CARLOS HUMBERTO SARTORI

**INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E TRATAMENTOS
CRIOGÊNICOS NA TENACIDADE DO AÇO RÁPIDO AISI M2**

**Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de
São Paulo para a obtenção do
título de Mestre em Engenharia.**

**São Paulo
2009**

CARLOS HUMBERTO SARTORI

**INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E TRATAMENTOS
CRIOGÊNICOS NA TENACIDADE DO AÇO RÁPIDO AISI M2**

**Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de
São Paulo para a obtenção do
título de Mestre em Engenharia.**

**Área de Concentração:
Metalurgia e Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin**

**São Paulo
2009**

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 04 de janeiro de 2009

Assinatura do autor:

Assinatura do orientador:

FICHA CATALOGRÁFICA

- Edição Revisada -

Sartori, Carlos Humberto

Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2 / C.H. Sartori. --São Paulo, 2008.

141 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Tratamento térmico 2.Tenacidade dos materiais 3.Aço rápido I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

*Dedico este trabalho a Deus, porque é Dele essa vitória alcançada em minha vida,
aos meus pais e minha irmã pela dedicação, amor e educação que me forneceram
e à minha amada esposa por estar sempre ao meu lado.*

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin, pela oportunidade, confiança e ensinamentos.

Ao mestre e amigo Shun Yoshida por toda a metalurgia que me ensinou durante todos esses anos e por me tornar um entusiasta dos processos criogênicos.

A Bodycote Brasimet, em especial aos Srs. Ronald Rothe, Horst Wittmaack e Karlheinz Pohlmann por acreditarem e incentivarem a formação científica do time de engenheiros da empresa.

Aos amigos Antonio Carlos Arruda e Ronaldo Ruas pela grande amizade, incentivo e discussões sobre Metalurgia Física no nosso dia-a-dia.

Aos amigos Paulo Sérgio e Davi Leôncio por acreditarem e ajudarem a fazer com que o processo criogênico não ficasse apenas na teoria, mas fosse aplicado na indústria trazendo muitos benefícios aos usuários de aços ferramenta.

A Dra. Marina Magnani do Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica (LabMicro) da EPUSP pela grande ajuda na obtenção das micrografias e fractografias desse trabalho.

A todos que direta ou indiretamente colaboraram na execução deste trabalho.

*“Minhas emoções, presas num lago congelado,
eu não pude senti-las até que o gelo começa-se a se quebrar.”*

(Bruce Dickinson)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO	19
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1 Aços rápidos	21
2.2 Tratamentos criogênicos	27
2.3 Principais propriedades afetadas pelos tratamentos criogênicos.....	29
2.4 Definição de tenacidade.....	31
2.5 Ensaio de impacto.....	32
2.5.1 Correlação com a tenacidade à fratura	35
2.6 Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)	39
2.6.1 Correlação com a tenacidade à fratura	43
2.7 Tratamentos térmicos, microestruturas e propriedades	44
2.7.1 Austenita retida	50
2.7.2 Martensita.....	52
2.7.3 Carbonetos.....	53
2.8 Mecanismos propostos para as mudanças provocadas pelos tratamentos criogênicos	54
2.8.1 Transformação da austenita retida.....	54
2.8.2 Condicionamento da martensita.....	55
2.8.3 Revenimento	57

2.9 Mecanismos de precipitação do carboneto η	64
2.10 Efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas...	67
2.11 Efeitos dos tratamentos criogênicos na microestrutura.....	77
3. MATERIAIS E MÉTODOS	83
3.1 Material de partida.....	83
3.1.1 Corpos de prova de impacto	84
3.1.2 Corpos de prova de flexão	85
3.2 Ciclos de tratamento térmico.....	85
3.3 Ensaio de dureza.....	94
3.4 Ensaio de impacto	95
3.5 Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)	95
3.6 Análise fractográfica	97
3.7 Microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura	97
4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS	100
4.1 Ensaio de dureza.....	100
4.2 Ensaio de impacto	103
4.3 Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)	104
4.4 Análise fractográfica	106
4.5 Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura	111
4.6 Verificação do teor de austenita retida	121
5. DISCUSSÕES.....	123
5.1 Ensaio de dureza.....	123
5.2 Ensaio de impacto	124
5.3 Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)	126

5.4 Análise fractográfica.....	127
5.5 Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura	129
5.6 Verificação do teor de austenita retida	131
5.7 Resumos das propriedades mecânicas e características metalográficas obtidas com as diversas rotas de tratamento térmico	131
6. CONCLUSÕES	133
7. TRABALHOS FUTUROS	135
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	138

LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1. Evolução da distribuição de carbonetos eutéticos para diferentes níveis de deformação. Trata-se de um aço rápido com 18%W, 4%Cr e 1%V----- 24
- Figura 2.2. Microestrutura do aço AISI M2 no estado recozido com aumento de 2000x. (a) atacado ele atacado eletroliticamente com acido crômico 1%, 3V. 1,7% MC. (b) atacado com 4% NaOH saturado com KMnO₄. 1,7%MC + 13% M₆C.(c) atacado com Nital 1%. 1,7% MC + 13% M₆C + 8,5% M₂₃C₆. ----- 25
- Figura 2.3. Curvas típicas de revenimento para diferentes classes de aços--- 26
- Figura 2.4. Representação esquemática do comportamento tensão-deformação para um material dúctil e frágil testados até a fratura ----- 31
- Figura 2.5. Esquema ilustrativo dos ensaios de impacto e corpos de prova Charpy e Izod ----- 34
- Figura 2.6. Tensões atuando na frente de trinca sob tensões de tração ----- 36
- Figura 2.7. Esquemas dos principais ensaios de flexão: a) três pontos e b) quatro pontos ----- 39
- Figura 2.8. Esquema para cálculo da tensão máxima no ensaio de flexão quatro pontos ----- 40
- Figura 2.9. Modelo adaptado de Fischmeister e Ölsön (1980) para demonstrar o crescimento de trincas em aços rápidos. (a) carregamento perpendicular à direção de laminação; (b) carregamento paralelo à direção de laminação----- 42
- Figura 2.10. Gráfico esquemático para resistência à flexão (a) e tenacidade a fratura (b) em relação ao tamanho dos carbonetos.----- 44
- Figura 2.11. Isopleta do sistema Fe – 4%Cr – 5% Mo – 2% V – 6,3% W – 0,3 % Mn e 0,3% Si----- 45
- Figura 2.12. Curva de transformação (resfriamento contínuo) do aço rápido Böehler S600 (similar ao AISI M2) ----- 46
- Figuras 2.13. Montagem e carregamento de ferramentas em aço rápido para têmpera em forno à vácuo ----- 47
- Figura 2.14. (a) Efeito da temperatura de austenitização nos pontos de formação de martensita (início e fim) para um aço rápido (vide composição química); (b) O ponto de M de formação martensítica para o aço rápido (vide composição química) em função do tempo e temperatura de austenitização ----- 49

Figura 2.15. Efeito do tempo de espera, na transformação da austenita retida no aço AISI D2 austenitizado a 1075°C. Praticamente toda austenita retida irá se transformar a -80°C, porém a exposição por tempos prolongados na temperatura ambiente irá exigir temperatura criogênicas bem mais baixas para a transformação da austenita e mesmo assim a transformação não será completa, como pode ser visto pelas baixas durezas alcançadas ----- 52

Figura 2.16. Tratamento criogênico e endurecimento secundário. As curvas de revenimento para os aços AISI D2 e Vanadis 4 tratados por processos convencionais e por processos criogênicos (-196°C) ----- 55

Figura 2.17. Variação da dureza com a temperatura de revenimento em diferentes aços rápidos revenidos triplamente por 2 horas ----- 59

Figura 2.18. (a) MET de uma amostra tratada em processo subzero a -50°C e revenida (b) Modelo de difração eletrônica (c) Modelo com índices de (b) (d) MET da precipitação de carbonetos em amostra tratada criogenicamente a -196°C e revenida (e) Modelo de difração eletrônica, mostrando duas zonas: matriz martensítica e carbonetos η (f) Modelo com índices de (e) ----- 62

Figura 2.19. Curvas de revenimento do aço AISI M2 austenitizado a 1195°C e 1215°C e tratado com e sem criogenia ----- 64

Figura 2.20. Arranjo atômico no plano (010) do carboneto η incluindo projeção ao longo de [010] η (a) e do plano (110) da martensita (b). Distorção do reticulado e trocas de átomos de carbono convertem o reticulado tetragonal de corpo centrado em reticulado ortorrômbico ----- 66

Figura 2.21. (a) Efeito da temperatura criogênica na dureza e (b) Efeito da temperatura criogênica na tenacidade. Amostras revenidas a 200°C ----- 67

Figura 2.22. (a) Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos e (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. As amostras foram revenidas a 200°C ----- 68

Figura 2.23. Micrografias feitas por microscópio eletrônico de transmissão para o aço W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) em diferentes ciclos de tratamento térmico (TC = tratamento criogênico) ----- 74

Figura 2.24. Micrografia (MET) de amostra em aço AISI M2 tratada por processo criogênico ----- 78

Figura 2.25. Micrografias (Microscopia Eletrônica de Transmissão) de mesma amostra em aço AISI M2 não tratadas por processo criogênico. Os carbonetos em (a) são menores que os carbonetos em (b) ----- 78

Figura 2.26. Distribuição de tamanho dos carbonetos no aço AISI M2 após tratamento criogênico e convencional. Huang et al. (2003). ----- 79

Figura 2.27. Micrografias (MEV) das rotas de tratamento térmico a, b, c realizadas por Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000). As amostras foram austenitizadas a 1200°C, temperadas a 550°C e revenidas a 560°C----- 80

Figura 2.28. (a) Aço AISI T42 temperado e revenido convencionalmente, (b) AISI T42 tratado a -140°C (sem enxarque), (c) AISI T42 tratado a -185°C por 8 horas, (d) AISI T42 tratado a -185°C por 24 horas ----- 81

Figura 2.29. (a) Aço AISI M2 temperado e revenido convencionalmente, (b) AISI M2 tratado a -140°C (sem enxarque), (c) AISI M2 tratado a -185°C por 8 horas, (d) AISI M2 tratado a -185°C por 24 horas ----- 82

Figura 3.1. Esquema da retirada de corpos de prova para ensaio de impacto 84

Figura 3.2. Esquema da retirada de corpos de prova para ensaio de flexão--- 85

Figura 3.3. Diversas rotas de tratamentos térmicos propostas no trabalho ---- 87

Figura 3.4. Forno a vácuo utilizado para o tratamento térmico das amostras - 88

Figura 3.5. Gráfico da carga de têmpera com austenitização de 1180°C----- 90

Figura 3.6. Gráfico da carga de têmpera com austenitização de 1200°C ----- 91

Figura 3.7. Gráfico da carga de têmpera com austenitização de 1220°C ----- 92

Figura 3.8. Forno de revenimento tipo poço utilizado para o revenimento das amostras ----- 93

Figura 3.9. Tanque de nitrogênio líquido utilizado para a etapa de tratamento criogênico das amostras ----- 94

Figura 3.10. Pêndulo de impacto modelo VWM Leipzig utilizada para os ensaios de impacto ----- 95

Figura 3.11. Esquema do dispositivo para ensaio de flexão 3 pontos ----- 96

Figura 3.12. Detalhe do ensaio de flexão em andamento de amostra do trabalho (amostra flexionada próxima ao momento de ruptura) ----- 96

Figura 3.13. Detalhe dos embutimentos metalográficos realizados ----- 99

Figura 4.1. Valores de dureza HRC dos corpos de prova de impacto tratados termicamente pelas 12 rotas propostas -----101

Figura 4.2. Valores de dureza HV10 dos corpos de prova de flexão tratados termicamente pelas 12 rotas propostas-----102

Figura 4.3. Valores de energia absorvida (J) dos corpos de prova de impacto tratados termicamente pelas 12 rotas propostas -----104

Figura 4.4. Valores de resistência à flexão 3 pontos (MPa) dos corpos de prova de flexão tratados termicamente pelas 12 rotas propostas-----105

Figura 4.5. Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1180°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 01; (b) rota 02; (c) rota 03 e (d) rota 04 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----106

Figura 4.6. Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1200°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----107

Figura 4.7. Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1220°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----108

Figura 4.8. Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1180°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 01; (b) rota 02; (c) rota 03 e (d) rota 04 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----109

Figura 4.9. Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1200°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----110

Figura 4.10. Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1220°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV – elétrons secundários – 2500 x. -----111

Figura 4.11. Microestrutura do material de partida na direção longitudinal (a e b) e transversal (c e d) dos cps de impacto no estado recozido - Nital 10% -----112

Figura 4.12. Microestrutura de amostra austenitizada a 1180°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela -----113

Figura 4.13. Microestrutura de amostra austenitizada a 1200°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela -----113

Figura 4.14. Microestrutura de amostra austenitizada a 1220°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela -----114

Figura 4.15. Micrografia de amostra austenitizada a 1200°C e somente temperada, evidenciando a presença de carbonetos nas estrias (região I) e regiões fora das estrias (região II) – MEV – elétrons retroespalhados – 6500x - Villela-----115

Figura 4.16. Mesma amostra da figura 4.15, evidenciando já no estado temperado a presença de carbonetos com dimensões inferiores a $5\mu\text{m}$ – MEV – elétrons retroespalhados – 6500x - Villela -----115

Figura 4.17. Análise EDS e composição química do carboneto “A”, do tipo M_6C , identificado na figura 4.20 -----116

Figura 4.18. Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1180°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela -----117

Figura 4.19. Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1200°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela-----118

Figura 4.20. Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1220°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela-----119

Figura 4.21. Microestrutura de amostra de impacto tratada pela rota 2 evidenciando exemplos dos carbonetos em análise – MEV – elétrons retroespalhados – 10.000x – Villela -----120

Figura 4.22. Microestrutura de amostra de impacto tratada pela rota 6 evidenciando exemplos dos carbonetos em análise – MEV – elétrons retroespalhados – 10.000x – Villela-----121

Figura 4.23. Evolução do tamanho de grão e porcentagem de austenita retida com o aumento da temperatura de austenitização -----122

Figura 5.1. Detalhe das fraturas nas amostras de flexão da rota 05 (sem criogenia e triplo revenido) e rota 06 (criogenia e um revenido) evidenciando maior presença de microcavidades na rota criogênica – MEV – elétrons secundários – 2500x---128

Figura 5.2. Curvas de revenimento (1x2h) para o aço AISI M2 austenitizado a 1180°C , 1200°C e 1220°C para o processo convencionado I e para o processo criogênico -----130

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Classificação dos aços rápidos segundo a AISI	22
Tabela 2.2. Características dos carbonetos eutéticos	22
Tabela 2.3. Correlações típicas entre Energia de Impacto Charpy e valor de K_{IC} para aços	38
Tabela 2.4. Comparativo do espaçamento interplanar dos carbonetos η e ε --	61
Tabela 2.5. Rotas de tratamentos térmicos aplicados aos aços rápidos AISI T1 e AISI M2 em trabalho de Yun, Xiaoping e Hogshen	70
Tabela 2.6. Propriedades mecânicas obtidas nos aços AISI T1 e AISI M2 tratados pelas rotas da tabela 2.5	71
Tabela 2.7. Ciclos térmicos (rotas) aplicadas ao aço rápido AISI T15, adaptado do trabalho de Yen e Kamody (1997)	75
Tabela 2.8. Dureza e teor de carbonetos η em amostras do aço AISI T15 tratadas conforme rotas descritas na tabela 2.7 do trabalho de Yen e Kamody (1997)-	76
Tabela 3.1. Composição química das barras estudadas	83
Tabela 3.2. Avaliação de dureza superficial das barras recozidas	83
Tabela 3.3. Diversas rotas de tratamentos térmicos propostas no trabalho----	87
Tabela 3.4. Ataques químicos freqüentemente utilizados para caracterização microestrutural do aço AISI M2	98
Tabela 4.1. Valores de dureza superficial dos corpos de prova de impacto --	100
Tabela 4.2. Valores de dureza superficial (escala HV10) dos corpos de prova de flexão-----	102
Tabela 4.3. Valores de energia absorvida em Joules (J) para cada corpo de prova de impacto	103
Tabela 4.4. Valores de resistência à flexão (MPa) obtidos para cada corpo de prova de flexão-----	105
Tabela 4.5. Valores de austenita retida verificadas nas amostras tratadas nas diversas rotas	122
Tabela 5.1. Comparativo entre propriedades obtidas e microestrutura para as diversas rotas propostas-----	132

RESUMO

Neste trabalho foi avaliada a tenacidade do aço rápido AISI M2 tratado termicamente por rotas convencionais e rotas criogênicas.

A tenacidade foi verificada através de ensaios de impacto em corpos de prova sem entalhe e ensaios de flexão 3 pontos em corpos de prova cilíndricos.

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno a vácuo com resfriamento por nitrogênio sob 6 bar de pressão.

As rotas convencionais foram constituídas por austenitização, têmpera e triplo revenimento a 560°C.

As rotas criogênicas foram constituídas por austenitização e têmpera similares às rotas convencionais, além de processamento criogênico em nitrogênio líquido por períodos de 2 horas, 24 horas e 48 horas.

As amostras submetidas a 2 horas de criogenia após a têmpera sofreram somente um revenimento e as amostras submetidas a 24 e 48 horas de criogenia sofreram triplo revenimento, todos a 560°C.

Buscando-se avaliar o efeito da quantidade de austenita retida nos resultados dos processos criogênicos, utilizaram-se três temperaturas de austenitização: 1180°C, 1200°C e 1220°C.

A caracterização metalográfica das amostras foi feita através de recursos de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, EDS e difração de raios-X.

Os resultados do ensaio de impacto e flexão 3 pontos mostram que as rotas criogênicas produziram microestruturas finais com tenacidade igual ou superior às rotas convencionais, com destaque especial às rotas criogênicas com somente um revenimento que apresentaram resultados superiores às rotas convencionais consagradas, com múltiplos revenimentos.

A análise fractográfica revela quantidade superior de áreas de fratura dúctil nas amostras tratadas por rotas criogênicas quando comparadas às amostras tratadas por rotas convencionais.

Através da análise metalográfica via microscopia eletrônica de varredura verificaram-se poucas diferenças microestruturais entre as amostras tratadas com e sem criogenia. O teor de austenita retida nas amostras tratadas pelas rotas criogênicas

(dentro da mesma temperatura de austenitização) é bastante semelhante porém é sensivelmente inferior às amostras tratadas por rotas convencionais.

Verificou-se que existem divergências na literatura no que diz respeito aos carbonetos precipitados devido ao processo criogênico, principalmente em relação a suas dimensões e características.

O condicionamento da martensita e a precipitação de carbonetos pôde ser demonstrado indiretamente através do deslocamento do pico de dureza secundária na curva de revenimento de amostras submetidas à criogenia após a têmpera.

Os melhores resultados foram verificados nas amostras criogênicas austenitizadas a 1180°C, que apresentaram menor quantidade de austenita retida após a têmpera, mostrando assim que os processos criogênicos atuam na martensita obtida na têmpera e que a temperatura de austenitização desempenha papel fundamental nos resultados dos processos criogênicos.

Palavras chave: Tratamentos Criogênicos.Tenacidade. Aços Rápidos

ABSTRACT

In this work the toughness of the AISI M2 high speed steel heat treated by conventional and cryogenic routes has been evaluated.

The toughness was evaluated through un-notched impact samples and 3 points bending cylindrical samples.

The heat treatments were carried out in a vacuum furnace using nitrogen quenching with 6 bar of pressure. The conventional routes were constituted by austenitizing, quenching and triple tempering at 560°C.

The cryogenic routes were constituted by the same austenitizing and quenching parameters used for the conventional routes, and also by cryogenic processing in liquid nitrogen for 2 hours, 24 hours and 48 hours.

The samples submitted to 2 hours of cryogenic processing after quenching received only one tempering and the samples submitted to 24 and 48 hours of cryogenic processing were triple tempered, all at 560°C.

In order to check the effect of the amount of retained austenite on the cryogenic processes, three different austenitizing temperatures were used: 1180°C, 1200°C and 1220°C.

The metallographic characterization was performed using optical microscopy, scanning electronic microscopy, EDS analysis and X-ray diffraction.

The impact and 3 points bending tests results show that the cryogenic routes have produced final microstructures with toughness values equal or superior to the conventional routes with a special highlight to the cryogenic routes with only one tempering after the freezing process, that have shown superior results compared to the classic multi-tempering cycles.

The fractographic analysis has revealed for the cryogenic routes samples a greater amount of ductile fracture areas compared to the conventional routes of hardening.

The scanning electronic microscopy analysis has revealed few microstructure differences between the conventional and cryogenic hardening routes. The amount of retained austenite amongst the cryogenic samples (with the same austenitizing temperature) is similar, but is sensibly less than the amount found in the samples submitted to the conventional routes.

Several divergences has been detected in the literature related to the cryogenic treatment of tool steels, especially concerning the dimensions and characteristics of the precipitated carbides.

The martensite conditioning and the fine carbide precipitation could be indirectly demonstrated by the shift of the secondary hardness peak on the tempering curve of samples submitted to cryogenic treatment after the quenching.

Optimum results were observed in the cryogenic samples hardened at 1180°C.

Those samples retained the lowest amounts of austenite after quenching showing that the cryogenic processes has an effect in the quenching formed martensite and that the austenitizing temperature is a key factor on the final results of the cryogenic processes.

Key words: Cryogenic Treatments. Toughness. High speed steel.

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, muito interesse tem sido demonstrado em relação aos efeitos de tratamentos a baixas temperaturas no desempenho dos aços, principalmente dos aços ferramenta.

A utilização de temperaturas abaixo de zero para a melhoria das propriedades do aço não é uma prática recente. A literatura apresenta uma série de relatos e experiências criogênicas, que vão desde a exposição de componentes de relógios às severas temperaturas dos Alpes suíços até o resfriamento de bolas de golfe em nitrogênio líquido para melhorar o deslocamento das mesmas em competições profissionais.

Ainda na década de 30, estudos foram realizados com intuito de melhorar as propriedades mecânicas dos aços através do processo sub-zero, que conduzido em temperaturas da ordem de -80°C (usando metanol, gel o seco ou freon) transforma a austenita retida (após a têmpera) em martensita.

A partir da década de 70, com o desenvolvimento de tecnologias a baixas temperaturas, o processo criogênico foi estendido para a faixa de -196°C . Foram reportadas melhorias significativas em diversos ramos da tecnologia, incluindo o aumento de precisão em canos de armas e aumento na resistência ao estiramento de fibras de polímeros usadas na fabricação de velas para barcos e veleiros.

Após cerca de quarenta anos de prática industrial dos processos criogênicos, muitas discrepâncias ligadas à efetividade do processo foram levantadas. Algumas publicações de conteúdo duvidoso, publicadas principalmente por leigos na internet buscaram atribuir as melhorias evidenciadas a mecanismos absurdos como: “criar uma estrutura molecular mais densa” e “eliminar porosidades”. Já foi sugerido que o tratamento criogênico é capaz de “ordenar” a estrutura, eliminando lacunas e discordâncias, dificultando escorregamento de planos atômicos, melhorando com isso as propriedades mecânicas de diversos materiais.

O real valor dos tratamentos criogênicos em aços e outros materiais vem sendo debatido há muitos anos e ainda hoje muitos profissionais do ramo metalúrgico têm sérias restrições ao uso dos mesmos.

Felizmente existe hoje uma série de trabalhos sérios com fortes evidências experimentais a favor das práticas criogênicas em aços. Os mecanismos envolvidos na melhoria das propriedades mecânicas de aços tratados criogenicamente já podem ser explicados por modelos metalúrgicos bastante racionais.

Muita confusão foi criada devido ao uso incorreto de termos técnicos e, portanto é muito importante distinguirmos o processo comum de sub-zero, conduzido a temperaturas da ordem de -80°C , do processo criogênico em si ou “deep cryogenic treatment” conduzido a temperaturas de -196°C (usando nitrogênio líquido) e que será tema deste trabalho.

O objetivo deste trabalho foi estudar os efeitos dos tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2, muito utilizado na indústria para aplicações de corte, furação e conformação. Para isso diferentes ciclos de tratamento térmico envolvendo ou não etapas criogênicas foram desenvolvidos para especificação de dureza de 58 a 62 HRC (normalmente utilizada nas aplicações acima descritas) alterando-se basicamente: temperatura de austenitização, tempo de exposição às temperaturas criogênicas e quantidade de revenimentos. A tenacidade foi avaliada através de ensaio de impacto em corpos de prova não entalhados e ensaio de flexão em 3 pontos.

Neste texto sempre que utilizarmos o termo “tratamento criogênico” estaremos nos referindo ao tratamento realizado em aços em temperaturas da ordem de -196°C , o assim denominado DCT (Deep Cryogenic Treatment).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aços Rápidos

Aços rápidos são aços de alta liga contendo tungstênio, molibdênio, cromo, vanádio e cobalto. São assim designados pela sua capacidade de usinar metais com velocidades de corte maiores do que as obtidas com aços ferramenta ao carbono ou de baixa e média liga.

Existem seis grupos de aços rápidos de acordo com a American Iron and Steel Institute (AISI):

- Aços rápidos ao tungstênio – (T1, T2, T3, T7 e T9)
- Aços rápidos ao tungstênio e cobalto – (T4, T5, T6, T8 e T15)
- Aços rápidos ao molibdênio – (M1, M10 e M7)
- Aços rápidos ao molibdênio e cobalto – (M30, M33, M34, M42, M46 e M47)
- Aços rápidos ao tungstênio e molibdênio – (M2, M3, M4 e M8)
- Aços rápidos ao tungstênio, molibdênio e cobalto – (M35, M36, M41 e M44)

O primeiro aço rápido criado em 1910 era à base de tungstênio, no entanto a restrição ao uso de tungstênio (difícil importação) durante a Segunda Guerra Mundial e Guerra da Coreia promoveu o desenvolvimento de aços rápidos à base de molibdênio e tungstênio-molibdênio. Atualmente com a elevação do preço do molibdênio, o tungstênio voltou a ser uma opção interessante na composição química dos aços rápidos.

Os tipos conhecidos variam de 0,65 a 2,30% de carbono; 0 a 20% de tungstênio; 0 a 9,50% de molibdênio; 1 a 6,50% de vanádio e de 0 a 12% de cobalto. A composição química e a microestrutura dos aços rápidos atuais são o resultado de décadas de desenvolvimentos empíricos (**Karagöz e Fischmeister, 1998**).

A tabela 2.1 a seguir apresenta as composições químicas nominais para as principais famílias de aços rápidos.

Tabela 2.1 - Classificação dos aços rápidos segundo a AISI (adaptado de Roberts e Cary, 1980)

Classe	%C	%Cr	%V	%W	%Mo	%Co
Ao tungstênio Tipos T1, T2, T3, T7 e T9	0.75/1.20	4.00	1.00/4.00	14.00/18.00	0.60/0.80	-
Ao tungstênio-cobalto Tipos T4, T5, T6, T8 e T15	0.75/1.50	4.00/4.50	1.00/5.00	12.00/20.00	0.60/0.80	5.00/12.00
Ao molibdênio Tipos M1, M2, M3, M4 e M10	0.85/1.30	4.00	1.00/4.00	0/6.00	4.50/8.50	8.00/8.50
Ao molibdênio-cobalto Tipos M6, M30, M34, M35, M36, M42 e M43	0.80/1.20	4.00	1.15/2.75	1.50/0.60	8.00/9.00	5.00/12.00

Todos os aços rápidos possuindo alto teor de elementos de liga apresentam elevada concentração de carbonetos formados durante a solidificação e outros precipitados no estado sólido. Esses carbonetos apresentam durezas muito maiores que a da martensita (65 HRC) e que a do carboneto de ferro (da ordem de 900 a 1000 HV). O carbono excedente, que fica em solução, permite obter uma matriz martensítica com elevada dureza, no mínimo 63 HRC. A presença de elementos de liga em solução aumenta a temperabilidade do aço, possibilitando um baixo empenamento na têmpera graças à utilização de meios mais brandos de resfriamento.

No aço rápido AISI M2 podemos verificar a formação dos eutéticos: $\gamma + M_2C$; $\gamma + M_6C$; $\gamma + MC$, onde M são os metais presentes no aço e a participação na composição depende da composição química de base e da taxa de solidificação (Boccalini et al., 1999).

A composição média dos carbonetos acima mencionados está descrita na tabela 2.2:

Tabela 2.2 – Características dos carbonetos eutéticos (adaptado de Boccalini, 1996)

Carboneto	Dureza (HV)	%Fe	%W	%Mo	%Cr	%V	%C
M ₂ C	2000	3 a 7,5	25 a 50	21 a 36	5 a 7	8 a 15	~5,6
M ₆ C	1500	30 a 35	29 a 38	20 a 25	3 a 4,8	2 a 4,5	~ 2,5
MC	3000	1,7 a 3,5	10 a 24	8,5 a 16	3 a 7	50 a 60	~ 14

O tungstênio é um dos principais elementos químicos nos aços rápidos, sendo sua principal função conferir dureza a quente. Ele forma um carboneto complexo cúbico de face centrada tipo M_6C com o ferro e o carbono.

O molibdênio é utilizado como substituto parcial para o tungstênio e forma com o ferro e o carbono o mesmo tipo de carboneto.

Além das vantagens econômicas da substituição, as influências positivas de ambos se complementam: o molibdênio favorece o aumento da dureza, tenacidade e temperabilidade enquanto o tungstênio exerce um melhor controle sobre o crescimento de grão e proporciona maior proteção contra oxidação e descarbonetação **(Cescon, 1990)**

Os carbonetos do tipo M_6C possuem composição variando de Fe_3W_3C a Fe_4W_2C ou Fe_3Mo_3C a Fe_4Mo_2C e são capazes de dissolver cromo, vanádio, tântalo, nióbio, titânio e cobalto.

O teor de vanádio deve acompanhar o teor de carbono e aços com alto teor de vanádio e carbono são chamados de aços super-rápidos.

O cromo está sempre presente nos aços rápidos, normalmente por volta de 4%. No aço recozido o cromo aparece na forma de carbonetos cúbicos de face centrada do tipo $M_{23}C_6$, que se dissolvem em temperaturas de austenitização inferiores a $1090^{\circ}C$. O cromo também age reduzindo a oxidação e a formação de cascas de óxido durante o tratamento térmico **(Roberts e Cary, 1980)**.

A principal função de cobalto é aumentar a dureza a quente, de modo a melhorar a eficiência de corte; o cobalto é muito usado em ferramentas para desbaste profundo, em materiais que apresentam cavacos descontínuos como o ferro fundido e materiais não-ferrosos. A maior parte do cobalto apresenta-se dissolvido na matriz, o que significa o endurecimento desta, resultando assim maior dureza à temperatura ambiente e também a altas temperaturas. O mecanismo de atuação do cobalto é o de abaixar a energia de falha de empilhamento da austenita e promover precipitação mais fina de carbonetos secundários durante a etapa de revenimento.

Uma característica importante dos aços rápidos é a alta temperatura necessária para sua austenitização, em geral acima de $1150^{\circ}C$.

Esta alta temperatura está associada à necessidade de dissolução de carbonetos, de modo a condicionar a austenita para a têmpera.

Estes aços apresentam também picos de dureza secundária, fenômeno associado à transformação da austenita retida e principalmente à precipitação e coalescimento de carbonetos hexagonais compactos do tipo M_2C (de tungstênio ou molibdênio) e carbonetos cúbicos de face centrada do tipo MC (de vanádio, com composição variando de VC a V_4C_3) durante o revenimento.

Além dos carbonetos acima mencionados, alguns compostos intermetálicos como Fe_3W_2 ou Fe_3Mo_2 podem estar presentes como uma fase em excesso em aços com carbono insuficiente para satisfazer o número de átomos de tungstênio, molibdênio e vanádio presentes (**Roberts e Cary, 1980**).

Para a obtenção de um aço rápido que possa dar origem a ferramentas de alto rendimento, o aço rápido bruto de fundição deve passar por uma rota de passes de conformação mecânica a quente (por forjamento ou laminação) para quebrar as estruturas celulares de carbonetos eutéticos, cuja morfologia no estado bruto de fusão apresenta características diversas (**Boccalini, 1996**). A figura 2.1 mostra a evolução na distribuição dos carbonetos eutéticos com o aumento da deformação.

Figura 2.1 – Evolução da distribuição de carbonetos eutéticos para diferentes níveis de deformação. Trata-se de um aço rápido com 18%W, 4%Cr e 1%V (**Roberts e Cary, 1980**)

Mesmo para elevados níveis de deformação (da ordem de 90%) ainda existem problemas na distribuição de carbonetos, que se apresentam heterogeneamente distribuídos na forma de estrias alongadas.

Através da utilização de reagentes adequados, os carbonetos podem ser identificados metalograficamente como mostra a figura 2.2:

Figura 2.2: Microestrutura do aço AISI M2 no estado recozido com aumento de 2000x. (a) atacado eletroliticamente com acido crômico 1%, 3V. 1,7% MC. (b) atacado com 4% NaOH saturado com KMnO₄. 1,7%MC + 13% M₆C. (c) atacado com Nital 1%. 1,7% MC + 13% M₆C + 8,5% M₂₃C₆.
(Roberts e Cary, 1980)

A capacidade de corte de uma ferramenta de aço rápido não se altera mesmo quando a temperatura do gume, por efeito do atrito do trabalho de usinagem atinge 550 a 600°C. Isto permite o uso de ferramentas, durante períodos contínuos e longos, sem alteração de ângulos de corte. Esta capacidade como já pode ser notada, é fruto de 3 propriedades básicas:

- Elevada dureza a quente
- Alta resistência à abrasão
- Relativa elevada tenacidade

A figura 2.3 a seguir mostra a diferença entre as curvas de revenimento de (a) um aço carbono ou baixa liga, (b) um aço média liga, (c) um aço alta liga como o aço rápido ou aços para trabalho a frio com alto teor de cromo, e (d) um aço alta liga porém com menor teor de carbono, como por exemplo os aços para trabalho a quente.

Figura 2.3 - Curvas típicas de revenimento para diferentes classes de aços
(adaptada de Wilson, R., 1975)

A elevada dureza a quente é a propriedade do aço rápido de resistir ao efeito de amolecimento por exposição a temperaturas elevadas, ou seja, manter elevada a resistência mecânica em altas temperaturas. A dureza a quente é consequência dos altos teores dos elementos de liga que se combinam com o carbono para formar carbonetos nanométricos, coerentes, finamente dispersos na matriz martensítica.

O tamanho e a distribuição dos carbonetos na matriz são fatores igualmente importantes, porque carbonetos de tamanho excessivamente grande tendem a se destacar do gume, reduzindo a capacidade de corte. A avaliação desta distribuição deve ser realizada com muito cuidado já que os carbonetos segregam em quantidade no centro do lingote e por laminação a quente só se consegue destruir parcialmente esta segregação.

Os aços rápidos também são utilizados em aplicações de trabalho a frio como: estampagem, conformação, cunhagem e corte fino.

Utilizando durezas da ordem de 60 a 62 HRC, os aços rápidos apresentam em operações de trabalho a frio, melhor desempenho no quesito tenacidade, quando comparados aos aços para trabalho a frio ledeburíticos (8 a 12%Cr) com dureza na faixa de 58 a 60 HRC (**Yoshida, 2000**).

2.2 Tratamentos criogênicos

Proposto na antiga URSS em 1937 o método de tratamento a baixas temperaturas de Gulyaev, foi um dos primeiros métodos usados para eliminar a austenita retida presente nos aços temperados. A célula de resfriamento usada por Gulyaev consistia de uma caixa revestida de cobre e isolada externamente com aço, sendo que o espaço entre estes dois materiais era preenchido com dióxido de carbono sólido (gelo seco) ou outras substâncias como etano, etileno e freon, obtendo temperaturas entre -80 e -100°C (**Gulyaev, 1937**).

Na década de 70, alguns processos foram realizados em ferramentas acabadas através da imersão direta em nitrogênio líquido a -196°C , com excelentes resultados quanto ao aumento da vida útil das ferramentas (**Barron, 1974**).

Os estudos iniciados na década de 70, que estenderam a tecnologia dos tratamentos criogênicos a temperaturas até -196°C mostraram que após processos criogênicos em nitrogênio líquido, as propriedades mecânicas de aços rápidos e aços para matrizes são na sua totalidade melhoradas (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998**).

Baron (1974) desenvolveu um processo criogênico chamado Per-O-Bonding, onde observou aumentos de até 600% na vida útil de algumas ferramentas. O processo Per-O-Bonding consistia num resfriamento bem lento a -196°C por 20 horas, em média, seguido de um aquecimento lento ($2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$) até a temperatura ambiente e posterior aquecimento até $+196^{\circ}\text{C}$ para promover alívio das tensões produzidas no processo.

Taylor (1978) cita um outro processo criogênico desenvolvido pela BOC Ltda, conhecido como Cryotough que consistia num pré-resfriamento seco a -196°C por 3 horas e posterior imersão direta no nitrogênio líquido a -196°C por 10 horas. O processo Cryotough registra aumento de até 600% na vida de matrizes e de 200% na vida de fresas.

Paulin (1992) escreve sobre equipamentos utilizados nos processos criogênicos mais modernos citando as vantagens das geladeiras conhecidas como “processadores criogênicos”, capazes de realizar os ciclos de resfriamento e aquecimento a seco com elevado controle de temperatura e reprodutibilidade de processo devido ao uso de computadores.

Mesmo com as vantagens do uso de geladeiras especiais, o resfriamento direto em nitrogênio líquido é praticado em grande escala e com excelente controle. O processo NBP (US Patent 5.259.200) desenvolvido pela empresa norte-americana NU-Bit Inc, utiliza o resfriamento direto em nitrogênio líquido a -196°C (mergulhando parte por parte da ferramenta para evitar choques térmicos) por um tempo necessário para que toda a peça atinja o equilíbrio (o equilíbrio é atingido quando o nitrogênio líquido ao redor da peça pára de borbulhar) e após isso a peça é aquecida até temperatura ambiente para a posterior etapa de revenimento. O processo NBP desenvolvido por Kamody (**Kamody, 1999**), elimina ciclos de revenimentos múltiplos. Segundo o autor, o processo produz uma microestrutura tenaz e estável com somente um revenimento, enquanto que processos convencionais requerem

muitos revenimentos (em geral 3) para obtenção da mesma estrutura (**Yen e Kamody, 1997**).

Bowes (1974) relata aumento de dureza e tenacidade para o aço rápido AISI T1 com a utilização de um tratamento criogênico conhecido com o “Ellenite” também desenvolvido pela BOC Ltda, que similar ao processo NBP, utiliza a etapa criogênica a -100°C (utilizando refrigeradores à base de convecção forçada de gás de nitrogênio gelado) após a têmpera, com um intervalo muito curto de tempo (apenas até que o material chegue à temperatura) e posterior revenimento único.

Os processos criogênicos funcionam na verdade como uma têmpera estendida, portanto muito diferente dos conceitos de um processo extra após os revenimentos. Mesmo com tantos tipos diferentes de processos criogênicos, o fato é que todos eles reportam de um modo geral, aumentos na vida útil de ferramentas.

2.3. Principais propriedades afetadas pelos tratamentos criogênicos

Existem duas hipóteses rivais que buscam explicar os efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas (resistência ao desgaste e tenacidade) dos aços. Uma defende que a única mudança que ocorre no aço durante o processo criogênico é a transformação da austenita retida em martensita e a outra defende que além da transformação da austenita retida, o condicionamento da martensita em temperaturas criogênicas gera condições para a precipitação de carbonetos ultrafinos no revenimento.

O fato é que o resfriamento a -80°C é suficiente para transformar praticamente toda a austenita retida em martensita (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998**).

Resultados mostram que tratamentos criogênicos não somente convertem essa austenita retida em martensita, mas também alteram a morfologia da martensita e precipitam carbonetos ultrafinos, conhecidos como carbonetos η .

Estudos de dilatométrica em materiais submetidos a tratamentos criogênicos em nitrogênio líquido realizados por **Popandopulo e Zhukova (1980)** verificaram redução de volume das amostras na faixa de -90 a $+20^{\circ}\text{C}$, redução esta atribuída à

decomposição da martensita e segregação de átomos de carbono em defeitos microscópicos.

As principais propriedades afetadas pelo tratamento criogênico são estabilidade dimensional, dureza, tenacidade e resistência ao desgaste (**Collins, 1998**).

A mudança ou não dessas propriedades vai depender das condições do material antes de sofrer o processo criogênico, dentre elas, sua composição química e tratamentos térmicos sofridos.

Basicamente, os dois mecanismos responsáveis pelo aumento de resistência em ferramentas tratadas criogenicamente (transformação da austenita retida e precipitação de carbonetos) proporcionam as seguintes alterações no aço (**Collins, 1998**):

- Dureza: em muitos casos, aumentos da ordem de 1 a 3 pontos HRC foram evidenciados, embora alguns autores reportem pequenos aumentos em dureza.
- Tenacidade: aumentos de tenacidade (usualmente em ensaios Charpy sem entalhe) foram evidenciados em diversas experiências.
- Resistência ao desgaste: um dos principais ganhos do tratamento criogênico (com ou sem aumento de dureza). Outros ganhos observados foram em relação ao acabamento superficial após retífica e uniformidade do desgaste.
- Estabilidade dimensional: na verdade esta era a proposta inicial dos processos a baixa temperatura. Através dos tratamentos criogênicos elimina-se a possibilidade de transformação em serviço da austenita retida oriunda do processo de têmpera.

Infelizmente muita confusão ainda existe entre os resultados positivos reportados e os mecanismos responsáveis por esses efeitos. Grande parte dessa confusão talvez seja devido à falta de informações detalhadas sobre os ciclos criogênicos utilizados.

2.4. Definição de tenacidade

Tenacidade é um termo mecânico utilizado em diversos contextos da engenharia e podemos definir tenacidade como a capacidade de um material absorver energia até a fratura. A geometria dos corpos de prova e a maneira de aplicação de carga são importantes na determinação dessa propriedade.

Para um material ser considerado tenaz, ele deve apresentar tanto alta resistência mecânica como ductilidade. A tenacidade é a área abaixo da curva σ - ϵ até o ponto de ruptura. Isso pode ser verificado na figura 2.4 na qual a curva tensão deformação é esquematizada para dois tipos de materiais: um dúctil e um frágil. O material frágil, mesmo apresentando maior limite de escoamento e maior resistência mecânica, é menos tenaz que o material dúctil. Isso pode ser deduzido, comparando-se as áreas ABC e AB'C' (**Callister, 1997**).

Figura 2.4 - Representação esquemática do comportamento tensão-deformação para um material dúctil e frágil testados até a fratura (**Callister, 1997**)

A fratura de um material submetido a tensões estáticas ou monotonicamente aplicadas pode ser dúctil ou frágil. Essa classificação baseia-se na habilidade do material em apresentar deformação plástica. As fraturas dúcteis caracterizam-se por

um elevado grau de deformação plástica e alta absorção de energia antes da quebra. As fraturas frágeis são geralmente catastróficas, já que a deformação plástica do material antes da ruptura é muito reduzida. Este tipo de fratura é geralmente causado por três fatores: estado triaxial de tensões, baixas temperaturas e velocidade de aplicação da carga ou deformação muito elevadas.

2.5. Ensaio de Impacto

Antes do advento da Mecânica da Fratura como disciplina científica, as técnicas de ensaios de impacto foram estabelecidas para conhecimento das características de fratura dos materiais **(Callister, 1997)**.

Os ensaios de impacto fazem parte de um grupo de testes de engenharia conhecidos como: Ensaios Dinâmicos de Fratura.

Uma fratura dinâmica ocorre sob uma solicitação (carga) aplicada em alta velocidade, seja ela provocada por impacto ou detonação explosiva. Em contraste com carregamentos quase-estáticos, as condições dinâmicas envolvem taxas de carregamento que são superiores às encontradas em testes de tração ou testes de mecânica da fratura convencionais **(Metals Handbook, 1989)**

Fraturas do tipo dinâmicas incluem trincas estacionárias sujeitas à aplicação rápida de carga e também a propagações rápidas de trincas sob carregamento quase-estacionário.

Ensaios envolvendo altas taxas de deformação são muito importantes porque muitos componentes estruturais e ferramentas podem estar sujeitos a altas taxas de carregamento ou podem ter que suportar elevadas cargas durante condições de impacto ou em acidentes. Dessa forma é de extrema importância conhecer o comportamento dos materiais quanto à iniciação de trincas sob elevadas taxas de carregamento e sua capacidade de “frear” rápidos desenvolvimentos de trincas **(Metals Handbook, 1989)**.

A medição e análise do comportamento da fratura sob elevada taxa de deformação são mais complexas que em condições quase-estáticas. Os testes dinâmicos são de simples execução, porém fornecem dados muito mais qualitativos do que quantitativos.

O ensaio de impacto é o teste dinâmico mais conhecido e utilizado na engenharia. Nesse ensaio, um corpo de prova padronizado é golpeado e quebrado por um pêndulo-martelo e os valores de energia absorvida pelo corpo de prova ao se romper são coletados pelo equipamento. Os valores absolutos obtidos são de pouca relevância em projetos estruturais, porém são de extrema importância para realização de comparações (**Metals Handbook, 1989**).

Outros parâmetros qualitativos como a aparência da fratura e o grau de ductilidade e deformação são também verificados no ensaio.

Os componentes essenciais de um ensaio de impacto são: corpo de prova padronizado, uma base para apoio do corpo de prova para receber o impacto de uma massa em movimento cuja energia cinética seja conhecida e grande o suficiente para romper o corpo de prova.

Dois ensaios normalizados são usados para determinação da energia de impacto, são eles: o ensaio Charpy e o ensaio Izod.

O ensaio Charpy utiliza corpos de prova com dimensões 10x10x55 mm com um entalhe central em forma de U ou V para promover sua ruptura por um estado triaxial de tensão. No ensaio Charpy, o corpo de prova é posicionado horizontalmente na base da máquina e o impacto é realizado no lado oposto do entalhe.

O ensaio Izod segue os mesmos princípios do ensaio Charpy e as principais diferenças estão na posição de apoio do corpo de prova na máquina, que nesse caso é vertical, no tipo de pêndulo empregado e no local onde se dá o impacto (pode ser no entalhe ou no lado oposto).

A amostra normalizada do ensaio Izod apresenta um entalhe central em V padronizado de 45° e 2 mm de profundidade no centro de um corpo de prova de 10x10x75 mm.

A figura 2.5 ilustra as duas possibilidades de ensaio de impacto, normalizadas pela norma **ASTM E-23**.

Figura 2.5 - Esquema ilustrativo dos ensaios de impacto e corpos de prova Charpy e Izod (Callister, 1997).

2.5.1. Correlação com a tenacidade à fratura

Durante a propagação de uma trinca, existe a liberação de energia de deformação elástica, sendo que parte dessa energia é armazenada no material quando este se deforma plasticamente (**Callister, 1997**).

Com o progresso de uma trinca, novas superfícies são criadas gerando aumento da energia de superfície do sistema.

Baseado na teoria de Griffith para fraturas frágeis temos que a tensão crítica σ_c necessária para a propagação de trinca num material frágil é dada por:

$$\sigma_c = \left(\frac{2E\gamma_s}{\pi a} \right)^{1/2} \quad (1)$$

Onde:

E – módulo de elasticidade

γ_s – energia específica de superfície

a – metade do comprimento de uma trinca interna

Como a maioria dos metais apresenta uma parcela de deformação plástica durante a fratura, a equação acima descrita também precisa acomodar a energia de deformação plástica γ_p associada à trinca:

$$\sigma_c = \left[\frac{2E(\gamma_s + \gamma_p)}{\pi a} \right]^{1/2} \quad (2)$$

Analisando as tensões de tração (σ_x e σ_y) e de cisalhamento τ_{xy} atuando na frente de uma trinca carregada de modo trativo, conforme figura 2.6, temos:

Figura 2.6 - Tensões atuando na frente de uma trinca sob tensões de tração (Callister, 1997).

$$\sigma_x = \frac{K}{\sqrt{2\pi.r}} f_x(\theta) \quad (3)$$

$$\sigma_y = \frac{K}{\sqrt{2\pi.r}} f_y(\theta) \quad (4)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K}{\sqrt{2\pi.r}} f_{xy}(\theta) \quad (5)$$

O parâmetro K é definido como fator de intensificação de tensão e está relacionado à tensão aplicada e ao comprimento da trinca pela equação:

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (6)$$

Sendo que Y é um parâmetro dimensional que depende tanto do tamanho da trinca como do corpo de prova e suas geometrias, além da maneira de aplicação do carregamento. O parâmetro K tem como unidade no SI: MPa√m.

Os testes dinâmicos de tenacidade como o ensaio de impacto produzem fraturas com taxas de intensificação de tensão ($\dot{K}$) maiores que 10 MPa√m.s⁻¹,

podendo chegar a $10^4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m.s}^{-1}}$, enquanto ensaios de tenacidade a fratura como os descritos na norma **ASTM E399** possuem taxas de intensificação de tensão tipicamente inferiores a $2,75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m.s}^{-1}}$ (**Metals Handbook, 1989**).

Similar ao critério de valor crítico de tensão σ_C necessária para produzir a fratura em um material frágil contendo um concentrador de tensão, define-se em termos de fator de intensificação de tensão, um valor crítico K_{IC} , conhecido como tenacidade à fratura no estado plano de deformação:

$$K_{IC} = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (7)$$

Materiais frágeis, que praticamente não apresentam deformação plástica na frente da trinca, possuem valores de K_{IC} baixos e são vulneráveis a trincas catastróficas (**Callister, 1997**).

A tenacidade à fratura K_{IC} é uma propriedade fundamental dos materiais que depende de alguns fatores como temperatura, taxa de deformação e microestrutura. O valor de K_{IC} diminui com aumento da taxa de deformação, decréscimo de temperatura e encruamento (**Callister, 1997**).

Redução de tamanho de grão aumenta o valor de K_{IC} desde que a composição química e microestrutura (% de carbonetos) sejam mantidas.

O valor da tenacidade à fratura K_{IC} pode ser obtido com diversos tipos de ensaios, utilizando corpos de prova que apresentem geometria e tamanho consistentes com o modelo apresentado na figura 2.6 e com o valor de Y bem determinado.

Os principais ensaios de tenacidade à fratura estão detalhadamente descritos na norma ASTM E399.

A tenacidade à fratura K_{IC} à frente de uma trinca no momento de propagação instável pode ser utilizada como parâmetro de projeto. Muitos testes ou “tentativas” empíricas tentam correlacionar a energia de impacto Charpy entalhado com o valor de K_{IC} para possibilitar aproximações quantitativas de tamanho máximo de trinca e níveis de tensão permitidos (**Metals Handbook, 1989**).

Muitas destas aproximações são dimensionalmente incompatíveis e ignoram fatores como taxa de deformação e precisão de entalhe. No entanto essas correlações podem fornecer informações muito interessantes para estimativas de

tenacidade à fratura, apesar de empíricas e válidas somente para metais específicos **(Meyers e Chawla, 1982)**.

Algumas das correlações mais importantes estão descritas na tabela 2.3. O parâmetro K_{ID} é descrito como tenacidade à fratura dinâmica e pode ser obtido em ensaios de impacto Charpy instrumentado com amostras pré-trincadas e com ranhuras laterais **(Metals Handbook, 1989)**.

Tabela 2.3 – Correlações típicas entre Energia de Impacto Charpy e valor de K_{IC} para aços **(Metals Handbook, 1989)**.

Correlações Charpy/ K_{IC}	
<p>Barsom</p> $\frac{K_{Id^2}}{E} = 5 \text{ (EIC)}$	<p>Begley-Logsdon – três pontos</p> <p>$(K_{IC})_1 = 0,45 \sigma_y$ a 0% da temperatura de fratura por cisalhamento</p> <p>$(K_{IC})_2 =$ De Rolfe-Novak correlação a 100% da temperatura de fratura por cisalhamento</p> <p>$(K_{IC})_3 = \frac{1}{2}[(K_{IC})_1 + (K_{IC})_2]$ a 50% da temperatura de fratura por cisalhamento</p>
<p>Barsom-Rolfe</p> $\frac{K_{Ic^2}}{E} = 2 \text{ (EIC)}^{3/2}$	<p>Wullaert-Server</p> $K_{Icd} = 2,1(\sigma_y \cdot \text{EIC})^{1/2}$
<p>Sailors-Corten</p> $\frac{K_{Ic}}{E} = 8 \text{ (EIC)}$ $K_{Id^2} = 15,873 \text{ (EIC)}^{3/8}$	<p>Rolfe-Novak</p> $\left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 = 5(\text{CVN}/\sigma_y - 0,05)$ <p>Ault-Wald-Bertolo</p> $\left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 = 1,37(\text{CVN}/\sigma_y) - 0,045$

Nota: EIC = Energia de Impacto Charpy; σ_y = limite de escoamento; E = módulo de Young

2.6. Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)

Os ensaios de flexão possibilitam a determinação do módulo de elasticidade na flexão e também da resistência à flexão de materiais metálicos diversos.

Os dois ensaios de flexão mais utilizados são: ensaio de flexão em 3 pontos e ensaios de flexão em 4 pontos, conforme mostra a figura 2.7.

No ensaio de flexão em 3 pontos, a amostra fica apoiada nas suas extremidades e é carregada em um ponto central equidistante de cada suporte.

Já no ensaio de flexão em 4 pontos, a amostra fica apoiada nas suas extremidades e é carregada em dois pontos igualmente espaçados de cada suporte.

A resistência à flexão é determinada através de fórmulas e cálculos de resistência dos materiais para determinação do momento fletor máximo.

As amostras utilizadas no ensaio de flexão podem ser de secção circular ou retangular e comprimentos determinados.

Seja qual for a montagem utilizada no ensaio (3 pontos ou 4 pontos), uma carga deve ser lentamente aplicada até romper o corpo de prova.

Figura 2.7 – Esquemas dos principais ensaios de flexão: a) três pontos e b) quatro pontos

O MOR (módulo de ruptura) é a resistência à flexão, definido como a tensão máxima de tração na ruptura e obtido por cálculos do momento fletor máximo.

A tensão máxima no ensaio de flexão em 3 pontos ($\sigma_{f \text{ máx}}$) é dada por:

$$\sigma_{f \text{ máx}} = \frac{8.P.L}{\pi.d^3} \quad \text{para corpos de prova de secção circular} \quad (8)$$

$$\sigma_{f \text{ máx}} = \frac{3.P.L}{2.b.h^2} \quad \text{para corpos de prova de secção quadrada} \quad (9)$$

Onde:

P = carga máxima atingida no ensaio

L = distância entre os apoios inferiores (suportes)

d = diâmetro do corpo de prova

b = largura do corpo de prova

h = espessura do corpo de prova

Figura 2.8 – Esquema para cálculo da tensão máxima no ensaio de flexão 3 pontos

A falha de ferramentas em aços rápidos está associada às inclusões, porosidades e aglomerados de carbonetos (**Shelton e Wronski, 1987**). As trincas normalmente tem origem na fratura de carbonetos do tipo M_6C em tensões que

variam de 1,4 a 3,0 GPa, enquanto que a tenacidade à fratura varia de 17 a 24 MPa x m^{1/2}.

O processo de trinca em aços rápidos pode se dar tanto pela clivagem de carbonetos maiores que 1,5 µm quanto pela decoesão entre a interface carboneto/matriz para os carbonetos menores. A propagação da trinca está associada à resistência da matriz entre estes carbonetos clivados, sendo assim a distribuição e tamanho dos carbonetos não dissolvidos interferem na propagação da trinca (**Fischmeister e Ölsso, 1980**).

Esses conceitos acima apresentados podem ser correlacionados com resultados obtidos por ensaios de flexão, principalmente a resistência à ruptura transversal, obtidos com baixa dispersão, grande facilidade de execução laboratorial e com relação bem estabelecida com a tenacidade à fratura (**Silva, W.S., 2001**).

A tenacidade à fratura para aços rápidos com dureza acima de 60 HRC é praticamente insensível à maioria dos fatores metalúrgicos, devido à pequena zona plástica na ponta da trinca. Dessa forma, baseado em conceitos de mecânica da fratura, a tensão de resistência à flexão está associada ao valor de K_{IC} e portanto com a tenacidade do material (**Fischmeister e Ölsso, 1980**).

Muitos autores afirmam que os resultados de ensaio de flexão são insuficientes para simular o estado de tensões na região de trabalho de uma ferramenta. Outros autores garantem que o ensaio de flexão é uma forma mais simples e menos onerosa para avaliar a tenacidade de materiais, quando comparado aos ensaios de tenacidade à fratura da norma ASTM E399 que envolve a fabricação de corpos de prova complexos e testes demorados.

Segundo **Silva, W.S. (2001)** essa discussão é desnecessária, afinal os resultados mesmo muitas vezes não se correlacionando (como verificou em seu trabalho), eles se complementam. A resistência à ruptura transversal define a probabilidade de nucleação de uma trinca em concentradores de tensão no material, enquanto que a tenacidade à fratura estabelece a resistência imposta pelo material à propagação da mesma trinca.

As características dos carbonetos eutéticos (tamanho, distribuição e natureza) são importantes quando da nucleação de trincas durante solicitações monotônicas,

estáticas e sem entalhe, como no caso da resistência à ruptura transversal no ensaios de flexão.

Fischmeister e Ölsön (1980) desenvolveram um modelo (figura 2.9) para explicar o comportamento da propagação da trinca em aços rápidos.

Nesse modelo, para o caso da direção de carregamento ser perpendicular às estrias de carbonetos, a trinca teria um caminho maior para avançar por entre os carbonetos dentro da estria, antes de ser parada pela matriz.

Para o caso do carregamento paralelo à direção de conformação (laminação por exemplo), o crescimento da trinca seria bem menor.

Figura 2.9 - Modelo adaptado de **Fischmeister e Ölsön (1980)** para demonstrar o crescimento de trincas em aços rápidos. (a) carregamento paralelo à direção de laminação; (b) carregamento perpendicular à direção de laminação.

Se tomarmos um aço rápido submetido a diferentes graus de deformação, numa mesma condição de tratamento térmico, a resistência à flexão é tanto menor quanto maior for o tamanho médio e maior a heterogeneidade de distribuição dos carbonetos eutéticos.

Conforme **Silva, W.S. (2001)** a maioria dos dados da literatura, mostram que a resistência à ruptura transversal tende a diminuir com a dureza, principalmente se a mesma ultrapassar o patamar de 65 HRC.

2.6.1. Correlação com a tenacidade a fratura

A ruptura do material acontecerá quando a tensão local próxima a defeitos, concentradores de tensão ou trincas pré-existentes, for suficiente para provocar o crescimento instável da trinca (**Callister, 1997**).

Essa tensão, relacionada ao tamanho do defeito, é dada por

$$\sigma_c = \frac{K_{IC}}{\sqrt{a}} \quad (10)$$

Onde a é o tamanho de trinca crítico e Q é uma constante que depende da geometria do defeito e da relação entre tensão nominal e limite de escoamento.

Dependendo do modelamento aplicado podemos encontrar valores de $Q=0,70$ para um defeito interno circular e $Q=0,58$ para um defeito superficial semi-circular.

Para o caso de aços ferramenta e aços rápidos, podemos classificar os carbonetos eutéticos como “defeitos internos” que possuem grande relevância no estudo da tenacidade, apesar de sua vital importância no quesito resistência ao desgaste.

Segundo **Karagöz e Fischmeister (1998)**, a tenacidade no sentido de resistência à ruptura predominantemente reflete a população de “defeitos internos” (pontos de nucleação de trincas), que é muito mais função da limpeza e processamento do aço do que da composição química.

A resistência à flexão diminui com o aumento do tamanho das partículas (ou dos defeitos), portanto, segundo **Berns (2003)**, esse é um fator de grande relevância na determinação da tenacidade à fratura. Por outro lado, se tomarmos uma microestrutura com uma determinada fração de carbonetos, a tenacidade é melhorada com o aumento do tamanho da partícula, graças a um maior espaçamento entre elas, conforme ilustra a figura 2.10. Para um determinado tamanho de zona de processo de fratura à frente da ponta da trinca, uma partícula

pequena conduz a microtrincas antes da trinca principal, que é sujeita à desestabilização (**Mendanha, 2004**).

Figura 2.10 - Gráfico esquemático para resistência à flexão (a) e tenacidade a fratura (b) em relação ao tamanho dos carbonetos [adaptada de Berns (2003) por Mendanha (2004)]

Um maior afastamento entre as partículas grosseiras consegue concentrar localmente a zona de processo de fratura à matriz, que é mais tenaz que os carbonetos. Isso provoca um aumento de tenacidade (**Berns, 2003**).

2.7. Tratamentos térmicos, microestruturas e propriedades dos aços rápidos

O endurecimento por transformação martensítica dos aços envolve basicamente três etapas: austenitização, resfriamento rápido (têmpera) e revenimento.

Durante a etapa de austenitização, átomos de carbono e de elementos de liga começam a se dissolver e se homogeneizar por difusão na austenita já que possuem uma maior solubilidade nesta do que na ferrita (**Moore e Collins, 1993**).

As temperaturas utilizadas na indústria para o tratamento do aço rápido AISI M2 variam de 1190°C a 1230°C. Devido à baixa condutividade térmica dos aços

rápidos, a austenitização do aço AISI M2 não pode ser feita sem a utilização de diversos patamares de pré-aquecimento. Isso previne a ocorrência de distorções dimensionais e trincas.

O tempo em temperatura de austenitização para os aços rápidos é sempre muito curto, em geral de 5 a 10 minutos para promover adequada dissolução de carbonetos e um tamanho de grão na faixa de 12 μm .

A solubilização do carbono na quantidade suficiente para precipitação de carbonetos secundários no revenimento não acontece em temperaturas próximas à transformação ferrita - austenita. Entre 900°C e 1 100°C todos os carbonetos M_{23}C_6 são dissolvidos e a partir de 1160°C o carboneto M_6C começa a se dissolver (sendo totalmente consumido somente acima da temperatura *solidus*), como mostra a isopleta do diagrama de fases para um aço M2 (figura 2.11).

Figura 2.11 – Isopleta do sistema Fe – 4%Cr – 5% Mo – 2% V – 6,3% W – 0,3 % Mn e 0,3% Si
(adaptado de Agren, J. 1993)

Quando a austenita é resfriada abaixo de sua temperatura crítica, ela se torna instável e começa a se transformar. Os produtos dessa transformação dependem das condições de resfriamento: para taxas lentas de resfriamento, a transformação é controlada por difusão e constituintes mais moles são formados, enquanto que para taxas mais rápidas de resfriamento a transformação de fases é provocada por processos de cisalhamento que resultam em estruturas tetragonais de corpo

centrado ou estruturas cúbicas de corpo centrado, altamente distorcidas, denominadas martensíticas (Moore e Collins, 1993).

No resfriamento não podemos pura e simplesmente nos preocupar somente com a transformação martensítica. Uma atenção especial deve ser atribuída ao risco de precipitação de carbonetos pró-eutetóides durante o tratamento.

A figura 2.12 mostra a curva de transformação (resfriamento contínuo) de um aço rápido AISI M2, austenitizado à 1190°C por 150 segundos:

Figura 2.12: Curva de transformação (resfriamento contínuo) do aço rápido Böehler S600 (similar ao AISI M2) (adaptado de Aços Böehler – Catálogo S600).

A curva designada com a letra “K”, é a curva de início de precipitação de carbonetos pró-eutetóides, ou seja, que vão se precipitar antes da formação de constituinte eutetóide perlita ou bainita.

Durante o resfriamento, e dentro da faixa de 800°C até 500°C, se o resfriamento for lento ao ponto de cruzar a linha “K”, haverá precipitação de carbonetos, principalmente nos contornos de grão da austenita, empobrecendo a matriz em carbono e elementos de liga (Mo, W, Cr e V). Estes carbonetos precipitados

formarão uma rede em contorno de grão, contribuindo para reduzir a tenacidade do aço.

O empobrecimento da matriz austenítica em carbono e elementos de liga leva à formação de uma martensita de baixa dureza. Durante o revenimento, quando ocorrer o endurecimento secundário, haverá menos carbono e elementos de liga para precipitar carbonetos finos, o que contribui mais uma vez para a diminuição da dureza. A taxa de resfriamento em banhos de sais fundidos (em geral a 500º) é mais do que suficiente para garantir que pouca, ou nenhuma precipitação pró-eutetóide ocorra. No caso do forno a vácuo onde o resfriamento é feito através de gás sob pressão, as variáveis que influenciam a taxa de resfriamento são:

- tipo de gás
- velocidade do gás
- pressão do gás

Figura 2.13 - Montagem e carregamento de ferramentas em aço rápido para têmpera em forno a vácuo. **(Bodycote Brasimet SP)**

Ainda existe uma variável ligada aos aspectos construtivos do forno e sua capacidade de troca de calor. A figura 2.13 (a) apresenta uma montagem de carga típica de ferramentas em aço rápido ilustrando o controle de temperatura através de termopares conectados a um corpo de prova. A figura 2.13 (b) apresenta o carregamento de uma carga de ferramentas de aço rápido, ilustrando a câmara de trabalho do forno, resistências de grafite e diversos pontos “nozzles” de entrada de gás para resfriamento.

A pressão é a variável mais importante, uma vez que a grande maioria dos fornos a vácuo comerciais utiliza nitrogênio como gás de resfriamento e a velocidade depende do ventilador do equipamento sendo, portanto, uma grandeza fixa. A pressão pode ser alterada pelo operador, sendo que quanto maior a pressão de resfriamento, maior é a extração de calor **(Abar Ipsen, 2003)**.

Apesar de não existirem dados teóricos referentes ao limite máximo aceitável de carbonetos pró-eutetóides precipitados em contornos de grão, procura-se controlar a velocidade de resfriamento em torno de 10°C/s, principalmente para evitar distorções dimensionais.

A temperatura em que a transformação começa é designada como M_i (início de formação de martensita) e para que a transformação continue, é necessário que a temperatura seja continuamente reduzida.

A temperatura na qual 100% de transformação de austenita para martensita ocorreu é designada como M_F (fim da transformação martensítica).

Aumentando-se o teor de carbono e elementos de liga na austenita através do aumento da temperatura de austenitização ou do tempo de permanência nesta temperatura, obtém-se uma martensita de maior dureza, mas também os pontos M_i e M_F serão baixados.

A grande maioria dos aços rápidos possui ponto M_i próximo a 205°C, quando normalmente tratados termicamente. Essa temperatura pode inclusive ser utilizada como um excelente parâmetro para escolha da temperatura correta de austenitização, sem importar a grande variedade de composições químicas. Isso quer dizer que o teor de carbono e de elementos de liga em solução deve ser suficiente para resultar uma temperatura M_i de 205°C, com uma transformação de 75 a 80% de martensita após o resfriamento até a temperatura ambiente **(Roberts e Cary, 1980)**.

Devido ao elevado teor de carbono e elementos de liga dos aços rápidos comerciais, a temperatura M_F da maioria desses aços é inferior à temperatura ambiente e, portanto após a têmpera espera-se a presença de austenita retida no aço.

A quantidade de austenita retida presente em aços rápidos pode variar bastante. Verifica-se na literatura valores entre 2 a 45%, porém esse valor é

extremamente sensível a pequenas mudanças na taxa de resfriamento, temperatura de austenitização e até mesmo aos processos anteriores de fundição e forjamento. Pelo menos 15% de austenita retida é encontrada em todos os aços rápidos temperados através de processos usuais e uma faixa de 20 a 25% representa uma boa média verificada na indústria **(Roberts e Cary, 1980)**.

A figura 2.14 mostra os efeitos da temperatura de austenitização nas temperaturas de início e fim de formação da martensita de um aço rápido contendo 0,74% C, 18,2% W, 4,00% Cr e 0,58% V. As percentagens listadas nas linhas pontilhadas presentes na temperatura ambiente e à -120°C referem-se à quantidade de austenita retida presente nessas temperaturas, quando temperados de 1000°C, 1100°C, 1250°C e 1300°C **(Roberts e Cary, 1980)**.

Figura 2.14 – (a) Efeito da temperatura de austenitização nas temperaturas de formação de martensita (início e fim) para um aço rápido (vide composição química); (b) Temperatura M_i de formação martensítica para o aço rápido (vide composição química) em função do tempo e temperatura de austenitização **(adaptada de Roberts e Cary, 1980)**.

A utilização de uma microestrutura contendo martensita de alta dureza e austenita extremamente mole é logicamente inaceitável sendo, portanto necessária a utilização de meios para transformação dessa austenita retida. Essa transformação pode ser realizada através de revenimentos ou resfriamento sub-zero.

A alternativa utilizando o revenimento envolve um aquecimento acima da temperatura M_s e posterior resfriamento, sendo esse ciclo repetido diversas vezes.

Essa alternativa faz com que o processo de tratamento térmico seja muito longo, afinal os ciclos de revenimento costumam ter durações em torno de 5 horas cada **(Roberts e Cary, 1980)**.

A alternativa mais utilizada é o tratamento sub-zero realizado através da manutenção do material em temperaturas abaixo do ponto M_F para que ocorra a transformação total **(Bowes, 1974)**.

A temperatura ambiente é um ponto de parada “conveniente” para os tratadores térmicos, mas não possui significado algum na transformação austenita-martensita.

A transformação continua se o aço for continuamente resfriado abaixo da temperatura ambiente e esse é o princípio básico por trás dos tratamentos criogênicos **(Moore e Collins, 1993)**.

Para entendermos os efeitos dos processos criogênicos nas propriedades dos aços, devemos inicialmente analisar o processo em relação a 3 constituintes básicos: austenita retida, martensita e carbonetos.

2.7.1. Austenita retida

Os fenômenos que explicam a presença da austenita retida são bastante conhecidos e podem ser assim explicados:

- Os elementos de liga, especialmente o carbono, em solução, endurecem a austenita. Assim, mais energia é necessária para produzir o mecanismo de cisalhamento para a produção da martensita. Um maior super-resfriamento abaixo da temperatura normal de transformação é então necessário, abaixando a M_i (temperatura na qual a transformação de austenita para martensita se inicia durante o resfriamento).
- Elementos fortemente formadores de carbonetos podem “amarrar” carbono na forma de carbonetos não dissolvíveis, tendo pouco efeito em M_i .
- Aumentando-se a temperatura de austenitização, aumenta-se o tamanho de grão e também aumenta a dissolução de elementos de liga e carbono, reduzindo M_i .

- A transformação de austenita para martensita durante o resfriamento não é dependente de tempo, mas relacionada ao grau de super-resfriamento abaixo de M_i .
- Se o resfriamento é interrompido em qualquer temperatura acima da faixa de transformação martensítica, a quantidade de austenita retida na temperatura ambiente é bastante afetada. Qualquer manutenção acima de 370°C em aços rápidos durante o resfriamento promove a formação de bainita por processo de nucleação e crescimento em detrimento da formação de martensita. Esse fenômeno também se repete entre 650 e 760°C se a manutenção nessa temperatura for por um período curto suficiente para a formação de qualquer perlita.
- Quanto maior a quantidade de bainita formada, seja ela por processos isotérmicos ou durante o resfriamento a partir da temperatura de austenitização, menor é a temperatura M_i da austenita remanescente. Sendo assim, a formação de bainita estabiliza a austenita e, portanto através da manutenção na temperatura de formação bainítica (205 a 315°C) obtém-se a maior quantidade possível de austenita retida nos aços rápido.
- Se após a têmpera (sem interrupções durante o resfriamento) o aço aguardar muito tempo na temperatura ambiente antes do resfriamento criogênico, pode-se produzir um forte alívio de tensões e possibilitar ocorrência de difusão de carbono que pode segregar para as discordâncias e interfaces de plaquetas de martensita, reduzindo a força motriz para a formação da martensita, e dificultando a mobilidade das interfaces martensita/austenita, novamente reduzindo M_i . A austenita se torna relutante em se transformar em martensita, e temperaturas mais baixas se tornam necessárias. Esse fenômeno é conhecido como estabilização da austenita retida, quanto maior o tempo de espera na temperatura ambiente, menos decomposição da austenita é obtida no tratamento criogênico. Esse efeito está ilustrado na figura 2.15:

Figura 2.15 – Efeito do tempo de espera, na transformação da austenita retida no aço AISI D2 austenitizado a 1075°C. Praticamente toda austenita retida irá se transformar a -80°C , porém a exposição por tempos prolongados na temperatura ambiente irá exigir temperatura criogênicas bem mais baixas para a transformação da austenita e mesmo assim a transformação não será completa, como pode ser visto pelas baixas durezas alcançadas (**adaptada de Collins, 1998**).

2.7.2. Martensita

Além dos pontos levantados no item anterior para o constituinte martensita, alguns outros aspectos relacionados aos processos criogênicos devem ser descritos (**Collins, 1998**):

- A martensita é supersaturada em carbono, que durante o revenimento, precipita-se na forma de carbonetos, cuja natureza depende da composição química da liga e da temperatura de revenimento.
- Átomos de carbono segregam-se para sítios de baixa energia e interfaces, e tendem a se agrupar nesses locais.
- A instabilidade da martensita está associada com a energia de deformação relacionada à sua estrutura repleta de discordâncias e maclas e também às interfaces que forma com a austenita (quando essa está presente).

- Em temperaturas muito baixas, a energia de ativação para a difusão de carbono (e difusão de elementos de liga) é muito alta para permitir a formação de precipitados (carbonetos) como nos estágios finais do revenimento.

2.7.3. Carbonetos

Alguns pontos relacionados aos processos criogênicos também devem ser descritos, quando o assunto é carbonetos (**Collins, 1998**):

- O tipo de carboneto formado durante o revenimento depende basicamente da quantidade dos elementos de liga e temperatura de revenimento.
- Alguns carbonetos presentes na microestrutura final, são aqueles que permaneceram “não dissolvidos” durante a austenitização, são os mais grosseiros e denominados carbonetos eutéticos.
- O tamanho e a distribuição dos carbonetos precipitados da martensita (ou austenita retida) durante o revenimento são dependentes de fenômenos de nucleação e crescimento (que são dependentes de tempo).
- O fenômeno de endurecimento secundário causado pela precipitação de uma fina distribuição de carbonetos (do tipo M_2C e MC) coerentes com a matriz martensítica.

Levando-se em conta as características acima e as inúmeras observações levantadas em procedimentos experimentais em aços rápido, podemos perceber que basicamente dois mecanismos estão envolvidos no melhor desempenho desses materiais após tratamento criogênico: transformação da austenita retida em martensita e “condicionamento” a baixa temperatura da martensita, que possibilitará, nas etapas de revenimento, a precipitação de carbonetos ultrafinos.

2.8. Mecanismos propostos para as mudanças provocadas pelos tratamentos criogênicos

Pesquisas recentes feitas por **Collins e Dormer (1997)**, afirmam que a transformação da austenita não é o único mecanismo existente na melhoria das propriedades de aços tratados criogenicamente.

Eles verificaram que o tratamento criogênico tem efeito principalmente na martensita, causando mudanças microestruturais que resultam, após revenimento, na precipitação e distribuição mais fina de carbonetos na martensita revenida, gerando assim aumento na tenacidade e resistência ao desgaste.

Dessa forma é interessante analisarmos cada uma dessas etapas.

2.8.1. Transformação da austenita retida

O primeiro estágio dos tratamentos criogênicos em aços é a transformação da austenita retida, desde que a austenita não tenha se estabilizado antes do tratamento criogênico pela longa manutenção em temperatura ambiente após a têmpera (**Collins, 1998**).

O processo criogênico transforma uma grande quantidade retida de austenita em martensita em temperaturas da ordem de 0 a -80°C , e somente uma quantidade muito pequena de austenita se transforma entre -80 e -196°C .

Os efeitos desse primeiro estágio são:

- Aumento na dureza
- Redução na tenacidade
- Aumento modesto, se houver, na resistência ao desgaste
- Estabilidade dimensional

Moore e Collins (1993) afirmam que com a transformação da austenita no processo criogênico, elimina-se o pico de endurecimento secundário na curva de revenimento dos aços ferramenta. A figura 2.16 mostra as curva de revenimento dos aços (a) D2 e (b) Vanadis 4 tratados por processos convencionais com têmpera a partir 1075°C + revenimento duplo por duas horas; e por processos criogênicos com

têmpera de 1075°C + tratamento criogênico (-196°C) + revenimento único por duas horas.

Figura 2.16 - Tratamento criogênico e endurecimento secundário. Curvas de revenimento para os aços AISI D2 e Vanadis 4 tratados por processos convencionais e por processos criogênicos (-196°C) (adaptada de Moore e Collins, 1993)

Essa ausência do endurecimento secundário é questionada por outros autores. **Pellizzari e Molinari (1996)** demonstram que a presença ou ausência do endurecimento secundário na curva de revenimento de aços tratados criogenicamente depende da temperatura de austenitização e da composição química do aço.

2.8.2. Condicionamento da martensita

O segundo estágio é o condicionamento a baixas temperaturas da martensita. O resfriamento continuado da martensita abaixo da sua temperatura de formação (em nitrogênio líquido) e sua manutenção nessa temperatura por um tempo suficiente promove a formação de uma grande quantidade de carbonetos muito finos durante o revenimento. Quanto maior o tempo em temperatura criogênica, maior o número de partículas e maior a fração volumétrica de carbonetos precipitados no revenimento.

Com o decréscimo da temperatura a martensita se torna mais supersaturada e a instabilidade gerada pela supersaturação promove a segregação de carbono e elementos de liga.

Devido à alta densidade de defeitos na martensita, não se pode observar diretamente o processo de segregação ou clustering de átomos de carbono e elementos de liga, ou mesmo a maior quantidade de discordâncias e maclas geradas pelo processo criogênico.

Kelker, Nash e Zhu (2003) demonstram indiretamente através de medição de resistividade e por uma técnica de identificação de densidade de defeitos, conhecida como PIPA (Photon Induced Positron Annihilation) que durante o processo criogênico existe: um aumento na densidade de discordâncias devido à conversão da austenita residual em martensita potencializando potencial termodinâmico para migração de átomos e, finalmente a formação de aglomerados de átomos de carbono e precipitação de carbonetos durante o revenimento.

Recente estudo realizado por Bourke e citado por **Huang et al. (2003)** mostra que através de técnicas de difração de nêutrons verificou-se que os parâmetros α e c da martensita comportam-se de maneira diferente durante as etapas de resfriamento criogênico e descongelamento.

O parâmetro α muda linearmente com as mudanças de temperatura, seguindo praticamente a mesma curva durante resfriamento criogênico e também durante o descongelamento, o que indica um efeito termo-elástico puro.

Já o parâmetro c decresce com o resfriamento criogênico, mas não segue a mesma curva durante o descongelamento, tendo aumentado muito pouco seu valor.

Esses resultados sugerem que ocorre segregação de átomos de carbono durante o

tratamento criogênico. Os átomos de carbono ocupam predominantemente os interstícios octaédricos, supersaturando o reticulado. Quando ocorre, a segregação desses átomos afeta exatamente o parâmetro c do mesmo **(Huang et. al, 2003)**.

É evidente que o mecanismo acima descrito tem melhores resultados em materiais com menor quantidade de austenita retida (maior quantidade de martensita), visto que se trata de um fenômeno que ocorre na estrutura martensítica.

O fato é que a precipitação de carbonetos durante o revenido, após utilização de processos criogênicos ocorre influenciada pelo condicionamento da martensita primária (formada na têmpera) e não da martensita com maior relação " c/α ", formada a partir da austenita retida e transformada na primeira etapa do processo criogênico **(Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998)**.

A energia de ativação para formação de núcleos de carbonetos ultra-finos na martensita é baixa, quando a precipitação é condicionada pela segregação de carbono para sítios acima mencionadas, em baixas temperaturas.

Esse efeito pode explicar as muitas inconsistências de resultados encontradas na literatura: no caso de um componente mecânico apresentar inicialmente alta quantidade de austenita retida, então a transformação no primeiro estágio vai aumentar muito a dureza, mas não necessariamente a resistência ao desgaste e a tenacidade; caso esse componente apresente inicialmente baixa quantidade de austenita retida, então na segunda etapa do processo criogênico a resistência ao desgaste e a tenacidade vão aumentar sem que haja substancial variação de dureza, devido ao condicionamento da martensita pela segregação de átomos de carbono em baixa temperatura **(Collins, 1998)**.

2.8.3. Revenimento

O aço rápido após a têmpera possui: martensita tetragonal (entre 60 e 80%) extremamente rica em elementos de liga, austenita retida também altamente ligada (15 a 30%) e carbonetos M_6C e MC eutéticos não dissolvidos (5 a 10%) **(Roberts e Cary, 1980)**.

O revenimento, realizado pelo reaquecimento da martensita temperada, ocorre em etapas distintas, mas sobrepostas.

Entre 270°C e 400°C ocorre a precipitação de carboneto ϵ de ferro na martensita com estrutura hexagonal compacta sob a forma de ripas delgadas ou bastonetes, nos planos paralelos às faces do cubo da matriz que geram pequeno endurecimento por precipitação.

A relação de orientação dos carbonetos ϵ de ferro com a martensita é definida por:

$$(101)\alpha' // (1011) \epsilon$$

$$(011)\alpha' // (0011) \epsilon$$

$$[111]\alpha' // [1210] \epsilon$$

Nesta etapa verifica-se amolecimento (2 a 6 pontos HRC) da matriz e a martensita começa a perder a sua tetragonalidade, decompondo-se em martensita cúbica devido à rejeição de carbono (**Honeycombe, 1982**).

A queda na dureza é acompanhada por uma queda de 0,2% em volume específico e por um aumento no magnetismo.

Entre 300°C e 400°C verifica-se a substituição do carboneto ϵ pela cementita com distribuição de Widmanstätten de bastonetes, preferencialmente nas interfaces entre o carboneto ϵ de ferro e a matriz.

A relação de orientação foi determinada como:

$$(211)\alpha' // (011)_{\text{cementita}}$$

$$[011]\alpha' // [100]_{\text{cementita}}$$

$$[111]\alpha' // [010]_{\text{cementita}}$$

A medida que as partículas de cementita crescem, desaparecem gradualmente as partículas de carboneto ϵ de ferro (**Honeycombe, 1982**).

Entre 400°C e 565°C verifica-se a re-dissolução de uma porção de cementita e um forte endurecimento secundário do aço rápido conforme mostra figura 2.17 para os aços rápidos AISI T1, M2, T15 e M40. Esse endurecimento é devido à

precipitação de carbonetos do tipo MC e M_2C nos contornos de macla e nas discordâncias no interior das placas de martensita,

O endirecimento secundário é devido à interação dos campos de tensão dos carbonetos com os campos de tensão das discordâncias durante a deformação plástica.

Figura 2.17 – Variação da dureza com a temperatura de revenimento em diferentes aços rápidos triplamente revenidos por 2 horas (**adaptado de Roberts e Cary, 1980**)

Entre 565 e 650°C ocorre a transformação da austenita retida no subsequente resfriamento da temperatura de revenimento.

Acima de 650°C ocorre a re-dissolução do carboneto M_2C e dissolução final do M_3C , acompanhado da precipitação e coalescimento dos carbonetos M_6C e $M_{23}C_6$. Dificilmente utilizam-se tais temperaturas na prática comercial de tratamentos térmicos, principalmente pela drástica redução de dureza causada pelo engrossamento dos carbonetos (**Roberts e Cary, 1980**)

Os mecanismos de revenimento acima descritos ocorrem em aços tratados temperados e revenidos de maneira convencional. Nos processos criogênicos, novos mecanismos passam a atuar.

Devido à contração volumétrica gerada pelas temperaturas criogênicas, o reticulado cristalino do aço tende a diminuir, assim a deformação cristalina da martensita na solução supersaturada tende a aumentar e a martensita fica num estado ainda mais instável termodinamicamente. Como resultado a martensita começa a se decompor, segregando átomos de carbono. Porém, devido à dificuldade de difusão de átomos de carbono em temperaturas tão baixas, a decomposição da martensita e a precipitação de carbonetos ultrafinos não vão acontecer por completo na temperatura de -196°C (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998).

Existe um aumento da difusão dos átomos de carbono, com o aumento da temperatura. Após tratamento criogênico, no aquecimento para a temperatura ambiente os átomos de carbono passam a se mover em distâncias curtas e segregam para os locais em que já existem aglomerados de átomos de carbono-“clusters” - formados em baixas temperaturas; essa aglomeração propicia a formação de carbonetos ultrafinos coerentes (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998). Quanto maior o tempo de revenimento e maior a temperatura, maior será a quantidade de carbonetos formados (Huang et. al, 2003).

No processo criogênico, a decomposição da martensita e a precipitação de carbonetos ultrafinos é similar ao revenimento convencional, a não ser pelo fato de que a transformação da estrutura acontece em uma faixa de temperaturas muito inferior, fazendo com que os precipitados sejam menores e mais difusos (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998).

Os efeitos provocados pelos mecanismos criogênicos são:

- Um número muito maior de carbonetos ultrafinos na microestrutura
- Uma diferente partição de elementos de liga entre a matriz e os carbonetos, comparado aos aços tratados convencionalmente.
- Aumento na resistência ao desgaste e tenacidade.

Diferentemente dos processos convencionais de têmpera e revenimento (mesmo aqueles com etapas de sub-zero), o processo criogênico promove a formação preferencial de finos carbonetos η ao invés de carbonetos ε .

Os carbonetos η são do tipo M_6C variando a composição entre $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$ a $\text{Fe}_4\text{W}_2\text{C}$ (Hoyle, 1988). Esses carbonetos η têm formato de bastonetes e precipitam

somente durante o revenimento após o processo criogênico (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998**).

Resultados de difração de elétrons (figura 2.18), em amostras tratadas criogenicamente por **Meng et al. (1993)** mostram que a relação de orientação entre a martensita e o carboneto η é a relação de Hirotsu e Nagakura:

$$(011)\alpha' // (010)_\eta$$

$$[111]\alpha' // [101]_\eta$$

A tabela 2.4, retirada do trabalho acima mencionado, compara a diferença associada aos valores publicados de d_{hkl} para o carboneto η e para o carboneto ε e os encontrados nos experimentos. Embora exista uma grande similaridade entre a estrutura do carboneto η e do carboneto ε , **Meng et al (1993)** afirma que a fase precipitada após o tratamento criogênico é o carboneto η ao invés de carboneto ε .

Tabela 2.4 – Comparativo entre o espaçamento interplanar dos carbonetos η e ε (**Meng et al., 1993**)

Hkl	d_{hkl} (nm) ^{*1}	d_{hkl} (nm) ^{*2}	% diferença ^{*3}
Carboneto η			
(101)	0,229	0,242	5,3
(020)	0,211	0,215	1,8
(121)	0,154	0,161	4,3
Carboneto ε			
(002)	0,223	0,216	-3,2
(101)	0,211	0,208	-1,4
(110)	0,152	0,137	-10,9

^{*1} valores medidos por Meng et al. (1993)

^{*2} valores publicados por Hirotsu, Y./Nagakura, S. (1972) e Jack, K.H. (1951)

^{*3} % diferença = $[(d_{hkl}^{*2} - d_{hkl}^{*1}) / d_{hkl}^{*2}] \times 100$

Figura 2.18 – (a) Micrografia (MET) de uma amostra tratada em processo sub-zero a -50°C e revenida (b) Modelo de difração eletrônica (c) Modelo com índices de (b) (d) Micrografia (MET) da precipitação de carbonetos em amostra tratada criogenicamente a -196°C e revenida (e) Modelo de difração eletrônica, mostrando duas zonas: matriz martensítica e carbonetos η (f) Modelo com índices de (e) (**Meng et al., 1993**)

O processo criogênico em aços ferramenta costuma ser aplicado antes ou após o revenimento, entretanto existem muitos questionamentos sobre a sequência desse procedimento.

Kamody (1997) defende a realização de revenimento somente após a etapa criogênica, assim como **Collins & Moore (1993)** e **Meng et al (1993)** também compartilham essa opinião.

O trabalho de **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)** mostra que para o aço rápido AISI M2, as propriedades (tenacidade e flexão) são melhoradas tanto em ciclos em que a etapa criogênica é realizada entre a têmpera e o revenimento, quanto em ciclos em que a etapa criogênica é feita após o revenimento. Entretanto, os ciclos de criogenia aplicados entre as etapas de têmpera e revenimento apresentam resultados melhores, conforme será apresentado posteriormente nesse texto.

Segundo **Pellizzari et al. (2001)** os melhores resultados observados quando o tratamento criogênico é realizado logo após a têmpera podem ser atribuídos à ativação das transformações durante o revenimento dessa martensita virgem por causa da sua supersaturação obtida à -196°C . Com essa etapa criogênica a precipitação de carbonetos ocorre com uma energia de ativação maior, levando a uma maior taxa de nucleação, dimensões mais finas de carbonetos e distribuição homogênea.

Pellizzari et al (2007) demonstrou que o revenimento do aço rápido AISI M2 pode ser otimizado pela introdução do tratamento criogênico logo após a têmpera devido ao deslocamento do pico de dureza secundária para temperaturas mais baixas. Nesse mesmo estudo evidenciou-se uma antecipação de cerca de 30°C no pico de dureza secundária para os aços tratados por criogenia.

A figura 2.19 a seguir demonstra as curvas de revenimento levantadas por **Pellizzari et al (2007)** para o aço AISI M2 austenitizado a 1195°C e 1215°C com e sem etapa criogênica (-180°C por 24 horas). Verificou-se um deslocamento do pico de dureza secundária para a esquerda nas duas temperaturas de austenitização.

Figura 2.19 - Curvas de revenimento do aço AISI M2 austenitizado a 1195°C e 1215°C e tratado com e sem criogenia

Segundo **Pellizzari et al (2007)** essa alteração deve estar associada a modificações microestruturais introduzidas pelo processo criogênico, particularmente ao condicionamento da martensita em baixas temperaturas e à precipitação de carbonetos finos e homogeneamente distribuídos

2.9. Mecanismos de precipitação do carboneto η

O principal modelo para a precipitação de carbonetos η foi proposto por **Meng et al. (1993)** e pode ser assim descrito:

A figura 2.20 mostra a relação entre o plano (010) do carboneto η e o plano (110) da martensita.

A existência de correspondência entre as duas fases indica que o plano (010) do carboneto η é derivado do plano (110) da martensita, e as direções [100], [010] e [001] do carboneto η são derivadas das direções [110], [110] e [001] da martensita respectivamente.

Na estrutura do carboneto η , os átomos de carbono estão em interstícios octaédricos e os átomos de ferro ou outros substitucionais encontram-se num arranjo hc. A distância entre átomos vizinhos de carbono ou substitucionais no carboneto η e na martensita é $AB(\eta) > AB(\alpha')$, $BC(\eta) < BC(\alpha')$.

A deformação do reticulado provavelmente converte o reticulado base tetragonal de corpo centrado em um reticulado de carboneto η ortorrômbico, através do reajuste de átomos de carbono ou substitucionais, devido à contração ao longo das direções $[\bar{1}10]$ e $[110]$ da martensita e expansão ao longo da direção $[001]$, sempre buscando sítios que alinhem os campos de deformação com a direção de origem da deformação promovida pelo resfriamento criogênico. É, portanto bem provável, que essa conversão de reticulados dê origem a deformações adicionais anelásticas.

Correspondentemente, uma leve troca de posições de átomos de carbono é requerida nos planos (110) da martensita a fim de se obter o empacotamento de carbono do carboneto η . Isso pode ser visto da seguinte forma no reticulado tetragonal de corpo centrado: átomos de carbono na posição $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ e $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 1)$ no plano (110) da martensita mudam para $a/12[\bar{1}\bar{5}0]$, que pode ser explicado por $a/6[1\bar{1}0] + a/4[\bar{1}\bar{1}0]$, e os átomos nas posições $(0, 1, \frac{1}{2})$ e $(1, 0, \frac{1}{2})$ mudam para $a/12[510]$, explicado por $a/6[\bar{1}10] + a/4[110]$, onde “a” representa o parâmetro do reticulado da martensita. Além disso, antes da contração e expansão, um arraste de átomos de ferro ou substitucionais na direção $a/6[110]$ em um plano alternado (110) da martensita é necessário para atender os requisitos de empilhamento descritos pela estrutura do carboneto η . Alternativamente, átomos de ferro ou substitucionais e átomos de carbono em outros planos (110) da martensita também realizam as mudanças acima descritas.

A figura 2.20 (c) mostra a transformação do sistema tetragonal de corpo centrado para ortorrômbico. Os círculos brancos representam os átomos de ferro ou substitucionais, os círculos duplos representam átomos de ferro ou substitucionais que pertencem a duas células unitárias e os círculos negros representam átomos de carbono. As direções de deslocamento dos átomos é indicada pelas setas. Sugere-se pela observação em microscópios eletrônicos de transmissão e análise cristalográfica dos carbonetos, que estes são nucleados de maneira heterogênea ao

longo das bandas ricas em carbono desenvolvidas durante decomposição espinoidal da martensita.

Figura 2.20 - Arranjo atômico no plano (010) do carboneto η incluindo projeção ao longo de $[010]_{\eta}$ (a) e do plano (110) da martensita (b). Distorção do reticulado e trocas de átomos de carbono convertem o reticulado tetragonal de corpo centrado em reticulado ortorrômbico (Meng et. al, 1993)

2.10. Efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas

Os efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades dos aços dependem muito da maneira como estes são combinados com os tratamentos térmicos básicos empregados.

Em artigo de 1997, Collins e Dormer realizam um estudo detalhado dos efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas do aço ferramenta D2.

Nesse estudo, avaliaram a influência da temperatura criogênica na dureza e tenacidade do aço AISI D2 austenitizado a várias temperaturas.

Figura 2.21 – (a) Efeito da temperatura criogênica na dureza e (b) Efeito da temperatura criogênica na tenacidade. As amostras foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

Verifica-se que o aumento de dureza localiza-se na faixa de -80°C quando ocorre a transformação da austenita retida em martensita. Quando a temperatura de austenitização de 970°C foi utilizada, não foi verificado de maneira clara esse endurecimento, afinal a quantidade de austenita retida após têmpera nessa temperatura é inferior à das amostras austenitizadas em temperaturas mais elevadas, devido à menor solubilização de carbono e elemento de liga.

Entre -80 e -110°C praticamente toda a austenita retida é eliminada na maioria dos aços, desde que ela não se estabilize por excessivo tempo de espera à

temperatura ambiente ou acima dela, através de um revenimento antes da etapa criogênica por exemplo.

A figura 2.21 (b), mostra que com a utilização de temperaturas até aproximadamente -80°C , a tenacidade (que foi avaliada por impacto em corpos de prova de $10 \times 10 \times 50$ mm sem entalhe) é reduzida. Esse comportamento inverso ao da dureza também pode ser explicado pela transformação da austenita retida, afinal a tenacidade tende a diminuir com a diminuição da presença da fase austenita que é dúctil e tenaz.

Os efeitos do processo criogênico na tenacidade podem ser verificados (no trabalho de **Collins e Dormer, 1997**) em temperaturas inferiores a -80°C , onde a tenacidade tende a aumentar devido às mudanças sofridas pela martensita pela precipitação de carbonetos. Repare que o efeito é mais pronunciado nas amostras tratadas em menor temperatura de austenitização, portanto apresentando maior quantidade de martensita a ser condicionada.

A maior quantidade de carbonetos formados em amostras tratadas com menor temperatura de austenitização pode ser verificada figura 2.22 (a).

Nesse trabalho, Collins e Dormer definiram como carbonetos finos precipitados devido ao tratamento criogênico, os carbonetos com dimensões inferiores a $5\text{ }\mu\text{m}$. Utilizaram técnicas de microscopia eletrônica de varredura para verificação metalográfica das amostras propostas.

Figura 2.22 – (a) Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos e (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. As amostras foram revenidas a 200°C (**Collins e Dormer, 1997**).

Fica evidente que com menores temperaturas de austenitização, existe uma maior precipitação de carbonetos após o revenimento em amostras tratadas criogenicamente devido à existência de maior quantidade de martensita oriunda do processo de têmpera **(Collins e Dormer, 1997)**.

A figura 2.22 (b) mostra a influência do tempo de exposição à temperatura criogênica na quantidade de carbonetos precipitados após o revenimento. Nesse trabalho, Collins e Dormer consideraram os carbonetos com menos de 5 μm como precipitados durante o tratamento criogênico. Quanto maior o tempo em temperatura criogênica, maior é a quantidade de carbonetos precipitados e esse efeito é também muito pronunciado em amostras tratadas com menor temperatura de austenitização.

Os tratamentos criogênicos não são apenas uma etapa do tratamento térmico onde no final as propriedades são melhoradas. Na verdade os ciclos de tratamento térmico que utilizam etapas criogênicas são muito afetados por essa etapa de tratamento, pois a escolha da temperatura de austenitização se torna fundamental no posterior condicionamento da martensita e das propriedades que se deseja obter. Se o interesse for:

- Maximizar a dureza: devem ser usadas temperaturas de austenitização mais altas para garantir maiores quantidades de austenita retida que será posteriormente transformada no tratamento criogênico. Este fator é o principal responsável pelo aumento de dureza **(Collins, 1998)**.
- Maximizar a tenacidade e resistência ao desgaste: devem ser usadas temperaturas de austenitização mais baixas para diminuir a quantidade de austenita retida, portanto uma maior quantidade de martensita, que irá garantir maior migração de carbono no condicionamento da martensita e precipitação de carbonetos η durante o ciclo de revenimento **(Collins, 1998)**.

Outro comparativo interessante foi realizado por **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)** nos aços rápidos W18Cr4V (AISI T1) e W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) conforme tabela 2.5:

Tabela 2.5 – Rotas de tratamentos térmicos aplicados aos aços rápidos AISI T1 e AISI M2 em trabalho de **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)**

Aço	Rota	Sequência de processamento				
W18Cr4V (AISI T1)	1	Temperado a 1280°C	+	3 x 560°C		
	2	Temperado a 1280°C	+	24 h Criogenia a –196°C	+	3 x 560°C
	3	Temperado a 1280°C	+	48 h Criogenia a –196°C	+	3 x 560°C
	4	Temperado a 1280°C	+	3 ciclos criogênicos a –196°C total 48 hs	+	3 x 560°C
	5	Temperado a 1280°C	+	3 x 560°C	+	48 h Criogenia a –196°C
W6Mo5Cr4V2 (AISI M2)	6	Temperado a 1250°C	+	3 x 560°C		
	7	Temperado a 1250°C	+	24 h Criogenia a –196°C	+	3 x 560°C
	8	Temperado a 1250°C	+	48 h Criogenia a –196°C	+	3 x 560°C
	9	Temperado a 1250°C	+	3 ciclos criogênicos a –196°C total 48 hs	+	3 x 560°C
	10	Temperado a 1250°C	+	3 x 560°C	+	48 h Criogenia a –196°C

As propriedades mecânicas testadas nestes aços tratados conforme as rotas acima descritas estão na tabela 2.6.

O ensaio de dureza foi realizado em durômetro digital em escala Rockwell C, a tenacidade dos aços foi medida em máquina do tipo WJ-30 em corpos de prova de 10 x 10 x 50 mm sem entalhe.

A resistência à flexão foi medida em equipamento do tipo WE-30 em corpos de prova de 10 x 10 x 120 mm com um vão de 100 mm.

Tabela 2.6 – Propriedades mecânicas obtidas nos aços AISI T1 e AISI M2 tratados pelas rotas da tabela 2.5 (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998)

Aço	Rota	Dureza (HRC)	Dureza a quente (HRC)			Resistência flexão (MPa)	Resistência ao impacto (J)
			600°C	615°C	630°C		
W18Cr4V (AISI T1)	1	64,0	61,8	60,7	57,8	2628	26
	2	65,1	62,5	61,2	58,0	3091	32
	3	65,3	63,1	61,8	59,4	3116	34
	4	65,8	63,5	62,6	60,3	3282	41
	5	64,3	62,3	61,6	58,6	2875	28
W6Mo5Cr4V2 (AISI M2)	6	63,7	60,6	57,8	55,7	2583	35
	7	64,8	62,1	57,1	57,5	2880	44
	8	65,0	63,0	59,3	58,0	2873	44
	9	65,4	63,1	61,7	59,5	3096	50
	10	64,3	61,8	58,1	57,3	2611	39

A tabela 2.6 mostra que tanto a dureza à temperatura ambiente como a dureza a quente são melhoradas pelos processos criogênicos quando comparadas com as obtidas pelos processos convencionais das rotas 1 e 6.

Comparando os resultados das rotas 2, 3, 7 e 8 podemos perceber que a duração da etapa criogênica afeta a dureza obtida. Uma maior dureza foi observada (tanto na temperatura ambiente como a quente) nas amostras mantidas mais tempo em temperatura criogênica.

Comparando-se a rota 3 com a rota 4 e a rota 8 com a rota 9, percebe-se que para uma mesma duração do processo criogênico, repetidos ciclos geram durezas mais elevadas.

Repetidos ciclos criogênicos vão transformando a austenita retida em martensita e fazem com que a martensita transformada pelo processo criogênico anterior precipite carbonetos ultrafinos. Enquanto isso a estrutura dos carbonetos precipitados da martensita muda com cada elevação de temperatura de -196°C até a temperatura ambiente (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998**).

O mais interessante é que nas rotas 5 e 10 onde o processo criogênico é realizado após a têmpera e revenimento, as propriedades mecânicas também são melhores.

A resistência à flexão também é melhorada quando processos criogênicos são utilizados, os dados levantados por **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)** para os aços W18Cr4V (AISI T1) e W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) mostram aumentos na resistência à flexão da ordem de 17,6% e 11,5% respectivamente, quando comparados aos processos de tratamento convencional.

Tempos prolongados em temperatura criogênica não promovem aumento significativo na resistência à flexão (vide rotas 2/3 e 7/8).

Ciclos criogênicos repetidos aumentam muito mais a resistência à flexão, do que um único ciclo com a mesma duração. Após ciclos repetidos notou-se um aumento na resistência à flexão de 25% e 20% para os aços W18Cr4V (AISI T1) e W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) respectivamente (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998**).

O tratamento criogênico mostra um efeito similar na tenacidade. Nesse caso, os ciclos criogênicos repetidos também mostraram os melhores resultados. A resistência ao impacto foi melhorada em 58% e 43% para os aços W18Cr4V (AISI T1) e W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) respectivamente. Isso mostra que repetidos ciclos criogênicos vão realmente transformando a austenita retida em martensita e fazem com que ocorra precipitação de carbonetos ultrafinos.

O aumento na tenacidade pode ser explicado pelo “reforço” dado à martensita que fica muito mais estável (apresentando formato de blocos coaxiais com uma subestrutura contendo alta densidade de discordâncias) e também pelo fato dos carbonetos ultrafinos (26 a 60 Å) precipitados alterarem o campo de tensões e a

direção das trincas, retardando o desenvolvimento delas **(Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998; Huang et. al, 2003)**.

Além disso, a formação preferencial de carbonetos ultrafinos ao invés de filmes de cementita ajuda a explicar o aumento da tenacidade **(Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998)**.

Em aços rápidos, a tenacidade à fratura da matriz é diretamente proporcional ao percentual de austenita retida. Para os aços rápido ao molibdênio, a cada 1% de austenita retida tem-se um aumento de 4,5 a 6% na tenacidade à fratura. Para os aços rápidos ao tungstênio o aumento de tenacidade é de 4,1 a 4,8% **(Pacyna, 1987)**.

A figura 2.23 apresenta as micrografias do aço W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) feitas por microscopia eletrônica de transmissão. A figura 2.23 (a) mostra uma estrutura apenas temperada composta de martensita e austenita retida, sem a presença de fases precipitadas na estrutura cristalina. Após o revenimento, a estrutura passa a apresentar precipitados, como também um grande número de compactas linhas pretas na martensitas, figura 2.23 (b).

O tratamento criogênico, após a têmpera, promove a transformação da austenita retida [figura 2.23 (c)] e através de uma análise mais detalhada, verifica-se a presença de carbonetos ultrafinos provenientes da decomposição da martensita. Observou-se com o revenimento após o tratamento criogênico, linhas um pouco mais claras, mais compactas e dispostas em uma certa seqüência [figura 2.23 (d)], os carbonetos precipitados são maiores e melhor distribuídos que aqueles observados só com o tratamento criogênico sem revenimento, porém bem menores e melhor distribuídos que aqueles obtidos só com o tratamento térmico convencional **(Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998)**.

Figura 2.23 – Micrografias obtidas por microscópio eletrônico de transmissão para o aço W6Mo5Cr4V2 (AISI M2) em diferentes ciclos de tratamento térmico (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998).

Não importa se o processo criogênico seja realizado logo após a têmpera, ou após os revenimentos, a austenita retida decresce consideravelmente se comparada com os processos normais sem criogenia.

No entanto, após um ciclo normal de têmpera com vários revenimentos, a austenita retida é reduzida de 25% a 5% (em aços rápido, por exemplo), e essa austenita que ainda sobra é extremamente estável, dificultando posteriores transformações e precipitação de carbonetos, lembrando ainda que a martensita revenida não está mais tão supersaturada e instável.

Quando o processo criogênico é aplicado imediatamente após a têmpera, os precipitados ultrafinos podem ser usados como “núcleos” cristalinos para a precipitação dos demais carbonetos durante o revenimento.

Outras importantes contribuições da criogenia são demonstradas em comparativo de processos apresentado por **Yen e Kamody (1997)** para o aço rápido AISI T15, conforme tabelas 2.7 e 2.8:

Tabela 2.7 – Ciclos térmicos aplicadas ao aço rápido AISI T15 (**adaptado de Yen e Kamody, 1997**)

Amostras austenitizadas a 1220°C por 10 minutos e resfriadas em óleo a 150°C por 30 minutos. O ciclo criogênico foi: -196°C de 1 a 2 horas	
Rota	Processo criogênico
1	Sem tratamento adicional
2	Somente processo criogênico (sem revenimento)
3	Processo criogênico Revenimento a 200°C por 1 hora
4	Processo criogênico Revenimento a 200°C por 2 horas
5	Processo criogênico Revenimento a 200°C por 4 horas
6	Processo criogênico Revenimento a 540°C por 0,5 hora
7	Processo criogênico Revenimento a 540°C por 1 hora
8	Processo criogênico Revenimento a 540°C por 2 horas

Tabela 2.8 - Dureza e porcentagem de carbonetos η em amostras do aço AISI T15 tratadas conforme rotas descritas na tabela 2.7 do trabalho de **Yen e Kamody (1997)**

Rota	Carboneto η (%)	Austenita (%)	Martensita e carbonetos residuais (%)	Dureza (HRC)
1	0,0	17,7	82,3	62,6
2	0,0	7,8	92,2	64,6
3	3,1	7,5	89,4	63,4
4	3,4	7,6	89,0	61,5
5	4,1	7,3	88,6	60,2
6	4,6	7,7	87,7	62,9
7	5,3	7,2	87,5	63,7
8	6,2	7,7	86,1	64,3

Percebe-se que o carboneto η existe em todas as amostras revenidas (rota 3 à 8), mas não existe nos rotas 1 e 2, que são exatamente as rotas sem o processo criogênico e a rota com o processo criogênico mas sem posterior revenimento, respectivamente (**Yen e Kamody, 1997**)

O trabalho de Yen e Kamody não menciona a técnica metalográfica utilizada para a constatação do tamanho dos carbonetos e quantificação, também não mostra micrografias desses precipitados. O tamanho dos carbonetos segundo Yen e Kamody é de 20 a 40 nm de comprimento e 5 a 10 nm de secção transversal. Esses números são exatamente os mesmos mencionados por **Meng et al. (1993)** em seu trabalho descrito nos ítem 2.8 e 2.9, utilizando microscopia eletrônica de transmissão.

Leskovsek e Ule (2002) em trabalho sobre efeitos do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas e estabilidade dimensional do aço rápido AISI M2, tratado em forno a vácuo, também menciona os números de Meng et al. (1993) como dimensões médias dos carbonetos precipitados nos processos criogênicos, porém relata o uso de microscopia eletrônica de varredura.

Segundo Yen e Kamody, a quantidade de carbonetos η aumenta com o aumento do tempo de revenimento, tanto a 200°C como a 540°C. Isso mostra que os carbonetos η precipitam somente durante o processo de revenimento e que quanto maior o tempo de revenimento, mais carbonetos η precipitam. Os resultados apresentados por **Yen e Kamody (1997)** também mostram que as maiores quantidades de carbonetos η foram encontradas nas amostras revenidas a 540°C. Isso indica que alta temperatura de revenimento e tempos mais longos de revenimento contribuem para a precipitação de carbonetos η .

Os resultados mostram que a dureza do aço AISI T15 aumenta em até 2 pontos com o tratamento criogênico, possivelmente pela transformação da austenita retida em martensita. A dureza do aço AISI T15 tratado criogenicamente não muda significativamente com a quantidade de carbonetos η , devido ao seu pequeno tamanho.

2.11. Efeitos dos tratamentos criogênicos na microestrutura

Quando falamos em microestrutura, verificam-se algumas inconsistências nas técnicas utilizadas e resultados obtidos.

Huang et al. (2003) estudou as modificações microestruturais do aço rápido AISI M2 antes e após o tratamento criogênico.

Para esse trabalho, corpos de prova cilíndricos de aço AISI M2 foram austenitizados a 1100°C por 1 hora em forno a vácuo e resfriados por nitrogênio sob pressão.

O ciclo de criogenia foi realizado em nitrogênio líquido por 1 semana e todas as amostras (com e sem criogenia) foram revenidas a 200°C para comparação.

Na figura 2.24 verifica-se a microestrutura obtida por microscopia eletrônica de transmissão da amostra tratada com criogenia, onde se nota a precipitação de carbonetos esféricos $\text{Fe}_4\text{M}_2\text{C}$ (determinado por difração de raio X) com estrutura cúbica de face centrada e parâmetro do reticulado $a=11,5 \text{ \AA}$ (determinados por difração de elétrons em área selecionada).

Figura 2.24 – Micrografia (MET) de amostra em aço AISI M2 tratada por processo criogênico (Huang et al., 2003)

Segundo Huang, o tamanho dos carbonetos variou entre 0,3 e 2 μm e a distribuição de tamanho entre as amostras tratadas com criogenia e sem criogenia foram bastante similares.

Por outro lado, a população, fração volumétrica e distribuição de carbonetos entre as duas amostras foram bem diferentes.

As duas imagens na figura 2.25 mostram regiões diferentes de uma mesma amostra que não foi tratada pelo processo criogênico.

Figura 2.25 – Micrografias (MET) de mesma amostra em aço AISI M2 não tratadas por processo criogênico. Os carbonetos em (a) são menores que os carbonetos em (b) Huang et al. (2003).

Comparando-se essas duas micrografias acima com a micrografia apresentada na figura 2.24, verifica-se que para a amostra tratada por criogenia, carbonetos de diferentes tamanhos encontram-se homogeneamente distribuídos. Já

a distribuição de carbonetos na amostra não tratada pelo processo criogênico não é homogênea e os carbonetos se localizam em determinadas regiões e seu tamanho varia de região para região (**Huang et al., 2003**)

Os carbonetos verificados na região da figura 2.25 (a) são menores que $1\ \mu\text{m}$ e os carbonetos verificados na região da figura 2.25 (b) são maiores que $1\ \mu\text{m}$. Através de análise de imagens (figura 2.26), **Huang et al. (2003)**, verificou que a fração volumétrica de carbonetos nas amostras tratadas criogenicamente é maior que nas amostras tratadas sem criogenia, tendo sido verificados os seguintes valores: 11% nas amostras com criogenia e 5% nas amostras sem criogenia.

Figura 2.26 – Distribuição de tamanho dos carbonetos no aço AISI M2 após tratamento criogênico (esquerda) e convencional (direita) **Huang et al. (2003)**.

Não se verificou presença de austenita retida nas amostras analisadas neste trabalho, nem através de difração de raio X e nem através de MET. Isso pode ser explicado pela baixa temperatura de austenitização utilizada (1100°C) para o aço AISI M2.

Uma hipótese para o aumento da tenacidade em amostras de aço AISI M2 tratadas por processos criogênicos foi apresentada nesse trabalho e a mesma foi bastante favorecida pelas microestruturas verificadas.

Sugere-se que a redução à tendência de microtrincas seja resultado da redução de tensões internas quando a precipitação de ultrafinos carbonetos ocorre. Nos experimentos de **Huang et al. (2003)** acima apresentados, verifica-se que a

distribuição de carbonetos na amostra tratada com criogenia é mais homogênea que na amostra tratada sem criogenia e a fração volumétrica de carbonetos nas amostras tratadas com criogenia é praticamente o dobro da fração volumétrica de carbonetos nas amostras tratadas sem criogenia.

Huang et al. (2003) sugere que a precipitação de mais carbonetos de alta dureza nas amostras tratadas com criogenia reduz o teor de carbono e elementos de liga na matriz, elevando assim a tenacidade do material.

Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000) avaliaram a microestrutura de amostras em aço AISI M2 por três rotas distintas: (a) têmpera e revenimento convencional; (b) têmpera, sub-zero a -70°C (em gelo seco e etanol) por 90 minutos e revenimento; e (c) têmpera, criogenia a -196°C (em nitrogênio líquido) por 90 minutos e revenimento.

A avaliação microestrutural, via microscopia eletrônica de varredura realizada pela equipe, mostra que as três rotas apresentaram microestruturas semelhantes, porém a rota criogênica apresentou maior refinamento dos carbonetos e maior quantidade dos mesmos.

Essa diferença no tamanho dos carbonetos (mais refinados no tratamento criogênico) e distribuição (maior quantidade e mais homogênea no tratamento criogênico) podem ser verificadas na figura 2.27 (vide escala).

Figura 2.27 – Micrografias (MEV) das rotas de tratamento térmico a, b, c realizadas por **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)**. As amostras foram austenitizadas a 1200°C , temperadas a 550°C e revenidas a 560°C .

No entanto, verifica-se nas micrografias da figura 2.27 (b e c) que os carbonetos analisados por **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)** são carbonetos eutéticos [cujas dimensões também são verificadas no tratamento convencional –

figura 2.27 (a)] e portanto a análise de refinamento e fração volumétrica por eles realizada não pode ser considerada válida. As figuras apresentadas podem simplesmente representar regiões distintas de uma determinada amostra que possua heterogeneidade na distribuição e tamanho de carbonetos eutéticos.

O critério adotado por **Collins e Dormer (1997)** de considerar carbonetos com menos de 5 μm como precipitados pelo processo criogênico (apresentado no item 2.10) também sugerem uma análise equivocada de carbonetos eutéticos.

Gogte et al. (2007) apresentou trabalho semelhante ao de **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)** utilizando tratamentos convencionais e criogênicos para os aços rápidos AISI T42 e M2.

Novamente percebem-se inconsistências na escolha da técnica metalográfica empregada e nos resultados apresentados.

As micrografias apresentadas por Gogte et al. foram feitas por microscopia óptica (com ampliação de 1000x) mostram aumento visível no volume de carbonetos precipitados para o aço AISI T42 tratado criogenicamente com austenitização de 1230°C, conforme figura 2.28.

Figura 2.28 – (a) Aço AISI T42 temperado e revenido convencionalmente, (b) AISI T42 tratado a -140°C (sem enxarque), (c) AISI T42 tratado a -185°C por 8 horas, (d) AISI T42 tratado a -185°C por 24 horas (**Gogte et al., 2007**)

Já para o aço AISI M2 (austenitizado a 1150°C) não se verificou aumento “visível” do volume de carbonetos precipitados, como no aço AISI T42.

Segundo Gogte isso está ligado ao maior teor de elementos de liga e carbono do aço AISI T42. As micrografias de **Gogte et al. (2007)** para o aço AISI M2 podem ser verificadas na figura 2.29.

Figura 2.29 – (a) Aço AISI M2 temperado e revenido convencionalmente, (b) AISI M2 tratado a -140°C (sem enxarque), (c) AISI M2 tratado a -185°C por 8 horas, (d) AISI M2 tratado a -185°C por 24 horas (**Gogte et al., 2007**).

Como pode ser visto, a literatura sobre o assunto reporta excelentes resultados mecânicos obtidos com rotas diversas de tratamentos criogênicos. Porém encontramos muita controvérsia na metodologia e resultados metalográficos desses trabalhos.

O objetivo deste trabalho foi estudar os efeitos dos tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2. Para isso diferentes ciclos de tratamento térmico envolvendo ou não etapas criogênicas foram desenvolvidos para especificação de dureza de 58 a 62 HRC), alterando-se basicamente: temperatura de austenitização, tempo de exposição às temperaturas criogênicas e quantidade de revenimentos. A tenacidade foi avaliada através de ensaio de impacto em corpos de prova não entalhados e ensaio de flexão em 3 pontos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material de partida

A avaliação dos efeitos do tratamento criogênico na tenacidade do aço AISI M2 foi realizada por dois ensaios: ensaio de impacto Charpy sem entalhe e ensaio de flexão em 3 pontos.

O material utilizado nesse trabalho corresponde ao aço rápido AISI M2 na forma de barras redondas treiladas no estado recozido com diâmetro de 5,20 mm, para geração dos corpos de prova de flexão e de barras retangulares laminadas de 15x10 mm para confecção dos corpos de prova de impacto.

Mesmo com os certificados de qualidade da matéria prima, as barras recebidas foram caracterizadas em relação à composição química, microestrutura e dureza.

As composições químicas (% em massa) das barras foram analisadas através de aparelho espectrofotômetro de emissão óptica modelo SPECTRO e os valores encontrados estão descritos na tabela 3.1:

Tabela 3.1 – Composição química das barras estudadas

Material	%C	%Cr	%V	%W	%Mo	%Co	%Si	%S
Barra Ø 5,20 mm	0,89	4,09	1,80	6,74	4,79	0,79	0,33	0,002
Barra 15x10 mm	0,90	4,09	2,04	6,68	4,87	0,68	0,28	0,001

A dureza do material foi avaliada por medidas em escala Brinell e os resultados apresentados referem-se à média de 3 determinações:

Tabela 3.2 – Avaliação de dureza superficial das barras recozidas

Material	Dureza (HB)
Barra Ø 5,20 mm	256
Barra 15x10 mm	223

As microestruturas das barras no estado de recebimento foram obtidas através de microscopia óptica e podem ser verificadas no item 4.5.

3.1.1 Corpos de prova de impacto

Para o ensaio de tenacidade ao impacto foram fabricados corpos de prova não entalhados de dimensões 7x10x55 mm correspondentes à direção longitudinal.

A figura 3.1 mostra o esquema de retirada dos corpos de prova de impacto (em cinza) das barras laminadas (em amarelo).

A opção do uso de corpos de prova não entalhados foi necessária devido à baixa tenacidade do material (AISI M2) quando do uso de corpos de prova do tipo Charpy com entalhe em “V”, resultado de um estado triaxial de tensão imposto ao material. A utilização de corpos de prova com entalhe dificultaria a análise dos resultados já que o entalhe mascara as diferenças de tenacidade existentes entre as amostras devido ao estado triaxial de tensões gerado por sua geometria.

Figura 3.1 - Esquema da retirada de corpos de prova para ensaio de impacto.

Em todas as barras foram retirados corpos de prova correspondentes à direção longitudinal. Todos os corpos de prova foram retificados nas quatro faces, tomando-se o devido cuidado para que a direção de remoção de material pelo rebolo nunca ocorresse na direção transversal às faces.

Os corpos de prova foram deixados com sobremetal de 0,2 mm para o tratamento térmico e após os tratamentos foram acabados nas dimensões acima descritas, tendo os cantos quebrados na lixa.

3.1.2. Corpos de prova de flexão

Para o ensaio de flexão em 3 pontos foram fabricados corpos de prova cilíndricos de diâmetro 5 mm e comprimento 60 mm usinados diretamente da barra trefilada, correspondendo portanto à direção longitudinal. A figura 3.2 mostra o esquema de retirada dos corpos de prova de flexão (em cinza) das barras trefiladas (em amarelo).

Sendo a direção longitudinal a de aplicação de carga e a direção radial a de propagação da trinca, podemos classificar esse tipo de amostra como “amostra LR” conforme nomenclatura recomendada pela norma **ASTM E616**.

Figura 3.2 - Esquema da retirada de corpos de prova para ensaio de flexão.

3.2. Ciclos de tratamento térmico

O objetivo desse trabalho é avaliar a influência do processo criogênico na tenacidade do aço AISI M2 tratado termicamente por diferentes rotas de tratamentos térmicos para a especificação 58 a 62 HRC.

Os ciclos de tratamentos térmicos escolhidos buscaram avaliar:

- A simples influência de um processo criogênico, através da comparação de um ciclo convencional de tratamento térmico do aço AISI M2 sem criogenia, com diversos ciclos envolvendo a etapa criogênica;
- A influência da temperatura de austenitização, através do uso da temperatura de austenitização padrão (recomendada por fabricantes diversos) do aço AISI M2, além de uma temperatura 20°C abaixo e outra 20°C acima. O aumento ou diminuição da temperatura de austenitização visa alterar a quantidade de austenita retida e com isso os resultados do processo criogênico;
- Tempo do processo criogênico, através da realização de etapas criogênicas com tempos variando entre: 2 horas, 24 horas e 48 horas;
- Os resultados dos processos criogênicos propostos por **Kamody (1999)** isto é, utilizando curta exposição às temperaturas criogênicas e somente um único revenimento.

Para isolar a influência da temperatura de revenimento, todos os revenimentos foram realizados à mesma temperatura.

A tabela 3.3 e figura 3.3 mostra com maiores detalhes os ciclos aplicados para cada grupo de corpos de prova:

Tabela 3.3 e figura 3.3 - Diversas rotas de tratamentos térmicos propostas no trabalho

Rota	Austenitização	Tratamento criogênico (DCT)	Revenimentos
Rota 1	1180°C	-	3 x 560°C
Rota 2	1180°C	2hs	560°C
Rota 3	1180°C	24 hs	3 x 560°C
Rota 4	1180°C	48 hs	3 x 560°C
Rota 5	1200°C	-	3 x 560°C
Rota 6	1200°C	2hs	560°C
Rota 7	1200°C	24 hs	3 x 560°C
Rota 8	1200°C	48 hs	3 x 560°C
Rota 9	1220°C	-	3 x 560°C
Rota 10	1220°C	2hs	560°C
Rota 11	1220°C	24 hs	3 x 560°C
Rota 12	1220°C	48 hs	3 x 560°C

O tratamento térmico de têmpera foi realizado em forno a vácuo do tipo IPSEN Turbotreater H54/48 de dimensões 900x900x1200 mm, com aquecimento por resistências de grafite, nível de vácuo de $1,0 \times 10^{-2}$ mbar e resfriamento por nitrogênio sob pressão de 6 bar. A figura 3.4 ilustra o forno a vácuo utilizado.

Yoshida (2000) mostrou que o tratamento em fornos a vácuo com pressão de resfriamento de 6 bar é ideal para geração de microestrutura martensítica sem precipitação excessiva de carbonetos pró-eutetóides. O ciclo de tratamento com 6 bar de pressão de resfriamento ilustra bem o processo tecnológico para obtenção de ferramentas com boas propriedades mecânicas e baixa distorção dimensional. Logicamente espera-se, para esse tipo de ciclo, valores de dureza ligeiramente inferiores aos obtidos em tratamento em banhos de sais ou com resfriamentos acima de 10 bar também em fornos a vácuo.

Figura 3.4 - Forno a vácuo utilizado para tratamento térmico das amostras (**Bodycote Brasimet SP**)

Os corpos de prova de impacto foram dispostos em pequenas caixas retangulares de aço inox e os corpos de prova de flexão em cestos cilindros, também em aço inox.

Esses procedimentos de montagem de carga visam reduzir ao máximo as deformações oriundas de montagem inadequada.

Todo tratamento foi acompanhado por uma dupla de termopares tipo K interligados à superfície e núcleo de um corpo de prova cilíndrico em aço carbono com diâmetro de 30 mm e altura 60 mm, que enviam continuamente informações de temperatura ao CLP do forno que controla o tempo de patamar de austenitização.

Devido ao fenômeno de vaporização de elementos de liga provocado pelo nível de vácuo e alta temperatura de processo, realizou-se uma pequena quebra do vácuo próximo a 800°C através da injeção de nitrogênio.

Dessa forma todas as amostras tiveram o mesmo tempo de encharque independente da temperatura de austenitização utilizada.

Buscando avaliar os efeitos da temperatura de austenitização, utilizaram-se três valores para os experimentos: 1180°C, 1200°C e 1220°C, com tempo de encharque de 15 minutos.

Após o final do resfriamento, as peças foram descarregadas do forno a vácuo já na temperatura ambiente e com aspecto brilhante,.

As figuras 3.5, 3.6 e 3.7 a seguir mostram para cada temperatura de austenitização os gráficos de processo obtidos através dos dados colhidos pelos termopares ligados à carga:

Figura 3.5 - Gráfico da carga de têmpera com austenitização de 1180°C

Figura 3.6 - Gráfico da carga de têmpera com austenitização de 1200°C

Figura 3.7 - Gráfico da carga de tempera com austenitização de 1220°C

Os corpos de prova que não sofreram a etapa criogênica foram encaminhados direto para o revenimento.

A temperatura de revenimento escolhida foi de 560°C e a mesma foi usada para todos os revenimento realizados, conforme discutido anteriormente.

Para o revenimento utilizou-se um forno poço de dimensões $\varnothing$ 700x1200 mm com atmosfera inerte de nitrogênio e recirculação forçada pelo fundo do forno, conforme figura 3.8.

Figura 3.8 - Forno de revenimento tipo poço utilizado para o revenimento das amostras **(Bodycote Brasimet)**

Os corpos de prova que sofreram etapa criogênica anterior ao revenimento, foram imersos em tanque de água na temperatura ambiente (capacidade 500 litros) por 1 hora para garantir total resfriamento do núcleo dos mesmos.

Para a etapa criogênica, os corpos de prova foram dispostos em telas de aço inox e posicionados no fundo de um tanque criogênico vazio, figura 3.9.

A entrada de nitrogênio líquido no tanque é feita pela parte inferior do mesmo. Identificações contendo o tempo de processamento criogênico foram presas às telas contendo os corpos de prova e foram trazidas para fora do tanque para que os corpos de prova fossem retirados após a conclusão do tempo estipulado para cada etapa criogênica.

Após a realização do ciclo criogênico, os corpos de prova foram removidos das telas de aço inox e foram dispostos em pequenas caixas retangulares também em aço inox para as operações de revenimento conforme planejamento acima apresentado.

Todos os revenimentos foram realizados no mesmo equipamento, na mesma temperatura e com a mesma duração de 2 horas cada.

Figura 3.9 - Tanque de nitrogênio líquido utilizado para a etapa de tratamento criogênico das amostras (**Bodycote Brasimet**)

3.3. Ensaio de dureza

Após a realização de todas as rotas de tratamento térmico, as amostras foram retificadas para as dimensões finais com todos os cuidados já descritos no item 3.1.

Para os corpos de prova de impacto, os ensaios de dureza foram realizados em escala Rockwell C em durômetro digital Wolpert no topo dos corpos de prova.

Para os corpos de prova de flexão 3 pontos, os ensaios de dureza foram realizados também no topo em durômetro Zwick, escala Vickers 10 kg devido ao tamanho reduzido da área de medição.

3.4. Ensaio de impacto

Os ensaios de impacto foram realizados em pêndulo de impacto analógico aferido e calibrado modelo VWM Leipzig com martelo de 30 kg e capacidade máxima de absorção de 300 J pertencente ao laboratório de ensaios mecânicos da Universidade Mackenzie (figura 3.10). As amostras foram dispostas no compartimento de fixação do corpo de prova, de forma a receber o impacto na face de 10x55 mm.

Figura 3.10 - Pêndulo de impacto modelo VWM Leipzig utilizada para os ensaios de impacto
(Universidade Mackenzie)

3.5. Ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão)

Os ensaios de flexão foram realizados em máquina universal de ensaios modelo Kratos K 10000 MP aferida e calibrada, utilizando célula de carga de 10.000 kgf e velocidade de avanço de 0,5 mm/min, pertencente ao laboratório de ensaios mecânicos do departamento de metalurgia da Universidade de São Paulo.

O dispositivo utilizado apresenta um espaçamento entre os apoios inferiores de 50 mm e a carga é aplicada no centro desse espaçamento.

Os 3 pinos de apoio apresentam diâmetro de 10 mm e são fabricados em aço rápido AISI M2 com 64 HRC de dureza. Os pinos são alinhados sob o corpo de prova através de massa plástica de fixação. A estrutura de apoio do dispositivo é fabricada em aço média liga AISI 8640 com 52 HRC de dureza.

A figura 3.11 ilustra o dispositivo em questão e a figura 3.12 ilustra momento do ensaio:

Figura 3.11 - Esquema do dispositivo para ensaio de flexão 3 pontos (**PMT-USP**)

Figura 3.12 – Detalhe do ensaio de flexão em andamento de amostra deste trabalho (amostra flexionada próximo ao momento de ruptura)

3.6. Análise fractográfica

Para a análise das fraturas das amostras de impacto e flexão, utilizaram-se recursos de microscopia eletrônica de varredura (descritos no próximo tópico).

A preparação das superfícies fraturadas foi realizada através de lavagem por ultrassom de cada uma das amostras em acetona durante 30 minutos.

3.7. Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Para a realização das análises por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, uma amostra ensaiada (via ensaio de impacto) de cada rota de processo, foi seccionada transversalmente e longitudinalmente através de disco de corte diamantado em equipamento cut-off manual com resfriamento do corte através de água.

As amostras foram então embutidas em baquelite, conforme figura 3.13 e lixadas inicialmente em lixas grana 200 e posteriormente grana 600. O polimento foi realizado com pasta de diamante 6 μ m e 3 μ m e o ataque metalográfico foi realizado utilizando reagente Nital 10% para microscopia óptica e reagente Villela para microscopia eletrônica de varredura.

A escolha dos reagentes foi feita baseada em literatura especializada em metalografia de aços rápidos (**Boccalini, 1996; Ghomashchi, 1998; Friedrikson et.al., 1979; Metals Handbook, 1989**), conforme tabela 3.4 a seguir:

Tabela 3.4 - Ataques químicos freqüentemente utilizados para caracterização microstrutural do aço AISI M2 (Silva, W.S. 2001).

Reagente	Composição	Técnica	Revelação	Observações
Microscopia Óptica				
Eletrolítico	100 ml H ₂ O 20 g de CrO ₃	Eletrolítico 5V de 3 a 5 s T ambiente	M ₂ C, MC	Ataca MC (forte) M ₂ C (leve)
Nital	Solução de 2% de HNO ₃ em álcool etílico	Imersão por 10 a 40 s T ambiente	M ₂ C, MC, M ₆ C	Delinea os carbonetos
Groesbeck	100 ml H ₂ O 4g KMnO ₄ 4g NaOH	Imersão 10 s T ambiente	M ₂ C, M ₆ C	M ₂ C (forte) M ₆ C (colorido suave)
Picrato de sódio	100 ml H ₂ O 4g ac. picríco 4g NaOH	Imersão por 2 min 60°C	M ₂ C, M ₆ C	Ataca M ₆ C
Reagente	Composição	Técnica	Revelação	Observações
Microscopia Eletrônica de Varredura				
Solução de Ácido Fluorídrico	100g H ₂ O ₂ 5 ml HF	Imersão em ultrasom por 5s, lavagem e nova imersão em por 10s	M ₂ C, MC M ₆ C	Ataque profundo da matriz
Villela	4g ac. picríco 100 ml H ₂ O	Idem ao anterior.	M ₂ C, MC M ₆ C	Ataque moderado da matriz
V2A-Baise	10 ml HNO ₃ 10 ml ac. acético 15 ml ac. Hidrocólico	Imersão 20 s T ambiente	M ₂ C, MC M ₆ C	Moderado ou profundo

Figura 3.13 - Detalhe dos embutimentos metalográficos realizados

As observações ópticas foram realizadas em microscópio Olympus com sistema de câmeras e software de captura de imagens. As observações via microscopia eletrônica de varredura foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica (LabMicro) da EPUSP em microscópio eletrônico de varredura modelo Philips XL30 através de difração de elétrons-retroespalhados.

A verificação de austenita retida através de difração de raio-X foi realizada em difratômetro Rigaku modelo Mini Flex II, com radiação de Cu K α (30 kV, 50 mA) do laboratório da Bodycote Testing Midlands em Dudley, Inglaterra.

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1. Ensaio de dureza

Os resultados de dureza são apresentados nas tabelas 4.1 e 4.2 e mostrados graficamente nas figuras 4.1 e 4.2.

Para cada corpo de prova (identificado de A até E) realizaram-se três medições e os valores apresentados nas tabelas são as médias desses três testes.

Tabela 4.1 - Valores de dureza (HRC) dos corpos de prova de impacto

	A	B	C	D	E	Média	Desvio padrão
Rota 01	60	59	59	59	59	59	0,5
Rota 02	59	60	60	59	59	59	0,4
Rota 03	61	60	60	61	61	61	0,4
Rota 04	61	61	61	61	62	61	0,4
Rota 05	60	60	59	59	59	60	0,5
Rota 06	60	60	60	62	60	60	0,8
Rota 07	61	62	62	61	61	61	0,4
Rota 08	62	62	62	63	62	62	0,4
Rota 09	61	62	62	62	61	61	0,5
Rota 10	62	62	61	61	62	61	0,5
Rota 11	62	62	62	62	62	62	0,1
Rota 12	62	60	62	63	61	62	1,2

Onde:

T = Temperado

DCT = Tratado criogenicamente (Deep Criogenic Treatment)

R = Revenido

Figura 4.1 - Valores de dureza HRC dos corpos de prova de impacto tratados termicamente pelas 12 rotas propostas

Tabela 4.2 - Valores de dureza (HV10) dos corpos de prova de flexão

	A	B	C	D	E	Média	Desvio padrão
Rota 01	765	730	721	730	730	735	17,1
Rota 02	730	765	765	730	730	744	19,2
Rota 03	780	765	765	780	780	774	8,2
Rota 04	780	765	780	780	803	782	13,6
Rota 05	765	765	730	730	730	744	19,2
Rota 06	765	765	765	803	765	773	17,0
Rota 07	780	765	803	780	780	782	13,6
Rota 08	820	820	820	820	820	820	0,0
Rota 09	803	820	820	820	780	809	17,6
Rota 10	820	803	780	780	803	797	17,2
Rota 11	820	820	820	820	827	821	3,1
Rota 12	820	803	820	820	780	803	17,6

Figura 4.2 - Valores de dureza HV10 dos corpos de prova de flexão tratados termicamente pelas 12 rotas propostas

4.2. Ensaio de impacto

Os resultados do ensaio de impacto são apresentados na tabela 4.3 e mostrados graficamente na figura 4.3.

Verifica-se uma tendência de diminuição da tenacidade ao impacto conforme aumenta-se a temperatura de austenitização. Não verifica-se diferenças marcantes da tenacidade ao impacto entre as rotas dentro de uma determinada temperatura de austenitização.

Tabela 4.3 - Valores de energia absorvida em Joules (J) para cada corpo de prova de impacto

	A	B	C	D	E	Média	Desvio padrão
Rota 01	22	22	24	23	22	23	0,9
Rota 02	22	22	24	23	24	23	1,0
Rota 03	22	23	22	21	20	22	1,1
Rota 04	26	24	25	25	26	25	0,8
Rota 05	16	16	16	17	16	16	0,4
Rota 06	18	18	16	17	17	17	0,8
Rota 07	19	19	18	18	17	18	0,8
Rota 08	20	18	19	18	18	19	0,9
Rota 09	14	13	13	12	14	13	0,8
Rota 10	12	13	12	14	12	13	0,9
Rota 11	13	13	15	14	12	13	1,1
Rota 12	15	18	16	15	16	16	1,2

Figura 4.3 - Valores de energia absorvida (J) dos corpos de prova de impacto tratados termicamente pelas 12 rotas propostas

4.3. Ensaios de ruptura transversal (ensaios de flexão)

Os resultados do ensaio de ruptura transversal (ensaio de flexão 3 pontos) são apresentados na tabela 4.4 e mostrados graficamente na figura 4.4.

O ensaio não mostra diferenças marcantes na resistência à flexão das amostras tratadas por cada uma das rotas propostas.

Tabela 4.4 - Valores de resistência à flexão (MPa) obtidas para cada corpo de prova de flexão

	A	B	C	D	E	Média	Desvio padrão
Rota 01	5012	5122	5202	5062	5152	5110	75
Rota 02	5342	5441	5471	5372	5481	5421	62
Rota 03	5212	5232	5122	4972	5032	5114	112
Rota 04	5122	5202	5172	5232	5122	5170	49
Rota 05	4822	4932	4922	5012	4962	4930	70
Rota 06	5132	5152	5212	5112	5072	5136	52
Rota 07	5072	5122	5092	5012	4962	5052	64
Rota 08	5072	5052	5112	5062	5052	5070	25
Rota 09	4353	4413	4383	4523	4473	4429	69
Rota 10	4932	4972	4862	5012	4942	4944	55
Rota 11	5012	5072	4972	5032	4912	5000	61
Rota 12	4952	5032	4972	5012	4862	4966	66

Figura 4.4 - Valores de resistência à flexão 3 pontos (MPa) dos corpos de prova de flexão tratados termicamente pelas 12 rotas propostas

4.4 Análise fractográfica

As figuras 4.5 a 4.7 mostram as faces de fratura das amostras de impacto tratadas pelas diversas rotas propostas.

Figura 4.5 - Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1180°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 01; (b) rota 02; (c) rota 03 e (d) rota 04 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

Figura 4.6 - Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1200°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

Figura 4.7 - Análises fractográficas das amostras de impacto austenitizadas a 1220°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 09; (b) rota 10; (c) rota 11 e (d) rota 12 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

As figuras 4.8 a 4.10 mostram as faces de fratura das amostras de flexão tratadas pelas diversas roas propostas.

Figura 4.8 - Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1180°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 01; (b) rota 02; (c) rota 03 e (d) rota 04 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

Figura 4.9 - Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1200°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 05; (b) rota 06; (c) rota 07 e (d) rota 08 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

Figura 4.10 - Análises fractográficas das amostras de flexão austenitizadas a 1220°C tratadas pelas rotas propostas: (a) rota 09; (b) rota 10; (c) rota 11 e (d) rota 12 – MEV elétrons secundários – 2500 x.

4.5. Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura

O exame metalográfico via microscopia óptica do material de partida foi feito com base na norma alemã Stahl-Eisen Prüfublatt 1615 (SEP1615) para determinação da distribuição de carbonetos. A análise mostra que o mesmo apresenta microestrutura constituída de matriz ferrítica totalmente escurecida e carbonetos eutéticos de cor branca heterogeneamente distribuídos em forma de bandas ou estrias que acompanham a direção de laminação do material. Em alguns pontos verifica-se a presença de aglomeração de carbonetos em formato de “amendoim”, evidenciando possível tratamento de recozimento inadequado (tempo excessivo).

Conforme a norma SEP1615 a distribuição de carbonetos verificada está de acordo com a classificação 1A da mesma, e, portanto considerada aceitável para a bitola de partida (menor que 16 mm).

A figura 4.11 a seguir ilustra as micrografias ópticas do material de partida, com aumento de 100x e atacadas com reagente Nital 10% para melhor contraste entre matriz e carbonetos.

Figura 4.11 - Microestrutura do material de partida na direção longitudinal (a e b) e transversal (c e d) dos corpos de prova de impacto no estado recozido - Nital 10%

No estado somente temperado as microestruturas evidenciadas são constituídas de martensita (não visível) e carbonetos não dissolvidos e podem ser verificadas nas micrografias a seguir (figuras 4.12, 4.13 e 4.14), para as três temperaturas de austenitização:

Figura 4.12 - Microestrutura de amostra austenitizada a 1180°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela

Figura 4.13 - Microestrutura de amostra austenitizada a 1200°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela

Figura 4.14 - Microestrutura de amostra austenitizada a 1220°C somente temperada – MEV – elétrons retroespalhados – 5000x – Villela

No estado somente temperado podemos notar que os carbonetos não dissolvidos durante a austenitização apresentam dimensões bastante heterogêneas. Assim como foi evidenciado nas micrografias do material de partida, verifica-se no estado temperado tanto a presença de aglomerados de carbonetos como de regiões com carbonetos bastante refinados.

Em muitas regiões verifica-se a presença de carbonetos com dimensões inferiores a 1 μm e esta constatação coloca em dúvida a análise dos carbonetos precipitados nos trabalhos sobre criogenia de **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)**, **Collins e Dormer, 1997** e **Huang et al. (2003)** que definiram como carbonetos finos precipitados aqueles com dimensões inferiores a 5 μm . As figuras 4.15 e 4.16 a seguir ilustram essa constatação:

Figura 4.15 - Micrografia de amostra austenitizada a 1200°C e somente temperada, evidenciando a presença de aglomerados de carbonetos nas estrias (região I) e regiões fora das estrias (região II) – MEV – elétrons retroespalhados – 6500x - Villela

Figura 4.16 - Mesma amostra da figura 4.15, evidenciando já no estado temperado a presença de carbonetos com dimensões inferiores a 5μm – MEV – elétrons retroespalhados – 8000x - Villela

Foi possível verificar através de MEV (elétrons retroespalhados) colorações diferentes entre os carbonetos não dissolvidos, conforme pode ser visto na figura 4.16.

Através de técnica de análise EDS verificou-se que os carbonetos mais claros (identificados com letra A) são carbonetos mais ricos em W e Mo, do tipo M_6C e os carbonetos mais escuros (identificados com letra B) são do tipo MC, ricos em V. A figura 4.17 mostra exemplo do padrão de análise EDS obtido para o carboneto A, do tipo M_6C , analisado.

Figura 4.17 - Análise EDS e composição química do carboneto "A", do tipo M_6C , identificado na figura 4.16.

As micrografias obtidas após a realização por completo das rotas de tratamento propostas estão apresentadas a seguir e foram separadas em função da temperatura de austenitização para facilitar a comparação entre as rotas tratadas convencionalmente e as rotas tratadas por criogenia.

Figura 4.18 – Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1180°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela

Figura 4.19 – Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1200°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela

Figura 4.20 – Microestruturas das amostras de impacto austenitizadas a 1220°C – direção longitudinal – MEV – elétrons retroespalhados – 2000x – Villela

As microestruturas obtidas em cada uma das rotas são bastante semelhantes, constituídas por martensita revenida, carbonetos eutéticos distribuídos em forma de estrias alongadas. Não foram verificadas diferenças marcantes entre as microestruturas tratadas com a mesma temperatura de austenitização, sejam elas obtidas por processos convencionais (sem criogenia e triplo revenimento) ou pelas rotas criogênicas.

Não foi possível evidenciar via microscopia eletrônica, diferenças visuais relacionadas à presença de austenita retida. A análise de difração de raio-x descrita no próximo item possibilitará essa diferenciação.

Avaliando a temperatura de austenitização percebemos que o tamanho de grão cresce à medida que a temperatura de austenitização é elevada. Verificou-se através do método de contagem do número de contornos de grão interceptados por uma linha de 125 mm projetada sobre micrografias de 5 regiões distintas com ampliação de 1000x (o chamado método Snyder-Graff - ASTM E112-77) tamanho

de grão 15 para amostras austenitizadas a 1180°C, tamanho de grão 12 para as amostras tratadas a 1200°C e tamanho de grão 10 para as amostras tratadas 1220°C.

Após a realização dos ciclos criogênicos e revenimentos, não se verificou aumento na quantidade ou distribuição de carbonetos finos abaixo de 1 μm comparados às micrografias das amostras somente temperadas, conforme mostram as figuras 4.21 e 4.22.

As comparações entre as micrografias obtidas por rotas convencionais e rotas criogênicas realizadas por **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)**, **Collins e Dormer, 1997** e **Huang et al. (2003)** foram feitas analisando-se carbonetos cujas dimensões verificou-se em amostras somente temperadas nesse trabalho, portanto não foram precipitados devido ao processo criogênico.

Não se verificou através da técnica metalográfica utilizada, precipitados com dimensões inferiores a 100 nm.

Figura 4.21 – Microestrutura de amostra de impacto tratada pela rota 2 evidenciando exemplos dos carbonetos em análise – MEV – elétrons retroespalhados – 10.000x – Villela

Figura 4.22 – Microestrutura de amostra de impacto tratada pela rota 6 evidenciando exemplos dos carbonetos em análise – MEV – elétrons retroespalhados – 10.000x – Villela

4.6 Verificação do teor de austenita retida

Os valores de austenita retida após cada um dos tratamentos térmicos nas diversas rotas foi determinado através de difração de raio X em equipamento da marca Rigaku modelo Mini Flex II, com radiação de Cu K α (30 kV, 50 mA).

O equipamento em questão trabalha com o programa Jade's Whole Pattern Fitting (WPF), que promove ajuste dos dados de difração pelo método Rietveld e fornece diretamente os valores de austenita retida (com desvio padrão do valor de 0,5%).

A tabela 4.5 mostra os valores de austenita retida de cada amostra após tratamento térmico conforme cada rota estudada.

Tabela 4.5 - Valores de austenita retida verificadas nas amostras tratadas nas diversas rotas

Porcentagem (%) de austenita retida na microestrutura											
Somente temperado (1180°C)				Somente temperado (1200°C)				Somente temperado (1220°C)			
14,8				17,7				19,6			
Rota 1	Rota 2	Rota 3	Rota 4	Rota 5	Rota 6	Rota 7	Rota 8	Rota 9	Rota 10	Rota 11	Rota 12
10,8	2,2	1,9	2,0	11,6	2,3	2,1	2,3	12,9	2,4	2,3	2,3
T+3R	T+DCT(2hs)+1R	T+DCT(24hs)+3R	T+DCT(48hs)+3R	T+3R	T+DCT(2hs)+1R	T+DCT(24hs)+3R	T+DCT(48hs)+3R	T+3R	T+DCT(2hs)+1R	T+DCT(24hs)+3R	T+DCT(48hs)+3R

A figura 4.23 mostra a evolução do tamanho de grão e porcentagem de austenita retida com o aumento da temperatura de austenitização (amostras somente temperadas):

Figura 4.23 – Evolução do tamanho de grão e porcentagem de austenita retida com o aumento da temperatura de austenitização

5. DISCUSSÕES

5.1 Ensaaios de dureza

Os resultados de dureza obtidos nas amostras tratadas nas diversas rotas propostas estão dentro da faixa de dureza normalmente utilizadas em aplicações de trabalho a frio onde a propriedade tenacidade é a mais exigida (entre 58 a 62 HRC), portanto onde os tratamentos criogênicos apresentam importante papel.

Em relação às durezas obtidas após a realização completa dos ciclos de tratamento térmico conforme cada uma das rotas propostas, verificou-se que:

- As rotas de tratamento térmico que utilizaram temperatura de austenitização de 1180°C (rotas 01, 02, 03 e 04) apresentaram dureza variando entre 59 a 61 HRC nos corpos de prova de impacto e entre 735 a 782 HV10 nos corpos de prova de flexão.

As amostras das rotas 01 e 02 apresentaram dureza média de 59 HRC, dois pontos abaixo da amostra 03 e 04. Através da análise de dureza Vickers verifica-se também que a dureza das rotas 01 e 02 (735 e 744 HV10 respectivamente) são inferiores às durezas das rotas 03 e 04 (774 e 782 HV10 respectivamente). Esses resultados estão de acordo com a literatura, que reporta aumento de dureza para o aço rápido tratado criogenicamente. O aumento de dureza nas amostras tratadas por criogenia pode ser explicado basicamente pela transformação da austenita retida em martensita e pela precipitação de carbonetos finos coerentes com a matriz.

- As rotas de tratamento térmico que utilizaram temperatura de austenitização de 1200°C (rotas 05, 06, 07 e 08) apresentaram dureza variando entre 60 a 62 HRC para os corpos de prova de impacto e entre 744 e 820 HV10 para os corpos de prova de flexão.

Verifica-se também que as durezas obtidas nas rotas criogênicas de maior duração (rota 07 com 24 horas de criogenia e rota 08 com 48 horas de criogenia) são

superiores às durezas obtidas nas rotas sem criogenia (rota 05) e rota com 2 horas criogenia (rota 06).

- As rotas de tratamento térmico que utilizaram temperatura de austenitização de 1220°C (rotas 09, 10, 11 e 12) apresentaram dureza variando entre 61 a 62 HRC para os corpos de prova de impacto e entre 809 a 821 para os corpos de prova de flexão.

A verificação de dureza final mais alta nas etapas criogênicas de maior duração também pode ser verificada na amostra 11 quando comparadas com as amostras 09 e 10, no entanto a amostra 12 apresentou dureza semelhante à rota sem criogenia (rota 09).

Em todos os casos, quanto maior a temperatura de austenitização, maior é a dureza final obtida. Isso se deve basicamente à maior dissolução de carbono e elementos de liga durante a etapa de austenitização e à transformação da austenita retida.

5.2 Ensaios de impacto

O ensaio de impacto com corpos de prova Charpy sem entalhe mostrou-se adequado à avaliação de energia absorvida do aço AISI M2 submetido a solicitações em altas velocidades. O ensaio foi realizado baseado nos resultados positivos obtidos por **Mendanha, Pinedo e Goldenstein (2003)** utilizando a mesma técnica para o aço AISI D2.

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1180°C (rotas 01, 02, 03 e 04) verifica-se que o valor médio de energia de impacto absorvida encontra-se na faixa de 22 a 25 J.

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1200°C (rotas 05, 06, 07 e 08) verifica-se que o valor médio de energia de impacto absorvida encontra-se na faixa de 16 a 19 J.

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1220°C (rotas 09, 10, 11 e 12) verifica-se que o valor médio de energia de impacto absorvida encontra-se na faixa de 13 a 16 J.

Não se verificou entre as rotas que utilizaram a mesma temperatura de austenitização valores muito discrepantes de tenacidade ao impacto.

No entanto ao analisarmos os resultados das rotas 02, 06 e 10 percebemos que os valores de energia absorvida no ensaio de impacto das amostras tratadas por criogenia com **somente um revenimento** são iguais ou mesmo superiores aos valores de energia absorvida nas amostras tratadas sem criogenia e triplo revenimento.

Entre as rotas sem tratamento criogênico (rotas 01, 05 e 09) verifica-se que mesmo com o aumento do teor de austenita retida, não houve aumento de tenacidade. Isso pode ser explicado pela maior dureza obtida devido à maior dissolução de carbono na matriz com o aumento da temperatura de austenitização e também pelo aumento do tamanho de grão, fatores que contribuem negativamente para a tenacidade do material.

Analisando os valores obtidos entre rotas utilizando temperaturas diferentes de austenitização verifica-se que quanto maior a temperatura de austenitização menor é a energia absorvida no ensaio de impacto nas amostras tratadas.

Como verificado na introdução teórica deste trabalho, o processo criogênico funciona basicamente em duas etapas: transformação da austenita retida em martensita (primeira etapa) e condicionamento da martensita e precipitação de carbonetos ultrafinos (segunda etapa).

Caso um componente apresente inicialmente alta quantidade de austenita retida devido à utilização de elevada temperatura de austenitização, então a transformação no primeiro estágio vai aumentar muito a dureza, mas não necessariamente a tenacidade. Caso um componente apresente inicialmente baixa quantidade de austenita retida, então na segunda etapa do processo criogênico a tenacidade vai aumentar sem que haja substancial variação de dureza (**Collins e Dormer, 1997**), evidenciando assim que os processos criogênicos atuam no condicionamento da martensita obtida na têmpera e não na martensita formada pela transformação da austenita retida.

5.3 Ensaaios de ruptura transversal (ensaaios de flexão)

Os ensaios de flexão utilizando 3 pontos foram realizados utilizando velocidade de aplicação de carga muito inferiores ao ensaio de impacto, o que permite a atuação de maior número de mecanismos de nucleação e propagação de trincas (**Mendanha, 2004**).

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1180°C (rotas 01, 02, 03 e 04) verifica-se que o valor médio de resistência à flexão encontra-se na faixa de 5110 a 5421 MPa.

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1200°C (rotas 05, 06, 07 e 08) verifica-se que o valor médio de resistência à flexão encontra-se na faixa de 4930 a 5136 MPa.

Para as amostras tratadas com temperatura de austenitização de 1220°C (rotas 09, 10, 11 e 12) verifica-se que o valor médio de resistência à flexão encontra-se na faixa de 4429 a 5000 MPa.

Não se verificou entre as rotas que utilizaram a mesma temperatura de austenitização valores muito discrepantes de resistência a flexão.

No entanto ao analisarmos os resultados das rotas 02, 06 e 10 percebemos assim como no ensaio de impacto, que os valores de resistência à flexão das amostras tratadas por criogenia com **somente um revenimento** são iguais ou superiores aos valores de resistência à flexão das amostras tratadas sem criogenia e triplo revenimento.

Dentre as diversas hipóteses para o aumento da tenacidade nos tratamentos criogênicos dos aços ferramentas, podemos destacar :

- O aumento na tenacidade pode ser explicado pelo “reforço” dado à martensita que fica mais estável devido à difusão de átomos de carbono de seu reticulado e também pelo fato dos carbonetos ultrafinos precipitados alterarem o campo de tensões e a direção das trincas, retardando o propagação das mesmas (**Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998; Huang et. al, 2003**).

- A formação preferencial de carbonetos ultrafinos ao invés de filmes de cementita que normalmente facilitam a propagação de trincas nas interfaces com a martensita **(Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998)**.
- A redução de tensões internas quando a precipitação de finos carbonetos ocorre, reduz a tendência de micro-trincas **(Huang et al., 2003)**.
- A precipitação de maior quantidade de carbonetos de alta dureza no revenimento das amostras tratadas com criogenia reduz o teor de carbono e elementos de liga na matriz, elevando assim a tenacidade do material **(Huang et al., 2003)**.

5.4 Análise fractográfica

A análise fractográfica mostra que as fraturas verificadas tanto nas amostras de impacto como nas amostras de flexão apresentam mecanismo típico de quase-clivagem e formação discreta de microcavidades.

A propagação das trincas ocorre através da decoesão na interface carboneto/matriz (portanto transgranular) e através de clivagem de carbonetos.

A maior presença de pequenos vazios (microcavidades), típicos de fraturas dúcteis, nas amostras criogênicas austenitizadas a 1180°C ilustram uma fratura “menos frágil” que as amostras tratadas com maior temperatura de austenitização.

A comparação entre fraturas das amostras tratadas com rotas convencionais e com rotas criogênicas mostram maior presença de microcavidades nas amostras tratadas por processos criogênicos, evidenciando assim a maior tenacidade verificada nessas rotas via ensaios mecânicos.

A presença de microcavidades, semelhantes a “dimples” são típicas de matrizes mais tenazes.

A figura 5.1 mostra detalhes com mesma ampliação das fraturas nas amostras de flexão das rotas 05 e 06. A análise evidencia maior presença de microcavidades na amostra criogênica.

Figura 5.1 - Detalhe das fraturas (mesma ampliação) nas amostras de flexão da rota 05 (sem criogenia e triplo revenido) e rota 06 (criogenia e um revenido) evidenciando maior presença de microcavidades na rota criogênica – MEV – elétrons secundários – 2500x

5.5 Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Através da análise metalográfica das amostras das diversas rotas realizadas foram verificadas algumas inconsistências em relação a diversas publicações sobre o tema.

Diversos autores declaram ter observado carbonetos finos precipitados devido ao tratamento criogênico (carbonetos η) utilizando microscopia eletrônica de varredura. No entanto os carbonetos descritos nessas referências eram todos muito pequenos em tamanho (na ordem de dezenas de nanômetros), tamanho esse normalmente não detectável por técnicas de microscopia eletrônica de varredura.

Conforme apresentado na revisão bibliográfica, os trabalhos de **Meng et al. (1993)** e **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)** continuam sendo as principais referências na observação de carbonetos η através de técnicas de microscopia eletrônica de transmissão.

As dimensões dos carbonetos descritas por **Meng et al. (1993)** são muitas vezes apresentadas por outros autores como se tivessem sido por eles obtidas via microscopia eletrônica de varredura.

As conclusões sobre precipitação de carbonetos nos tratamentos criogênicos definidas por **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)**, **Collins e Dormer, 1997** e **Huang et al. (2003)** foram tomadas analisando-se carbonetos cujas dimensões verificou-se em amostras somente temperadas nesse trabalho, portanto não precipitados no revenimento devido à criogenia.

Não foi possível evidenciar os carbonetos descritos por **Meng et al. (1993)** e **Yun, Xiaoping e Hongshen (1998)** através de microscopia eletrônica de varredura e verificou-se que os carbonetos analisados por **Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000)**, **Collins e Dormer, 1997** e **Huang et al. (2003)** são carbonetos eutéticos ou secundários e não precipitados devido à criogenia.

Buscando completar essa análise e utilizando a mesma técnica de **Pellizzari et al. (2007)** para demonstrar indiretamente as modificações microestruturais introduzidas pelo tratamento criogênico, foram levantadas para essa discussão as curvas de revenimento para aço AISI M2 utilizando as temperaturas de austenitização das rotas de tratamento criogênico propostas no presente trabalho.

A figura 5.2 a seguir apresenta as curvas de revenimento para o aço AISI M2 temperado a 1180, 1200 e 1220°C, com e sem a realização da etapa criogênica (nesse caso a -196°C por 24 horas) após a têmpera.

Verifica-se nesse levantamento, que assim como demonstrado por **Pellizzari et al. (2007)** existe um deslocamento da curva de revenimento nas amostras tratadas com criogenia para todas as temperaturas de austenitização utilizadas.

No entanto verificou-se que tal deslocamento é para a direção de maiores temperaturas, isto é, o pico de dureza secundária é “atrasado” cerca de 20°C, ao contrário do que foi evidenciado por **Pellizzari et al. (2007)** que verificou uma “antecipação” do pico de dureza secundária.

Essa constatação está de acordo com **Speich e Leslie (1972)** que afirmam que carbonetos secundários muito finos atrasam e não antecipam o “over-tempering”.

Figura 5.2 – Curvas de revenimento (1x2h) para o aço AISI M2 austenitizado a 1180°C, 1200°C e 1220°C para o processo convencional e para o processo criogênico

Esse deslocamento para maiores temperaturas permite que o aço seja revenido em temperaturas mais altas para geração de uma mesma dureza (em comparação ao tratamento convencional).

Essa constatação tem que estar relacionada a transformações microestruturais introduzidas pelo tratamento criogênico, particularmente o condicionamento da martensita e precipitação de carbonetos finos. Entretanto, com as técnicas utilizadas nesse trabalho não foi possível observar essas modificações microestruturais.

5.6 Verificação do teor de austenita retida

Os valores do teor de austenita retida verificados nas amostras tratadas conforme cada uma das rotas propostas estão de acordo com a literatura.

Quanto maior a temperatura de austenitização, maior a quantidade de austenita retida presente no aço e isso pôde ser constatado nas amostras somente temperadas. Para as amostras tratadas a 1180°C sem criogenia, porém com triplo revenimento, verificou-se um teor de austenita retida de 10,8% enquanto que as rotas sem criogenia e com triplo revenimento austenitizadas a 1200°C e 1220°C apresentaram respectivamente 11,6% e 12,9% de austenita retida.

Não importa a duração do ciclo de criogenia, todas as amostras submetidas a -196°C apresentaram após o término do processo proposto (algumas com um único revenimento e outras com triplo revenimento) teores muito próximos de austenita retida, variando entre 1,9 e 2,4%.

Isso mostra que a transformação da austenita retida em martensita não é dependente de tempo, mas relacionada ao grau de resfriamento abaixo de M_s .

5.7 – Resumo das propriedades mecânicas e características metalográficas obtidas com as diversas rotas de tratamento térmico

Avaliando a tabela 5.1 com o resumo das propriedades mecânicas obtidas em relação às características metalográficas de cada uma das rotas, podemos perceber que os processos criogênicos produzem propriedades mecânicas iguais ou

superiores aos processos convencionais, apresentando o mesmo tamanho de grão porém com teor de austenita retida inferior.

Conforme mencionado nos itens acima, as rotas de tratamento com exposição às temperaturas criogênicas de curta duração (2 horas) e somente um revenimento produzem resultados idênticos aos resultados obtidos com etapas criogênicas de longa duração e triplo revenimento.

Tabela 5.1 – Comparativo entre propriedades obtidas e microestruturas para as diversas rotas propostas

Rotas	Dureza (HRC)	Energia de Impacto (J)	Resistência a Flexão (MPa)	Tamanho de Grão (Snyder Graff)	% Austenita Retida
01 – T(1180°C)+3R(560°C)	59	23	5110	15	10,8
02 – T(1180°C)+DCT(2hs)+1R(560°C)	59	23	5421	15	2,2
03 – T(1180°C)+DCT(24hs)+3R(560°C)	61	22	5114	15	1,9
04 – T(1180°C)+DCT(48hs)+3R(560°C)	61	25	5170	15	2,0
05 – T(1200°C)+3R(560°C)	60	16	4930	12	11,6
06 – T(1200°C)+DCT(2hs)+1R(560°C)	60	17	5136	12	2,3
07 – T(1200°C)+DCT(24hs)+3R(560°C)	61	18	5052	12	2,1
08 – T(1200°C)+DCT(48hs)+3R(560°C)	62	19	5070	12	2,3
09 – T(1220°C)+3R(560°C)	61	13	4429	10	12,9
10 – T(1220°C)+DCT(2hs)+1R(560°C)	61	13	4944	10	2,4
11 – T(1220°C)+DCT(24hs)+3R(560°C)	62	13	5000	10	2,3
12 – T(1220°C)+DCT(48hs)+3R(560°C)	62	16	4966	10	2,3

Avaliando as diferenças microestruturais entre as rotas convencionais 01, 05 e 09 (sem criogenia e triplo revenimento) e as rotas criogênicas 02, 06 e 10 de curta duração (e somente um revenimento), verificamos que mesmo com essas diferenças de processo, as propriedades mecânicas obtidas são bastante semelhantes.

Essa constatação está de acordo com o processo proposto por Kamody (**Yen e Kamody, 1997**), mostrando que o tratamento criogênico é capaz de gerar uma microestrutura tenaz e estável com somente um revenimento, enquanto que processos convencionais sem criogenia necessitam de multi-revenimentos para obtenção de resultados similares.

6. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, podemos concluir que:

- As rotas de tratamento criogênico aplicadas ao aço rápido AISI M2 produziram tenacidade igual ou superior ao processo convencional.
- Com a realização de somente um revenimento, os tratamentos criogênicos produziram para o aço rápido AISI M2 uma microestrutura tenaz e estável com pequena quantidade de austenita retida, enquanto processos convencionais de tratamento térmico requerem multi-revenimentos para obtenção dos mesmos resultados, porém com maior quantidade austenita retida. Isso pôde ser constatado com os resultados obtidos nas rotas criogênicas de um revenimento comparadas às rotas convencionais de multi-revenimentos.
- As fraturas evidenciadas nas amostras de impacto e flexão tratadas por criogenia apresentaram características menos frágeis que as amostras tratadas por rotas convencionais. Isso pode ser constatado pela maior presença de microcavidades semelhantes a “dimples” nas amostras submetidas à criogenia.
- A temperatura de austenitização desempenha papel fundamental nos tratamentos criogênicos, mostrando que a criogenia atua no condicionamento da martensita formada na têmpera (martensita primária) e não na martensita formada a partir da transformação da austenita retida. Quanto menor a temperatura de austenitização, maior é a quantidade de martensita “primária” que é condicionada durante a criogenia.
- O aumento da temperatura de austenitização não trouxe benefícios à tenacidade do aço rápido AISI M2 tratado criogenicamente. A utilização de temperatura de austenitização elevada prejudica o condicionamento da martensita em baixas

temperaturas devido à maior presença de austenita retida, além de promover excessivo crescimento de grão.

- A temperatura ótima de austenitização para o tratamento criogênico do aço AISI M2 para aplicações de trabalho a frio (conformação, por exemplo) objetivando-se 58 a 62 HRC de dureza é de 1180°C.

- Os melhores resultados do processo criogênico nos ensaios de impacto, comparados aos resultados mais discretos nos ensaios de flexão, mostram que os processos criogênicos produzem microestruturas ideais para aplicações onde existe alta velocidade de aplicação de carga, como punções, facas e matrizes de corte.

- O tempo em temperatura criogênica não se mostrou uma variável tão importante como descrito na literatura. Houve pequeno aumento de dureza com a maior exposição à temperatura criogênica, porém não se verificaram diferenças relevantes em relação à energia absorvida no impacto e resistência à flexão em amostras submetidas a 2 horas de criogenia em relação às tratadas por 24 ou 48 horas.

- Os carbonetos precipitados no tratamento criogênico possuem dimensões nanométricas não detectáveis por microscopia eletrônica de varredura e sua verificação deve ser feita por microscopia eletrônica de transmissão.

- Os tratamentos criogênicos realizados nesse trabalho promoveram um deslocamento da curva de revenimento e do pico de dureza secundária do aço AISI M2 para maiores temperaturas. Esse deslocamento demonstra indiretamente as transformações microestruturais introduzidas pelo tratamento criogênico, particularmente o condicionamento da martensita e a mudança no padrão de precipitação de carbonetos finos (distribuição e quantidade).

Tal deslocamento permite que o aço rápido AISI M2 seja revenido em temperaturas superiores às usadas nos processos convencionais (para uma mesma dureza), garantindo assim maior estabilidade microestrutural e conseqüentemente maior tenacidade.

7. TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos nesse primeiro trabalho e das considerações ainda pouco conclusivas da literatura atual sobre o assunto, algumas investigações futuras poderão ser feitas:

- Realização de análises metalográficas para a verificação via microscopia eletrônica de transmissão dos carbonetos precipitados em amostras tratadas por criogenia.

Nesse trabalho de microscopia eletrônica de transmissão é necessária a obtenção de imagens dos carbonetos, suas dimensões, além de obtenção de difratogramas para identificação de sua estrutura cristalina.

- Como a grande maioria dos textos sobre criogenia avalia o aumento de resistência ao desgaste, resolveu-se deixar de lado esse assunto no presente trabalho.

No entanto, ensaios de desgaste poderão ser realizados em amostras tratadas pelas mesmas 12 rotas propostas nesse trabalho.

- Estudo dos processos criogênicos em aços nos quais o efeito do tratamento criogênico é ainda pouco conhecido, como inoxidáveis martensíticos (AISI 420 e 440) e aços para trabalho a quente (AISI H11 e H13).

- Os revestimentos PVD são normalmente aplicados em ferramentas de conformação fabricadas em aço rápido AISI M2 onde o tratamento criogênico se torna uma excelente opção para aumento de tenacidade. A avaliação do comportamento quanto ao deslocamento e ao desgaste de revestimentos PVD aplicados em ferramentas (substratos) tratadas por criogenia é de grande interesse para a indústria de ferramentas de conformação.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- **Abar Ipsen** – Abar U – Apostila de treinamento em fornos a vácuo, Abar Ipsen, Rockford, EUA, 2003.
- **Aços Böhler** – Aço Rápido S600 – Catálogo Técnico
- **Ägren, J.** – Phase Diagram Predictions and Heat Treatment. Journal of Phase Equilibria Vol. 14 n.1, pp.9-13 1993
- **ASTM E23** – Standard Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, Sec. 3, vol.03.01, 1985.
- **ASTM E399** – Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, Sec. 3, vol.03.01, 1985.
- **ASTM E112** – Standard Methods for Estimating the Average Grain Size of Metals, Sec. 3, vol.03.01, 1985.
- **ASTM E616** – Standard Terminology Relating to Fracture Testing, Sec. 3, vol.03.01, 1985
- **Barron, R.F.** Cryogenic Treatment Produces Cost Savings for Slitter Knives. Tappi Journal, 1974.
- **Barron, R. F.** Cryogenic Treatment of Metals to Improve Wear Resistance, Cryogenics, August, pp. 409-413, 1982.
- **Berns, H.** Concepts of Powder Metallurgical Tool Steels. Tooling – Progress in Tool Steels, pp. 27-36, 1996.
- **Berns, H.** Comparison of Wear Resistant MMC and White Cast Iron. Wear 254, pp.47-54, 2003.
- **Boccalini Jr., M.** Um Estudo da Solidificação do Aço Rápido AISI M2 – Efeitos da Composição Química e da Velocidade de Resfriamento sobre a Microestrutura Bruta de Fundição, Tese de Doutorado, EPUSP, 1996.
- **Boccalini Jr., M., Corrêa, A.V.O., Goldenstein, H.** Rare Earth Metal Induced Modification of γ -M₂C, γ -M₆C e γ -MC Eutectics in as Cast M2 high Speed Steel. Material Science and Technology, vol.15, June, pp. 621-626, 1999.
- **Bowes, R.G.** The Theory and Practice of Sub-Zero Treatment of Metals. Heat Treatment of Metals, vol. 1, n.º1, pp. 29-32, 1974 .

- **Callister, Jr., W.D.** Materials Science and Engineering – An Introduction, 4.ed, John Wiley&Sons, 1997.
- **Cohen, P., Kamody, D.J.** Cryogenics Goes Deeper. Cutting Tool Engineering and NU-Bit, Inc. Publication, 1998.
- **Collins, D.N.** Cryogenic Treatment of Tool Steels. Advanced Materials & Processes, pp. H23-H29, 1998.
- **Collins, D. N., Dormer, J.** Deep Cryogenic Treatment of a D2 Cold-work Tool Steel, Heat Treatment of Metals. pp. 71-74, 1997.
- **Fischmeister, H.F., Olsson, L.R.** Fracture Toughness and Rupture Strength of High Speed Steels. Cutting Tool Materials, Proceedings of an International Conference, 1980.
- **Frey, R.** Cryogenic Treatment Improves Properties of Drills and P/M Parts, The Heat treating, Source Book – ASM, pp. 432-434, 1986.
- **Firouzdor, V., Nejati, E., Khomamizadeh, F.** Effect of Deep Cryogenic Treatment on Wear Resistance and Tool Life of M2 HSS Drill. J. Mater. Process. Tech, 2008.
- **Gilmore, V. E.** Frozen Tools, Popular Science, June, pp. 64-67, 1987.
- **Ghomashchi, M.R.** Quantitative Microestructural Analysis of M2 Grade High Speed Steel During High Heat Temperature Treatment, Acta Metallurgica, vol.46, n.14, pp. 5207-5220, 1998.
- **Gogte, C.L., Iyer, K.M., Paretkar, R.K.** Correlation Between Microstructure and Wear Resistance of High Speed Steels After Deep Sub Zero Treatment. 7th International Tooling Conference, 2006, Torino. Torino, v. 1, pp. 151-158, 2006.
- **Gulyaev, A.P.** Improved Methods of Heat Treating High Speed Steels to Improve he Cutting Properties, Metallurg, n.12, pp. 65, 19 37.
- **Hoyle, G.** High Speed Steels, Heat Treatment, pp.52-59, Butterworth and Company, Inglaterra, 1988.
- **Honeycombe, R.W.K.** Aços – Microestruturas e Propriedades. Caps. : O revenido da martensita, pp. 201 a 235. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1982.
- **Huang, J.Y., Zhu, Y.T., Liao, X.Z., Beyerlein, I.J., Bourke, M.A., Mitchell, T.E.** Microstructure of Cryogenic Treated M2 Tool Steel, Material Science and Engineering, pp. 241-244, 2003.

- **Hung-Sun, C.** The Effect of Microstructure and the Mechanical Properties of AISI D2 Tool Steel by Deep Cryogenic Treatment, Dissertação de Mestrado, Universidade de Tatung, China, 2006.
- **Hutchinson, David.** Cryogenic Tempering for PCB Drill Bits. U.S Patent 6.314.743 B1, nov.2001.
- **INFAC Findings** – Increasing Hardness Through Cryogenics, 1998
- **Johnson, J.W.** Applicability of Criogenic Treatments Advancend with Computerized Processing, Industrial Heating, 1988.
- **Kabasko, N. I.** Basics of Intensive Quenching. Advanced Materials & Processes, pp. 42W-42DD, 1995.
- **Kamody, D.J.** Cryogenic Process Update. Advanced Materials & Processes, pp. H67-H69, 1999.
- **Kamody, D.J.** Process for the Cryogenic Treatment of Metal Containing Materials. U.S Patent 5.259.200, nov.1993.
- **Karagöz, S., Fischmeister, H.F.** Cutting Performance and Microstructure of High Speed Steels: Contributions of Matrix Strengthening and Undissolved Carbides. Metallurgical and Materials Transactions, Vol.29A, Jan. 205-215, 1998.
- **Kelkar, R., Nash, P., Zhu, Y.** The Mechanism of Property Enhancement in M2 Tool Steel by Cryogenic Treatment. Informativo técnico do Thermal Processing Technology Center, IIT, 2003.
- **Leskovsek, V., Kalin, M., Vizintin, J.** Influence of Deep Cryogenic Treatment on Wear Resistance of Vacuum Heat Treated HSS. Vacuum 80, pp. 507-508, 2006.
- **Leskovsek, V., Ule, B.** Influence of Deep Cryogenic Treatment on Microstructure, Mechanical Properties and Dimensional Changes of Vacuum Heat-treated High-speed Steel. Heat Treatment of Metals, pp. 72-76, 2002.
- **Mahmudi, R., Ghasemi, H.M, Faradji, H.R.** Effects of Cryogenic Treatments on the Mechanical Properties and Wear Behaviour of High-Speed Steel M2. Heat Treatment of Metals, pp. 69-72, 2000.
- **Mendanha, A.** Estudo da Resistência à Fratura do Aço Ferramenta para Trabalho a Frio AISI D2. Dissertação de Mestrado, EPUSP, 2004.
- **Mendanha, A., Goldenstein, H., Pinedo, C.E.** Tenacidade do Aço Ferramenta para Trabalho a Frio D2 – Parte I – Influência da Microestrutura de Partida. I Encontro da Cadeia Produtiva de Ferramentas, Moldes e Matrizes, ABM, 2003.

- **Mendanha, A., Goldenstein, H., Pinedo, C.E.** Tenacidade do Aço Ferramenta para Trabalho a Frio D2 – Parte II – Influência do Ciclo de Tratamento Térmico. I Encontro da Cadeia Produtiva de Ferramentas, Moldes e Matrizes, ABM, 2003.
- **Mendanha, A., Pinedo, C.E.** Estudo da Tenacidade do Aço Ferramenta para Trabalho a Frio AISI D2 em Diferentes Condições de Microestrutura e Tratamento Térmico. II Conferência Internacional de Forjamento, 1998.
- **Meng, F., Tagashira, K., Azuma, R., Sohma, H.** Role of Eta-Carbide of Fe-12Cr-Mo-V-1,4C Tool Steel by Cryogenic Treatment. ISIJ International, Vol.34, pp. 205-210, 1993.
- **Metals Handbook, vol.8** – Mechanical Testing, 9. ed, pp. 259 a 265, 1989.
- **Meyers, M.A., Chawla, K.K.** Princípios de Metalurgia Mecânica, Edgard Blücher, 1982.
- **Mohan Lal, D., Renganarayanan, A., Kalanidhi, A.** Cryogenic Treatment to Augment Wear Resistance of Tool and Die Steels, Cryogenics n.º 41, pp.149-155, 2001.
- **Moore, K., Collins, D. N.** Cryogenic Treatment of Three Heat Treated Tools Steels, Engineering Materials, Vol. 86-87. pp. 47-54, 1993.
- **Newkirk, J., Kohser, R.** Cryogenic Treatments of the Tool steels: Questions Posed and Answers Sought. Industrial Heating, pp. 179 a 182, 2000.
- **Pacyna J.** The Effect of Retained Austenite on the Fracture Toughness of High-Speed steels, Steel Research, n.º2, pp. 87-92, 1987.
- **Paulin, P.** Mechanism and Applicability of Heat Treating at Cryogenic Temperatures, Industrial Heating, August, pp. 24-27, 1992.
- **Pellizzari, M., Molinari, A., Gianella, S., Straffelini, G., Stiasny, K.H.** Effect of Deep Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of Tool Steels, Journal of Materials Processing Technology, n.º118, pp.350-355, 2001.
- **Pellizzari, M., Molinari, A., Girardini, L., Maldarelli, L.** Deep cryogenic treatment of AISI M2 high speed steel. 7th International Tooling Conference, 2006, Torino. Torino, vol. 1, pp. 127-134, 2007.
- **Popandopulo A. N., and Zhukova L. T.** Transformations in High Speed Steels During Cold Treatment, Translated from Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka, Metallov, n.º10, pp. 9-11, 1980.
- **Reasbeck, R.B.** Improved Tool Life by the Cryotough Treatment, Metallurgia, April, n.º4, pp. 178-179, 1989.

- **Roberts G.A., Cary, R.A.** Tool Steels 4th Edition. High Speed Steels, pp.627-774, ASM International, 1980.
- **Stahl-Eisen-Prüfblätter.** Mikroskopische und makroskopische Prüfung von Schellarbeitsstählen auf ihre Carbidverteilung mit Bildreihen SEP1616, 1975.
- **Sartori, C.H., Yoshida, S. e Grieco, M.** Efeitos dos Tratamentos Criogênicos na Tenacidade à Fratura dos Aços AISI D2, M2 e Aço para Trabalho a Frio com 8% de Cr. Anais do 61º Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro – RJ, 2006.
- **Shelton, P.W., Wronski, A.S.** Cracking in M2 High Speed Steel, Metal Science, vol. 17, pp.533-539, 1983.
- **Shewmon, P.G.** Diffusion in Solids. Anelasticity Due to Diffusion, pp.86-89. McGraw-Hill, 1963.
- **Silva, F.J.** Influência do tratamento criogênico no desempenho de ferramentas de aço rápido, 1999. Dissertação Mestrado – Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais.
- **Silva, W.S.** Estudo da Tenacidade à Fratura do Aço Rápido M2 Fundido Modificado e Tratado Termicamente. Dissertação de Mestrado, EPUSP, 2001.
- **Souza, S. A.** Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos – Fundamentos Teóricos e Práticos, pp. 144-149, Edgard Blücher, 1982.
- **Speich, G.R., Leslie, W.C.** Tempering of Steel. Metallurgical Transactions, v.3, pp. 1043-1054, 1972.
- **Stratton, P.F.** Process Optimization for Deep Cold Treatment of Tool Steels. 1st International Conference on HT and Surface Engineering of Tools and Dies, IFHTSE, 2005.
- **Taylor, J.** Cold Plunge Gives Tools an Extra Lease of Life, Metalworking Production, n.º 122, vol.5, pp.73-77, 1978.
- **Villares Metals – Aços Rápidos - Catálogo Técnico**
- **Wilson, R.** Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels, McGraw-Hill, pp.72-79; 90-93, 1975.
- **Yen, P.L., Kamody, D.J.** Formation of Fine Eta Carbides in Special Cryogenic and Tempering Process (Key to Improved Properties of Alloy Steels). Industrial Heating and NU-Bit, Inc Publication, 1997.
- **Yoshida, S.** Têmpera de Aços Rápidos em Fornos com Resfriamento à Vácuo. Brasimet Com. Ind. S/A, São Paulo, 2000.

- **Yu, T.H., Yang, J.R.** Effect of Retained Austenite on GPM A30 High-Speed Steel. Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 16(4), pp. 500-507, 2007
- **Yugandhar, T., Krishnan, P.K., Bahskar, C.V., Kalidas, R.** Cryogenic Treatment and It's Effect on Tool Steel, Proceedings of the 6th International Tooling Conference, vol.1, pp.559-569, 2002.
- **Yun, D., Xiaoping, L., Hongshen, X.** Deep Cryogenic Treatment of High-speed Steel and its Mechanism. Heat Treatment of Metals, pp.55-59, 1998.