

ESTIMATIVA DE AUSTENITA RETIDA EM AÇOS TEMPERADOS E REVENIDOS POR MÉTODOS MAGNÉTICOS

R. V. Martin – IPT, São Paulo, SP - ramon@ipt.br

F. J. G. Landgraf - EPUSP, São Paulo, SP - landgraf@ipt.br

☒ Departamento de Eng. Metalúrgica e Materiais, EPUSP, Butantã, Cid. Universitária,
São Paulo, SP, CEP 05508-970

H. Goldenstein - EPUSP, São Paulo, SP - hgoldens@usp.br

R. Cumino - Rolamentos Schaeffler Ltda, São Paulo, SP - cuminrca@schaeffler.com

M. F. de Campos - INMETRO, Duque de Caxias, RJ - mfcampos@inmetro.gov.br

RESUMO

Métodos baseados em medidas magnéticas foram usados para determinar a fração volumétrica de fases metálicas que apresentam diferenças em suas propriedades magnéticas. Utilizamos a medida da polarização magnética de saturação, obtida através de um histeresígrafo, para estimar a fração volumétrica de austenita retida em aços SAE 52100 temperados e revenidos. A partir de uma série de amostras, sujeitas a tratamentos térmicos em condições diversas, determinamos a saturação da martensita, a componente ferromagnética. Comparando-se este valor com a saturação total da amostra, determinamos a fração volumétrica da austenita retida, que é uma componente não magnética. Descrevemos os procedimentos de medida, e resultados obtidos pela comparação com métodos tradicionais de caracterização, como difração de raios-X.

Palavras-chave: propriedades magnéticas, austenita retida, aços temperados, difração de raios-X, Rietveld.

1. INTRODUÇÃO

Durante o processo de obtenção de aços temperados, o material sofre uma transformação, passando de uma estrutura austenítica para outra, em que predomina a martensita. A transformação geralmente não é completa, restando, nos espaços entre as ripas e placas da martensita, uma fase residual de austenita retida. Esta componente é indesejável, pois degrada as propriedades mecânicas do aço temperado, provocando alterações dimensionais e diminuição em sua dureza ^(1, 2). Para diminuir a presença da austenita retida, além de processos de conformação mecânica, o revenimento é um dos tratamentos térmicos mais empregados. Em aplicações, como a fabricação de rolamentos, é fundamental monitorar as propriedades do aço, para otimizar as qualidades do produto final. Dentre os métodos mais usados para verificar a presença da austenita retida, podemos citar as análises metalográficas feitas ao microscópio, a espectroscopia Mössbauer, e a difração de raios-X ⁽³⁾. Estes métodos exigem equipamentos de elevado custo, procedimentos complexos, e elevadas incertezas nos resultados, principalmente na determinação de pequenas frações desta componente.

Outra forma de ensaio não destrutivo é feito com o auxílio de medidas magnéticas ^(2, 3, 4). Como a austenita é uma fase não magnética, ao contrário da martensita, que é ferromagnética, podemos estimar o conteúdo da austenita retida através da medida da magnetização, ou polarização magnética de saturação - J_s . Assim, para um aço recozido J_s atinge um valor máximo, pois neste material praticamente não há austenita retida. Para um aço temperado não revenido, J_s tende a um mínimo, devido ao alto conteúdo de austenita retida. De forma simplificada, considerando apenas duas fases: a ferromagnética e a não magnética, e sendo a polarização de saturação da fase ferromagnética ou da martensita - J_{ferromag} - determinamos a fração volumétrica da austenita retida - $\% \gamma$ - pela equação (A) :

$$\% \gamma = \left(1 - \frac{J_s}{J_{\text{ferromag}}} \right) \cdot 100\% \quad (A)$$

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Usamos amostras de aços SAE 52100, usados na fabricação de esferas para rolamentos, cuja composição química é mostrada na tabela 1.

Tabela 1. Composição química aproximada do aço investigado.

C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo
1,0%	0,35%	0,25%	-	1,55%	-

Um dos equipamentos mais usados para realizar as medidas de saturação magnética é o magnetômetro de amostra vibrante - VSM. Neste trabalho, entretanto, empregamos outro tipo de instrumento, conhecido como histeresígrafo (mod. HYSTERGRAF IS-300, fabricado pelo Laboratorio Elettrofisico - Italy). Nos dois casos bobinas compensadas (bobinas de *pick-up*) envolvem as amostras, captando o sinal originado pela magnetização do material. No VSM, uma amostra muito pequena é suspensa entre as peças polares de um eletroímã. A amostra é posicionada na extremidade de uma haste vibrante. O campo estático, aplicado pelo eletroímã, provoca a magnetização da amostra, que associada à vibração, induz um sinal nas bobinas de *pick-up*. No histeresígrafo a amostra permanece estática, sendo posicionada e comprimida entre as peças polares do eletroímã. Desta forma, pelo contato das superfícies planas da amostra com as faces das peças polares, elimina-se o problema de campos desmagnetizantes internos, que podem provocar leituras incorretas de saturação magnética. Como a amostra não se move, para induzir sinais nas bobinas de *pick-up*, o campo magnético aplicado pelo eletroímã varia de intensidade continuamente, na forma de uma onda triangular com período de vários minutos. O sinal induzido é proporcional à magnetização do material. Outra bobina imersa na região do entreferro do eletroímã, conhecida como sonda de potencial magnético, fornece o sinal para a medida da intensidade do campo magnético aplicado - **H**. Fluxímetros digitais integram os sinais destas bobinas, gerando como saída do sistema de medidas as curvas de magnetização do material. Estas curvas mostram a polarização magnética - **J**, ou a indução magnética - **B**, em função de **H**. Apenas recordando, estas grandezas estão relacionadas pela equação (**B**):

$$B = J + \mu_0 H \quad (B)$$

μ_0 - permeabilidade magnética no vácuo:

$$\mu_0 = 4 \pi 10^{-7} \text{ Wb/(Am)};$$

J - polarização magnética (T);

B - indução magnética (T).

Na figura 1 temos um aspecto do equipamento de medidas. Na figura 2, um exemplo de curvas de magnetização. Nota-se o aumento da polarização de saturação devido a eliminação da austenita retida pela ação do revenimento.



Figura 1: Detalhes do histeresígrafo: eletroímã e bobinas de pick-up entre as peças polares.

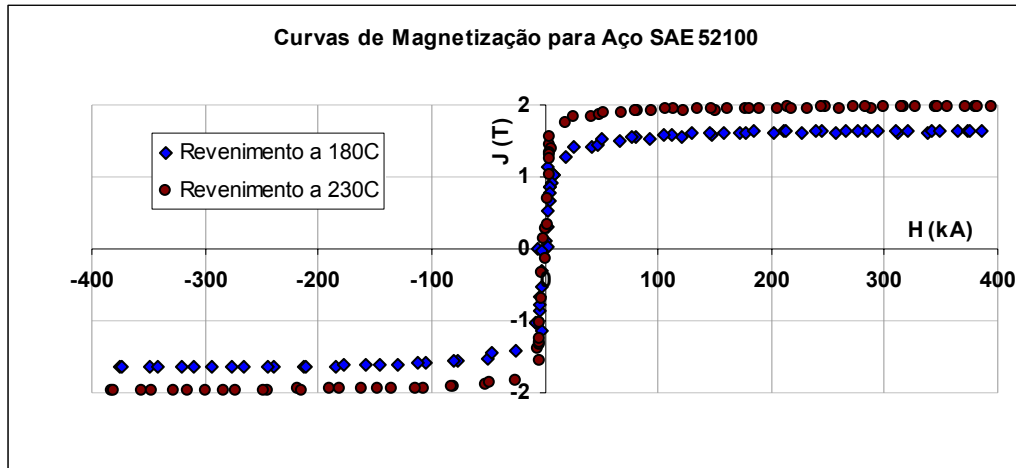


Figura 2: Exemplos de curvas de magnetização para aço temperado, mostrando o efeito da temperatura de revenimento na eliminação da austenita retida, partindo-se de uma amostra com 15% desta componente.

Apesar de sua alta sensibilidade, o método magnético fornece medidas indiretas do conteúdo de austenita. Assim, é necessário comparar estas medidas com um método direto: Utilizamos a difração de raios-X. As medidas por raios-X são feitas incidindo um feixe sobre uma superfície previamente tratada da amostra. O espalhamento produzido pelo retículo cristalino do material produz padrões de interferência, que determinam a quantidade, e tipo de estrutura cristalina associada a cada fase da liga. Na figura 3 temos um exemplo de um espectro obtido por difração, ou difratograma. Realizamos medidas em dois tipos de equipamento, que possuem métodos distintos de análise dos difratogramas. No método “convencional” de análise, é usada a correção com o *fator estrutura*, e a diferença de fração volumétrica é dada apenas pela área dos picos escolhidos. Estas medidas iniciais foram realizadas em laboratórios alemães. Por outro lado, o método de análise Rietveld já engloba o *fator estrutura*, e todos os demais fatores, além de ajustar o espectro inteiro. Neste caso, compreende uma região bem ampla, com 2θ variando entre 30° e 140° . As medidas de espectros para Rietveld foram obtidas no difratômetro Bruker Discover D8 do INMETRO, com radiação $\text{CuK}\alpha$, e detector de SiLi mod. SOL-X. A análise Rietveld foi realizada com o programa TOPAS 3.0 da Bruker. Este software de análise fornece diretamente a quantidade da austenita retida de forma confiável. Abaixo de 2% de Fe_γ , entretanto, é difícil quantificar a austenita. São necessários longos tempos de aquisição para caracterizar amostras com baixas concentrações de austenita residual, pois

o pico de F_{γ} confunde-se com o ruído de fundo, e a incerteza da medida aumenta rapidamente. Outros efeitos, como a textura microestrutural da amostra, também podem gerar incertezas adicionais.

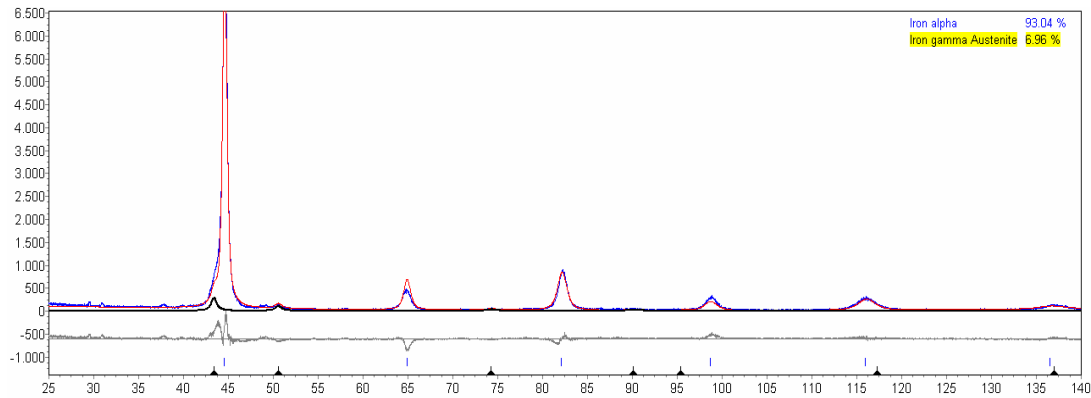


Figura 3: Difratograma de amostra com uma estimativa de 7% de austenita retida. Tempo de aquisição: 24h.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para calcular $\% \gamma$ pela equação (A), devemos determinar a polarização de saturação magnética do material isento de austenita. Esta é uma das principais dificuldades no método magnético. Podemos fazer uma estimativa utilizando a saturação do ferro puro ($J_{Fe\ sat} = 2,16\ T$), e corrigi-la levando em conta a presença dos elementos da liga, além de outras fases como a cementita, ou carbonetos precipitados. Experimentalmente podemos obter um valor mais confiável para $J_{ferromag}$. Para isto, medimos o valor da saturação, submetendo amostras do mesmo aço temperado a diversos tratamentos térmicos, cujo efeito em J_s é mostrado na figura 4. Nota-se um pico máximo de 2,02 T para temperaturas de revenimento em torno de 240°C mantidas por quatro horas. Temperaturas maiores de revenimento levam a diminuição de J_s devido à precipitação de carbonetos, com a formação de uma fase de menor saturação magnética, a cementita. Um comportamento semelhante é observado na variação dimensional e na dureza em função da temperatura de revenimento ^(1, 2). Considerando que a contribuição da austenita é desprezível neste ponto, vamos assumir este máximo como a saturação magnética da martensita. Aplicamos

este valor para J_{ferromag} na equação (A), e assim calculamos % γ . Na tabela 2, e nas figuras 5 e 6 temos a comparação destes resultados com os dados obtidos por difração de raios-X.

A incerteza na medida de J_s é de $\pm 1\%$. Os corpos de provas para medidas magnéticas no histeresígrafo devem ter formas bem definidas, e duas superfícies planas para manter contato com as peças polares do eletroímã, evitando a formação de entreferros. Amostras com geometria irregular podem aumentar a incerteza das medidas, já que a seção transversal do corpo de prova é um dos parâmetros usados na determinação de J_s . No método magnético, a fração volumétrica de austenita pode ser estimada com incertezas em torno de 5% da medida.

Tabela 2: Resultados obtidos para as amostras submetidas a tratamentos diversos.

Amostra	Tratamento Térmico	J_s (T)	%γ (%) método magnético	%γ (%) R-X Convencional	%γ (%) R-X Rietveld
a	só temperado	1,62	19,6	15,0	13,0
b	reven. 2h / 180°C	1,73	14,1	15,0	15,2
c	reven. 2h / 230°C	1,98	2,1	0,5	
d	reven. 2h / 250°C	1,99	1,3	1,0	
e	reven. 2h / 290°C	1,97	2,3	1,0	
f	reven. 2h / 340°C	1,96	2,9	1,0	<2,0
g	reven. 4h / 180°C	1,71	15,5	13,0	15,7
h	reven. 4h / 230°C	2,01	0,4	1,0	
i	reven. 4h / 250°C	2,02	0,0	1,0	
j	reven. 4h / 290°C	2,00	0,7	1,0	
k	reven. 4h / 340°C	1,99	1,6	0,5	
l	isoterm. 30 min / 265°C	1,92	5,1	2,5	7,0
m	isoterm. 60 min / 265°C	2,01	0,2	1,0	
n	isoterm. 90 min / 265°C	1,98	2,1	0,5	<2,0
o	isoterm. 5 min / 170°C + reven. 2 h / 265°C	2,01	0,6	0,5	
p	isoterm. 2 h / 220°C sem reven.	1,83	9,3	8,0	8,7
q	isoterm. 4 h / 220°C + reven. 2 h / 265°C	1,96	3,0	1,0	
r	isoterm. 4 h / 220°C sem reven.	1,87	7,2	2,0	
s	isoterm. 6 h / 220°C sem reven.	1,97	2,6	1,0	
t	isoterm. 2 h / 235°C	1,95	3,6	2,0	4,5
u	isoterm. 4 h / 235°C	1,92	4,9	0,5	

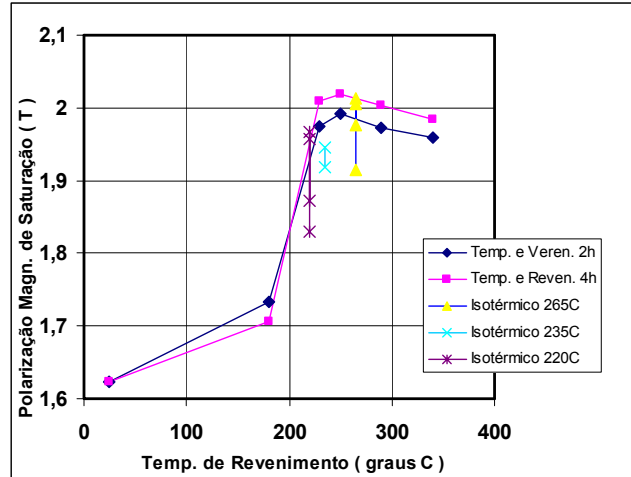


Figura 4: Polarização de saturação para aço SAE 52100 submetido a diferentes tratamentos térmicos.

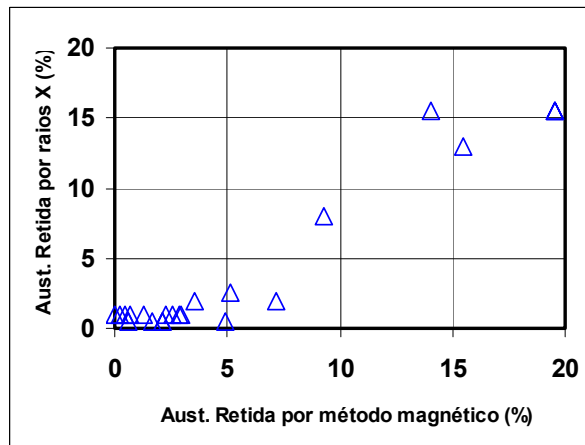


Figura 5: Comparação entre a fração volumétrica da austenita retida, obtida por método magnético e por difração de raios-X com análise convencional.

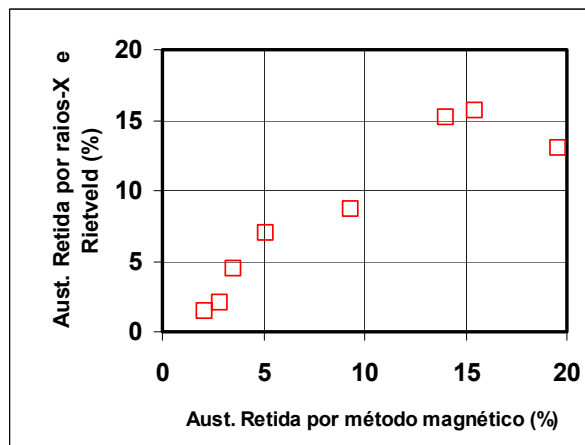


Figura 6: Comparação entre a fração volumétrica da austenita retida, obtida por método magnético e por difração de raios-X com método de análise Rietveld .

4. CONCLUSÃO

Determinamos o valor da saturação magnética das componentes ferromagnéticas (martensita) em amostras de aço temperado SAE 52100, submetidas a tratamentos térmicos diversos: $J_{\text{ferromag}} = 2,02 \pm 0,02$ T. Com este valor pudemos estimar a fração volumétrica de austenita retida. A única amostra apenas temperada, com grande quantidade de austenita (amostra *a*), indica frações volumétricas super avaliadas em relação ao método de difração de raios-X. Para amostras com baixa concentração de austenita, a difração de raios-X não permite obter boas estimativas, exigindo longos intervalos de tempo para aquisição de dados. O método magnético, mesmo nestas condições, ainda apresenta alta sensibilidade. Outra vantagem do método magnético é a medida simultânea de todo material da amostra, e não apenas de regiões superficiais, como nos ensaios de caracterização através de difração de raios-X. A utilização do histeresígrafo, para a obtenção das medidas magnéticas, além de eliminar a presença de campos desmagnetizantes internos, ainda permite o uso de amostras com grandes dimensões, muito maiores que aquelas do VSM. Esta é uma característica desejável, principalmente quando o material ensaiado não é suficientemente homogêneo. A determinação das incertezas associadas aos métodos magnéticos dependem ainda de medidas mais abrangentes, em termos de materiais e tratamentos, para uma melhor interpretação da relação entre as complexas transformações de fases no aço, e as correspondentes alterações de suas propriedades magnéticas.

A polarização magnética de saturação é uma propriedade que não é influenciada por variáveis microestruturais, tais como tamanho de grão e densidade de discordâncias. Depende apenas das fases e da composição química da liga metálica. A estimativa da fração volumétrica da austenita retida em aços temperados, através desta propriedade, mostra um grande potencial de utilização, pois se trata de um método não destrutivo simples, que fornece resultados rapidamente. Aplicações, como controle de qualidade em linhas de produção, podem ser implementadas com equipamentos simplificados de medidas magnéticas.

5. AGRADECIMENTOS

M. F. de Campos agradece ao CNPq – PROMETRO.

F. J. G. Landgraf agradece ao CNPq.

6. REFERÊNCIAS

1. CIFUENTES, J. A.; CUMINO, R. S.; SILVA, W. G.; GOLDENSTEIN, H.; GRELL, K. L.; “Dimensional stability of bearing components made of steel SAE 52100 during tempering”; XV Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais **CBECIMAT**, São Paulo – SP, 09-13 Novembro de 2002.

2. NETO, H. B.; LANDGRAF, F. J. G.; FUKUHARA, M.; TSCHIPTSCHIN, A. P.; GOLDENSTEIN, H.; “Magnetic behavior of ABNT 4340 steel after quenching and tempering”, 60th Annual Congress of **ABM**, Belo Horizonte - MG, 25-28 julho de 2005.

3. TAVARES, S. S. M.; MELLO, S. R.; GOMES, A. M.; NETO, J. M.; DA SILVA, M. R.; PARDAL, J. M.; “X-ray diffraction and magnetic characterization of the retained austenite in a chromium alloyed high carbon steel”. **Journal of Materials Science**, 41 (15): 4732-4736, AUG 2006.

4. BIDA, G. V.; NICHIPURUK, A. P.; TSARKOVA, T. P.; **Russian Journal of Nondestructive Testing**, 200, Vol. 37, No. 2, p.100-115.

ESTIMATING AUSTENITE VOLUMETRIC FRACTION IN QUENCHED AND TEMPERED STEEL USING MAGNETIC METHODS

ABSTRACT

Magnetic methods can be used to determine the volumetric fraction of metallic phases with differences in their magnetic properties. The measurement of the saturation magnetic polarization was used to estimate the austenite volume fraction in quenched and tempered steel. Austenite is a non-magnetic component, and its presence is not desirable because it deteriorates the mechanical properties of the tempered steel. The equipment and measurement procedures were described, and the results from magnetic technique were compared against traditional methods of characterization as x-ray diffraction.

Key Words: Magnetic properties, residual austenite, tempered steel, retained austenite, X-ray diffraction, Rietveld.