolado no centro geométrico de um provete cilíndrico em aço inoxidável AISI 304 com 12,5 mm de diâmetro e 75 mm de comprimento. Foi usado um controlador *EUROTHERM 3216* para aquisição de temperaturas durante o arrefecimento, com capacidade para realizar 4 leituras por segundo.

O provete é colocado, juntamente com o termopar, no forno previamente aquecido à temperatura de 850°C.

Após atingir a temperatura de patamar, na qual o provete é mantido durante 2 minutos, este é retirado e imerso no meio. O volume do meio de arrefecimento foi de 4 litros. Foram usadas concentrações de solução de polímeros de 10, 20, 30%, às temperaturas de 30, 45, 60°C. Estes valores de concentração e temperatura correspondem ao máximo e mínimo recomendado para esta solução de polímero.

As curvas de taxa de arrefecimento foram ajustadas pelo método dos mínimos quadrados.

#### **3.2. Estudo do arrefecimento do aço AISI 1045**

Procedeu-se à aquisição de curvas de arrefecimento no centro geométrico de provetes cilíndricos de aço AISI 1045 com 10 e 18 mm de diâmetro com um comprimento de 40 e 75 mm respectivamente.

A temperatura de austenitização usada foi de 850°C com um tempo de austenitização de 30 minutos. Os meios de arrefecimento foram a água e a solução de polímeros a diferentes concentrações (10, 20 e 30%) variando também a temperatura (30, 45 e 60°C). Foram observadas as microestruturas da secção transversal central. As amostras foram cortadas no disco de corte refrigerado a óleo, seguido de desbaste em lixas de SiC (180, 320 e 600 mesh) e polimento em panos com suspensão de diamante (6 µm e 1 µm). O ataque químico escolhido para revelar a microestrutura foi o nital a 2%. Foram realizadas durezas Vickers com uma carga de 30 Kg.

#### **3.3. Ensaio de avaliação da propensão à deformação do aço AISI 4140 (DIN 42CrMo4)**

Para o estudo da propensão à fissuração do aço AISI 4140 (0,42%C, 0,40%Si, 0,75%Mn, 1%Cr, 0,20%Mo) recorreu-se a provetes do tipo C-ring como se pode observar na figura 21. O ciclo térmico que está representado na figura 22 é constituído por aquecimento relativamente rápido até 670°C (abaixo da temperatura de

transformação eutectóide), um patamar para uniformização da temperatura, aquecimento lento até à temperatura de austenitização, seguido de novo patamar para uniformização e arrefecimento em diferentes meios. Os meios utilizados juntamente com as deformações obtidas estão apresentados na figura 51.

Inicialmente efectuou-se a aquisição de curvas de arrefecimento com os termopares colocados nas zonas indicadas na figura 21 a 6,5 mm da superfície. Foram chamados de fino e espesso os termopares colocados numa zona menos e mais massiva respectivamente da peça. Os provetes foram colocados dentro de cestos feitos em rede de aço, e imersos com a face plana paralela à superfície do líquido. Foram mantidos em suspensão durante o arrefecimento.

Foram medidas algumas dimensões dos provetes antes do tratamento e após tratamento para se verificar a variação dimensional ocorrida.

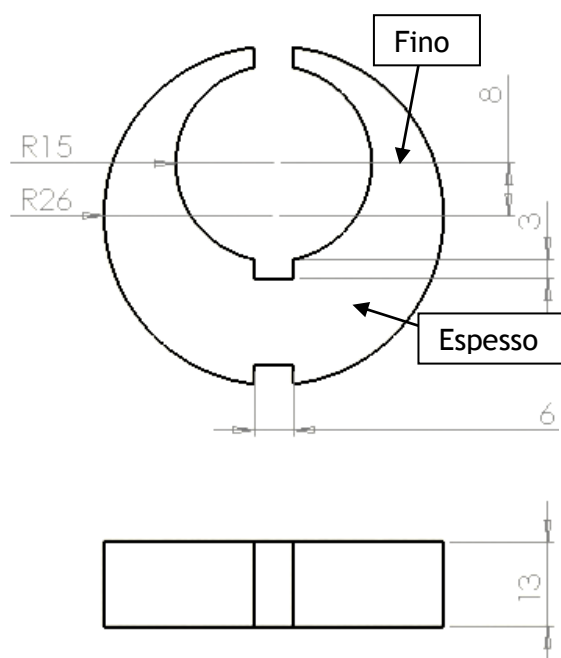


Figura 21 - Representação esquemática do provete tipo C-ring usado nos ensaios de deformação. São indicadas na figura as localizações dos termopares.

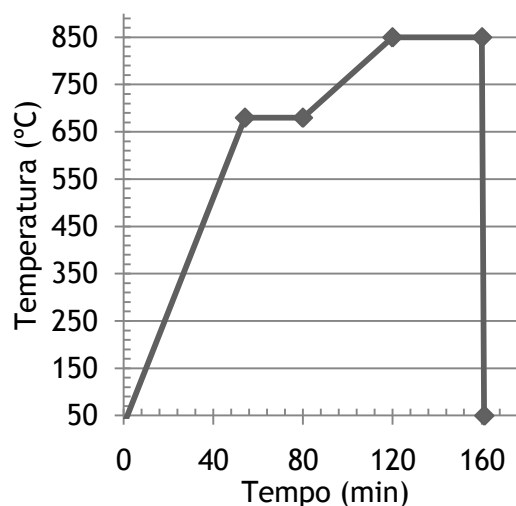


Figura 22 - Representação do ciclo térmico usado no tratamento térmico de têmpera. O arrefecimento foi realizado em meios com diferentes parâmetros. O arrefecimento é indicado apenas com fins ilustrativos.

### 3.4. Avaliação da propensão à fissuração de aço AISI O1

O provete de aço AISI O1 (0,95%C, 0,25%Si, 1,10%Mn, 0,60%Cr, 0,10%V, 0,60%W) possui as dimensões nominais indicadas na figura 23 sugeridas pela bibliografia, e o ciclo térmico indicado na figura 24 semelhante ao realizado para o aço AISI 4140 com a temperatura de austenitização de 790°C que corresponde à temperatura recomendada e normalmente utilizada na empresa.

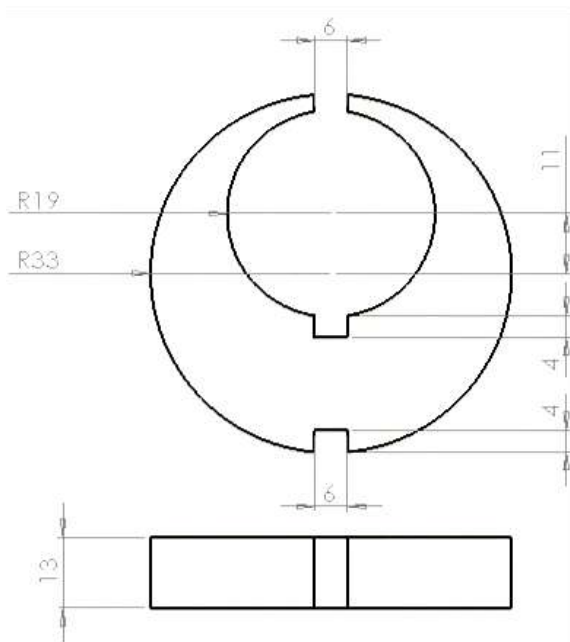


Figura 23 - Provette para avaliação da propensão à fissuração/deformação de aço AISI O1.

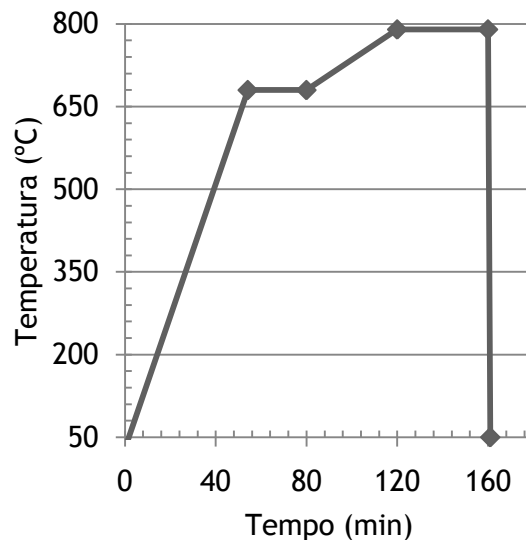


Figura 24 - Ciclo térmico aplicado ao provete em aço AISI O1. O arrefecimento é indicado como sendo relativamente rápido pois é efectuado em diferentes meios.

### 3.5. Tratamento de Solubilização Aço inoxidável

Foram ensaiados dois arrefecimentos após solubilização a 1100°C durante 1 hora de aço inoxidável austenítico com a composição química indicada na tabela 1.

Tabela 1 - Composição química do aço inoxidável austenítico de fundição usado no estudo

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	P	S
0,054%	0,74%	0,61%	18,42%	10,36%	2,24%	0,030%	<0,010%

Foram usados 2 varões cilíndricos do aço apresentado com 25,4 mm de diâmetro e 125 mm de comprimento com termopar inserido no seu centro geométrico para aquisição das curvas de arrefecimento.

Foram realizados arrefecimentos em solução de polímeros com uma concentração de 15 e 30% à temperatura de 30°C. O volume do meio de arrefecimento para este ensaio foi de 8 litros.

## 4. Resultados

### 4.1. Aquisição de curvas de arrefecimento em provete de aço inoxidável AISI 304.

Foram obtidas curvas de arrefecimento ( $T, t$ ) e calculadas as taxas de arrefecimento ( $dT/dt$ ) para as concentrações de polímero 10, 20 e 30% (respectivamente figura 25, figura 26 e figura 27) às temperaturas de 30°C, 45°C e 60°C. Foram obtidas as curvas de arrefecimento para o óleo usado actualmente na empresa às temperaturas de 45, 60 e 80°C (figura 28). Como já foi referido no procedimento experimental, a curva  $dT/dt$  calculada a partir dos dados obtidos pelo controlador EURO THERM 3216 foi ajustada recorrendo ao método dos mínimos quadrados.

#### i. Curvas de arrefecimento e respectivas taxas de arrefecimento ( $dT/dt$ )

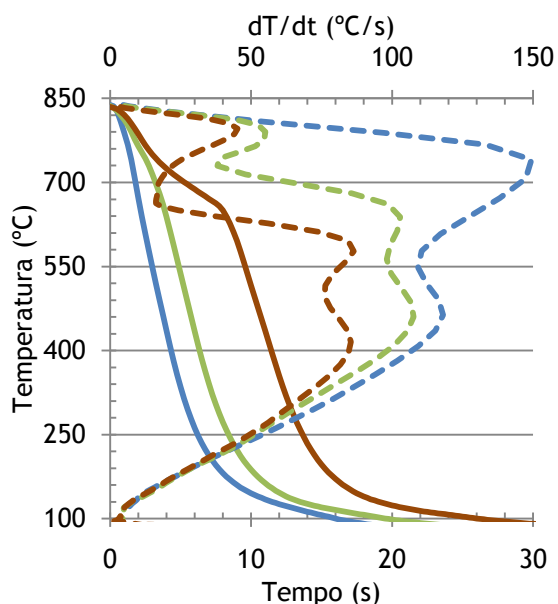


Figura 25 - Curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento a diferentes temperaturas à concentração de 10%.  
Legenda: linha a traço interrompido - taxa de arrefecimento (°C/s); linha traço contínuo - Curva de arrefecimento ( $T(t)$ ); azul - 30°C; verde - 45°C e Castanho - 60°C.

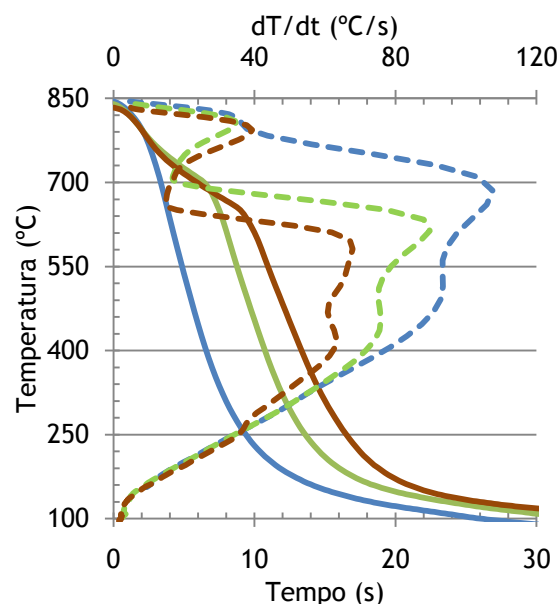


Figura 26 - Curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento a diferentes temperaturas à concentração de 20%.

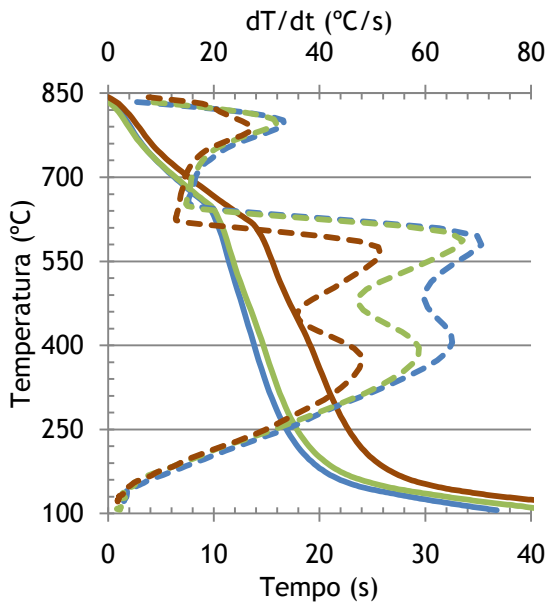


Figura 27 - Curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento a diferentes temperaturas à concentração de 30%.

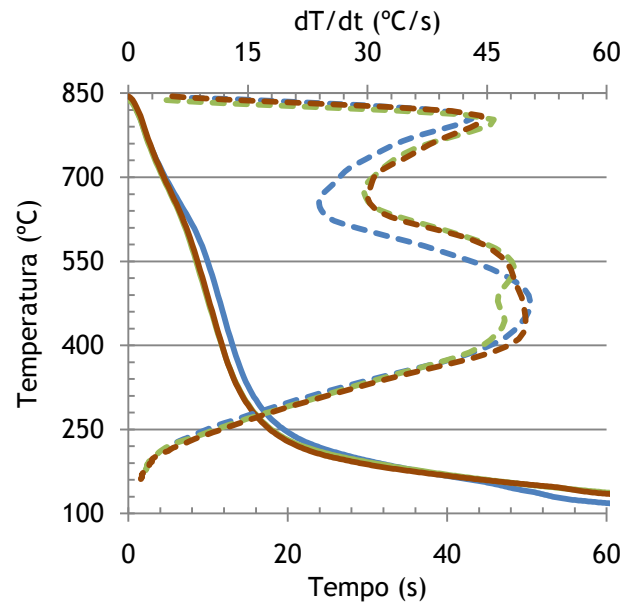


Figura 28 - Curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento do óleo usado na empresa (Castrol Iloquench 1) a 45 (azul), 60 (verde) e 80°C (castanho).

São apresentados de seguida curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento comparando à mesma temperatura concentrações de polímero diferentes.

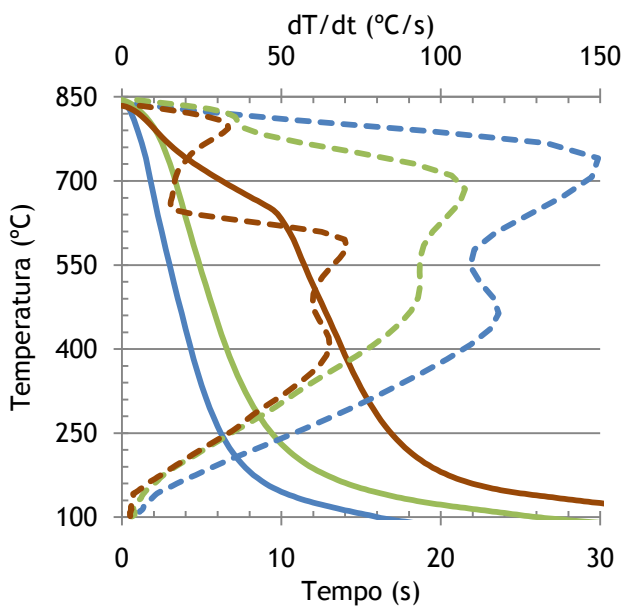


Figura 29 - Curvas de arrefecimento e de taxa de arrefecimento à temperatura de 30°C para diferentes concentrações de polímero. Legenda: Azul - 10%; Verde - 20%; Castanho - 30%.

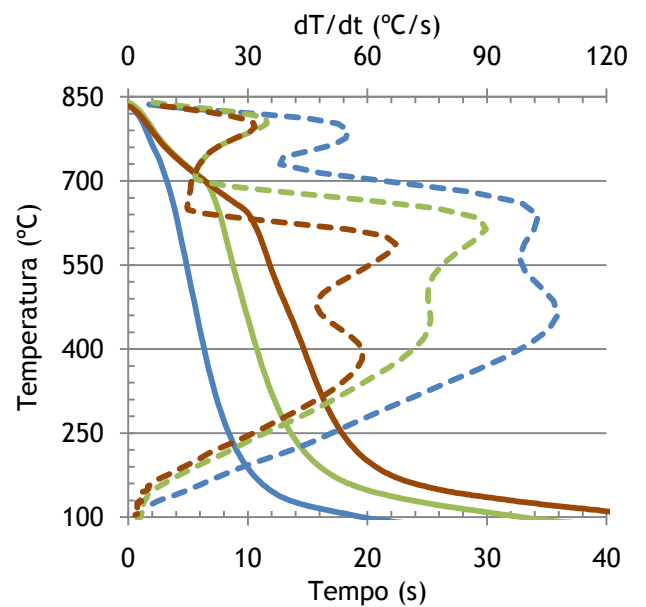


Figura 30 - Gráfico idêntico ao anterior. Temperatura do polímero 45°C.

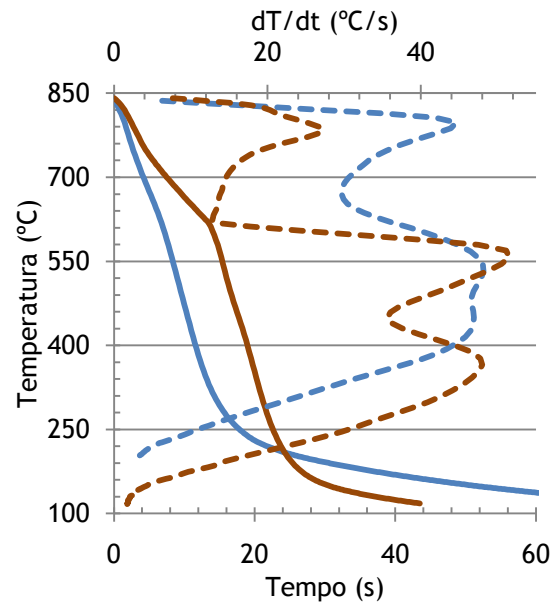
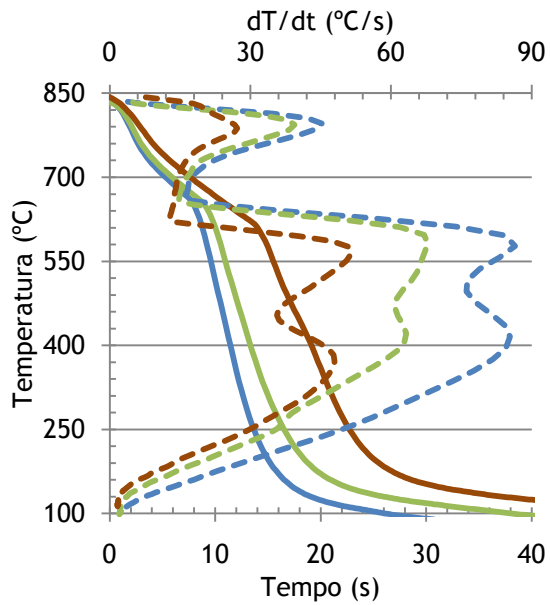


Figura 31 - Gráfico idêntico ao anterior. Figura 32 - Comparação entre polímero 30% a Temperatura do polímero 60°C. 60°C (castanho) e óleo a 60°C (azul).

ii. *Cálculo da severidade de têmpera a partir das curvas de arrefecimento*

A severidade de têmpera pode ser calculada a partir da taxa de arrefecimento a 700°C para os diferentes meios a partir da relação citada em [10]:

$$H = 0,002802(TA_{700})^{1,201} \exp\left(1,86 \times 10^{-8} TA_{700}^{2,846}\right) \quad (3)$$

em que  $TA_{700}$  é a taxa de arrefecimento a 700°C obtida com um provete fabricado em aço inoxidável AISI 304, H refere-se à severidade de têmpera e as constantes são as tabeladas para um provete cilíndrico de diâmetro 13 mm em [11]. A relação (3) é frequentemente usada para dar uma indicação da severidade de têmpera de um determinado meio, recorrendo à taxa de arrefecimento de provetes cilíndricos, fazendo-se ajustes às respectivas constantes consoante as dimensões e o material do provete usado. Embora o diâmetro do provete possa variar, já o material a ser usado é normalmente um aço sem transformações de fase no intervalo A citada relação é usada em [14], para a previsão da severidade de têmpera do meio de solução de polímeros a partir da curva de arrefecimento.

Tabela 2 - Cálculo da severidade de têmpera (H) obtida pela relação (3) em função da taxa de arrefecimento a 700°C (TA<sub>700</sub>) .

Meio	T do meio (°C)	TA <sub>700</sub> (°C/s)	H
Polímero 10%	30	141	1,1
	45	60	0,4
	60	17	0,1
Polímero 20%	30	102	0,7
	45	16	0,1
	60	17	0,1
Polímero 30%	30	15	0,1
	45		
	60		
Óleo	45	30	0,2
	60	30	0,2
	80	27	0,2

Por observação das curvas de arrefecimento, verifica-se que no caso dos polímeros, com o aumento da temperatura de polímero, ocorre um aumento do tempo de estágio de arrefecimento inicial. Dai se verificarem valores de severidade exageradamente baixos por aplicação da fórmula a temperaturas mais elevadas.

## 4.2. Estudo do arrefecimento em aço “CK45” (AISI 1045)

### i. Curvas de arrefecimento

São apresentadas de seguida as curvas de arrefecimento para o aço AISI 1045 com dois diâmetros (10 mm e 18 mm). São usadas as concentrações de 10, 20, 30% que correspondem à mínima, intermédia e máxima recomendadas. As temperaturas usadas foram de 30 e 60°C que correspondem à máxima e mínima. Tem-se como objectivo perceber o efeito da concentração e temperatura na têmpera de um aço de temperabilidade relativamente baixa. No caso em que a primeira fase do arrefecimento se torna demasiadamente prolongada pode-se assim detectar a transformação da austenite em componentes obtidos por difusão (ferrite+perlite, perlite). Observam-se nas figuras 33 a 36 os gráficos resultantes da aquisição das curvas de arrefecimento.

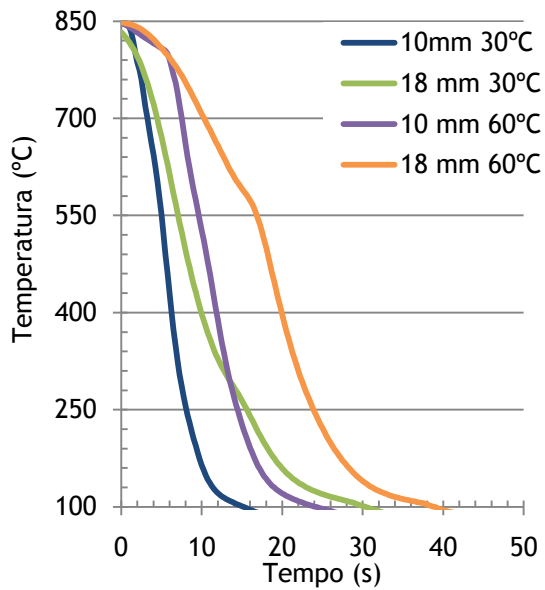


Figura 33 - Arrefecimento de provetes cilíndricos em polímero à concentração de 10%.

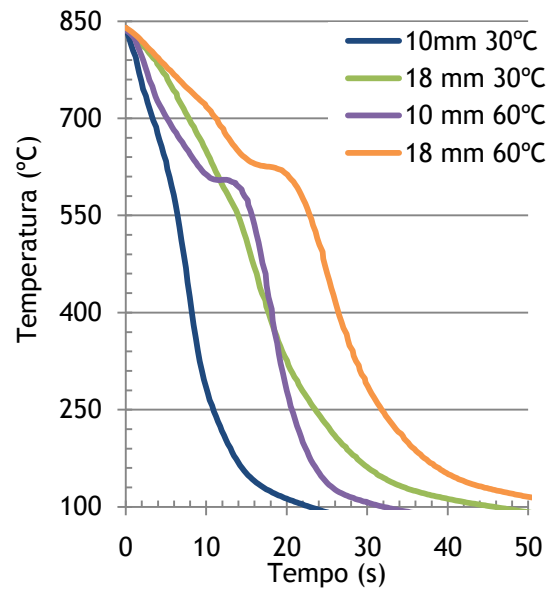


Figura 34 - Arrefecimento de provetes cilíndricos em polímero à concentração de 20%.

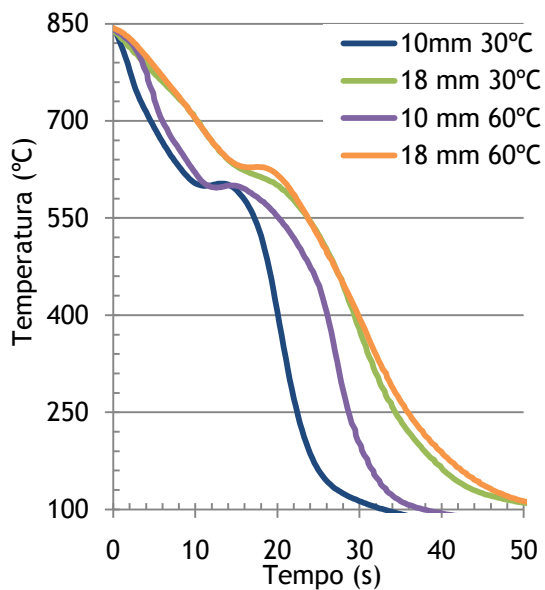


Figura 35 - Arrefecimento de provetes cilíndricos em polímero à concentração de 30%.

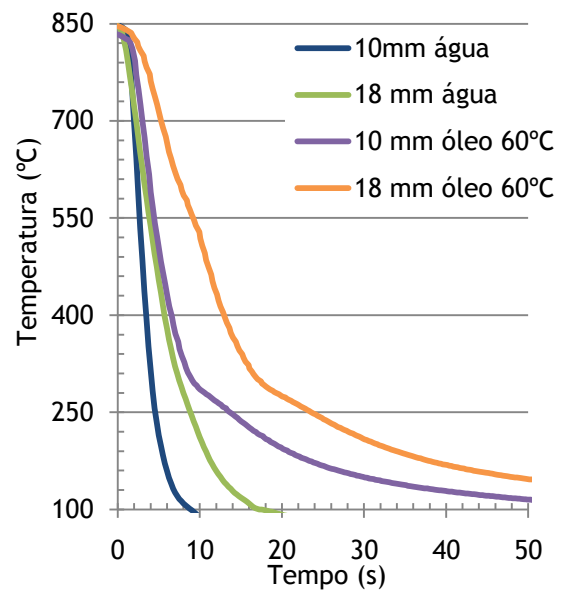


Figura 36 - Arrefecimento de provetes cilíndricos em água à temperatura ambiente e óleo a 60°C

ii. Durezas aço AISI 1045 após têmpera

Foram realizados ensaios de dureza Vickers na secção central transversal dos cilindros e calculadas as médias. Para os provetes de 10 mm foram efectuadas 10 identações enquanto que para o provete de 18 mm o número de identações foi de 15.

São apresentados nos gráficos das figuras seguintes os valores médios e os respectivos valores máximos e mínimos representados pelas barras de erro. As linhas a tracejado verde indicam o valor de dureza para 50% de martensite para um teor em carbono de 0,45% obtidos em [15].

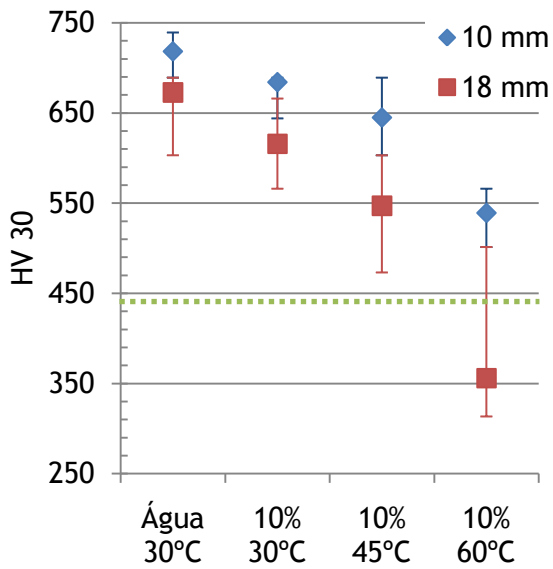


Figura 37 - Durezas da secção transversal de provetes cilíndricos de aço AISI 1045 após têmpera para água a 30°C e polímero a 10% de concentração.

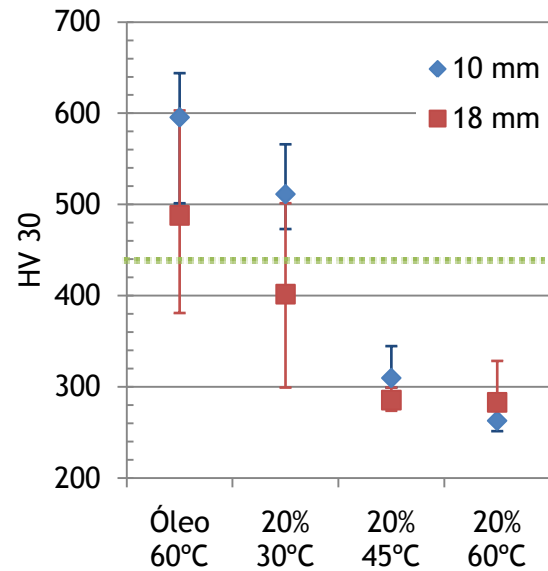


Figura 38 - Durezas da secção transversal de provetes cilíndricos de aço AISI 1045 após têmpera para óleo a 60°C e polímero à concentração de 20%.

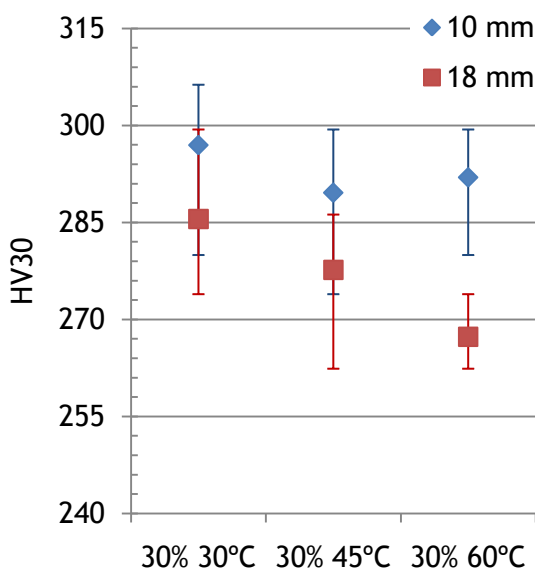


Figura 39 - Durezas da secção transversal de provetes cilíndricos de aço AISI 1045 após têmpera polímero à concentração de 30%.

iii. *Microestruturas após têmpera*

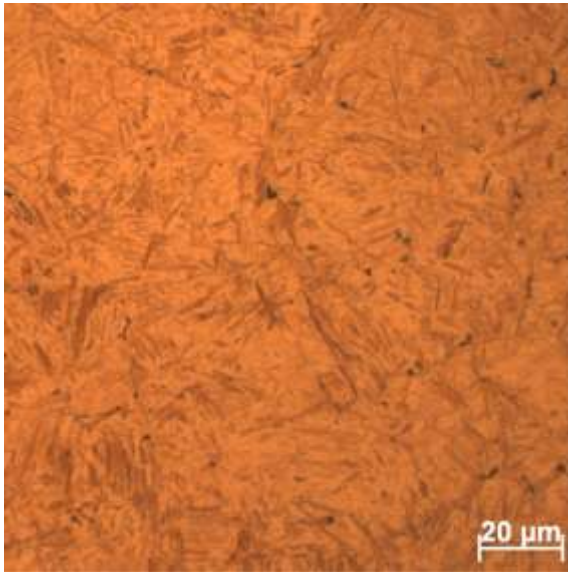


Figura 40 - Microestrutura da secção transversal dum provete cilíndrico em AISI 1045 (18mm) arrefecido em água a 30°C. Estrutura predominantemente martensítica com pequenos núcleos de perlite a formarem-se nas antigas fronteiras de grão da austenite (Dureza 670HV<sub>30</sub>).

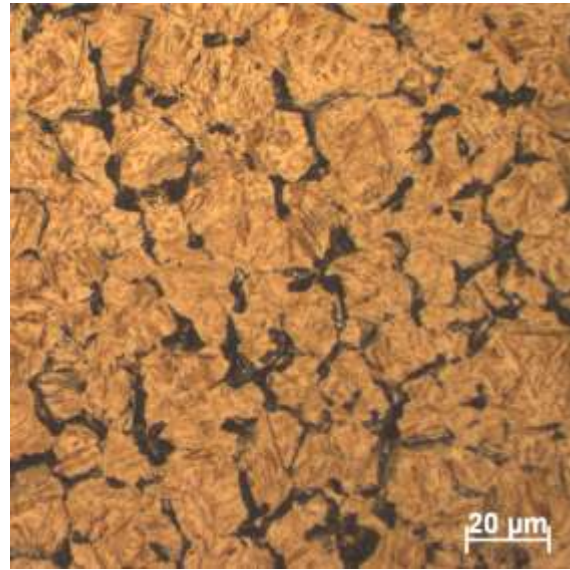


Figura 41 - Provete (D=10mm) temperado em óleo a 60°C. Estrutura predominantemente martensítica com perlite a formar-se nas antigas fronteiras de grão da austenite (Dureza 600HV<sub>30</sub>).

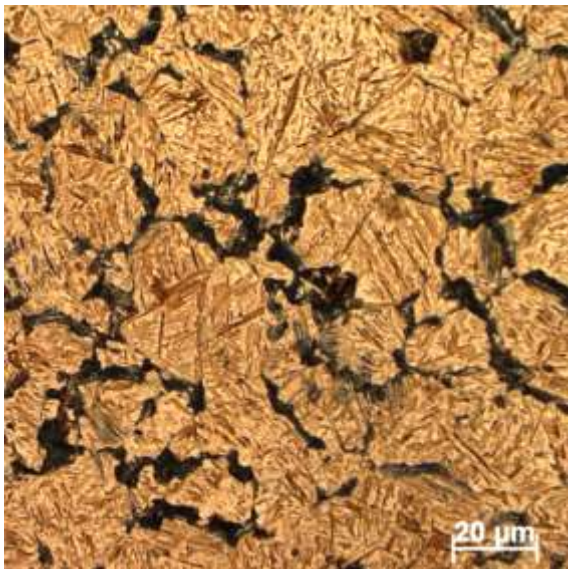


Figura 42 - Provete (D=18 mm) temperado em polímero a 10% e 45°C. Estrutura predominantemente martensítica com perlite nas fronteiras de grão da austenite (Dureza 550HV<sub>30</sub>).

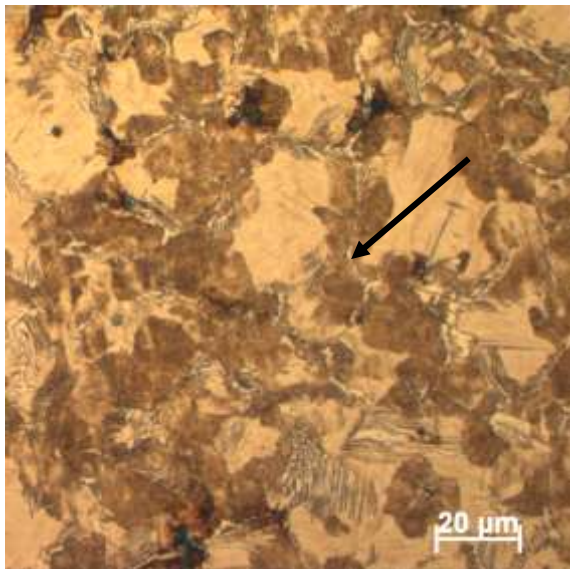


Figura 43 - Provete (D=18mm) temperado em óleo a 60°C. São visíveis martensite e perlite, com alguma ferrite a formar-se nas fronteiras da austenite - indicado com a seta (Dureza 500HV<sub>30</sub>).

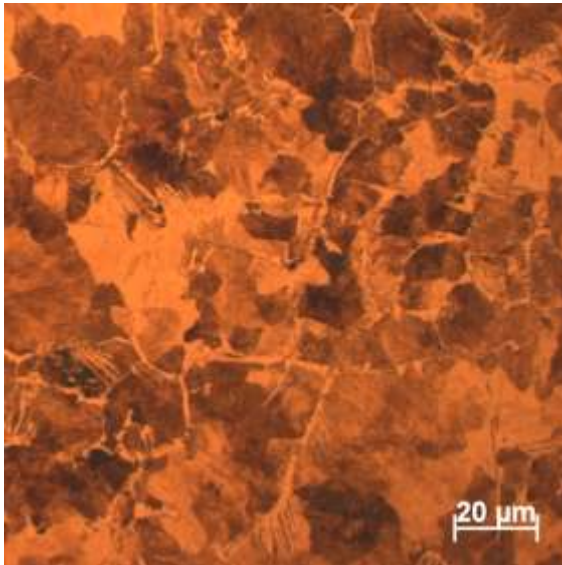


Figura 44 - Têmpera de provete com 18 mm em polímero 10%, a 60°C. Aparecimento de ferrite nas antigas fronteiras de grão da austenite, perlite e alguma martensite nas áreas mais claras (dureza 360HV<sub>30</sub>).

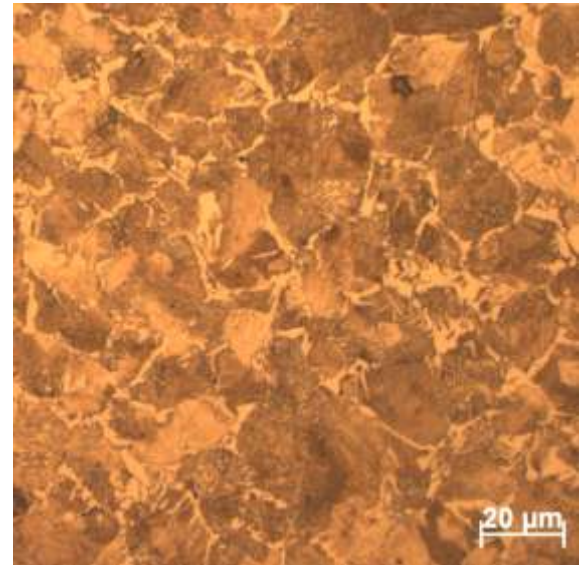


Figura 45 - Microestrutura após arrefecimento (proвете 18 mm) em solução de polímero 20% a 60°C. Estrutura predominantemente composta por perlite rodeada de ferrite (dureza 280 HV<sub>30</sub>).

### 4.3. Ensaio de deformação

- i. *Análise térmica do arrefecimento do provete do ensaio de deformação AISI 4140.*

Foram adquiridas curvas de arrefecimento em dois pontos diferentes do provete de deformação. As curvas foram adquiridas para valores de concentração de polímero de 10%, 20% e 30% à temperatura de 45°C assim como para óleo a 60°C. São apresentadas da figura 46 à figura 49, as respectivas curvas de arrefecimento.

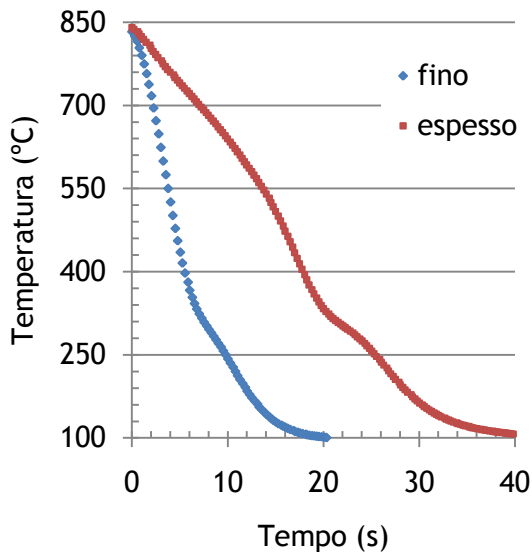


Figura 46 - curva de arrefecimento em dois locais do provete de deformação, indicados na figura 21. Concentração de polímero 10%

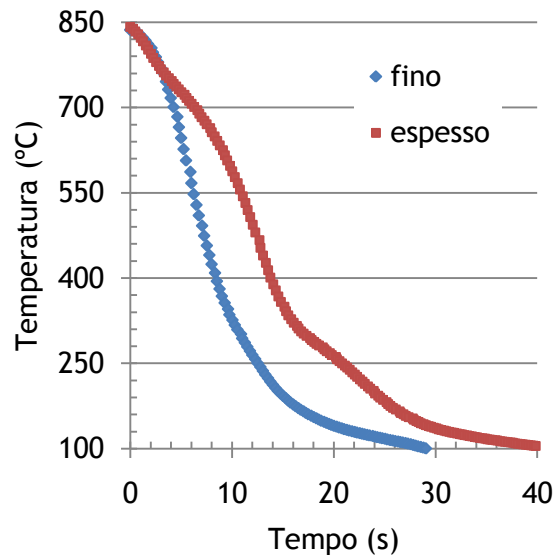


Figura 47 - Curvas de arrefecimento na mesma situação que a da figura anterior. Concentração de polímero 20%.

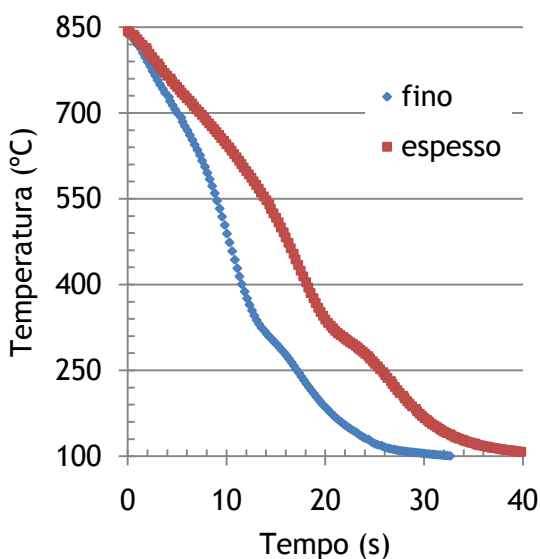


Figura 48 - Curvas de arrefecimento na mesma situação que a da figura anterior. Concentração de polímero 30%.

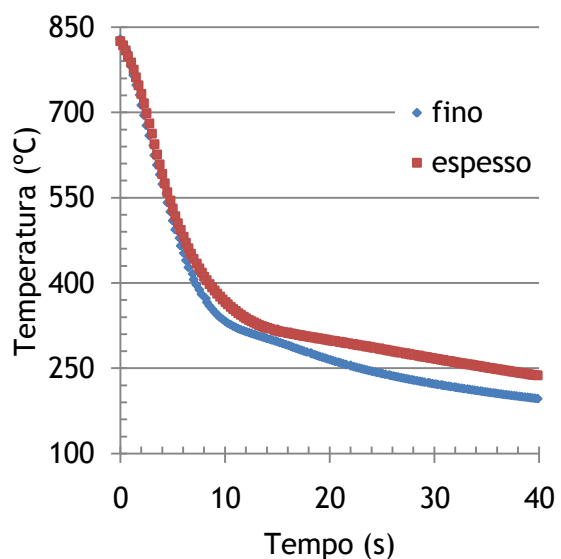


Figura 49 - Curvas de arrefecimento na mesma situação que a da figura anterior. Arrefecimento em óleo a 60°C.

Foram medidas as dimensões iniciais dos provetes em aço AISI 4140 e após medição final foi calculada a variação dimensional da “abertura” indicada na figura 50 (dl/l) por ser o local onde a variação é mais notável. É também referenciado na bibliografia ([14] e [16]) como sendo a dimensão que maior variação dimensional sofre neste tipo

de provete. Na figura 51 são apresentados os valores de variação dimensional calculados para o local indicado.

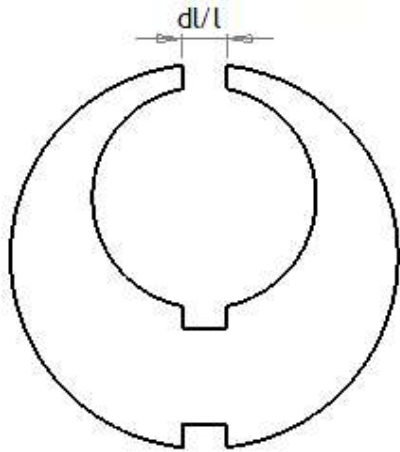


Figura 50 - Indicação da zona onde foi calculada a variação dimensional após têmpera. A variação de dimensão  $dl/l$  foi calculada da seguinte forma:  $\frac{dl}{l} = \frac{(l_f - l_i)}{l_i}$ , em que  $l_f$  e  $l_i$  são as dimensões final e inicial respectivamente.

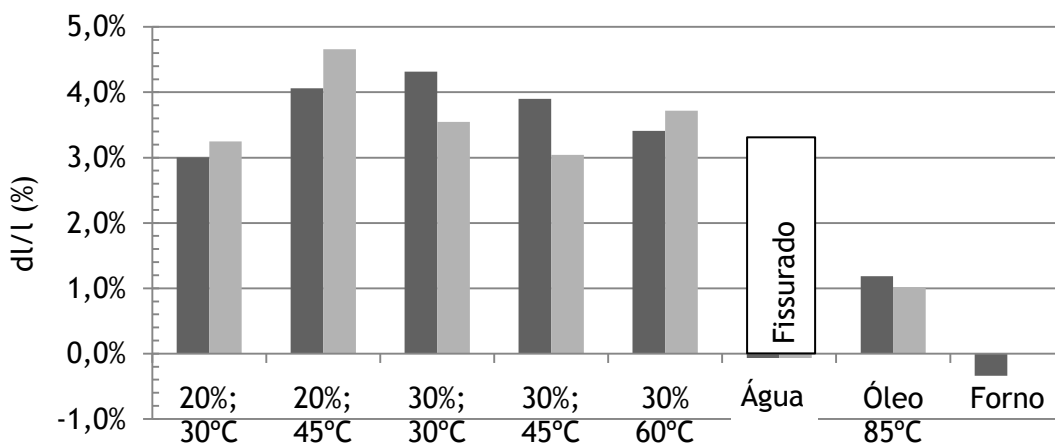


Figura 51 - Variação dimensional após têmpera nos diferentes meios. O arrefecimento em óleo a 85°C foi realizado na TRATERME.

Na figura 52 é apresentada uma fotografia tirada após o ensaio não destrutivo por aplicação de partículas magnéticas. Na figura 53 é apresentada a microestrutura tipicamente obtida após arrefecimento nos diferentes meios. A microestrutura apresentada é integralmente martensítica independentemente do meio utilizado com uma dureza de 600HV30.



Figura 52 - Ensaio de partículas magnéticas sobre a amostra temperada em água. São visíveis as marcas da fissuração sofrida.

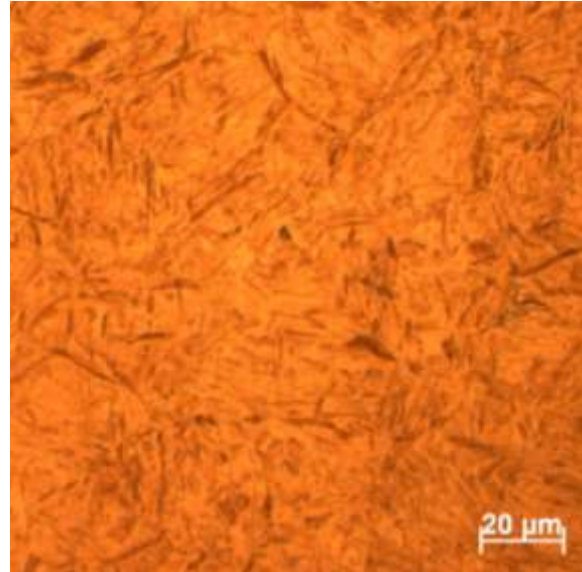


Figura 53 - Microestrutura tipicamente obtida após têmpera (dureza 600HV30).

ii. *Ensaio de deformação AISI O1*

O ensaio de deformação para AISI O1 foi realizado com uma temperatura de austenitização de 790°C. Os resultados obtidos para a variação dimensional na “abertura” estão representados na figura 50.

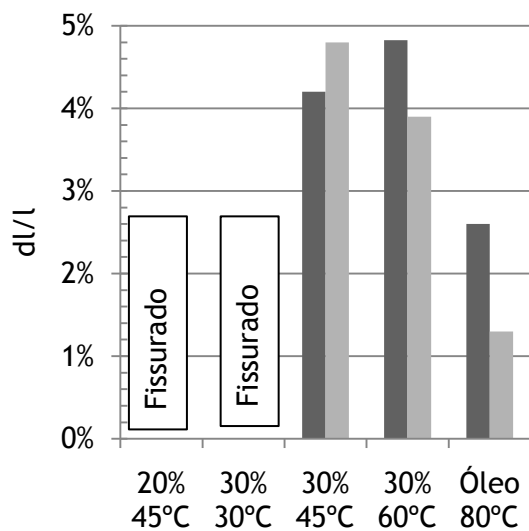


Figura 54 - Valores de variação da dimensão “abertura” para os ensaios realizados em AISI O1 em diferentes meios.

**4.4. Tratamento de solubilização de aço inoxidável**

Foi realizado um tratamento de solubilização sobre dois varões de aço inoxidável (0,054C, 18,4Cr, 10,4Ni, 2,2Mo) com um diâmetro de 25,4 mm.

Obteve-se um valor de  $Cr_e/Ni_e=1,17$ . Pela aplicação do diagrama de Shoeffler da figura 7 terá aproximadamente 10% de ferrite na sua estrutura.

Colocou-se um termopar no centro geométrico para aquisição de valores de temperatura durante o arrefecimento. Obteve-se para o arrefecimento em solução de polímero a 30°C e 15% de concentração a curva de arrefecimento (figura 55) e foi realizado o teste com ácido oxálico segundo a norma ASTM A262 [7].

O teste com ácido oxálico é considerado um ensaio de despistagem da possibilidade do aço estar num estado sensibilizado. A norma define as estruturas consideradas aceitáveis e inaceitáveis tendo em conta a composição química do aço.

Para o arrefecimento efectuado a partir da temperatura de solubilização de 1100 °C em solução de polímeros a 30%, obteve-se uma estrutura idêntica à da figura 56.

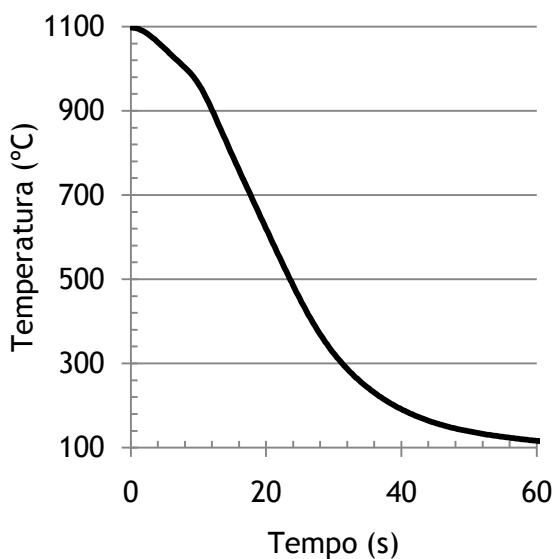


Figura 55 - Curva de arrefecimento do provete em aço inoxidável de 25,4 mm de diâmetro.

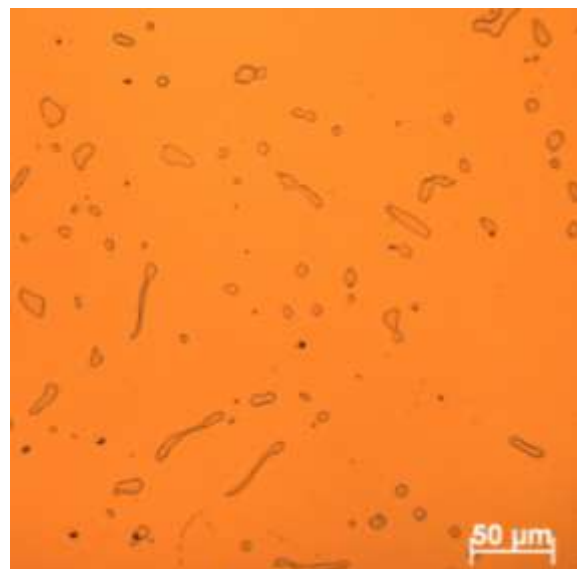


Figura 56 - Microestrutura após ataque com ácido oxálico segundo a norma ASTM A262. A estrutura revela ilhas isoladas de ferrite (material num estado considerado aceitável por comparação com a figura 8).

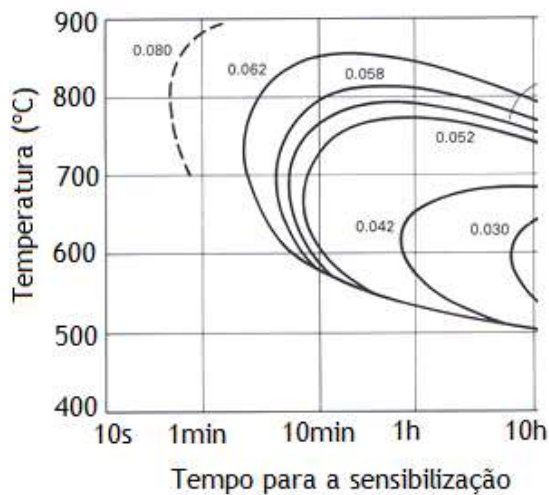


Figura 57 - Diagrama com as curvas de sensibilização de aço inoxidável austenítico para diferentes concentrações de carbono (retirado [17]).

## 5. Discussão

A aquisição de curvas de arrefecimento com o recurso a um provete em aço inoxidável revelou-se neste trabalho uma ferramenta muito útil na caracterização da extracção de calor pelo meio de arrefecimento. A aquisição de curvas de arrefecimento utilizando um provete em aço inoxidável austenítico tem sido reportado na bibliografia [14, 18]. Nestes estudos as curvas de arrefecimento obtidas são usadas quer para se deduzirem valores de severidade de têmpera quer para comparar o poder arrefecedor de diferentes meios. É também possível verificar diferentes estágios de arrefecimento tais como são evidenciadas na figura 10 e figura 13. Tomar as curvas de arrefecimento e taxas de arrefecimento como única forma de caracterizar a severidade de um determinado meio é muitas vezes insuficiente. A curva de arrefecimento obtida pelo provete em aço inoxidável não leva em conta a possibilidade de ocorrerem vários estágios do arrefecimento em simultâneo à superfície, a possibilidade de ocorrer recalescência e a propensão à fissuração do material a ser temperado.

As curvas de arrefecimento obtidas para as diferentes concentrações da solução de polímero (da figura 25 à figura 27) revelam que com o aumento da temperatura do banho, ocorre uma diminuição da taxa de arrefecimento máxima e diminuição da temperatura à qual esta ocorre. Este fenómeno é relatado na bibliografia [19] como sendo causado pelo tempo prolongado do primeiro estágio do arrefecimento (estágios representados na figura 12). O primeiro estágio exagerado pode ser reduzido pelo recurso à agitação do meio ([19]). A agitação vai destabilizar a primeira fase do arrefecimento através do transporte de mais polímero até à frente de arrefecimento, evitando um borbulhar inicial exagerado ou a formação de uma barreira de vapor,

característica do arrefecimento em água (figura 10). A elevada concentração de polímero provoca também um primeiro estágio pronunciado (figura 27) que será devido à elevada viscosidade do meio (figura 15) que sem agitação externa, a movimentação do meio está dependente das correntes de convecção induzidas pelos gradientes térmicos originados pela imersão do provete. A baixa taxa de arrefecimento inicial pode ser prejudicial e é muitas vezes de evitar. Sendo objectivo do tratamento térmico de têmpera a transformação da estrutura do aço em martensite, dever-se-á garantir um arrefecimento relativamente rápido até às temperaturas onde caracteristicamente esta transformação ocorre. A permanência a temperaturas elevadas durante um período de tempo suficientemente longo promoverá a formação de fases originadas por transformação por difusão. Quando estas ocorrem, não se garante o máximo endurecimento. Tendo em conta que para a maior parte dos aços o nariz da curva TTT/TAC encontra-se próxima dos 550°C, pode-se desde já deduzir que o aumento da temperatura trará certamente uma diminuição na severidade de têmpera. Mais uma vez na figura 26 observa-se o mesmo efeito do aumento da temperatura do polímero (diminuição da taxa de arrefecimento máxima, aparecimento de patamar e baixar da temperatura à qual ocorre a taxa de arrefecimento máxima). A partir da relação (3), referenciada em [14] e [11], é possível obterem-se valores calculados para a severidade de têmpera (H). Os valores obtidos por definição da fórmula variam directamente das taxas de arrefecimento obtidas nas curvas das figuras 26 a 33. A tabela 2 acaba por ser um resumo dos ensaios realizados. Verificam-se taxas de arrefecimento a 700°C decrescentes com o aumento da temperatura e concentração do polímero. Se pelo lado da concentração, a diminuição da taxa de arrefecimento se pode justificar pela falta de agitação e aumento da viscosidade do polímero, pelo lado da variação da temperatura, o primeiro estágio pronunciado relaciona-se com a origem aquosa da solução [19]. É sabido que com o aumento da temperatura da água ocorre um aumentar do tempo do primeiro estágio do arrefecimento (figura 10). A barreira de vapor que se forma em redor da peça impede que o líquido arrefecedor contacte a superfície, actuando como isolante. Com o aproximar da temperatura de ebulição do meio arrefecedor, a barreira de vapor torna-se mais estável dando origem a primeiros estágios do arrefecimento muito prolongados. A origem aquosa das soluções de polímeros faz com que algumas das características do arrefecimento em água estejam presentes durante o arrefecimento nestas soluções.

O óleo ensaiado corresponde ao óleo usado actualmente no tanque fechado da empresa, da marca CASTROL ILOQUENCH 1. Caracteriza-se por ser um óleo de têmpera lento, usado em tratamentos térmicos e termoquímicos. O aumento da

temperatura do banho provoca apenas uma alteração no comportamento da curva de arrefecimento à temperatura de banho de 60°C e 80°C. Para estas temperaturas de banho verifica-se uma ligeira diminuição do tempo de arrefecimento até aos 300°C (curva castanha e verde da figura 28). Este facto é apenas tenuemente visível ao sobrepor as curvas de arrefecimento da figura 28 pelo que se pode colocar a hipótese de se estar perante um artefacto. No entanto, uma vez que para a temperatura de banho de 80°C, a curva de arrefecimento segue um comportamento idêntico à obtida a 60°C, pode-se indicar a diminuição da viscosidade do meio (com o aumentar da temperatura) como sendo o causador da alteração do andamento das curvas. A diminuição da viscosidade permite que a convexão do meio ocorra mais facilmente, diminuindo os gradientes térmicos, extraíndo mais calor, diminuindo o tempo de arrefecimento.

A taxa de arrefecimento no arrefecimento em óleo atinge rapidamente os 45°C/s em todas as temperaturas do meio, diminuindo ligeiramente para os 30°C/s a pouco menos de 700°C da temperatura do provete. Foi já discutida a importância de uma relativamente elevada taxa de arrefecimento a temperaturas elevadas. Deverá ser notado que quando comparado com o arrefecimento provocado pela solução de polímero a 30% (figura 27), o óleo (figura 28) possui taxas de arrefecimento mais elevadas até aos 700°C. É também visível que ao contrário das soluções de polímeros que possuem variações de taxas de arrefecimento muito elevadas, o óleo possui variações de taxa de arrefecimento muito menores. Isto deve-se a não ocorrer no óleo uma distinção tão marcada das diversas fases do arrefecimento. A estabilidade do óleo é elevada o que permite uma eficaz mediação na transferência de calor.

É notório o abrandar da taxa de arrefecimento em óleo a partir dos 400°C e é bem visível o efeito que isso traz à curva de arrefecimento a partir dos 250°C. Esta diminuição da taxa de arrefecimento está relacionada com a diminuição do gradiente térmico entre a superfície da peça e o meio envolvente, combinado com a lenta convexão e grande capacidade de absorção de calor do meio. A combinação de uma taxa de arrefecimento moderadamente elevada a temperaturas elevadas, com um notório abrandar da intensidade do arrefecimento nas temperaturas do início da transformação martensítica fazem do óleo um excelente meio para a têmpera de aços, pois é durante a transformação martensítica que se prevê a ocorrência de fissuração. A diminuição da taxa de arrefecimento no óleo imediatamente antes da temperatura à qual normalmente ocorre  $M_s$  pode permitir o atenuar dos gradientes térmicos na peça durante a transformação. As características que tornam o óleo um excelente meio de têmpera não são de fácil imitação pelas soluções de polímeros, sendo a figura 32 é exemplo disto. O polímero começa por ter uma baixa taxa de

arrefecimento (provocando um patamar pronunciado até uma temperatura inferior a 700°C, atingindo os 100°C muito mais antes na solução de polímero do que no arrefecimento em óleo. Imitar o arrefecimento do óleo torna-se uma tarefa ainda mais complicada ao considerar a utilização de soluções aquosas que terão comportamentos (do ponto de vista da curva de arrefecimento) mais próximos da água. São exemplo o patamar antes da temperatura de Leidenfrost (fase da evaporação) e a longa ebulição (que leva a elevadas taxas de arrefecimento) que ocorre até a uma temperatura próxima da de ebulição da água (~100°C).

A colocação de um termopar em provetes cilíndricos de aço AISI 1045 (com uma temperabilidade de aproximadamente 13 mm em óleo) permitiu juntamente com a observação metalográfica efectuadas verificar o efeito das variações de temperatura nas estruturas presentes após têmpera. Os resultados obtidos em termos de curvas de arrefecimento permitiram desde logo verificar a transformação da austenite em produtos que não a martensite devido à recalcência que ocorre na formação da perlite (mais notório no gráfico da figura 35, em que todos os provetes ensaiados a 30% de polímero transformaram a temperaturas elevadas). Apenas por análise das curvas de arrefecimento pode-se já concluir que nos arrefecimentos em solução com 10% de polímero apenas o provete de 18 mm arrefecido no meio a 60°C evidencia algum sinal de transformação aos 550°C (figura 33). A 20% (figura 34) são notórias a presença de transformações para o diâmetro de 10 mm e 18 mm arrefecidos no meio a 60°C. Os resultados obtidos por análise térmica foram complementados com medições de dureza (da figura 37 à figura 39) e observação de microestruturas (da figura 40 à figura 43). Embora a recalcência esteja presente nalgumas das curvas, a sua ausência não significa a ausência de transformação.

As medições de dureza validam as curvas de arrefecimento obtidas. Com o aumento da temperatura ou concentração do meio, os valores de dureza começam a baixar. As microestruturas mostram a progressiva transformação do aço em outros produtos que não a martensite. Forma-se inicialmente perlite (figura 41) e para arrefecimentos mais lentos ferrite a delinear a perlite (figura 45). Verifica-se também como já foi observado em relação aos arrefecimentos em óleo e polímero a 10% à temperatura de 60°C, o polímero é menos capaz de retirar calor na fase crítica do arrefecimento quando comparado com o óleo. Os valores de dureza para o arrefecimento em óleo situam-se para os provetes de 10mm e 18 mm em 600HV e 490HV respectivamente, enquanto que para o polímero os valores são de 540HV e 360HV. A grande variabilidade de durezas que se obtêm nas medições é devida à presença de estruturas com grandes diferenças no valor de dureza numa mesma amostra (figura 43). A elevada capacidade de extracção de calor do óleo fica mais uma vez

demonstrada na figura 38. As durezas obtidas nos provetes temperados em óleo possuem valores de dureza médios superiores aos obtidos para uma quantidade de 50% de martensite. Por seu turno, só as soluções de polímeros que produzem arrefecimentos comparáveis aos da água, em especial com uma concentração de 10% e temperatura de 45°C é que conseguem ter um desempenho semelhante ao do óleo. A aquisição de curvas de arrefecimento sob os provetes de deformação em aço AISI 4140 demonstrou que com o aumentar da concentração de polímero de 10% para 20% (figura 46 e figura 47), existe uma diminuição da discrepância das curvas de arrefecimento entre as zonas mais espessas e mais finas. No entanto, o aumento da concentração para os 30% (figura 48), não produz alterações significativas ao andamento das curvas de arrefecimento quando comparado com a concentração de polímero de 20% (figura 47). O arrefecimento em óleo origina duas curvas praticamente paralelas no arrefecimento tanto da zona mais espessa como da mais fina (figura 49). Isto é indicativo durante o arrefecimento o calor é extraído da peça de forma uniforme, e que ao contrário da solução de polímero, toda a peça deverá estar a arrefecer segundo o mesmo estágio de arrefecimento em simultâneo.

Os valores de deformação obtidos com solução de polímero foram obtidos a partir da variação dimensional da característica indicada na figura 50. Os resultados obtidos corroboram que o arrefecimento em óleo já discutido é aquele que mais uniformemente remove calor à peça, dando origem a valores de  $dl/l$  mais baixos (figura 51). Já os restantes arrefecimentos realizados em solução de polímero dão origem a deformações mais elevadas, entre os 3% e os 5%. Atendendo à dispersão observada pode-se dizer que os valores de variação dimensional acabam por ser idênticos entre si para arrefecimentos em solução de polímero. O arrefecimento em água deu origem à fissuração do provete (figura 52). O trabalho realizado em [14] com provete idênticos na forma e liga equivalente a AISI 1045, demonstrou que a utilização de uma solução de polímeros de 10% deu origem a uma melhoria na deformação. No entanto o duplicar da concentração de polímero não trouxe melhorias significativas. Verifica-se também num trabalho publicado em [20] que a diminuição da deformação dá-se essencialmente devido à uniformidade da extracção de calor ao longo da superfície da peça. Atendendo aos resultados obtidos com a aquisição das curvas de arrefecimento e aos resultados de deformação (da figura 51) pode-se deduzir que a uniformidade do arrefecimento ao longo da superfície do provete no arrefecimento em óleo será o principal factor contribuinte para a baixa deformação verificada. A fissuração verificada no arrefecimento em água pode estar relacionada com a não uniformidade do arrefecimento e instalação de gradientes térmicos no provete. Um gradiente térmico elevado pode provocar a transformação

da austenite em martensite nas zonas superficiais, ou menos massivas (cujo arrefecimento é mais rápido), muito antes da ocorrência da transformação no interior da peça. Quando a austenite se transforma em martensite (com consequente expansão) nas zonas interiores rodeadas por uma camada de martensite exterior vai provocar uma tensão no material que se exceder a tensão de rotura, dá origem a fissuração.

A fissuração ocorrida nos provetes em aço AISI O1 para as temperaturas e concentrações de polímero mais baixas (20% a 45°C e 30% a 30°C, figura 54) obrigaram à utilização de concentrações e temperaturas mais elevadas numa tentativa de se obter um arrefecimento mais uniforme. Mesmo assim, os valores de deformação para o arrefecimento em solução de polímeros (quando não fissurado) são superiores aos obtidos para os provetes arrefecidos em óleo a 80°C. A obtenção de provetes não fissurados para a concentração de polímero a 30% com temperaturas de 45°C e 60°C é possível pois como já foi discutido, o tempo de arrefecimento em solução de polímero aumenta consideravelmente, permitindo uma melhor uniformização do gradiente de temperaturas dentro da peça. A não uniformidade do arrefecimento é apontada como a principal causa para a ocorrência de fissuras ou deformações exageradas.

O tratamento de solubilização seguido de arrefecimento em solução de polímeros foi classificado de aceitável segundo a norma ASTM A 262 [7]. A condição aceitável no caso deste aço é definida pela presença de ilhas isoladas de ferrite ao invés de ocorrer um ataque interdendrítico generalizado por toda a estrutura. A não aprovação no ensaio com ácido oxálico não implica a rejeição do aço. A rejeição do aço, segundo a referida norma, só é feita após a falha do material em ensaios de perda de massa. Normalmente o tratamento de solubilização é terminado com um arrefecimento em água como é citado em [6]. No entanto, do ponto de vista da norma [7], um arrefecimento em solução de polímero é capaz de dar origem a estruturas aceitáveis. O diagrama da figura 57 mostra a curva de sensibilização para aços austeníticos com vários teores em carbono. Para um teor em carbono de 0,05%, segundo o referido diagrama, seria necessário manter uma temperatura de aproximadamente 700°C durante 7 minutos para que a sensibilização ocorresse. Apesar da eficácia do arrefecimento em solução de polímeros ser suficiente para a obtenção de uma estrutura aceitável segundo a norma, não é certo que a resistência à corrosão, medida com outro tipo de testes, seja idêntica à que seria obtida com arrefecimento em água. O arrefecimento mais lento que é esperado da solução de polímeros comparativamente com o obtido com a água pode dar origem a uma menor eficiência na manutenção dos elementos químicos em solução, levando a

empobrecimentos localizados na matriz, que estão abaixo da sensibilidade deste tipo de testes.

O trabalho foi realizado tendo em conta duas variáveis principais que foram a temperatura e concentração (ou tipo de meio). É no entanto necessário reforçar que a variável agitação é indicada como sendo fundamental na obtenção de arrefecimentos com elevada uniformidade ao longo da peça. Dá origem à destabilização da barreira de vapor, fazendo subir a temperatura de Leidenfrost. Assim sendo, é de extrema importância que a agitação seja estudada. A aplicação de um sistema de agitação em laboratório permitiria a obtenção de resultados que demonstrassem a influência da variação deste parâmetro. Tendo em conta o tanque industrial (o volume, dimensões e geometria) o estudo da agitação terá mais relevo e será tão mais realista quanto mais próximo chegar da prática.

## **6. Conclusão**

Este trabalho permitiu a caracterização do meio de arrefecimento de solução aquosa de polímeros para diferentes temperaturas e concentrações do meio assim como a sua comparação com os arrefecimentos em óleo.

Foram obtidas curvas de arrefecimento recorrendo a um provete em aço inoxidável que permitem a comparação dos arrefecimentos produzidos pelos diferentes meios.

No arrefecimento de provetes cilíndricos em aço AISI 1045 obtiveram-se estruturas que variaram desde a martensítica (715HV30) e a mistura de ferrite e perlite (280 HV30). Estas diferenças de estrutura e dureza finais demonstram a capacidade de modelar a severidade de têmpera pela variação dos parâmetros da solução de polímeros.

Os ensaios de deformação para o aço AISI 4140 demonstraram que a solução de polímeros a partir da concentração de 20% a 30°C é capaz de temperar o aço sem que ocorra fissuração. No entanto, os valores de variação dimensional são superiores aos obtidos com o óleo. A combinação destes resultados com as curvas de arrefecimento obtidas para os provetes de deformação pode-se deduzir que a uniformidade na extracção de calor é um factor muito importante no controlo da deformação.

O Aço AISI O1 demonstrou uma propensão à fissuração relativamente elevada, sendo apenas temperável sem fissuração para um valor de concentração de 30% de polímero, às temperaturas de 45°C e 60°C. Nestes parâmetros do meio o arrefecimento é mais lento o que pode permitir um menor gradiente térmico no interior do provete.

A solubilização e arrefecimento do aço inoxidável austenítico em solução de polímeros permitiu a obtenção de estruturas aceitáveis segundo a “Practice A” da norma ASTM A262.

Os resultados obtidos com o polímero ensaiado (nas condições actuais) fazem prever a sua utilização em aplicações onde a severidade da água seja considerada excessiva. A utilização desta solução de polímeros mesmo em concentrações elevadas, dá origem a deformações relativamente elevadas quando comprado com o óleo e ao surgimento de fissuração no caso do aço O1. Assim, para peças em que o risco à fissuração seja conhecido, a utilização de uma solução de polímeros deste tipo deverá ser usada com reservas. Apesar de se conseguir, com a variação da concentração e da temperatura um ajuste da severidade de têmpera, esta vem por vezes associada a variações bruscas de taxa de arrefecimento ou uma exagerada perda de severidade.

A implementação desta solução em ambiente industrial deverá ser ponderada após validação em contexto real de trabalho, após estudo do tanque de arrefecimento, disposição da carga e combinação dos parâmetros temperatura/concentração com agitação.

## 7. Referências Bibliográficas

- [1] "Steeluniversity.org |Process Route Overview| Steel Processing Routes," <http://www.steeluniversity.org/content/html/eng/default.asp?catid=189&pageid=20>, acedido em 29 Julho..
- [2] Casting Vol. 15. Metals Handbook, ASM International, Ohio: ASM, 1992.
- [3] Smith, W. F. - Structure and properties of engineering alloys. 2nd. McGraw Hill New York, 1993.
- [4] Totten, G. E. et al - Handbook of residual stress and deformation of steel. ASM Ohio: 2002.
- [5] Heat treater's guide practices and procedures for irons and steels. [S.l.]: ASM International, 1995.
- [6] Stainless steels. Materials Park, OH: ASM International, 1996.
- [7] ASTM International - A262 - Standard Practices to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels. 2002.
- [8] Simsir, C., Gür, C. H. - 3D FEM simulation of steel quenching and investigation of the effect of asymmetric geometry on residual stress distribution. *Journal of Materials Processing Technology*. 207:1-3 (2008). p. 211-221.

- [9] C. J. Smithells - Smithells Metals Reference Book. 7th ed. Oxford: Butterworth, 1992.
- [10] Heat Treating. Vol.9. Metals Handbook, ASM International Ohio: ASM, 1981.
- [11] Totten, G. E., et al - Handbook of Quenchants and Quenching Technology. Ohio: ASM, 1993.
- [12] F. Lubricants. "THERMISOL 251," 1/07/09, 2009; [http://www.fuchs.com.sg/index.php?option=com\\_content&task=view&id=103&Itemid=47](http://www.fuchs.com.sg/index.php?option=com_content&task=view&id=103&Itemid=47), acedido em 29 Julho.
- [13] Totten, G. E. - Steel heat treatment equipment and process design. 2nd. Boca Raton, FL :: Taylor & Francis, 2007.
- [14] Linggoputro, R. - Cooling Characteristics of a PAG Polymer Quenchant and Its Application on Medium Carbon Steel. In: Proceedings of the Second International Conference on Quenching and the Control of Distortion, Cleveland, Ohio, 1996, 4-7 November.
- [15] ASTM International - A255 - Standard Test Methods for Determining Hardenability of Steel. ASTM International, 2002.
- [16] Boyle, R. B. E., Northwood, D. O., "The Use of Navy C-Ring Specimens to Investigate the Effects of Initial Microstructure and Heat Treatment on the Residual Stress, Retained Austenite, and Distortion of Carburized Automotive Steels," in SAE World Congress & Exhibition, April 2007, Detroit, Michigan, USA, 2007.
- [17] Stainless Steels. Materials Park, OH: ASM International, 1996.
- [18] Tensi, H. M, Totten, G.E. Lainer, K. - Performance of Vegetable Oils as a Cooling Medium in Comparision to a Standard Mineral Oil. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 8:4 (1999). p. 409-416.
- [19] Totten, G. E. Tensi, H. M., Stich, A. - Fundamentals about Quenching by Submerging. In: Proceedings of International Heat Treating Conference: Equipment and Processes, Schaumburg, Illinois, 1994, 18-20 April.
- [20] Zhichao Li R. V. G., Srinivasan R. - Distortion Minimization During Gas Quenching Process. *Journal of Materials Processing Technology*. 172: (2006). p. 249-257.