

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ESTRUTURAIS DO  
AÇO SAE 4140 SUBMETIDO A TRATAMENTO CRIOGÊNICO**

**SILVIO EDUARDO TEIXEIRA PINTO DA SILVA**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE - UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

JULHO– 2012

# **ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ESTRUTURAIS DO AÇO SAE 4140 SUBMETIDO A TRATAMENTO CRIOGÊNICO**

**SILVIO EDUARDO TEIXEIRA PINTO DA SILVA**

"Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais".

Orientador: Prof. Eduardo Atem de Carvalho

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

JULHO - 2012

# **ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ESTRUTURAIS DO AÇO SAE 4140 SUBMETIDO A TRATAMENTO CRIOGÊNICO**

**SILVIO EDUARDO TEIXEIRA PINTO DA SILVA**

"Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais".

Aprovado em 10 de Julho de 2012.

Comissão Examinadora:

---

Célio Albano da Costa Neto (PhD., COPPE/UFRJ)

---

Herval Ramos Paes Junior (DSc., UENF/CCT/LAMAV)

---

Luis Augusto Hernandez Terrones (DSc., UENF/CCT/LAMAV)

---

Eduardo Atem de Carvalho (PhD., UENF/CCT/LAMAV)

## FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do **CCT / UENF**

**56/2012**

Silva, Silvio Eduardo Teixeira Pinto da

Análise das propriedades mecânicas e estruturais do aço SAE 4140 submetido a tratamento criogênico / Silvio Eduardo Teixeira Pinto da Silva. – Campos dos Goytacazes, 2012.

vii, 102 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2012.

Orientador: Eduardo Atem de Carvalho.

Área de concentração: Materiais e meio ambiente.

Bibliografia: f. 96-102.

1. SAE 4140 2. TÊMPERA E REVENIDO 3. AUSTENITA RETIDA  
4. TRAÇÃO 5. ESTRUTURA I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título

CDD 672.36

*“Pouco Conhecimento faz com que as criaturas sintam-se orgulhosas. Muito conhecimento, que se sintam humildes. É assim que as espigas sem grãos erguem desdenhosamente a cabeça para o céu, enquanto que as cheias a baixam para a terra, sua mãe.*

*Leonardo da Vinci*

## DEDICATÓRIA

À Deus por me guiar em todos os momentos de minha vida.

A minha Tia Cecília (*in Memoriam*) pelo amor e dedicação.

Aos meus pais, Silvio e Dorbene, pelo amor e presença constante.

Aos meus irmãos Juliano e Rossini, pelo carinho e amizade.

A Lorryne, pelo apoio e compreensão nos momentos de dificuldades.

## AGRADECIMENTOS

O verdadeiro valor de um profissional geralmente não é medido por seu percurso, mas sim por seu resultado final. Eu discordo dessa maneira parcial de se observar os fatos. Eu sempre acreditei que todos os erros ocorridos ao longo do processo são necessários para construção de nosso caráter e aprendizado. E em retorno, após muitos erros e fracassos, nos tornaríamos mais fortes, capazes de superar qualquer obstáculo. No entanto esse processo de crescimento não é uma tarefa solitária. Esses dois anos de trabalho foram muito complicados, estava muito ansioso com o término da graduação, início da carreira, e a busca incessante pelo conhecimento e ingresso no mercado, mas como é comum nas nossas vidas, as coisas inicialmente não foram saindo exatamente como imaginava, enfrentei vários obstáculos por um caminho que não parecia ter fim, mas graças aos meus amigos e familiares que me deram força e garra consegui superar essa fase bastante complicada da minha vida, esse trabalho eu dedico a todos que de alguma forma fizeram parte da minha história. Todo esforço se torna inútil se você não acreditar no seu melhor, o que sou e onde estou, devo a todos que acreditaram em mim, à vocês meu muito obrigado.

Primeiramente agradeço a Deus, e pela fé que tenho nele para enfrentar os obstáculos que insistem em me derrubar, mas não conseguem.

Agradeço a minha tia Cecilia (In memorian), a qual considero ter sido uma segunda mãe, e que desde cedo me dedicou seu tempo, com o intuito de me tornar uma pessoa do bem, me dando bons conselhos e me guiando pelo caminho certo.

Aos meus pais Silvio e Dorbene por terem lutado com todas as forças que podiam, trabalhando com honestidade pela boa educação dos filhos. Estes sempre compreenderam que as eventuais dificuldades seriam recompensadas por melhores momentos no futuro.

Ao meu orientador Eduardo Atem, por ter acreditado na minha capacidade, pela paciência e dedicação despendidas durante a condução do trabalho, pelo apoio irrestrito não só na elaboração do trabalho, mas no campo pessoal, ao longo do curso, tornando-se não apenas um mestre mais um grande amigo, sempre sugerindo e aceitando diversas opiniões e me encorajando a continuar, com os dizeres “Vamos em frente”.

Ao técnico do laboratório Carlan, por ter me auxiliado nos ensaios, contribuindo para um bom rendimento da pesquisa. E ao técnico do laboratório do CBB Fernando, pela imensa contribuição na realização dos ensaios de criogenia, por toda a paciência.

A minha namorada Lorryne, por ter suportado todas as minhas reclamações e chatices (principalmente quando estava desempregado) ao longo desses anos. Pelo apoio dado em todos os momentos de angústia, por todas as horas de companhia, por me entender com um simples olhar, e pela compreensão nos momentos em que nem eu mesmo me compreendia.

Agradeço ao meu irmão Juliano, por todo apoio e ajuda financeira nos diversos “empréstimos” muitos deles não pagos. A Rossini, pela convivência feliz que sempre tivemos ao longo de todo esse tempo.

Ao meu grande amigo Gelson, pelo companheirismo e esforço e consideração por mim. Um irmão pode não ser um grande companheiro, mas um companheiro sempre será um grande irmão.

Aos professores Senthilkumar e Alexander pela generosidade com que disponibilizaram suas publicações para que servissem de referência para esta obra.

Ao CENPES pela grande contribuição deste trabalho, pelo apoio técnico e ajuda indispensável. Aos engenheiros Francisco, e Carlos D’Avila do departamento de materiais e a técnica de difração da Petrobras Regina Angélica.

Aos meus amigos Márcio, Rosane Toledo e Alisson pelas críticas, sugestões e dicas na revisão do meu trabalho.

Agradeço a meus amigos do curso técnico de mecânica: André, Johnny, Rafael, Davi, Messias, Otávio, Paulo, Luciano, Victor, Paulo Victor, José Davi, e aos professores em especial Crébio, Edméia e José Manoel, que de alguma maneira fizeram parte dessa jornada.

Ao meu cachorro Kaká (in memorian) pela amizade e companheirismo.

A Márcia Valéria pela alegria e descontração em vários momentos ao longo desses dois anos. Ao meu amigo Carlinhos, pela ajuda e amizade.

Ao meu amigo Manoel, sempre presente e bastante dedicado, como sempre digo “Você que está bem”, e a George que mesmo um pouco distante sempre considero como um grande amigo.

A professora de inglês, Marly, por sua grande amizade e por ter sido diversas vezes uma verdadeira psicóloga e conselheira em nossas longas conversas.

Ao professor Álvaro Saavedra por sua ajuda imprescindível na análise das difrações de Raios-X, sendo sempre paciente com os meus erros.

Aos colegas do Curso de mestrado: Camille, Ewerton, Leonardo, Wallace, e Anderson pela amizade, companheirismo e disponibilidade em ajudar, estando presente nas horas mais importantes.

Aos meus superiores e amigos da PETROBRAS Wady, Geraldo Celso, Carlos Gomes, Anderson, Seimur, Celso, Robson e Marcos Augusto. Concentro neles todas as minhas referências como engenheiro.

Aos amigos Alexandre Nóbrega e Cido, pelos ensinamentos e conselhos no início da minha jornada profissional. Acredito que Deus coloca as pessoas nas horas certas para que possa nos ajudar a cada dia a vencer os obstáculos.

Ao amigo Osvaldo, por todas as brincadeiras e ensinamentos durante o período em que foi meu chefe.

Aos Engenheiros Wagner e Alexandre Neto, por terem acreditado em mim, e julgado apto a fazer parte dos engenheiros da base P-48.

## SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	iii
ÍNDICE DE TABELAS.....	viii
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Considerações Iniciais.....	1
1.2 Objetivo .....	2
1.3 Justificativas .....	3
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	4
2.1 Aço AISI/ SAE 4140.....	4
2.2 Diagrama de equilíbrio Fe-C.....	5
2.3 Tratamentos Térmicos.....	9
2.4 Mecanismos da Transformação martensítica .....	11
2.5 Tratamento térmico de revenido .....	16
2.5.1 Primeiro estágio do revenido – Segregação de carbono metaestáveis .....	16
2.5.2 Segundo e Terceiro Estágios - Transformação da austenita retida e precipitação de cementita.....	17
2.5.3 Quarto estágio – precipitação de carbonetos de liga .....	18
2.6 Influência do Revenido na dureza e tenacidade.....	19
2.7 Austenita retida.....	22
2.9 Tratamento criogênico .....	25
2.9.1 Variações dos tipos de tratamentos criogênicos.....	26
2.9.2 Tratamento subzero e criogênico profundo .....	30
2.10 Mudanças microestruturais do tratamento criogênico .....	32
2.11 Efeito do tratamento criogênico no aço M2 .....	36
2.12 Propriedades influenciadas pelo tratamento criogênico .....	40
2.13 Mudanças estruturais e nas propriedades mecânicas do aço 4140 do ao tratamento criogênico .....	44
2.14 Mudanças estruturais e nas propriedades mecânicas do aço 4340 submetido ao tratamento criogênico .....	55
2.15 Propriedades mecânicas dos aços criogênicos.....	61
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS.....	62
3.1 Preparação de amostras para ensaios de tração e metalografia .....	62

3.2	Tratamentos térmicos aplicados nas amostras.....	63
3.2.1	Tratamento térmico convencional .....	64
3.2.2	Tratamento subzero .....	65
3.2.3	Tratamento criogênico profundo .....	66
3.2.4	Revenimento de todas as amostras.....	66
3.3	Preparação metalográfica das amostras .....	66
3.4	Caracterização da estrutura e morfologia.....	67
3.4.1	Análise difratométrica .....	67
3.4.2	Microscopia óptica .....	68
3.4.3	Microscopia eletrônica de varredura .....	68
3.5	Dureza .....	68
3.6	Ensaio de Tração.....	69
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES .....		72
4.1	Análise difratométrica das amostras após tratamento convencional e tratamento criogênico .....	72
4.2	Aspecto microscópico.....	73
4.2.1	Caracterização por Microscopia ótica .....	73
4.2.2	Caracterização estrutural e morfológica e Quantificação dos carbonetos.....	78
4.3	Comportamento geral das curvas de tensão x deformação para os tratamentos térmicos em estudo.....	82
4.3.1	Análise do módulo de Elasticidade .....	86
4.3.2	Cálculo da Tensão de escoamento e Limite de Proporcionalidade ...	87
4.3.3	Cálculo da Tensão Máxima e de Ruptura .....	90
4.3.4	Análise de dureza Brinell .....	92
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES .....		94
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....		95
CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....		96

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de equilíbrio ferro carbono.....	6
Figura 2 – Diagrama TTT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Tamanho de grão 7 a 8. Austenitizado a 843°C (Voort, 1991).....	7
Figura 3 – Diagrama CCT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Tamanho de grão 7 a 8. Austenitizado a 843°C (Voort, 1991).....	8
Figura 4 – Transformações possíveis envolvendo a decomposição da austenita.....	8
Figura 5 – Curva de temperabilidade do ensaio Jominy para seis aços com composição e tamanho de grãos conforme indicado. ....	11
Figura 6 – Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC.....	12
Figura 7– Modelo simplificado da transformação martensítica (Otsuka e Wayman, 1999). ....	13
Figura 8 – Intervalos de formação da martensita tipo ripas e tipo placas.....	14
Figura 9 – Variação de Ms e Mf com o teor de carbono (Reed Hill, 1982). ....	15
Figura 10 – Variação da dureza no revenido da martensita em ligas Fe – C (Chiaverini, 2005). ....	19
Figura 11– (a) Curva de dureza em função da temperatura do aço 4140, normalizado a 870°C e temperado. (b) Tenacidade em função da temperatura de revenimento para o aço 4140 revenido por uma hora ( Chandler,1995). ....	21
Figura 12 – Célula de resfriamento utilizada por Gulyaev. ....	27
Figura 13 – (a) Processo de tratamento Cryotough com nitrogênio líquido a -196°C. (b) Típico processador criogênico (Taylor, 1978). ....	28
Figura 14 – (a) Sistema de banho em nitrogênio líquido do processo NBP. (b) Carga de aço AISI H13 depois do banho, sobre um ventilador para aquecimento a temperatura ambiente (Kamody, 1999). ....	29
Figura 15 – Variação da austenita retida com o teor de carbono (Reed Hill, 1982). .	31
Figura 16 – Micrografias feitas por microscópio eletrônico de transmissão para o aço M2 em diferentes ciclos de tratamentos térmicos (Yun <i>et. al</i> , 1998). ....	39
Figura 17 – Efeito da temperatura criogênica do aço ferramenta D2 depois de austenitizado a várias temperaturas: (a) na dureza, (b) na tenacidade. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997). ....	42

Figura 18 – (a) Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos. (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).....	43
Figura 19 – (a) Efeito da temperatura criogênica na taxa de desgaste. (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na taxa de desgaste. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).....	44
Figura 20– Micrografia observada em MEV em um aumento de 5000 vezes. As partículas cementitas estão dispersas em matriz martensítica, a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido) b) tratamento térmico de têmpera (após o revenido) c) subzero antes do revenido d) subzero após o revenido e) tratamento criogênico profundo f) tratamento criogênico profundo após o revenido (Senthilkumar <i>et al</i> , 2010).....	49
Figura 21 – Difratoograma das submetidas ao tratamento térmico convencional (a), subzero (b) e criogênico profundo (c), (Senthilkumar <i>et al</i> , 2010).....	50
Figura 22 – Fractografia do aço AISI 4140 para amostras temperadas e revenidas (Grupo B) (Senthilkumar <i>et al</i> , 2011).....	52
Figura 23 – Fractografia do aço AISI 4140 para amostras submetidas ao tratamento subzero (Grupo C) (Senthilkumar <i>et al</i> , 2011).....	52
Figura 24 – Fractografia do aço AISI 4140 após o tratamento criogênico profundo (Grupo D) (Senthilkumar 2011). ....	53
Figura 25 – Ciclo do tratamento térmico para o aço 4340 (Zhirafar <i>et al.</i> , 2007). ....	56
Figura 26 – Difratoogramas das amostras (a) Tratamento convencional (b) tratamento criogênico profundo ( Zhirafar <i>et al.</i> , 2007).....	57
Figura 27 – Comparação da dureza entre o Tratamento convencional e Criogênico profundo quando revenido em diferentes temperaturas ( Zhirafar <i>et al.</i> , 2007). ....	58
Figura 28 – Comparação da energia de impacto para o tratamento convencional e tratamento criogênico ( Zhirafar <i>et al.</i> , 2007).....	59
Figura 29 – Superfície de fratura do aço 4340 (a) tratado criogenicamente e (b) tratado convencionalmente (Zhirafar <i>et al.</i> , 2007).....	60
Figura 30 – Comparação das curvas tensão x número de ciclos para o aço 4340 tratado convencionalmente e revenido à: (a) temperatura de 455°C e (b) temperatura de 200°C ( Zhirafar <i>et al.</i> , 2007).....	60
Figura 31 – Rack para suporte de amostras. ....	62

Figura 32 – Cesta de imersão das amostras para análise metalográfica. ....	63
Figura 33 - Fluxograma da sequência da metodologia utilizada na caracterização estudo. ....	64
Figura 34 – Freezer utilizado no experimento. ....	65
Figura 35 – Container com Nitrogênio líquido. ....	66
Figura 36 – Durômetro utilizado para a medição do aço em estudo. ....	69
Figura 37 - Máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5582. ....	70
Figura 38– Difratomogramas das amostras submetidas ao tratamento convencional, subzero e criogênico. ....	72
Figura 39 – Difrátograma das amostras submetidas aos diversos tratamentos em estudo. ....	73
Figura 40 – Microestrutura do aço SAE 4140 como recebido. Observadas em campo claro, (a,b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes. ....	74
Figura 41 – Microestrutura do aço SAE 4140 após tempera e revenido. Observadas em campo claro (a, b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes. ....	75
Figura 42 – Microestrutura do aço SAE 4140 submetido ao tratamento subzero. Observadas em alto contraste (a) e em campo claro (b), aumento de 500 vezes. ...	76
Figura 43 – Microestrutura do aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico profundo com alto contraste (a) e em campo claro (b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes. ....	77
Figura 44 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos do aço SAE 4140 Tratamento Convencional em um aumento de 2000x. ....	79
Figura 45 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos do aço SAE 4140 Subzero em um aumento de 2000x. ....	80
Figura 46 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos de um aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico profundo em um aumento de 2000x. ....	81
Figura 47 – Curvas Força x Deslocamento dos 6 corpos de prova estudados. A cor cinza indica o material como recebido, preta indica tratamento convencional, vermelha subzero e azul tratamento criogênico. ....	83
Figura 48 – Curvas tensão x deformação (ambas convencionais). Linha cinza representa o aço como recebido, preta tratamento convencional, vermelha tratamento subzero a - 82 °C e azul criogênico profundo. ....	84

Figura 49 – Curvas tensão x deformação real. A linha preta representa tratamento convencional, vermelho tratamento subzero a - 82 °C e azul criogênico profundo. Estas curvas são apresentadas até o limite onde $\sigma_{max}$ foi atingido. ....	85
Figura 50 – Curvas de tensão real x deformação real dos dois corpos de provas testados submetidos ao tratamento convencional.....	88
Figura 51 – Curvas tensão real x deformação real dos dois corpos de provas testados submetidos ao tratamento subzero a - 82 °C.....	89
Figura 52 – Curvas dos dois corpos de provas testados. Tratamento Criogênico profundo.....	89
Figura 53 – Curvas tensão real x deformação real dos 3 tratamentos testados e do material como recebido. A Curva vermelha é o tratamento subzero, azul é criogênico, preta convencional e cinza como recebido. Reta preta delimita a deformação de 0.2%. ....	90

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas do aço AISI 4140.....	5
Tabela 10 – Energia de Impacto para amostras como recebido e tratadas criogenicamente após o revenido (Senthilkumar <i>et al</i> , 2010).....	51
Tabela 11 – Dureza Vicker do aço AISI 4140 (Senthilkumar 2011). ....	53
Tabela 12 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para carregamento de 10 N (Senthilkumar 2011). ....	54
Tabela 13 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 20 N (Senthilkumar 2011). ....	54
Tabela 14 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 30 N (Senthilkumar 2011). ....	54
Tabela 15 – Resistência ao desgaste para altos carregamentos.....	55
Tabela 16 – Composição química do aço 4340 em peso ( Zhirafar <i>et al.</i> , 2007) .....	55
Tabela 17 – Fração volumétrica da austenita retida para o aço 4340 submetido ao tratamento criogênico profundo.....	56
Tabela 18 - Efeitos das propriedades mecânicas no tratamento subzero (SZ) e criogênico profundo (TCP) existentes na literatura para diferentes materiais (Baldissera e Delprete, 2008).....	61
Tabela 20 – Dimensões de trabalho dos corpos de prova testados.....	82
Tabela 21– Deformação Máxima de Engenharia ( $\epsilon_{eng}$ ) e Convencional ( $\epsilon_{conv}$ ) e sua diferença percentual ( $\Delta\epsilon\%$ ). ....	86
Tabela 22 – Valores obtidos para Módulo de Elasticidade.....	86
Tabela 23 – Tensão de Escoamento ( $\sigma_{esc}$ ) e Limite de Proporcionalidade ( $\sigma_{prop}$ )	87
Tabela 24 – Tensão Máxima Real e de Ruptura medidas nos corpos de prova. ....	90
Tabela 25 – Tensão Máxima de Engenharia (E.) e Convencional (C.) e sua diferença percentual ( $\Delta\sigma\%$ ). ....	91
Tabela 26 – Elongamento Relativo e Redução de Área.....	92
Tabela 27– Dureza Brinell medida e convertida para Rockwell C.....	93

## RESUMO

Há alguns anos, diversos estudos da influência dos parâmetros dos tratamentos térmicos vêm sendo desenvolvidos para a obtenção de melhores propriedades mecânicas. Nesse contexto, demonstra-se que o tratamento criogênico pode melhorar as propriedades dos aços temperados e revenidos, ao reduzir a presença da austenita residual e promover a precipitação de microcarbonetos, o que proporciona melhorias na estabilidade dimensional, ganho em tenacidade, resistência mecânica e propriedades de desgaste. No presente trabalho, realizou-se um estudo comparativo sobre as mudanças estruturais, morfológicas e mecânicas em um aço SAE 4140 submetido a tratamentos criogênicos. As amostras foram aquecidas a 850°C e temperadas em óleo, após isto, foram submetidas a tratamento subzero a -82°C, seguidas de resfriamento criogênico de -196°C. Após essa etapa, as amostras foram revenidas. Nas análises estruturais foram utilizadas técnicas de caracterização como microscopia ótica, microdureza e difração de raios-X. A evolução microestrutural, analisada inicialmente por microscopia ótica, não apresentou nenhuma alteração significativa na estrutura e morfologia durante os tratamentos criogênicos. Entretanto, durante a caracterização por MEV, quantificou-se o comprimento dos carbonetos macroscópicos e verificou-se que o tratamento criogênico profundo apresentava uma maior quantidade de carbonetos de pequenas dimensões, quando comparado aos demais tratamentos, porém o tratamento convencional apresentou um maior percentual de carbonetos com dimensões maiores que o subzero. A análise por DRX não foi capaz de evidenciar a presença de austenita retida e também não se observou nenhuma alteração na composição fásica nem na quantidade relativa das fases. Os ensaios de tração indicaram um aumento considerável da tenacidade nas amostras submetidas ao tratamento subzero e um aumento muito superior nas tratadas criogenicamente, quando comparado às amostras temperadas e revenidas. A tensão de escoamento aumentou 8.3% com o tratamento de resfriamento e 8.6% com o criogênico, se comparadas ao tratamento convencional. A tensão máxima aumenta 13.8% com o tratamento de resfriamento e 13.4% com o criogênico, a tensão de ruptura aumenta 23.3% com o tratamento de resfriamento e 23.0% com o criogênico. Porém, não se constatou nenhuma alteração significativa na dureza do aço após a utilização dos tratamentos estudados.

## ABSTRACT

For some years, several studies about the thermal treatment parameters influence have been developed, aiming improving mechanical properties. In this context, it can be shown that cryogenic treatment can improve properties in steels which were submitted to quench and temper, by means of reducing the presence of residual austenite and promoting fine carbides precipitation, thus improving dimensional stability, strength gains, mechanical resistance and wear properties. In this present work, the changes in structural, morphologic, and mechanical properties occurred in a SAE 4140 steel submitted to cryogenic treatment were studied. Samples were heated to 850° and quenched in oil, after this were submitted to subzero treatment at -82°C, followed by cryogenic freezing down to -196°C. After all this, all samples were tempered. For the structural analysis such techniques as optical microscopy, microhardness and X-ray diffraction were used. The microstructural evolution, initially analyzed by optical microscopy did not reveal significant alteration in structure and morphology caused by cryogenic treatments. Although, during SEM characterization, macroscopic carbides had their lengths measured and it was found that deep cryogenic treatment samples presented a larger amount of smaller carbides, if compared to all other treatments, but conventional treatment presented a larger percentage of larger carbides, if compared to subzero. The DRX analysis was not able to reveal the presence of retained austenite neither phase composition changes nor relative amount of phases. Tensile tests pointed to a substantial increase in strength presented by samples submitted to subzero treatment and an even superior on those treated cryogenically, if compared to those mere quenched and tempered. Yield stress increased 8.3% after subzero treatment and 8.6% after cryogenic, if compared to conventional heat treatment (Q&T). The maximum strength in raised by 13.8% after subzero and 13.4% after cryogenic treatment, and the ultimate strength augments 23.3% with subzero and 23.0% with cryogenic. But no significant change was ever recorded for hardness, regardless the treatment applied.

## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

### 1.1 Considerações Iniciais

As propriedades mecânicas dos aços estão diretamente ligadas à microestrutura do material. Um controle adequado na composição química e microestrutura é capaz de otimizar as propriedades de um aço. Muitos aços de baixa e média liga são submetidos a tratamentos térmicos com o intuito de serem utilizados para determinada aplicação estrutural. Assim estes aços sofrem ciclos de aquecimento e resfriamento a partir da temperatura de austenitização.

O tratamento criogênico (TC) é um processo normalmente utilizado após o tratamento térmico de têmpera, consistindo essencialmente em se submeter os materiais a temperaturas muito baixas durante períodos prolongados de tempo. O TC visa melhorar as propriedades mecânicas, tais como o aumento na resistência ao desgaste, o aumento da vida a fadiga, a redução da tensão residual, o aumento na dureza, a melhora da condutividade térmica, o aumento da estabilidade dimensional e o aumento na tenacidade e tensão de escoamento.

O TC é um tratamento de custo relativamente baixo e afeta todo o volume do material e não apenas sua superfície, o que garante a manutenção de suas propriedades ao longo de toda a vida do material. O TC é largamente aplicado em ferramentas de corte que são submetidos a altas taxas de desgaste como punções, fresas, brocas, guilhotinas, dentre outras. Além disso, O TC se apresenta como um processo inovador capaz de otimizar as propriedades mecânicas da martensita revenida.

As mudanças microestruturais no material submetido ao TC resultam em diferentes efeitos. A transformação da austenita retida, presente nos aços de alto carbono e aços-ferramenta, em martensita e a precipitação de microcarbonetos são os principais mecanismos responsáveis pelo aumento nas propriedades mecânicas.

Apesar da melhoria das propriedades mecânicas e do aumento da vida útil das peças fabricadas em aços ferramenta, pesquisas sobre tratamentos criogênicos são escassas e há poucas informações sobre as alterações na estrutura e nas propriedades mecânicas dos aços quando submetidos a esse tratamento.

## **1.2 Objetivo**

O objetivo principal da presente dissertação de mestrado foi o estudo comparativo da estrutura, morfologia e propriedades mecânicas do aço SAE 4140 empregado na indústria após tratamento subzero e criogênico profundo, seguidos de revenimento.

### **Objetivos específicos:**

- Avaliar as alterações estruturais do aço SAE 4140 após o tratamento térmico de Têmpera, seguido de tratamento criogênico (subzero e criogênico profundo), e revenido;
- Avaliar o comportamento mecânico do aço SAE 4140 quando submetido ao ensaio de tração, durante o tratamento convencional e após o tratamento criogênico subzero e profundo;

### **1.3 Justificativas**

#### **1.3.1 Importância científica**

O TC dos materiais é uma tecnologia cujo potencial ainda é muito pouco explorado. Sua utilização é recente e muitas vezes realizada de modo praticamente empírico, não se conhecendo com detalhes os fundamentos teóricos do processo.

A importância científica do presente trabalho consiste em ampliar o conhecimento geral do aço SAE 4140, ajudando a compreender os fenômenos ocorridos quando este aço é sujeito a tratamentos térmicos convencionais seguidos de tratamentos criogênicos.

#### **1.3.2 Importância econômica**

Do ponto de vista econômico, a justificativa desse trabalho se baseia no fato do TC se apresentar como um processo de baixo custo de implementação, além de ser capaz de agregar significativa melhoria na qualidade de certos produtos, fatores estes que corroboram para uma redução de custos.

Existe o interesse expresso da PETROBRAS e da Boechat LTDA. em ampliar as possibilidades de aplicação do aço SAE 4140 e o TC surge como ferramenta de vital importância neste processo.

#### **1.3.3 Importância tecnológica**

Nas últimas décadas, um interesse especial tem sido demonstrado pelo efeito de baixas temperaturas no tratamento térmico dos aços. O TC apresenta-se como uma técnica inovadora na melhoria das propriedades mecânicas do aço, possuindo uma gama enorme de aplicações. Dentre estas, vale citar sua utilização em inúmeras ferramentas de corte, as quais apresentam uma melhoria das propriedades mecânicas e do tempo de vida após serem submetidas ao TC.

Os benefícios mais destacáveis alcançados a partir de componentes sujeitos a esse tratamento incluem aumento da resistência à fadiga e ao desgaste, relativo aumento da tenacidade, redução de austenita retida e melhoria da condutividade térmica e elétrica.

## CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aço AISI/ SAE 4140

De uma forma geral, os aços encontram grande empregabilidade em uma série de aplicações, entre eles os aços de baixa liga da família SAE 41xx. Esses aços são ligados ao Cromo ( $\approx 1\%$ ) e ao Molibdênio ( $\approx 0,2\%$ ) e atingem alta resistência através de tratamentos térmicos de têmpera e revenido. São amplamente utilizados na indústria, não somente em equipamentos de baixo custo, mas também em equipamentos de alta responsabilidade que requerem tensão limite de escoamento entre 410 MPa e 965 MPa, podendo alcançar um limite de resistência à tração de até 1650 MPa, que pode ser obtido através de tratamentos convencionais de têmpera e revenido. O aço SAE 4140 pode assumir os teores de carbono entre 0,3% e 0,5%. Os principais aços da família são AISI/SAE 4130, 4140 e 4145, sendo os dois últimos os mais aplicados na indústria metal-mecânica (ASM Handbook, 1990).

O aço da série 4140, também chamado de aço-cromo-molibdênio é classificado como aço médio carbono ligado para beneficiamento, podendo ser usado em temperaturas relativamente altas de até 480°C, pois acima disso sua resistência diminui rapidamente com o aumento da temperatura (Rocha, 2004). Este tipo de aço possui em torno de 0,4% de carbono em sua estrutura, sendo considerado um aço de médio carbono. Possui características tais como alta temperabilidade, má soldabilidade e usinabilidade razoável; além disso, este aço apresenta boa resistência à torção e à fadiga e a dureza na condição temperada varia de 54 a 59 HRC. Este aço é empregado em peças que exigem elevada dureza, resistência e tenacidade, sendo de uso recorrente na fabricação de automóveis, aviões, virabrequins, bielas, eixos, engrenagens, armas, parafusos, equipamentos para petróleo, dentre outros. (Rocha, 2004) **A Erro! Fonte de referência não encontrada.** apresenta as propriedades mecânicas média para esse tipo de aço.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas do aço AISI 4140.

Propriedades		Condições	
		T(°C)	Tratamento
Densidade ( $10^3 \text{ kg} / \text{ m}^3$ )	7,7- 8,03	25	
Coeficiente de Poisson	0,27- 0,3	25	
Módulo de Young (GPa)	190 – 210	25	
Resistência à tensão (MPa)	655	25	Normalizado a 870°C
Tensão de escoamento (MPa)	417,1		
Alongamento (%)	25,7		
Redução de área (%)	56,9		
Dureza (HB)	197	25	Temperado a 815°C
Resistência a Impacto (J)	54,5	25	Temperado a 815°C

## 2.2 Diagrama de equilíbrio Fe-C

As propriedades mecânicas, bem como o desempenho em serviço de um metal e em especial das ligas dependem da sua composição química, da sua estrutura cristalina e do histórico de processamento e dos tratamentos térmicos realizados.

O diagrama de fases apresentado na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** é o alicerce sobre o qual todo o tratamento do aço é baseado. Este diagrama define a composição das regiões de temperatura em que as várias fases em aço estão estáveis, assim como os limites de equilíbrio entre os campos de fase (Krauss, 1994).

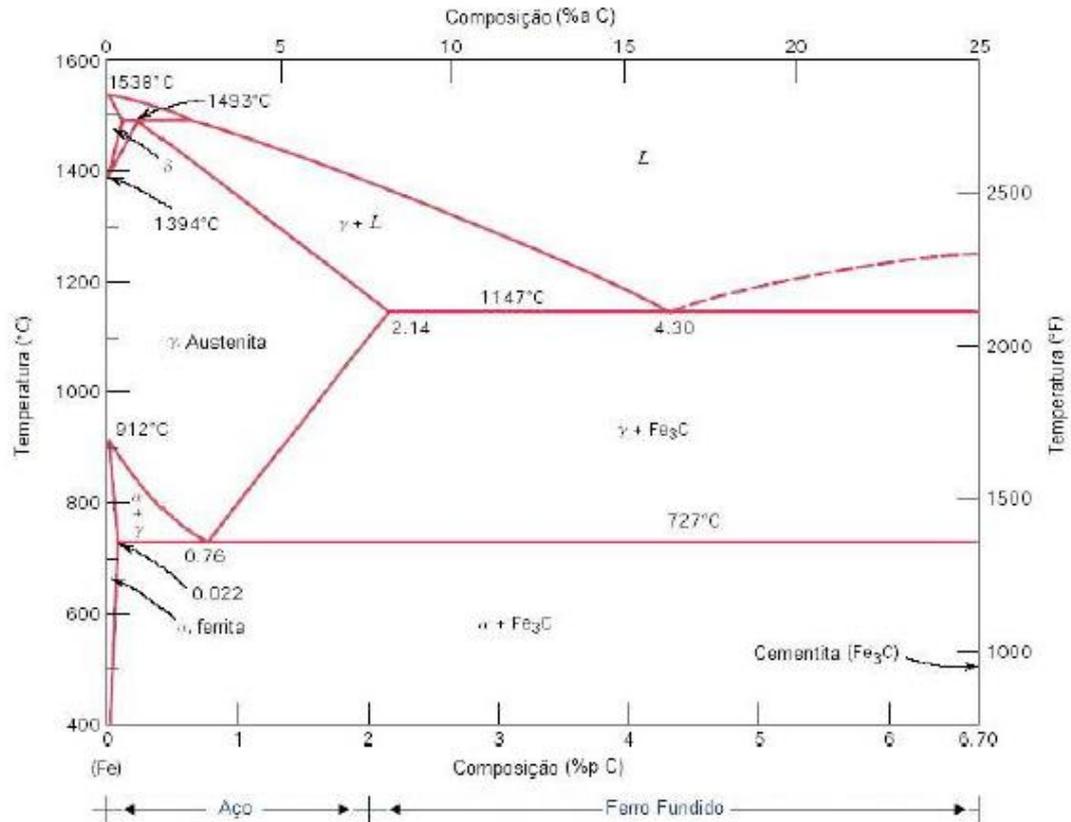


Figura 1 – Diagrama de equilíbrio ferro carbono.

Neste diagrama são consideradas duas regiões, uma até 2% de carbono, que corresponde aos aços e outra acima desse valor, que compreende os ferros fundidos. Assim os aços podem ser classificados em:

- aços (ligas contendo até 2 % de carbono)
 

}	Baixo carbono ( menos que 0.3 %C) Médio carbono ( entre 0.3 a 0.6 %C) Alto carbono ( acima de 0.6 %C)
---	---
- ferro fundido (ligas contendo acima de 2 % de carbono).

Nos aços, há uma importante região denominada campo austenítico onde, independentemente da porcentagem de carbono do aço, a microestrutura é composta da fase austenita -  $\gamma$ , apresentando uma estrutura cristalina CFC. Esta microestrutura, uma vez resfriada, pode se transformar em outras, as quais, dependendo da velocidade de resfriamento poderão alterar diversas propriedades mecânicas (Callister, 2008). Aumentando-se a velocidade de resfriamento, os microconstituintes resultantes adquirem feições diferentes que afetam propriedades dos aços. Existe uma velocidade de resfriamento, denominada velocidade crítica, na qual os constituintes normais não são formados e o único microconstituente

resultante da transformação da austenita é a martensita, que possui uma estrutura totalmente diferente dos outros constituintes, e em consequência, propriedades também diferentes.

Portanto, o diagrama de equilíbrio é limitado, pois alguns dos tratamentos térmicos são especificadamente intencionados à produção de estruturas fora do equilíbrio, as quais não podem ser previstas neste diagrama. Para o tratamento térmico dos aços é utilizado o diagrama TTT e CCT.

O diagrama TTT no qual o tempo de transformação em uma determinada temperatura representa o tempo para que ocorra a transformação em uma temperatura fixa após um resfriamento instantâneo (transformação isotérmica). A Figura 2 ilustra o diagrama TTT para o aço SAE 4140. As linhas horizontais  $M_i$  e  $M_f$ , da Figura marcam o início e o fim da transformação da austenita em martensita.

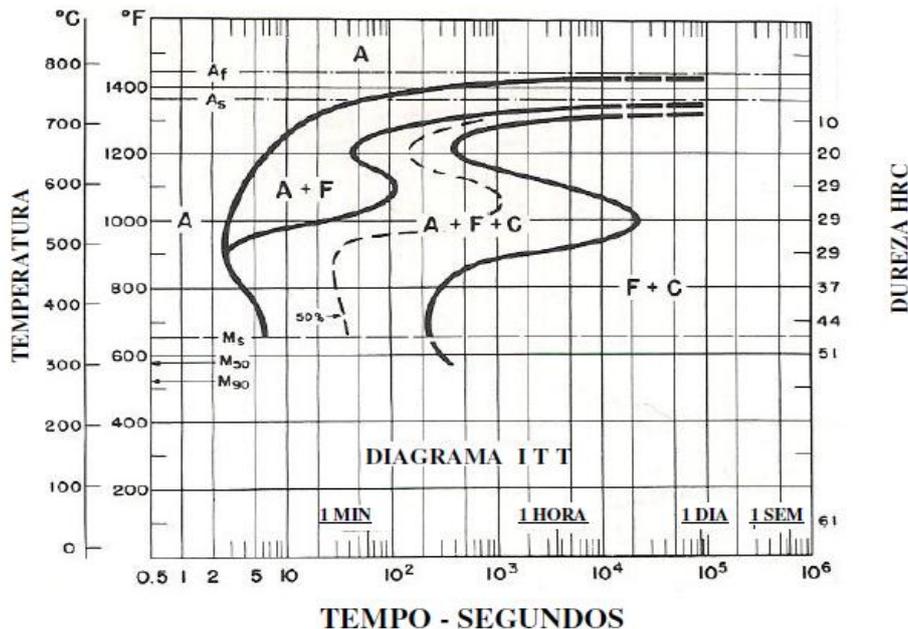


Figura 2 – Diagrama TTT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Tamanho de grão 7 a 8. Austenitizado a 843°C (Voort, 1991).

Na prática, a maioria dos tratamentos térmicos é realizada com resfriamento contínuo, os diagramas CCT, são apresentados curvas de transformação em resfriamento contínuo que indicam as temperaturas de início e fim de transformação para diferentes taxas de resfriamento. Uma vez que o resfriamento controla a taxa de nucleação e de crescimento em transformações difusionais, e a temperatura de transformação determina a microestrutura final do produto transformado. A Figura 3 apresenta o diagrama CCT do aço SAE 4140 mostrando as linhas de

transformações Ac1 e Ac3, as quais correspondem às temperaturas de 802°C para a linha Ac3 e 720°C para a linha Ac1.

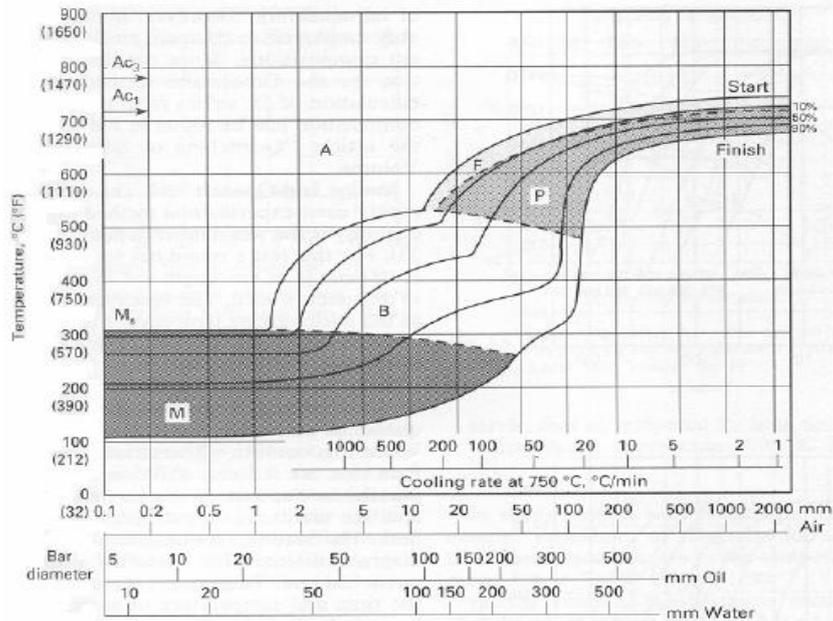


Figura 3 – Diagrama CCT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Tamanho de grão 7 a 8. Austenitizado a 843°C (Voort, 1991).

Alterações nas composições fásicas ocorrem em função dos elementos de liga presentes e da velocidade de resfriamento. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** ilustra um esquema de resfriamento da austenita e os possíveis microconstituintes de acordo com a velocidade de resfriamento (Callister, 2008).

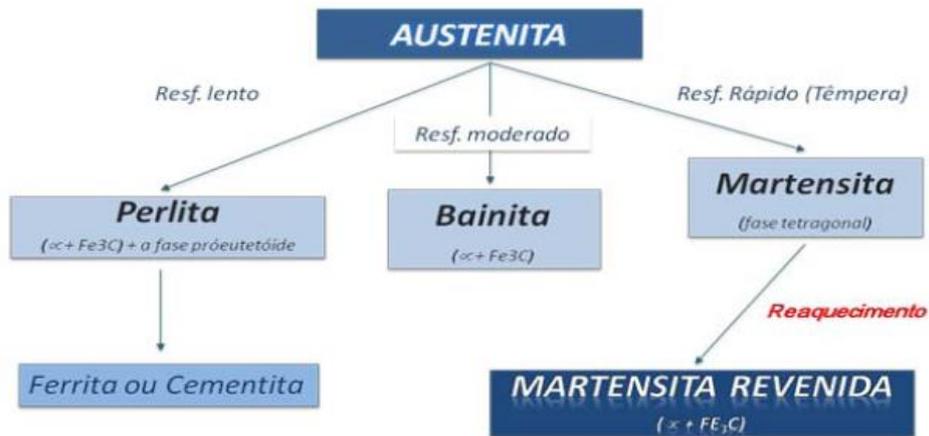


Figura 4 – Transformações possíveis envolvendo a decomposição da austenita.

A perlita consiste em camadas alternadas ou lamelas compostas pelas fases ferrita (α) e cementita (Fe<sub>3</sub>C). Similar a perlita, a bainita possui uma microestrutura

formada pelas fases ferrita ( $\alpha$ ) e cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ); desta forma, processos de difusão estão envolvidos. Dependendo da temperatura de transformação, a bainita forma-se como ripas ou placas, sendo composta por uma matriz de ferrita e por partículas alongadas de cementita. Distinguem-se dois tipos de bainita, a superior, formada em temperaturas maiores e a inferior, formadas em temperaturas próximas a de transformação martensítica. A bainita superior é formada por uma série de tiras finas e estreitas (ripas) de ferrita que se encontram separadas por partículas alongadas de cementita precipitadas entre as ripas. Já na bainita inferior, a fase ferrita existe na forma de finas placas e a precipitação da cementita é mais fina, ocorrendo principalmente no seu interior, na forma de bastões ou lâminas muito finas (Callister, 2008).

As transformações perlítica e bainítica são concorrentes uma com a outra, pois, uma vez que uma dada fração de uma liga tenha se transformado em perlita ou em bainita, a transformação no outro microconstituente não será possível. As microestruturas formadas estão relacionadas com a taxa de resfriamento dos aços, e para resfriamentos rápidos, ocorre a transformação de austenita em martensita (Callister, 2008).

### 2.3 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos podem ser descritos por ciclos de aquecimento e resfriamento, sob condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera e velocidades de aquecimento e resfriamento, com o objetivo de alterar as propriedades de certos materiais metálicos, conferindo-lhes características determinadas e causando modificações em suas microestruturas sem que haja mudanças na forma do produto (Chiaverini, 1998).

Os tratamentos térmicos mais comumente aplicados aos aços são os de têmpera e de revenimento. A têmpera consiste no aquecimento do material até o campo austenítico, seguido de resfriamento brusco até uma temperatura abaixo de  $M_s$  (temperatura de formação da martensita). Este resfriamento deve ser rápido o suficiente para obtenção de martensita, sendo esta uma fase metaestável. A martensita possui estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), sendo formada por uma solução sólida supersaturada de carbono no ferro.

O estado de altas tensões, a distorção do reticulado e a dureza extremamente elevada da martensita constituem inconvenientes que devem ser atenuados ou

corrigidos. Para isso, submete-se o aço temperado à operações de revenimento. Posteriormente à têmpera ou normalização, o aço é geralmente aquecido a uma temperatura abaixo da temperatura crítica e resfriado a uma taxa apropriada, para aumentar a ductilidade e a tenacidade, mas também para aumentar o tamanho do grão da matriz, aumentar a sua estabilidade dimensional, aliviar tensões de têmpera, reduzir a dureza desenvolvida durante o processo de soldagem e aliviar tensões induzidas pelo processo.

A composição da liga é de grande influência na habilidade desta em se transformar em martensita. A capacidade de um aço em se transforma em martensita durante a têmpera recebe o nome de temperabilidade. Esta é uma medida qualitativa da redução da dureza de uma peça, partindo da sua superfície até o seu núcleo. A Figura 5 apresenta uma curva de temperabilidade de ligas de aço incluindo a liga 4140, todas contendo o mesmo percentual de carbono e quantidades diferentes de outros elementos de liga. Observa-se que a temperabilidade do aço carbono comum cai de forma drástica; no entanto, o mesmo não acontece com os aços-liga, para os quais as curvas apresentam uma queda mais suave. Em todos os casos a dureza na superfície são iguais, pois esta só depende do teor de carbono.

A taxa de resfriamento afeta de forma substancial o resultado da têmpera, sendo dependente do meio de resfriamento que entra em contato com a amostra. Os três meios de resfriamentos mais comuns são a água, o óleo e o ar. As têmperas realizadas em óleo são adequadas para aços com maiores teores de carbono, pois nestes aços o resfriamento em água pode produzir trincas ou contrações. Já o resfriamento ao ar dos aços comuns ao carbono, normalmente, produz estruturas que são quase que exclusivamente perlíticas.

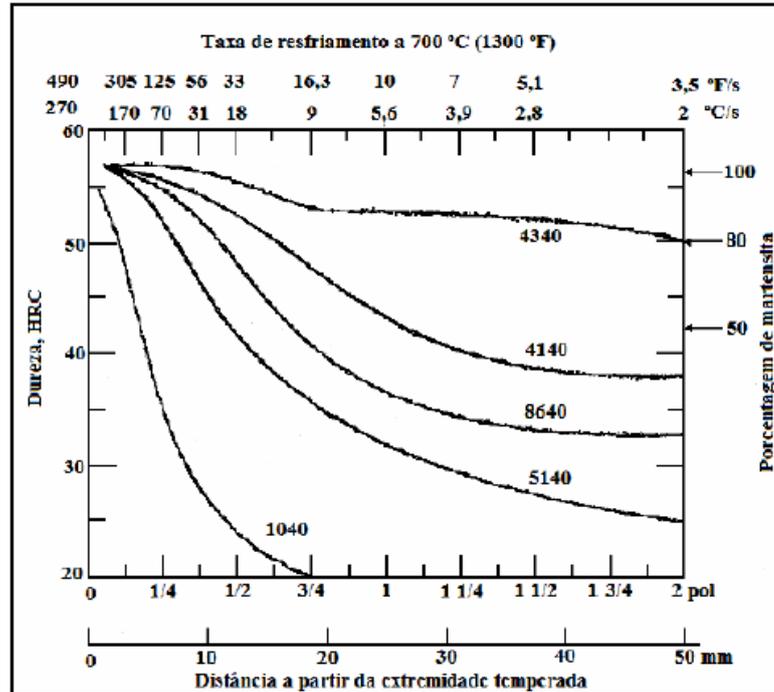


Figura 5 – Curva de temperabilidade do ensaio Jominy para seis aços com composição e tamanho de grãos conforme indicado.

A temperatura de austenitização do aço 4140 situa-se entre 870°C a 930°C, utilizando-se tempo de patamar (“encharque”) de 1 hora para cada 25 mm de espessura do componente. Cabe ressaltar que temperaturas acima de 950°C resultam no aumento do tamanho de grão austenítico causando perda de tenacidade do aço.

O aço 4140 pode ser temperado em água ou óleo dependendo da espessura e forma do componente, atingindo dureza próxima a 54 HRC quando resfriado em água e 46 a 50 HRC quando resfriado em óleo.

#### 2.4 Mecanismos da Transformação martensítica

O tratamento térmico de têmpera é associado a uma transformação martensítica especial que pode ocorrer nos materiais metálicos. O nome martensita foi dado à microestrutura resultante das transformações durante o resfriamento rápido da austenita, das ligas ferro-carbono. (Pety, 1970; Nishiyama, 1978; Funabuko, 1987). A observação posterior de que algumas ligas não ferrosas também sofriam este tipo de reação fez com que o termo se estendesse à denominação de qualquer produto que sofresse uma transformação adifusional assistida por tensão. (Guimarães, 1981).

A transformação martensítica pode ser definida como uma transformação de fase no estado sólido sem difusão resultante de um movimento coordenado e/ou cooperativo entre os átomos da fase matriz, mantendo uma correspondência entre os reticulados da fase matriz e da fase resultante. A transformação martensítica modifica as características físicas dos materiais.

A fase austenítica possui alta simetria cristalográfica (estrutura CFC), e a martensítica possui uma simetria cristalográfica menor (tetragonal, trigonal, romboédrica, dentre outras). A fase martensítica é uma fase metaestável e não se encontra nos diagramas de equilíbrio (Miyazaki e Otsuka, 1982; Reed-Hill, 1982; Otsuka e Wayman, 1999; Callister, 2002).

Na segunda década do século passado, (Bain *apud* Reed-Hill, 1982) descobriu-se a existência de uma deformação intrínseca à transformação (mudança de forma), sendo proposto um mecanismo pelo qual a martensita poderia ser formada com um mínimo de movimentação atômica partindo da austenita. O mecanismo proposto foi descrito como deformação homogênea, em que o movimento coordenado dos átomos converte a malha de bravais CFC da austenita em TCC ou CCC da martensita, ilustrado na Figura 6.

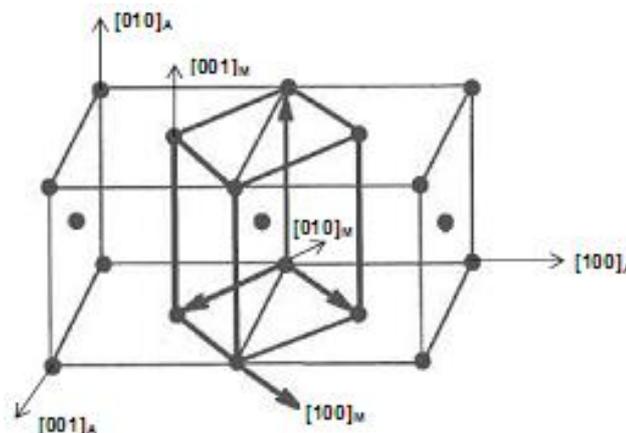


Figura 6 – Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC.

Quando a transformação martensítica ocorre, a estrutura do material CFC é transformada em CCC por um processo que, aparentemente, pode ser descrito como um cisalhamento brusco. Na nova estrutura, os átomos de carbono, nitrogênio e demais elementos de liga são impedidos de se difundirem para os seus lugares, de preferência permanecendo em solução; contudo, a presença de elementos intersticiais, em teores acima do limite de solubilidade da fase CCC determina a sua

distorção em uma estrutura TCC. Após a transformação, a vizinhança atômica e a composição química permanecem inalteradas (Guimarães, 1983).

A Figura 7 mostra um modelo simplificado da transformação martensítica. Existe uma correspondência cristalográfica entre a rede da martensita e da austenita que lhe deu origem. A austenita (estrutura CFC) transforma-se em domínios de estrutura CCC ou TCC por meio do achatamento da cela tetragonal da austenita ao longo do eixo c, e na simultânea elevação das dimensões ao longo do eixo a, pelo mecanismo conhecido como distorção de Bain (Novikov, 1994).

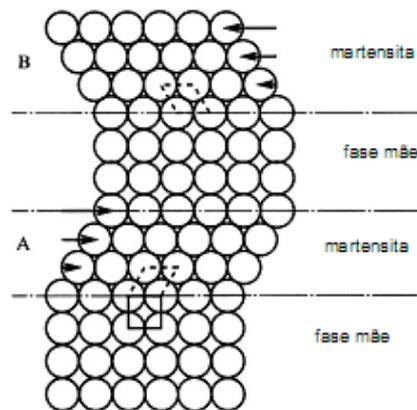


Figura 7– Modelo simplificado da transformação martensítica (Otsuka e Wayman, 1999).

A deformação microscópica ocorre na formação de uma plaqueta de martensita por um cisalhamento paralelo ao plano de hábito, que é tido como um plano invariante e não distorcido, em escala macroscópica, no qual as plaquetas de martensita se formam (Nishyama, 1978). Este cisalhamento pode ser associado a uma deformação por tração ou compressão simples (uniaxial), sendo perpendicular ao plano de hábito. Uma deformação dessa natureza é chamada deformação com plano invariante, sendo esta a forma mais comum em que pode ocorrer tal transformação, mantendo-se ainda a invariância do plano de hábito.

A invariância do plano de hábito garante o mínimo de deformação elástica durante a transformação. Isto é mais fácil de suportar no caso da transformação com uma superfície de separação entre os cristais iniciais e de martensita: a invariância desta superfície previne a formação de macro deformações elásticas na fase inicial e de martensita (Reed-Hill, 1982; Novikov, 1994).

A transformação martensítica ocorre sem difusão, sendo dependente apenas da temperatura. Existe uma temperatura de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) e uma temperatura final para a mesma ( $M_f$ ).

As martensitas dos aços-carbonos podem ser formar a partir de duas formas, sendo uma martensita na forma de ripa e a outra na forma lenticular que é internamente maclada. O fator principal que controla as frações volumétricas dessas duas formas é aparentemente a temperatura de transformação. Uma maior concentração de martensita lenticular maclada é favorecida por temperaturas de transformação mais baixas, enquanto a forma de ripa é favorecida por temperaturas mais altas.

Maiores teores de carbono (1,0 - 1,4%C) tendem a apresentar grandes frações volumétricas da componente maclada, teores mais baixos (0,2 - 0,6%C) favorecem a formação em ripas e entre 0,6 e 1% há uma mistura de placas e ripas, fenômeno este ilustrado na Erro! Fonte de referência não encontrada. (Krauss,1994, Callister, 2008).

O tipo de martensita também pode ser relacionado com a energia de falha de empilhamento da austenita. Uma elevada energia de falha de empilhamento ( $80 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$ ) favorece a formação de martensita em ripas, uma energia intermediária ( $80 \cdot 10^{-3}$  a  $40 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$ ) favorece a formação de martensita maclada e uma energia muito baixa favorece novamente a predominância de martensita em ripas (Jack e Nutting,1984).

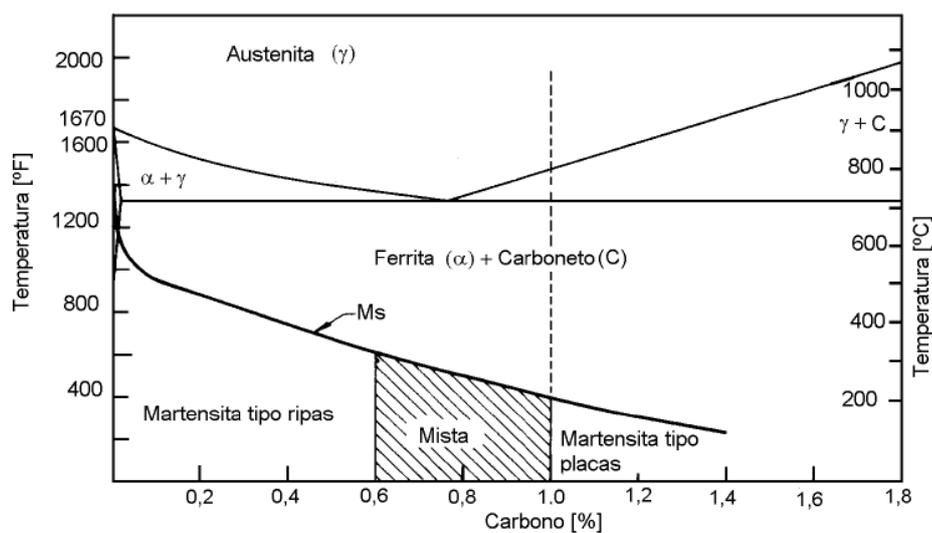


Figura 8 – Intervalos de formação da martensita tipo ripas e tipo placas.

A quantidade de martensita formada depende da temperabilidade do aço, que está relacionada com a composição química e também com os parâmetros do tratamento térmico. Todos os elementos de liga, à exceção do Co, contribuem para o aumento da temperabilidade, facilitando o processo de transformação martensítica. Na Figura 9 observe-se que as temperaturas  $M_s$  (temperatura de início da transformação martensítica) e  $M_f$  (temperatura final da transformação martensítica) dos aços são funções do teor de carbono. Entretanto, a temperatura  $M_f$  não é, em geral, claramente definida. Isso significa que teoricamente a transformação nunca se completa, mesmo na temperatura de zero absoluto. A transformação dos últimos resíduos se torna cada vez mais difícil, quanto menor for a quantidade total de austenita remanescente. Deste modo, sempre é esperado a presença de austenita retida em aços temperados, mesmo a temperaturas muito baixas (Reed Hill, 1982).

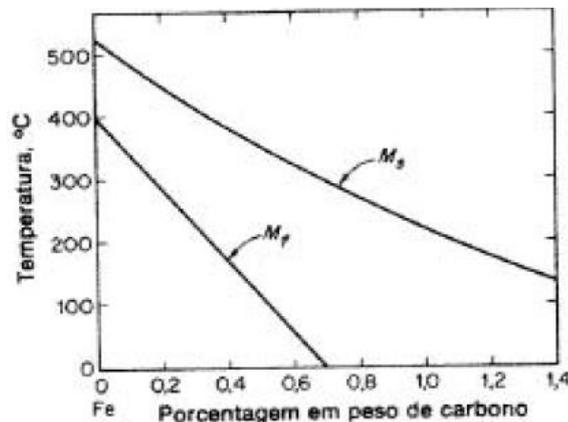


Figura 9 – Variação de  $M_s$  e  $M_f$  com o teor de carbono (Reed Hill, 1982).

O processo de têmpera provoca gradientes térmicos altíssimos, originando assim tensões térmicas na peça. Além das tensões térmicas o processo de transformação da martensita a partir da austenita também gera uma série de tensões de transformação. A soma destas tensões é definida como tensão residual de têmpera (Krauss, 1994).

Assim, a martensita obtida pela têmpera é uma estrutura bastante dura e frágil. A maior dificuldade em se usar aços temperados consiste exatamente na baixa tenacidade e na alta concentração de tensões da martensita. Segundo Krauss (1990), esta fragilidade se deve às distorções no reticulado causadas pelos átomos de carbono retidos nos sítios octaédricos da martensita, à segregação das impurezas para os contornos de grão da austenita, à formação de carbonetos durante a têmpera e às tensões residuais de têmpera. Para aliviar estas tensões e

melhorar a tenacidade do material temperado se faz necessário outra etapa de tratamento térmico. O processo adequado para este fim é denominado revenimento.

### **2.5 Tratamento térmico de revenido**

O tratamento térmico de revenido tem por objetivo uma otimização das propriedades mecânicas e da tenacidade do aço, podendo ser definido como um processo de aquecimento de aços martensíticos a elevadas temperaturas a fim de torná-los mais dúcteis. O revenimento envolve segregação de carbono para os defeitos da rede e a precipitação de carbonetos metaestáveis, cuja natureza depende da composição química da liga e da temperatura de revenido; além disso, ocorre a decomposição da austenita retida e a recuperação e recristalização da estrutura martensítica. Estas reações ocorrem pelo processo de difusão do soluto na matriz e muitas vezes elas se sobrepõem, sendo influenciadas pela adição dos elementos de liga (Alexander, 2009).

Costuma-se dividir o revenimento em quatro estágios. O primeiro estágio consiste na precipitação de carbonetos metaestáveis de transição. O segundo e terceiro estágios envolvem a decomposição da austenita retida em ferrita e cementita. Em aços ligados, quando o revenimento é realizado a temperaturas mais elevadas, há o fenômeno da dureza secundária, que se costuma chamar de quarto estágio. A segregação de carbono e a formação de aglomerados (“clusters”) de carbono (processo chamado de envelhecimento) podem ocorrer antes do primeiro estágio de revenido (Parker, 1997; Hyan,1996).

#### **2.5.1 Primeiro estágio do revenido – Segregação de carbono metaestáveis**

A segregação de carbono é a primeira modificação estrutural que ocorre nos aços carbono. Nos aços com elevada temperatura  $M_s$ , a decomposição parcial da martensita com decorrente precipitação de carbonetos intermediários ocorre durante o resfriamento da têmpera no intervalo de transformação martensítica, processo este denominado auto-revenido da martensita. Em temperaturas próximas à temperatura ambiente, os átomos de carbono podem difundir para as discordâncias, contornos de maclas e paredes das células das martensitas em ripas, formando um agrupamento de solutos.(Nokikov,1994; Reed Hill,1982; Krauss,1984)

Durante o revenido entre 100 e 200°C, estes aglomerados de soluto precipitam-se em carbonetos metaestáveis do tipo:  $\eta$  -  $Fe_2C$  (Carbonetos Eta),  $\epsilon$  -

$Fe_{2,2}C$  a  $Fe_{2,4}C$  (Carboneto Épsilon) e mesmo em  $Fe_3C$ , que crescem linearmente com o aumento da concentração de carbono no aço. Em decorrência disso, o teor de carbono da martensita decresce resultando em uma estrutura bifásica de martensita de baixo carbono e carbonetos. (Nokikov,1994; Oliveira, 1994).

Em aços com menos de 0,2% de carbono, praticamente todo o carbono está associado com as discordâncias e os contornos das ripas de martensita durante a têmpera; para aços acima de 0,2% de carbono, uma quantidade de átomos não consegue se difundir para as discordâncias, permanecendo nos interstícios dos retículos. Esta fração aumenta com o aumento do teor de carbono e com o aumento de martensita maclada, a qual possui menor densidade de discordâncias para migração dos átomos de carbono (Reed Hill,1982).

Com a precipitação destes carbonetos, há uma redução da energia de deformação gerada pela distorção da rede cristalina causada pelos átomos intersticiais. Sendo assim, neste primeiro estágio do revenido a martensita decompõe-se em duas fases, sendo uma a martensita de baixo carbono e a outra de carbonetos intermediários. Desta forma, os precipitados que se formam em baixas temperaturas possuem um tamanho muito pequeno, e os lugares preferenciais para sua nucleação são os contornos das ripas de martensita e/ou discordâncias (Nokikov,1994; Oliveira, 1994).

### **2.5.2 Segundo e Terceiro Estágios - Transformação da austenita retida e precipitação de cementita**

Com o aumento da concentração de carbono nos aços, a temperatura  $M_s$  é reduzida, aumentando a quantidade de austenita retida entre as ripas de martensita na temperatura ambiente. Durante o segundo estágio, em baixa temperatura entre 200 e 300°C, a austenita retida transforma-se em uma mistura de ferrita e cementita. Nos aços baixo carbono e baixa liga, este efeito não é tão significativo, devido à baixa porcentagem de austenita retida formada. Nos aços de alta liga esta reação pode ocorrer até temperaturas de 550°C (Nokikov,1994; Reed Hill,1982; Krauss,1984)

Concorrente com a precipitação da austenita retida, os carbonetos de transição são substituídos pela precipitação de cementita ( $Fe_3C$ ) de estrutura ortorrômbica, na faixa de revenido entre 250 a 400°C. Este fenômeno é chamado de terceiro estágio do revenido. (Nokikov,1994; Krauss,1984)

A cementita que precipita em baixas temperaturas tem a forma de finas plaquetas ou agulhas em contornos das ripas de martensita e, quando crescem com o aumento da temperatura de revenido, promovem o empilhamento de discordâncias entre as ripas de martensita enfraquecendo esta região e reduzindo a tenacidade dos aços. Esta fragilidade da martensita revenida está associada aos modos de fratura intergranular em aço médio carbono, quando o revenimento é realizado a 350°C. (Krauss, 1984; Krauss, 1995)

Com o aumento da temperatura de revenido, acima de 350°C, a cementita gradualmente esferoidiza, reduzindo sua energia de superfície, o que resulta em uma significativa queda na dureza e resistência do aço. Por outro lado, há um aumento da ductilidade e tenacidade. A adição de elementos de liga retarda o crescimento e o coalescimento da cementita pela redução do coeficiente de difusão do carbono (Krauss, 1984; Marder, 1984).

Acima de 400°C, ocorre recuperação da estrutura martensítica pela eliminação de defeitos pontuais, aniquilação e rearranjo de discordâncias, poligonização (formação de contorno de subgrão) e crescimento dos subgrãos. Estes fenômenos também reduzem a dureza e resistência, com aumento na ductilidade e tenacidade (Oliveira, 1994; Marder, 1984).

### **2.5.3 Quarto estágio – precipitação de carbonetos de liga**

O quarto estágio do revenido ocorre em temperaturas entre 500°C a 700°C, resultando na substituição das partículas grosseiras de cementita por uma fina precipitação de carbonetos ligados mais estáveis na matriz, tais como  $V_4C_3$ ,  $Mo_2C$ ,  $NbC$ , resultando no aumento da dureza. Este fenômeno denominado de endurecimento secundário é característico dos aços alta liga com adições de elementos fortes formadores de carbonetos. Os elementos formadores de carbonetos adicionados ao aço podem formar diversos carbonetos, sendo que a concentração destes elementos de liga é o que determina quais carbonetos serão formados (Oliveira, 1994; Krauss, 1984).

A maioria dos elementos de ligas como  $Cr$ ,  $Mo$ ,  $W$ ,  $V$ ,  $Nb$ , aumentam a resistência ao amolecimento a quente do aço, o que significa que para um determinado tempo a uma dada temperatura, um aço ligado reduz muito pouco a dureza em relação a um aço carbono, considerando uma mesma concentração de

carbono. Tal fato ocorre devido à baixa mobilidade dos elementos substitucionais nestas baixas temperaturas de revenido (Reed-Hill, 1982; Krauss, 1984).

## 2.6 Influência do Revenido na dureza e tenacidade

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o revenido afetam diretamente as propriedades mecânicas dos aços. Esta variação ocorre em função do tempo e da temperatura de revenido. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** mostra a variação da dureza em função da temperatura de revenido para martensita em ligas Fe-C e as reações que ocorrem durante o revenido (Wang, 2004; Novikov, 1994; Reed-Hill, 1982).

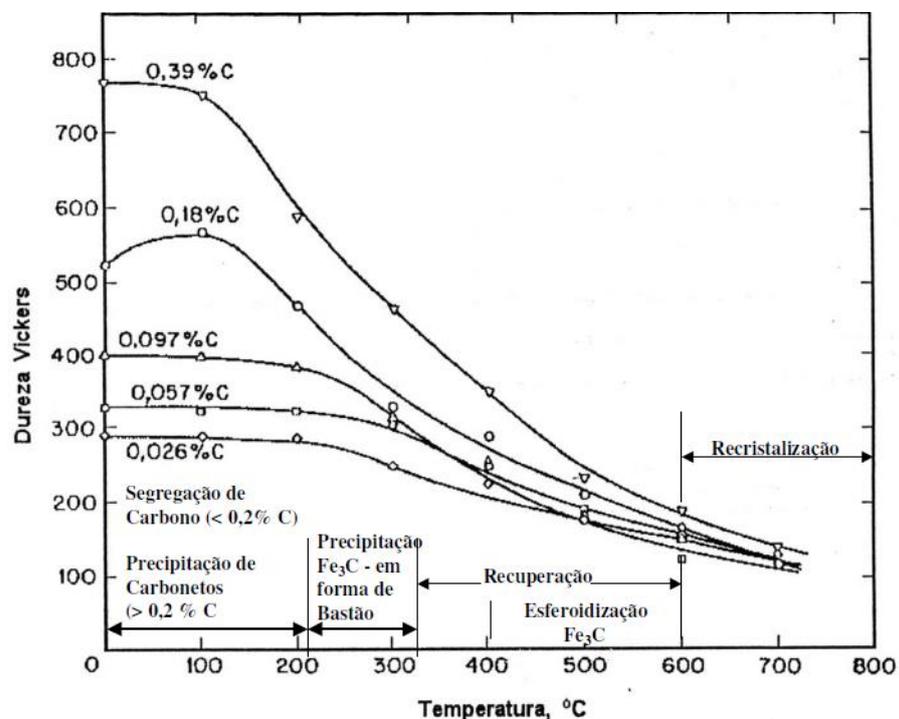


Figura 10 – Variação da dureza no revenido da martensita em ligas Fe – C (Chiaverini, 2005).

Nos aços temperados, há um progressivo amolecimento com o aumento da temperatura entre 200 e 700°C. Em temperaturas abaixo de 200°C, a queda de dureza é muito insignificante, podendo até mesmo ocasionar um aumento de dureza devido à precipitação de carbonetos metaestáveis dispersos na matriz (Wang, 2004; Reed-Hill, 1982).

Uma queda acentuada da dureza ocorre na faixa entre 280 a 400°C, causada pela precipitação e crescimento da cementita, que está associada à redução do teor de carbono de solução sólida. Este crescimento diminui a quantidade de

precipitados na matriz  $Fe_3C$ , aumentando a área sem barreiras que impedem o movimento das discordâncias. A recuperação e a recristalização da matriz também diminuem a dureza e a resistência e aumentam a tenacidade e a ductilidade. (Reed-Hill, 1982; Marder, 1984).

Assim sendo, quanto maior a temperatura e o tempo de revenido, menor será a dureza e a resistência dos aços, e maior a ductilidade e tenacidade (Marder, 1984).

A faixa entre 100° e 250°C é denominada de primeiro estágio do revenido, no qual ocorre a precipitação de um carboneto de ferro de reticulado hexagonal com queda na dureza até cerca de 60 Rockwell C (Chiaverini, 2005).

Na faixa entre 200° e 300°C, chamada de segundo estágio do revenido, a dureza Rockwell continua a cair; em aços de médio ou alto carbono ou ligeiramente ligados, nos quais alguma austenita pode ter sido retida no processo de têmpera, existe a tendência de transformação da austenita em bainita (Chiaverini, 2005).

Entre 250° e 350°C, ocorre o terceiro estágio do revenido, no qual é formado outro tipo de carboneto, sobretudo em aços de alto carbono, e já se nota em nível microscópico a formação de uma massa escura, chamada troostita. Neste caso, a dureza continua caindo, atingindo valores da ordem de 50 Rockwell C (Chiaverini, 2005).

Entre 400° e 600°C, os carbonetos precipitados adquirem uma formação esferoidal sobre um fundo de ferrita fina acicular e a dureza Rockwell C cai a valores de 45 a 25 Rockwell C. Esta estrutura é chamada de sorbítica (Chiaverini, 2005).

Entre 600° e 700°C começa ocorrer a recristalização e o crescimento de grão; os carbonetos precipitados, em particular a cementita nos aços carbono, apresentam-se em forma nitidamente esferoidal sobre um fundo de ferrita. Essa estrutura é chamada frequentemente de esferoidita e corresponde ao tratamento de coalescimento, sendo muito tenaz e mole e com dureza variando de 5 a 20 Rockwell C. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** ilustra a queda da dureza e o aumento da tenacidade do aço 4140 com o aumento da temperatura (Chiaverini, 2005).

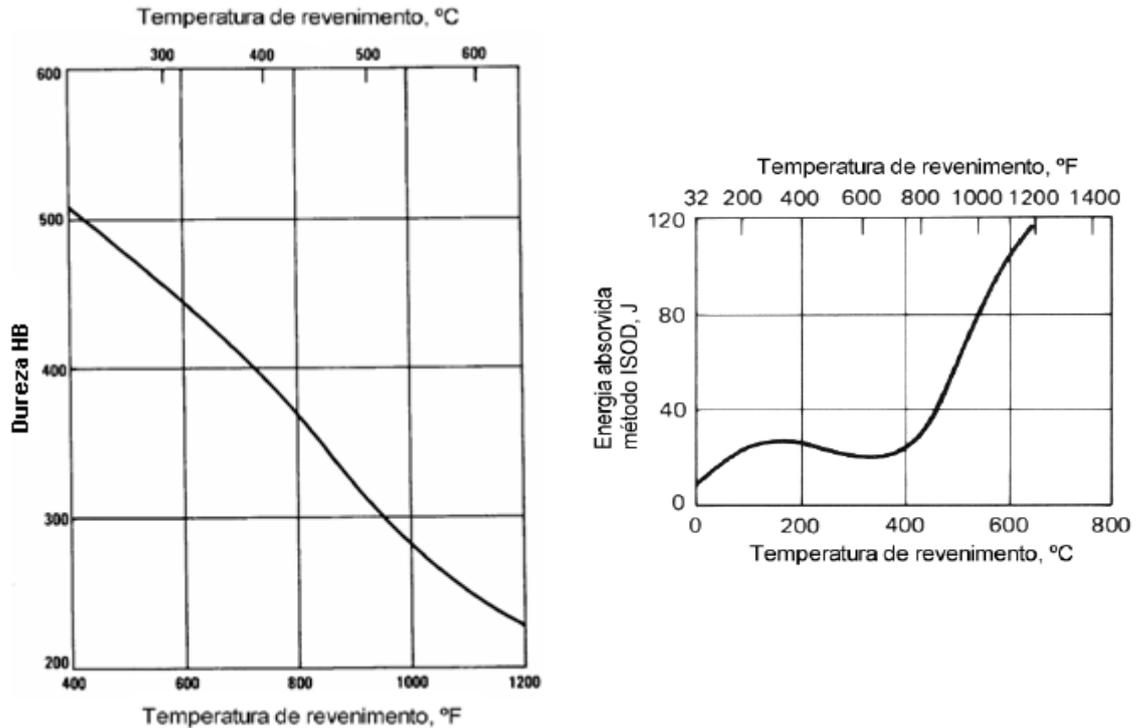


Figura 11– (a) Curva de dureza em função da temperatura do aço 4140, normalizado a 870°C e temperado. (b) Tenacidade em função da temperatura de revenimento para o aço 4140 revenido por uma hora ( Chandler,1995).

A velocidade de resfriamento e a temperatura máxima de austenitização determinam diretamente as condições de dureza. Para obtermos boas propriedades mecânicas após a têmpera, o aquecimento até a temperatura de austenitização deve levar em conta a austenita de granulação fina. Portanto, a temperatura antes da têmpera deve ser geralmente um pouco acima da temperatura de transformação da austenita (Ribeiro, 2006).

O revenido de alguns aços, principalmente em aços-liga de baixo teor em liga, caracteriza-se por adquirir fragilidade na faixa de temperaturas entre 375 e 575 °C, fenômeno este conhecido como fragilização por revenido. A fragilização ocorre mais rapidamente na faixa entre 450 e 475°C. Os aços carbono comuns contendo manganês abaixo de 0,3% não apresentam este fenômeno. Contudo, aços contendo apreciáveis quantidades de manganês, níquel e cromo, além de uma ou mais impurezas, tais como antimônio, fósforo, estanho ou arsênio são suscetíveis. A presença desses elementos de liga e das impurezas desloca a transição dúctil-frágil para temperaturas significativamente mais elevadas. Foi observado que a propagação de trincas nesses materiais fragilizados é intergranular. Além disso, foi

determinado que os elementos de liga e as impurezas se segregam preferencialmente nessas regiões.

### **2.7 Austenita retida**

Durante o processo de obtenção de aços temperados, o material sofre uma transformação, passando de uma estrutura austenítica para outra, em que predomina a martensita. A transformação geralmente não é completa, restando, nos espaços entre as ripas e placas de martensita, uma fase residual de austenita retida.

Esta componente é indesejável, pois degrada as propriedades mecânicas dos aços temperados, sendo que a austenita retida pode tornar-se metaestável com o tempo, transformando-se posteriormente durante a ação do trabalho a frio (como os aços austeníticos ao manganês Hadfield) quer durante o revenido, ou simplesmente por envelhecimento à temperatura ambiente. Estes fenômenos podem ocasionar mudanças dimensionais inesperadas, já que estas tensões podem resultar na formação de trincas, principalmente em peças de formas mais complexas e feitas de aços-ferramentas altamente ligados (Herberling,1992). Além disso, grandes quantidades de austenita retida podem ainda impedir que se atinja a dureza final desejada no aço, porque a austenita pode se transformar num produto (ferrita mais carboneto) com dureza inferior à da martensita, durante as subseqüentes operações de revenido (Chiaverini, 2005).

Em aços temperáveis com mais de 0,55% de carbono alguma austenita usualmente permanece retida após a têmpera, principalmente na presença de elementos gamagênicos e do carbono, que estabilizam a austenita, aumentando a energia necessária para produzir o mecanismo de cisalhamento na formação da martensita e ocasionando uma queda no valor de  $M_s$  e  $M_f$ , o que favorece o aparecimento de austenita retida. O efeito da presença de elementos de liga na temperatura  $M_i$  e no teor de austenita retida é mostrado na Tabela 2.

Tabela 2 – Efeito da adição de elementos de liga na temperatura  $M_s$  e austenita retida em aço 1% de carbono (Roberts *et al.*, 1980)

Elemento	Mudança na temp. $M_i$ para 1 % do elemento	Mudança no % de austenita retida para 1 % do elemento
Carbono	-540 °F	+50 %
Manganês	-60 °F	+20 %
Cromo	-40 °F	+11 %
Níquel	-30 °F	+10 %
Molibdênio	-20 °F	+9 %
Tungstênio	-20 °F	+8 %
Cobalto	+10 °F	-3 %
alumínio	+30 °F	-4 %

Para aços com teores de carbono menores que 0,3% de carbono a temperatura  $M_f$  se situa a temperaturas abaixo da temperatura ambiente. Para aços carbono de baixa liga a temperatura parece ser próxima a  $-155^{\circ}\text{C}$  e para aços rápidos de alto teor de carbono e cromo a temperatura  $M_f$  se encontra próxima à temperatura de  $-100^{\circ}\text{C}$ , independentemente da posição do  $M_s$  (Chiaverini, 2005).

Durante o tratamento térmico é necessário a adoção de algumas precauções em relação às temperaturas de austenitização e à taxa de resfriamento, pois uma alta temperatura de austenitização pode ocasionar o aumento do tamanho de grão e uma maior dissolução de carbono e elementos de liga na rede baixando a  $M_s$ . Verifica-se que quanto maior este tamanho de grão maior o deslocamento para direita das curvas de início e fim da transformação, como consequência do atraso do início e fim da transformação perlitica. A perlita começa a se formar nos contornos de grão da austenita; assim, se a austenita apresenta tamanho de grão elevado, sua total transformação levará mais tempo do que se apresentar grão menor (Chiaverini, 2005).

Assim sendo, os aços com elevado tamanho de grão austenítico tendem a apresentar no esfriamento estrutura martensítica mais facilmente do que aqueles que possuem um menor tamanho de grão. No entanto, aços martensíticos provenientes de uma austenita com pequeno tamanho de grão apresentam melhores propriedades mecânicas quando comparados a aços martensíticos obtidos de uma austenita com granulação grosseira (Chiaverini, 2005).

Caso se interrompa ou diminua a velocidade do resfriamento é possível a ocorrência de alívio de tensões e possivelmente da difusão, reduzindo a força motriz para a formação da martensita, o que dificulta a mobilidade das interfaces de martensita/austenita, levando à redução da  $M_s$  (Collins, 1996). A Tabela

<b>Tratamento</b>	<b>Austenita Retida, %</b>
Resfriamento em água a 20°C	5,8
Resfriamento em óleo a 20°C	7,0
Resfriamento em óleo a 49°C, resfriamento ao ar a 20°C	9,0
Resfriamento em óleo a 121°C, resfriamento ao ar a 20°C	9,5
Resfriamento em banho de sal a 232°C, resfriamento ao ar a 20°C	10,6
Resfriamento em banho de sal a 232°C, resfriamento na água a 20°C	6,1

3 apresenta o teor de austenita retida em função da velocidade de resfriamento do material.

Tabela 3 – Efeito da velocidade de resfriamento e do resfriamento interrompido sobre a quantidade de austenita retida (Chiaverini, 2005).

<b>Tratamento</b>	<b>Austenita Retida, %</b>
Resfriamento em água a 20°C	5,8
Resfriamento em óleo a 20°C	7,0
Resfriamento em óleo a 49°C, resfriamento ao ar a 20°C	9,0
Resfriamento em óleo a 121°C, resfriamento ao ar a 20°C	9,5
Resfriamento em banho de sal a 232°C, resfriamento ao ar a 20°C	10,6
Resfriamento em banho de sal a 232°C, resfriamento na água a 20°C	6,1

As principais técnicas usadas para determinar a presença de austenita retida são metalografia, dilatométrica e intensidade de saturação magnética. Entretanto, esses métodos são imprecisos quando a porcentagem de austenita retida é menor do que 10% ou existe uma quantidade apreciável de carbonetos. A análise de austenita retida por difração de raios-X tem sido a mais utilizada para uma avaliação quantitativa. Entretanto, em aços de médio e baixo carbono, onde a austenita retida se localiza entre as ripas de martensita, pode ocorrer a impossibilidade a detecção da austenita retida por difração de raios-X (Durnin e Ridal, 1998; Arnell, 1998).

Geralmente, um resfriamento drástico resulta em menor quantidade de austenita retida do que um resfriamento mais lento, desde que ambos sejam suficientes para formar martensita. Um aumento na temperatura de austenitização também aumenta a quantidade de austenita retida. (Sastry e Wood, 1982).

Estudos em microscopia eletrônica de transmissão tem mostrado que filmes finos de austenita retida são encontrados nos contornos das ripas e dos pacotes da martensita e nos contornos de grão da austenita anterior. Medidas nas espessuras dos filmes de austenita retida mostram que elas dependem da sua localização. A austenita retida ainda pode ser encontrada sob a forma de blocos descontínuos nos aços maraging e em outros aços ligados contendo alta porcentagem de elementos fortemente estabilizadores da austenita, tal como o níquel (Law, 1979; Koo, 1979).

## **2.9 Tratamento criogênico**

Esta parte do trabalho tem o objetivo de mostrar as principais teorias referentes ao tratamento criogênico, bem como os resultados de pesquisas de alguns trabalhos realizados, os quais apresentam um enfoque nas transformações metalúrgicas ocorridas durante o tratamento criogênico. Observa-se que os resultados encontrados na literatura, às vezes, não são semelhantes, o que pode ocasionar dúvidas quanto às possibilidades de melhoria das propriedades e de mudanças microestruturais envolvidas. Tal fato ocorre principalmente em virtude das variadas técnicas de tratamento criogênico empregadas e à falta de um melhor detalhamento das condições de aplicação das mesmas. Considerações também devem ser feitas quanto às diversas variáveis que podem influenciar no efeito do tratamento criogênico.

A utilização de aços a temperaturas abaixo de 0°C para melhoria das propriedades do aço não é uma prática recente. Segundo Rick Frey (1986), os antigos fabricantes suíços expunham os componentes de seus relógios às severas temperaturas do inverno nos Alpes, com o objetivo de melhorar suas propriedades. Atualmente, os processos criogênicos são usados em vários campos da ciência e em diversas aplicações, como na medicina (Criobiologia), física (Supercondutores), dentre outros.

Nas últimas décadas, um grande interesse tem sido demonstrado pelo efeito de baixas temperaturas no tratamento térmico dos aços, particularmente dos aços ferramentas. Alguns dados da literatura indicam que a vida das ferramentas de corte e outros componentes podem aumentar significativamente após os mesmos serem submetidos ao tratamento térmico subzero (abaixo de 0°C). Os resultados apresentados chegam a ser surpreendentes e, dependendo da aplicação, foi obtido

significativo aumento na vida das ferramentas, variando de 92 a 817% com as ferramentas tratadas com a temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  (Paulin, 1992).

O tratamento, diferentemente dos revestimentos, é aplicado em todo o volume e não apenas superficialmente, o que garante a manutenção de suas propriedades após reafiação. Porém, a falta de consenso metalúrgico sobre os mecanismos envolvidos no aumento da resistência ao desgaste e alguns resultados contraditórios encontrados na literatura (Smolnikov e Kossovick, 1980; Teseitline *et al.*, 1980 e Zhumd', 1980) acarretam em questionamentos no que diz respeito ao uso prático deste tipo de tratamento. A comercialização da técnica de criogenia metalúrgica é recente, o que requer uma maior investigação sobre os fenômenos envolvidos nesse tratamento térmico.

### **2.9.1 Variações dos tipos de tratamentos criogênicos**

Os processos de tratamento encontrados na literatura são bastante variados. Eles são diferenciados principalmente pela temperatura, tempo de tratamento e formas de resfriamento.

Collins (1996), entre outros autores, adotaram a classificação do tratamento criogênico em duas categorias, tendo como referência faixas de valores da temperatura de tratamento pré-estabelecidas. São elas :

- 1- Tratamento Subzero: Temperaturas até  $-80^{\circ}\text{C}$  em média.
- 2- Tratamento Criogênico – Temperaturas próximas à do nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ).

Além desta classificação, existem outras variações nos processos de tratamento como, por exemplo, a taxa de resfriamento, que pode ser lenta ou rápida. O resfriamento rápido geralmente é feito pela imersão direta no meio refrigerante, principalmente no nitrogênio líquido, e o lento através da exposição da peça em uma atmosfera gasosa do refrigerante.

Algumas dúvidas são levantadas com relação às formas de resfriamento. Uma delas é a possibilidade do choque térmico quando no resfriamento rápido por imersão em nitrogênio líquido, que pode ocasionar distorção e trincas, e a outra é o longo intervalo de tempo gasto no ciclo de tratamento criogênico lento, em geral 24 horas ou mais (Kamody, 1999).

A aplicação do tratamento em aços-ferramentas pode ser realizada antes ou após o revenimento; entretanto, há dúvidas sobre qual é o mais adequado e quantos ciclos são necessários para otimização na utilização do tratamento criogênico (Alexandru *et al.*, 1990 e Yun *et al.*, 1998).

Um dos primeiros métodos usados em tratamento subzero foi proposto na extinta União Soviética por Gulyaev (1937), com o objetivo de eliminar a austenita retida presente nos aços após têmpera. As ferramentas eram tratadas em uma célula de resfriamento, que consistia de um recipiente com a parte interna de cobre e a externa de aço isoladas termicamente (Figura 12). O espaço entre as duas camadas do recipiente era preenchido com dióxido de carbono sólido ou substâncias como etano, etileno, freon-13, dentre outras. As temperaturas usadas eram na faixa de -80 a -100°C aplicadas durante um intervalo de tempo de ½ a 1 hora.

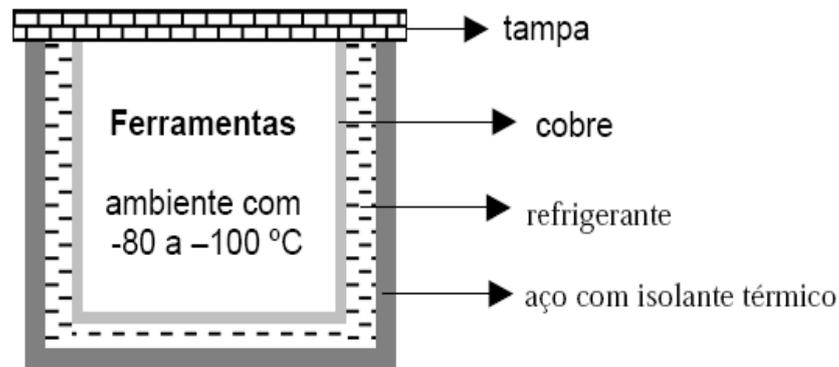


Figura 12 – Célula de resfriamento utilizada por Gulyaev.

Em 1972, alguns tratamentos foram feitos em ferramentas prontas para uso pela imersão direta (*shock cooling*) em nitrogênio líquido a -196°C, durante 10 minutos. Os testes foram feitos para condições de produção em 200 indústrias. Foi observado um aumento médio na vida das ferramentas em 70%, mas somente em alguns tipos de ferramentas (Zhmud, 1980).

Outro tipo de tratamento criogênico era feito após o revenido com a imersão em nitrogênio a -196°C e posterior aquecimento a 400°C de 30 a 60 minutos. Isto evitava o aparecimento de trincas, com resultados que apresentaram um aumento de 50 a 100% na vida das ferramentas tratadas (Pampolo, 1980).

Em 1974, Barron cita que, na década de 60, algumas companhias começaram a desenvolver processos de tratamento criogênico para melhorar a resistência ao desgaste de ferramentas de corte, engrenagens e facas guilhotina. Um processo chamado Per-O-Bonding foi citado por Barron como o que apresentava

os melhores resultados no aumento na vida das ferramentas (até 600%). Este processo consistia de um resfriamento bem lento até  $-196^{\circ}\text{C}$  com taxa de  $2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , mantendo-se esta temperatura por 20 horas em média, e um aquecimento lento com taxa de  $2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até a temperatura ambiente, posteriormente aquecendo-se a  $196^{\circ}\text{C}$  para alívio das tensões que podem ocorrer no processo (Miller, 1980). Durante o processo, as peças não entram em contato com o nitrogênio. Barron cita que o uso de processo a seco evita problemas de choque térmico devido à imersão direta em nitrogênio líquido e garante um maior controle das temperaturas da peça resfriada.

Outro processo citado na literatura por Taylor em 1978 foi desenvolvido pela BOC Ltda, chamado de Cryotough, que consistia de um pré-resfriamento em temperaturas próximas a  $-196^{\circ}\text{C}$  durante 3 horas e imersão direta em nitrogênio líquido a  $-196^{\circ}\text{C}$ , mantendo-se nesta temperatura por 10 horas em média (Figura 13 (a)), com aumento nas vidas de brocas e matrizes de até 600%, em ferramentas de até 300% e de fresas de até 200%. Reasbeck em 1989 cita este mesmo processo, porém realizado com resfriamento controlado a  $-196^{\circ}\text{C}$  durante 8 horas, a fim de evitar choque térmico. Ao se atingir a temperatura a peça sofria um banho em nitrogênio líquido por 28 horas e aquecimento até temperatura ambiente durante 30 horas.

Hoje é comum a realização dos tratamentos criogênicos em máquinas chamadas “processadores criogênicos” (Figura 13 (b)). Estes equipamentos são capazes de realizar o ciclo de resfriamento e aquecimento com maior controle de temperatura e maior repetibilidade do processo, através do uso de computadores que controlam o fluxo de nitrogênio dentro da câmara de resfriamento. O tratamento, neste caso, é feito através de um resfriamento lento a  $-196^{\circ}\text{C}$  em uma atmosfera gasosa em nitrogênio (processo a seco), mantendo-se esta temperatura por períodos de 20 a 60 horas, retornando depois lentamente à temperatura ambiente e posterior aquecimento a  $196^{\circ}\text{C}$ . Este tipo de processo é diferente daqueles no qual o material é banhado com nitrogênio líquido (Paulin, 1992).

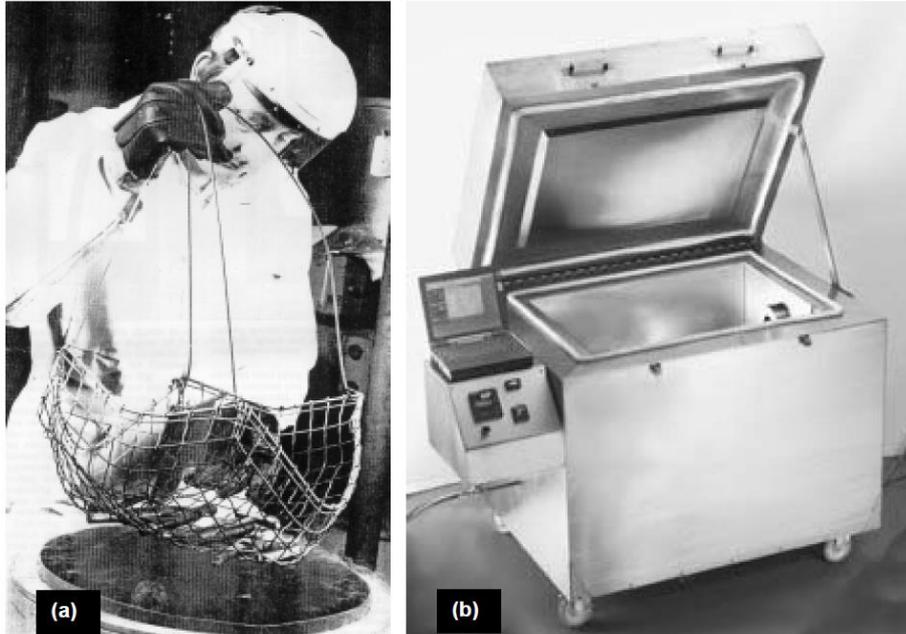


Figura 13 – (a) Processo de tratamento Cryotough com nitrogênio líquido a  $-196^{\circ}\text{C}$ . (b) Típico processador criogênico (Taylor, 1978).

O tratamento por imersão direta em nitrogênio líquido ainda é praticado, mesmo com a disponibilidade dos equipamentos que realizam o processo a seco. A empresa americana NU-Bit Inc. desenvolveu um destes processos denominados de NBP, que consiste na imersão da peça em nitrogênio a  $-196^{\circ}\text{C}$ . A etapa de imersão é feita durante 10 minutos e a peça é mantida na temperatura criogênica por um tempo necessário para atingir o equilíbrio, o qual depende da dimensão da peça. Após este período, a peça é aquecida à temperatura ambiente, totalizando um tempo de tratamento que varia de 1 a 2 horas. A Figura 14 ilustra este processo.

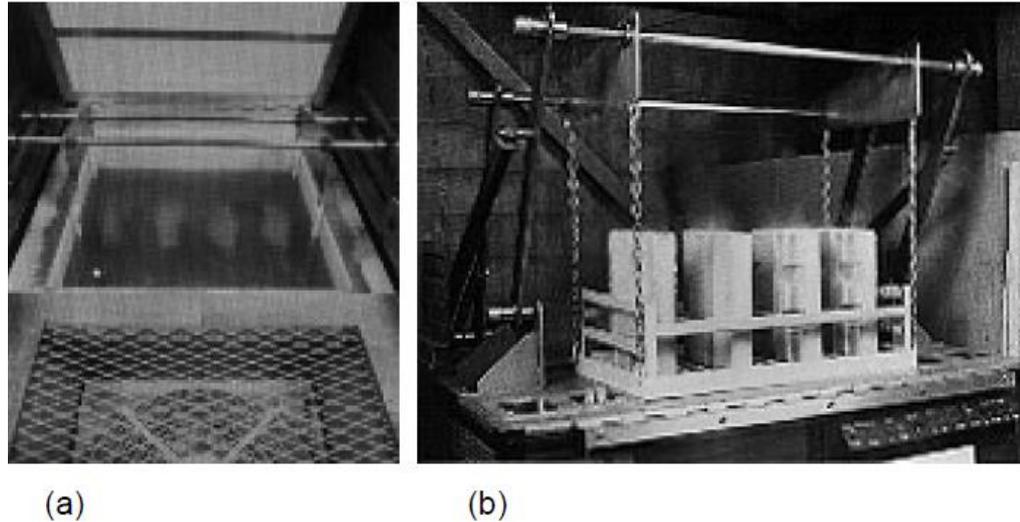


Figura 14 – (a) Sistema de banho em nitrogênio líquido do processo NBP. (b) Carga de aço AISI H13 depois do banho, sobre um ventilador para aquecimento a temperatura ambiente (Kamody, 1999).

Segundo Kamody (1999), o tempo requerido nos processos de tratamentos criogênicos convencionais a seco e com baixa de resfriamento é muito grande, em geral maior que 24 horas, tornando-o inadequado para ser incorporado ao ciclo de tratamento convencional de têmpera e revenido. Mesmo com a possibilidade de choque térmico no processo de imersão em nitrogênio líquido, resultados satisfatórios, com aumento na resistência ao desgaste e na vida de ferramentas de 42 a 211% foram encontrados (Cohen e Kamondy, 1998).

Mesmo com diferentes tipos de tratamentos criogênico, os resultados obtidos com o uso desta técnica, em geral, são favoráveis ao aumento do desempenho das ferramentas, apesar da presença de alguns resultados que não conferem mudança nenhuma ou até apresentam piores desempenhos em alguns casos. Esta inconstância nos resultados deve-se principalmente ao não conhecimento de todos os mecanismos envolvidos e das variáveis que influenciam os mesmos.

### 2.9.2 Tratamento subzero e criogênico profundo

O tratamento térmico a temperaturas abaixo de zero é um processo geralmente suplementar ao processo de tratamento térmico convencional em aços. Consiste no resfriamento do material a temperaturas extremamente baixas, o que afeta todo o volume do material e não apenas sua superfície, induzindo a transformação de fase e precipitação da fase martensítica, sendo geralmente usado

anteriormente ao tratamento de revenimento. A forma de passagem de calor é do tipo sólido-sólido. Esse tipo de tratamento possibilita, entre outros aspectos, uma maior estabilidade dimensional e maior resistência à fadiga.

O tratamento a baixas temperaturas tem como variáveis o tipo de material, os parâmetros de têmpera, tempo de permanência à temperatura escolhida que geralmente precisam ficar submetidas a temperaturas criogênicas (acima de 8 horas) à forma de resfriamento e do reaquecimento natural até a temperatura ambiente.

As mudanças microestruturais no material atribuídas ao tratamento a baixas temperaturas resultam em diferentes efeitos. Este tratamento minimiza o teor da austenita retida devido à diminuição da temperatura do material até temperaturas próximas do fim de transformação martensítica ( $M_f$ ). Outro fenômeno provocado pelo tratamento é a precipitação de microcarbonetos, que são responsáveis pelo aumento da dureza e resistência ao desgaste dos componentes processados.

O tratamento criogênico profundo não deve ser confundido com o subzero, pois o primeiro se realiza a temperaturas muito mais baixas. O tratamento subzero é realizado a temperaturas na ordem de  $-80^{\circ}\text{C}$ , utilizando metanol, gelo seco ou freon, sendo a peça submersa nesses fluidos, objetivando a estabilização da martensita e a transformação da austenita retida após a têmpera. Entretanto esse processo é limitado em  $-80^{\circ}\text{C}$  e não alcança a linha  $M_f$  de alguns aços, sendo impossível a transformação completa da austenita em martensita. No tratamento subzero é possível observar um aumento da dureza, redução da tenacidade, estabilidade dimensional e pequeno aumento, em alguns casos, na resistência ao desgaste (Canale *et al*, 2008).

Grande parte da austenita retida é transformada em temperaturas entre  $-110^{\circ}\text{C}$  e  $80^{\circ}\text{C}$  e apenas uma pequena quantidade se transforma entre  $-196^{\circ}\text{C}$  e  $-110^{\circ}\text{C}$  (Mariante, 1999). Assim o tratamento subzero diminui substancialmente a quantidade de austenita retida em relação ao tratamento térmico convencional a baixas temperaturas.

O tratamento criogênico profundo é realizado a temperaturas próximas ao nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ), e não só transforma a austenita retida em martensita como também altera a morfologia da martensita de tetragonal para octaedral. Então, após o tratamento criogênico, uma grande quantidade da austenita retida foi

transformada em martensita e subsequentemente decomposta. Ao revenir esta martensita tratada criogenicamente, haverá a precipitação de finos carbonetos com uma distribuição mais homogênea na martensita revenida, o que produzirá maior resistência e tenacidade na matriz martensítica aumentando, assim, a resistência ao desgaste (Collins, 1997; Yun, 2008).

A Figura 15 faz uma comparação da quantidade de austenita retida presente em um aço em função do teor de carbono quando temperado de modo convencional e temperado seguido de resfriamento. Pode ser observado que em temperatura ambiente que a temperatura  $M_f$ , ocorre na temperatura ambiente a  $20^\circ\text{C}$  para cerca de  $0,6\%C$ . A quantidade real de austenita retida sob essas condições é superior a  $3\%$  e, após resfriamento a  $-196^\circ\text{C}$ , há ainda quase que  $1\%$  de austenita retida (Reed Hill, 1982)

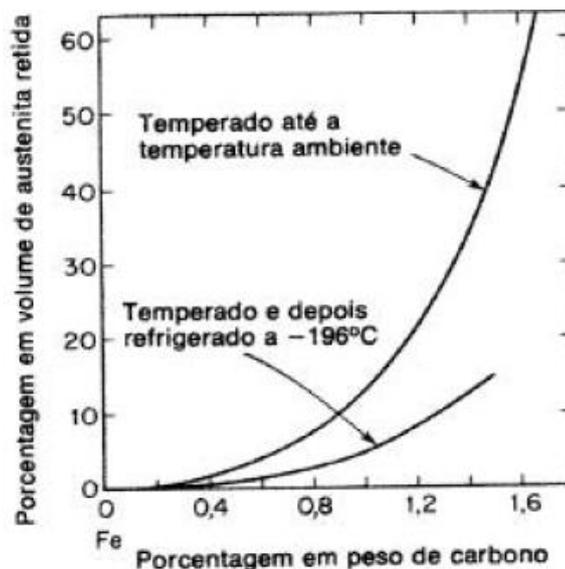


Figura 15 – Variação da austenita retida com o teor de carbono (Reed Hill, 1982).

### 2.10 Mudanças microestruturais do tratamento criogênico

Existem dois mecanismos distintos atuantes que explicam os efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas dos aços. O primeiro é a transformação da austenita retida em martensita a temperaturas próximas de  $M_f$  e o segundo é a precipitação de microcarbonetos. Collins e Domer (1997) verificaram que o tratamento criogênico tem efeito principalmente na martensita, causando mudanças cristalográficas e microestruturais que resultam em precipitação e distribuição mais fina de carbonetos na microestrutura revenida, com subsequente aumento na tenacidade e resistência ao desgaste.

A transformação da austenita retida em martensita ocorre para a maioria dos aços a temperaturas de tratamento entre  $-110^{\circ}\text{C}$  e  $-80^{\circ}\text{C}$ . No entanto, a melhoria das propriedades mecânicas não pode ser atribuída somente à eliminação da austenita retida, uma vez que há uma melhora da propriedade com a contínua diminuição da temperatura. Isto pode ser explicado através da precipitação de carbonetos ultrafinos conhecidos como carbonetos  $\eta$  a temperaturas muito baixas, próximas a  $-190^{\circ}\text{C}$ , durante longos períodos de resfriamento (Yun, Xiaoping e Hongshen, 1998).

Por ser um fenômeno adifusional complexo de transformação de fase e tendo em vista os baixos valores de temperatura e mobilidade dos átomos, o mecanismo de precipitação de carbonetos a temperaturas criogênicas é pouco conhecido. Segundo Collins e Dormer (1997), finos carbonetos se precipitam na estrutura cristalina devido a mudanças microestruturais que ocorrem na martensita, fenômeno este denominado “condicionamento da martensita a baixas temperaturas”. Apesar de se tratar de um mecanismo ainda não totalmente entendido, Collins (1996) sugere que, com o resfriamento contínuo ocorre um aumento da energia de deformação, aumentando a instabilidade da martensita, possivelmente afetando a estrutura de discordâncias presente, na medida em que a rede cristalina do ferro sofre contração nos espaçamentos interatômicos.

Existindo tempo suficiente de permanência a baixas temperaturas, átomos de carbono são forçados para fora das posições intersticiais originais devido à contração da rede, sendo deslocadas para novas posições onde formam a estrutura de um carboneto de transição de dimensões submicroscópicas. Devido às baixas temperaturas esta migração é lenta e por isto demandam longos tempos (de 24 a 72 horas). No aquecimento subsequente, à temperatura ambiente ou acima dela, estas estruturas formadas em grandes quantidades na matriz martensítica atuam como núcleos para a formação de finos carbonetos estáveis.

Logo após o tratamento criogênico é frequente o revenimento do material. No tratamento criogênico, a decomposição da martensita e a precipitação de carbonetos ultrafinos são semelhantes ao revenimento convencional, divergindo apenas pelo fato das transformações ocorrerem a baixas temperaturas, fazendo com que os precipitados sejam muito menores e mais difusos (Yun, et al, 1998).

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 Huang et al. (2003) mostra que através de técnicas de difração de nêutrons verificou-se que os parâmetros  $a$  e  $c$  da martensita comportam-se de maneira diferente durante as etapas de resfriamento criogênico e descongelamento.

O parâmetro  $a$  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 o que ocorre segregação de átomos de carbono durante o tratamento criogênico. Os átomos de carbono ocupam predominantemente os interstícios octaédricos, supersaturando o reticulando. Quando ocorre, a segregação desses átomos afeta 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.

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

Assim o tratamento criogênico não só transforma a austenita retida em martensita, mas também altera a morfologia da martensita de tetragonal para octaedral. Então, após o tratamento criogênico grande quantidade da austenita retida é transformada em martensita e subsequentemente decomposta. Ao revenir esta martensita tratada criogenicamente, ocorre à precipitação de finos carbonetos e, devido a esta distribuição mais homogênea na martensita revenida, aumenta-se a

resistência e tenacidade na matriz martensítica e, conseqüentemente, a resistência ao desgaste (Collins e Dormer, 1997; Yun et al 2008).

Segundo Collins (1996), a maioria dos aços quando resfriados a temperaturas entre  $-80$  e  $-110^{\circ}\text{C}$  tem quase toda a austenita retida eliminada, desde que esta austenita retida ainda não tenha sido estabilizada. Isto ocorre quando a mesma é deixada por um longo intervalo de tempo à temperatura ambiente ou acima desta, antes do tratamento criogênico ser realizado. Quando um tempo excessivo antes do tratamento subzero é transcorrido, seja à temperatura ambiente ou durante o revenimento, existe uma tendência à estabilização da austenita, reduzindo ou até mesmo eliminando a transformação da mesma durante o futuro resfriamento (Roberts et al., 1980).

Yun et al. afirmaram que, se o TC for realizado entre a etapa de têmpera e a de revenimento, após o tratamento criogênico somente 1,5% da austenita retida permanecerá na microestrutura. Além disto, se o TC for realizado após a etapa de revenimento, cerca de 5% da austenita permanecerá retida na microestrutura dos aços.

Meng et al. (1994) realizaram tratamentos criogênicos em aços ferramenta e, através de técnicas de difração de raios-X e microscopia eletrônica de transmissão, verificaram a presença de microcarbonetos do tipo  $\eta$ , com dimensões que variavam de 20 a 40 nm de comprimento e 5 a 10 nm de largura. Foi atribuída as estes carbonetos a maior resistência ao desgaste, ao invés da transformação da austenita retida em martensita, como descrito em muitas pesquisas. Entretanto, de acordo com Yun et al., o tamanho desses carbonetos estaria na faixa de 26 a 60 Å de diâmetro, sendo portanto cerca de 10 vezes menor.

Yen e Kamody (1997) também constataram a precipitação destes carbonetos no revenimento depois do tratamento criogênico por imersão direta em nitrogênio líquido (ciclo total de tratamento de 1 a 2 horas). As transformações sofridas pelas amostras durante o tratamento foram divididas em três etapas.

A austenita retida transforma-se em nova martensita, a qual tem diferentes parâmetros de rede (maior relação  $c/a$ ) que a martensita original. Com o aquecimento até a temperatura ambiente, o parâmetro de rede da nova martensita diminui. A relação  $c/a$  da nova martensita aproxima-se daquela da martensita original, porém não chega a ser a mesma.

Popandopulo e Zhukova (1980) realizaram estudos de dilatometria e análises de fases durante o tratamento criogênico por imersão em nitrogênio líquido. Eles observaram uma redução no volume das amostras na faixa de  $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Atribuiu-se este comportamento à decomposição parcial da martensita e à precipitação de átomos de carbono nas discordâncias, bem como à formação de carbonetos submicroscópicos.

Paulin (1992) também cita a presença de finos carbonetos precipitados e sua importância nas propriedades do material. O carbono precipitado reduz a tensão interna da martensita e minimiza sua susceptibilidade ao surgimento de microtrincas, enquanto a distribuição de carbonetos finos e muito duros aumenta a resistência ao desgaste.

Pode-se ver que a transformação da austenita retida e a precipitação de microcarbonetos tem sido abordadas por muitos autores como sendo os principais mecanismos responsáveis pela maior resistência ao desgaste de ferramentas tratadas criogenicamente. Possivelmente, outros mecanismos podem estar presentes (Reasbeck, 1989), já que resultados benéficos do tratamento criogênico também foram encontrados em ligas de cobre (eletrodos de solda), metais duros e alumínio para aplicações aeroespaciais. Um maior entendimento destes mecanismos e como eles podem influenciar as propriedades de materiais torna-se necessário.

Embora a transformação da austenita-martensita e a precipitação de carbonetos sejam mencionados com frequência como a principal justificativa dos efeitos do tratamento criogênico, estas não se constituem como a única explicação satisfatória, pois há uma ampla variedade de materiais cuja resposta a baixas temperaturas não pode se explicar desse modo. As teorias mais plausíveis apontam a eliminação de tensões e pequenos defeitos a nível microcristalino, os quais proporcionam estruturas mais homogêneas e contínuas (Wurzbach e DeFelice, 2003).

### **2.11 Efeito do tratamento criogênico no aço M2**

Uma pesquisa feita variando o ciclo criogênico em aços equivalentes ao M2 fez a quantificação das partículas precipitadas e verificou sua influência nas características do material (Alexandru et al., 1990). O estudo envolveu sete

amostras, cada uma submetida a diferentes ciclos de aquecimento e resfriamento (até 70°C), como descrito na Tabela 4:

Tabela 4 - Ciclos de tratamentos térmicos estudados por Alexandru et al. (1990).

A	Têmpera 1230°C				Ciclo	A(%)	M(%)	C(%)	N <sub>c</sub>	T (min)
B	Têmpera 1230°C	+	Duplo Revenido 560°C		A	42,6	66,6	6,9	-	-
C	Têmpera 1230°C	+	Sub-Zero (-70°C)		B	12,8	74,6	12,5	23.410,24	22
G	Têmpera 1230°C	+	Sub-Zero (-70°C)	+	C	7,5	84,9	7,6	-	38
H	Têmpera 1230°C	+	Sub-Zero (-70°C)	+	G	2,2	85,3	12,5	30.928,49	49
M	Têmpera 1230°C	+	Sub-Zero (-70°C)	+	H	13,3	71,2	15,5	23.788,52	47
N	Têmpera 1230°C	+	Sub-Zero (-70°C)	+	M	1,5	79,9	18,5	42.869,81	51
					N	0,9	81,7	17,4	69.646,09	45

A=Austenita ; M=Martensita ; C=Carbonetos  
 N<sub>c</sub>=Número de carbonetos menor que 1µm / mm<sup>2</sup>  
 T = Vida da ferramenta (min)

Com a utilização de microscópio eletrônico de transmissão (Joel IXA-5A), difratômetro de raios-X (DRON-1X), analisador de imagens (Quantimet 720) e um dilatômetro diferencial (Chevernard), a microestrutura foi analisada e as partículas de carbonetos foram quantificadas. Os resultados confirmaram um aumento na precipitação de carbonetos (variando de 6,9 a 18,5%), redução da austenita retida (variando de 0,9 a 42,6%) e aumento da quantidade de martensita (variando de 66,6 a 85,3%), dependendo do ciclo de tratamento térmico. Os testes de usinagem feitos em ferramentas de barra no torneamento de aço ABNT 1050 apresentaram um aumento significativo na vida das ferramentas tratadas criogenicamente.

Atribuiu-se o aumento na vida das ferramentas à redução para quantidades mínimas de austenita retida, maior quantidade de martensita, maior densidade de carbonetos finos e uma distribuição mais favorável dos elementos de liga entre os carbonetos na matriz.

Barron (1982), após tratar criogenicamente vários materiais encontrou um aumento significativo na resistência ao desgaste abrasivo a dois corpos feitos de aço rápido M2 mantidos a -84°C durante 24 horas, quando comparado com o tratamento térmico de têmpera e revenimento convencional. Quando a temperatura do tratamento criogênico foi reduzida a -196°C obteve-se uma resistência ainda maior.

No processo de revenimento ocorre a precipitação de carbonetos tipo  $\eta$  na matriz da nova martensita formada. Fez-se, então, uma avaliação da influência do

tempo e temperatura de revenimento no percentual dos carbonetos tipo  $\eta$  precipitados e a transformação da austenita retida em aço-rápido T-15, cujos resultados são mostrados na Tabela 5. Nota-se que, depois do tratamento criogênico, o percentual de austenita retida diminuiu de 17,7 para 7,5% em média. Cabe ressaltar também que este percentual é muito semelhante para os diferentes ciclos de revenimento, verificando-se a suposição que a transformação da austenita retida em martensita ocorre como resultado do tratamento criogênico, não dependendo das condições de revenimento. As condições de revenimento, contudo, tiveram grande influência na quantidade de carbonetos tipo  $\eta$  precipitados. Quanto maior o tempo e a temperatura de revenimento maior a quantidade de carbonetos, chegando a variar de 3,1% no revenimento a 204°C por 1 hora a 6,2% para com o revenimento realizado a 538°C por 2 horas.

Tabela 5 – Ciclos de tratamentos térmicos estudados para o aço-rápido T15 (Yen e Kamody,1997).

1	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+																G	A(%)	MC(%)	C(%)	HRC	T1 (mim)	T2 (mim)	Pm1	Pm2	Pm3
																				1	17.7	82.3	0	62.6	960	81	5.65	4.12	2.55
2	7.8	92.3	0	64.6	737	93	6.70	2.29	2.92																				
3	7.5	89.4	3.1	63.4	1122	77	7.15	3.15	2.65																				
4	7.6	89.0	3.4	61.5	1231	91	5.88	1.67	2.96																				
5	7.3	88.6	4.1	60.2	900	67	3.95	1.42	2.71																				
6	7.7	87.7	4.6	62.9	1080	122	3.25	1.89	2.58																				
7	7.2	87.5	5.3	63.7	1265	150	1.81	1.43	2.33																				
8	7.7	86.1	6.2	61.3	2180	155	1.94	1.61	2.40																				

2	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 204 °C (1 h)		
3	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 204 °C (2 h)		
4	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 204 °C (4 h)		
5	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 538 °C (½ h)		
6	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 538 °C (1 h)		
7	Austenitização 1221°C (10 mim)	+	Mantido 149°C (30 mim)	+	<b>Imersão N líquido -196 Ciclo 1 a 2 h</b>	+	Revenido 538 °C (2 h)		

G = Grupo  
A = Austenita  
MC = Martensita e Carbonetos Residuais  
C = Carboneto ( $\eta$ )  
T1 = Vida ferramenta a 61 m/mim  
T2 = Vida ferramenta a 91.5 m/mim  
Pm1 = Perda de massa (  $10^{-8}$  g/m) à 6 m/s de velocidade  
Pm2 = Perda de massa (  $10^{-8}$  g/m) à 8 m/s de velocidade  
Pm3 = Perda de massa (  $10^{-8}$  g/m) à 10 m/s de velocidade

Comparando-se a resistência ao desgaste entre os grupos 1 e 2 com o teor de austenita retida, observa-se que esta apresenta tanto um ganho quanto uma perda na resistência ao desgaste para diferentes condições de teste. Esta influência da velocidade na resistência ao desgaste abrasivo também foi observada nos outros grupos, mas em geral observa-se que quanto maior a quantidade de microcarbonetos  $\eta$ , menor a perda de massa. Conclui-se, então, que a precipitação destes carbonetos exerce maior influência no aumento da resistência ao desgaste abrasivo que a transformação da austenita retida, ambas levantadas por este método.

Analisando a Tabela 5 para o teste de torneamento do aço AISI 4340 com ferramentas T15, observa-se que os grupos 6, 7 e 8 (maiores percentuais de carbonetos  $\eta$ ) tiveram maior vida útil nas duas velocidades de corte usadas. O grupo 5 teve a menor vida útil quando comparado aos outros grupos, principalmente para a velocidade de corte de 91,5 m/min. Este resultado foi atribuído ao menor valor de dureza adquirido por este grupo.

Yun et al. (1998) verificaram mudanças nas propriedades do aço-rápido M2 submetido a diferentes ciclos de tratamento criogênico à  $-196^{\circ}\text{C}$  (Tabela 6). Comparando-se o ciclo tradicional de têmpera e revenimento ( grupo A) com os outros ciclos de tratamento criogênico, observou-se um aumento de 11,5% na resistência à flexão, 43% na tenacidade ao impacto e mudança na dureza a temperatura ambiente e à quente. Os resultados também foram atribuídos à transformação da austenita retida em martensita e à precipitação de carbonetos ultrafinos, sendo o último fator considerado como o ponto chave para as mudanças nestas propriedades.

Tabela 6 – Ciclos de tratamentos térmicos estudados para o aço-rápido M2 (Yun et al., 1998).

Ciclo	Dureza (HRC)	Dureza a Quente (HRC)			RF (MPa)	TI (J/mm <sup>2</sup> )
		600 °C	625 °C	630 °C		
A	63,7	60,6	57,8	55,7	2583	3,5
B	64,8	62,1	57,1	57,5	2880	4,4
C	65,0	63,0	59,3	58,0	2873	4,4
D	65,4	63,1	61,7	59,5	3096	5,0
E	64,3	61,8	58,1	57,3	2611	3,9

Grupo	Têmpera	Tratamento	Revenimento
A	Têmpera 1250°C	+	Triplo Revenido 560°C
B	Têmpera 1250°C	+	<b>1 ciclo de TC (-196) Total 24 h</b> + Triplo Revenido 560°C
C	Têmpera 1250°C	+	<b>1 ciclo de TC (-196) Total 48 h</b> + Triplo Revenido 560°C
D	Têmpera 1250°C	+	<b>3 ciclos de TC (-196) Total 48 h</b> + Triplo Revenido 560°C
E	Têmpera 1250°C	+	Triplo Revenido 560°C + <b>1 ciclo de TC (-196) Total 48 h</b>

RF = Resistência a Flexão  
TI = Tenacidade ao Impacto  
TC = Tratamento Criogênico

A Figura 16 apresenta as micrografias do aço M2 feitas por microscopia eletrônica de transmissão. A Figura 16 (a) mostra uma estrutura apenas temperada composta de martensita e austenita retida, sem a presença de fases precipitadas na estrutura cristalina. Depois do revenimento, a estrutura passa a apresentar precipitados, assim como um grande número de compactas linhas pretas na martensita (Figura 16 (b)).

O tratamento criogênico, após a têmpera, pode promover grandes mudanças na microestrutura, principalmente na transformação da austenita retida em martensita (Figura 16 (c)). Uma análise mais detalhada da estrutura verificou a presença de

carbonetos ultrafinos provenientes da decomposição da martensita. Observou-se, assim como no revenimento realizado após o tratamento criogênico, linhas um pouco mais claras, mais compactas e dispostas em certa sequência (Figura 16 (d)). Os carbonetos precipitados são maiores e melhor distribuídos que aqueles observados só com o tratamento criogênico sem revenimento, porém bem menores que aqueles obtidos só com o tratamento térmico convencional, ainda que melhor distribuídos.

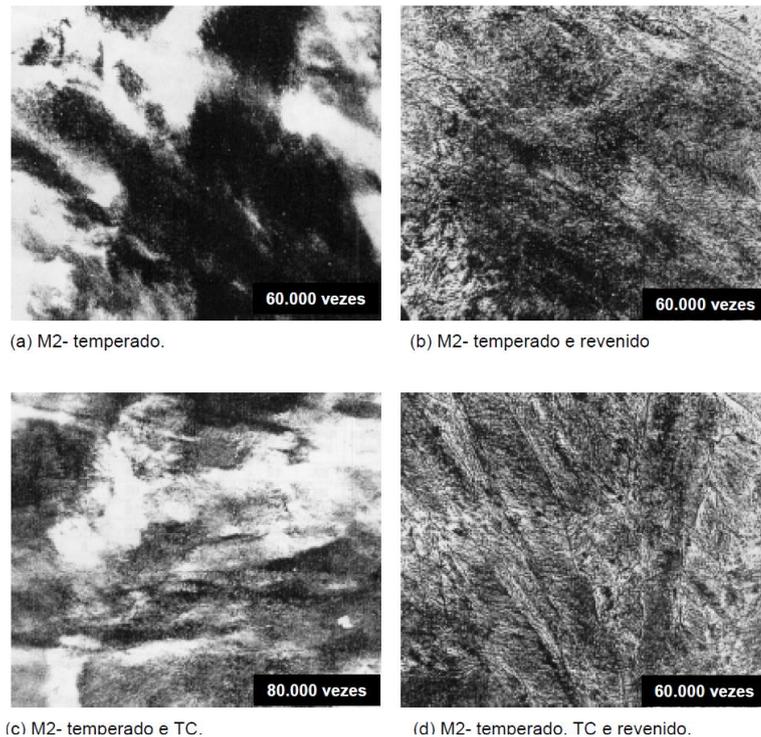


Figura 16 – Micrografias feitas por microscópio eletrônico de transmissão para o aço M2 em diferentes ciclos de tratamentos térmicos (Yun *et. al*, 1998).

Este mecanismo 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 cadeia martensítica. Neste processo, a martensita formada na temperatura ambiente, ou acima dela, se tornaria condicionada em temperaturas de  $-196^{\circ}\text{C}$ . A martensita formada a partir da austenita durante o resfriamento até  $-80^{\circ}\text{C}$  tem necessidade de temperaturas ainda menores que  $-196^{\circ}\text{C}$  para se condicionar.

## 2.12 Propriedades influenciadas pelo tratamento criogênico

Das propriedades influenciadas pelo tratamento criogênico, a resistência ao desgaste abrasivo, em geral, é a mais pesquisada e citada na literatura, principalmente por Barron (1982), Thompson e Brown (1992), Meng, et al. (1993), Collins e Dormer (1997) e Yen e Kamody (1997). Parte dos materiais testados nestas pesquisas apresentou aumento na resistência ao desgaste abrasivo. Os resultados mostraram também ser dependentes de algumas variáveis, tais como condições do teste, composição do material, quantidade de austenita e carbonetos precipitados e condições do tratamento criogênico (temperaturas e tempo de resfriamento).

Paralelamente ao estudo do desgaste abrasivo, outras propriedades do material também foram avaliadas e correlacionadas entre si e com o aumento na vida das ferramentas, entre elas a dureza do material. Contudo, existe certa divergência entre os resultados de dureza encontrados. Barron (1972) não observou mudanças significativas na dureza de vários materiais tratados criogenicamente, porém outros trabalhos (Alexandru et al., 1990 e Yun et al., 1998) já citam mudanças na dureza à temperatura ambiente e dureza a quente de cerca de 1 a 2 pontos na escala HRC para vários aços. Foi observado também que o ganho ou aumento na dureza não tem relação direta com o aumento na resistência ao desgaste do material (Thompson e Brown, 1992).

Moore e Collins (1993) fizeram vários testes em alguns aços variando as condições de tratamento criogênico para verificar o efeito destas na dureza. Foi constatado que, em alguns dos materiais testados apenas a temperatura criogênica teve influência. Já para outros materiais, a taxa de resfriamento e o tempo mantido na temperatura criogênica também influenciaram a dureza. A mudança em outras propriedades, tais como a tenacidade ao impacto e resistência à flexão, também são atribuídos aos tratamentos criogênicos (Alexandru et al., 1990 e Yun et al., 1998).

Ponpadopulo e Zhukova (1980) verificaram mudanças na resistividade elétrica (aumento) e na densidade (diminuição) de um tipo de aço depois do tratamento criogênico por imersão em nitrogênio líquido a  $-196^{\circ}\text{C}$  durante 15 minutos.

A estabilidade dimensional foi considerada o principal fator no uso de tratamentos subzero. O tratamento criogênico consegue prover maior estabilidade dimensional, já que é capaz de eliminar a possibilidade de transformação espontânea da austenita retida proveniente dos tratamentos térmicos convencionais nos componentes em serviço (Brown, 1995).

Collins (1996), através de uma revisão na literatura e alguns testes, fez uma avaliação das propriedades influenciadas pelos dois principais mecanismos, a saber:

1. Transformação da austenita retida;
  - Aumento na dureza (quanto maior a quantidade de austenita transformada, maior o aumento da dureza);
  - Redução na tenacidade;
  - Um modesto aumento ou nenhum efeito na resistência ao desgaste;
  - Estabilidade dimensional.
2. Precipitação de finos carbonetos
  - Aumento na resistência ao desgaste;
  - Aumento na tenacidade;
  - Pouco aumento ou nenhum efeito na dureza.

Apesar da possibilidade da dureza permanecer com o mesmo valor, Yun *et al.* (1998) reportam que a resistência mecânica e dureza a quente são consideravelmente aumentadas pela precipitação dos finos carbonetos.

Em outro artigo, Collins e Dormer (1997) fazem um estudo mais detalhado do efeito do tratamento criogênico nas propriedades do aço ferramentas D2. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** mostra o efeito da temperatura criogênica na dureza e tenacidade, em que se pode observar que a temperatura de austenização tem influência no efeito do tratamento criogênico. Isto se deve principalmente a uma maior ou menor quantidade de austenita retida na matriz em virtude da temperatura de austenização, já que, quanto maior a temperatura de austenização, maior a quantidade de austenita retida (Okorafor, 1987). Na Figura 17(a) até  $-80^{\circ}\text{C}$  tem-se um aumento na dureza devido à transformação da austenita retida em martensita, fato este não muito evidente para a temperatura de austenização de  $970^{\circ}\text{C}$ , na qual a quantidade de austenita retida é inferior àquelas austenitizadas em maiores temperaturas.

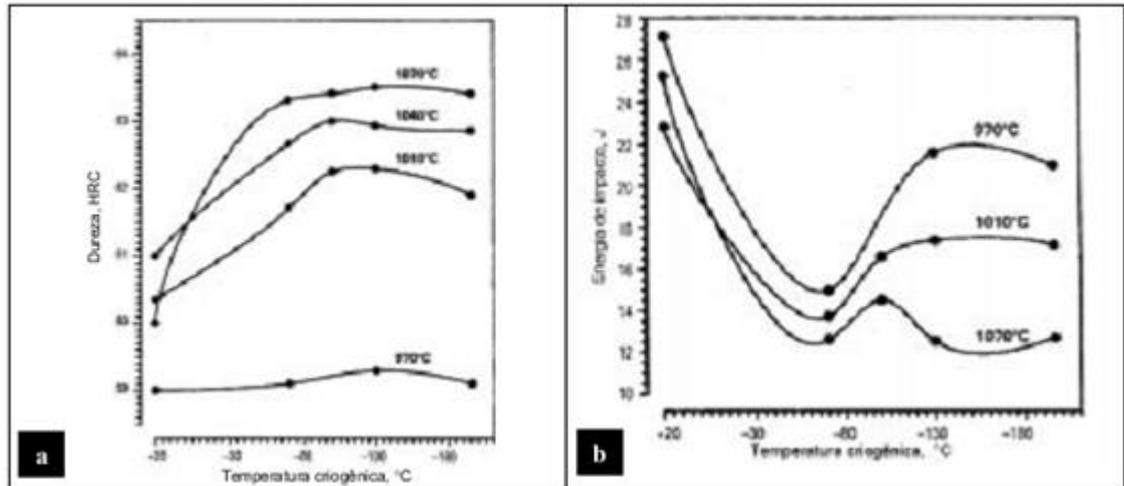


Figura 17 – Efeito da temperatura criogênica do aço ferramenta D2 depois de austenitizado a várias temperaturas: (a) na dureza, (b) na tenacidade. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

Na Figura 17(b) observa-se um comportamento oposto àquele da Figura 17(a), isto é, com o resfriamento até cerca de  $-80^{\circ}\text{C}$  a tenacidade ao impacto é reduzida enquanto a dureza aumenta. Isto é explicado de forma análoga ao resultado do tratamento criogênico para dureza, ou seja, pela transformação da austenita retida em martensita, em que quanto menor a quantidade de austenita retida menor a tenacidade.

Em aços-rápidos, a tenacidade à fratura da matriz é diretamente proporcional ao percentual de austenita retida, sendo que, para o aço-rápido ao molibdênio, a cada 1% de austenita retida temos um aumento de 4,5 a 6% na tenacidade à fratura. Já para o aço-rápido ao tungstênio este aumento é de 4,1 a 4,8% (Jerzy Pacyna, 1987).

Observa-se que a tenacidade foi bastante reduzida na faixa de transformação da austenita em martensita; entretanto, para temperaturas abaixo de  $-80^{\circ}\text{C}$  a tenacidade tende a aumentar. Acredita-se que isto se deve a mudanças microestruturais que ocorrem na martensita, resultando em precipitação de carbonetos, visto que quase toda austenita já foi eliminada. Nota-se na Figura 17(b) que, para temperaturas de austenitização menores, este efeito é bem mais pronunciado, já que maiores quantidades de martensita estão presentes, havendo, portanto, maior quantidade de precipitação de carbonetos.

Na Figura 18, observa-se que, para temperaturas de austenitização menores, a quantidade de carbonetos precipitados durante a fase de revenimento do tratamento criogênico é bem maior, devido a maior quantidade de martensita presente antes do tratamento criogênico, como proposto por Collins e Dormer (1997), resultando assim, em maior resistência ao desgaste.

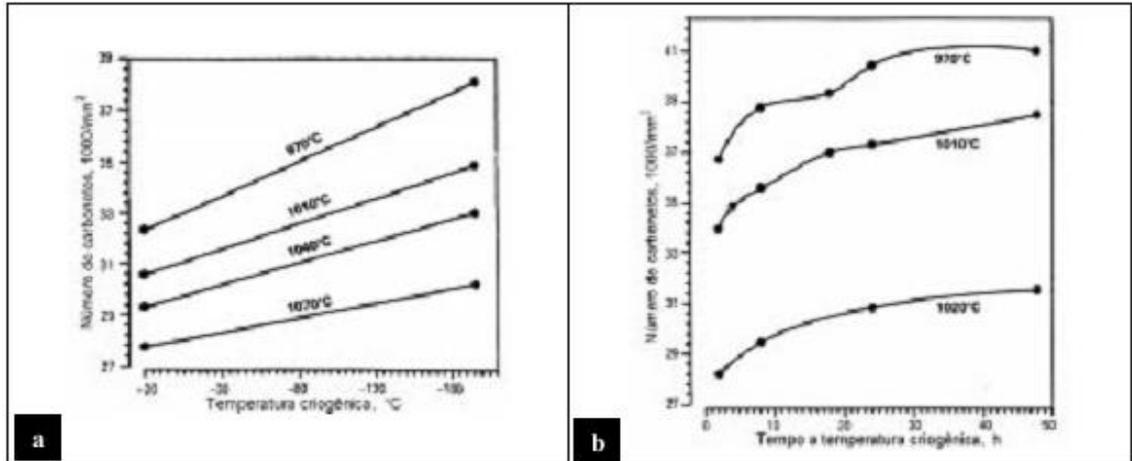


Figura 18 – (a) Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos. (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

Além da temperatura de austenitização, o tempo e a temperatura criogênica influenciam na quantidade de carbonetos precipitados, desempenhando papel importante na resistência ao desgaste.

Maiores temperaturas criogênicas e tempo de tratamento resultam em menor taxa de desgaste, como ilustrado na Figura 19, o que se deve, principalmente, pela maior quantidade de carbonetos formados na matriz martensítica.

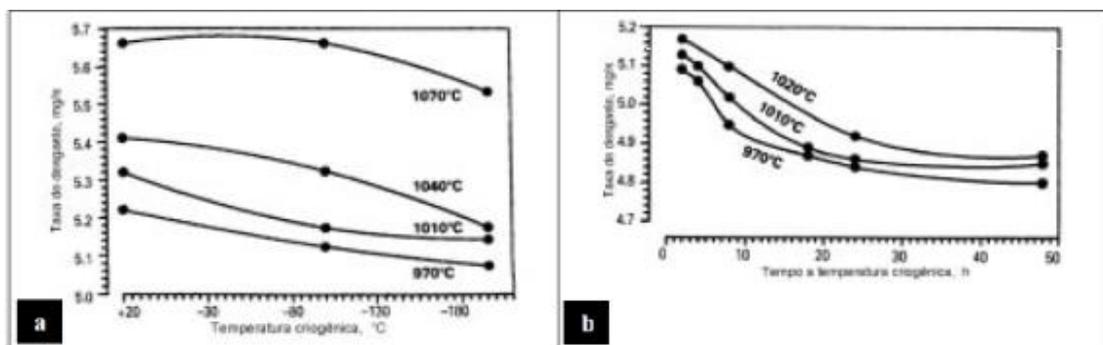


Figura 19 – (a) Efeito da temperatura criogênica na taxa de desgaste. (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na taxa de desgaste. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

### 2.13 Mudanças estruturais e nas propriedades mecânicas do aço 4140 do ao tratamento criogênico

Estudos anteriores sobre o efeito do tratamento criogênico do aço AISI 4140 foram relatados por Senthilkumar et al. em 2010, em que foram realizados ensaios sobre as alterações estruturais, resistência mecânica, tensões residuais e resistência ao desgaste deste aço quando submetidos aos tratamentos térmicos convencionais, subzero e criogênico profundo. A composição do aço estudada por Senthikumar é ilustrada na Tabela 7.

Tabela 7 – Composição química do aço AISI 4140 em peso (Senthilkumar *et al*, 2010).

C	Mn	Si	Cr	Mo	P	S	Fe
0,45	0,75	0,35	1,19	0,21	0,017	0,019	97,01

Para o tratamento criogênico profundo as amostras foram mantidas a  $-196^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas e para o tratamento subzero foram submetidas a  $-80^{\circ}\text{C}$  durante 5 horas. As amostras foram divididas em quatro grupos, nomeados de grupo A (Material como recebido), grupo B (Temperado e Revenido), grupo C (Tratamento Subzero) e grupo D (Criogênico Profundo), com cada grupo possuindo quatro amostras. As amostras do grupo A não receberam nenhum tratamento e os demais grupos sofreram tratamento de têmpera e revenido, com as amostras aquecidas a  $875^{\circ}\text{C}$  por 1 hora e temperadas em óleo por  $30^{\circ}\text{C}$ .

Para a determinação da austenita retida foi realizada a análise por difração de raios-X. O software MAUD foi utilizado para calcular a porcentagem de austenita retida, usando o método do Rietveld.

Senthilkumar (2010) constatou que o teor de austenita retida na amostra temperada e revenida era de 6,5%. Após o tratamento térmico subzero, a austenita retida foi reduzida para 5,1% e durante o tratamento criogênico profundo para 2,7%.

Segundo Senthilkumar (2010), a temperatura  $M_f$  do aço 4140, provavelmente, não deve ser menor que as temperaturas de resfriamento do tratamento subzero, de forma que as diferenças entre os teores de austenita retida durante os tratamentos criogênicos, não podem ser explicadas como o alcance do patamar  $M_f$ . A diminuição do teor de austenita retida pode ser explicada por um aumento da tensão

compressiva residual durante o resfriamento provocada pelo resfriamento criogênico profundo que induziria a transformação da austenita retida em martensita.

Senthilkumar (2010), também observou que o tratamento criogênico reduziu o volume de austenita retida proporcionalmente à redução de temperatura. A temperatura de resfriamento do metal é mais importante que o tempo de permanência devido à característica atérmica da martensita.

A técnica de difração de raios-X pode ser utilizada para a medição da tensão residual utilizando-se do fato de que, quando um metal está sobre tensão, aplicada ou residual, a deformação elástica resultante causa alterações nos planos atômicos da estrutura do metal em seus espaços. Quando o feixe de raios-X é incidido no material policristalino, a difração dos raios-X nos planos cristalográficos segue a lei de Bragg  $n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$ .

As micro e macro tensões medidas em ambas as direções, longitudinal e transversal, para o tratamento convencional, subzero e tratamento criogênico profundo antes e após o processo de revenido estão descritas na Tabela 8.

Senthilkumar *et al*, através da difração de raios-X investigaram a tensão residual do aço 4140 sobre o tratamento criogênico. A difração de raios-X revelou que houve um alívio de tensão residual durante o revenimento, ocorrendo redistribuição do carbono na martensita e precipitação dos carbonetos de transição. Enquanto o tratamento convencional e o subzero promoveram um estado residual de tensão, o tratamento criogênico profundo mostra um estado compressivo de tensão.

Tabela 8 - Medidas da tensão residual para o aço AISI 4140 antes e após o revenimento para os tratamentos criogênicos (Senthikumar *et al*, 2011).

Tipo de Tratamento	Macrotensão Transversal	Macrotensão Transversal Média (MPa)	Macrotensão Longitudinal (MPa)	Macrotensão Longitudinal Média (MPa)	Dureza (HRC)
Tratamento Convencional antes do revenido	-141,6	-136,90	-107,9	-107,97	60,0
	-134,6		-109,0		
	-134,2		-107,0		
Tratamento Sub-zero antes do revenido	-137,2	-125,67	-80,7	-65,26	64,0
	-123,9		-67,4		
	-115,9		-47,7		
Criogênico Profundo antes do revenido	-148,3	-184,06	-146,5	-175,00	66,0
	-193,3		-208,1		
	-210,6		-170,4		
Tratamento Convencional depois do revenido	119,6	+108,10	134,7	+148,76	55,0
	107,6		159,8		
	97,1		151,8		
Tratamento Sub-zero depois do revenido	19,4	+ 19,43	52,3	+49,83	56,7
	18,7		45,3		
	20,2		51,9		
Criogênico Profundo depois do revenido	-68,8	-69,10	-89,9	-88,53	60,3
	-66,6		-89,0		
	71,9		-86,7		

Macrotensões compressivas foram encontradas para todos os tratamentos criogênicos anteriores ao processo de revenimento, enquanto a maior tensão foi desenvolvida no tratamento criogênico profundo. A redução de temperatura reduz a densidade de defeitos na rede (discordâncias) e estabiliza termodinamicamente a martensita, o que permite o deslocamento do carbono para defeitos de rede, formando grupos. Estes grupos agem como núcleos para a formação de finos carbeto quando a tensão é aliviada devido ao subsequente revenimento. A precipitação de carbonetos durante o revenimento e a perda da tetragonalidade da martensita são responsáveis pelo relaxamento de tensão. Entretanto, a diminuição de temperatura do tratamento criogênico promove a transformação de uma quantidade maior de austenita para martensita, o que acarreta no desenvolvimento de uma maior tensão residual compressiva nas amostras submetidas ao tratamento criogênico profundo não revenidas quando comparadas ao subzero e convencional.

Entretanto, o alívio de tensão é maior para as amostras submetidas ao tratamento térmico convencional, que não foram sujeitas ao tratamento criogênico. Gratchev (2009) explicou que as transformações estruturais e de fases podem promover o processo de cisalhamento e também elevar a resistência ao cisalhamento devido ao endurecimento da liga no processo de transformações de fase que estabiliza a estrutura, como na decomposição de soluções sólidas

supersaturadas. Assim, pode se supor que uma estrutura menos estável apresenta um maior relaxamento de tensão que uma estrutura mais estável.

Os resultados dos ensaios de dureza e ensaio a tensão do material aço 4140 realizado por Senthilkumar *et al* são ilustrados na Tabela 9. Senthilkumar mostrou que houve um aumento na dureza de 55 HRC para 56,7 HRC no tratamento subzero e 60,3 HRC no tratamento criogênico profundo. Estes resultados confirmam a transformação da austenita retida em martensita, causando um aumento da dureza.

Senthikumar *et al.* também mostrou uma redução média de 8,61% e 4,45% na resistência à tensão para o tratamento subzero e criogênico profundo em relação às amostras temperadas e revenidas, respectivamente. O maior e o menor desvio padrão de tensão variaram de -2,5% a -15,13% para o tratamento subzero e +2,8 a -12,15% para o tratamento criogênico profundo quando comparadas ao tratamento convencional. Isto pode ser visto na Tabela 9 onde o tratamento criogênico profundo e o subzero tiveram uma pequena diminuição da resistência a tensão média quando comparados ao convencional. Esta pequena redução na tensão pode ser atribuída a uma menor porcentagem da austenita retida. A porcentagem de alongação das amostras temperadas e revenidas ou submetidas ao tratamento criogênico é pequena e mostra aproximadamente o mesmo valor.

Tabela 9 – Resultado do ensaio de tensão e dureza (Senthikumar *et al*, 2011).

Estado	Identificação das amostras	Resistência Tração (N/mm <sup>2</sup> )	Resistência a Tração Média (N/mm <sup>2</sup> )	% de Elongamento	Média de Elongamento	Dureza (HRC)
Material Recebido (Grupo A)	R1	1,022.6	1,039.45 ± 19.5	16.67	16.785 ± 0.4543	32.5
	R2	1,022.6		17.14		
	R3	1,055.3		17.14		
	R4	1,057.3		16.19		
Temperado e revenido (Grupo B)	C1	1,386.2	1,360.15 ± 52	1.43	1.547 ± 0.235	55.0
	C2	1,316.8		1.43		
	C3	1,316.8		1.43		
	C4	1,420.8		1.90		
Tratamento Sub-zero (Grupo C)	S1	1,386.2	1,243.05 ± 133	1.43	1.190 ± 0.196	56.7
	S2	1,316.2		1.19		
	S3	1,091.6		1.19		
	S4	1,178.2		0.95		
Tratamento Criogênico Profundo (Grupo D)	D1	1,074.3	1,299.55 ± 151	1.9	1.312 ± 0.457	60.3
	D2	1,386.2		1.45		
	D3	1,351.5		0.95		
	D4	1,386.2		0.95		

A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** mostra a microestrutura da martensita no aço SAE 4140 após os tratamentos de têmpera, subzero e criogênico profundo, antes e depois do revenido. Não houve mudanças microestruturais significativas observadas no MEV para os diferentes tratamentos. Entretanto, mudanças nos parâmetros de rede foram provadas por Senthikumar *et al* utilizando a técnica de difração de nêutron. A difração indicou diferenças nos parâmetros de rede  $a'$  e  $c'$  durante os processos de resfriamento e revenimento. O parâmetro de rede  $a'$  variou com a temperatura quase linearmente.

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

As alterações do parâmetro de rede  $c'$  ocorrem devido à segregação dos átomos de carbonos que ocorre para aços acima de 0,2% de carbono durante o tratamento criogênico. Os átomos de carbono que predominantemente ocupam os sítios octaédricos ou tetraédricos movem-se a curtas distâncias para regiões de instabilidade e para outros defeitos, afetando os parâmetros de rede  $c'$ .

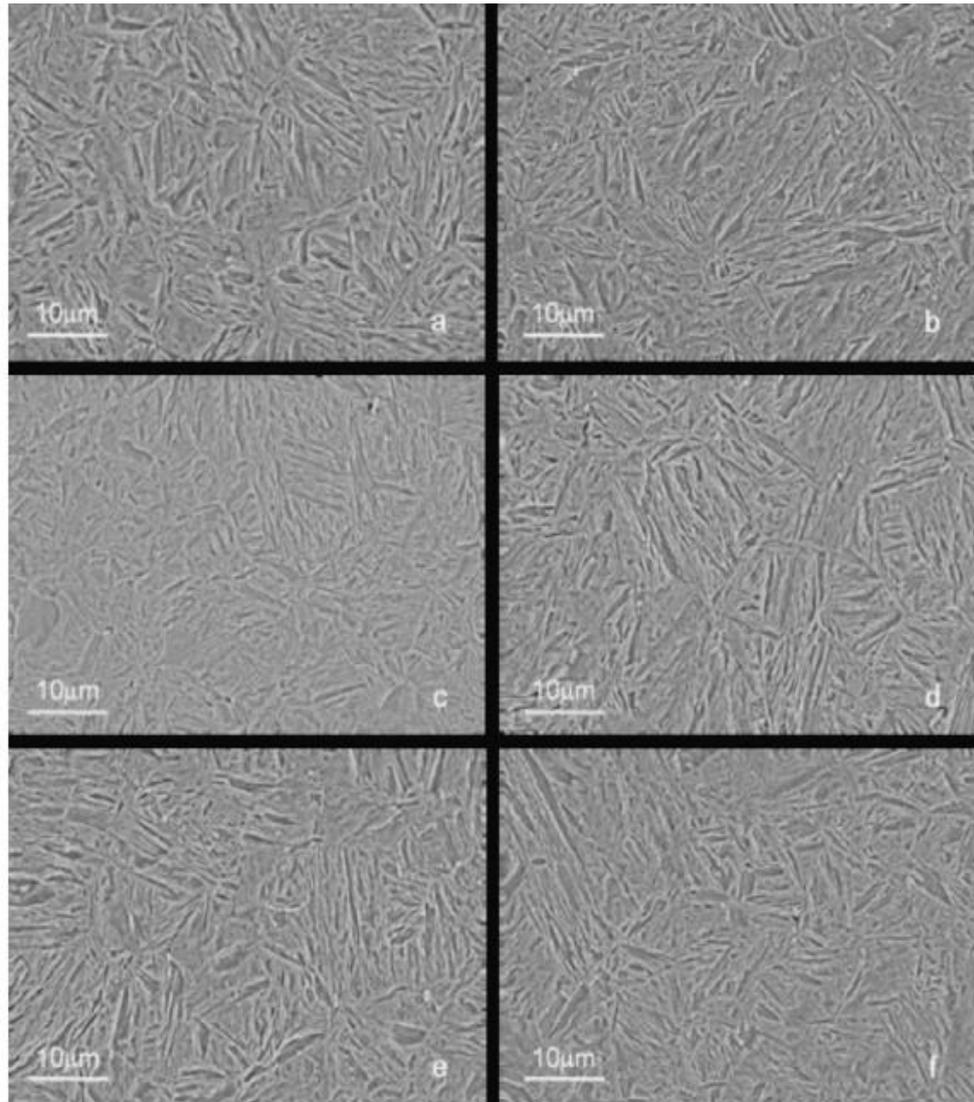


Figura 20– Micrografia observada em MEV em um aumento de 5000 vezes. As partículas cementitas estão dispersas em matriz martensítica, a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido) b) tratamento térmico de têmpera (após o revenido) c) subzero antes do revenido d) subzero após o revenido e) tratamento criogênico profundo f) tratamento criogênico profundo após o revenido (Senthilkumar *et al*, 2010).

Porém, Kollmer, ao analisar as mudanças do tamanho do grão em um aço 4140 laminado a frio sob tratamento criogênico, não conseguiu obter uma referência direta, apenas achando uma referência sobre um aço 4140, austenitizado a 843,5°C e temperado em óleo para 65,5°C, por 2 horas, onde constatou uma redução do tamanho do grão de 50 a 75% para as amostras tratadas; além disso, a média do tamanho de grão foi reduzida de 7µm para 2 a 4µm. O carbono na amostra tratada

criogenicamente obteve melhor distribuição, com os contornos de grão praticamente ausentes.

Nos difratogramas realizados por Senthikumar *et al*, 2011. ilustrado na Figura 21 fica evidenciado que não houve alterações na composição física e nas quantidades relativas das fases das amostras submetidas ao tratamento criogênico quando comparadas ao tratamento convencional.

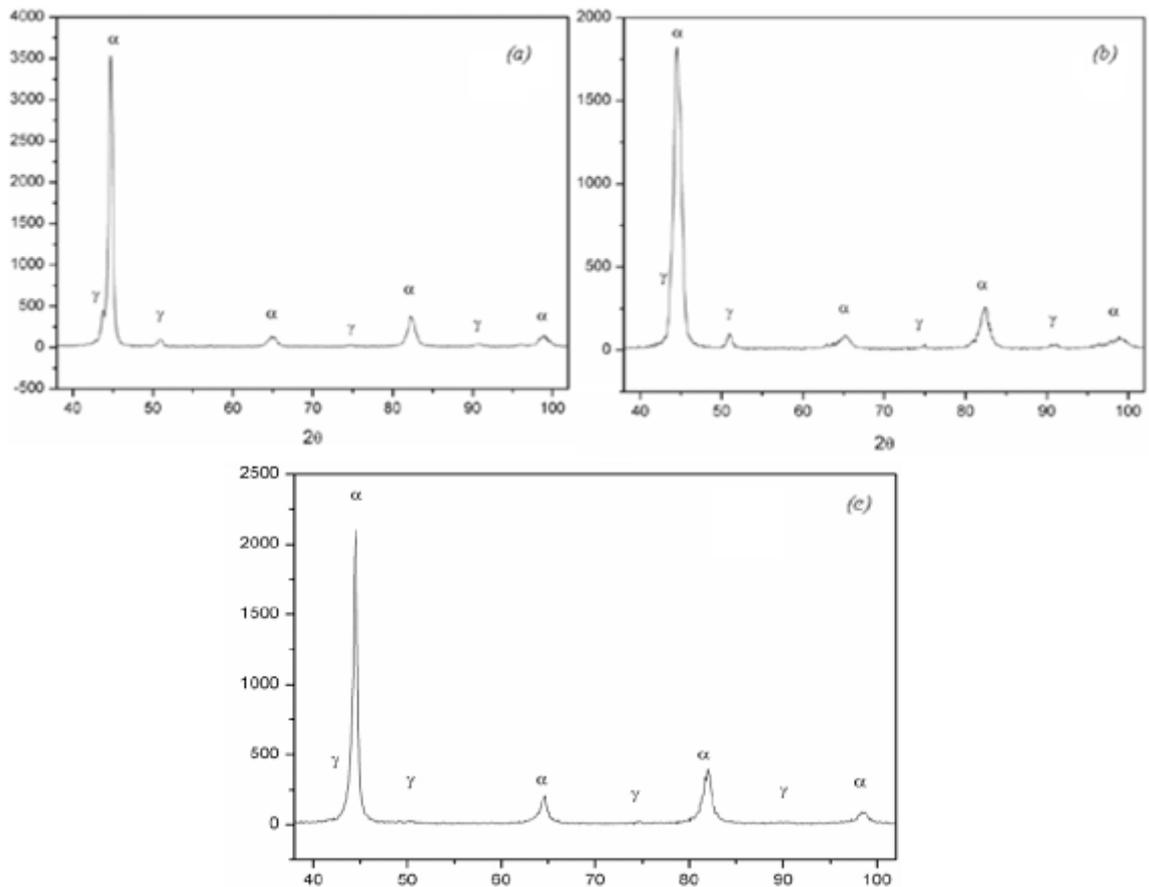


Figura 21 – Difratograma das submetidas ao tratamento térmico convencional (a), subzero (b) e criogênico profundo (c), (Senthikumar *et al*, 2010).

A energia de impacto realizados por Senthikumar *et al*. para todas as amostras é mostrada na Tabela 10 abaixo. Houve uma grande redução da energia de impacto das amostras submetidas à têmpera; no entanto, não se observou influência significativa na tenacidade das amostras submetidas ao tratamento convencional, subzero e criogênico profundo. Embora uma diminuição da tenacidade fosse esperada, devido à diminuição da austenita retida, tal fato não foi observado. Isto pode ser interpretado como resultado da precipitação de carbonetos ultrafinos durante o revenimento.

Tabela 2 – Energia de Impacto para amostras como recebido e tratadas criogenicamente após o revenido (Senthilkumar *et al*, 2010).

<i>Condições</i>	<i>Identificações das amostras</i>	<i>Energia Absorvida J</i>	<i>Média J</i>
<i>Material como recebido (Grupo A)</i>	A	31	31 ± 1.5
	B	32	
	C	29	
	D	32	
<i>Tratamento Convencional Grupo (B)</i>	E	8	8.0 ± 1
	F	9	
	G	7	
	H	8	
<i>Subzero Grupo C</i>	J	9	9.5 ± 0.5
	K	10	
	L	9	
	M	10	
<i>Criogênico Profundo Grupo D</i>	N	10	9.5 ± 0.5
	O	9	
	P	10	
	O	9	

A fractografia das amostras submetidas ao ensaio de tração realizada por Senthikumar *et al.* foi observada em detalhes por microscópio eletrônico de varredura. As micrografias foram retiradas na região central da fratura das amostras tratadas termicamente. Na Figura 22 observa-se para a amostra temperada e revenida a presença de uma mistura de fratura dúctil e frágil com cerca de 35% de ductilidade com a aparência de *dimples* e 65% de “facetas planas” com a presença de marcas de rio, indicando a ocorrência de fratura frágil. A Figura 23 e a Figura 24 são factografias do tratamento subzero e criogênico profundo, revelando uma menor ductilidade que o temperado e revenido. O criogênico profundo (Figura 24) mostra a presença de cerca de 25% de fratura com *dimples* e 75% de facetas planas. **A Erro! Fonte de referência não encontrada.**, referente às amostras submetidas ao tratamento subzero mostra mais facetas planas, indicando uma ductilidade mais limitada que o tratamento criogênico profundo. Estas características são refletidas em uma resistência à tensão um pouco maior para as amostras temperadas e revenidas, quando comparada às amostras subzero e criogênico profundo.

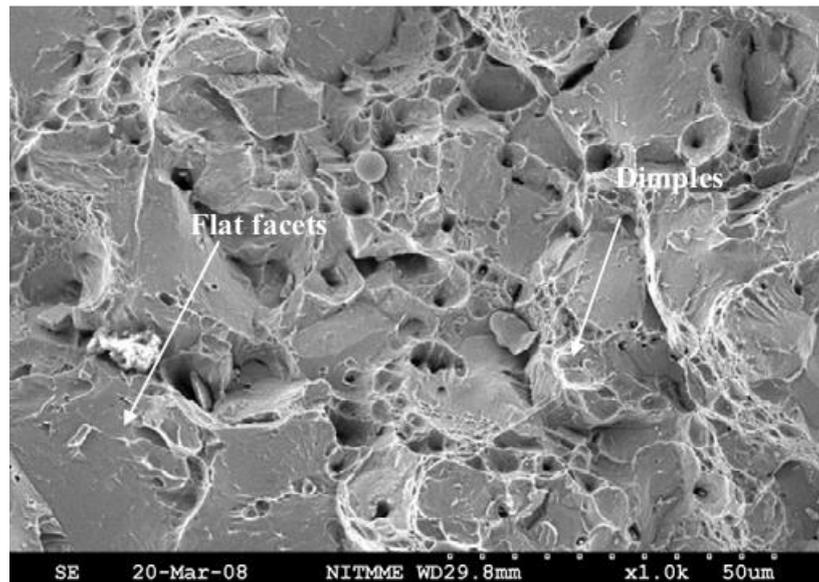


Figura 22 – Fractografia do aço AISI 4140 para amostras temperadas e revenidas (Grupo B) (Senthilkumar *et al*, 2011).

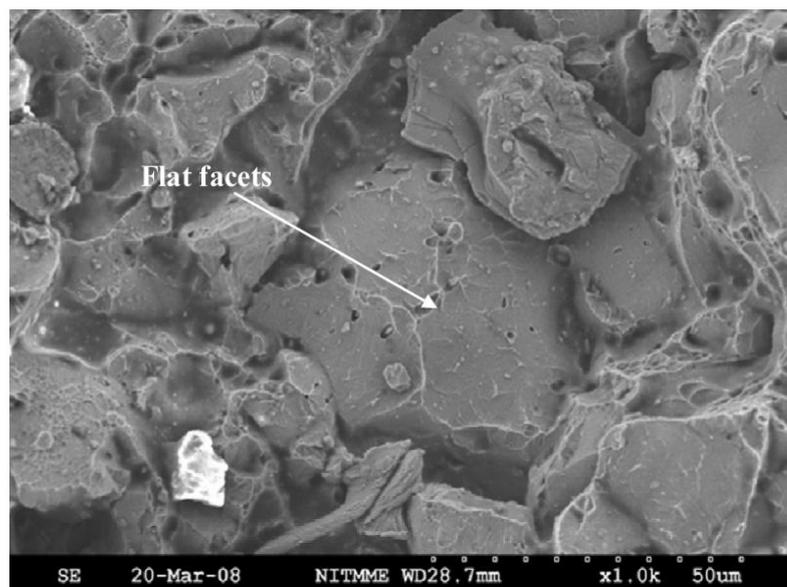


Figura 23 – Fractografia do aço AISI 4140 para amostras submetidas ao tratamento subzero (Grupo C) (Senthilkumar *et al*, 2011).

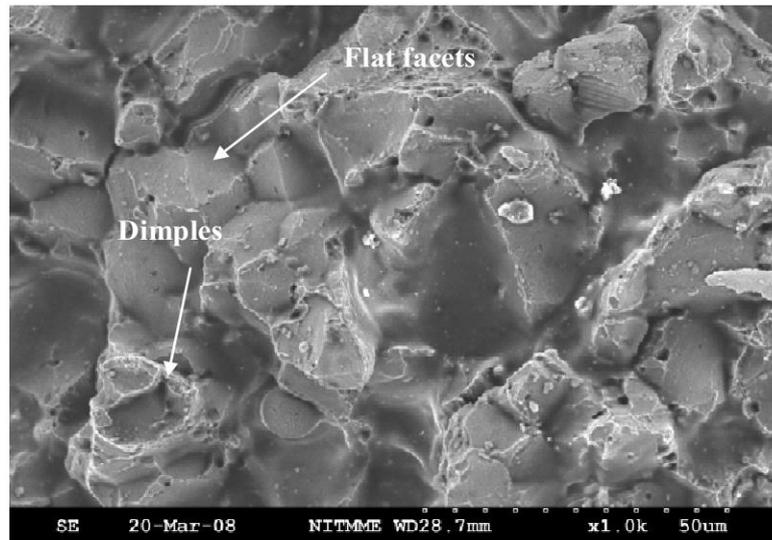


Figura 24 – Fractografia do aço AISI 4140 após o tratamento criogênico profundo (Grupo D) (Senthilkumar 2011).

Senthikumar *et al.* também realizou um estudo sobre a influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste, utilizando para isto ensaios de desgaste do tipo pino-sobre-disco no qual as amostras eram friccionadas contra a superfície de um disco giratório abrasivo, com a aplicação de uma determinada carga. O desgaste foi quantificado a partir da relação abaixo:

$$Wr = \frac{F \cdot v}{W_i \cdot Hv}$$

Onde  $Wr$  é a resistência ao desgaste,  $F$  é o carregamento normal em Newtons,  $v$  é a velocidade linear em mm/s,  $W_i$  é a taxa de desgaste do pino e  $Hv$  é a dureza Vickers em N/mm<sup>2</sup>. **Erro! Fonte de referência não encontrada.** indica a dureza Vickers para os diversos tratamentos.

Tabela 3 – Dureza Vicker do aço AISI 4140 (Senthilkumar 2011).

Tipo de tratamento	Dureza Vickers
Convencional	5 835
Subzero	6 208
Criogênico profundo	6 835

O valor do desgaste para baixos carregamentos é ilustrado na ,Tabela 12, Tabela 13 **Erro! Fonte de referência não encontrada.**e Tabela 14, para carregamentos normais de 10, 20 e 30 N, respectivamente. Neste estudo foi realizado o ensaio por aproximadamente 100 segundos a uma velocidade de 1,57

m/s. Senthikumar justifica os ganhos de resistência ao desgaste dos tratamentos criogênicos em relação ao convencional devido à diminuição da austenita retida e à formação de microcarbonetos.

Tabela 4 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para carregamento de 10 N (Senthikumar 2011).

Tipo de tratamento	Identificação	Desgaste $\mu\text{m}$	Desgaste Medio/ $\mu\text{m}$	Resistência desgaste	Coefficiente Desgaste	Força de Fricção/N	Força Média Fricção/N	Coefficiente Fricção
Convencional	C1	75	79	390.49	0.002560	14.1	14	1.4
	C2	83				13.9		
Subzero	S1	55	51	568.53	0.001758	12.1	11.75	1.18
	S2	47				11.4		
Criogênico profundo	D1	33	30	849.74	0.001176	8.8	8.95	0.90
	D2	27				9.1		

Tabela 5 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 20 N (Senthikumar 2011).

Tipo de tratamento	Identificação	Desgaste $\mu\text{m}$	Desgaste Medio/ $\mu\text{m}$	Resistência desgaste	Coefficiente Desgaste	Força de Fricção/N	Força Média Fricção/N	Coefficiente Fricção
Convencional	C3	155	161	383.21	0.002609	15.7	15.8	0.79
	C4	167				15.9		
Subzero	S3	108	106	547.07	0.001828	13.8	13.75	0.69
	S4	104				13.7		
Criogênico profundo	D3	66	63	809.27	0.001236	10.5	10.6	0.53
	D4	60				10.7		

Tabela 6 – Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 30 N (Senthikumar 2011).

Tipo de tratamento	Identificação	Desgaste $\mu\text{m}$	Desgaste Medio/ $\mu\text{m}$	Resistência desgaste	Coefficiente Desgaste	Força de Fricção/N	Força Média Fricção/N	Coefficiente Fricção
Convencional	C5	244	245	377.74	0.002647	18.2	18.05	0.60
	C6	246				17.9		
Subzero	S5	157	163	533.65	0.001873	16.7	16.5	0.55
	S6	169				16.3		
Criogênico profundo	D5	103	101	757.19	0.001321	15.5	15.35	0.51
	D6	99				15.2		

Também foram realizados ensaios de resistência ao desgaste para altos valores de carregamentos, submetendo as amostras a carregamentos normais de 60, 70 e 80 Newtons, sendo o resultado ilustrado na Tabela 15, para velocidades de 2,8, 3,2 e 3,6 m/s. A Tabela 15 novamente demonstra que as amostras tratadas criogenicamente apresentam maiores resistências ao desgaste que as amostras

submetidas ao tratamento convencional; no entanto, pode ser verificado que o aumento da resistência diminui com o aumento da velocidade de rotação do disco para a mesma condição de carregamento. Além disto, verifica-se que os ganhos também diminuem para carregamentos maiores mantendo-se a velocidade constante.

Tabela 7 – Resistência ao desgaste para altos carregamentos (Senthilkumar 2011).

Força/N	Velocidade (m · s <sup>-1</sup> )	resistência ao desgaste			Coeficiente de desgaste		
		Convencional	Subzero	Profundo	Convencional	Subzero	Profundo
60	2.8	22258	58738	86693	4.493×10 <sup>-5</sup>	1.702×10 <sup>-5</sup>	1.153×10 <sup>-5</sup>
	3.2	21229	53208	79740	4.711×10 <sup>-5</sup>	1.879×10 <sup>-5</sup>	1.254×10 <sup>-5</sup>
	3.6	18690	45116	66778	5.350×10 <sup>-5</sup>	2.217×10 <sup>-5</sup>	1.497×10 <sup>-5</sup>
70	2.8	19148	48154	67428	5.222×10 <sup>-5</sup>	2.077×10 <sup>-5</sup>	1.483×10 <sup>-5</sup>
	3.2	16765	40970	58144	5.965×10 <sup>-5</sup>	2.441×10 <sup>-5</sup>	1.720×10 <sup>-5</sup>
	3.6	14080	33085	46745	7.102×10 <sup>-5</sup>	3.023×10 <sup>-5</sup>	2.139×10 <sup>-5</sup>
80	2.8	16412	39159	56044	6.093×10 <sup>-5</sup>	2.554×10 <sup>-5</sup>	1.784×10 <sup>-5</sup>
	3.2	13249	31216	44300	7.548×10 <sup>-5</sup>	3.203×10 <sup>-5</sup>	2.257×10 <sup>-5</sup>
	3.6	11494	26468	36985	8.700×10 <sup>-5</sup>	3.778×10 <sup>-5</sup>	2.704×10 <sup>-5</sup>

## 2.14 Mudanças estruturais e nas propriedades mecânicas do aço 4340 submetido ao tratamento criogênico

Para efeitos comparativos serão ilustrados aqui os resultados obtidos na literatura para o aço 4340, o qual apresenta composição similar ao aço em estudo. Zhirafar *et al.* realizaram um estudo sobre as modificações do aço 4340 quando submetido ao tratamento criogênico e, para este trabalho, foi utilizado um aço com a composição mostrada na tabela 16.

Tabela 8 – Composição química do aço 4340 em peso (Zhirafar *et al.*, 2007)

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	Fe
0,41	0,7	0,25	0,8	1,8	0,25	0,035	0,04	95,75

Para avaliar o efeito do tratamento criogênico, a amostra foi recebida no estado normalizado com seção transversal quadrada e redonda. A amostra foi austenitizada até 845°C por 15 minutos em um forno com atmosfera de argônio.

O tratamento criogênico consistiu no resfriamento do aço temperado a temperaturas próximas de -196°C durante 24 horas e, após isto, o corpo de prova foi gradualmente aquecido por duas horas até a temperatura ambiente, a fim de evitar choques térmicos. Então, as amostras foram temperadas em óleo e inseridas no

forno para o revenimento em três diferentes temperaturas: 200, 300 e 445°C, usando a mesma atmosfera protetora do argônio por 2 horas. A Figura 25 ilustra a etapas do processo.

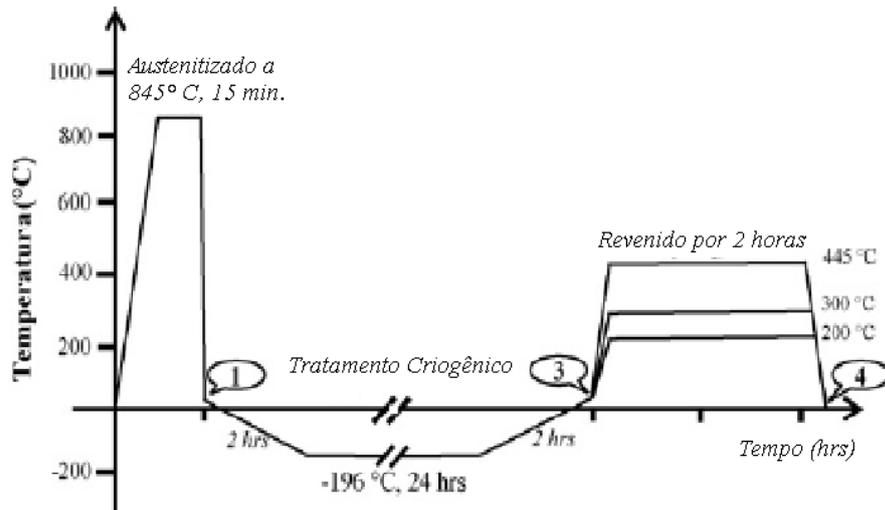


Figura 25 – Ciclo do tratamento térmico para o aço 4340 (Zhirafar *et al.*, 2007).

Os ensaios mecânicos realizados por Zhirafar *et al.* foram dureza, ensaio de impacto de Charpy e ensaio de fadiga. Para analisar as características da fratura foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura. A difração de nêutrons foi utilizada para medir o teor de austenita retida antes e depois do tratamento criogênico profundo. O método de Rietveld em conjunto com o programa GSAS foi utilizado para determinar as frações das fases.

A Tabela 17 ilustra o teor de austenita retida para as amostras temperadas antes e após o criogênico profundo. Como pode ser visto na tabela, a fração volumétrica da austenita diminuiu de 5,7 para 4,2% devido ao tratamento criogênico. O difratograma das amostras é ilustrado na Figura 26.

Tabela 9 – Fração volumétrica da austenita retida para o aço 4340 submetido ao tratamento criogênico profundo.

Fase	% fração volumétrica das fase	
	Tratamento convencional	Tratamento criogênico Profundo
Martensita	94.3 ± 0.4	95.7 ± 0.4
Austenita	5.7 ± 0.3	4.2 ± 0.3

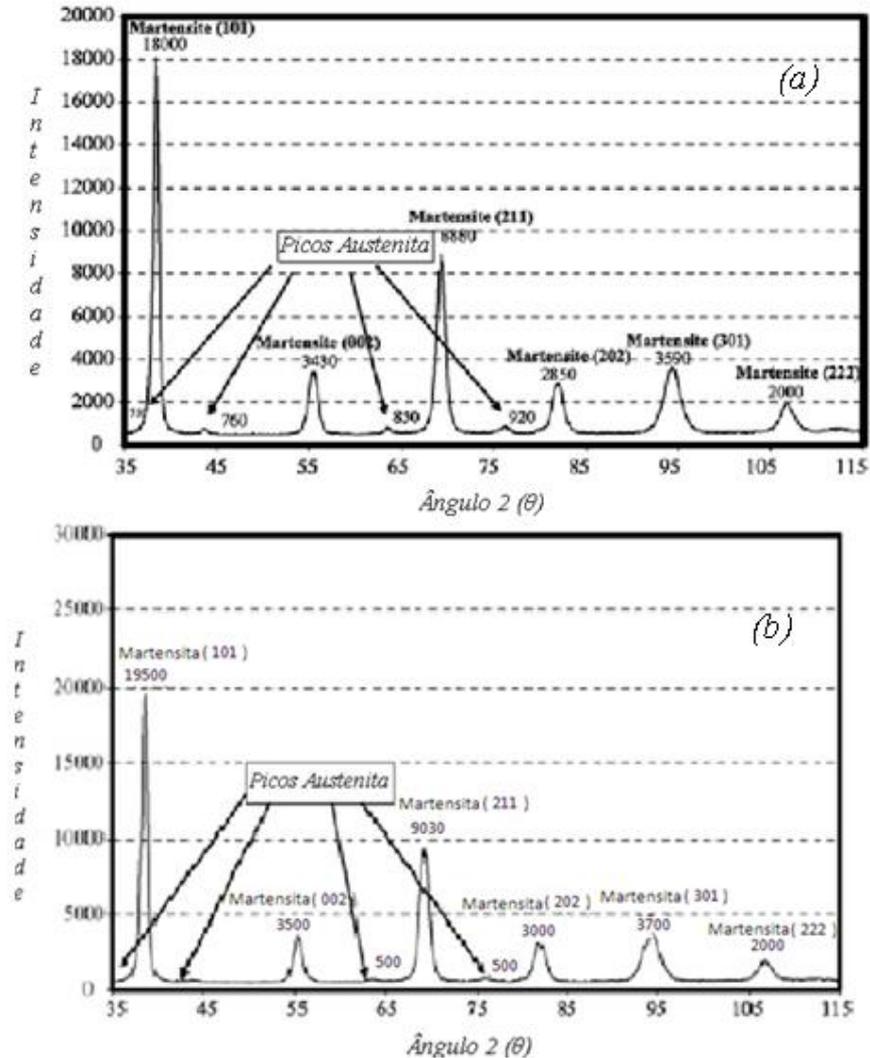


Figura 26 – Difratomogramas das amostras (a) Tratamento convencional (b) tratamento criogênico profundo ( Zhirafar *et al.*, 2007).

Como pode ser visto na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** a diminuição da fração volumétrica da austenita retida está de acordo com o encontrado no difratograma, no qual a diminuição dos picos austeníticos é caracterizada por um aumento substancial dos picos martensíticos.

O efeito do tratamento criogênico nas amostras não revenidas mostrou um pequeno aumento na dureza média de 54,5 para 55,3 HRC. Após o revenimento houve uma redução na dureza; contudo, as amostras submetidas ao tratamento criogênico apresentaram maiores valores de dureza quando comparadas às amostras em que não foi realizado este tratamento. A Figura 27 mostra as diferenças de dureza para as temperaturas de revenimento de 200, 300 e 455°C, respectivamente. Este pequeno aumento pode ser atribuído à pequena quantidade

da austenita retida transformada em martensita e à precipitação de carbonetos mais finos.

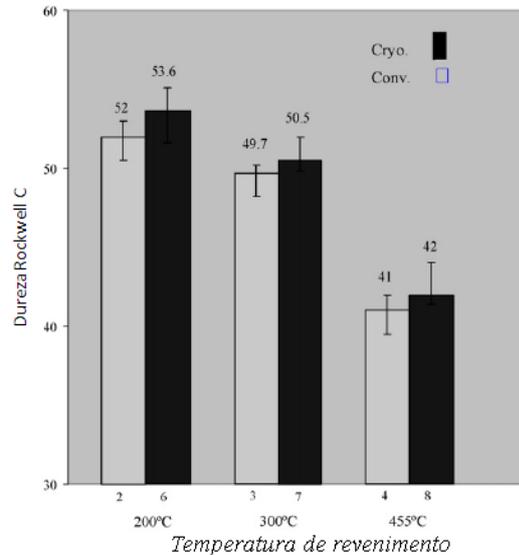


Figura 27 – Comparação da dureza entre o Tratamento convencional e Criogênico profundo quando revenido em diferentes temperaturas ( Zhirafar *et al.*, 2007).

A tenacidade à fratura nas amostras tratadas criogenicamente sem revenimento foi de 7,7J enquanto as amostras temperadas sem o tratamento criogênico apresentaram tenacidade à fratura de 10,8J. Esta pequena diminuição na tenacidade pode ser atribuída a um aumento na quantidade de martensita. Uma comparação entre a tenacidade ao impacto para amostras submetidas ao tratamento convencional e tratadas criogenicamente após diversas temperaturas de revenimento são ilustradas na Figura 28. Foi observado que, para ambos os tratamentos, com o aumento da temperatura de revenido, a tenacidade diminui para cerca de 11J até a temperatura de aproximadamente 300°C, e então aumenta para valores maiores em 450°C. Este comportamento é também conhecido como “fragilização do revenido” ocorre para os aços revenidos em temperaturas entre 250 e 400°C (Thelning, 1984).

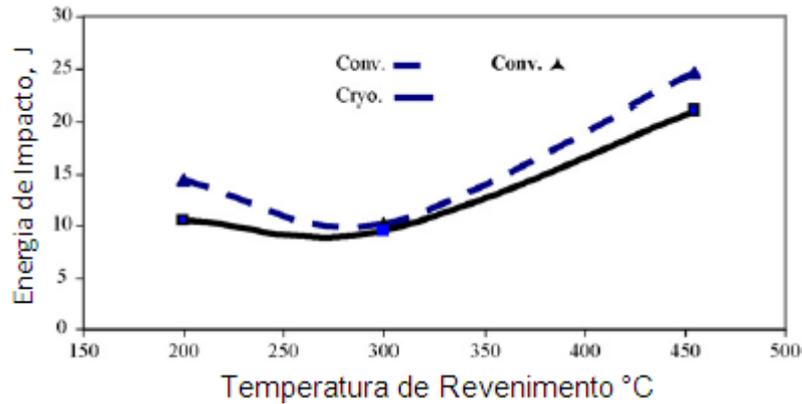


Figura 28 – Comparação da energia de impacto para o tratamento convencional e tratamento criogênico ( Zhirafar *et al.*, 2007)

Esperava-se que as amostras tratadas criogenicamente apresentassem uma maior tenacidade após o revenido, uma vez que uma menor quantidade de austenita retida é capaz de produzir uma menor quantidade de martensita secundária. Entretanto, há outros fatores que não foram abordados, tais como tensões residuais e transformações da martensita a baixas temperaturas, dentre outros. Em ambos os casos o tratamento criogênico tem uma maior dureza, que pode contribuir para uma diminuição da tenacidade. Em 455°C, as amostras tratadas criogenicamente produzem um aumento da dureza de 2,4%, com uma perda de tenacidade de aproximadamente 14,3%.

As fraturas do tratamento criogênico das amostras foram comparadas com aquelas tratadas convencionalmente. Pode ser visto na Figura 29 que a zona cisalhada (Região S) na amostra tratada criogenicamente é menor que na convencional. A razão entre as áreas S e P indicam uma maior ductilidade, o que está de acordo com o esperado, em que uma amostra tratada convencionalmente tem uma maior tenacidade, com uma zona cisalhante maior que a das amostras tratadas criogenicamente.

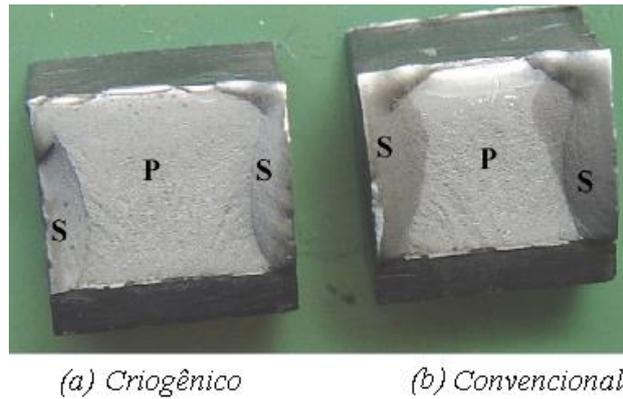


Figura 29 – Superfície de fratura do aço 4340 (a) tratado criogenicamente e (b) tratado convencionalmente (Zhirafar *et al.*, 2007).

As Curvas  $\sigma$ -N (limite de resistência à fadiga x número de ciclos) do aço, com e sem tratamento criogênico e revenido em 200 e 455°C foram ilustradas na Figura 30. As curvas mostram diminuição da tensão conforme esperado, na medida em que se aumenta o número de ciclos até a falha. Para ambos os revenimentos a 200 e 455°C as amostras tratadas criogenicamente mostraram uma maior resistência à fadiga que as sem o tratamento. Para tensões de 25 a 30 MPa houve um aumento do tempo de vida de aproximadamente  $10^7$  ciclos.

Além disso, o efeito da temperatura de revenimento na resistência à fadiga pode ser visualizado na Figura 30(a-b). Pode ser visto que, ao se aumentar a temperatura de revenimento de 200 para 455°C, a resistência à fadiga diminuiu para ambos os tipos de tratamentos térmicos, o que está diretamente relacionado com a perda da dureza devido ao aumento da temperatura.

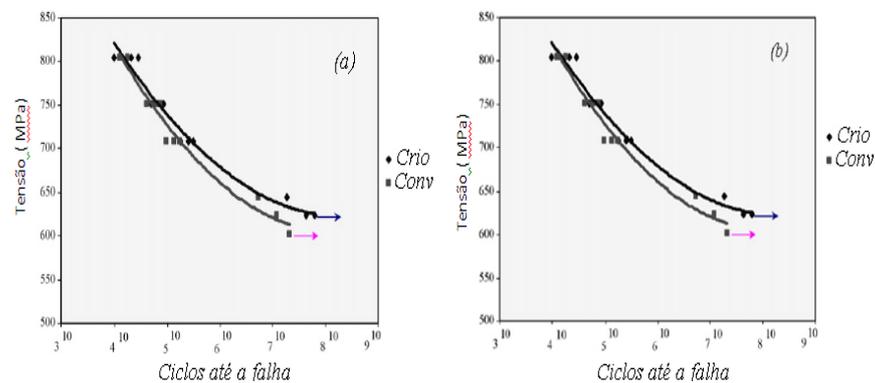


Figura 30 – Comparação das curvas tensão x número de ciclos para o aço 4340 tratado convencionalmente e revenido à: (a) temperatura de 455°C e (b) temperatura de 200°C ( Zhirafar *et al.*, 2007).

## 2.15 Propriedades mecânicas dos aços criogênicos

Pesquisas sobre as mudanças nas propriedades mecânicas dos aços criogênicos são recentes, logo muitas informações sobre este assunto não se encontram disponíveis na literatura. Um resumo sobre as modificações das propriedades mecânicas para cinco diferentes tipos de aço e ligas de alumínio se encontram disponíveis na Tabela 18.

Conforme os resultados interpretados na Tabela 18 são relatados aumento de resistência ao desgaste para todos os cinco diferentes tipos de aço submetidos aos tratamentos térmicos de subzero e criogênico, no entanto, a resistência mecânica e a tenacidade para os aços parecem diferir de acordo com a sua composição.

Tabela 10 - Efeitos da propriedades mecânicas no tratamento subzero (SZ) e criogênico profundo (TCP) existentes na literatura para diferentes materiais (Baldissera e Delprete, 2008).

	Aços ferramenta		Aço carbonetizado		Aço inox Austenítico		Aço inox Martensítico		Ferro fundido com alto teor de Cr		Ligas de Alumínio	
	SZ	TCP	SZ	TCP	SZ	TCP	SZ	TCP	SZ	TCP	SZ	TCP
Dureza	nD	+	+	+	nD	+	nD	+	nD	+	nD	=
Resistência ao desgaste	+	+	+	+	nD	nD	nD	+	nD	+	nD	nD
Curva de Tensão	nD	+	nD	-	=	nD	nD	nD	nD	nD	nD	=
Tensão de escoamento	nD	nD	nD	nD	=	nD	nD	nD	nD	nD	nD	=
Vida de fadiga	nD	nD	nD	nD	+	+	nD	+	nD	nD	nD	=
Tenacidade	nD	+	nD	nD	nD	nD	=	-	nD	nD	nD	+

+: Aumento  
 -: Diminuição  
 =: Sem alteração  
 nD: Não disponível

## CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Preparação de amostras para ensaios de tração e metalografia

A determinação da composição química do aço em estudo foi realizada utilizando a espectrometria de emissão ótica. Foi utilizado o equipamento PMI-Master Pro e os resultados obtidos foi ilustrada na tabela 19. No qual se constatou que material o em questão se trata de um aço 4140, se enquadrando na norma ASTM A322.

Tabela 19 - Composição química do aço em estudo

Fe	C	Si	Mn	Cr
97,5	0,437	0,306	0,823	0,924

Para se verificar os efeitos dos tratamentos térmicos estudados sobre algumas propriedades macroscópicas, foram preparados 12 corpos de prova de acordo com a norma ASTM E8-00 M. Para que o tratamento térmico ocorrido no interior do forno pudesse ocorrer sem o contato dos corpos de prova com a superfície inferior do mesmo, e para garantir que se mantivessem a geometria e linearidade do mesmo, foi desenvolvido um suporte de aço inox no qual estes corpos de prova foram fixados, com folga suficiente, liberdade de expansão e alinhamento vertical. A Figura 31 apresenta estes suportes (capacidade máxima de 8 corpos de prova por suporte). Cabe ressaltar que a imersão no óleo de têmpera foi feita de forma homogênea, ou seja, todo o conjunto foi imerso no óleo de têmpera, de uma só vez e com resfriamento natural.

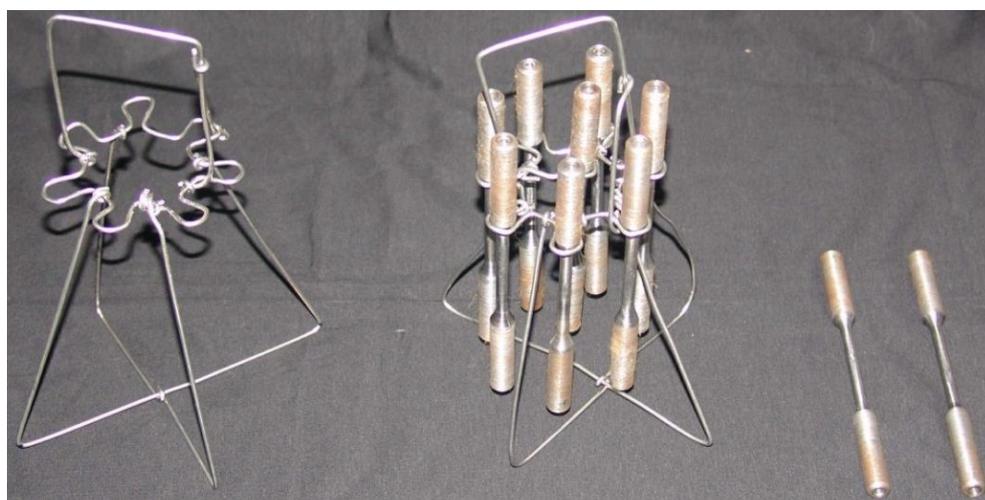


Figura 31 – Rack para suporte de amostras.

A preparação de amostras e corpos de prova para posterior análise metalográfica e ensaios de tração, foi feita a partir de uma barra circular de aço SAE 4140, com 1/2" de diâmetro. Foi fabricada uma pequena cesta feita a partir de fios de inox, a fim de minimizar o contato do invólucro com as amostras e permitir o livre fluxo, tanto do calor no forno quanto do óleo de têmpera, quando do resfriamento súbito. A Figura 32 apresenta o dispositivo empregado.



Figura 32 – Cesta de imersão das amostras para análise metalográfica.

### 3.2 Tratamentos térmicos aplicados nas amostras

Para se identificar corretamente as modificações ocorridas nas propriedades mecânicas do material estudado, foram feitos três tratamentos térmicos diferentes, como descritos a seguir.

Os 12 corpos de prova iniciais utilizados para o ensaio de tração, foram divididos em 2 lotes, distribuídos da seguinte forma:

- O primeiro lote, com 6 amostras, foi separado para sofrer revenimento, como na sequência de tratamento térmico convencional.
- O segundo lote, também com 6 amostras, após o revenimento foi então submetidos aos tratamentos térmicos de subzero e criogênico profundo.

O fluxograma representativo da metodologia utilizada na caracterização dos tratamentos térmico em estudo é mostrado na Figura 33.

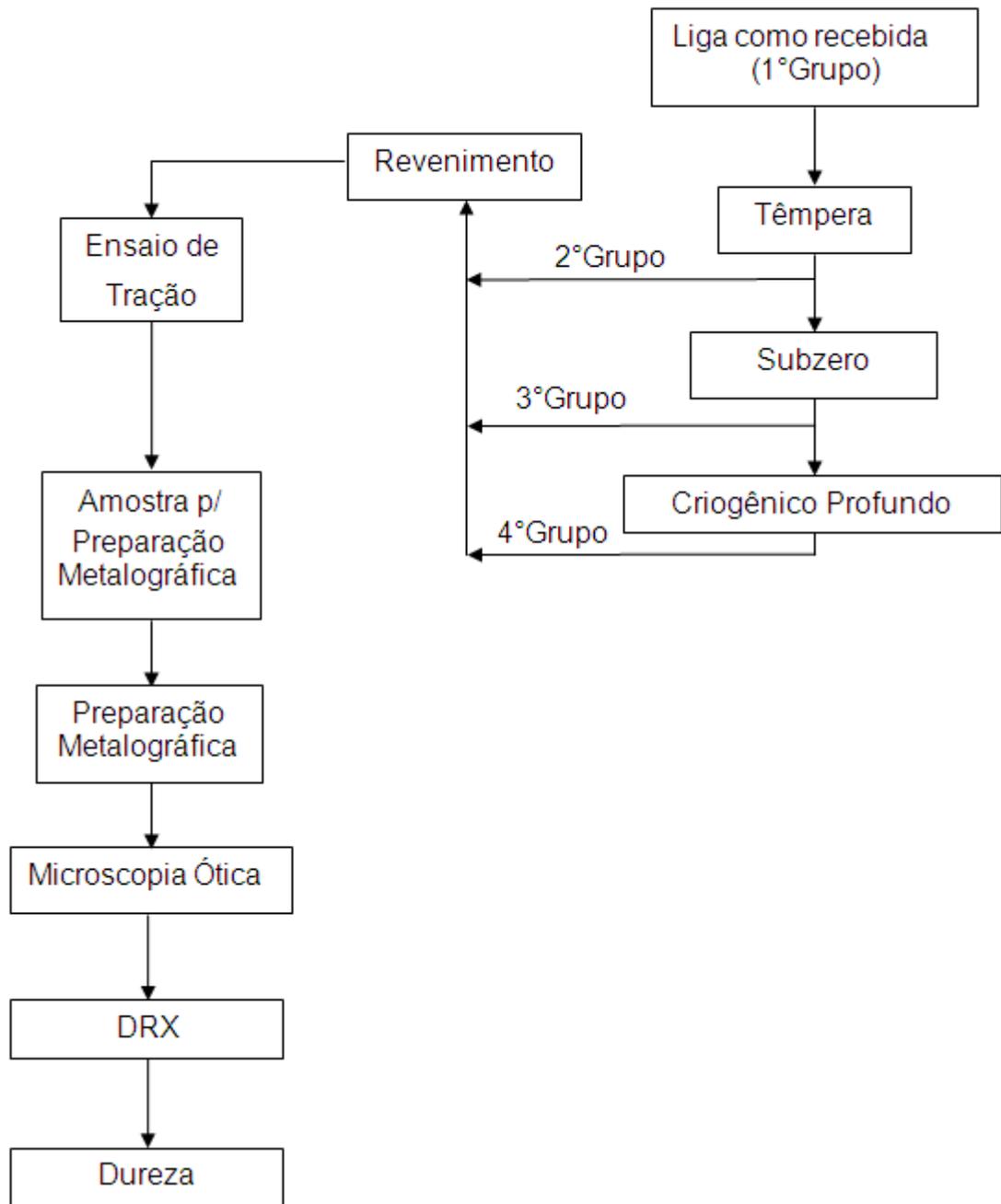


Figura 33 - Fluxograma da sequência da metodologia utilizada na caracterização estudo.

### 3.2.1 Tratamento térmico convencional

No tratamento térmico dito convencional, todas as amostras, tanto para metalografia, quanto para ensaios de tração, foram inicialmente submetidas à têmpera, as amostras foram austenitizadas a temperatura de 850°C por 25 minutos. A escolha desta temperatura de austenitização deve-se ao fato de ser a faixa de temperatura que normalmente é utilizada em tratamento térmicos deste aço, com o

intuito de dissolver totalmente os carbonetos e evitar crescimento excessivo do grão austenítico (Krauss, 2001, Luzginova, 2008; Bhadeshia, 2011). O tempo de austenitização teve o mesmo critério de escolha, já o tempo de revenimento foi escolhido de modo que se precipitassem os carbonetos sem a formação de cementita. O forno foi aberto e todos os suportes contendo os corpos de prova foram imediatamente imersos em óleo de têmpera. Os suportes foram continuamente agitados por cerca de 10 minutos e depois deixados dentro de uma bandeja para escoamento do óleo e retorno à temperatura ambiente. Após isto, aguardou-se até que os outros 6 corpos de prova recebessem os tratamentos térmicos criogênicos aqui abordados, para que todos fossem revenidos juntos.

O revenimento consistiu na permanência por 25 minutos a uma temperatura de 200 °C, seguido do desligamento do forno. A taxa de resfriamento das amostras foi igual a do forno onde as amostras permaneceram por 24 horas e depois removidas para teste.

### 3.2.2 Tratamento subzero

As amostras do terceiro e quarto lote foram resfriadas a - 82 °C por 48 horas dentro de um freezer FORMA SCIENTIFIC - 72 HORIZONTAL, conforme ilustrado na Figura 34. Após o tratamento 3 amostras foram colocados em uma caixa de “isopor” até retornarem naturalmente à temperatura ambiente, e as outras três amostras restantes seguiram para o tratamento criogênico profundo resfriando em nitrogênio líquido.



Figura 34 – Freezer utilizado no experimento.

### 3.2.3 Tratamento criogênico profundo

As amostras do último lote, após o tratamento subzero foram imersas em nitrogênio líquido por 72 horas (dentro do container Locator 8 Termoonline, ilustrado na Figura 35) após o resfriamento, a uma temperatura de  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , e depois deixadas também em caixa térmica para que retornassem suavemente à temperatura ambiente.



Figura 35 – Container com Nitrogênio líquido.

### 3.2.4 Revenimento de todas as amostras

Conforme já descrito, todos os 12 corpos de prova foram novamente reunidos e sofreram revenimento a  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 25 minutos. O forno foi desligado e amostras retiradas do forno no dia seguinte.

Em todas estas etapas descritas, as amostras receberam exatamente o mesmo tratamento, de forma que o estudo de sua microestrutura pudesse ser ligado ao das propriedades mecânicas macroscópicas.

Das cabeças dos corpos de prova foram retiradas as amostras para medidas de dureza. O método a ser empregado foi o Brinell, com conversão por fórmulas/tabelas para Rockwell C.

### 3.3 Preparação metalográfica das amostras

A caracterização metalográfica do aço foi realizada a partir dos corpos de prova seccionados em um cortador mecânico MINITOM, mantendo-se baixas velocidades de rotação do disco a fim de se evitar possíveis transformações de fase, e resfriados através de água destilada, a fim de diminuir as imperfeições durante o corte e possíveis mudanças de fases provenientes de aquecimento excessivo.

Após essa etapa foi realizado o lixamento das amostras em uma lixadeira manual, utilizando-se lixas com granulometria cada vez menor até desaparecerem os traços da lixa anterior. As lixas são classificadas de acordo com a sua granulometria abrasiva e, para este trabalho, foram utilizadas lixas de 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Após esta etapa, as amostras foram polidas com pano de feltro empregando-se pastas de alumina de granulometria de 1,0 e 0,1 $\mu$ m, até ter sido obtida uma superfície espelhada e isenta de riscos. Logo após realizou-se o ataque, utilizando nital 1% que é composto de uma mistura de 1% de Ácido Nítrico e 99% de Álcool Etilico. Este reagente é o mais efetivo para aços, pois ataca a ferrita, perlita, martensita e contornos de grão.

### **3.4 Caracterização da estrutura e morfologia**

#### **3.4.1 Análise difratométrica**

A análise por difração de raios X baseia-se na equação de Bragg que verifica a relação bem definida entre os parâmetros cristalográficos das fases cristalinas e os parâmetros difratados observados:

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

onde:

- $\lambda$  é o comprimento de onda de raios X incidentes;
- $\theta$  é o ângulo de difração;
- $d$  é a distância interplanar dos planos cristalográficos que originam a difração;
- $n$  é o número de ordem de reflexão.

A análise por difração de raios X foi feita com o objetivo de identificar as fases presentes nas ligas. O equipamento utilizado foi o difratômetro SHIMADZU modelo XRD 7000 com radiação de Cu-K $\alpha$  filtrada, disponível no LAMAV/UENF.

Os regimes de execução das análises foram na faixa de ângulo  $2\theta$  entre 20° e 120°, com uma velocidade de varredura de 1,0 grau/min, passo de varredura de 0,05° por 3s de acumulação em temperatura ambiente.

A identificação das fases foi feita através das características dos picos de difração ( $2\theta$ ,  $d$ ,  $I$ ), fornecidas pelos difratogramas das ligas examinadas e comparadas com as fases padrões do banco de dados do programa JCPDS.

### **3.4.2 Microscopia óptica**

A caracterização estrutural do aço foi feita por microscopia ótica (MO), com o microscópio ótico NEOPHOT-32, utilizando para isso aumentos de 200, 400 e 500 vezes e métodos de observação existentes.

### **3.4.3 Microscopia eletrônica de varredura**

Para uma análise mais criteriosa e detalhada da microestrutura das ligas submetidas ao tratamento criogênico, foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Fazendo uso do MEV foi possível obter imagens da amostra, geradas a partir de elétrons secundários em aumentos de 2000 e 5000 vezes.

A análise da microestrutura das amostras foi realizada no microscópio eletrônico SUPERSCAN SS-550, disponível no LAMAV/CCT/UENF.

As imagens obtidas por meio desta técnica permitem a observação das modificações ocorridas durante o tratamento criogênico, revelando a presença de fases que não são reveladas em aumentos menores. Neste trabalho esta técnica é de grande importância para identificar de forma qualitativa a quantidade de austenita retida e a morfologia da martensita e dos microcarbonetos resultantes do resfriamento.

### **3.5 Dureza**

A Medição da dureza foi realizada com um durômetro do tipo EMIC-10 série 7772 do fabricante GE (Figura 36). Foi realizada a calibração do equipamento utilizando uma barra de aço com dureza conhecida, apresentando este equipamento uma incerteza de aproximadamente 11 HB para mais ou para menos.



Figura 36 – Durômetro utilizado para a medição do aço em estudo.

### 3.6 Ensaio de Tração

Da barra, na condição "como recebido", foram fabricados os corpos de prova para os ensaios de tração (conforme a norma ASTM E8-00 M). Embora a medida do diâmetro de alguns corpos de prova não tenha sido idêntica ao padrão, foram mantidas as razões recomendadas pela norma citada, validando assim os testes realizados. O teste foi realizado com o eixo de aplicação da carga paralelo ao eixo de conformação.

Os ensaios foram realizados numa máquina INSTRON modelo 5582 (Figura 37) com uma velocidade de deformação de 0,2 mm por minuto com o objetivo de avaliar as mudanças nas propriedades mecânicas antes e depois do tratamento.



Figura 37 - Máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5582.

Os resultados fornecidos pelo ensaio de tração do material na condição de como recebido, serão comparados com os resultados obtidos do material após o tratamento térmico de tempera e revenido, subzero e criogênico profundo.

A curva tensãoxdeformação de engenharia (convencional), estudada na seção anterior, não apresenta uma informação real das características de tensão e deformação do material, porque se baseia inteiramente nas dimensões originais do corpo de prova, e que são continuamente alteradas durante o ensaio. Assim, são necessárias medidas de tensão e deformação que se baseiam nas dimensões instantâneas do ensaio.

As tensões e deformações verdadeiras e de engenharia estão relacionadas de acordo com as expressões:

$$\sigma_v = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (1)$$

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon) \quad (2)$$

Para a região plástica, a tensão e deformação verdadeira pode ser modelada a partir das equação de Hollomon:

$$\sigma_v = k \varepsilon_v^n \quad (3)$$

Nessa expressão,  $K$  e  $n$  são constantes cujos valores variam de liga para liga e irão depender da condição do material, estes coeficientes podem ser calculados desmembrando a equação utilizando dois pontos conhecidos.

$$\ln(\sigma_v) = \ln K + n \ln \varepsilon_v \quad (4)$$

Uma das maneiras de especificar a ductilidade do material é informar a porcentagem de alongamento ou a porcentagem de redução de área no instante da quebra. A porcentagem de alongamento é a deformação de ruptura do corpo de prova expressa como porcentagem. Assim, se o comprimento de referência inicial do corpo de prova for  $L_0$  e se comprimento na ruptura for  $L_{rup}$ , então:

$$EL(\%) = \frac{L_{rup} - L_0}{L_0} (100\%) \quad (5)$$

A porcentagem de redução de área é outra maneira de especificar a ductilidade. Ela é definida na região de estrição como segue:

$$RA(\%) = \frac{A_0 - A_{rup}}{A_0} (100\%) \quad (6)$$

Onde,  $A_0$  é a área inicial da seção transversal do corpo de prova e  $A_{rup}$

## CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Análise difratométrica das amostras após tratamento convencional e tratamento criogênico

A difratometria de raios-X foi aplicada na amostra para verificar as variações, ou modificações das fases cristalinas, durante o tratamento subzero e criogênico profundo da liga, e ainda identificar as possíveis mudanças provocadas na composição fásica e nas quantidades relativas das fases das amostras submetidas a estes tratamentos. O difratograma resultante é mostrado na Figura 38.

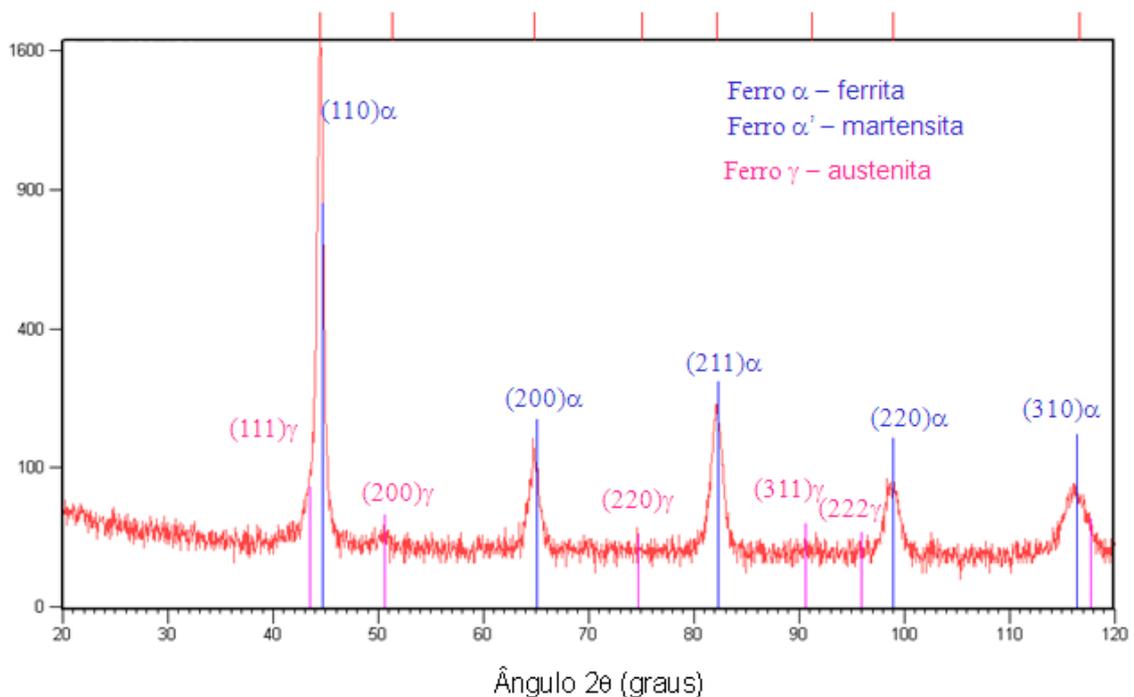


Figura 38 – Difratogramas das amostras submetidas ao tratamento convencional, subzero e criogênico.

No difratograma da Figura 38 é apenas observada a presença de ferro alfa que pelo histórico do tratamento e micrografias observadas deve se tratar da martensita. A martensita, que é ferrita saturada de carbono, tem estrutura parecida ao do ferro alfa. Apenas quando o teor de carbono é alto a estrutura passa a ser tetragonal.

Não foi possível encontrar nenhum pico de austenita (ferro gama), não sendo possível desta forma determinar a quantidade de austenita retida antes e após os tratamentos criogênicos. Isto ocorre por vários fatores, primeiro supostamente devido a pequena quantidade de austenita residual presente, e também pelo uso de

tubos de cobre que excitam os átomos de ferro e aumentam muito o ruído de fundo. Para eliminar esse problema seria indicado o uso de um tubo com anodo de cobalto (Klug et al, 1974).

Os difratogramas da Figura 39 faz uma comparação entre os tratamentos térmicos em estudo (Convencional, Subzero, Criogênico). Observa-se que não ocorreu nenhuma variação significativa na composição fásica e na quantidade relativa das fases após os tratamentos térmicos realizados.

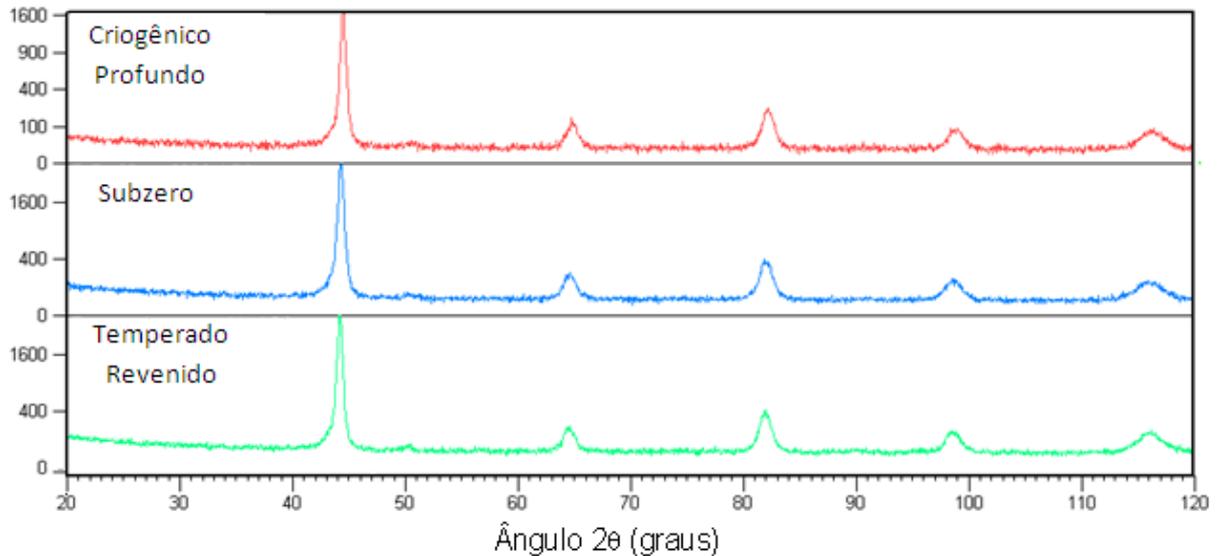


Figura 39 – Difratograma das amostras submetidas aos diversos tratamentos em estudo.

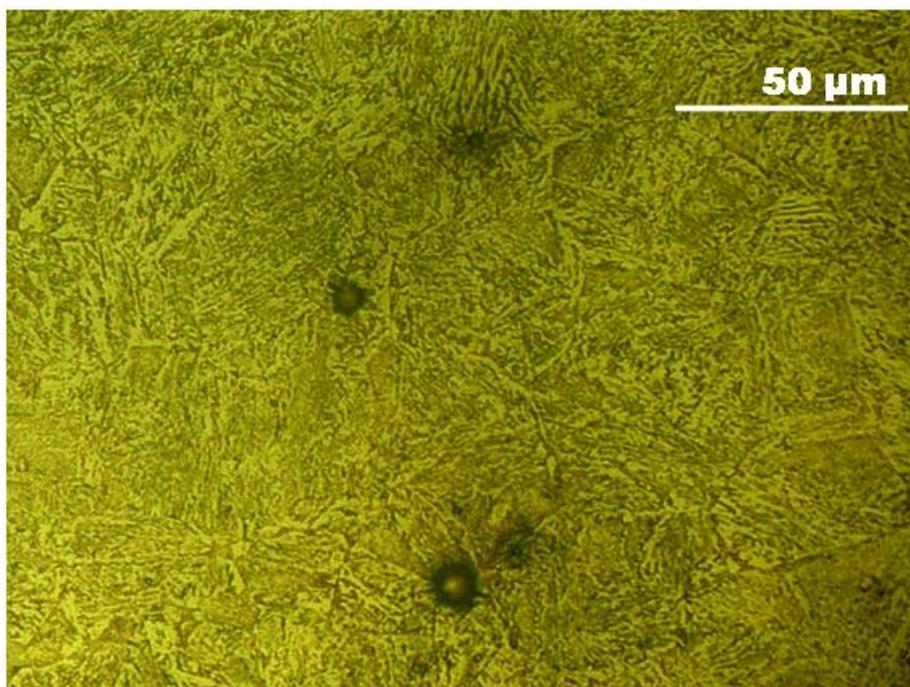
## 4.2 Aspecto microscópico

### 4.2.1 Caracterização por Microscopia ótica

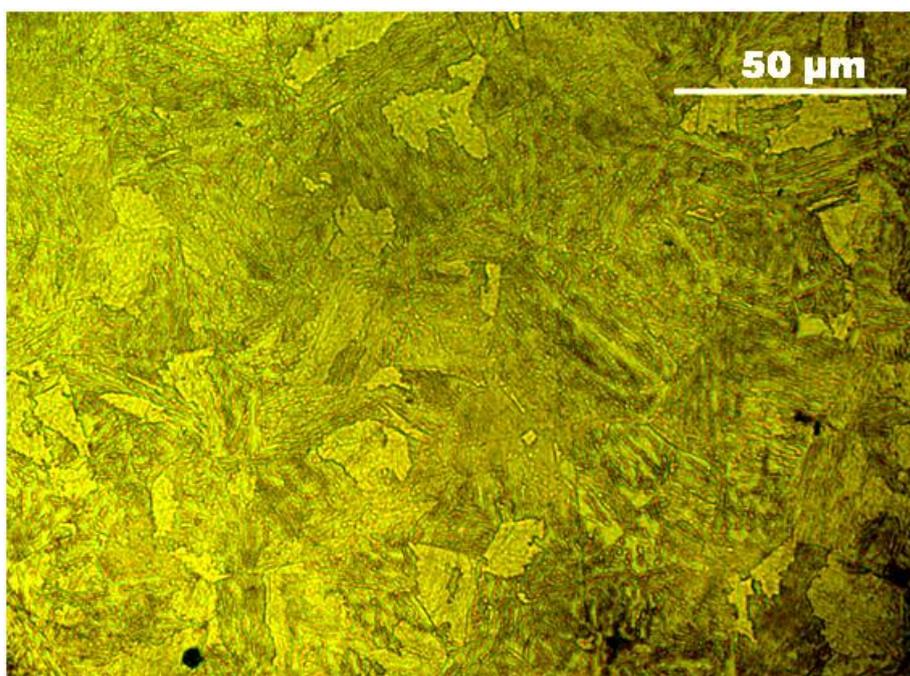
A evolução microestrutural do aço SAE 4140 foi analisada inicialmente por microscopia ótica (MO). Através dos métodos de iluminação em campo claro e a utilização de contrastes de luz de modo a tornar mais evidente a presença dos carbonetos formados na transformação martensítica.

A Figura 40 mostra a micrografia da liga SAE 4140 no estado inicial, na qual é possível observar os contornos de grãos e, em seu interior, a presença de lamelas de ferrita e cementita caracterizando a estrutura perlítica.

A Figura 41, Figura 42 e Figura 43 apresentam as micrografias da liga 4140 após o tratamento convencional, subzero e criogênico, respectivamente, nas quais é evidente a presença de carbonetos e a estrutura martensítica.

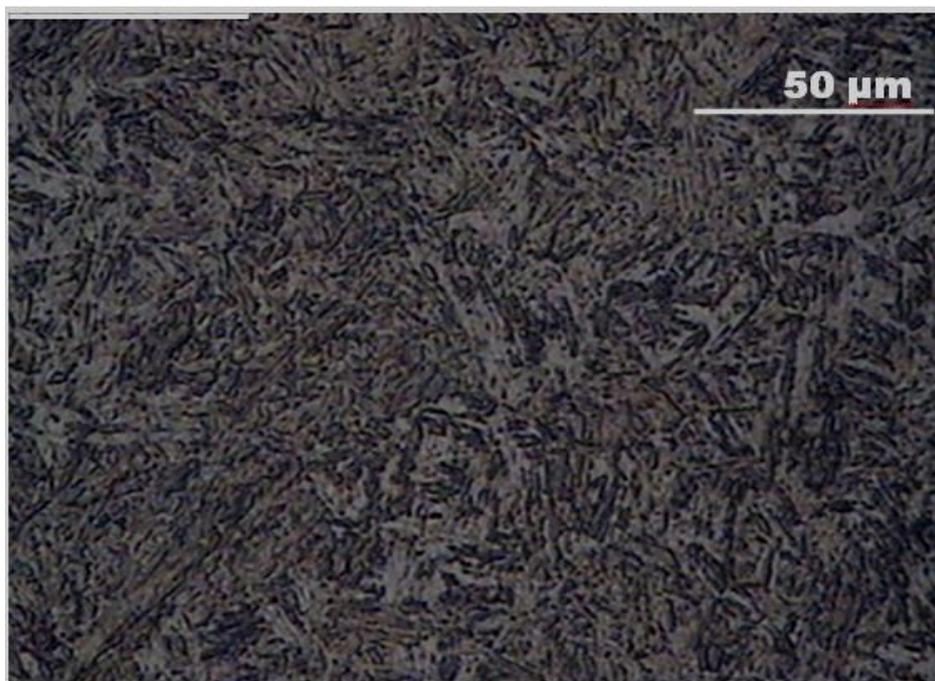


(a)

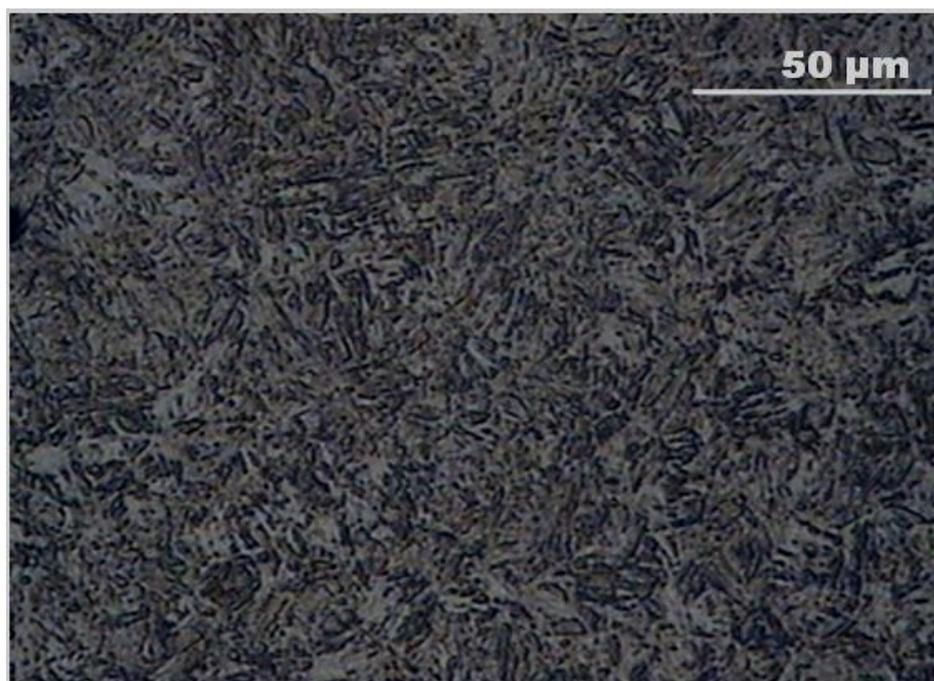


(b)

Figura 40 – Microestrutura do aço SAE 4140 como recebido. Observadas em campo claro, (a,b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes.

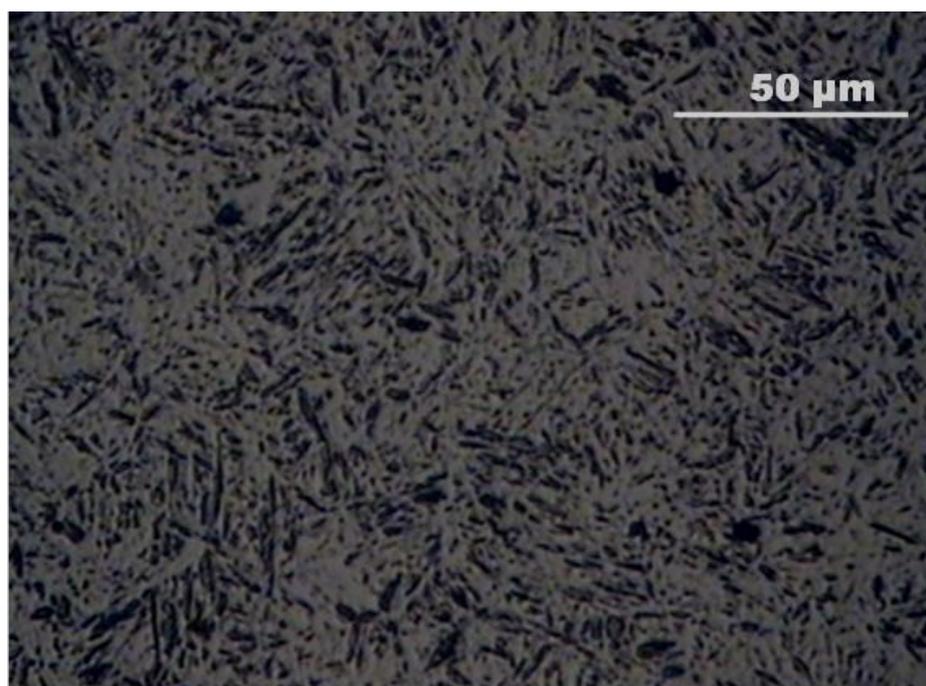


(a)

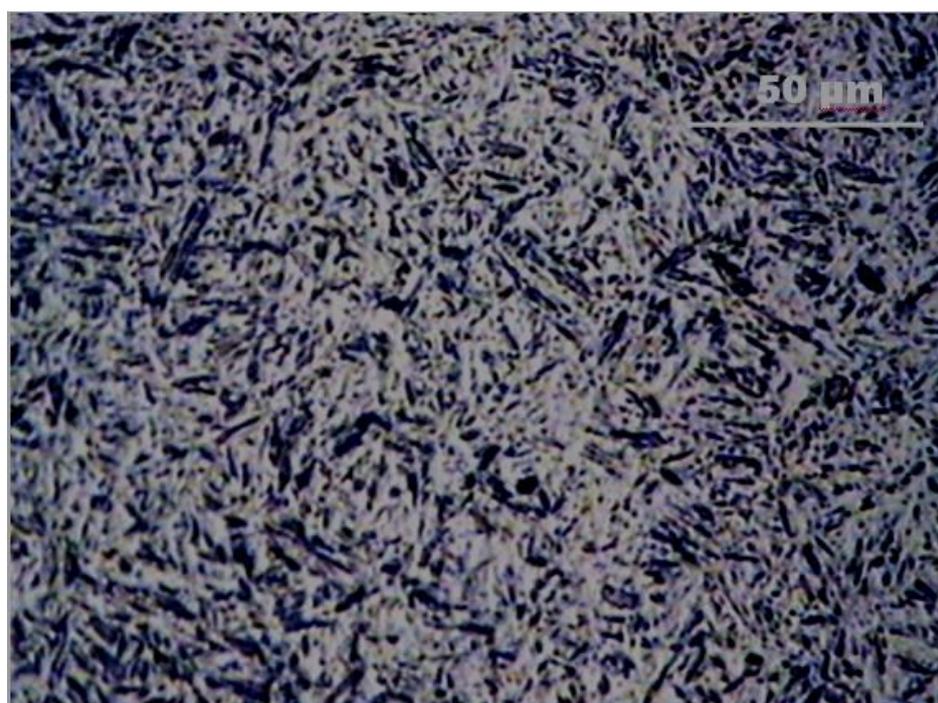


(b)

Figura 41 – Microestrutura do aço SAE 4140 após tempera e revenido. Observadas em campo claro (a, b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes.



(a)

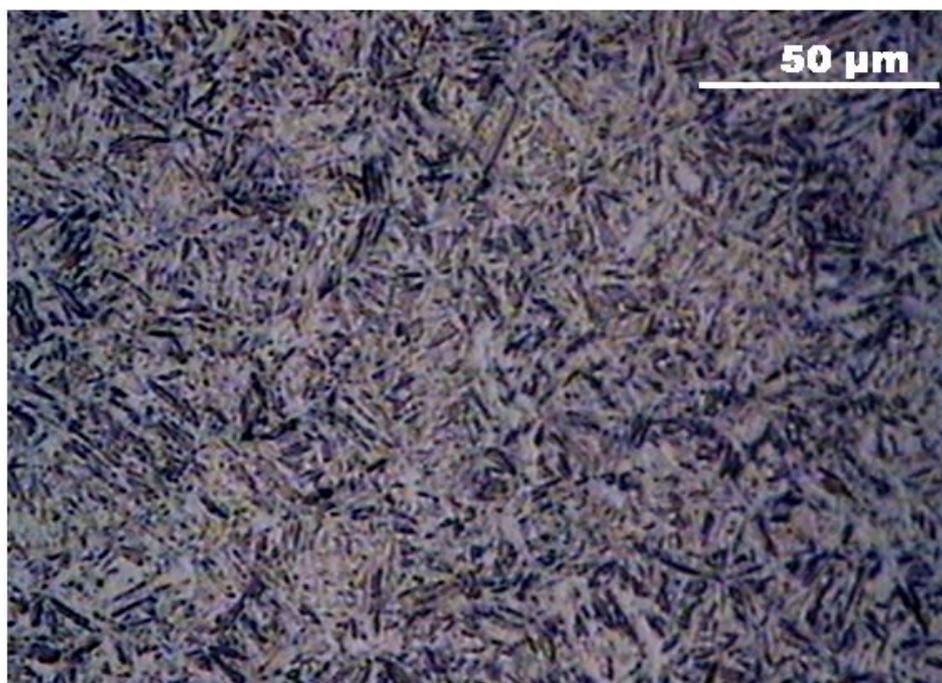


(b)

Figura 42 – Microestrutura do aço SAE 4140 submetido ao tratamento subzero. Observadas em alto contraste (a) e em campo claro (b), aumento de 500 vezes.



(a)



(b)

Figura 43 – Microestrutura do aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico profundo com alto contraste (a) e em campo claro (b) em diferentes regiões, aumento de 500 vezes.

#### 4.2.2 Caracterização estrutural e morfológica e Quantificação dos carbonetos

As micrografias também foram feitas com a utilização de maiores aumentos no microscópio, visando à observação de mudanças que não pudessem ser notadas em menores ampliações, além de auxiliar na identificação de microcarbonetos e de austenita retida. Não foram evidenciadas mudanças significativas no MEV em aumentos de 2000x e 5000x. Foi realizada a medição da largura dos carbonetos utilizando o software *ImageJ*. A medição foi realizada em ampliação de 2000x, em uma área correspondente a 5500  $\mu\text{m}$ , para cada tratamento, a fim de que a caracterização fosse significativa.

Conforme mostrado na Figura 46, observa-se que o tratamento criogênico profundo apresentou em sua distribuição uma quantidade maior de carbonetos com comprimento menor, quando comparado ao tratamento subzero (Figura 45) e ao convencional (Figura 44). Por sua vez, o tratamento convencional apresentou carbonetos com comprimento menor que o subzero. Apesar da quantificação obtida para o tratamento convencional apresentar melhores resultados em relação ao subzero, levando assim a crer que este tratamento apresentaria melhores propriedades, os resultados aqui obtidos não levaram em conta a distribuição de micro-carbonetos com dimensões nanométricas. Além disso, outros fatores também são responsáveis pela modificação na resistência mecânica, tais como: a presença de austenita retida e a tensão residual ocasionada pelos tratamentos.

Dada a baixa quantidade de carbono no aço em estudo (0,43%) era de se esperar baixos teores de austenita retida em martensita, após o processo convencional e criogênico.

É de fácil verificação, após a têmpera, a presença de austenita retida em aços de alta liga e alta porcentagem de carbono. A estabilização da austenita retida quando reportada está associada à composição química do aço, com a adição de elementos estabilizadores da austenita, como Ni, C e N. Alguns estudos sugerem que, mesmo estando estabilizadas, temperaturas na faixa de  $-120^{\circ}\text{C}$  seriam suficientes para a sua transformação em martensita.

Os estudos de Senthikumar em 2010 mostram que após a têmpera e o revenido há pouquíssimo teor de austenita retida localizada no contorno da ripa da martensita. O que se observa nas micrografias é uma estrutura martensítica homogênea, não sendo possível observar grandes alterações na estrutura. As

microestruturas obtidas em cada um dos tratamentos são bastante semelhantes, constituídas por martensita revenida, carbonetos em formas de estrias alongadas.

Quanto à presença de carbonetos do tamanho sugerido por Yun et al. com dimensões em escalas de ângstrons, a sua constatação necessitaria da utilização de um microscópio eletrônico de transmissão de alta resolução que permita a obtenção de imagens com resolução atômica.

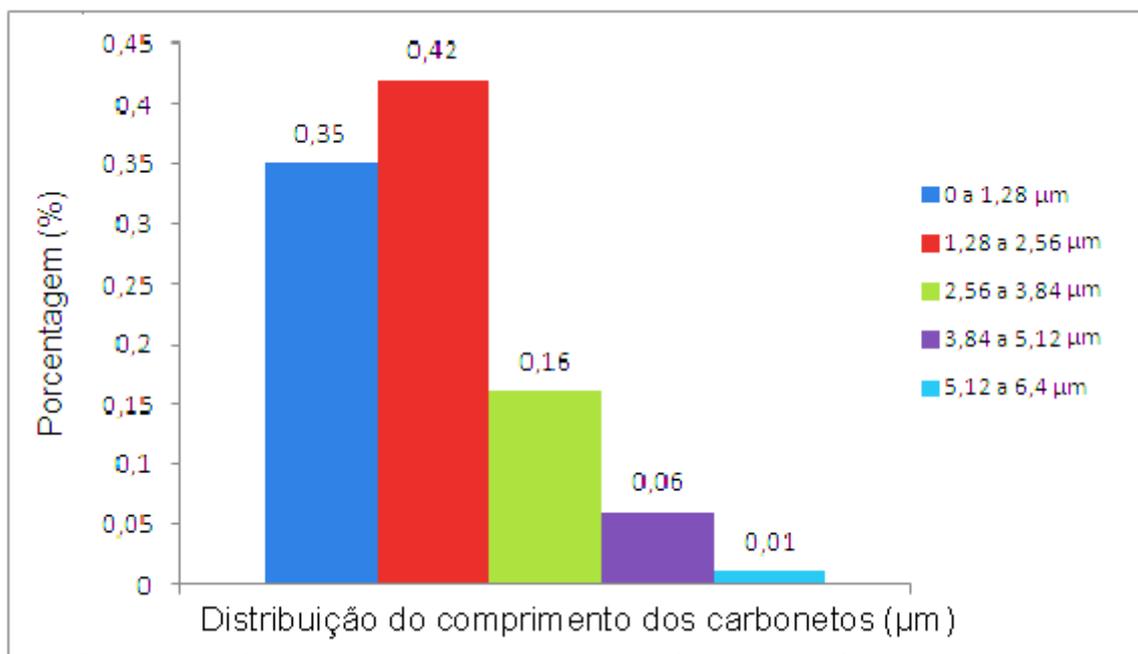
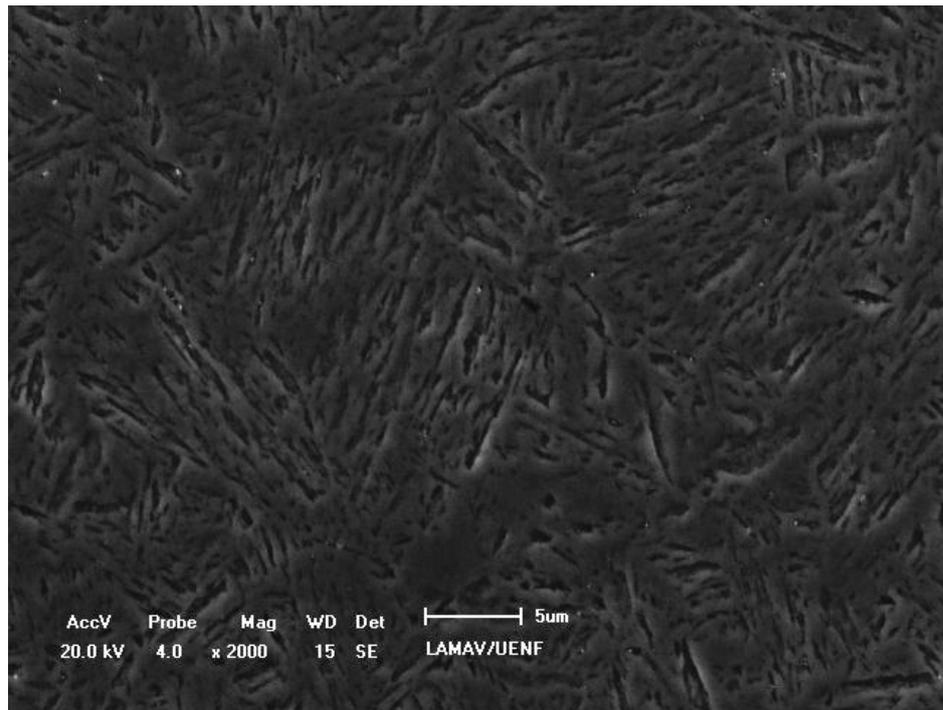


Figura 44 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos do aço SAE 4140 Tratamento Convencional em um aumento de 2000x.

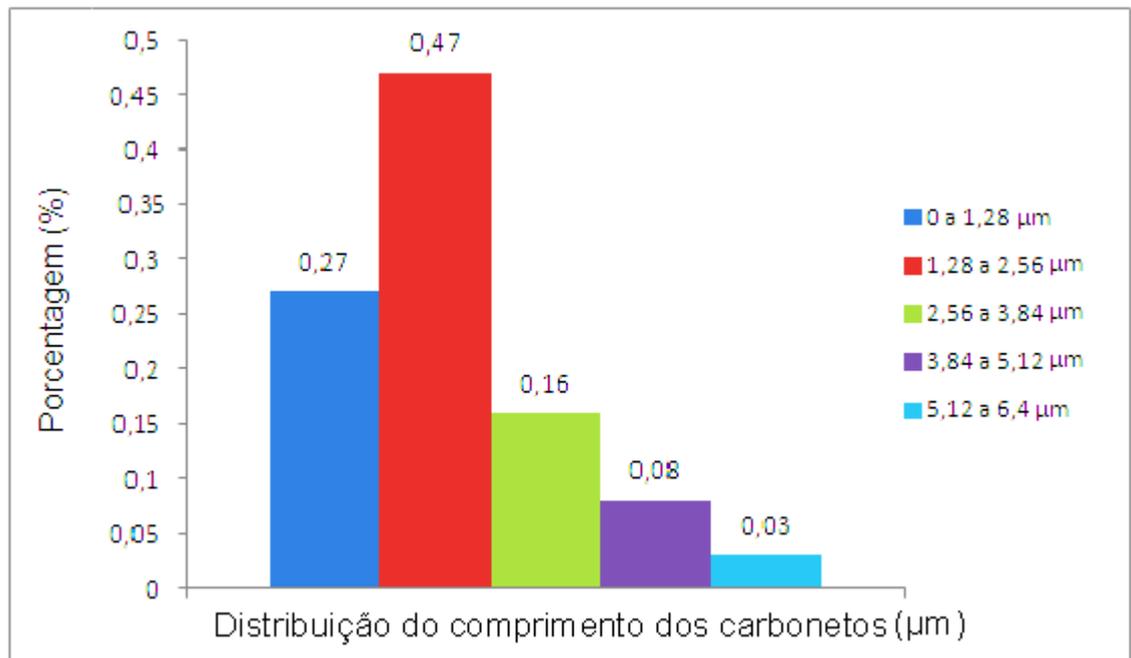
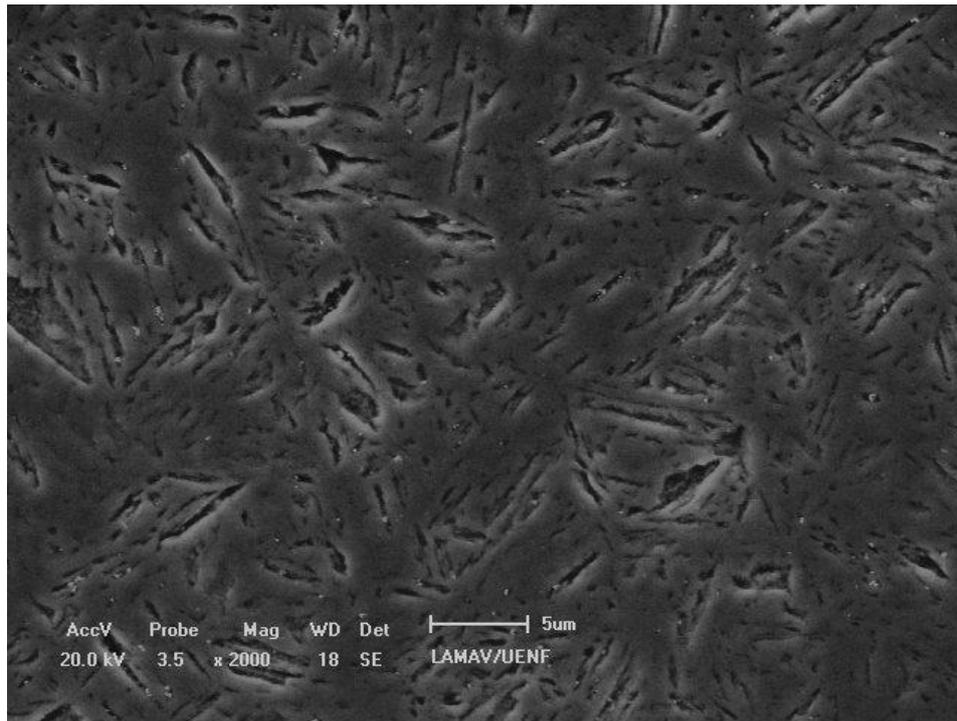


Figura 45 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos do aço SAE 4140 Subzero em um aumento de 2000x.

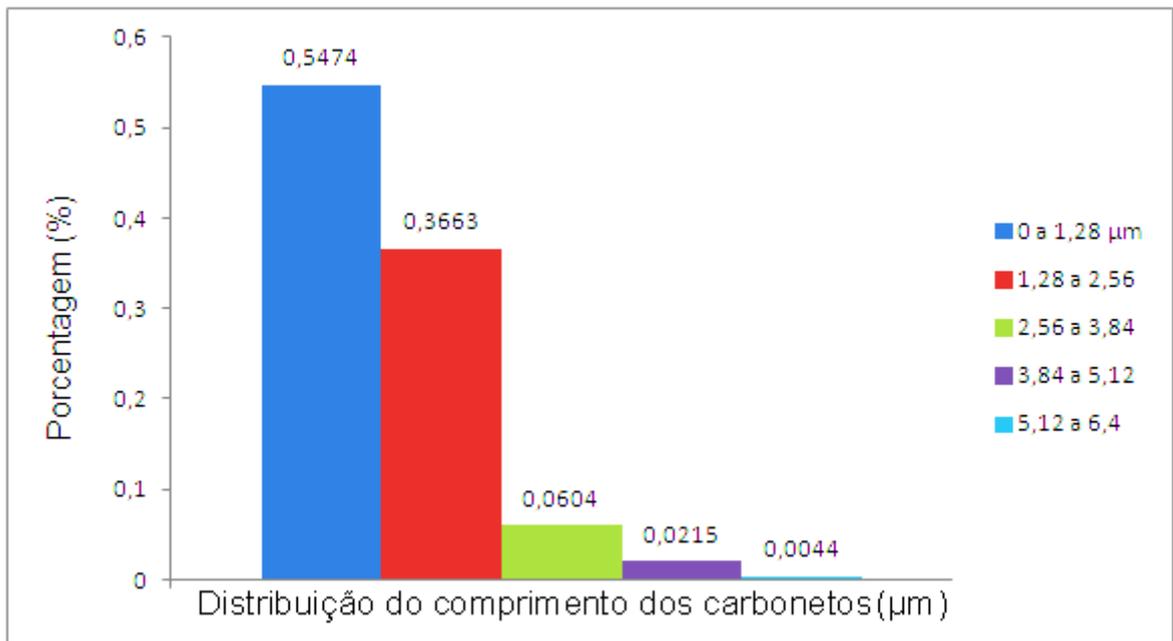
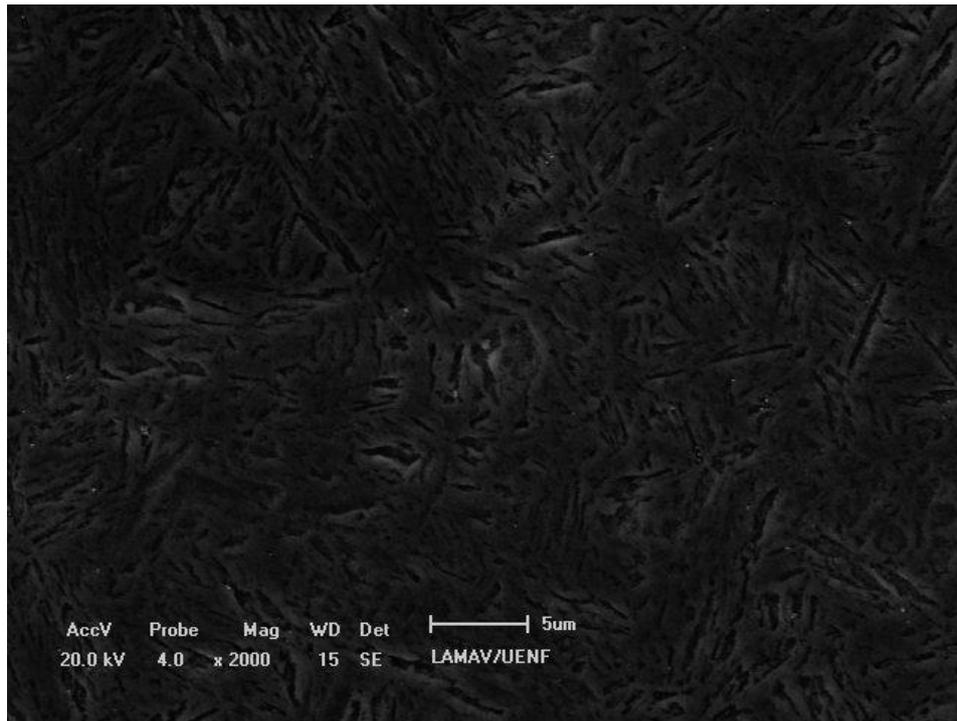


Figura 46 – Micrografia e distribuição do comprimento dos carbonetos de um aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico profundo em um aumento de 2000x.

### 4.3 Comportamento geral das curvas de tensão x deformação para os tratamentos térmicos em estudo

Dois corpos de prova de cada tratamento térmico estudado (como recebido, convencional, subzero e criogênico) foram submetidos a ensaio de tração. Uma vez que o corpo de prova estava fixado, um extensômetro tipo “clip gage” era fixado na região de teste. Desta forma foi possível registrar para cada teste a deformação verdadeira, a carga aplicada e o deslocamento do travessão. Após o carregamento atingir um valor de máximo e começar a cair consistentemente (detectado automaticamente pela máquina Instron) indicando o início da estricção, o equipamento parava e o “clip-gage” era removido, e o ensaio então prosseguia até a ruptura final do corpo de prova. A seção de teste dos corpos de prova apresentou diâmetros diferentes para cada um deles, dentro dos limites previstos pela norma ASTM E8-00 M, apresentados na Tabela 20. A Figura 47 apresenta as curvas Força x Deslocamento de todos os corpos de prova testados. As curvas de cor cinza se referem ao aço como recebido, a preta são dos corpos de prova submetidos ao tratamento térmico convencional, as vermelhas são associadas com os testes no material submetido ao tratamento subzero e as azuis com o criogênico.

Tabela 11 – Dimensões de trabalho dos corpos de prova testados.

Tratamento Térmico	d inicial (mm)	L <sub>0</sub>
Como recebido (1)	5,04	37,93
Como recebido (2)	5,05	35,70
Convencional (1)	4,43	39,17
Convencional (2)	4,43	42,22
Subzero (1)	4,33	38,54
Subzero (2)	4,48	40,64
Criogênico (1)	4,02	41,72
Criogênico (2)	4,82	39,75

Pode se notar que de uma maneira geral todas as curvas mantiveram o mesmo aspecto, sendo apenas dissonante o segundo corpo de prova submetido ao tratamento subzero, que apresentou um formato com curvatura positiva na região elasto-plástica. A inclinação da parte inicial do carregamento também foi bastante similar.

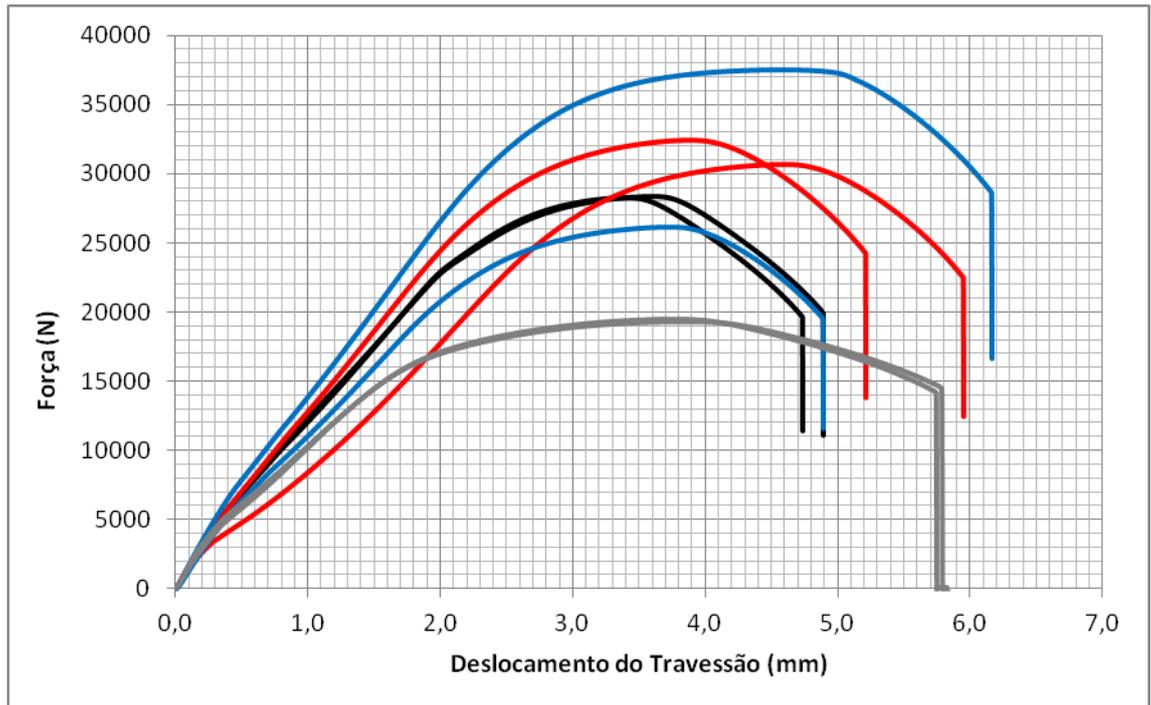


Figura 47 – Curvas Força x Deslocamento dos 6 corpos de prova estudados. A cor cinza indica o material como recebido, preta indica tratamento convencional, vermelha subzero e azul tratamento criogênico.

As curvas Tensão Convencional x Deformação convencional foram obtidas simplesmente dividindo-se o carregamento pela área resistente inicial. Para a deformação, dividiu-se o deslocamento pelo comprimento inicial da seção útil ( $L_0$ ). A Figura 48 apresenta estas curvas, para os tratamentos em estudo.

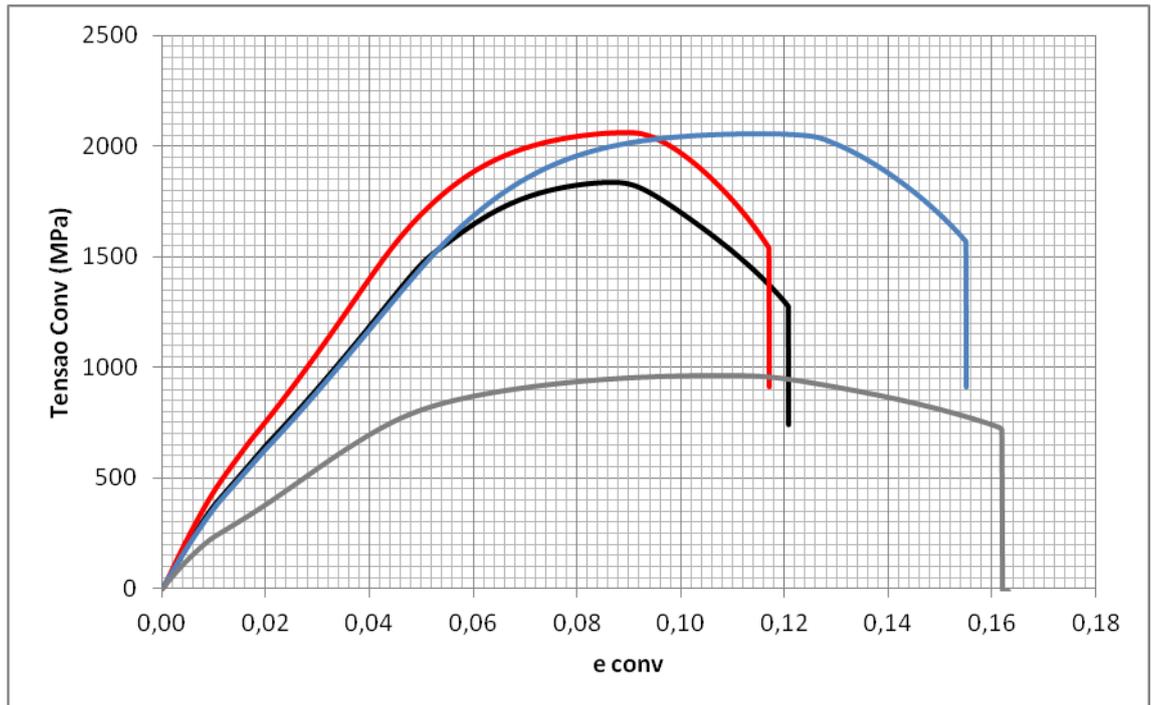


Figura 48 – Curvas tensão x deformação (ambas convencionais). Linha cinza representa o aço como recebido, preta tratamento convencional, vermelha tratamento subzero a - 82 °C e azul criogênico profundo.

Para se avaliar o efeito dos tratamentos térmicos aqui descritos sobre algumas outras propriedades do material é necessário se trabalhar com tensões e deformações reais. As deformações foram registradas diretamente durante os testes de tração, enquanto a tensão real foi calculada pelas expressões (1) e (2):

Pode se notar claramente o efeito dos tratamentos criogênicos no material. O Módulo de Tenacidade ( $U_T$ ) aumenta quando o material é submetido ao tratamento subzero, mas o criogênico profundo praticamente dobra o valor em relação ao tratamento convencional. Pode-se observar a partir das equações 3 e 4 que o Coeficiente de Encruamento ( $n$ ) diminui nos casos dos tratamentos subzero e criogênico profundo, enquanto o Coeficiente de Resistência ( $k$ ) aumenta visivelmente. O colapso da seção resistente (estricção) ocorre em pontos bem distintos nos três tratamentos aqui descritos, ainda que as tensões nas quais ocorram sejam próximas para o tratamento de subzero e de criogenia. A Figura 49 apresenta o local de ocorrência destes pontos (ponto final de cada curva).

O aumento na tenacidade pode ser explicado pelo “reforço” dado à martensita que fica mais estável devido a difusão de átomos de carbono de seu reticulado (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 direções das microtrincas, retardando o desenvolvimento delas (Yun, Xiaoping e Hongsen, 1998; Huang *et al.*, 2003)

Outra possibilidade é a precipitação de maior quantidade de carbonetos de alta dureza no revenimento das amostras tratadas com criogenia reduzir o teor de carbono e elementos de liga na matriz, elevando assim a tenacidade do material (Hung *et al.*, 2003).

Além disso, a formação preferencial de carbonetos ultrafinos ao invés de filmes de cementita ajuda a explicar o aumento da tenacidade nas amostras tratadas criogenicamente (Yun, Xiaoping e Honshen, 1998).

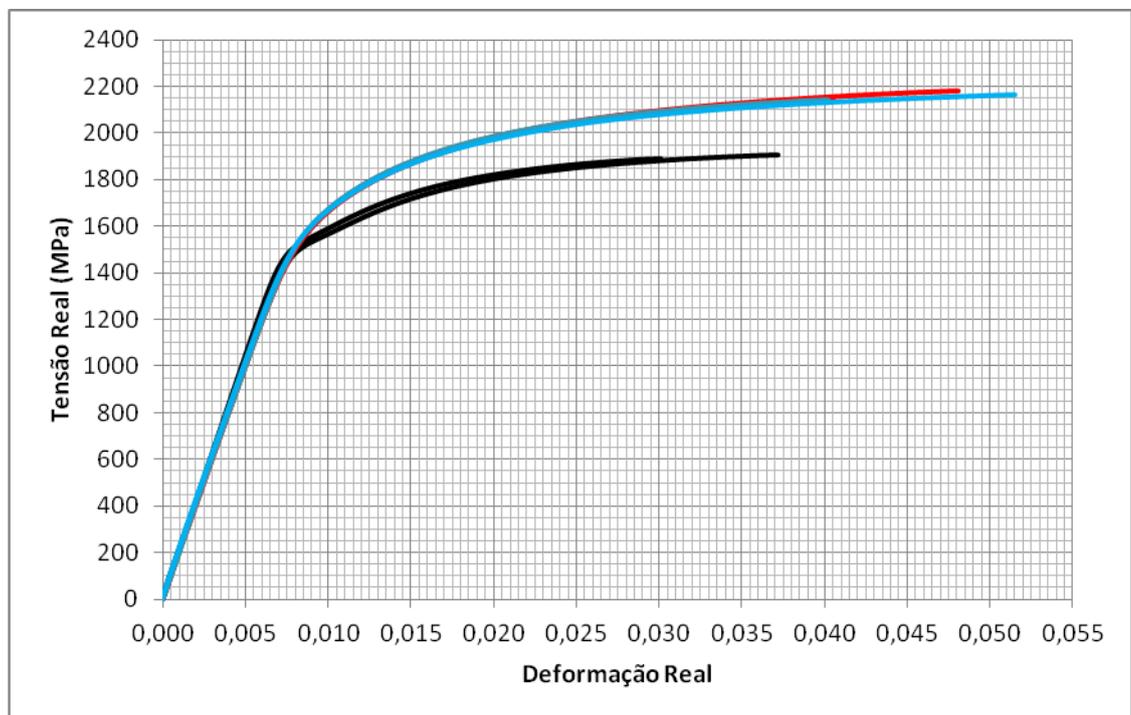


Figura 49 – Curvas tensão x deformação real. A linha preta representa tratamento convencional, vermelho tratamento subzero a - 82 °C e azul criogênico profundo.

Estas curvas são apresentadas até o limite onde  $\sigma_{\max}$  foi atingido.

A Tabela 21 apresenta a Deformação Máxima para cada caso estudado. Pode-se notar com clareza a dificuldade no cálculo da deformação em um ensaio de tração usando o modelo convencional. A Deformação Máxima real foi determinada com uso de um sensor de deformação.

Tabela 12– Deformação Máxima de Engenharia ( $\epsilon_{eng}$ ) e Convencional ( $\epsilon_{conv}$ ) e sua diferença percentual ( $\Delta\epsilon\%$ ).

Tratamento Térmico	$\epsilon_{eng}$	$E_{conv}$	$\Delta\epsilon\%$
Como recebido (1)	0,052610	0,098780	87,8
Como recebido (2)	0,062045	0,107980	74,0
Convencional (1)	0,030112	0,086801	188,3
Convencional (2)	0,036479	0,085345	133,9
Subzero (1)	0,046968	0,119058	153,5
Subzero (2)	0,039706	0,095760	141,2
Criogênico (1)	0,039456	0,089448	126,7
Criogênico (2)	0,050225	0,115160	129,3

#### 4.3.1 Análise do módulo de Elasticidade

O Módulo de Elasticidade (E) obtido pela inclinação da parte linear das curvas de carregamento é listado na Tabela 22. Conforme esperado, não houve alteração do módulo de elasticidade com a realização dos tratamentos térmicos.

Tabela 13 – Valores obtidos para Módulo de Elasticidade

Tratamento Térmico	E (Gpa)
Como recebido (1)	200
Como recebido (2)	198
Convencional (1)	208
Convencional (2)	197
Subzero (1)	200
Subzero (2)	197
Criogênico (1)	199
Criogênico (2)	198
Média	198
Aço SAE 4140 (Garcia, Álvares e Santos, 2000)	$195 \leq E \leq 200$

Pode-se notar que, com exceção do primeiro corpo de prova, que recebeu o tratamento térmico convencional, todos os outros valores apresentaram pequena

variação em relação à média, a qual se situou dentro dos limites indicados na literatura para este material.

#### 4.3.2 Cálculo da Tensão de Escoamento e Limite de Proporcionalidade

A tensão de escoamento e limite de proporcionalidade são duas propriedades que tem como característica a necessidade de definição de um critério para a determinação das mesmas, já que em materiais dúcteis não existem limites claros para elas. A Tensão de Escoamento ( $\sigma_{esc}$ ) é determinada pelo ponto de interseção entre a curva de tensão x deformação e uma reta paralela à sua porção linear e que dista 0,2% da origem do eixo das deformações.

O limite de proporcionalidade é definido pelo último ponto da porção elástica da curva de Tensão x Deformação. No caso de um teste realizado pela máquina Instron equipada com célula de carga de 100 kN, tem-se uma incerteza associada à medida que é de  $\pm 2$  N. Isto significa que qualquer valor situado neste intervalo pode ser o verdadeiro. Desta forma tem-se que o último valor linear pode estar em qualquer ponto que diste até 4 N da porção reta. Este critério foi usado para se determinar o Limite de Proporcionalidade medido. A Tabela 23 apresenta os valores obtidos neste estudo.

Tabela 14 – Tensão de Escoamento ( $\sigma_{esc}$ ) e Limite de Proporcionalidade ( $\sigma_{prop}$ )

Tratamento Térmico	$\sigma_{esc}$ (Mpa)	$\sigma_{prop}$ (Mpa)
Como recebido (1)	710	410
Como recebido (2)	710	420
Convencional (1)	1570	1228
Convencional (2)	1560	1165
Subzero (1)	1700	1129
Subzero (2)	1690	1084
Criogênico (1)	1700	1077
Criogênico (2)	1700	1176
Aço SAE 4140 [ Temperado e revenido 205 °C ]	1740	-

A Figura 50, Figura 51 e Figura 52 apresentam as curvas obtidas para Tensão Engenharia x Deformação de Engenharia. A Figura 53 apresenta os resultados para

os três tratamentos, agora superpostos, além do limite que define a tensão de escoamento (0,2 %). Estas curvas foram geradas até o limite de 5% de deformação, como forma de proteger o sensor de deformação que mediu os valores das deformações. Quando este valor era atingido, interrompia-se o teste e removia-se o sensor.

O tratamento convencional, como apresentado na Figura 50, não apresentou diferença significativa entre as curvas obtidas, apresentando uma inflexão acentuada no início do escoamento. Depois disto, os mecanismos concorrentes, presentes na deformação de materiais dúcteis, definem o comportamento da curva.

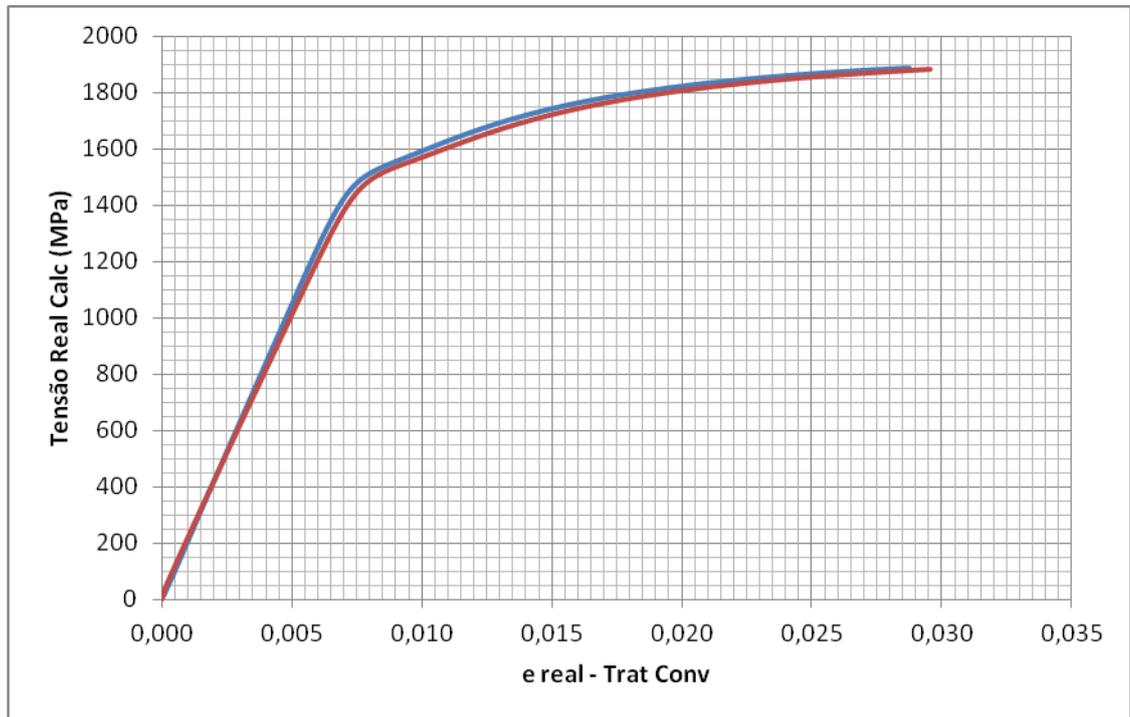


Figura 50 – Curvas de tensão real x deformação real dos dois corpos de provas testados submetidos ao tratamento convencional.

O tratamento subzero - 82°C (Figura 51) eliminou qualquer vestígio da inflexão acentuada, mas elevou consideravelmente a tensão durante a fase de deformação elasto-plástica. Os corpos de prova submetidos ao tratamento criogênico profundo (Figura 52) apresentaram comportamento bastante semelhante ao subzero, nesta fase do teste, mas divergiram fortemente a partir do início da fase elasto-plástica. A Figura 53 apresenta superpostas as curvas dos 3 tratamentos, na qual se pode notar com mais clareza os efeitos aqui descritos.

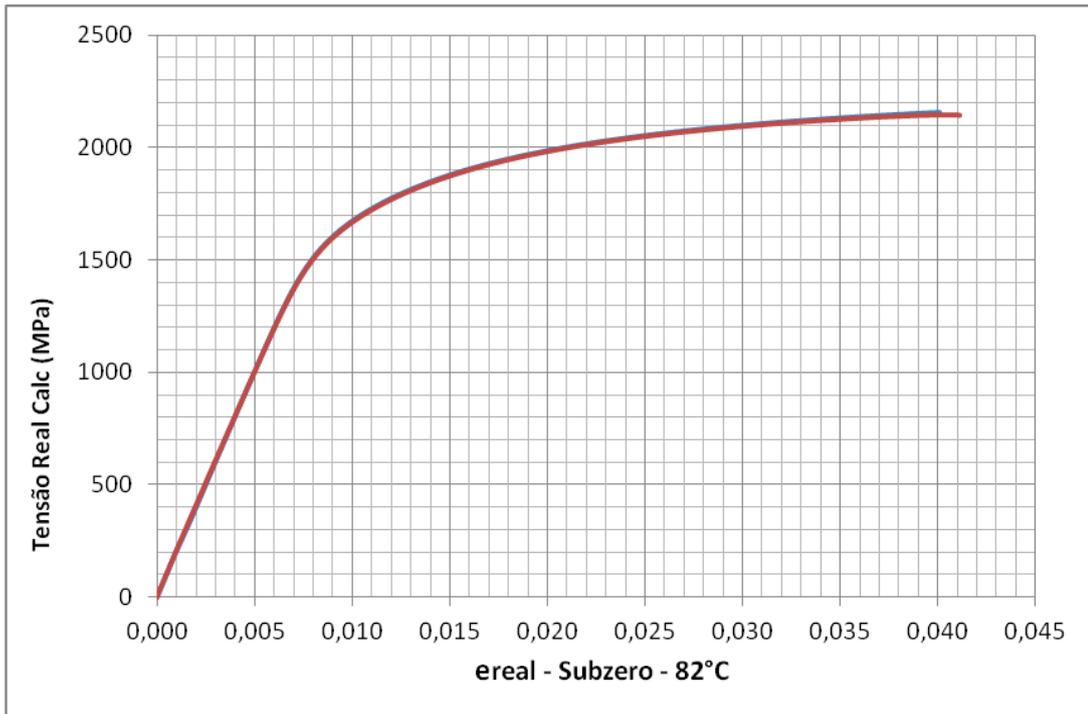


Figura 51 – Curvas tensão real x deformação real dos dois corpos de provas testados submetidos ao tratamento subzero a - 82 °C.

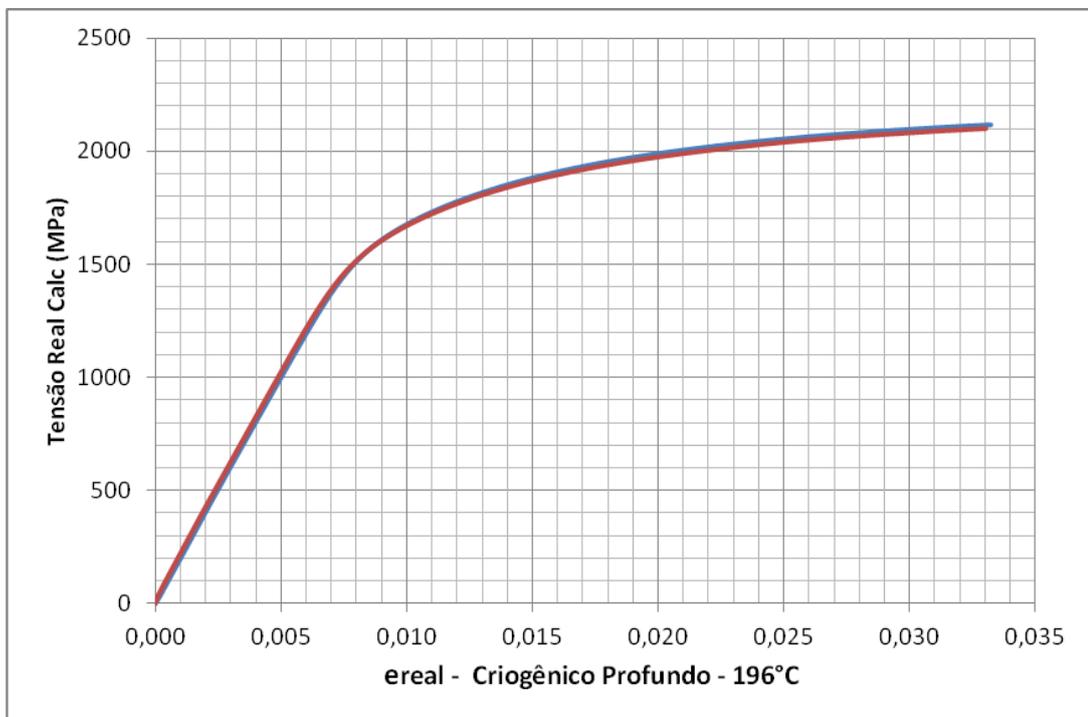


Figura 52 – Curvas dos dois corpos de provas testados. Tratamento Criogênico profundo.

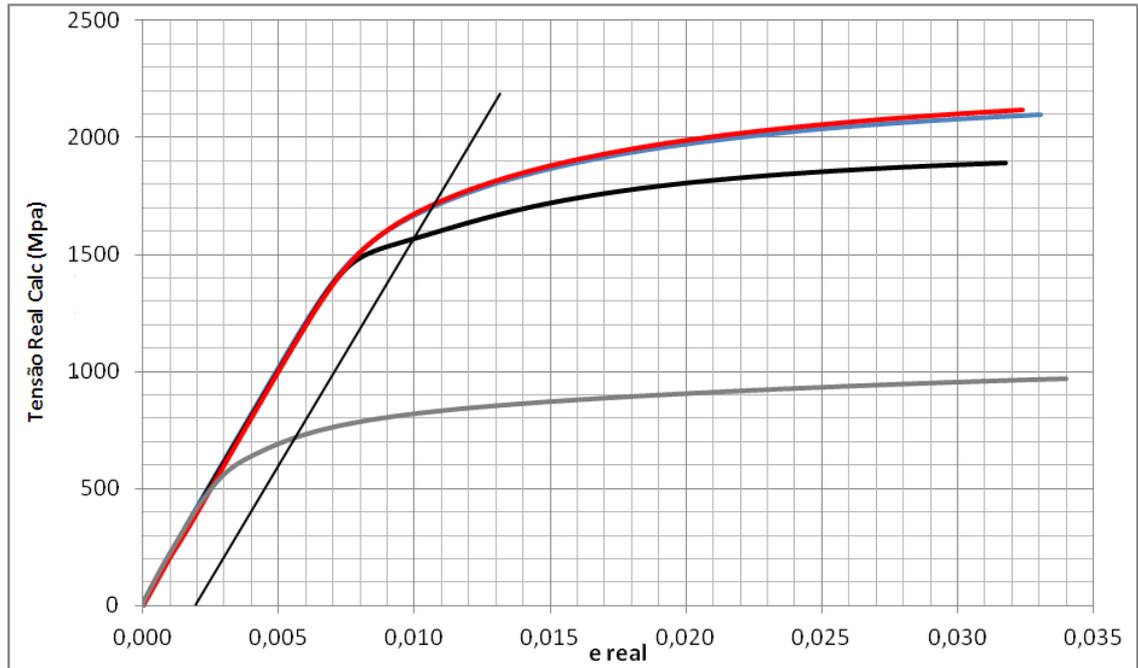


Figura 53 – Curvas tensão real x deformação real dos 3 tratamentos testados e do material como recebido. A Curva vermelha é o tratamento subzero, azul é criogênico, preta convencional e cinza como recebido. Reta preta delimita a deformação de 0.2%.

#### 4.3.3 Cálculo da Tensão Máxima e de Ruptura

A partir dos valores gravados pela máquina Instron para carga máxima e no momento da ruptura, pode-se calcular os valores das Tensões Máxima ( $\sigma_{\max}$ ) e de Ruptura ( $\sigma_{\text{rupt}}$ ), como sumarizado na Tabela 24.

Tabela 15 – Tensão Máxima Real e de Ruptura medidas nos corpos de prova.

Tratamento Térmico	$\sigma_{\max}$ (Mpa)	$\sigma_{\text{rupt}}$ (Mpa)
Como recebido (1)	1030	1431
Como recebido (2)	1033	1298
Convencional (1)	1890	2227
Convencional (2)	1907	2413
Subzero (1)	2180	2918
Subzero (2)	2142	2804
Criogênico (1)	2142	2895
Criogênico (2)	2163	2814
Aço SAE 4140 [Temperado e revenido 205 °C ]	1965	-

A Tensão Máxima é obtida quando se passa pelo ponto de máximo do carregamento, o qual é imediatamente anterior ao início da estricção e, portanto, da queda da carga. Esta tensão é definida como sendo a carga máxima dividida pela área inicial. A Tensão de Ruptura é obtida dividindo-se a última carga registrada antes da quebra do corpo de prova pela área definida após a remoção do corpo de prova da máquina, medindo-se o diâmetro da área reduzida pela estricção. Este valor é meramente formal, já que assume um estado de tensões uniaxial, o que não é verdadeiro quando existe a estricção. A Tabela 25 apresenta os valores determinados para a Tensão Máxima, na forma convencional (dividida pela área inicial) ou de engenharia (dividida pela área instantânea).

Tabela 16 – Tensão Máxima de Engenharia (E.) e Convencional (C.) e sua diferença percentual ( $\Delta\sigma\%$ ).

Tratamento Térmico	$\sigma_{\max}$ C. (Mpa)	$\sigma_{\max}$ E. (Mpa)	$\Delta\sigma_{\max}(\%)$
Como recebido (1)	975	1030	5,4
Como recebido (2)	965	1033	6,5
Convencional (1)	1834	1890	3,0
Convencional (2)	1838	1907	3,6
Subzero (1)	2080	2180	4,6
Subzero (2)	2059	2142	3,9
Criogênico (1)	2059	2142	3,9
Criogênico (2)	2057	2163	4,9

Nota-se a pequena diferença relativa entre as duas maneiras de se calcular a tensão máxima. É possível observar que esta diferença relativa varia para cada caso observado, o que indica não se tratar de uma característica puramente geométrica, mas sim que envolve a natureza do material e os tratamentos térmicos recebidos.

Utilizando as equações (5) e (6) foi possível mensurar o alongamento relativo e a redução de área dos diversos tratamentos térmicos aqui abordados. Os resultados obtidos são listados na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, logo a seguir:

Tabela 17 – Elongamento Relativo e Redução de Área.

Tratamento Térmico	EL (%)	RA (%)
Como recebido (1)	12,34	29,96
Como recebido (2)	13,00	25,54
Convencional (1)	6,5	24,4
Convencional (2)	6,0	26,9
Subzero (1)	8,6	27,7
Subzero (2)	8,7	25,9
Criogênico (1)	6,7	27,1
Criogênico (2)	9,9	25,0
Aço SAE 4140 [ Temperado e revenido 205 °C ]	11,0	42,0

#### 4.3.4 Análise de dureza Brinell

Após a realização dos ensaios de tração, foi retirada uma amostra com cerca de 10 mm de comprimento de uma das cabeças de cada corpo de prova representativo dos tratamentos térmicos. O corte foi feito com disco diamantado e refrigerado, evitando-se assim alterar propriedades do material devido ao procedimento de corte.

A Tabela 27 apresenta os valores encontrados usando-se um durômetro com penetrador tipo Brinell. Para comparação foi feita uma conversão para valores aproximados na escala Rockwell C.

Tabela 18– Dureza Brinell medida e convertida para Rockwell C.

Tratamento	HB	HB med	RC med
Como Recebido	221, 218	226	21
	232, 241		
	234, 210		
Convencional	481	482	49
	482		
	483		
Subzero	470	472	48
	473		
	474		
Criogênico	495	496	50
	496		
	497		

Observa-se que praticamente não houve mudança na dureza das amostras, ficando a diferença entre as durezas obtidas no intervalo de erro do equipamento, portanto, os tratamentos térmicos criogênico não teve influência nesta propriedade.

O aumento da dureza por meio de tratamentos criogênicos está relacionado à transformação da austenita retida em martensita. Devido a sua composição o aço SAE 4140 após têmpera tem uma pequena quantidade de austenita retida e, portanto uma pequena variação na dureza era esperada, com similar situação sendo também encontrada na literatura (Senthilkumar, 2010, Collins, 1996).

Em geral, segundo a literatura, a dureza é uma propriedade que é pouco afetada pelo tratamento criogênico, geralmente em valores de 2 a 3 pontos na escala HRC (Collins, 1996).

O condicionamento da martensita com maior relação “c/a” pode explicar as muitas inconsistências na relação entre dureza e tenacidade, no caso de um componente mecânico apresentar inicialmente alta quantidade de austenita retida então o tratamento criogênico 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 o processo criogênico a resistência ao desgaste e tenacidade; irão aumentar sem que haja substancial variação na dureza, (Collins,1998)

## CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

No tocante as propriedades mecânicas medidas pelo ensaio de tração, pode-se concluir que:

- 1) A Tenacidade aumentou 53.6% com o tratamento criogênico e 12.1% com o resfriamento, quando seus valores são comparados com os obtidos pelo tratamento convencional de têmpera e revenido.
- 2) A inflexão de início de escoamento, claramente visível no tratamento convencional, desaparece e dá lugar a uma suave curvatura quando os tratamentos propostos são realizados.
- 3) O Módulo de Elasticidade (E) não é afetado pelos tratamentos propostos e apresenta uma média geral de 198 GPa, dentro da faixa esperada e indicada pela literatura.
- 4) A tensão de escoamento aumenta 8.3% com o tratamento de resfriamento e 8.6% com o criogênico, se comparada com o valor medido nos corpos de prova submetidos ao tratamento convencional. Embora apenas 2 corpos de prova tenham sido feitos para cada caso, os valores encontrados são semelhantes.
- 5) A tensão Máxima aumenta 13.8% com o tratamento de resfriamento e 13.4% com o criogênico, se comparada com o valor medido nos corpos de prova submetidos ao tratamento convencional.
- 6) A Tensão de Ruptura aumenta 23.3% com o tratamento de resfriamento e 23.0% com o criogênico, quando comparada com o valor medido nos corpos de prova submetidos ao tratamento convencional.
- 7) O Elongamento Relativo aumenta 38.4% com o tratamento de resfriamento e 32.8% com o criogênico.
- 8) A Redução de Área Relativa aumenta 4.5% com o tratamento de resfriamento e 2.3% com o criogênico.
- 9) A dureza Brinell medida pareceu não ter sido afetada pelos diversos tratamentos térmicos testados.

A análise metalográfica do material submetidos aos diversos tratamentos térmicos permitiram concluir que:

- 1) Não foi possível verificar mudanças nas composição fásica nem na quantidade relativa das fases durante os tratamentos térmicos abordados nesse estudo.
- 2) Não se observou nenhuma alteração na microestrutura do material submetidos ao tratamento convencional quando comparado ao tratamento subzero e criogênico.
- 3) O Tratamento Criogênico apresentou maior quantidade de carbonetos com comprimento menor que 1,28 micrometros (54,4%), quando comparado com os tratamentos convencional (35,0%) e subzero (27,0%).

## CAPÍTULO 6: SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Após a conclusão deste trabalho restam algumas sugestões para trabalhos seguintes.

- 1) Repetir os tratamentos propostos com corpos de prova usinados em máquina com CNC e com no mínimo 10 amostras para cada caso, para se obter consistência estatística nas conclusões.
- 2) Verificar a correlação entre a severidade da têmpera e as propriedades finais obtidas pelos tratamentos propostos.
- 3) Verificar a influência dos tratamentos propostos sobre as propriedades de Fratura do material.
- 4) Testar novos materiais.
- 5) Fazer busca de microcarbonetos utilizando técnica de microscopia eletrônica de transmissão com aumentos mínimos recomendáveis pela literatura.

**CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Alexander, (2009) Estudo da influência da criogenia na resistência ao desgaste abrasivo do aço ASTM 743 tipo CA6NM, UNICAMP, 2009.

Alexandru, I. et al (1990), "Influence de Traitements Thermiques à Basse Température Sur La Durée de Vie des Aciers à Outils à Coupe Rapide Très", Mémoires et Etudes scientifiques Revue de Metallurgie, June, pp. 283-388.

Arnell, R.D.; Journal of the Iron and Steel Institute 206,1035 (1998).

ASM Handbook. (1990) Properties and selection: Irons, Steel and High-Performance Alloys. 10<sup>a</sup> ed. USA: ASM International.

ASM Handbook. (1991) Heat Treating V.4 ed. USA: ASM International.

Bhadeshia, H. K. D. H. (2001) Bainite in steels. 2. ed., London, IOM Communications Ltd.

Baldissera .P, Delprete.C, Deep cryogenic treatment: a bibliographic review, 2008.

Barron, R. F. (1982), "Cryogenic Treatment of Metals to Improve Wear Resistance", Cryogenics, August, pp. 409-413.

Barron, R. F. (1974), "Cryogenic Treatment Produces Cost Savings for Slitter knives", Tappi Journal, May, Vol. 57, num. 5, 2 pp.

Callister, W. D. J. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 7a ed. Utah: John Wiley & Sons, 2008.

Canale, L. C. F.; Mesquita, R. A.; Totten, G. E. Failure analysis of heat treated steel components. 1<sup>a</sup>. ed. Ohio: ASM International, v. 1, 2008.

Chandler, Harry. Heat Treater's Guide – Practices and Procedures for Irons and Steels. ASM International. United States, 1995.

Cohen, P., Kamody, D., "Cryogenics goes deeper", Cutting tool Engineering, v. 50, n. 7, pp. 46-50, 1998.

Collins, D.; Domer J. Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel. Heat Treatment of Metals, v. 3, p. 71-74, 1997.

Collins, D. N. Deep cryogenic treatment of tool steels: a review. Heat Treatment of Metals, v. 23, n. 2, p. 40-42, 1996.

Durnin, j. e Ridal, K.A.; Journal of the Iron and Steel; Institute 20£, 60 (1998).

Frey, R. (1986), "Cryogenic Treatment Improves Properties of Drills and P/M Parts", The Heat treating, Source Book – ASM, pp. 432-434.

Garcia A, Alvares. J.S, Santos C., Ensaios dos materiais, 1º edição, 2000.

Grachev, S.V., 2009. Structural mechanism of stress relaxation in metastable alloys. Met. Sci. Heat Treat. 47 (7–8), 289–295.

Guimarães, J. R. C. (1981) Conceituação, cinética e morfologia da transformação martensítica em aços. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, V.1, nº 1, 3-9.

Gulyaev, A. P. (1937), "Improved Methods of Heat Treating High Speed Steels to Improve the Cutting Properties", Metallurg, num.12, 65 pp.

Hibbeler, R. C. Resistência dos Materiais. 5. ed. São Paulo: Pearson, 2004.

Hoffmann, K., "An introduction to measurements using strain gages", Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, 1989.

Huang, J.Y., Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Beyerlein, I. J., Bourke, M. A., Mitchell, T. E. (2003). Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. *Materials*. In: *Science and Engineering*, V.339, p.241-244.

Hyam, E.D. e Nutting, J.; *Journal of the Iron and Steel Institute* 184, 148 (1956).

Jack, D.H. e Nutting, J.; *Progress Report on Advances in Physical Metallurgy*, Metals Society, 100 (1974).

Kamody, D. J. (1999), "Cryogenic Process Update", *Advanced Material & Processes*, pp. 67-69.

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.*

Klug, H. P. e Alexander, L. E. *X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials*, 2.ed, New York, N.Y.: Wiley Interscience, 1974.

Krauss, G. *Steels: heat treatment and processing principles*. Ohio: ASM International, 1994.

Krauss. G.; *Heat Treated Martensitic Steel: Microstructural Systems for Advanced Manufacture*. , ISIJ International, Vol. 35, No. 4, 1995, pp. 349-359

Koo, J; Narasimka Rao, B.V. e Thomas, G. *Metallurgical Progress* (1979).

Krauss. G.; *Tempering and Structural Change in Ferrous Martensitic Structures Phase Transformations in Ferrous Alloys*. Metallurgical Society of AIME, p. 102 – 123, 1984.

Krauss. G.; *Deformation and fracture in martensitic carbon steels tempered at low temperatures*, Metallurgical and Materials Transactions B, Vol. 32-B, p. 205, april,

2001.

Kollmer, K.P., Applications & Developments in the Cryogenic Processing of Materials, The Technology Interface . Electronic Journal for Engineering Technology 1999.

Law, N.C.; Howell, P.R. e Edmonds, D.V.; Metal Science U ,507 (1979).

Luzginova, N., Microstructure and Transformation Kinetics in Bainitic Steel, Delft, 2008. Tese (PhD) Technische Universiteit Delft

Marder. A. R. and Goldstein. J.I.; Phase Transformations in Ferrous Alloys Structure-Property Relationships in Ferrous transformation Products. AIME, 1984, pp 11-41.

Mariante, G.R.( 1999). Efeito do Tratamento Criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2. In: Dissertação de Mestrado- PPGEM-UFRGS.

Meng, F., Tagashira, K. and Sohma, H. (1994), "Wear Resistance and Microstruture of Cryogenic Treated Fe-1.4Cr-1C Bearing Steel", Scripta Metallurgica et Materialia, Big chill to extend gear life, Vol.31, num.7, pp. 865-868.

Meng, F., Tagashira, K., Azuma, R. and Sohma, H. (1994), "Role of Eta-Carbide Precipitations in the Wear Resistance Improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1.4C Tool Steel By Cryogenic treatment", ISIJ International, Vol.34 Num.2, pp. 205-210.

Moore, K. e Collins, D. N. (1993), "Cryogenic Treatment of Three Heat Treated Tools Steels", Engineering Materials, Vol. 86-87. pp. 47-54.

Nishyama. Z. (1978), Martensitic transformation. Academic Press. New York, p.14-79.

Norton, H. N., "Handbook of transducers", Editora Prentice Hall do Brasil Ltda., 1989.

Novikov, I. (1994) Teoria dos tratamentos térmicos dos metais. Editora UFRJ, Rio de Janeiro, RJ. 439, 457, 550p.

Okorafor, O. E. (1987), "Fracture Toughness of M2 and H13 alloy tools steels", *Materials Science and Technology*, vol I3, p 118-122.

Oliveira. C.A. S.; *Tempera Direta de Aços Baixa Liga: Aspectos Cinéticos, Microestruturais e de Propriedades Mecânicas*. 1944, 245f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Otsuka, K., Wayman, C. M. (1999) *Shape Memory Materials*. 1ª ed. *University Press. United Kingdom-Cambridge, USA*. 284p.

Pacyna J. (1987), "The Effect of Retained Austenite on the Fracture Toughness of High-Speed steels", *Steel Research*, num. 2, pp. 87-92.

Paulin, P.(1992), "Cold Cuts", *Cutting tool Engineering*, August Vol. 44 num.5.

Paulin, P.(1992), "Mechanism and Applicability of Heat Treating at Cryogenic Temperatures", *Industrial Heating*, August, pp. 24-27

Parker, E.R.; *Metallurgical Transactions* 8A, 1025 (1977).

Popandopulo A. N., and Zhukova L. T. *Transformations in High Speed Steels During Cold Treatment*, Translated from *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka, Metallov*, n.º.10, pp. 9-11, 1980.

Reasbeck, R.B. (1989), "Improved Tool Life by the Cryotough Treatment", *Metallurgia*, April, n4, pp. 178-179.

Reed-Hill. R. E.; *Princípios de Metalurgia Física*, 2ª ed., p 620 – 633, 1982

Ribeiro, L.P.P.G, Caracterização das propriedades mecânicas do aço SAE 4140 após diferentes tratamentos de têmpera e revenido. Dissertação de mestrado PUC, 2006.

Roberts, G. A. and Cary, R. A (1980), "Purpose and Effect of Alloying Elements", Tool steels, 4th edition, pp. 213-218.

Rocha, Marcos Antônio de Carvalho. Análise das propriedades Mecânicas do aço SAE 4140 com estrutura Bifásica. Dissertação de Mestrado, 2004.

Sarikaya, M.; Steinberg, B.G. e Thomas, G.; Metallurgical Transactions 1982.

Senthilkumar D., Rajendran I., Pellizzari M., Juha Siiriainen, Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel, 2010.

Senthilkumar D., Rajendran I., Pellizzari M., Effect of treatment on the hardness and tensile behavior of AISI 4140 steel, 2011.

Smol' Nikov, E. A. e Kossovich, G. A. (1980), "Cold Treatment of Cutting Tools", Translated from Metallovedenie Termicheskaya Obrabotka Metallov, num.10, pp. 5-7.

Taylor, J. (1978), "Cold Plunge Gives Tools an Extra Lease of Life", Metalworking Production, May, 122, vol.5, pp.73-77.

Thompson, C. B. e Brown, K. A. (1992), "Does Liquid Nitrogen Immersion Improve Wear Resistance of steel and cast iron ?" Tappi Journal, march, pp. 173-179.

Tseitlin, L. B., Kolesnichenko, V. D., Karnaushenko T.V., Umanetes V.V. e . Zhmud'E. S. (1980), "Tool Life of High Speed Steel Cutters After Cod Treatment", Translated from Metallovedenie termicheskaya Obrabotka Metallov, n.10, pp.7-9.

Vales, S.S. Estudo da Influência do tratamento criogênico no aço AISI H13, Dissertação de mestrado, Universidade de São Paulo 2010.

Van Vlack, L. H. Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais. Rio de Janeiro: Editora Campus Ltda ( 1984)

Voort, G.F.V. Atlas of time temperature diagrams. USA: ASM International, 1<sup>a</sup> ed, 1991.

Wang. S.Y., Wang. C.Y. and Zhao. D.L.; Effect of Double Boron Impurities on the  $\alpha$  - Iron Grain Boundary Cohesion. Journal of Alloy and Compounds, n 368, p 308-311, 2004.

Wurzbach R.N, W. DeFelice ,Improving component wear performance through cryogenic treatment. (2003).

Yen, P. and Kamody D. J. (1997), "Formation of Fine Eta Carbides in Special Cryogenic and Tempering Process Key to Improved Properties of Alloy Steels", Industrial Heating, January, pp. 40-44.

Yildiz, Y.; Nalbant, M. A review of cryogenic cooling in machining processes. International Journal of Machine Tools & Manufacture , v. 48, n. 9, p. 947-964, 2008.

Yun, D., Xiaoping, L., Hongshen, X. (1998); Deep Cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism. In: Heat Treatment of Metals, v.3, p.55-59.

Zhmud', E. S. (1980), "Improved Tool Life After Shock Cooling", Translated from Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov, num.10, pp. 3-5.