

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MECÂNICA DO AÇO
AISI/SAE 4140 TRATADO SOB DIFERENTES TRATAMENTOS
TÉRMICOS

ELINE TOURINHO RASMA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
MARÇO – 2015

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MECÂNICA DO AÇO
AISI/SAE 4140 TRATADO SOB DIFERENTES TRATAMENTOS
TÉRMICOS**

ELINE TOURINHO RASMA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. PhD Eduardo Atem de Carvalho

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO – UENF**

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

MARÇO– 2015

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MECÂNICA DO AÇO
AISI/SAE 4140 TRATADO SOB DIFERENTES TRATAMENTOS
TÉRMICOS

ELINE TOURINHO RASMA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aprovada em: __/__/____

COMISSÃO EXAMINADORA:

Profª Polyana Borges Dias (DSc. Eng. e Ciência dos Materiais) – IFF

Prof. Herval Ramos Paes Jr. (DSc. Eng. Metalúrgica e de Materiais) –
UENF/CCT/LAMAV

Profª Márcia Giardinieri de Azevedo (DSc. Eng. Química) - UENF/CCT/LAMAV

Prof. Eduardo Atem de Carvalho (PhD. Eng. Mecânica) - UENF/CCT/LAMAV
(Orientador)

Aos meus pais Eloete e João Jorge pelos valiosos ensinamentos e educação que me proporcionaram, com tanto amor e carinho.

À minha irmã Elissa que sempre torceu pelas minhas conquistas.

Ao meu noivo e companheiro Tadeu por todo amor, incentivo e paciência nas horas mais difíceis.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pela vida, por ter me permitido nascer numa família maravilhosa e por todas as oportunidades que obtive até os dias de hoje.

Agradeço às minhas inspirações de vida: Eloete e João Jorge. Muito obrigada por me ensinarem valores que um ser humano pode ter de melhor: moral, caráter e integridade. Sempre me apoiando, incentivando e mostrando a importância do conhecimento e de todo o esforço. Obrigada por serem meus pais. Eu me orgulho muito disso.

Juntamente a eles, deixo todo o meu agradecimento à minha querida e amada irmã Elissa, que com o seu amor e inteligência sempre soube transparecer todo o seu carinho, amizade e incentivo. E aos meus avós Astrogildo Tourinho, Dulce Rasma e a todos os meus familiares que sempre me apoiaram, incentivaram e me ajudaram de todas as maneiras possíveis.

Ao meu noivo, Tadeu, e sua querida família, pelo amor, carinho, dedicação, pela enorme paciência, preciosa amizade, compreensão nos momentos de estresse e companheirismo em toda trajetória desta etapa da minha vida.

Em especial, ao meu orientador, Professor PhD. Eduardo Atem, pela oportunidade deste trabalho e, principalmente, pela orientação, por todo conhecimento transmitido, pela paciência, pelo apoio durante todo o trabalho e por ter confiado no meu potencial.

Aos técnicos do laboratório Silvio Gonçalves, Michel Picanço, Rosane Toledo e Fernando (técnico do laboratório do CBB) por toda paciência e ajuda para a realização deste trabalho. Em especial, agradeço à Carlan, ex-técnico e colega de mestrado, pela ajuda com experimentos, pelas conversas e conselhos.

Aos meus amigos Amanda, Águida, Carla, Isabella, Bruno, Tatiane, Bárbara, Tainá e Fabrício pela ajuda, pela convivência agradável, e por sempre estarem presentes nas horas mais importantes e aos professores em especial Lioudmila e Sérgio Neves, que de alguma forma fizeram parte dessa jornada.

A todos os amigos que fiz aqui em Campos dos Goytacazes, pelo ótimo ambiente de descontração e alegria que sempre proporcionam.

*“O êxito ou o fracasso de sua vida não depende de quanta força
você põe em uma tentativa, mas dá persistência em ser você
mesmo” – Jean Yves Leloup*

SUMÁRIO

| | |
|---|-------------|
| ÍNDICE DE FIGURAS | X |
| ÍNDICE DE TABELAS | XIII |
| RESUMO..... | XIV |
| ABSTRACT..... | XV |
| CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO..... | 16 |
| 1.1 Considerações Iniciais | 16 |
| 1.2 Objetivo | 17 |
| 1.2.1 Principal: | 17 |
| 1.2.2 Específicos: | 17 |
| 1.3 Justificativas..... | 18 |
| 1.3.1 Importância científica | 18 |
| 1.3.2 Importância econômica..... | 18 |
| 1.3.3 Importância tecnológica | 18 |
| CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 19 |
| 2.1 Aços | 19 |
| 2.2 Aço AISI / SAE 4140 | 19 |
| 2.3 Diagrama de Equilíbrio Fe-C..... | 21 |
| 2.4 Tratamentos Térmicos | 25 |
| 2.5 Mecanismos da Transformação Martensítica | 27 |
| 2.6 Tratamento Térmico de Revenido..... | 32 |
| 2.6.1 Primeiro Estágio do Revenido – Segregação de Carbono Metaestável | 33 |
| 2.6.2 Segundo e Terceiro Estágios - Transformação da Austenita Retida e Precipitação de Cementita | 34 |
| 2.6.3 Quarto Estágio – Precipitação de Carbonetos de Liga | 35 |
| 2.7 Influência do Revenido na Dureza e Tenacidade..... | 36 |
| 2.8 Austenita Retida..... | 39 |
| 2.9 Tratamento Térmico de Criogenia..... | 42 |
| 2.9.1 Variações dos Tipos de Criogenia | 43 |
| 2.9.2 Tratamento Criogênico e Tratamento Subzero | 48 |
| 2.10 Mudanças Microestruturais do Tratamento Criogênico | 50 |
| 2.11 Propriedades Influenciadas pelo Tratamento Criogênico..... | 53 |

| | |
|--|-----------|
| 2.12 Mudanças Estruturais e nas Propriedades Mecânicas do Aço SAE 4140 ao Tratamento Criogênico..... | 56 |
| 2.14 Propriedades Mecânicas dos Aços Criogênicos | 66 |
| CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS | 68 |
| 3.1 Materiais | 68 |
| 3.1.1 Corpo de Prova..... | 68 |
| 3.2 Metodologia | 69 |
| 3.2.1 Preparação de Amostras para Ensaios de Tração e Metalografia.... | 69 |
| 3.2.2 Tratamentos Térmicos Aplicados nas Amostras..... | 70 |
| 3.2.2.1 Tratamento Térmico Convencional..... | 72 |
| 3.2.2.2 Tratamento Subzero | 73 |
| 3.2.2.3 Tratamento Criogênico Profundo..... | 73 |
| 3.2.3 Revenimento de Todas as Amostras | 74 |
| 3.2.4 Preparação Metalográfica das Amostras | 74 |
| 3.2.5 Caracterização da Estrutura e Morfologia..... | 75 |
| 3.2.5.1 Análise Difratométrica..... | 75 |
| 3.2.5.2 Microscopia de Varredura a Laser..... | 76 |
| 3.2.5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura..... | 76 |
| 3.2.6 Ensaio de Tração..... | 77 |
| 3.2.7 Dureza | 80 |
| CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES..... | 81 |
| 4.1 Caracterização Estrutural..... | 81 |
| 4.1.1 Difração de Raios X..... | 81 |
| 4.2 Caracterização Morfológica | 86 |
| 4.2.1 Microscopia de Varredura a Laser | 86 |
| 4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS..... | 92 |
| 4.3 Propriedades Mecânicas..... | 99 |
| 4.3.1 Comportamento geral das curvas de tensão x deformação para os tratamentos térmicos em estudo..... | 99 |
| 4.3.2 Módulo de Elasticidade..... | 102 |
| 4.3.3 Limite de Escoamento | 103 |
| 4.3.4 Limite de Resistência à Tração e Limite de Ruptura..... | 104 |
| 4.3.5 Elongamento dos corpos de prova (EL%) e Redução de área (RA%) | 107 |

| | |
|--|------------|
| 4.3.6 Módulo de Resiliência e Módulo de Tenacidade | 109 |
| 4.4 Dureza | 110 |
| CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES..... | 112 |
| SUGESTÕES..... | 114 |
| ANEXO I..... | 115 |
| ANEXO II..... | 116 |
| ANEXO III..... | 117 |
| ANEXO IV | 118 |
| ANEXO V | 119 |
| ANEXO VI | 120 |
| ANEXO VII | 121 |
| ANEXO VIII | 122 |
| REFERÊNCIAS..... | 123 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Ferro – Carbono..... | 21 |
| Figura 2 - Diagrama TTT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Austenitizado a 843°C. (Voort, 1991)..... | 23 |
| 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)..... | 23 |
| Figura 4 - Transformações possíveis envolvendo a decomposição da austenita. (Callister, 2013)..... | 24 |
| Figura 5 - Fotomicrografia da microestrutura martensítica. (CIMM, 2013)..... | 25 |
| Figura 6 - Curva de temperabilidade do ensaio Jominy para cinco aços diferentes com composição e tamanho de grãos conforme indicado. (Callister, 2013) | 27 |
| Figura 7 - Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC. (Reed Hill, 1982)..... | 29 |
| Figura 8 - Modelo simplificado da transformação martensítica (Otsuka e Wayman, 1999)..... | 29 |
| Figura 9 - Intervalos de formação da martensita tipo ripas e tipo placas. (Krauss, 1994)..... | 31 |
| Figura 10 - Variação de Ms e Mf com o teor de carbono. (Reed Hill, 1982).... | 32 |
| Figura 11 - Variação da dureza no revenido da martensita em ligas Fe – C. (Chiaverini, 2008)..... | 36 |
| Figura 12 - (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). | 38 |
| Figura 13 - Célula de resfriamento utilizada por (Gulyaev, 1937)..... | 44 |
| Figura 14 - (a) Processo de tratamento Cryotough com nitrogênio líquido a (-196°C) - (Taylor, 1978), (b) típico processador criogênico..... | 46 |
| Figura 15 - (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)..... | 47 |
| Figura 16 - Variação da austenita retida com o teor de carbono (Reed Hill, 1982). | 49 |
| Figura 17 - Efeito da temperatura criogênica do aço ferramenta, 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). | 55 |
| 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). | 56 |
| Figura 19: 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> , 2011)..... | 61 |
| Figura 20 - Difrátograma de raios X das amostras submetidas ao tratamento térmico (a) convencional, (b) subzero e (c) criogênico profundo (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 62 |
| Figura 21 - Fractografia do aço AISI 4140 para amostras: (a) temperadas e revenidas (Grupo B), (b) submetidas ao tratamento subzero (Grupo C), (c) após o tratamento criogênico profundo (Grupo D) (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 64 |
| Figura 22 - Corpo de prova típico de ensaio de tração..... | 68 |
| Figura 23 - Corpo de prova usinado com rosca, anti-escorregamento..... | 69 |
| Figura 24 - Rack para suporte de amostras. | 69 |
| Figura 25 - CP's dispostos no suporte, preparados para sofrer o tratamento térmico. | 70 |
| Figura 26 - Fluxograma da seqüência da metodologia utilizada na caracterização estudo. (*) propriedades mecânicas obtidas no ensaio listadas nos item 4.3 Propriedades Mecânicas..... | 71 |
| Figura 27 - CP's submetidos à têmpera | 72 |
| Figura 28 - Freezer utilizado no experimento. | 73 |
| Figura 29 - Container com Nitrogênio líquido. | 74 |
| Figura 30 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), disponível na COPPE – UFRJ. | 77 |
| Figura 31 - Ensaio tração com extensômetro. | 78 |
| Figura 32 - CP fraturado, após o ensaio de tração..... | 79 |
| Figura 33 - Durômetro utilizado para a medição do aço em estudo. | 81 |
| Figura 34 -Difrátograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento convencional. | 82 |
| Figura 35 - Difrátograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico..... | 83 |
| Figura 36 - Difrátograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento subzero. | 83 |
| Figura 37 - Difrátograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento de têmpera. | 84 |
| Figura 38 - Difrátogramas das amostras submetidas a todos os tratamentos em estudo. | 85 |
| Figura 39 - Micrografias observadas no CONFOCAL em aumento de 430 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido); (b)tratamento térmico de têmpera (após o revenido); (c) tratamento subzero (após o revenido); (d) tratamento criogênico (após o revenido). | 87 |
| Figura 40 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: temperado (antes do revenido). Matriz martensítica. AR – austenita retida. | 88 |
| Figura 41 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: temperado e revenido (Convencional). Matriz martensítica. AR – austenita retida. | 89 |

| | |
|---|-----|
| Figura 42 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: Subzero (após revenido). Matriz martensítica. AR – Austenita retida..... | 89 |
| Figura 43 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: Criogênico (após revenido). Matriz martensítica. AR – austenita retida..... | 90 |
| Figura 44 - Micrografias observadas no CONFOCAL em aumento de 1075 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido); (b)tratamento térmico de têmpera e revenido (Convencional); (c) tratamento subzero (após o revenido); (d) tratamento criogênico (após o revenido). | 91 |
| Figura 45 - Micrografia observada em MEV em aumento de 2000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido. | 93 |
| Figura 46 - Micrografia observada em MEV em aumento de 4000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido. | 94 |
| Figura 47 - Micrografia observada em MEV em aumento de 7000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido. | 95 |
| Figura 48 - Pontos estudados da análise de EDS na micrografia obtida por MEV. Ponto 1: inclusões e precipitações; Ponto 2: matriz. | 96 |
| Figura 49 - Análise de EDS da matriz martensítica das amostras: a) temperado (antes do revenido); b) temperado e revenido; c) subzero (após o revenido); d) criogênico (após o revenido). | 97 |
| Figura 50 - Análise de EDS das inclusões nas amostras: a) temperado (antes do revenido); b) temperado e revenido; c) subzero (após o revenido); d) criogênico (após o revenido). | 98 |
| Figura 51 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento convencional. | 100 |
| Figura 52 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento subzero. | 101 |
| Figura 53 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento criogênico..... | 101 |
| Figura 54 - Gráfico módulo de elasticidade comparado entre os tratamentos propostos..... | 102 |
| Figura 55 - Gráfico Força x Deslocamento - tratamento criogênico. | 106 |
| Figura 56 - Gráfico Força X Deslocamento - tratamento subzero. | 106 |
| Figura 57 - Gráfico Força x Deslocamento - tratamento convencional..... | 107 |
| Figura 58 - Gráfico Tensão x Deformação comparativo das curvas de alguns corpos de prova que representam os típicos resultados obtidos para cada tratamento térmico proposto..... | 108 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | |
|--|-----|
| Tabela 1 - Propriedades mecânicas do aço AISI 4140. (Rocha, 2004) | 20 |
| Tabela 2 - Efeito da adição de elementos de liga na temperatura Ms e austenita retida em aço 1% de carbono. (Roberts et al., 1980) | 40 |
| Tabela 3 - Efeito da velocidade de resfriamento e do resfriamento interrompido sobre a quantidade de austenita retida. (Chiaverini, 2008) | 41 |
| Tabela 4 - Composição química do aço AISI 4140 em peso (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 57 |
| Tabela 5 - Medidas da tensão residual para o aço AISI 4140 antes e após o revenimento para os tratamentos criogênicos (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 58 |
| Tabela 6 - Resultado do ensaio de tensão e dureza (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 60 |
| Tabela 7 - Energia de Impacto para amostras como recebido e tratadas criogenicamente após o revenido (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 63 |
| Tabela 8 - Dureza Vicker do aço AISI 4140 (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 65 |
| Tabela 9 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para carregamento de 10 N (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 65 |
| Tabela 10 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 20 N (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 65 |
| Tabela 11 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 30 N (Senthilkumar <i>et al.</i> , 2011). | 66 |
| Tabela 12 - Resistência ao desgaste para altos carregamentos. | 66 |
| Tabela 13 - Efeitos das propriedades mecânicas no tratamento subzero (SZ) e criogênico profundo (TCP) existentes na literatura para diferentes materiais (Baldissera e Delprete, 2008). | 67 |
| Tabela 14 - Dimensões de trabalho dos corpos de prova testados | 99 |
| Tabela 15 - Valores obtidos para o módulo de elasticidade | 103 |
| Tabela 16 - Limite de Escoamento para cada tratamento térmico, no aço SAE 4140 | 104 |
| Tabela 17 - Média da Tensão Máxima e Tensão de Ruptura medidas nos corpos de prova | 105 |
| Tabela 18 - Elongamento e Redução de Área Relativos | 107 |
| Tabela 19 - Média dos valores do módulo de resiliência e módulo de tenacidade. | 109 |
| Tabela 20 - Valores da medição de dureza para os tratamentos aplicados. . | 111 |

RESUMO

Propriedades mecânicas podem ser melhoradas por meio de tratamentos térmicos, isso foi demonstrado por meio de estudos ao longo dos anos. A criogenia tem demonstrado que pode melhorar as propriedades dos aços temperados e revenidos, ao se reduzir a presença da austenita residual e ao promover a precipitação de microcarbonetos. Conforme isto ocorre, são proporcionadas melhorias na estabilidade dimensional, ganho em tenacidade, resistência mecânica e propriedades em relação ao desgaste nos materiais. Neste trabalho, foi realizado um estudo comparativo sobre as mudanças estruturais, morfológicas e mecânicas em aços SAE 4140 submetidos a tratamentos térmicos de criogenia. As amostras foram aquecidas a 850°C e temperadas em óleo. Após isto, foram submetidas ao tratamento subzero a -82°C, e ao resfriamento criogênico de -196°C. E por fim, passaram pelo processo de revenimento. Para as análises estruturais, morfológicas e mecânicas foram utilizadas técnicas de caracterização como microscopia de varredura a laser (CONFOCAL), difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaio de tração e dureza. Nas análises do comportamento mecânico, as amostras foram submetidas ao ensaio de tração. Antes de proceder às análises de caracterização, as amostras passaram pelo processo de preparação metalográfica. Na análise por difração de raios X não foi observada alteração na composição fásica tampouco na quantidade relativa das fases, além de não ser confirmada a presença de austenita retida nas amostras. Durante a caracterização por MEV e CONFOCAL, também não foi possível a identificação da austenita retida nem dos precipitados de carbonetos ultrafinos. O que se obteve, foi a comprovação da estrutura martensítica em todas as amostras, com um refinamento das agulhas martensíticas, quando submetidas aos tratamentos criogênico e em menor proporção para o tratamento subzero. As propriedades mecânicas do aço resultantes do tratamento criogênico que prevaleceram sobre os outros tratamentos foram a tensão de escoamento, com aumento de 0,61% comparada ao tratamento convencional, assim como alongamento relativo, com aumento de 42%, módulo de resiliência, com 3,8% e o módulo de tenacidade, com aumento de 4,7%. Para a dureza do aço SAE 4140 não foi verificado uma alteração significativa nas amostras submetidas aos tratamentos estudados.

ABSTRACT

Mechanical properties can be improved by heat treatments, it has been demonstrated by studies over the years. The cryogenic treatment have shown that it can improve the properties of the quenched and tempered steels, to reduce the presence of residual austenite and promoting the precipitation of micro carbides. As this occurs, improvements are provided in dimensional stability, gain in tenacity, strength and wear properties relative to the materials. In this work, was performed a comparative study on the structural, morphological and mechanical changes in SAE 4140 steel subjected to cryogenic treatments. The samples were heated to 850 ° C and quenched in oil. After this, they were subjected to subzero treatment at -82 ° C, and the cryogenic cooling -196 ° C. And finally gone through tempering process. For structural, morphological and mechanical analysis techniques were used to characterize as Confocal Laser Scanning Microscope (LSCM), X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), tensile testing and hardness. In the analyzes of the mechanical behavior, the samples were subjected to tensile testing. Before the characterization analysis, the samples passed through the metallographic preparation process. The analysis by X-ray diffraction was observed phasic composition nor change in the relative amount of phases, and not be confirmed the presence of retained austenite in the samples. The analysis by X-ray diffraction was not observed phasic composition change in the relative amount of phases, and not be confirmed the presence of retained austenite in the samples. During the characterization by SEM and LSCM, was also not possible to identify the retained austenite or the precipitated carbides ultrathin. What was obtained was proof of martensitic structure in all samples, with a refinement of martensitic needles, when subjected to cryogenic treatment, and less so for the subzero treatment. The mechanical properties of the cryogenic treatment that prevailed over the other treatments were the yield stress, an increase of 0.61% compared to conventional treatment, as well as relative elongation, an increase of 42%, resilient modulus, with 3.8% and the tenacity module, an increase of 4.7%. For the hardness of SAE 4140 steel has not been a significant change in samples submitted to treatments.

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

1.1 Considerações Iniciais

Nos últimos anos, muitos aços de baixa e média liga são submetidos a tratamentos térmicos com o propósito de alterar suas propriedades para uma determinada aplicação estrutural. O aprimoramento destas propriedades torna-se possível através do controle adequado da composição química e microestrutura do material. Deste modo, os aços sofrem ciclos de aquecimento e resfriamento, ao longo de todo o tratamento, a partir da temperatura de austenitização. (Callister, 2013)

Neste contexto, a criogenia apresenta-se como um processo inovador capaz de potencializar as propriedades mecânicas da martensita revenida. Os materiais são submetidos a temperaturas muito baixas durante um determinado tempo, e é normalmente utilizado após o tratamento térmico de têmpera no material. É um tratamento que, não só afeta a superfície, como todo o volume do material, garantindo a manutenção de suas propriedades ao longo de toda a vida. (Moreira *et al.*, 2009)

A criogenia é normalmente aplicada à ferramentas de corte, aumentando a resistência ao desgaste, o aumento da vida a fadiga, a redução da tensão residual, o aumento da dureza, a melhora da condutividade térmica, o aumento da estabilidade dimensional e o aumento na tenacidade e tensão de escoamento do material. (Moreira *et al.*, 2009)

1.2 Objetivo

1.2.1 Principal:

- Estudo comparativo das estruturas, morfologias e propriedades mecânicas do aço SAE 4140, empregado na indústria submetido à tempera, à criogenia, e revenimento.

1.2.2 Específicos:

- As análises das alterações estruturais e morfológicas do aço SAE 4140 quando submetido ao tratamento térmico de têmpera, ao tratamento térmico convencional, ao tratamento térmico de têmpera seguido de criogenia (subzero e criogênico profundo) e revenimento, foram realizadas por meio de difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia confocal (MC).
- O comportamento mecânico do aço SAE 4140, foi avaliado para os materiais submetidos ao tratamento convencional e para os que sofreram o tratamento térmico de têmpera mais criogenia (subzero e criogênico profundo) e revenimento, por meio do ensaio tração.

1.3 Justificativas

1.3.1 Importância científica

O tratamento criogênico é recente e muitas vezes efetuado de modo empírico, devido às poucas informações, relativas aos processos industriais. Desta forma, 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 submetido a tratamentos térmicos convencionais seguidos de tratamentos criogênicos.

1.3.2 Importância econômica

Economicamente, este trabalho visa apresentar o TC como um processo de baixo custo de implementação, além de ser capaz de acrescentar melhorias na qualidade de certos produtos, sendo estes fatores imprescindíveis para a redução de custos.

Existe o interesse expresso da ABRASDI Comércio e Indústria de Ferramentas e Abrasivos, além do amplo potencial de emprego pela indústria em geral, em ampliar as possibilidades de aplicação do aço SAE 4140, onde o TC entra como principal ferramenta neste processo.

1.3.3 Importância tecnológica

Nos últimos anos, tem havido um esforço para se empregar os efeitos de baixas temperaturas nos tratamentos térmicos dos aços, de forma a se obter alguns avanços tecnológicos. O TC apresenta-se como uma técnica inovadora na melhoria das propriedades mecânicas do aço, com possíveis aplicações. Dentre estas, vale citar sua utilização em inúmeras ferramentas de corte.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços

O aço é o material mais versátil das ligas metálicas. Produzido em grande variedade de tipos e formas, para atender eficazmente a uma ou mais aplicações. Esta variedade decorre da necessidade de ininterruptas adequações dos produtos, às exigências do mercado que pede aplicações específicas, sejam elas nas mudanças das propriedades mecânicas, na composição química, ou até mesmo na forma final do material. (Centro Brasileiro de Construção em Aço, 2014)

Na década de 1950, as ligas metálicas tratadas termicamente evoluíram dos aços-carbono, pois estes apresentavam baixa resistência mecânica e péssima soldabilidade. Este desenvolvimento foi impulsionado no final da década de 1960, por imposição de programas aeroespaciais, principalmente os de caráter militar, com intuito de obter materiais mecanicamente mais resistentes. Essa evolução ocorreu partindo inicialmente das ligas ferro/carbono, passando por uma seqüência de combinações até alcançar as ligas de composição com porcentagem muito baixa de teor de carbono e altos teores de elementos de ligas, tais como níquel, cromo, cobre, molibdênio, silício, dentre outros. (Cardoso, 2011)

Ou seja, a introdução de ligas nos aços para a construção mecânica é feita com finalidade de aumentar a profundidade de endurecimento por têmpera e a resistência mecânica, além de conferir uniformidade na resistência em peças de dimensões maiores e aumentar a resistência ao desgaste. (Echeverri, 2012)

2.2 Aço AISI / SAE 4140

Habitualmente, os aços são de grande empregabilidade em aplicações na indústria, como exemplo, os aços de baixa liga, da família SAE 4xxx. Os aços 41xx são ligados ao Cromo ($\approx 1\%$) e ao Molibdênio ($\approx 0,2\%$), que alcançam alta resistência por meio dos tratamentos térmicos de têmpera e revenido.

Através desses tratamentos convencionais, pode-se obter equipamentos que requerem tensão limite de escoamento entre 410 MPa e 965 MPa, alcançando

um limite de resistência à tração de até 1650 MPa. Os principais aços da família 41xx são AISI/SAE 4130, 4140 e 4145, sendo os dois últimos os de maior aplicação na indústria metal-mecânica. (ASM Handbook, 1990).

O aço da série 4140, também conhecido como aço-cromo-molibdênio, é classificado como aço médio carbono ligado para beneficiamento. Este assume teores de carbono entre 0,3% e 0,5% em sua estrutura, explicando a classificação de ser considerado um aço de médio carbono. Chegam a temperaturas de até 480°C, porém, valores acima disso, reduzem a resistência do material rapidamente (Rocha, 2004). A Tabela 1 apresenta as propriedades mecânicas médias para esse tipo de aço.

Tabela 1 - Propriedades mecânicas do aço AISI 4140. (Rocha, 2004)

| Propriedades | | Condições | |
|-----------------------------|-----------|-----------|---------------------|
| | | T(°C) | Tratamento |
| Densidade ($10^3 kg/m^3$) | 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 |

Esse aço apresenta características como alta temperabilidade, má soldabilidade e usinabilidade razoável, assim como boa resistência à torção e à fadiga, com dureza na condição temperada variando de 54 a 59 HRC.

O aço SAE 4140 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 pra petróleo, dentre outros. (Rocha, 2004).

2.3 Diagrama de Equilíbrio Fe-C

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

O diagrama de fases, apresentado na Figura 1, mostra o alicerce no qual todo o tratamento do aço é baseado. Este diagrama define a composição das regiões de temperatura em que várias fases do aço estão estáveis, assim como os limites de equilíbrio entre os campos de fase. (Krauss, 1994)

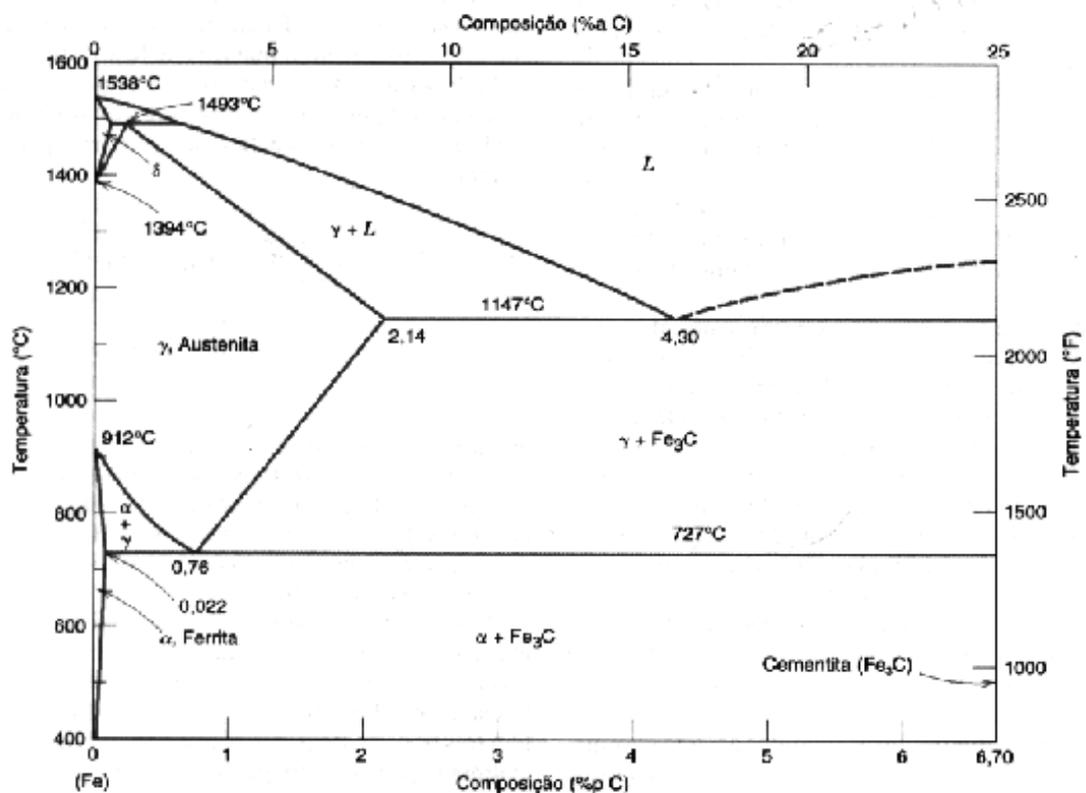


Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Ferro – Carbono.

No diagrama acima são consideradas duas regiões principais, de 0 a 2% de carbono, é a área correspondente aos aços e a acima desse valor, são considerados os ferros fundidos. Sendo assim, a classificação segue da seguinte forma:

- Aços (ligas contendo até 2% de carbono):
 - Baixo Carbono: teor menor que 0,3% C;

- Médio Carbono: teor entre 0,3 a 0,6% C;
- Alto carbono: teor acima de 0,6% C.
- Ferro Fundido (ligas contendo teor acima de 2% C).

Nos aços, há uma importante região denominada campo austenítico, onde, independentemente da porcentagem de carbono no aço, a microestrutura é composta da fase austenita - γ , apresentando uma estrutura cristalina CFC. Esta microestrutura, quando resfriada, pode se transformar em outras, as quais, dependendo da velocidade de resfriamento, se alteram diversas propriedades mecânicas. (Callister, 2013). Quando se aumenta a velocidade de resfriamento, os microconstituintes resultantes adquirem morfologias diferentes pelas propriedades dos aços afetadas.

Existe uma velocidade de resfriamento, denominada velocidade crítica, na qual o único microconstituente resultante desta velocidade, é a transformação da austenita em martensita. Esta possui uma estrutura completamente diferente dos outros constituintes normais, que não são formados nesta temperatura. Em consequência, as propriedades destes também não serão as mesmas.

Logo, é possível observar que o diagrama de equilíbrio Fe-C é limitado, uma vez que alguns tratamentos térmicos são especificamente intencionados à produção de estruturas fora do equilíbrio, as quais não são previstas neste diagrama. Para o tratamento térmico dos aços os diagramas ideais são o diagrama TTT e o CCT.

Na Figura 2 está ilustrado o diagrama TTT para o aço SAE 4140. Neste diagrama, o tempo de transformação em uma determinada temperatura é representado através da transformação isotérmica, que ocorre numa temperatura fixa após um resfriamento instantâneo. Nesta Figura 2, observa-se as linhas horizontais M_i e M_f , que marcam o início e o fim da transformação da austenita em martensita.

Na prática, a maioria dos tratamentos térmicos é realizada com resfriamento contínuo. Os diagramas CCT representam as curvas da transformação em resfriamento contínuo, indicando as temperaturas de início e fim da transformação para as diferentes taxas de resfriamento. Diante disso, se o resfriamento controla a taxa de nucleação e a do crescimento em transformações

difusionais, a temperatura de transformação determinará a microestrutura final do produto transformado.

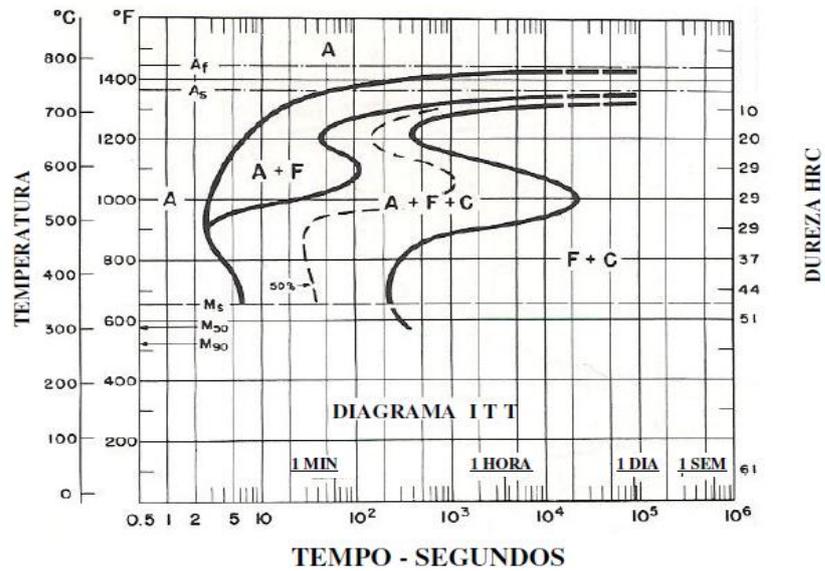


Figura 2 - Diagrama TTT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%. Austenitizado a 843°C. (Voort, 1991)

A Figura 3 representa o diagrama CCT do aço SAE 4140 demonstrando as linhas de transformações Ac1 e Ac3, as quais correspondem às temperaturas de 720°C para a linha Ac1 e 820°C para a linha Ac3.

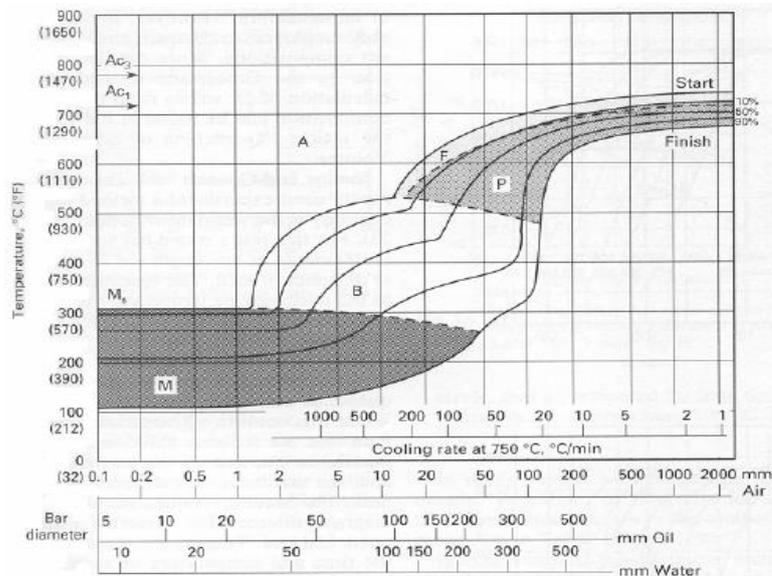


Figura 3 - Diagrama CCT do aço SAE 4140. C=0,37%, Mn=0,77%. Cr=0,98%, Mo=0,21%.. Austenitizado a 843°C. (Voort, 1991)

Alterações nas composições fásicas ocorrem em função dos elementos de liga presentes e da velocidade de resfriamento. A figura 4 demonstra um

esquema de resfriamento da austenita e os possíveis microconstituintes de acordo com a velocidade de resfriamento (Callister, 2008)

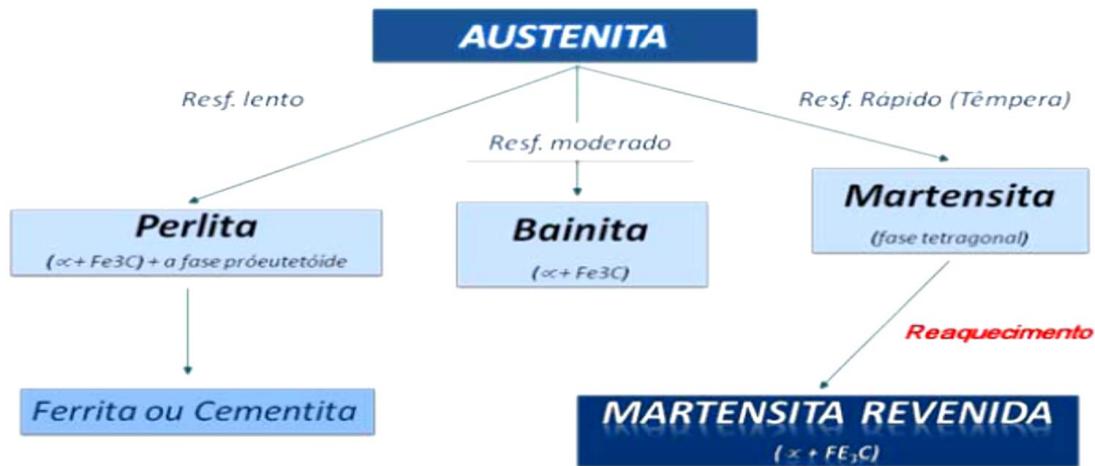


Figura 4 - Transformações possíveis envolvendo a decomposição da austenita. (Callister, 2013)

A perlita consiste em camadas alternadas ou lamelas compostas pelas fases ferrita (α) e cementita (Fe_3C). Similar à perlita, a bainita possui microestrutura formada pelas fases ferrita (α) e cementita; 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, formada em temperaturas próximas à da 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 a 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, 2013)

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 bainita, a transformação no outro microconstituente não será possível. (Callister, 2013)

A martensita é uma estrutura monofásica fora de equilíbrio, resultante de uma transformação adifusional da austenita. A transformação ocorre quando a taxa de resfriamento brusca é rápida o suficiente para prevenir a difusão do carbono, pois qualquer difusão que por ventura ocorra, resultará na formação das fases ferrita e cementita. A austenita possui estrutura CFC que sofre uma transformação polimórfica para martensita tetragonal de corpo centrado (TCC), sendo formada por uma solução sólida supersaturada de carbono no ferro. (Callister, 2013)

A figura 5 mostra a microestrutura martensítica. Os grãos em forma de agulhas são a fase martensítica, e as regiões brancas são austenita, que não se transformou durante o resfriamento brusco.

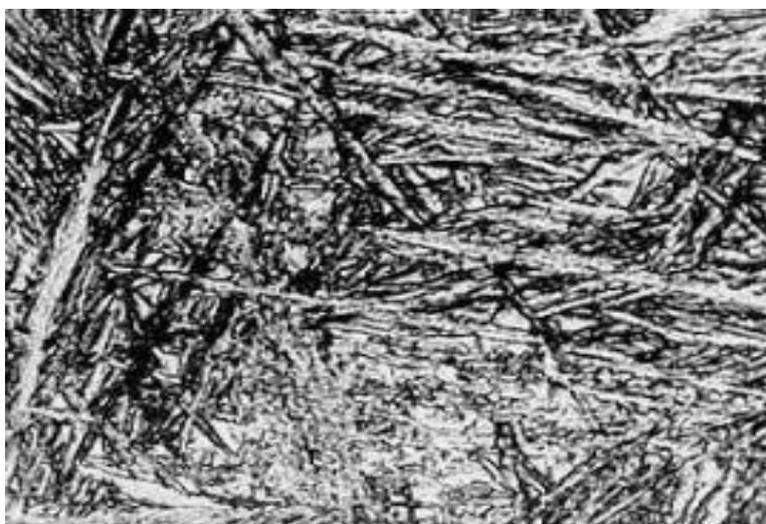


Figura 5 - Fotomicrografia da microestrutura martensítica. (CIMM, 2013)

2.4 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, 2008)

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 um resfriamento brusco até uma temperatura

abaixo de M_s (temperatura de formação da martensita). Este resfriamento deve ser rápido o suficiente, para a obtenção da fase metaestável da martensita.

O estado de altas tensões, a distorção do reticulado e a dureza extremamente elevada da martensita constituem inconvenientes que devem ser atenuados ou corrigidos. Em vista disso, o aço temperado é submetido a operações de revenimento. Desta forma, após a têmpera ou a normalização, o aço é aquecido a uma temperatura abaixo da temperatura crítica e em seguida resfriado a uma taxa apropriada. Isto irá aumentar a ductibilidade e a tenacidade do material, o tamanho do grão da matriz, aumenta também a sua estabilidade dimensional, aliviando as tensões de têmpera e as induzidas pelo processo, além de reduzir a dureza desenvolvida durante o processo de soldagem.

A composição da liga é de grande influência na sua habilidade em se transformar em martensita. A capacidade de um aço em se transformar em martensita durante a têmpera recebe o nome de temperabilidade.

A temperabilidade é uma medida qualitativa de redução da dureza da peça, partindo da sua superfície até seu núcleo. A Figura 6 apresenta uma curva de temperabilidade de ligas de aço. Todas contêm o mesmo percentual de carbono e quantidades diferentes de outros elementos de liga, sendo possível observar 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 é igual, pois esta só depende do teor de carbono.

A taxa de resfriamento no processo de têmpera afeta de forma substancial o resultado do tratamento, sendo dependente do meio de resfriamento que entra em contato com a amostra. Os três meios de resfriamento mais comuns são a água, o óleo e o ar. Para aços com maiores teores de carbono, as têmperas realizadas em óleo são as mais adequadas, pois nestes aços, o resfriamento em água pode produzir trincas ou contrações. Já o resfriamento ao ar dos aços comuns ao carbono, normalmente, é produzido estruturas que são quase que exclusivamente perlíticas.

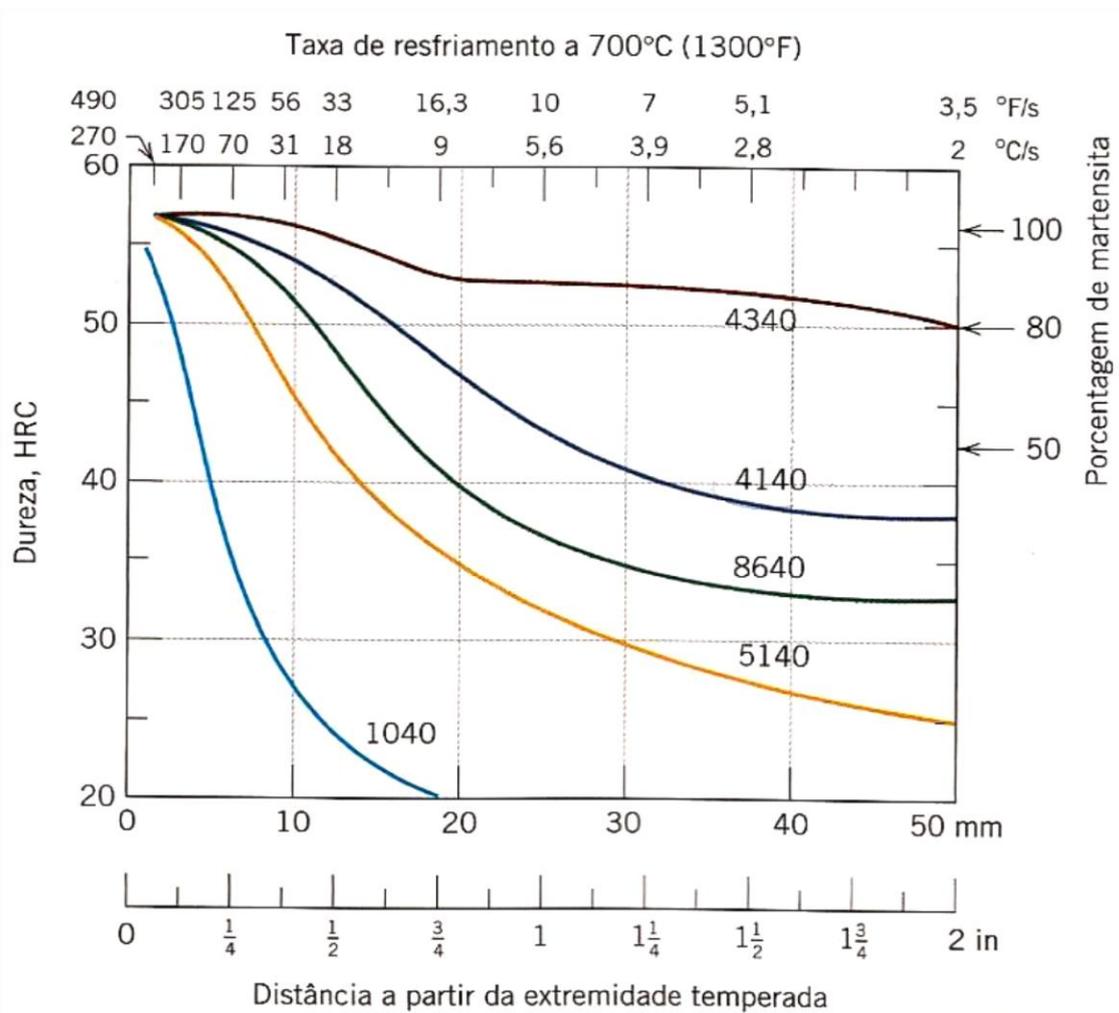


Figura 6 - Curva de temperabilidade do ensaio Jominy para cinco aços diferentes com composição e tamanho de grãos conforme indicado. (Callister, 2013)

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 25mm de espessura do componente. Cabe ressaltar que as 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.

2.5 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 das ligas de ferro-carbono, durante o resfriamento rápido da austenita. (Nishiyama, 1978). Posteriormente, observou-se que algumas ligas não ferrosas também sofriam este tipo de reação. Logo, o termo se estendeu à denominação de qualquer produto que sofresse uma transformação adifusional assistida por tensão. (Guimarães, 1981)

A transformação martensítica modifica as características físicas dos materiais. Dessa forma, define-se 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 correlação entre os reticulados da fase matriz e da fase resultante.

Na segunda década do século passado, (Bain *apud* Reed-Hill, 1982) foi proposto um mecanismo pelo qual a martensita seria formada com um mínimo de movimentação atômica partindo da austenita, devido à descoberta da existência de uma deformação intrínseca à mudança de forma da martensita (transformação).

O mecanismo 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 7. Isto ocorre de maneira tal que, a fase austenítica possui alta simetria cristalográfica, estrutura CFC, e martensítica, simetria cristalográfica menor (tetragonal, trigonal, romboédrica, dentre outras). (Reed-Hill, 1982; Otsuka e Wayman, 1999; Callister, 2013)

No momento em que ocorre a transformação martensítica, a estrutura do material CFC é transformada em CCC por um processo descrito como um cisalhamento brusco. Nesta nova estrutura, os átomos de carbono, nitrogênio e demais elementos de liga são impedidos de se difundirem para seus lugares, permanecendo em solução. Entretanto, a presença destes elementos intersticiais em teores acima do limite de solubilidade da fase CCC, determina-se uma estrutura TCC, por distorção. Após a transformação, a vizinhança atômica e a composição química permanecem inalteradas. (Guimarães, 1981)

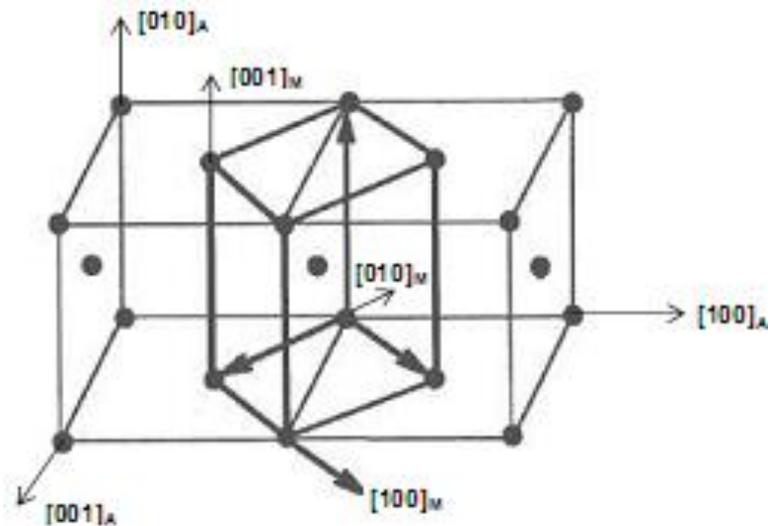


Figura 7 - Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC. (Reed Hill, 1982)

A transformação da austenita (estrutura CFC) em CCC ou TCC se dá 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). A Figura 8 mostra um modelo simplificado dessa transformação martensítica.

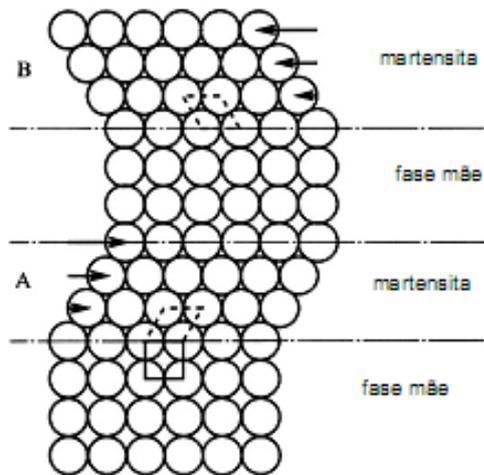


Figura 8 - Modelo simplificado da transformação martensítica (Otsuka e Wayman, 1999).

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 no 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 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 se formar a partir de duas formas, sendo uma martensita na forma de ripa e a outra na forma lenticular que é internamente maclada. Para teores de carbono maiores (1,0 – 1,4%C) tendem a apresentar grandes frações volumétricas da componente maclada, para teores mais baixos (0,2 – 0,6%C), é favorecida a formação em ripas e entre 0,6 e 1,0%C, ocorre uma mistura de placas e ripas. Estas transformações podem ser observadas na Figura 9. (Krauss, 1994; Callister, 2013)

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.

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)

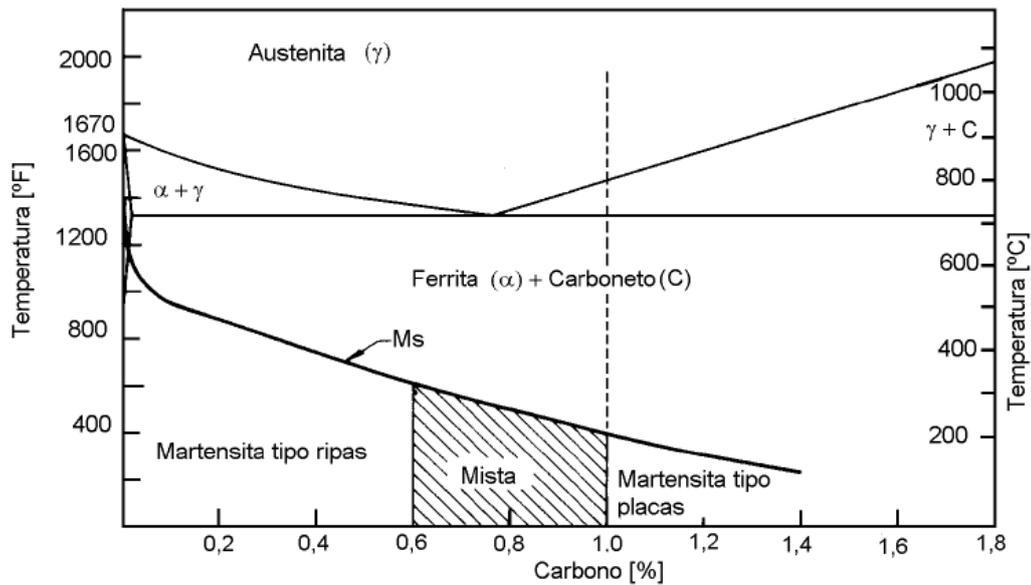


Figura 9 - Intervalos de formação da martensita tipo ripas e tipo placas. (Krauss, 1994)

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 10 observa-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. No entanto, a temperatura M_f não é claramente definida, em geral. 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 temperatura muito baixas (Reed Hill, 1982).

As tensões térmicas originadas na peça provêm do processo de têmpera devido aos altos gradientes térmicos. 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)

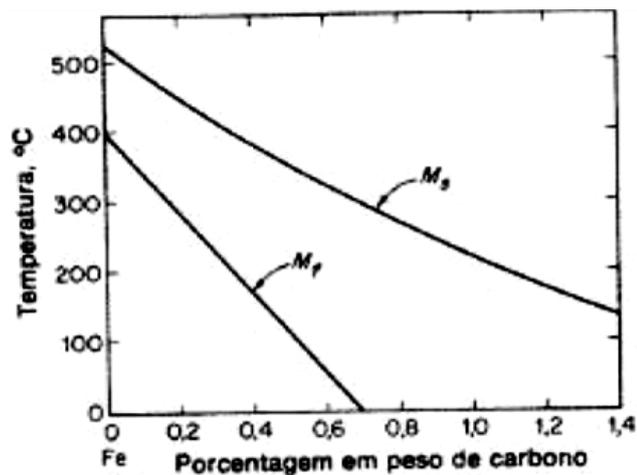


Figura 10 - Variação de M_s e M_f com o teor de carbono. (Reed Hill, 1982)

A maior dificuldade em se usar aços temperados consiste exatamente na baixa tenacidade e na alta concentração de tensões da martensita. Pois, a martensita obtida pela têmpera é uma estrutura bastante dura e frágil. Segundo Krauss (1994), 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.

2.6 Tratamento Térmico de Revenido

O tratamento térmico de revenido é definido como um processo de aquecimento de aços martensíticos a elevadas temperaturas, a fim de torná-los mais dúcteis, tendo como objetivo uma otimização das propriedades mecânicas e da tenacidade do aço. 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).

O revenimento é dividido 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 destes são conhecidas como “clusters”, que ocorrem através do processo chamado de envelhecimento. Esta etapa pode ocorrer antes do primeiro estágio de revenido (Parker, 1997; Hyan,1996).

2.6.1 Primeiro Estágio do Revenido – Segregação de Carbono Metaestável

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 (Novikov,1994; Reed Hill,1982; Krauss,1984).

Estes aglomerados de soluto, durante o revenido entre 100 e 200°C, precipitam-se em carbonetos metaestáveis do tipo: η - Fe_2C (Carbonetos Eta), ϵ - $Fe_{2,2}C$ 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 (Novikov,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 (Novikov, 1994; Oliveira, 1994).

2.6.2 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 (Novikov, 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 (Novikov, 1994; Krauss, 1984).

A cementita que precipita em baixas temperaturas têm 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 sub-grãos. Estes fenômenos também reduzem a dureza e resistência, com aumento na ductilidade e tenacidade (Oliveira, 1994; Marder, 1984).

2.6.3 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).

2.7 Influência do Revenido na Dureza e Tenacidade

As propriedades mecânicas dos aços são afetadas diretamente pelas mudanças microestruturais que ocorrem durante o revenido. Esta variação ocorre em função do tempo e da temperatura de revenido. Observa-se na Figura 11, a variação da dureza em função da temperatura revenido para martensitas em ligas Fe-C e as reações que ocorrem durante o revenido (Wang, 2004; Novikov, 1994; Reed-Hill, 1982).

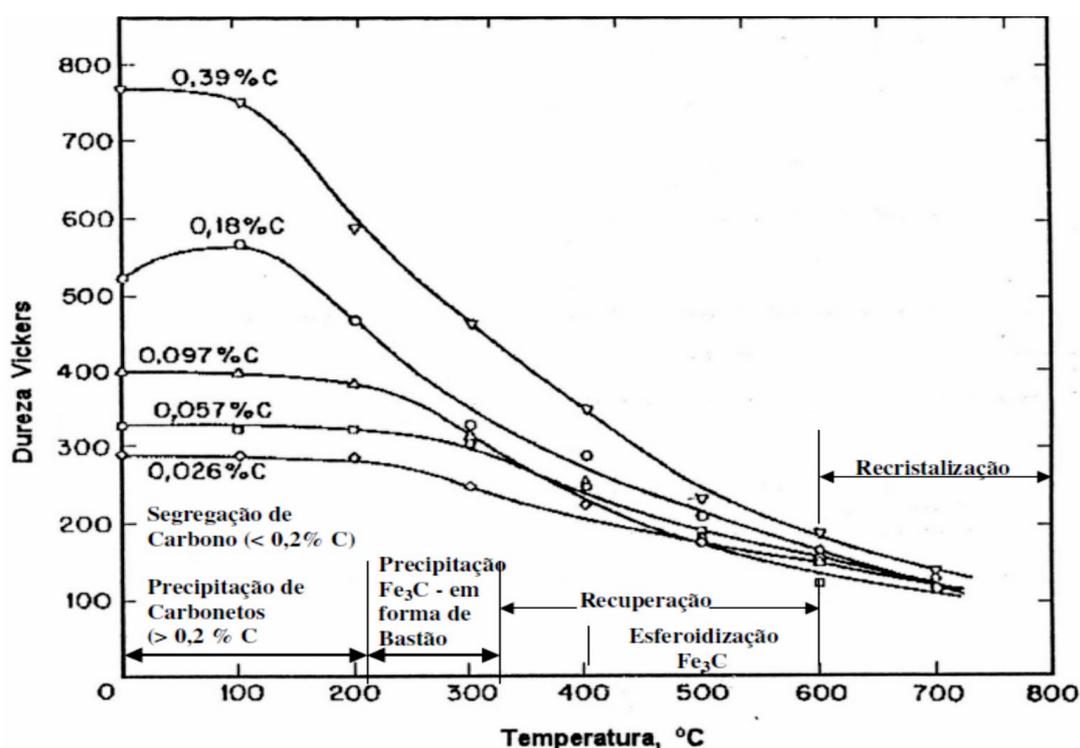


Figura 11 - Variação da dureza no revenido da martensita em ligas Fe - C.
(Chiaverini, 2008)

Ocorre um progressivo amolecimento com o aumento da temperatura entre 200 e 700°C, para os aços temperados. No gráfico da Figura 11, é possível observar que, 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).

Ou seja, quanto maior a temperatura e o tempo de revenido, menores dureza e resistência dos aços, com maior ductibilidade e tenacidade (Mader, 1984).

A faixa entre 100° e $250^\circ C$, no primeiro estágio do revenido, ocorre à precipitação de um carboneto de ferro de reticulado hexagonal com queda na dureza até cerca de 60 Rockwell C (Chiaverini, 2008).

Na faixa entre 200° e $300^\circ C$, 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, 2008).

Entre 250° e $350^\circ C$, no terceiro estágio do revenido, forma-se outro tipo de carboneto, principalmente em aços de alto carbono, e já se nota em nível microscópico a formação de uma massa escura, chamada troostita. Assim, a dureza continua caindo, atingindo valores da ordem de 50 Rockwell C (Chiaverini, 2008).

Entre 400° e $600^\circ C$, 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, 2008).

Entre 600° e $700^\circ C$ começa ocorrer à 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 Figura 12 ilustra a queda da dureza e o aumento da tenacidade do aço 4140 com o aumento da temperatura (Chiaverini, 2008).

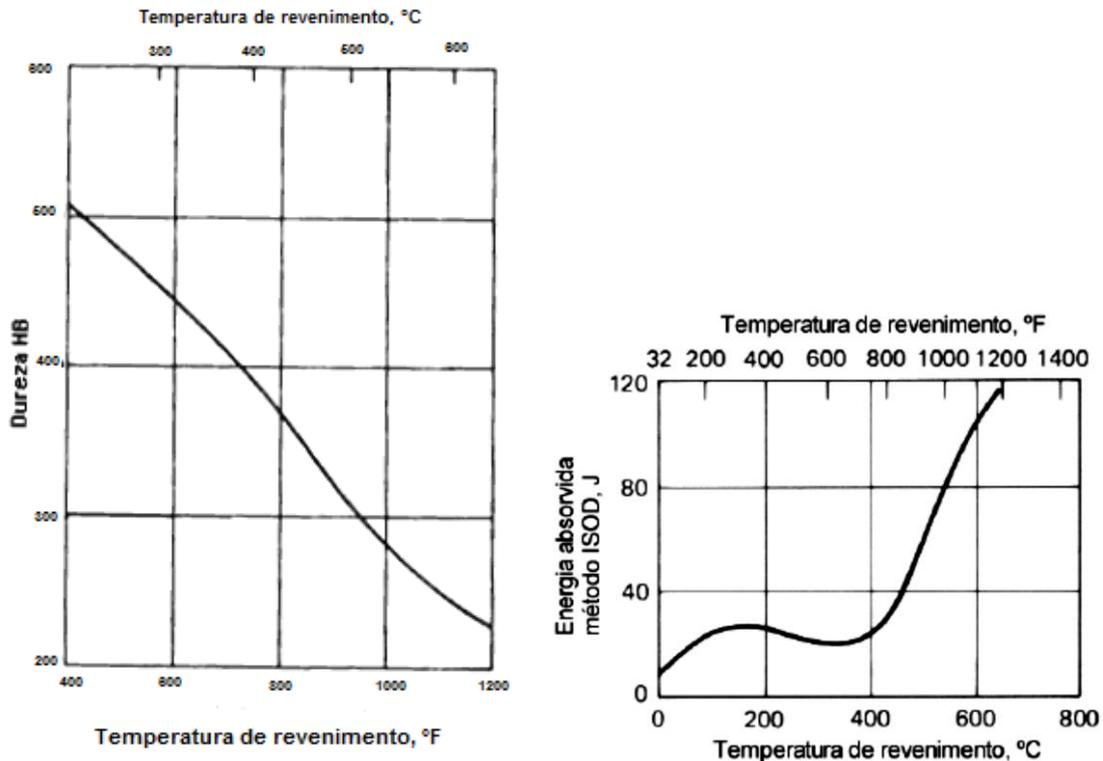


Figura 12 - (a) Curva de dureza em função da temperatura do aço 4140, normalizado a 870°C e temperado. (b) Tenacidade em função da temperatura de revenimento para o aço 4140 revenido por uma hora (Chandler,1995).

As condições de dureza estão diretamente ligadas a velocidade de resfriamento e a temperatura máxima de austenitização. A obtenção de melhores propriedades mecânicas após a têmpera, o aquecimento até a temperatura de austenitização deve levar em conta a granulação fina da austenita. Conseqüentemente, deve-se considerar a temperatura da têmpera um pouco acima da temperatura de transformação da austenita (Ribeiro, 2006).

O revenido de alguns aços caracteriza-se por adquirir fragilidade na faixa de temperaturas entre 376 e 575°C, principalmente em aços-liga de baixo teor em liga. Esse fenômeno é conhecido como fragilização por revenido. Esta fragilização ocorre mais rapidamente na faixa entre 450 e 475°C (Chiaverini, 2008).

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 (Chiaverini, 2008).

Portanto, observa-se que a propagação de trincas nesses materiais fragilizados se dá intergranularmente. Além disso, foi determinado que os elementos de liga e as impurezas se segregam preferencialmente nessas regiões.

2.8 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 é um componente indesejável, devido à degradação das propriedades mecânicas dos aços temperados, uma vez que a austenita retida pode tornar-se metaestável com o tempo. Essa transformação pode se apresentar durante a ação do trabalho a frio, durante o revenido, ou simplesmente por envelhecimento à temperatura ambiente.

Este fenômeno ocasiona mudanças dimensionais inesperadas, já que as tensões causadas podem resultar na formação de trincas, principalmente em peças de formas mais complexas e feitas de aços-ferramentas altamente ligados. (Herberling, 1992). Além dessas mudanças, as grandes quantidades de austenita retida podem ainda impedir que se atinja a dureza final desejada no aço, pois a austenita pode se transformar num produto (ferrita mais carboneto) com dureza inferior à da martensita, durante as subseqüentes operações de revenido (Chiaverini, 2008).

Em aços temperáveis com mais de 0,55% de carbono, normalmente alguma austenita permanece retida após a têmpera, principalmente quando na presença de elementos gamagênicos e do carbono, que estabilizam a austenita, aumentam a energia necessária para produzir o mecanismo de cisalhamento na formação da martensita e ocasionam uma queda no valor de M_s e M_f ,

favorecendo o aparecimento da austenita retida. O efeito da presença de elementos de liga é mostrado na Tabela 3, na temperatura M_s (M_i – temperatura inicial da martensita representado na tabela) e no teor de austenita retida.

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 em temperaturas abaixo da temperatura ambiente. Para aços carbono de baixa liga a temperatura parece ser próxima a -155°C e para aços rápidos de alto teor de carbono e cromo, a temperatura M_f se encontra próxima à temperatura de -100°C , independentemente da posição do M_s (Chiaverini, 2008).

Logo, faz-se necessário a adoção de algumas precauções, durante o tratamento térmico, em relação às temperaturas de austenitização e à taxa de resfriamento. Pois, uma alta temperatura de austenitização pode causar o aumento do tamanho de grão e uma maior dissolução de carbono e de elementos de liga na rede, baixando a M_s .

Certifica-se que quanto maior este tamanho de grão, maior é o deslocamento para direita das curvas de início e fim da transformação, tendo como consequência o atraso do início e fim da transformação perlitica. Já que 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 a austenita apresentar grão menor (Chiaverini, 2008).

Desta forma, 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, 2008).

Caso se interrompa ou diminua a velocidade do resfriamento, é possível a ocorrência de alívio de tensões e provavelmente 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 4 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, 2008)

| Tratamento | Austenita Retida, % |
|---|----------------------------|
| 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 |

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; Wood, 1982).

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. Porém, 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).

Estudos em microscopia eletrônica de transmissão têm mostrado que filmes finos de austenita retida são localizados nos contornos das ripas e dos pacotes da martensita, além dos contornos de grão da austenita anterior. Ou seja, as medições das espessuras nos 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 Térmico de Criogenia

Este tópico tem como objetivo mostrar as principais teorias referentes a criogenia, 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 criogenia 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 deste tratamento.

Atualmente, os processos criogênicos são usados em vários campos da ciência e em diversas aplicações, como na medicina (Criobiologia), física (Supercondutores), dentre outros. Contudo, a utilização de aços a temperaturas abaixo de 0°C para melhoria das propriedades do aço não é uma prática recente. Segundo Rick Frey citado por Gavroglu (1993), os antigos fabricantes suíços expunham os componentes de seus relógios às severas temperaturas do inverno nos Alpes, com o objetivo de melhorar suas propriedades.

O tratamento térmico dos aços em baixas temperaturas tem sido de grande interesse nas últimas décadas, particularmente para os aços ferramentas. Alguns dados da literatura indicam que a vida das ferramentas de corte e outros

componentes podem aumentar expressivamente após os mesmos serem submetidos ao tratamento térmico subzero (abaixo de 0°C). Os resultados apresentados chegam a ser surpreendentes e, dependendo da aplicação, é obtido significativo aumento na vida das ferramentas, que varia de 92 a 817% para as ferramentas tratadas com a temperatura de -196°C (Paulin, 1992).

O tratamento é aplicado em todo o volume e não apenas superficialmente, garantindo a manutenção de suas propriedades após reafiação, diferentemente do que ocorre nos revestimentos. Entretanto, 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; 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 Criogenia

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 da criogenia metalúrgica em duas categorias, tendo como referência faixas de valores da temperatura de tratamento pré-estabelecidas. São elas:

- 1- Tratamento Subzero: Temperaturas até - 80°C em média.
- 2- Tratamento Criogênico – Temperaturas próximas à do nitrogênio líquido (-196 °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 da criogenia (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). Tinha como objetivo, 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 isolada termicamente, este recipiente está representado na Figura 13. 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.

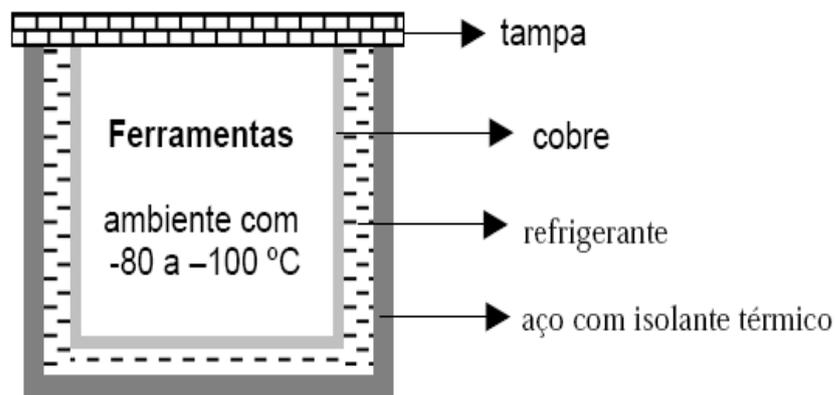


Figura 13 - Célula de resfriamento utilizada por (Gulyaev, 1937).

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 (Popandopulo, 1980).

Barron citado por Moreira *et al.* (2009) afirma 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 pelo autor, como um dos processos que apresentou os melhores resultados no aumento na vida das ferramentas (até 600%).

Este processo consiste de um resfriamento bem lento até -196°C com taxa de $2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, mantendo-se esta temperatura por 20 horas em média. Após o resfriamento, um aquecimento lento é feito com taxa de $2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até a temperatura ambiente, aquecendo-se a 196°C para alívio das tensões que podem ocorrer durante o processo. Durante o tratamento, as peças não entram em contato com o nitrogênio (Moreira *et al.*, 2009). O uso do 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 utilizando temperaturas criogênicas é registrado por Taylor (1978) citado por Eboni (2010), onde este processo foi desenvolvido pela BOC Ltda, conhecido como “Cryotough”. Este consistia, em primeiro, submeter a peça à um pré-resfriamento com nitrogênio gasoso por 3 horas e uma segunda etapa, era feito o resfriamento por meio líquido com a imersão da peça no nitrogênio líquido a -196°C por 10 horas em média, método representado pela Figura 14 (a). O processo “Cryotough” registrou aumento de até 600% na vida de matrizes e de 200% na vida de fresas.

Este mesmo processo, citado por Reasbeck em 1989, porém realizado com resfriamento controlado a -196°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.

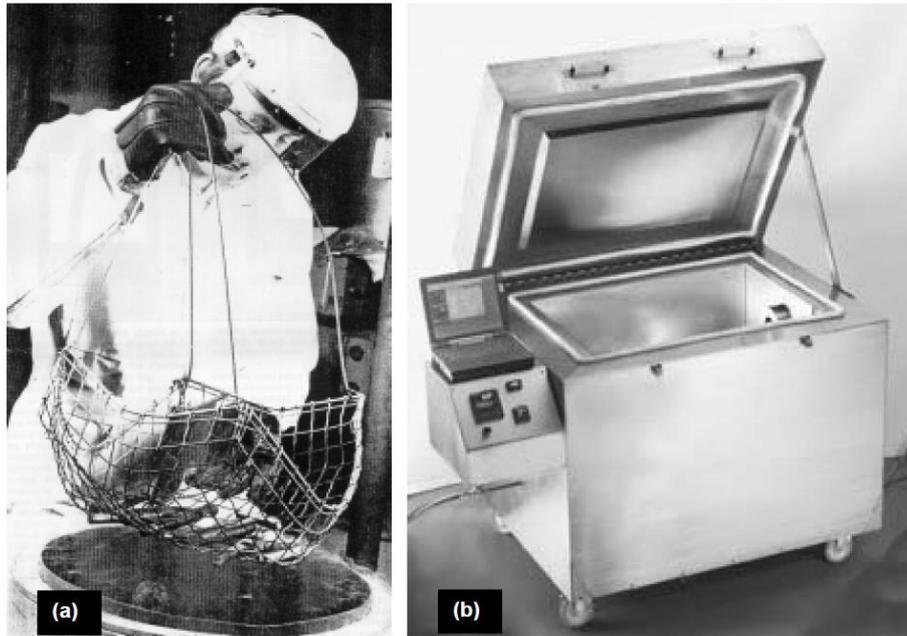


Figura 14 - (a) Processo de tratamento Cryotough com nitrogênio líquido a (-196°C) - (Taylor, 1978), (b) típico processador criogênico.

Hoje é comum a realização dos tratamentos criogênicos em máquinas chamadas “processadores criogênicos”, demonstrados na Figura 14 (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°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°C. Este tipo de processo é diferente daqueles no qual o material é banhado com nitrogênio líquido (Paulin, 1992).

O tratamento por imersão direta em nitrogênio líquido ainda é praticado, mesmo com a disponibilidade dos equipamentos que realizam o processo a seco. 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 15 ilustra este processo.

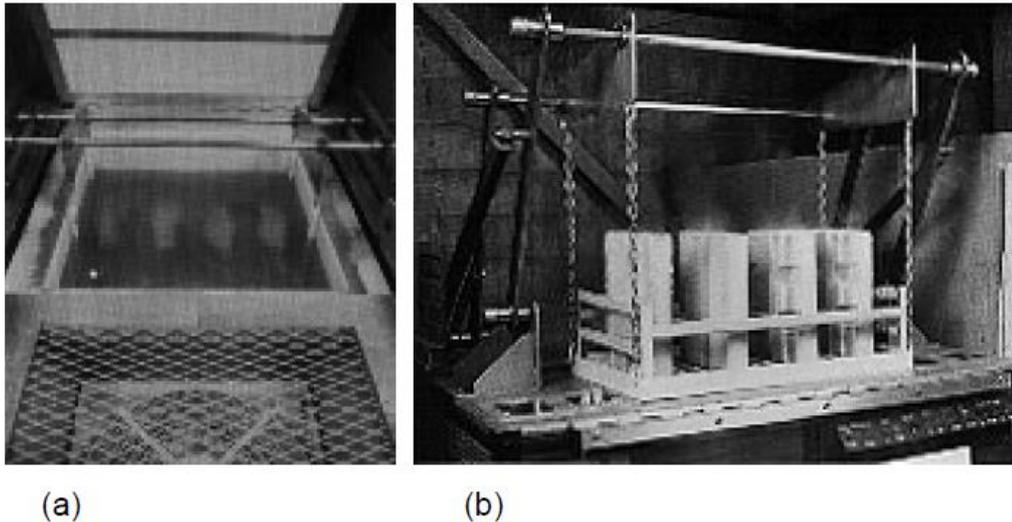


Figura 15 - (a) Sistema de banho em nitrogênio líquido do processo NBP. (b) Carga de aço AISI H13 depois do banho, sobre um ventilador para aquecimento a temperatura ambiente (Kamody, 1999).

Segundo Kamody citado por Moreira *et al.* (2009), os processos de tratamento criogênicos convencionais a seco e com a taxa de resfriamento baixa são considerados inadequados para ser incorporado ao ciclo de tratamento convencional de têmpera e revenido, devido o tempo necessário, para aplicação deste processo, ser muito grande, normalmente maior que 24 horas. Porém, mesmo com a possibilidade de choque térmico no processo de imersão em nitrogênio líquido, foram encontrados resultados plausíveis, como o aumento da resistência ao desgaste e no tempo de vida de alguns tipos de ferramentas.

Ou seja, mesmo com diferentes tipos de tratamentos criogênicos, os resultados obtidos com o uso desta técnica, na maioria das vezes, são favoráveis ao aumento do desempenho das ferramentas. Entretanto, também se considera a presença de alguns resultados que não constata mudança nenhuma e dependendo do caso, até apresentam piores desempenhos. 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 Criogênico e Tratamento Subzero

O tratamento criogênico, ou também conhecido como tratamento criogênico profundo não deve ser confundido com o subzero, pois o primeiro se realiza a temperaturas muito mais baixas que o segundo.

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

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 à temperaturas criogênicas (acima de 8 horas), à forma de resfriamento e do reaquecimento natural até a temperatura ambiente.

O tratamento a baixas temperaturas resulta em diferentes efeitos nas mudanças microestruturais no material. Este minimiza o teor da austenita retida devido à diminuição da temperatura do material até temperaturas próximas do fim da 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 (Moreira *et al.*, 2009).

O tratamento subzero é realizado a temperaturas na ordem de -60 e limitando-se a -80°C, sendo a peça submersa em fluidos como metanol, gelo seco ou freon, objetivando a estabilização da martensita e a transformação da austenita retida após a têmpera. Como nesse processo há um limite em relação à temperatura, não se alcança a linha M_f de alguns aços, sendo impossível a transformação completa da austenita em martensita. Neste tratamento, 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°C e -80°C e apenas uma pequena quantidade se transforma entre -196°C e -110°C (Mariante,1999). Assim o tratamento subzero diminui substancialmente a quantidade de austenita retida em relação ao tratamento térmico convencional.

O tratamento criogênico profundo é realizado a temperaturas próximas ao nitrogênio líquido (-196°C), e não só transforma a austenita retida em martensita como também altera a morfologia da martensita de tetragonal para octaedral. Após o tratamento criogênico, uma grande quantidade da austenita retida é transformada em martensita e subseqüentemente 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 e Domer 1997; Yun *et al.*, 1998).

A quantidade de austenita retida presente em um aço em função do teor de carbono é comparada, notada na Figura 16, quando o aço é temperado de modo convencional e quando temperado seguido de resfriamento. É observado que em temperatura ambiente, a temperatura M_f ocorre na temperatura ambiente a 20°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°C, há ainda quase que 1% de austenita retida (Reed Hill, 1982).

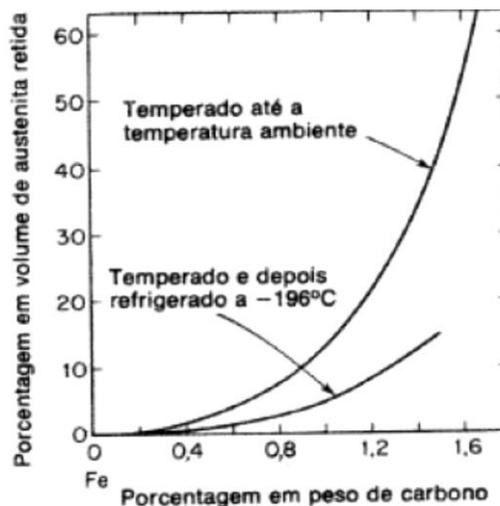


Figura 16 - Variação da austenita retida com o teor de carbono (Reed Hill, 1982).

2.10 Mudanças Microestruturais do Tratamento Criogênico

Os efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas dos aços são explicados por dois mecanismos diferentes. 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, fenômeno este denominado “condicionamento da martensita a baixas temperaturas”, levando a um subsequente aumento na tenacidade e resistência ao desgaste.

Isto é, a melhoria das propriedades mecânicas não pode ser atribuída somente à eliminação da austenita retida, uma vez que a melhora da propriedade se dá com a contínua diminuição da temperatura. A explicação vem através da precipitação de carbonetos ultrafinos conhecidos como carbonetos η a temperaturas muito baixas, próximas a -190°C , durante longos períodos de resfriamento (Yun *et al.*, 1998).

Essas finas partículas associadas às partículas maiores formam uma matriz com precipitação mais intensa e coerente e, portanto mais tenaz. A transformação da martensita e a formação dos finos carbonetos trabalham juntos para a redução do desgaste. Os carbonetos ultrafinos protegem a matriz dificultando a remoção do material por abrasão. Logo, quando uma partícula abrasiva é comprimida sobre a superfície, a matriz com os carbonetos resiste ao sulcamento.

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. Mesmo assim, Collins (1996) sugere que, com o resfriamento contínuo, ocorre um aumento da energia de deformação, aumentando a instabilidade da martensita, afetando provavelmente a estrutura de discordâncias presente, na medida em que a rede cristalina do ferro sofre contração nos espaçamentos interatômicos.

Devido às baixas temperaturas, a migração dos átomos de carbono que ocorre para fora dos seus interstícios durante a contração, é considerada um processo lento e por isto demanda longos tempos de duração (de 24 a 72 horas), para a formação de clusters (aglomerados). Seguido de um aquecimento à temperatura ambiente ou acima dela, estas estruturas (clusters), formadas em grandes quantidades na matriz martensítica, atuam como núcleos para a formação de finos carbonetos estáveis (Yun *et al.*, 1998).

Semelhante ao revenimento convencional, o tratamento criogênico, com a decomposição da martensita e a precipitação de carbonetos ultrafinos, diferenciam-se apenas pelo fato de que as transformações ocorrem a baixas temperaturas, fazendo com que os precipitados sejam muito menores e mais difusos (Yun *et al.*, 1998).

A observação do 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 não ocorre claramente, devido à alta densidade de defeitos na martensita.

Alguns estudos realizados recentemente mostram que através de técnicas de difração de nêutrons verificam-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 aumentando-se muito pouco seu valor (Huang *et al. apud* Sartori, 2009).

Assim, esses resultados indicam que ocorre segregação de átomos de carbono durante o tratamento criogênico. Os interstícios octaédricos são ocupados principalmente pelos átomos de carbono, supersaturando o reticulado. Quando isto ocorre, a segregação desses átomos afetará o parâmetro *c* do mesmo (Huang *et al.*, 2003).

Ou seja, fica notável que o mecanismo descrito acima tem melhores resultados em materiais com menor quantidade de austenita retida (maior

quantidade de martensita), visto que se trata de um fenômeno que ocorre na estrutura martensítica.

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

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.

Segundo Collins (1996), a maioria dos aços quando resfriados a temperaturas entre -80 e -110°C , tratamento subzero, 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 este tempo excessivo antes do tratamento subzero é transcorrido, seja à temperatura ambiente ou durante o revenimento, existirá uma tendência à estabilização da austenita, reduzindo ou até mesmo eliminando a transformação da mesma durante o futuro resfriamento (Roberts e Cary, 1980).

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°C a 20°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.

A presença da precipitação destes carbonetos influencia na importância das propriedades do material, reduzindo a tensão interna da martensita e minimizando a susceptibilidade do material ao surgimento de microtrincas. A maior e melhor distribuição destes carbonetos finos e muito duros conseqüentemente aumentam a resistência ao desgaste (Paulin, 1992).

É necessário um maior entendimento dos mecanismos da transformação da austenita retida e da precipitação de microcarbonetos, e de como eles podem influenciar as propriedades de materiais. Embora, tenham sido freqüentemente abordados por muitos autores, como sendo os principais mecanismos responsáveis pela maior resistência ao desgaste de ferramentas tratadas criogenicamente, 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 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 por alguns autores. A mudança em outras propriedades, tais como a tenacidade ao impacto, resistência à flexão, estabilidade dimensional, mudanças na resistividade elétrica (aumento) e na densidade (diminuição) de um determinado tipo de aço, que também são atribuídos aos tratamentos criogênicos.

Através de uma revisão na literatura e de alguns testes, Collins (1996) fez uma avaliação das propriedades influenciadas pelos dois principais mecanismos. São eles:

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.

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).

Na figura 17 pode-se observar o efeito da temperatura do processo criogênico e da temperatura de austenitização na dureza e tenacidade do aço.

Assim, é estabelecida uma relação entre o aumento de dureza e a primeira fase do tratamento criogênico (até -80°C) quando ocorre a transformação da austenita retida em martensita. No gráfico "a" da figura 17, a curva de dureza do corpo de prova austenitizado 970°C (temperatura de austenitização que gera menos austenita retida devido à menor solubilização do carbono) este endurecimento não é percebido, pois a estrutura do aço resultante da tempera possui um percentual de austenita retida pequeno, não tornando perceptível no ensaio de dureza a transformação desta austenita em martensita. Já nos processos em que a temperatura de austenitização utilizada foi mais alta (1010°C , 1040°C , 1160°C), onde a ocorrência de austenita retida na microestrutura do aço temperado é maior, pode-se observar um aumento de dureza após a etapa criogênica originada da transformação desta austenita em martensita.

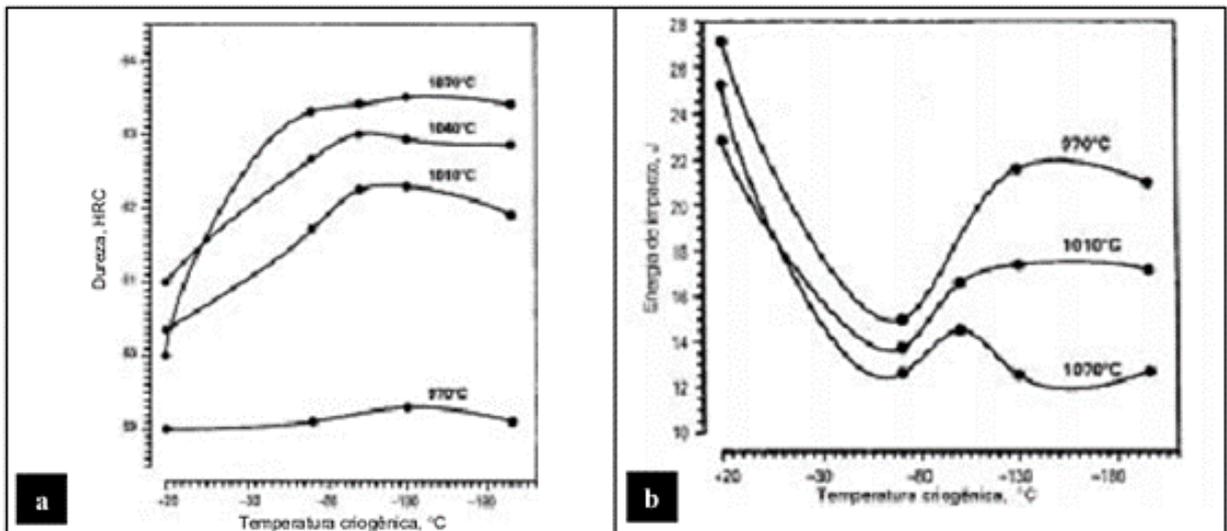


Figura 17 - Efeito da temperatura criogênica do aço ferramenta, depois de austenitizado a várias temperaturas: (a) na dureza, (b) na tenacidade. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

Os efeitos do processo criogênico na tenacidade podem ser verificados no trabalho de Collins e Dormer (1997) quando os corpos de prova foram submetidos a temperaturas inferiores a -80°C, a tenacidade tende a aumentar devido às alterações principalmente da martensita primária, pela precipitação de carbonetos. No gráfico “b” da Figura 17, pode ser observado que o efeito é mais pronunciado nas amostras tratadas em menor temperatura de austenitização, já que maiores quantidades de martensita estão presentes, ou seja, quanto maior o volume de austenita retida (fase dúctil e tenaz) maior deverá ser a resistência ao impacto.

Na figura 18, gráfico “a” pode-se observar que à medida que a temperatura de austenitização utilizada é maior, o número de carbonetos precipitados durante o processo criogênico é menor.

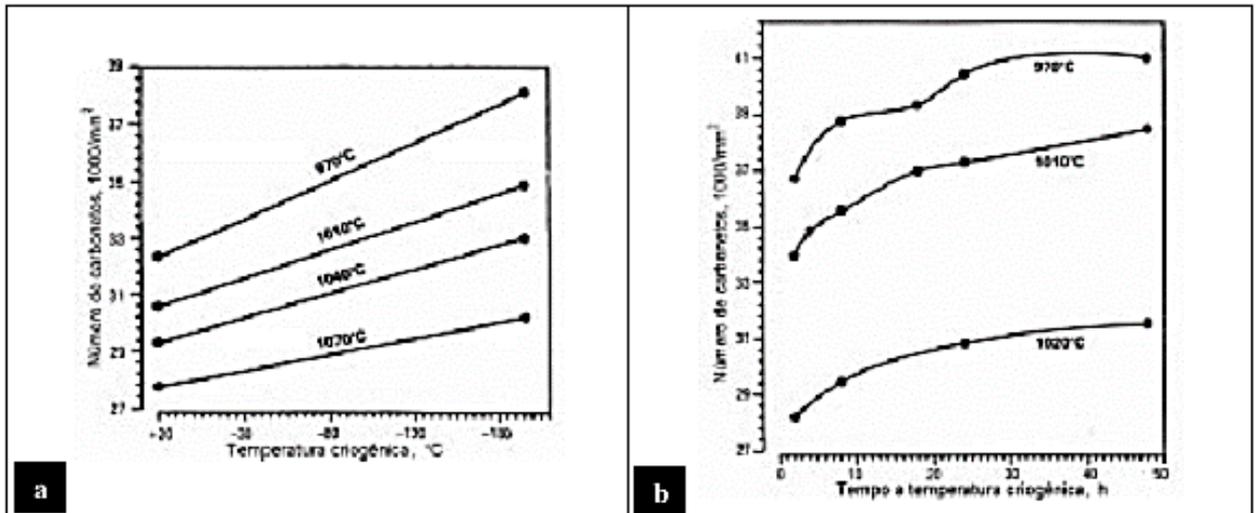


Figura 18 - (a) Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos. (b) Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. Todas as amostras tratadas criogenicamente foram revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

A figura 18, gráfico “b”, mostra a influência do tempo de exposição à temperatura criogênica na quantidade de carbonetos precipitados após o revenimento. Logo, observa-se que quanto maior o tempo em temperatura criogênica, maior é a quantidade de carbonetos precipitados.

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

Nos estudos feitos por Collins (1998), pode-se conferir que as principais propriedades afetadas pelo tratamento criogênico são dureza, tenacidade e resistência ao desgaste, além de agregar estabilidade dimensional.

O mecanismo de precipitação de carbonetos ultrafinos é considerado o de maior influência para o ganho de resistência ao desgaste.

2.12 Mudanças Estruturais e nas Propriedades Mecânicas do Aço SAE 4140 ao Tratamento Criogênico

Estudos feitos anteriormente sobre o efeito do tratamento criogênico do aço AISI 4140 foram relatados por Senthilkumar *et al.* em 2011 e serão descritos a seguir.

Foram realizados determinados ensaios sobre as alterações estruturais, resistência mecânica, tensões residuais e resistência ao desgaste do aço SAE 4140, quando este é submetido aos tratamentos térmicos convencionais, subzero e criogênico profundo. A composição do aço estudada por Senthilkumar *et al.* (2011) é ilustrada na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição química do aço AISI 4140 em peso (Senthilkumar *et al.*, 2011).

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

Durante o tratamento criogênico profundo, as amostras foram mantidas a -196°C por 24 horas e no tratamento subzero, foram submetidas a -80°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), onde cada grupo possuía 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°C por 1 hora e temperadas em óleo por 30°C.

A determinação da austenita retida foi realizada através da análise por difração de raios X. O software utilizado foi o MAUD, que calculou a porcentagem de austenita retida, usando o método do Rietveld.

Senthilkumar *et al.* (2011) 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%.

Ainda, segundo Senthilkumar *et al.* (2011), 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.

Também foi observado que o tratamento criogênico reduziu o volume de austenita retida proporcionalmente à redução de temperatura. Ou seja, a temperatura de resfriamento do metal é mais importante que o tempo de permanência durante o tratamento, devido à característica atérmica da martensita (Senthilkumar *et al.*, 2011).

A técnica de difração de raios X pôde ser utilizada para a medição da tensão residual. Utilizando-se do fato de que, quando um metal está sob tensão aplicada ou residual, a deformação elástica resultante causará alterações nos planos atômicos da estrutura do metal em seus espaços.

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 5.

Tabela 5 - Medidas da tensão residual para o aço AISI 4140 antes e após o revenimento para os tratamentos criogênicos (Senthilkumar *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 | | |

Senthilkumar *et al.* (2011), através da difração de raios X, investigaram a tensão residual do aço SAE 4140 durante 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 que, o tratamento convencional e o tratamento subzero promoveram um estado residual de tensão, e o tratamento criogênico profundo demonstrou um estado compressivo de tensão. Entretanto, para todos os tratamentos criogênicos anteriores ao processo de revenimento foram encontrados macro-tensões compressivas, no entanto, a maior delas foi desenvolvida no tratamento criogênico profundo.

A redução de temperatura reduz a densidade de defeitos na rede (discordâncias) e estabiliza termodinamicamente a martensita, permitindo o deslocamento do carbono para defeitos de rede, o que forma os grupos. Estes grupos agem como núcleos para a formação de finos carbonetos quando a tensão é aliviada, devido ao subsequente revenimento. A precipitação de carbonetos durante o revenimento e a perda da tetragonalidade da martensita são os fatores 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.

Todavia, 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 SAE 4140, realizados por Senthilkumar *et al.* (2011), são ilustrados na Tabela 6. Foi mostrado 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.

Também foi possível observar no trabalho de Senthilkumar *et al.* (2011), uma redução média de 8,61% e 4,45% na resistência à tensão para o tratamento subzero e criogênico profundo, respectivamente, em relação às amostras temperadas e revenida.

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 6 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 6 - Resultado do ensaio de tensão e dureza (Senthilkumar *et al.*, 2011).

| <i>Estado</i> | <i>Identificação das amostras</i> | <i>Resistência Tração (N/mm²)</i> | <i>Resistência a Tração Média (N/mm²)</i> | <i>% de Alongamento</i> | <i>Média de Alongamento</i> | <i>Dureza (HRC)</i> |
|---|-----------------------------------|--|--|-------------------------|-----------------------------|---------------------|
| <i>Material Recebido (Grupo A)</i> | 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 | | |
| <i>Temperado e revenido (Grupo B)</i> | 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 | | |
| <i>Tratamento Sub-zero (Grupo C)</i> | 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 | | |
| <i>Tratamento Criogênico Profundo (Grupo D)</i> | 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 Figura 19 mostra a microestrutura da martensita do 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. Contudo, mudanças nos parâmetros de rede foram provadas por Senthilkumar *et al.* (2011), utilizando a técnica de difração de nêutron. Esta técnica indicou diferenças nos parâmetros de rede “a” e “c” durante os processos de resfriamento e revenimento, como já foi dito acima, citado por Huang *et al.* (2003).

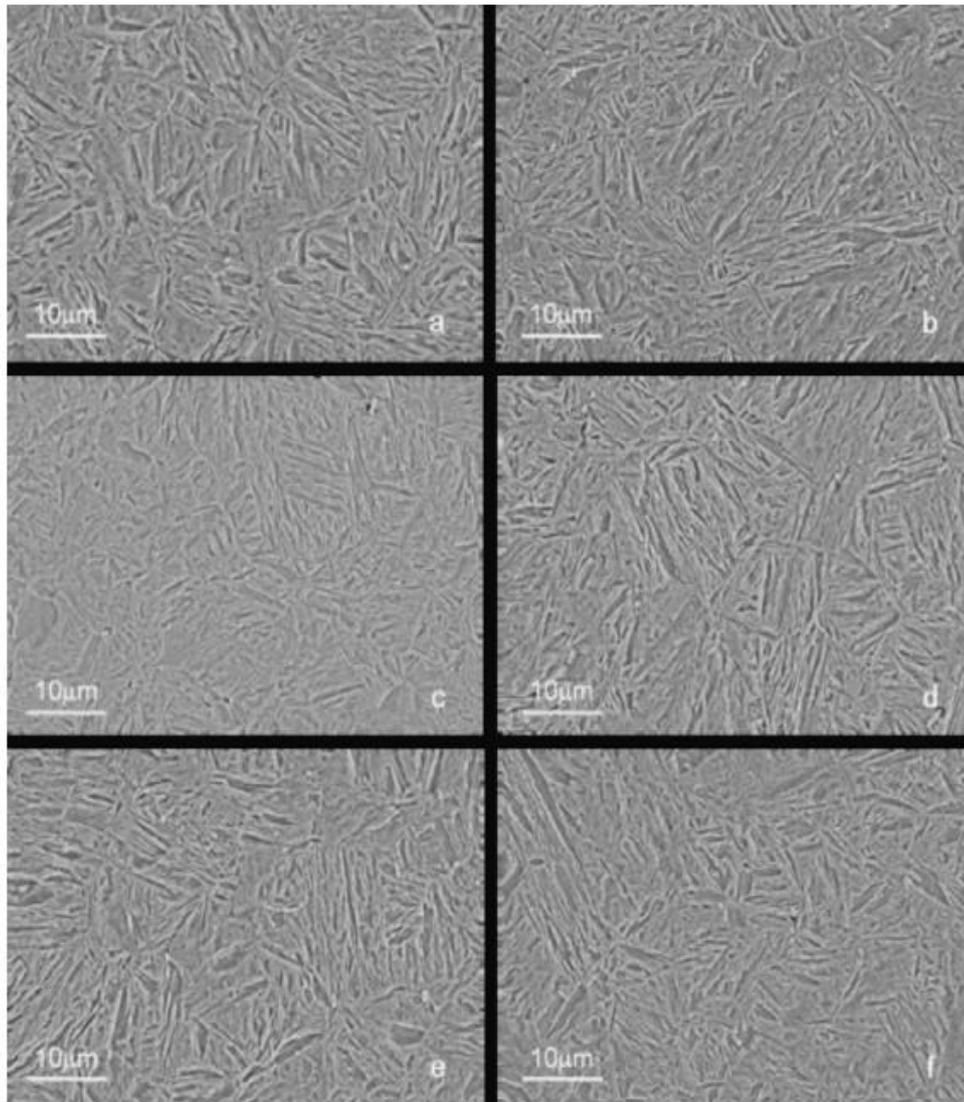


Figura 19: Micrografia observada em MEV em um aumento de 5000 vezes. As partículas cementitas estão dispersas em matriz martensítica, a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido) b) tratamento térmico de têmpera (após o revenido) c) subzero antes do revenido d) subzero após o revenido e) tratamento criogênico profundo f) tratamento criogênico profundo após o revenido (Senthilkumar *et al.*, 2011).

Nos difratogramas, realizados por Senthilkumar *et al.*, 2011, ilustrados na Figura 20, 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.

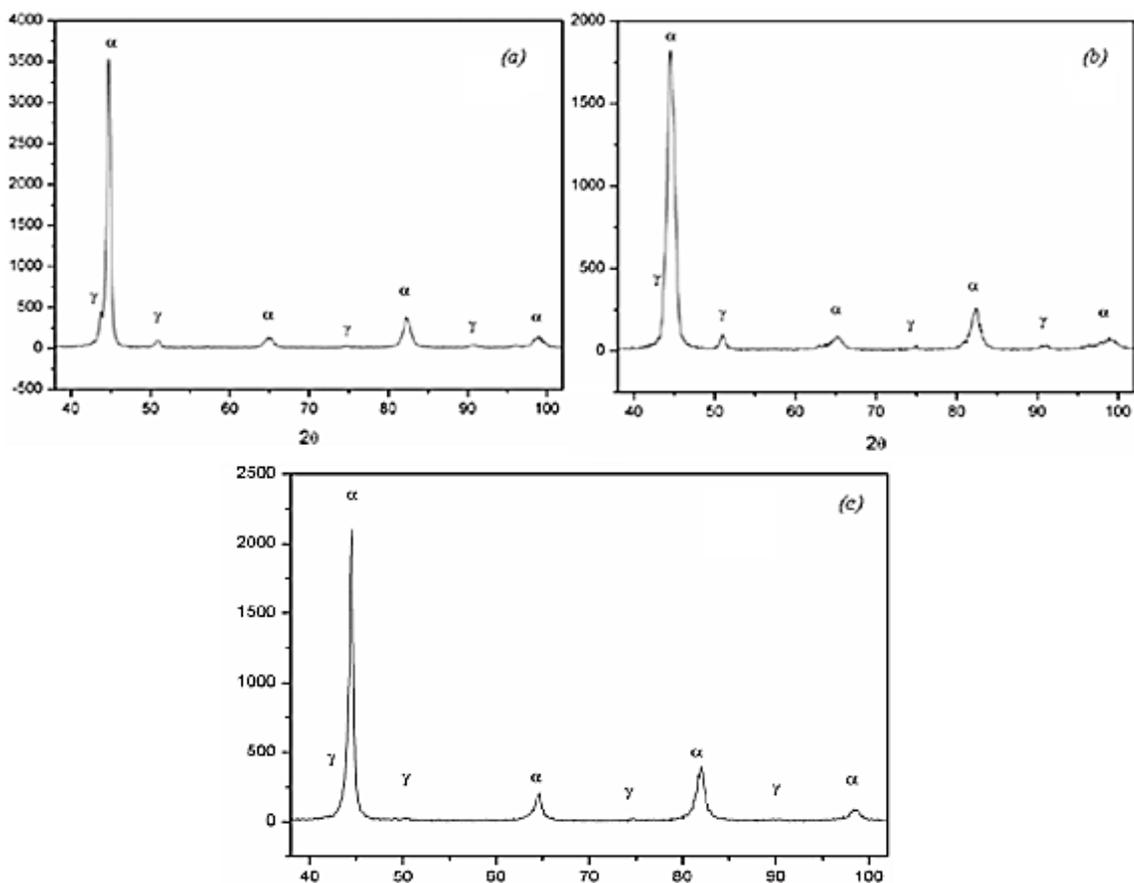


Figura 20 - Difratoograma de raios X das amostras submetidas ao tratamento térmico (a) convencional, (b) subzero e (c) criogênico profundo (Senthikumar *et al.*, 2011).

Os resultados para a energia de impacto, realizados por Senthikumar *et al.* (2011), para todas as amostras são exibidos na Tabela 7 a seguir. O que se observa, é que 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 possível ser observado. Isto pode ser interpretado como resultado da precipitação de carbonetos ultrafinos durante o revenimento.

Tabela 7 - Energia de Impacto para amostras como recebido e tratadas criogenicamente após o revenido (Senthilkumar et al., 2011).

| <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 | |
| | Q | 9 | |

A fractografia das amostras submetidas ao ensaio de tração foi observada em detalhes por microscópio eletrônico de varredura realizada por Senthilkumar et al. (2011). As micrografias foram retiradas na região central da fratura das amostras tratadas termicamente, demonstrada na Figura 21. Na Figura 21(a) pode-se observar que, para a amostra temperada e revenida há 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.

Já na Figura 21(b) e (c) as factografias são referentes ao tratamento subzero e criogênico profundo, revelando uma menor ductilidade que o temperado e revenido. No tratamento criogênico profundo, Figura 21(c) mostra-se a presença de cerca de 25% de fratura com *dimples* e 75% de facetas planas. A Figura 21(b), refere-se às amostras submetidas ao tratamento subzero mostrando mais facetas planas, o que indica 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.

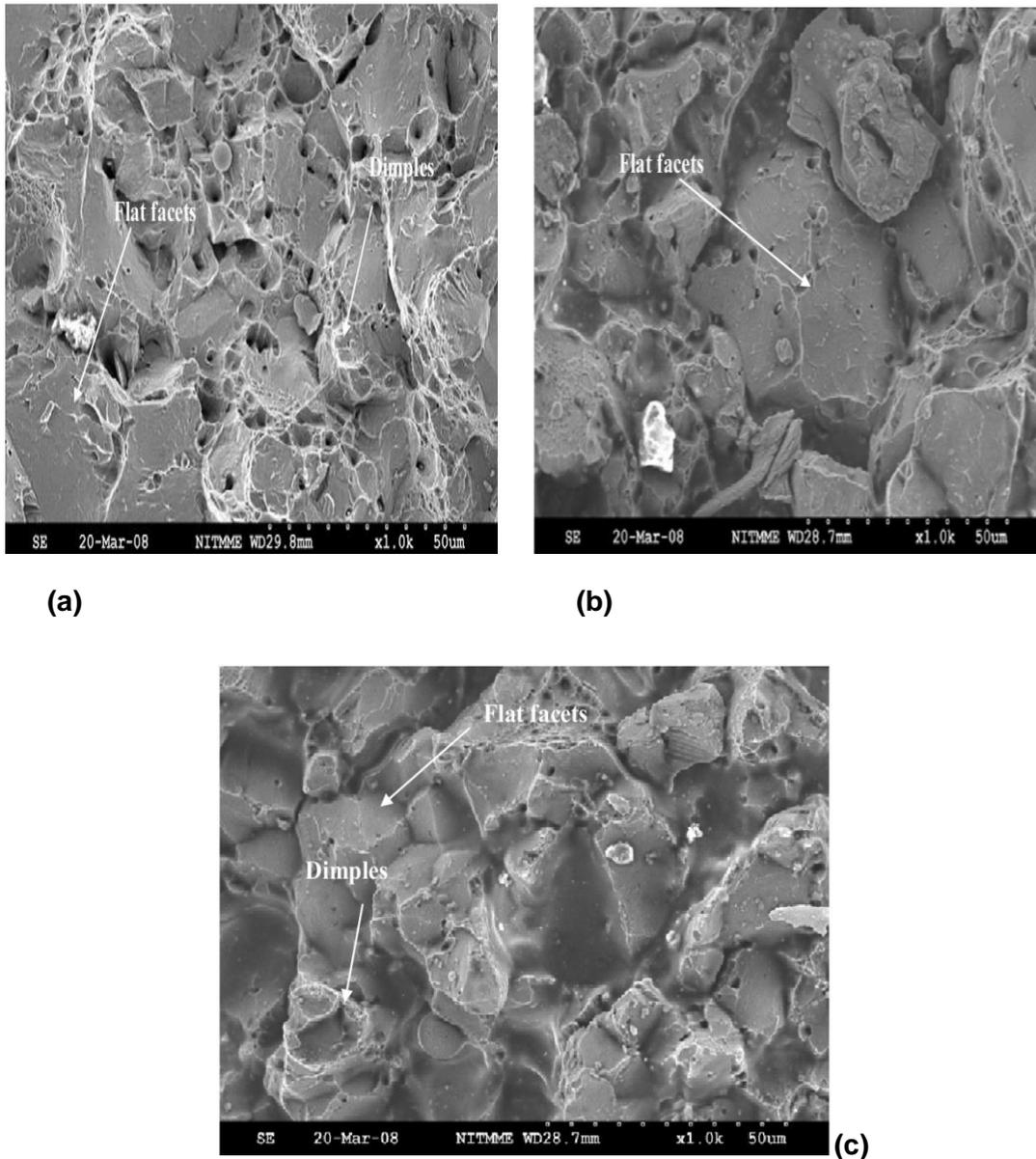


Figura 21 - Fractografia do aço AISI 4140 para amostras: (a) temperadas e revenidas (Grupo B), (b) submetidas ao tratamento subzero (Grupo C), (c) após o tratamento criogênico profundo (Grupo D) (Senthilkumar *et al*, 2011).

Também foi realizado por Senthilkumar *et al.* (2011), um estudo sobre a influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste. Para isto, utilizou-se 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:

$$W_r = \frac{F \cdot v}{W_f \cdot H_v} \quad (1)$$

Onde W_r é a resistência ao desgaste, F é o carregamento normal em Newtons, v é a velocidade linear em mm/s, W_l é a taxa de desgaste do pino e Hv é a dureza Vickers em N/mm². A Tabela 8 indica a dureza Vickers para os diversos tratamentos.

Tabela 8 - Dureza Vicker do aço AISI 4140 (Senthilkumar et al., 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 9, Tabela 10 e Tabela 11, para carregamentos normais de 10, 20 e 30 Newtons (N), respectivamente. Neste estudo foi realizado o ensaio por aproximadamente 100 segundos a uma velocidade de 1,57 m/s. Segundo Senthilkumar et al. (2011), justifica-se 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 9 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para carregamento de 10 N (Senthilkumar et al., 2011).

| Tipo de tratamento | Identificação | Desgaste μm | Desgaste Medio/ μm | 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 10 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 20 N (Senthilkumar et al., 2011).

| Tipo de tratamento | Identificação | Desgaste μm | Desgaste Medio/ μm | 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 11 - Resistência ao desgaste do aço AISI 4140 para o carregamento de 30 N (Senthilkumar et al., 2011).

| Tipo de tratamento | Identificação | Desgaste μm | Desgaste Medio / μm | 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 | | | | | | |
| Subzero | S5 | 157 | 163 | 533.65 | 0.001873 | 16.7 | 16.5 | 0.55 |
| | S6 | 169 | | | | | | |
| Criogênico profundo | D5 | 103 | 101 | 757.19 | 0.001321 | 15.5 | 15.35 | 0.51 |
| | D6 | 99 | | | | | | |

Também foram realizados ensaios de resistência ao desgaste para altos valores de carregamentos, submetendo as amostras a carregamentos normais de 60, 70 e 80 N, sendo o resultado ilustrado na Tabela 12, para velocidades de 2,8, 3,2 e 3,6 m/s. A Tabela 12 ainda 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 12 - Resistência ao desgaste para altos carregamentos.

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

2.14 Propriedades Mecânicas dos Aços Criogênicos

Pesquisas sobre as mudanças nas propriedades mecânicas dos aços criogênicos são recentes. Por isso, 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 13.

Conforme os resultados, interpretados na Tabela 13, são relatados o aumento de resistência ao desgaste para quase 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 e muito, de acordo com a sua composição.

Tabela 13 - Efeitos das 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

É praticamente impossível proceder a uma comparação completa entre os resultados obtidos na literatura, por causa das condições de teste diferentes, tal como a velocidade de deslizamento, a distância ou a carga aplicada, utilizados pelos autores, além dos diferentes indicadores de desgaste relatados como resultados, isto é, taxa de desgaste ou resistência ao desgaste.

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

O material analisado no presente trabalho foi o aço de médio carbono SAE 4140, adequado de acordo com a norma ASTM E8-00M. É considerado um aço para beneficiamento com temperabilidade considerável, ligados a cromo (Cr) e molibidênio (Mo), tendo uma boa combinação entre resistência mecânica e resistência a fratura. O material foi fornecido pela Vectra Metal Comércio de Aços e Metais.

3.1.1 Corpo de Prova

Os corpos de prova têm características especificadas de acordo com as normas técnicas. A partir de uma barra circular dos aços SAE 4140 foram retirados um total de 15 corpos de prova com $\frac{1}{2}$ " de diâmetro. Usa-se comumente um corpo de prova típico do material, como indicado na Figura 22.

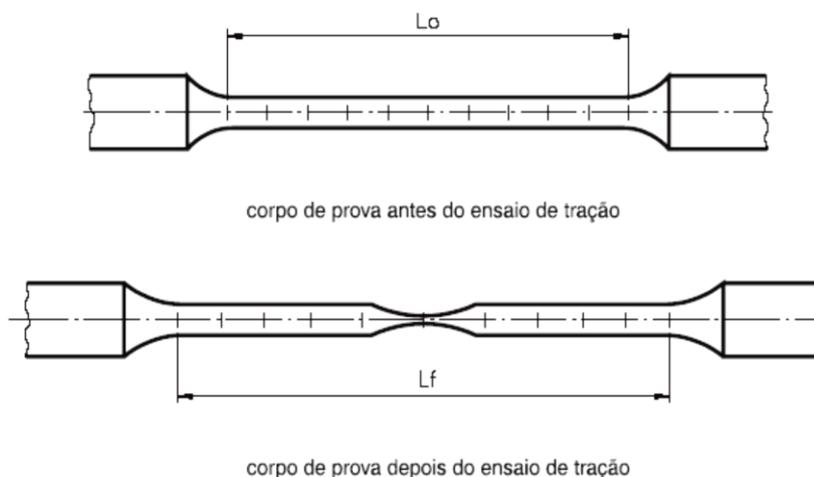


Figura 22 - Corpo de prova típico de ensaio de tração.

As cabeças são as regiões extremas do corpo de prova, que possuem rosca, figura 23, e foram fixadas nas agarras da máquina de ensaio mecânico de tração, de modo que a força atuante na máquina fosse axial. Nas agarras, foram utilizados dispositivos anti-escorregamento desenvolvido no LAMAV/CCT/UENF pelo engenheiro Carlan Rodrigues.



Figura 23 - Corpo de prova usinado com rosca, anti-escorregamento.

3.2 Metodologia

3.2.1 Preparação de Amostras para Ensaios de Tração e Metalografia

Da barra, na condição “como recebida”, foram fabricados os quinze corpos de prova para a realização dos tratamentos térmicos propostos, seguidos pelo ensaio de tração (conforme a norma ASTM E8-00M) e a metalografia, para a verificação dos efeitos destes tratamentos sobre algumas propriedades macroscópicas.

Para que o tratamento térmico no interior do forno possa ocorrer sem o contato dos corpos de prova com a superfície inferior do mesmo, e também para garantir que se mantenha a geometria e linearidade, foi desenvolvido um suporte de aço inox no qual estes corpos de prova foram fixados, com folga suficiente, para que possam ter liberdade de expansão e alinhamento vertical. As Figuras 24 e Figura 25 apresentam este suporte (capacidade máxima de 8 corpos de prova por suporte).

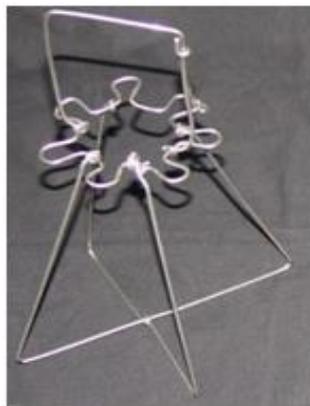


Figura 24 - Rack para suporte de amostras.



Figura 25 - CP's dispostos no suporte, preparados para sofrer o tratamento térmico.

3.2.2 Tratamentos Térmicos Aplicados nas Amostras

Para simular as modificações que podem ocorrer nas propriedades mecânicas do material estudado, foram feitos três tratamentos térmicos diferentes, como descritos a seguir.

Os 15 corpos de prova (CP's) utilizados para o ensaio de tração, foram divididos em três lotes, que sofreram o tratamento térmico de têmpera, e em seguida foram distribuídos da seguinte forma:

- O primeiro lote – tratamento convencional (com 5 CP's): foi separado para sofrer tratamento térmico convencional, têmpera e na sequência o revenimento.
- O segundo lote – tratamento subzero (com 5 CP's): após o tratamento térmico de têmpera, foi então submetido ao tratamento térmico subzero e em sequência o revenimento.
- O terceiro lote – tratamento criogênico (com 5 CP's): após o tratamento térmico de têmpera, foi submetido ao tratamento térmico criogênico profundo, e após ao revenimento.

O fluxograma representativo da metodologia utilizada na caracterização dos tratamentos térmicos em estudo é mostrado na Figura 26.

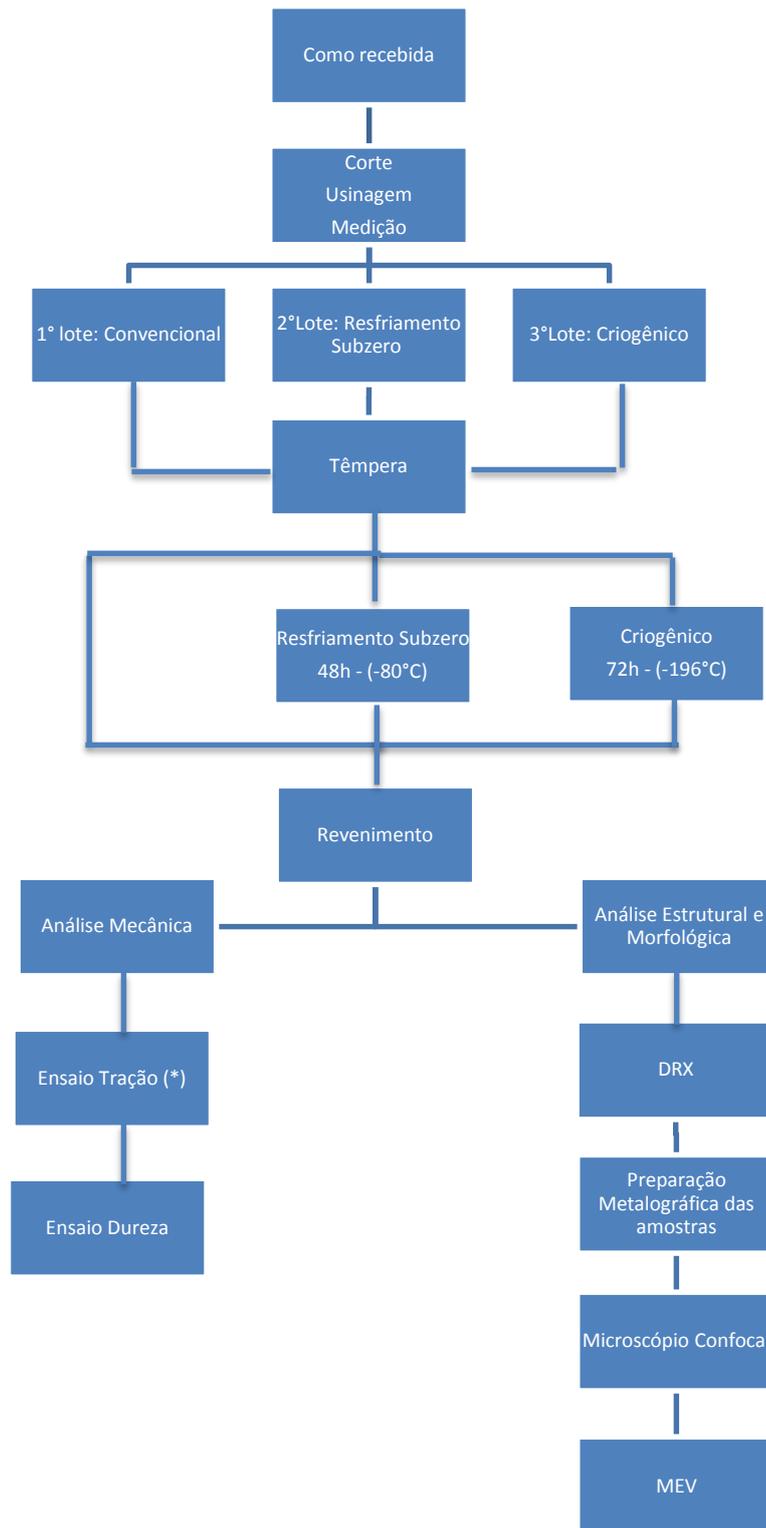


Figura 26 - Fluxograma da seqüência da metodologia utilizada na caracterização estudo. (*) propriedades mecânicas obtidas no ensaio listadas nos item 4.3 Propriedades Mecânicas.

3.2.2.1 Tratamento Térmico Convencional

O tratamento térmico dito convencional compreende dois tipos de tratamentos, o de têmpera e o revenimento. A têmpera consiste no aquecimento do material até o campo austenítico, seguido de um resfriamento brusco o suficiente para a obtenção da estrutura martensítica. Já no revenimento, ocorre o aquecimento dessas estruturas martensíticas, a elevadas temperaturas, com intuito de torná-las mais dúcteis.

Todas os CP's, dispostos nos suportes, foram inicialmente submetidos à têmpera, no forno FLYEVER, modelo FE50RP. Foram austenitizados a temperatura de 850°C por 25 minutos, a uma taxa de 10°C/min. Todos os suportes contendo os CP's foram imediatamente imersos em óleo de têmpera perto do forno. A escolha desta temperatura de austenitização se deve ao fato de ser a faixa de temperatura que normalmente é utilizada em tratamentos térmicos deste aço, com o intuito de dissolver totalmente os carbonetos e evitar crescimento excessivo do grão austenítico (Krauss, 2001; Luzginova, 2008; Bhadeshia, 2011).



Figura 27 - CP's submetidos à têmpera

Cabe ressaltar que a imersão no óleo de têmpera HYDRATEMP AC foi feita de forma homogênea, ou seja, todo o conjunto foi imerso no óleo de têmpera, de

uma vez só e com resfriamento natural, sendo isso possível, devido ao suporte de aço inox. Os suportes foram continuamente agitados por cerca de 10 minutos e depois deixados em uma bandeja para escoamento do óleo e para retornar à temperatura ambiente, figura 27.

Após isto, aguardou-se até que os outros corpos de prova recebessem os tratamentos térmicos criogênicos aqui abordados, para que todos fossem revenidos juntos. O revenimento foi realizado em temperatura de 200°C por 25 minutos, a uma taxa de variação de 10°C/min. O tempo de revenimento foi escolhido de modo que se precipitassem os carbonetos sem a formação de cementita.

3.2.2.2 Tratamento Subzero

Os CP's, já temperados, foram resfriados à - 80°C por 48 horas dentro de um freezer FORMA SCIENTIFIC - 72 HORIZONTAL, conforme ilustrado na Figura 28. Após o tratamento, foram colocados em uma caixa de "isopor" até retornarem naturalmente à temperatura ambiente.



Figura 28 - Freezer utilizado no experimento.

3.2.2.3 Tratamento Criogênico Profundo

Os CP's, após a têmpera, foram imersos em nitrogênio líquido por 72 horas (dentro do container Locator 8 Termoonline, ilustrado na Figura 29, a uma temperatura de -196°C, em seguida, também foram deixados em caixa térmica para que retornassem suavemente à temperatura ambiente.



Figura 29 - Container com Nitrogênio líquido.

3.2.3 Revenimento de Todas as Amostras

Conforme já descrito no item 3.2.2.1 Tratamento Térmico Convencional, todos os 15 corpos de prova foram novamente reunidos e sofreram revenimento sob determinado parâmetro, citado por Shigley (1986). A temperatura do revenimento foi de 200°C por 25 minutos dentro do forno, a uma taxa de 10°C/min. Em seguida, o forno foi desligado e, os CP's foram retirados do forno no dia seguinte, após 12h.

Em todas estas etapas descritas, os CP's receberam exatamente o mesmo tratamento, de forma que o estudo de sua microestrutura possa ser ligado ao das propriedades mecânicas macroscópicas.

Das cabeças dos corpos de prova foram retiradas as amostras para a caracterização e a medida de dureza.

3.2.4 Preparação Metalográfica das Amostras

A caracterização metalográfica do aço foi realizada a partir dos corpos de prova seccionados em um cortador mecânico MESOTOM, mantendo-se baixas velocidades de rotação do disco a fim de evitar possíveis transformações de fase, e foram 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 semi-automática modelo Struers, 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 100, 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 μ m e 0,3 μ m, até obter uma superfície espelhada e isenta de riscos.

Logo após, foi realizado o ataque, utilizando nital 2% que é composto de uma mistura de 2% de Ácido Nítrico e 98% de Álcool Etílico. Este reagente é considerado o mais efetivo para aços, pois ataca a ferrita, perlita, martensita e contornos de grão.

Todas essas etapas foram acompanhadas no microscópio OLYMPUS.

3.2.5 Caracterização da Estrutura e Morfologia

3.2.5.1 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:

- λ é o comprimento de onda de raios X incidentes;
- θ 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 para esta análise foi o difratômetro RIGA KU modelo ULTIMA IV com radiação de Cu-K α filtrada, disponível no LCFIS/CCT/UENF.

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

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

3.2.5.2 Microscopia de Varredura a Laser

A caracterização estrutural do aço foi feita em um Microscópio Confocal (MC), modelo LEXT 3D MEASURING LASER MICROSCOPE OLS4000, da OLYMPUS, disponível no LAMAV/CCT/UENF, utilizando aumentos de 430, 1075 e 2136 vezes.

3.2.5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para uma análise mais criteriosa e detalhada da microestrutura das ligas submetidas aos tratamentos aplicados neste trabalho, foi realizada a análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Assim, fazendo uso do MEV, foi possível obter imagens da amostra, geradas a partir de elétrons secundários em aumentos de 2000, 4000 e 7000 vezes.

A análise da microestrutura das amostras foi realizada no microscópio eletrônico JEOL – 6460LV Scanning Electron Microscope, com analisador EDS, disponível na COPPE/UFRJ.



Figura 30 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), disponível na COPPE – UFRJ.

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 foi de grande importância para identificar a quantidade de austenita retida e a morfologia da martensita e dos microcarbonetos resultantes do resfriamento.

3.2.6 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados numa máquina INSTRON modelo 5582, disponível no LAMAV/CCT/UENF, com uma velocidade de deslocamento de 0,2 mm por minuto com o objetivo de avaliar as mudanças nas propriedades mecânicas antes e depois do tratamento.

Cada lote, com seus cinco corpos de prova (CP's) referentes a cada tratamento térmico estudado (convencional, subzero e criogênico) foram submetidos ao ensaio de tração, que consiste em submeter um material a um esforço que tende a esticá-lo ou alongá-lo. O teste foi realizado com o eixo de aplicação da carga paralelo ao eixo de conformação. Um extensômetro tipo “clip gage” foi fixado na região de teste, após o corpo de prova ser fixado nas agarras do equipamento, sendo medidas as deformações correspondentes, Figura 31.

Desta forma, foi possível registrar para cada teste a deformação verdadeira, a carga aplicada e o deslocamento do travessão. Os esforços ou cargas foram medidos na própria máquina e o ensaio prosseguiu até a ruptura final do corpo de prova, Figura 32.

Os resultados fornecidos pelo ensaio de tração foram comparados entre os materiais que sofreram o tratamento térmico convencional, subzero e criogênico profundo.

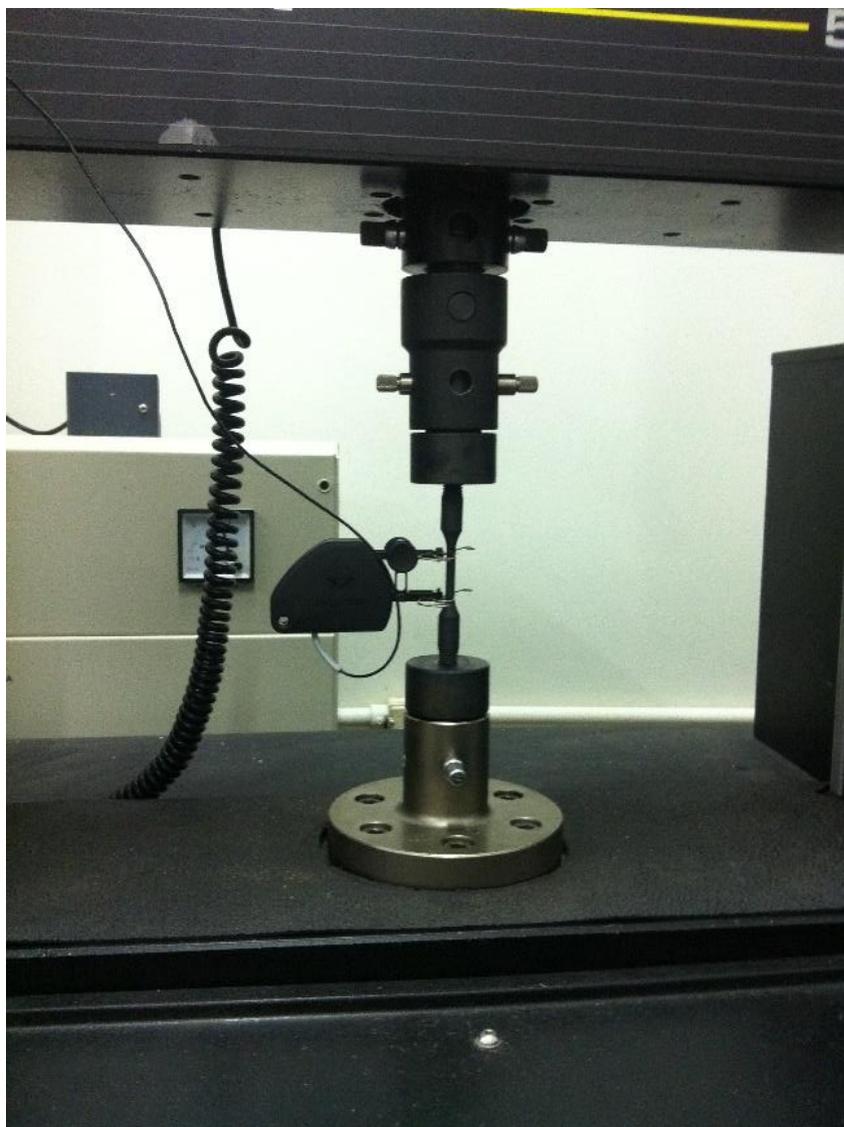


Figura 31 - Ensaio tração com extensômetro.



Figura 32 - CP fraturado, após o ensaio de tração.

A curva tensão x deformação de engenharia (convencional), 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. Entretanto, todas as propriedades mecânicas são analisadas em cima dos valores convencionais, pois, as expressões são baseadas em dados convencionais.

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

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (2)$$

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon) \quad (3)$$

$$\varepsilon_c = e^{\varepsilon_v} - 1 \quad (4)$$

Onde:

σ = tensão convencional (MPa)

F = força aplicada (N)

A_0 = área inicial (m²)

ε_v = deformação verdadeira

ε_c = deformação convencional

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:

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

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

3.2.7 Dureza

Após a realização de todas as rotas de tratamento térmico e dos ensaios de tração, foi feita a medição da dureza realizada com um durômetro do tipo PAMTEC série 1246 do fabricante PANAMBRA, modelo RBSM, Figura 33, de acordo com a norma ASTM E18-94 – Método-Padrão de Ensaio para Dureza Rockwell de Materiais Metálicos.

Foi realizada a calibração do equipamento utilizando uma barra de aço com dureza conhecida. As amostras para o ensaio dureza, foram retiradas das cabeças de cada corpo de prova representativos dos tratamentos térmicos, com 5mm de comprimento. O corte foi feito com disco diamantado e refrigerado, para impedir a alteração das propriedades do material, quando submetidos ao corte.

Utilizou-se um penetrador cone com ângulo de 120° , uma pré-carga de 98N (10kgf) e uma carga (força total) de 150kgf, com o tempo de aplicação a cerca de 6 segundos. Nas amostras de cada tratamento térmico, foram feitas três medidas, para a obtenção de uma média estática.



Figura 33 - Durômetro utilizado para a medição do aço em estudo.

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados, analisados e discutidos os resultados obtidos durante o desenvolvimento experimental. São abordados os efeitos dos tratamentos térmicos com variáveis de influência (temperatura; tempo) sobre as variáveis de resposta (propriedades mecânicas; comportamento microestrutural) que são avaliados em função dos ensaios mecânicos e da análise microestrutural, como a difração de raios X, confocal e a microscopia eletrônica de varredura (MEV).

4.1 Caracterização Estrutural

4.1.1 Difração de Raios X

A aplicação do método de análise por difração de raios X foi feita em amostras aleatórias, cada uma pertencente a um grupo submetido a tratamento térmico diferente, para tentar verificar a existência de variações ou modificações das

fases cristalinas, para cada tratamento térmico aplicado nas amostras, convencional, subzero, criogênico e para o tratamento de têmpera.

Os difratogramas de DRX foram obtidos para identificar as fases presentes, além da identificação de possíveis mudanças provocadas na composição química e nas quantidades relativas das fases presentes do material em questão.

A seguir, nas Figura 34 a Figura 37, mostram os difratogramas de raios X para o aço SAE 4140 submetidos aos tratamentos listados acima. As fases foram identificadas através dos arquivos JCDPS.

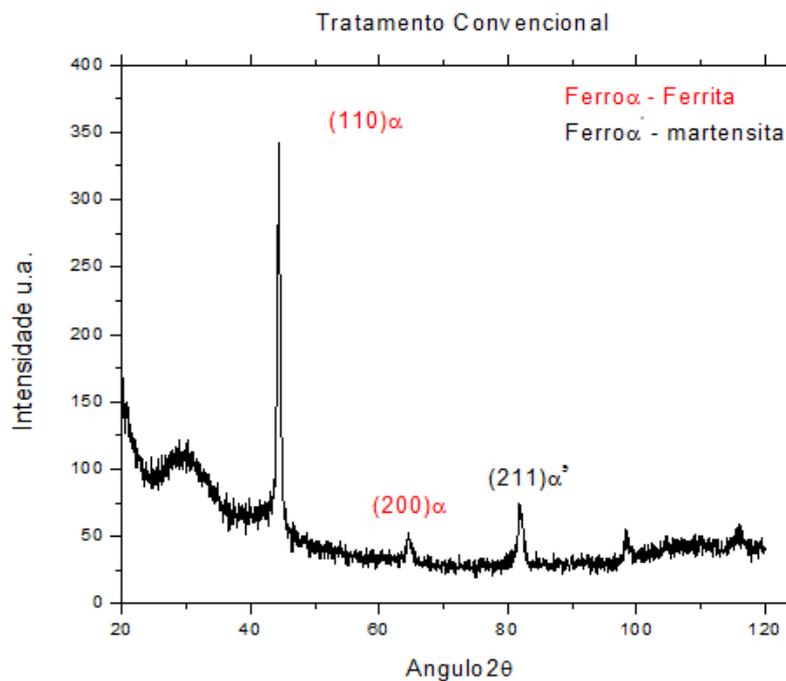


Figura 34 -Difratograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento convencional.

Para o aço submetido ao tratamento convencional, na Figura 34, as fases foram identificadas pelos arquivos JPDS #00-044-1291e JCDPS #01-085-1410.

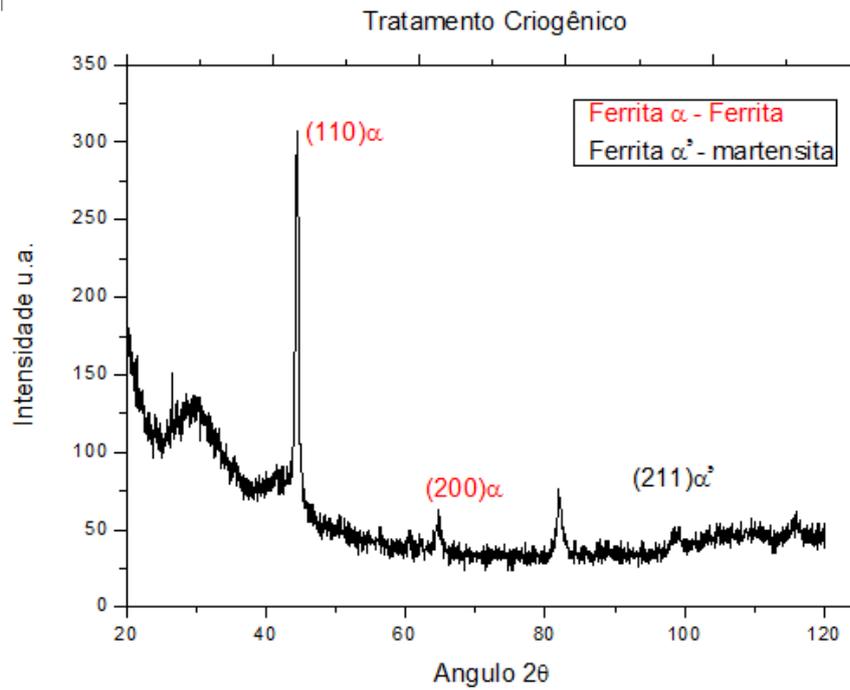


Figura 35 - Difratoograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico.

Para o tratamento criogênico, Figura 35, as fichas catalográficas foram JCDPS # 00-001-1262 e JCPDS # 00-006-0696, JCPDS # 00-044-1292.

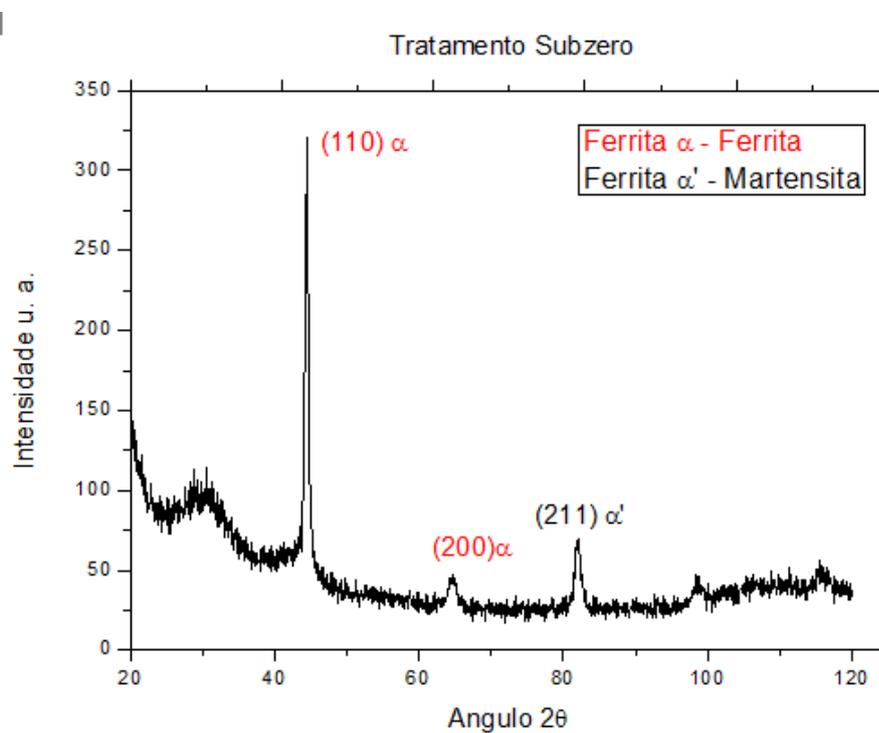


Figura 36 - Difratoograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento subzero.

Para o tratamento subzero, Figura 36, os arquivos foram JCPDS # 00-044-1290 e JCDPS #01-085-1410. E para o aço temperado, Figura 37, foram JCPDS # 00-044-1289 e JCDPS #01-085-1410. Todos esses arquivos se encontram disponíveis nos anexos I ao VII.

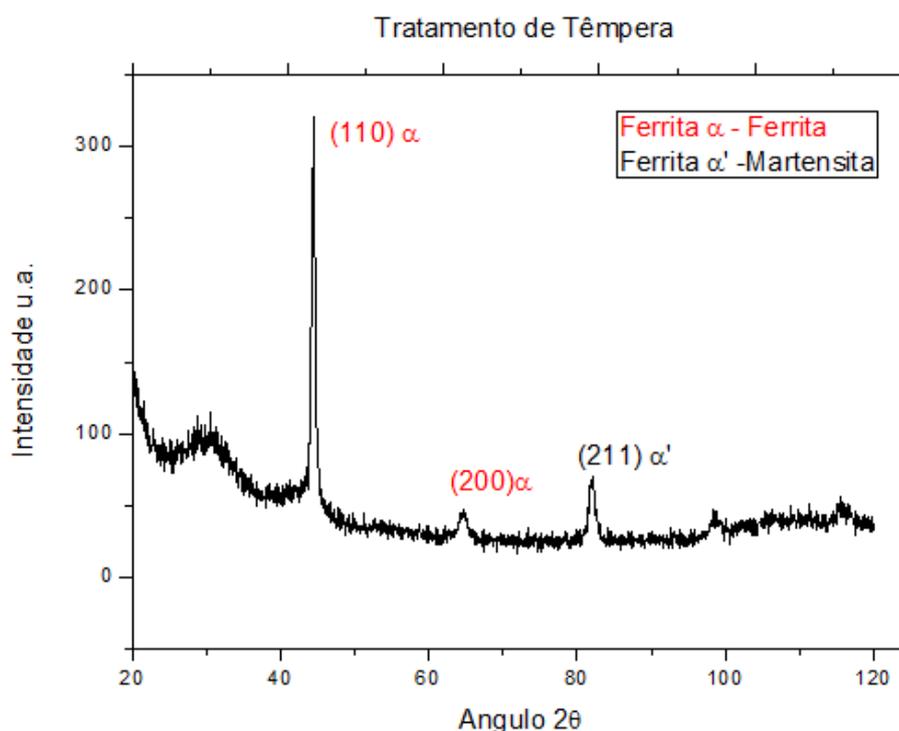


Figura 37 - Difratograma de raios X do aço SAE 4140 submetido ao tratamento de têmpera.

Para todos os tratamentos, foi observado a presença de ferro – α , provavelmente, martensita na forma de ferrita saturada de carbono, e de martensita, que é representada por ferro α' , encontradas nas fichas catalográficas, para estes difratogramas.

Verifica-se que todas as amostras, independentemente da condição de tratamento, são policristalinas e apresentam 2 picos principais, o primeiro, e de maior intensidade, está em $2\theta = 44,4^\circ$, que indica a presença de ferro – α e o outro pico no ângulo $2\theta = 82^\circ$, que representa a martensita, correspondentes a orientação cristalográfica (110) e (211) respectivamente. O pico em $2\theta = 64,7^\circ$, de menor intensidade indica a presença de ferro – α , na orientação cristalográfica (200).

Como pode ser observado, na Figura 38, fez-se uma comparação entre os tratamentos térmicos estudados, convencional, subzero, criogênico e têmpera.

Observa-se que não houve nenhuma variação significativa na composição física do material em relação aos tratamentos aplicados.

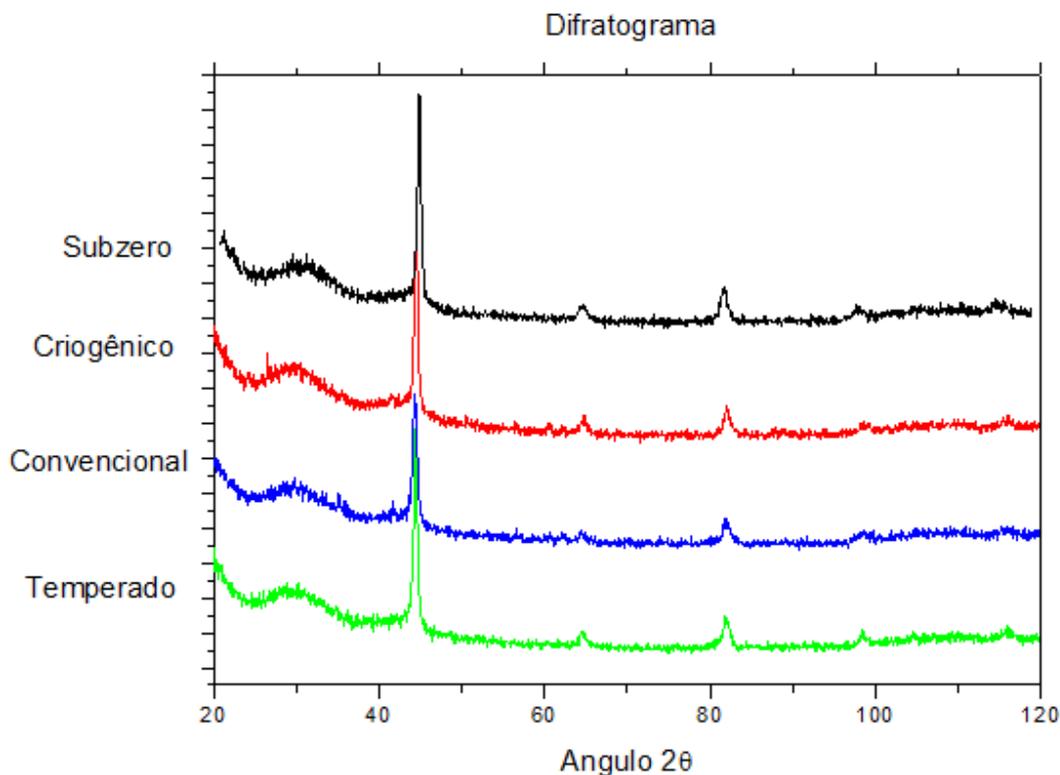


Figura 38 - Difratogramas das amostras submetidas a todos os tratamentos em estudo.

Senthilkumar e colaboradores (Senthilkumar *et al.*, 2011) observaram através do método de difração de raios X, que não houve alterações na composição física e nas quantidades relativas das fases das amostras submetidas ao tratamento criogênico, quando comparadas ao tratamento convencional. Entretanto, segundo o autor, nos difratogramas apresentados por ele, a fase de austenita (ferro – γ) foi encontrada com picos de menor intensidade em $2\theta \cong 51^\circ$, 75° e 90° , para o aço SAE 4140 submetidos aos tratamentos térmicos convencional, subzero e criogênico.

Por meio dos difratogramas apresentados, é perceptível que não houve picos de austenita (ferro – γ), não sendo possível, a determinação da quantidade de austenita retida na amostra antes e depois do tratamento criogênico. Isso se deve, primeiro, aparentemente devido a pequena quantidade de austenita retida residual presente, assim como, provavelmente o uso de tubos de cobre influenciou a excitação dos átomos de ferro aumentando muito o ruído de fundo,

durante a análise. O ideal, para eliminar esse problema, seria indicado o uso de um tubo com anodo de cobalto (KLUG *et al*, 1974 apud SILVA, 2012).

Além destes itens, segundo Durnin e Ridal (1998), a austenita retida em aços de médio e baixo carbono, se localiza entre as ripas de martensita, o que impede a detecção da austenita retida, por difração de raios X.

4.2 Caracterização Morfológica

Nesta etapa do trabalho são apresentados e discutidos os resultados obtidos na análise qualitativa da microestrutura do material para identificação das fases presentes.

Foram preparadas amostras metalográficas, de cada condição de tratamento aplicado ao aço, seguindo procedimentos de padrões de corte, embutimento, lixamento e polimento, além de tomar precauções como limpeza, secagem e acondicionamento em local conveniente. Em seguida foram realizados ataques químicos com Nital 2% nas amostras.

4.2.1 Microscopia de Varredura a Laser

A caracterização morfológica do aço SAE 4140 foi analisada inicialmente por microscopia CONFOCAL, através do método de iluminação em campo claro, com aumentos de 430, 1075 e 2000 vezes.

A Figura 39 exibe as micrografias com aumento de 430 vezes, do aço SAE 4140, para as rotas de tratamentos de têmpera (antes do revenido), convencional (têmpera e revenido), subzero e criogênico após o revenimento. Foi observado na amostras, microestruturas em formato de ripas (agulhas), características de uma estrutura martensítica, em consequência do resfriamento rápido no tratamento térmico de têmpera executado nas amostras.

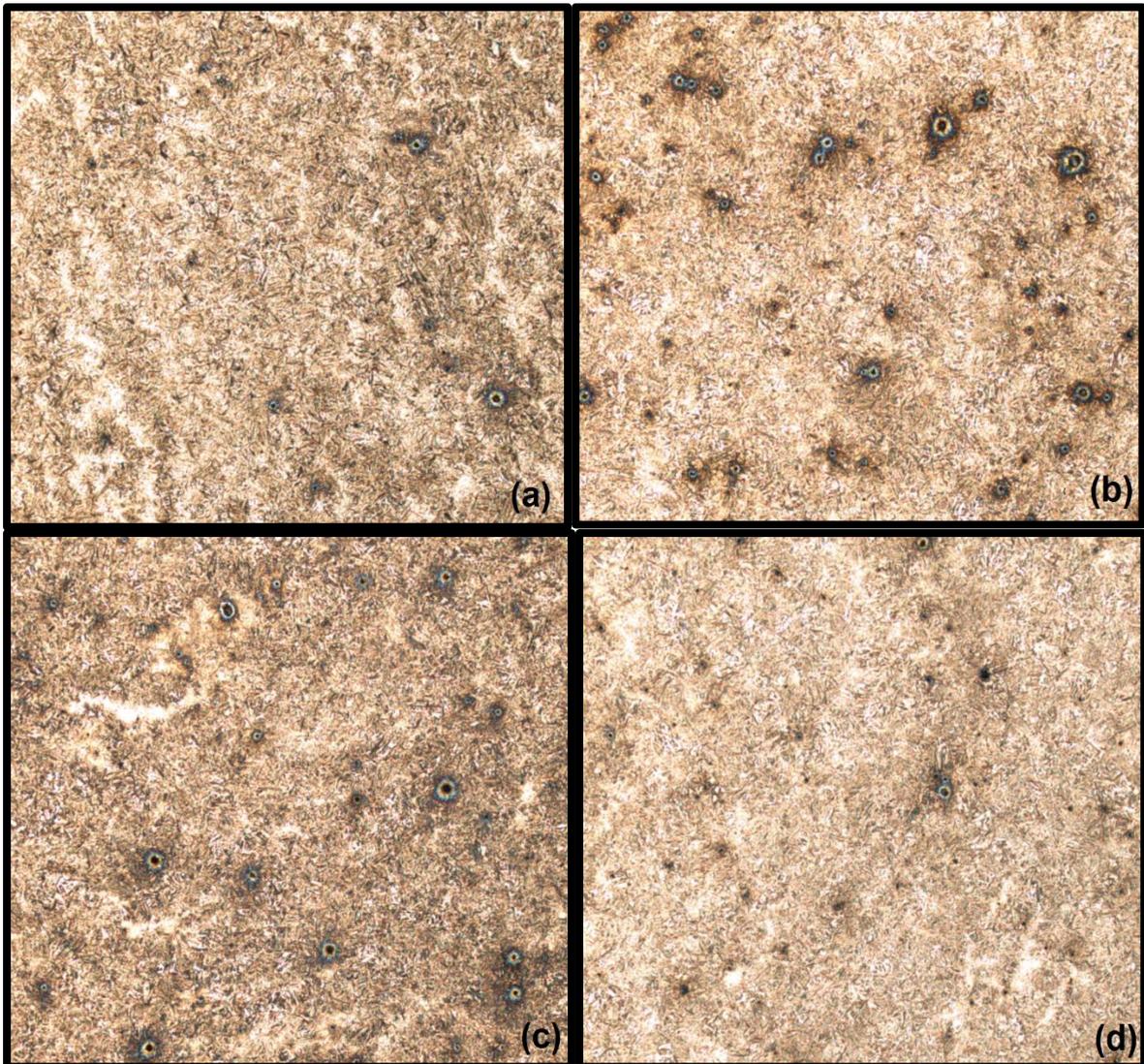


Figura 39 - Micrografias observadas no CONFOCAL em aumento de 430 vezes.

Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido); (b) tratamento térmico de têmpera (após o revenido); (c) tratamento subzero (após o revenido); (d) tratamento criogênico (após o revenido).

Após a têmpera, é esperado a presença de austenita retida em aços de altas concentrações de liga e carbono. A estabilização da austenita retida está relacionada com a composição química do aço, além da adição de elementos estabilizadores. Alguns autores relatam que mesmo estando estabilizadas, quando submetidas a temperaturas criogênicas, a transformação martensítica ocorreria (Moore *et al*, 1993; Stratton *et al.*, 2009).

Segundo Souza (2008), as regiões brancas, indicadas por setas nas Figura 40 à Figura 43, podem representar a austenita retida e quantidades residuais da fase ferrita. Para alguns autores, não se espera a presença da estrutura ferrita,

após a têmpera, entretanto, esta estrutura pode aparecer em quantidades residuais.

No entanto, o ataque com nital apresentou pouca nitidez entre as regiões em tonalidades marrons e brancas, tornando difícil a distinção entre as fases martensita e as fases austenita retida e ferrita (se houver), logo, evidencia-se que a técnica de ataque com reagente nital não foi eficaz para distinguir estas estruturas. Para a caracterização das regiões brancas há necessidade de outros ataques químicos, além do nital, para uma identificação eficaz entre essas fases (Souza, 2008).

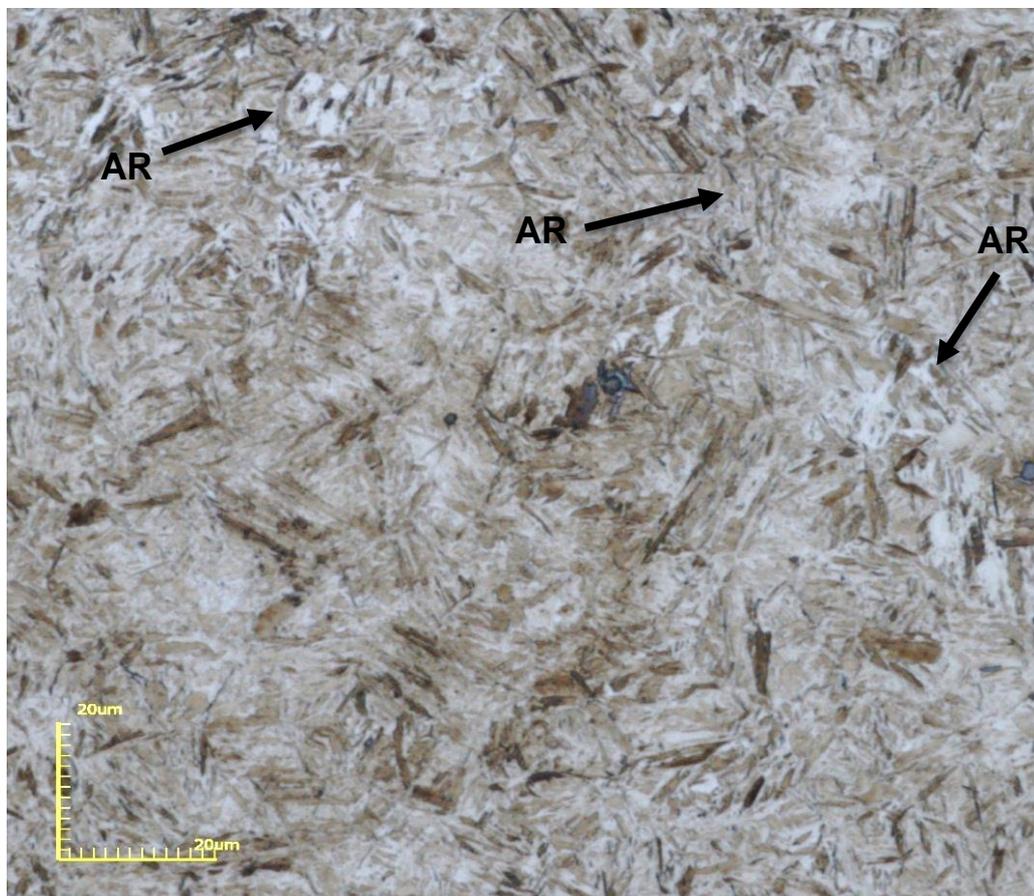


Figura 40 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: temperado (antes do revenido). Matriz martensítica. AR – austenita retida.

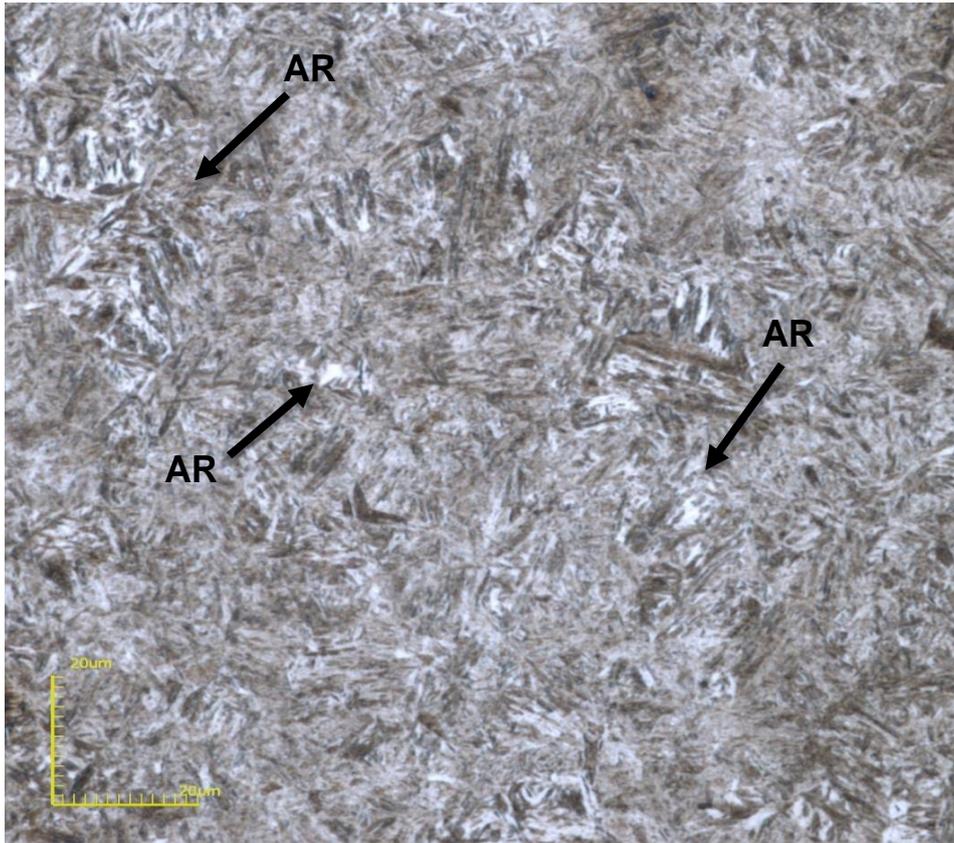


Figura 41 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: temperado e revenido (Convencional). Matriz martensítica. AR – austenita retida.

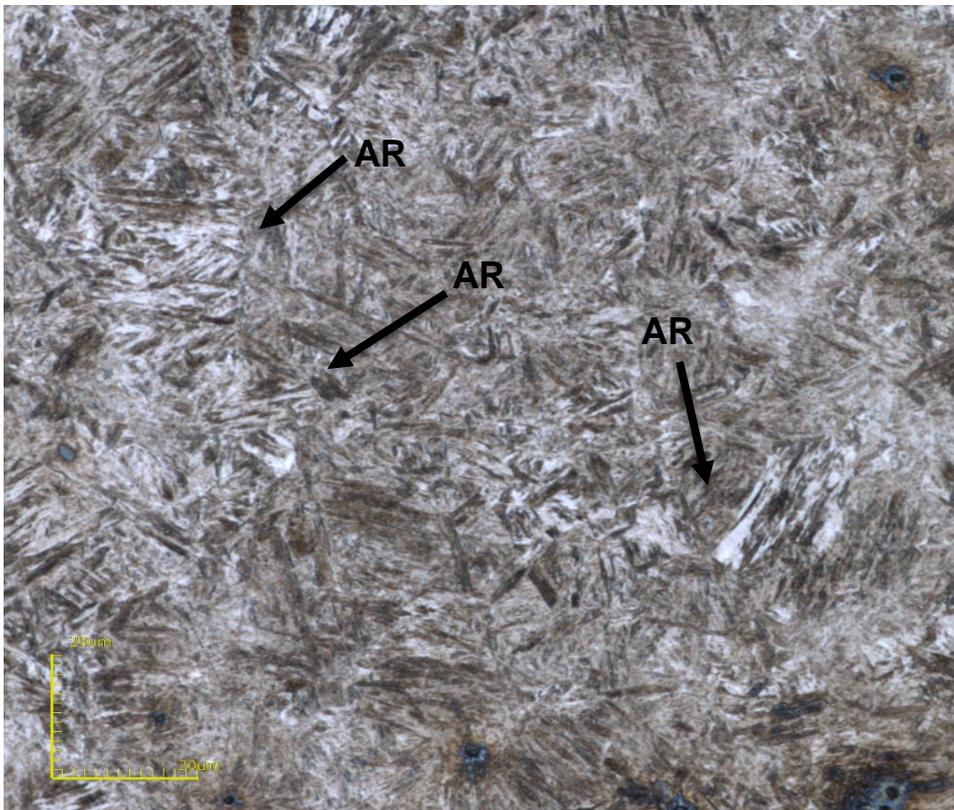


Figura 42 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: Subzero (após revenido). Matriz martensítica. AR – Austenita retida.

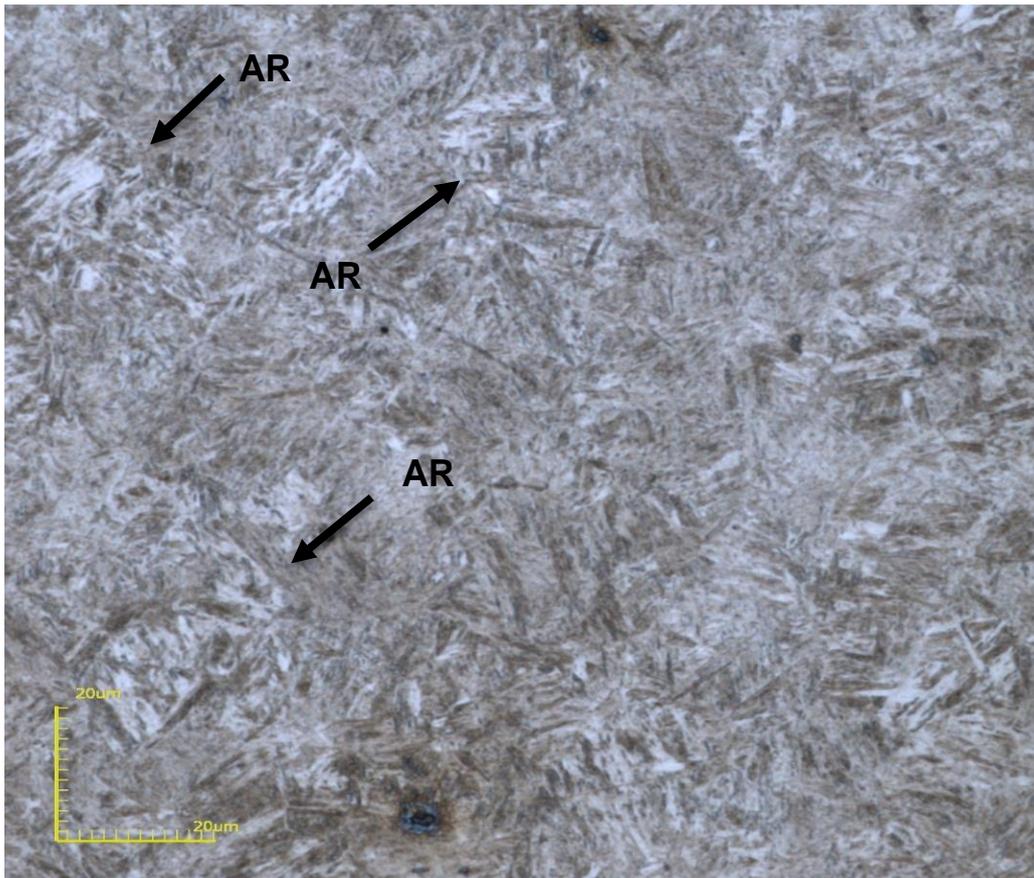


Figura 43 - Micrografia CONFOCAL. Ampliação 2136x. Condição: Criogênico (após revenido). Matriz martensítica. AR – austenita retida.

Assim como na Figura 39, a Figura 44, em aumentos menores, é notório a obtenção de inclusões e poros, na microestrutura do material. Elas podem combinar-se entre si ou com o ferro ou carbono, presentes no material. As inclusões obtidas nessas micrografias com cor de ardósia, em forma globular e um núcleo escuro, em geral, são considerados como sulfuretos de manganês com partícula de óxido. Segundo a literatura, sua presença no aço não é muito nociva (Colpaert, 2000).

Através da análise por EDS (microanálise por energia dispersiva de raios X), discutida no próximo item 4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura,

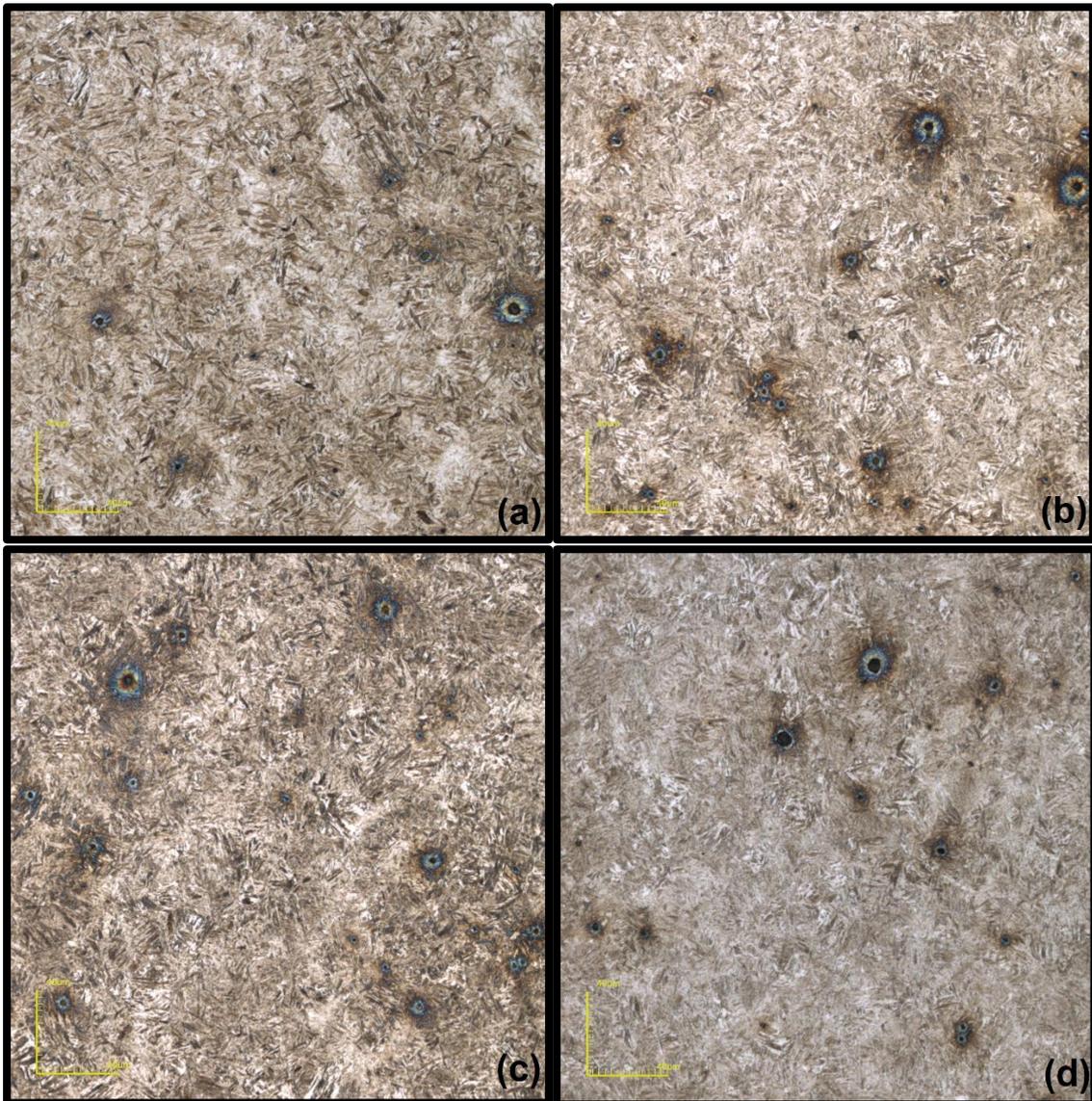


Figura 44 - Micrografias observadas no CONFOCAL em aumento de 1075 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera (antes do revenido); (b) tratamento térmico de têmpera e revenido (Convencional); (c) tratamento subzero (após o revenido); (d) tratamento criogênico (após o revenido).

Nos estudos efetuados das fotomicrografias apresentadas, foi possível identificar a estrutura martensítica, e a presença de sulfuretos de manganês e óxidos, entretanto, não foi possível a confirmação da presença de austenita retida e dos carbonetos ultrafinos. Observou-se que, nas condições de tratamentos com temperatura abaixo de zero, houve um refinamento dos grãos martensíticos, quanto menor for a temperatura aplicada no aço.

Silva (2012) avaliou também o aspecto microestrutural do aço SAE/AISI 4140 tratado criogenicamente com respeito à distribuição de carbonetos e constatou

que na microestrutura da amostra tratada criogenicamente há um maior número de carbonetos de comprimento menor que as amostras apenas resfriadas a -80°C , sendo que estas também apresentam menores carbonetos que as amostras tratadas pelo método convencional. As amostras resfriadas a -80°C apresentaram 47% de carbonetos na faixa de tamanho de 1,28 a 2,56 μm , enquanto que as tratadas criogenicamente apresentaram 54,7% de carbonetos 0 a 1,28 μm .

Para uma melhor observação dos carbonetos ultrafinos, seria indicado o uso da microscopia eletrônica de transmissão (TEM).

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS

Como o aço SAE 4140 apresentou uma microestrutura refinada nas análises do CONFOCAL, percebeu-se a necessidade de uma profundidade de foco maior para que se obtivesse uma imagem adequada para melhor realização das análises metalográficas. Como alternativa foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV), por elétrons secundários.

As Figura 45, Figura 46 e Figura 47 mostram as micrografias obtidas no MEV, com aumentos de 2000x, 4000x e 7000x, da microestrutura do aço SAE 4140, para as condições de tratamentos de têmpera (antes do revenido), convencional (têmpera e revenido), subzero e criogênico após o revenimento.

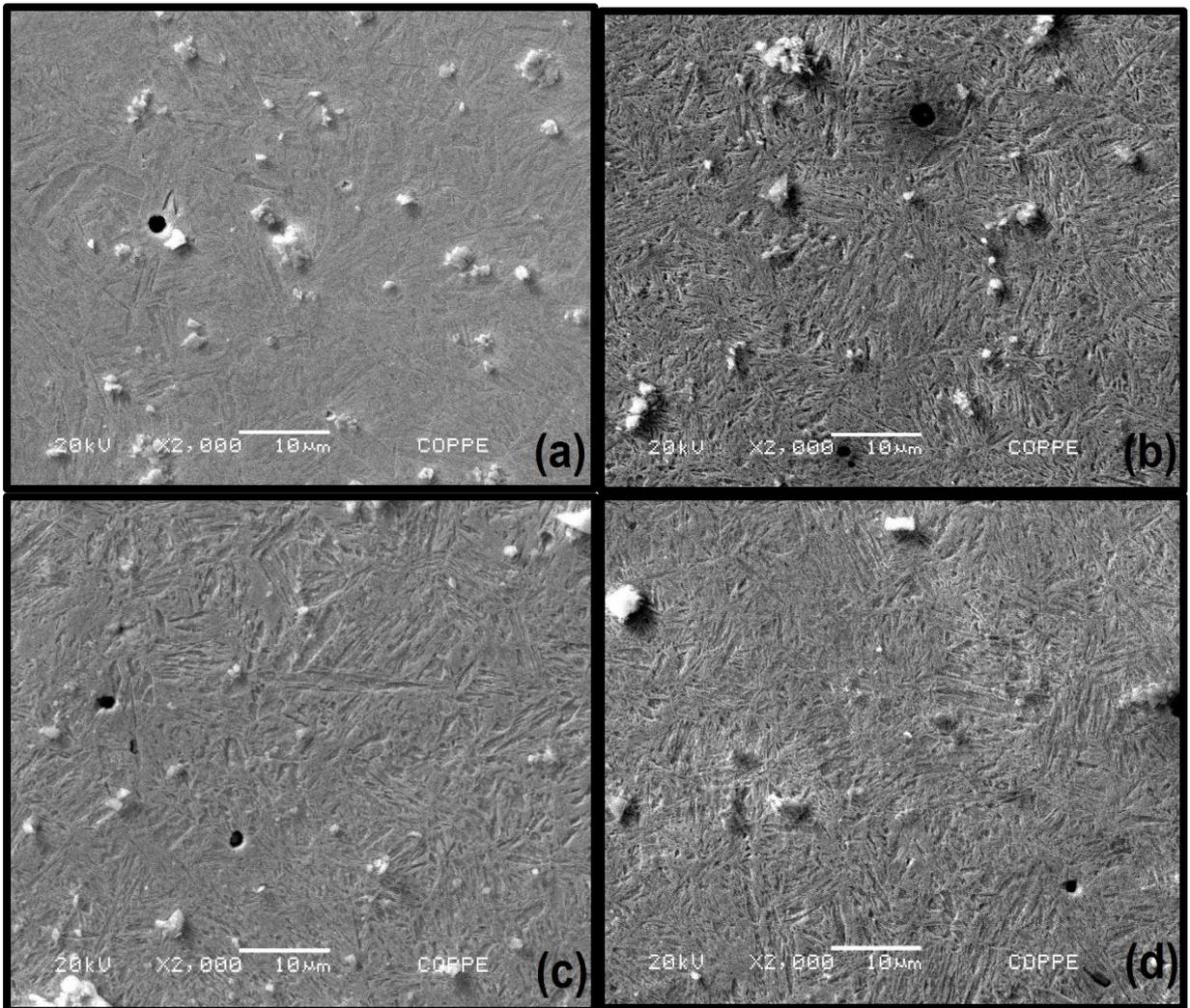


Figura 45 - Micrografia observada em MEV em aumento de 2000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido.

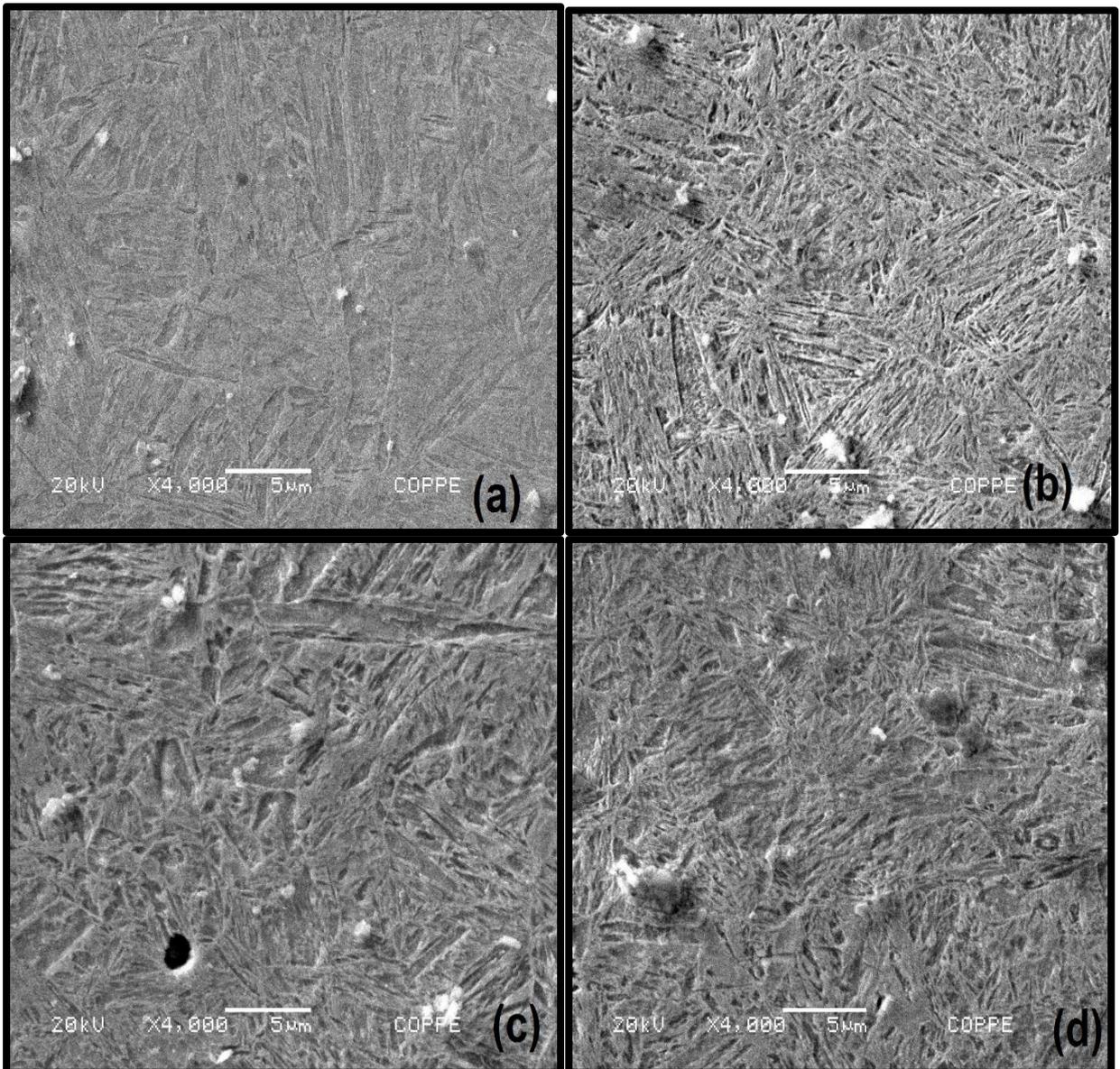


Figura 46 - Micrografia observada em MEV em aumento de 4000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido.

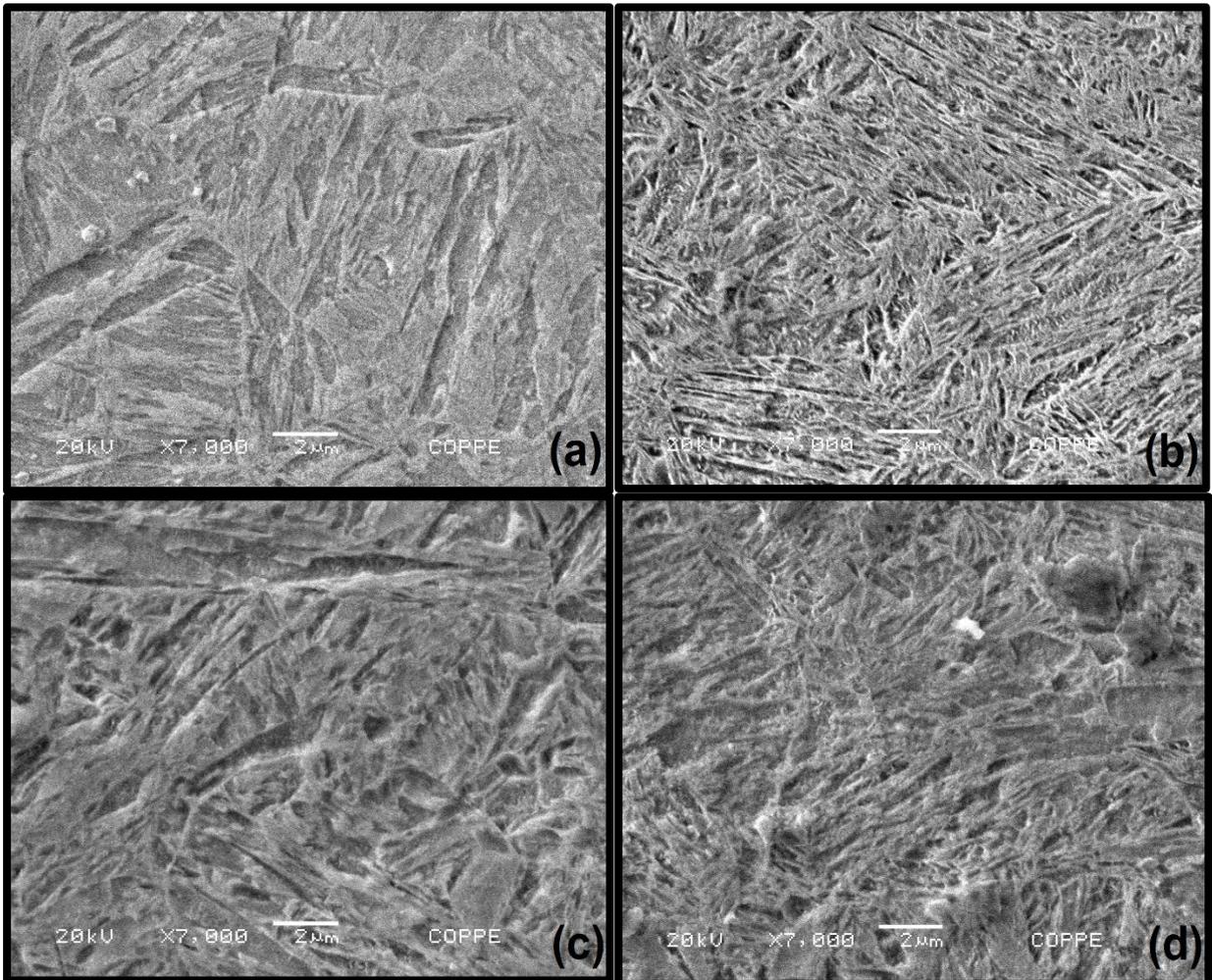


Figura 47 - Micrografia observada em MEV em aumento de 7000 vezes. Matriz martensítica: (a) tratamento térmico de têmpera; (b) têmpera + revenimento; (c) subzero revenido; (d) criogênico revenido.

Uma comparação entre as fotomicrografias obtidas das amostras nas condições dos tratamentos térmicos aplicados (têmpera, convencional, subzero e criogênico) permite afirmar que, através de uma percepção visual, a microestrutura de martensita é evidente em todos os tratamentos, devido ao tratamento de têmpera.

Embora não seja possível quantificar nem as ripas de martensita (espessura e comprimento), nem seus blocos e pacotes, parâmetros importantes na influência das propriedades mecânicas do material, é possível observar que os grãos da estrutura apresentam diferenças no tamanho e na distribuição das agulhas para os diferentes tratamentos.

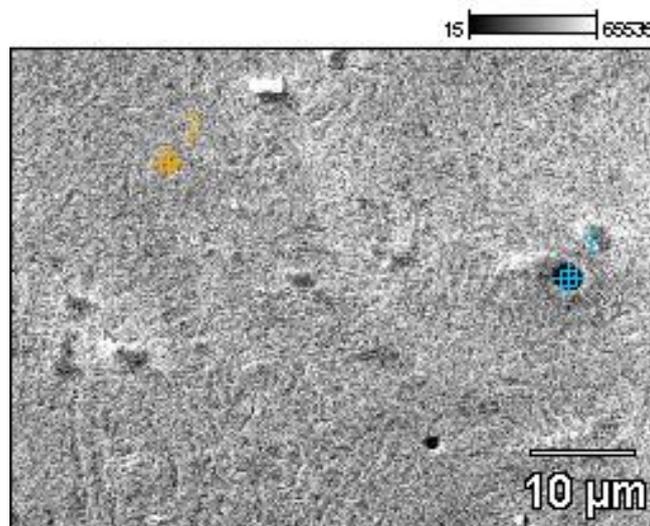
Para todas as amostras, que sofreram o tratamento de revenimento (b, c e d), foi obtido um maior refinamento das ripas martensíticas. E ainda, foi

percebido que, entre os tratamentos subzero e criogênico, o tratamento criogênico demonstrou um maior refinamento da estrutura martensítica.

As análises de EDS (microanálise por energia dispersiva de raios X) foram realizadas nas amostras de cada tratamento térmico aplicado ao aço, focando tanto da matriz quanto das precipitações (inclusões e poros) aparentes nas micrografias obtidas por MEV, Figura 48. A Figura 49 e 49 apresentam os resultados destas análises. Foi possível determinar quais os elementos químicos estão presentes no local e assim identificar essas e outras inclusões na microestrutura do material.

A análise qualitativa de EDS mostra que a matriz do aço em todos os tratamentos submetidos, em geral, não difere em sua composição química. Entretanto, na amostra submetida ao tratamento convencional (EDS-b), percebe-se que não houve apresentação de dois picos de cromo, como nas análises dos outros tratamentos. O pico não presente nesta amostra, sugere que o Cr foi mais solubilizado na matriz quando aplicado o tratamento convencional no aço.

Os picos do manganês (Mn), alumínio (Al), silício (Si) e enxofre (S), dentre outros elementos foram identificados no precipitado, Figura 50, o que sugere a substituição de átomos de ferro por estes átomos, formando as inclusões e precipitações. Como já foi mencionado, a presença desses elementos na estrutura, não é muito nociva ao aço.



**Figura 48 - Pontos estudados da análise de EDS na micrografia obtida por MEV.
Ponto 1: inclusões e precipitações; Ponto 2: matriz.**

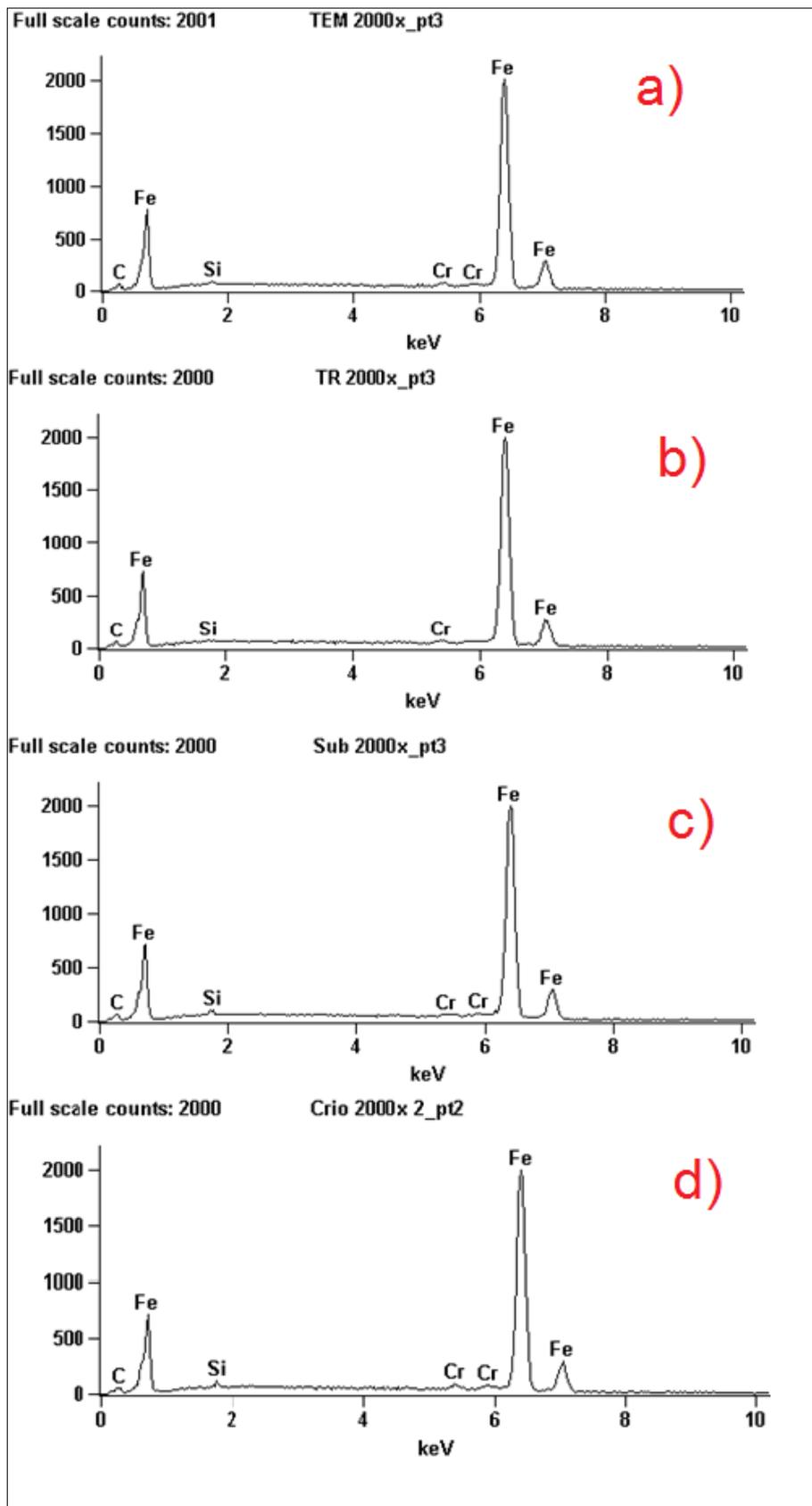


Figura 49 - Análise de EDS da matriz martensítica das amostras: a) temperado (antes do revenido); b) temperado e revenido; c) subzero (após o revenido); d) criogênico (após o revenido).

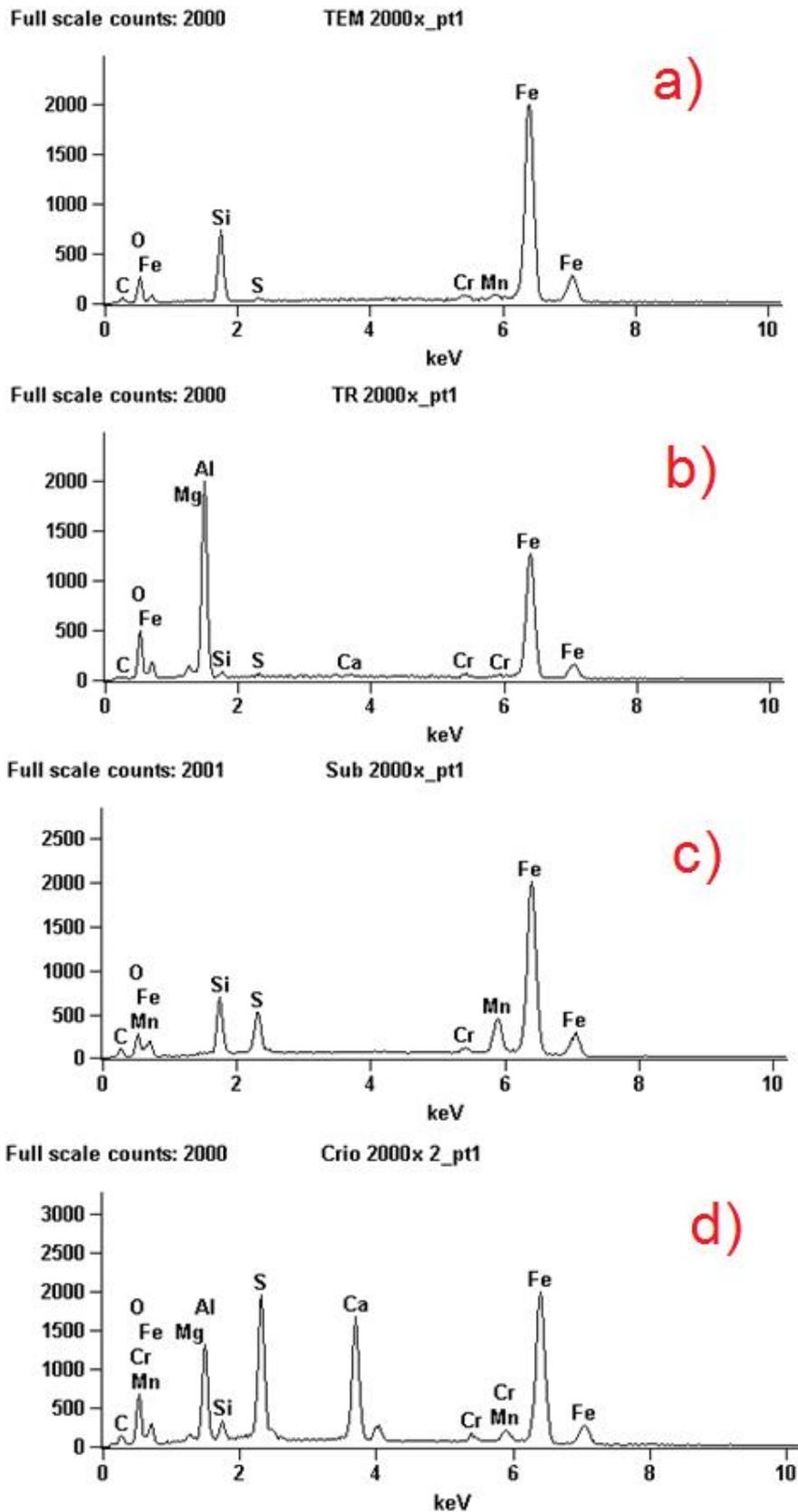


Figura 50 - Análise de EDS das inclusões nas amostras: a) temperado (antes do revenido); b) temperado e revenido; c) subzero (após o revenido); d) criogênico (após o revenido).

4.3 Propriedades Mecânicas

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

Os ensaios de tração foram feitos objetivando a obtenção de dados que possibilitassem analisar a influência dos tratamentos térmicos sobre o comportamento do aço SAE 4140 quando submetido ao esforço de tração. O procedimento para a realização dos ensaios de tração foi realizado como especificado no item 3.2.6 Ensaio de Tração, seguindo a norma ASTM E8-00M.

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 14.

Tabela 14 - Dimensões de trabalho dos corpos de prova testados

| Tratamento Térmico | Identificação | Média $d_{inicial}$ (mm) | L_0 (mm) |
|--------------------|---------------|--------------------------|------------|
| Convencional | CP #0 | 5.44 | 28.32 |
| | CP #1 | 5.60 | 28.69 |
| | CP #11 | 5.58 | 28.04 |
| | CP #19 | 5.54 | 26.71 |
| | CP #31 | 5.50 | 27.47 |
| Subzero | CP #3 | 5.55 | 27.06 |
| | CP #6 | 5.53 | 27.22 |
| | CP #7 | 5.56 | 26.76 |
| | CP #8 | 5.52 | 26.14 |
| | CP #9 | 5.55 | 26.67 |
| Criogênico | CP #10 | 5.52 | 27.52 |
| | CP #13 | 5.49 | 28.84 |
| | CP #16 | 5.47 | 27.94 |
| | CP #17 | 5.56 | 27.54 |
| | CP #18 | 5.52 | 26.76 |

Os CP's #31 (tratamento convencional) e #13 (tratamento criogênico) foram descartados de todos os resultados em relação às propriedades mecânicas, pois, os valores obtidos através dos gráficos destoaram muito dos outros CP's, indicando alguma anomalia durante o experimento.

. As deformações foram registradas diretamente, durante os testes de tração. Para a obtenção da deformação convencional, das curvas Tensão Convencional x Deformação Convencional, foi necessário a utilização das expressão (2) mencionada no item 3.2.6 Ensaio de Tração em materiais e métodos. A tensão convencional se deu pela divisão do carregamento pela área inicial (A_0). Estas curvas estão representadas nos gráficos a seguir (Figura 51, Figura 52 e Figura 53), para os tratamentos que estão em estudo.

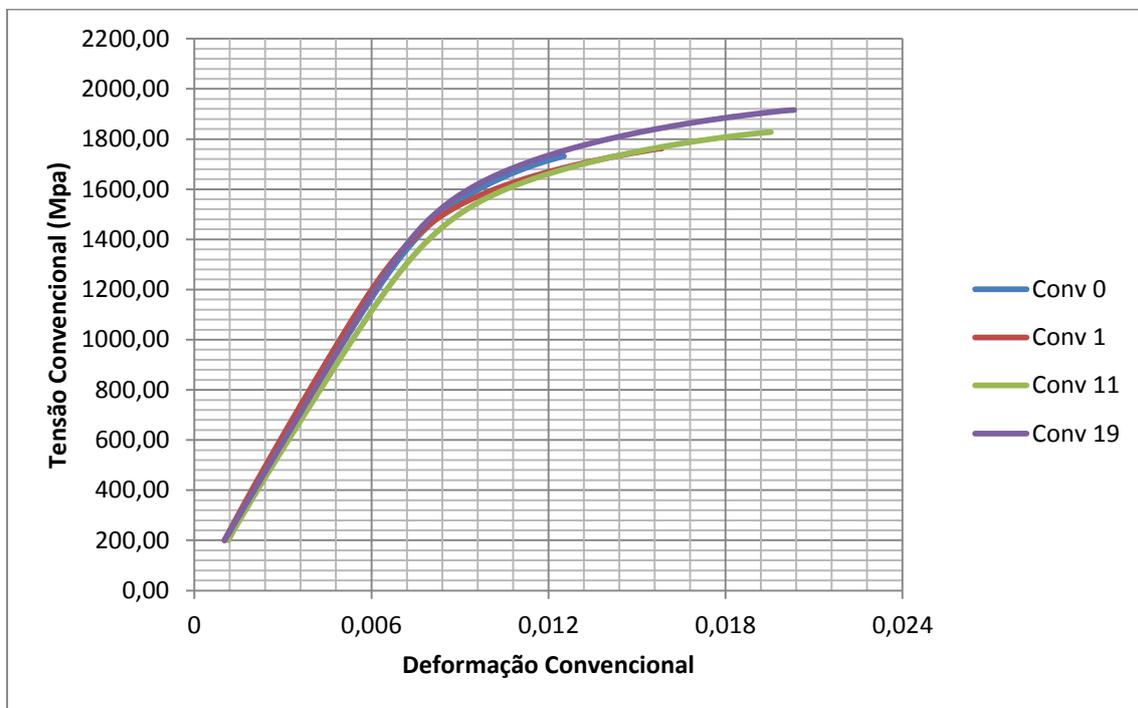


Figura 51 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento convencional.

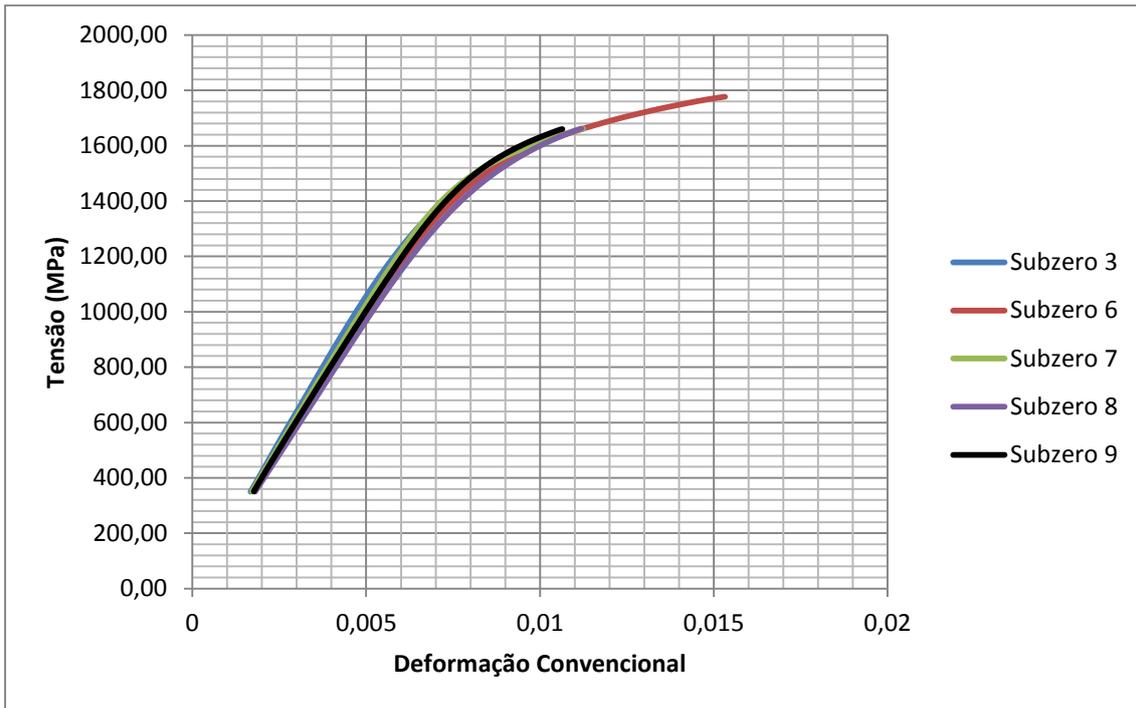


Figura 52 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento subzero.

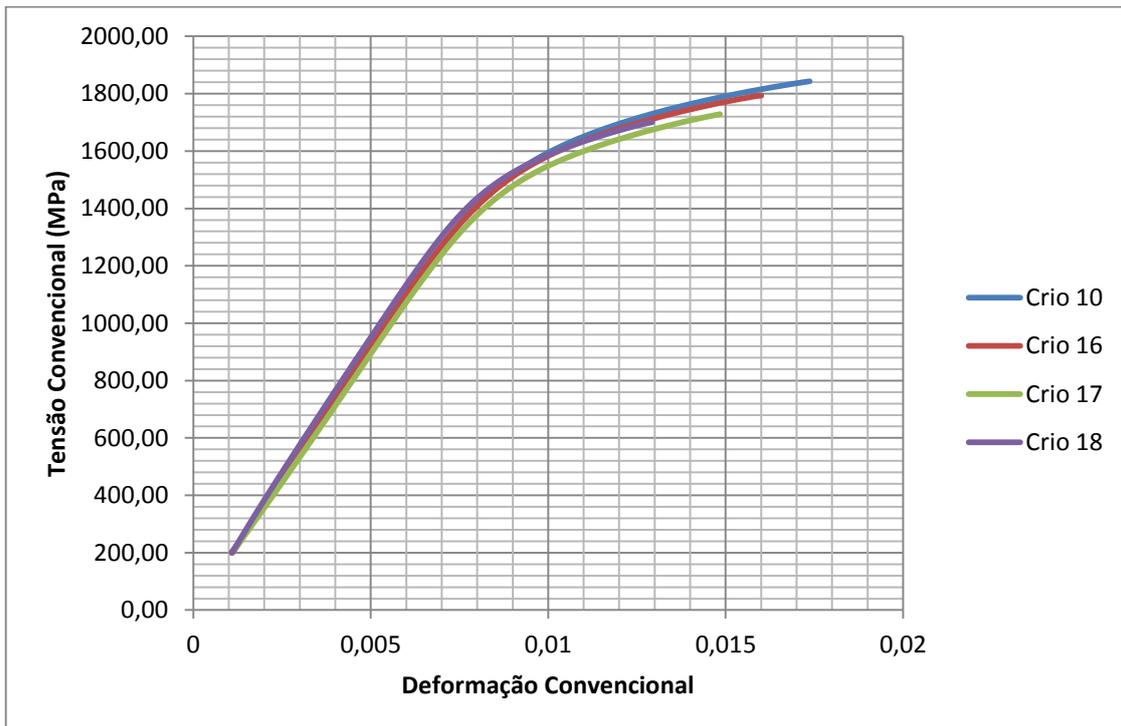


Figura 53 - Curvas Tensão Convencional x Deformação convencional - tratamento criogênico.

Observou-se que as curvas mantêm as características típicas de metais dúcteis, apresentando uma região linear e elástica no início do ensaio, seguida

de um escoamento, a partir da onde o comportamento do material passa a ser não linear, com deformações irreversíveis. A partir destes gráficos, foi possível a obtenção das propriedades descritas a seguir.

4.3.2 Módulo de Elasticidade

O Módulo de Elasticidade (E), ou *Módulo de Young*, obtido pela inclinação da parte linear das curvas de carregamento está relacionado na Figura 54. Esse módulo pode ser considerado como rigidez, ou uma resistência do material à deformação elástica (Callister, 2013).

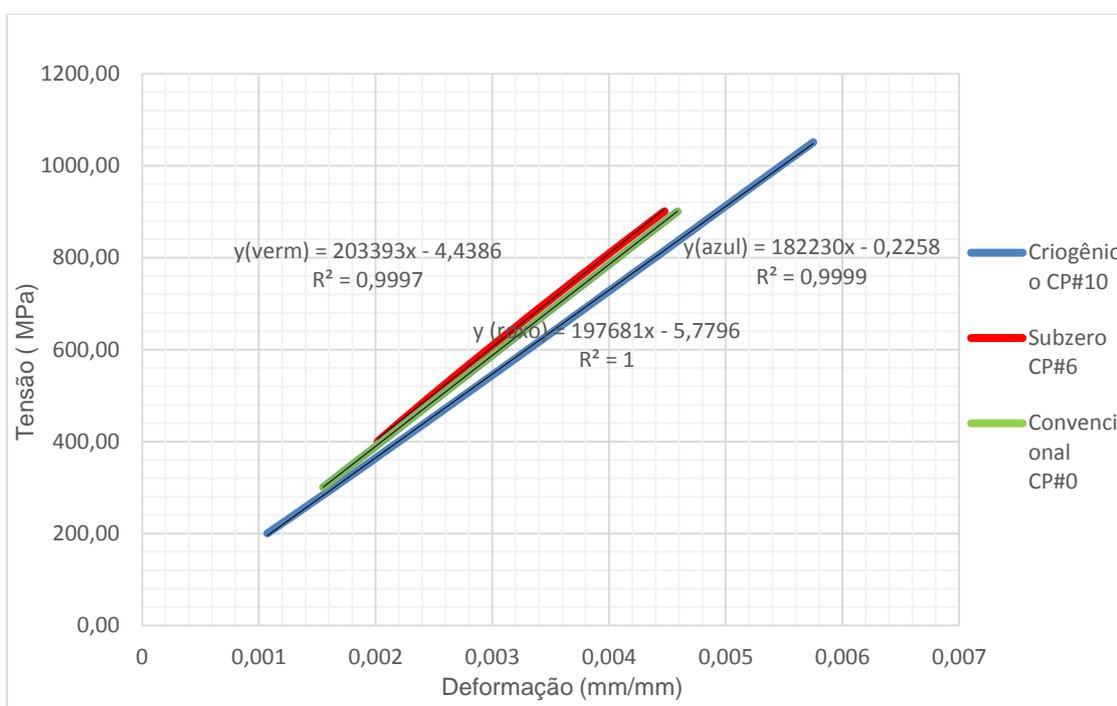


Figura 54 - Gráfico módulo de elasticidade comparado entre os tratamentos propostos

Na Tabela 15 a seguir, assim como na Figura 54, pode-se verificar que, os valores médios obtidos dos tratamentos térmicos convencionais e subzero, não houve variação significativa entre esses dados. Entretanto, para o tratamento criogênico houve uma redução do módulo de elasticidade, perante os outros tratamentos. Isto significa que o material quando submetido ao tratamento

criogênico, tornou-se menos rígido, obtendo uma maior deformação elástica para um mesmo nível de tensão no material estudado.

Tabela 15 - Valores obtidos para o módulo de elasticidade

| Tratamentos Térmicos | Identificação das amostras | Módulo de Elasticidade - E (GPa) | Média E (GPa) |
|------------------------------|-----------------------------------|---|----------------------|
| Convencional (Lote 1) | CP #0 | 197 | 197 |
| | CP #1 | 202 | |
| | CP #11 | 185 | |
| | CP #19 | 196 | |
| Subzero (Lote 2) | CP #3 | 212 | 200 |
| | CP #6 | 200 | |
| | CP #7 | 203 | |
| | CP #8 | 193 | |
| | CP #9 | 200 | |
| Criogênico (Lote 3) | CP #10 | 183 | 184 |
| | CP #16 | 184 | |
| | CP #17 | 177 | |
| | CP #18 | 190 | |

6.3.3 Limite de Escoamento

A tensão de escoamento (σ_{esc}) é determinada pelo ponto de interseção entre a curva de tensão x deformação, traçada uma reta paralela à sua porção linear e que dista 0,002 ou 0,2% da origem do eixo das deformações. A Tabela 16 - Limite de Escoamento para cada tratamento térmico, no aço SAE 4140 a seguir, relata os valores médios do limite de escoamento para cada um dos tratamentos térmicos.

A importância do limite de escoamento para um metal é a medida de sua resistência à deformação plástica. Portanto, pode-se observar pela Tabela 16, e nos gráficos de tensão x deformação, que o tratamento criogênico proporcionou um pequeno aumento da resistência à deformação plástica do material em questão, o aço SAE 4140. Entretanto, esses valores não tiveram diferença

significativa para este aço, contradizendo os resultados encontrados por Silva, 2012, que encontrou uma diferença significativa entre os tratamentos de criogenia e o tratamento convencional.

Tabela 16 - Limite de escoamento para cada tratamento térmico, no aço SAE 4140

| Tratamentos Térmicos | Identificação das amostras | Limite de Escoamento - σ_{esc} (MPa) | Média σ_{esc} (MPa) |
|------------------------------|----------------------------|---|----------------------------|
| Convencional (Lote 1) | CP #0 | 1640 | 1620 |
| | CP #1 | 1590 | |
| | CP #11 | 1600 | |
| | CP #19 | 1700 | |
| Subzero (Lote 2) | CP #3 | 1580 | 1610 |
| | CP #6 | 1610 | |
| | CP #7 | 1610 | |
| | CP #8 | 1610 | |
| | CP #9 | 1640 | |
| Criogênico (Lote 3) | CP #10 | 1660 | 1630 |
| | CP #16 | 1640 | |
| | CP #17 | 1620 | |
| | CP #18 | 1600 | |

O limite de escoamento é o mais usado nos projetos do que o limite de resistência ($\sigma_{máx}$), para os metais dúcteis. Entretanto, o limite de resistência serve para especificar o material, assim como uma análise química identifica o material. Por ser facilmente calculado, além de ser uma propriedade bem determinante, o limite de resistência também é sempre especificado junto com as outras propriedades mecânicas dos metais e ligas (Dieter, 1988).

4.3.4 Limite de Resistência à Tração e Limite de Ruptura

A partir dos valores das cargas máximas, pôde-se calcular as tensões máximas (σ_{max} = limite de resistência à tração). A tensão máxima ($\sigma_{máx}$) ocorre quando a carga atinge o ponto máximo de carregamento, que por sua vez, é imediatamente anterior ao início da estricção e, portanto da queda da carga,

caracterizada por uma rápida redução local da seção de fratura. A tensão de ruptura por sua vez, é a última tensão suportada pelo material antes da fratura.

Percebe-se através da Tabela 17, que a média do limite de resistência permaneceu praticamente inalterado entre os tratamentos subzero e criogênico, entretanto, para o tratamento convencional, a média foi maior em relação aos outros tratamentos, assim como na literatura. Segundo, Senthilkumar e colaboradores (2011), foi relatado que os tratamentos criogênico e subzero, em suas análises, tiveram uma pequena diminuição da resistência (σ_{\max}) quando comparados ao convencional. Esta redução na tensão se deve a uma menor porcentagem da austenita retida presente na amostra, conforme esperado para este trabalho.

Tabela 17 - Média da Tensão Máxima e Tensão de Ruptura medidas nos corpos de prova

| Propriedades | Tratamento Convencional | Tratamento Subzero | Tratamento Criogênico |
|---|--------------------------------|---------------------------|------------------------------|
| Média σ_{\max} | 1795 | 1660 | 1774 |
| Média σ_{rup} | 1795 | 1660 | 1774 |

Outro pesquisador, como Easterling, 1983 apud Ordóñez afirma que, fases formadas pela baixa temperatura de transformação, como exemplo, a martensita, contém uma alta densidade de deslocamentos, o que gera uma alta dureza e resistência nos metais. Contudo, a variação dos valores do limite de resistência obtidos entre os tratamentos aplicados, não foi tão significativa, o tratamento convencional é apenas 7,5% mais resistente.

Para o valor do limite de ruptura, os dados obtidos mostraram-se o mesmo que o do limite de resistência, Tabela 17 - Média da Tensão Máxima e Tensão de Ruptura medidas nos corpos de prova.

O limite de ruptura tem relação com a plasticidade do material, pois quanto maior a ductilidade do material, maior seria a deformação e o alongamento antes da ruptura, provocando a chamada estrição. O que não aconteceu para este aço, sendo possível identificar nos gráficos de Força x Deslocamento para cada tratamento, nas Figura 55, Figura 56, Figura 57, que a ruptura do material ocorre no mesmo ponto que a tensão máxima ocorre, demonstrando que, apesar da

natureza do material ser considerada dúctil, o material apresentou pouca deformação plástica.

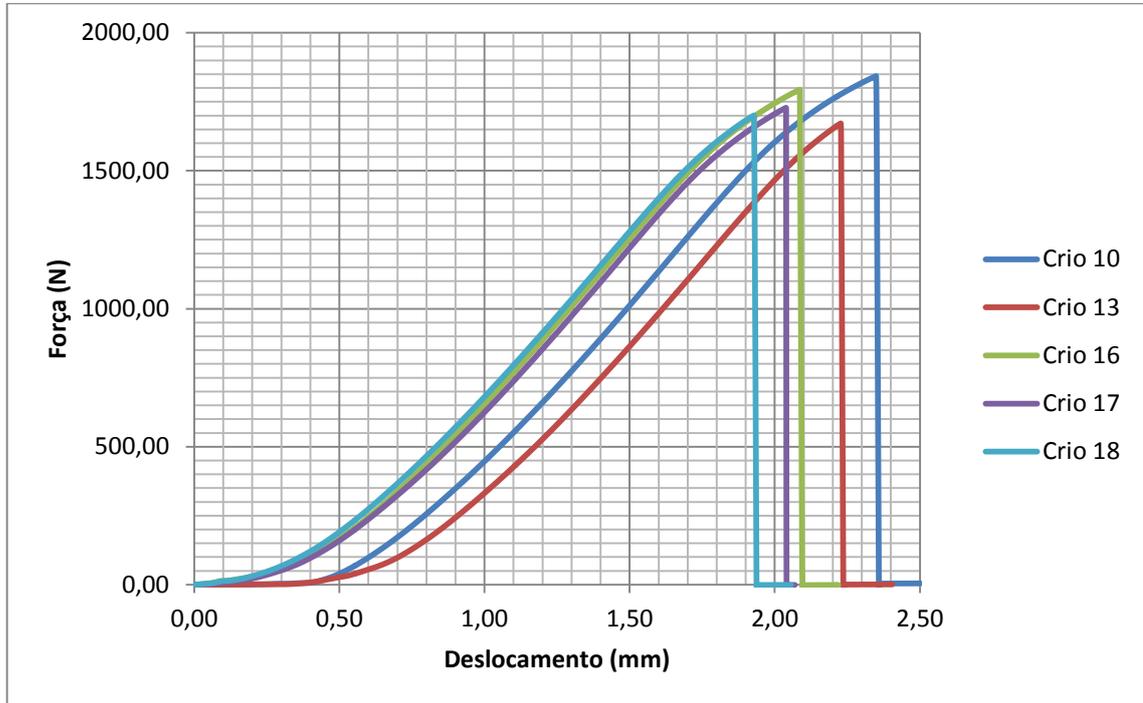


Figura 55 - Gráfico Força x Deslocamento - tratamento criogênico.

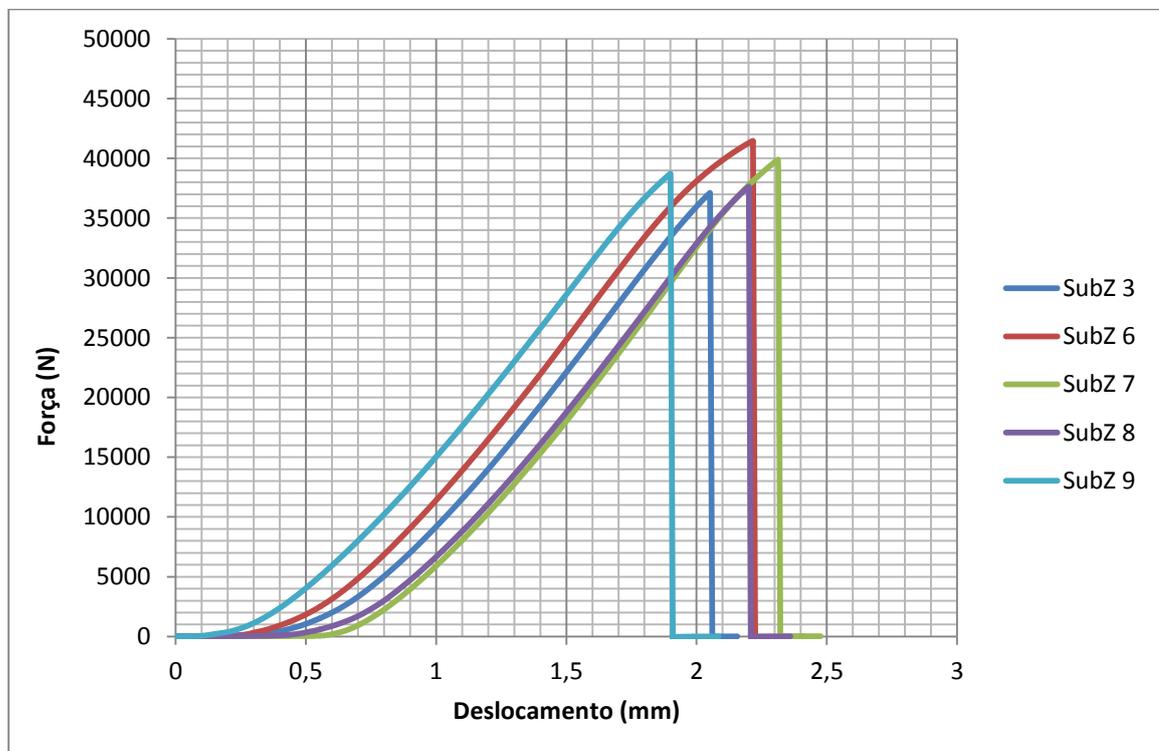


Figura 56 - Gráfico Força X Deslocamento - tratamento subzero.

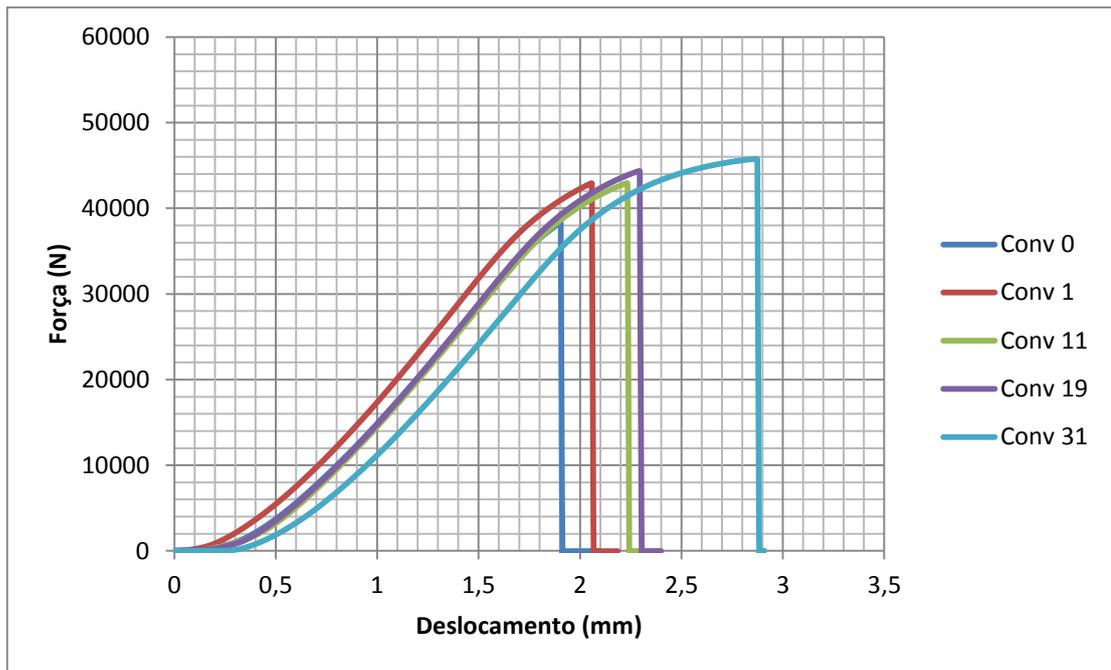


Figura 57 - Gráfico Força x Deslocamento - tratamento convencional.

4.3.5 Elongamento dos corpos de prova (EL%) e Redução de área (RA%)

O cálculo do alongamento dos corpos de prova (CP's) considera a distância inicial entre dois pontos marcados no corpo de prova, antes do ensaio, e a medição da distância final desses pontos após a ruptura do CP (Souza, 1995). Para a redução de área é considerada a diferença entre a área da seção transversal original de um corpo de prova e a área de sua menor seção transversal após o teste.

Utilizando as equações (3) e (4) descritas no item 3.2.6 Ensaio de Tração, foi possível estabelecer o alongamento relativo e redução de área do aço 4140, para todos os tratamentos a que foi submetido, dispostos na Tabela 18 - Elongamento e Redução de Área Relativos.

Tabela 18 - Elongamento e Redução de Área Relativos

| Tratamentos Térmicos | Médias | |
|----------------------|-------------------|-----------------------|
| | Elongamento (EL%) | Redução de Área (RA%) |
| Convencional | 1,9 | 1,5 |
| Subzero | 1,5 | 0,9 |
| Criogênico | 2,7 | 0,4 |

A ductilidade pode ser expressa quantitativamente tanto como um alongamento percentual quanto como uma redução percentual na área. A redução de área para os corpos de prova tratados termicamente, está de acordo com a literatura, que confirma a perda de ductilidade quanto menor o valor encontrado, sendo coerente com a redução nos valores de deformação e menor estricção (Ballesteros *et al.*, 2010), valores estes, observados no item 4.3.4 Limite de Resistência à Tração e Limite de Ruptura.

Partindo-se da hipótese que a maior redução de área representa uma maior ductilidade, caso não houvesse alteração nas propriedades dos materiais, com os tratamentos térmicos propostos, logicamente, a maior redução de área (RA%) corresponderia ao maior alongamento (EL%). Como não se verificou esses resultados (Figura 58), isso pode ser tomado como mais um indício de que os tratamentos propostos alteraram as propriedades desse aço após a têmpera e antes do revenimento.

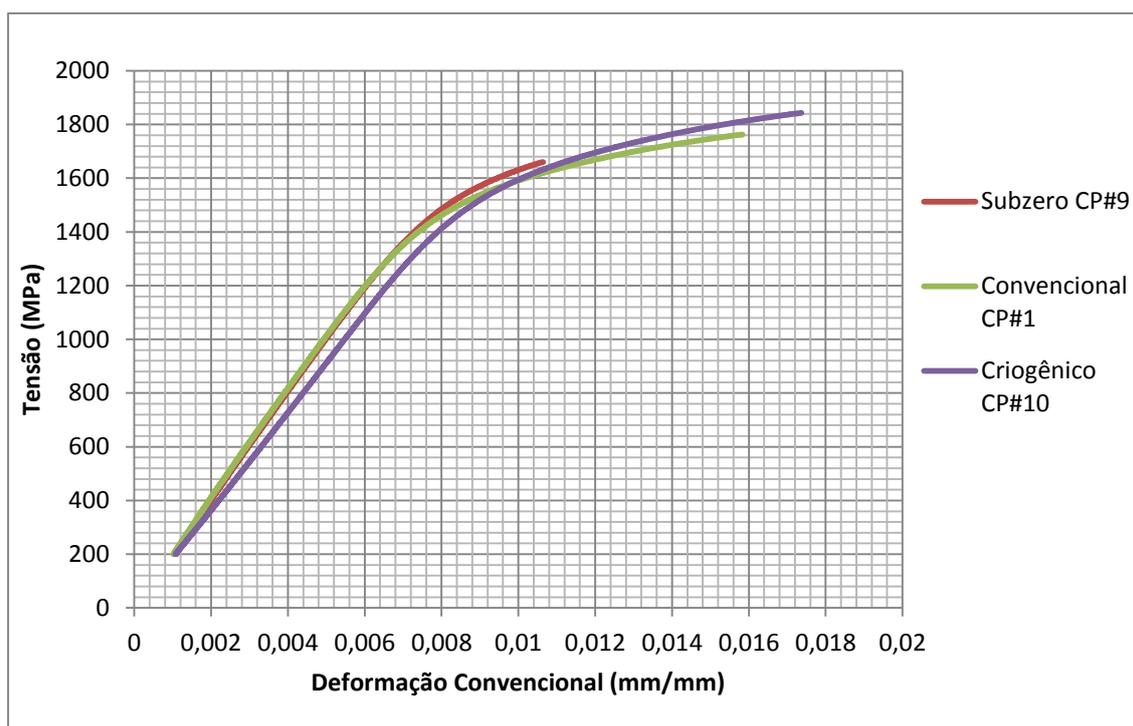


Figura 58 - Gráfico Tensão x Deformação comparativo das curvas de alguns corpos de prova que representam os típicos resultados obtidos para cada tratamento térmico proposto.

4.3.6 Módulo de Resiliência e Módulo de Tenacidade

Resiliência é a capacidade de um material absorver energia quando deformado elasticamente e liberá-la quando descarregado. A quantificação do módulo de resiliência (U_r), é dada pela área sob a curva tensão x deformação calculada da origem até o limite de proporcionalidade (Garcia *et al.*, 2000).

A tenacidade corresponde à capacidade que o material apresenta de absorver energia até a fratura. Uma maneira de se avaliar o módulo de tenacidade (U_t) consiste em considerar a área total sob a curva de tensão – deformação (Garcia *et al.*, 2000). A Tabela 19 a seguir, dispõe os valores médio para o módulo de resiliência e o módulo de tenacidade.

De acordo com os valores médios do módulo de tenacidade exibidos na Tabela 19, assim como as áreas abaixo das curvas da Figura 58, oferecem uma estimativa da tenacidade dos materiais, pois está relacionada à resistência a fratura do corpo de prova. Logo, a partir do material que possuir maior área abaixo da curva, além da sua média ser considerada maior entre todas, pode-se observar que o aço SAE 4140 submetido ao tratamento criogênico, foi o material que obteve maior tenacidade (resistência) a fratura, conforme demonstrado na Figura 58 e na Tabela 19. Assim, como no módulo de resiliência, que apesar de não ter uma variação significativa, o material submetido ao tratamento criogênico, foi o que obteve maior média entre os tratamentos aplicados.

Tabela 19 - Média dos valores do módulo de resiliência e módulo de tenacidade.

| Tratamentos Térmicos | Médias | |
|-------------------------|---|--|
| | Módulo de resiliência – U_r (mm/mm ³) | Módulo de tenacidade – U_t (N.m/m ³) |
| Convencional | 3,7 | 21,5 |
| Subzero | 3,1 | 12,8 |
| Criogênico | 3,8 | 22,5 |

Observou-se também, na Tabela 19, que a tenacidade foi bastante reduzida no tratamento subzero. Segundo Collins e Dormer (1997), essa redução ocorre na faixa de transformação da austenita em martensita (-20°C à -80°C), Esse

comportamento inverso ao da dureza também pode ser explicado pela transformação da austenita retida, afinal a tenacidade tende a diminuir com a diminuição da presença da fase austenita que é dúctil e tenaz.

No entanto, a tenacidade do aço aumentou, em temperaturas abaixo de -80°C (tratamento criogênico), como demonstrado na Tabela 19. Ainda segundo Collins e Dormer (1997), este é um ponto positivo, que se deve às mudanças microestruturais que ocorrem na martensita, resultando na precipitação de carbonetos, ficando a microestrutura martensítica mais estável e homogênea devido a difusão dos átomos de carbono de seu reticulado, visto que toda a austenita já fora eliminada, nas temperaturas próximas do resfriamento sub-zero.

A precipitação de carbonetos altera o campo de tensões e a direção das microtrincas, retardando o desenvolvimento delas. Ou seja, a formação preferencial de carbonetos ultrafinos ao invés de filmes de cementita, nas amostras tratadas com criogenia, ajuda a explicar o aumento da tenacidade à fratura (Yun *et al.*, 1998; Huang *et al.*, 2003).

Todas as propriedades de todos os corpos de prova submetidos aos tratamentos propostos, estão dispostos em tabelas no anexo VIII.

4.4 Dureza

Os valores do ensaio dureza Rockwell C estão apresentados na Tabela 1. Para cada tratamento térmico estudado, foram realizadas medidas de dureza com média de três medidas, com tolerância igual a $\pm 1,5$ HRC.

Observa-se que, praticamente, não houve variação significativa na dureza das amostras. A diferença entre as durezas obtidas se aproxima do intervalo de erro do equipamento. Dessa maneira, pode-se tomar que os tratamentos térmicos não influenciaram nesta propriedade mecânica do material.

Segundo Senthilkumar e colaboradores (2010), o aumento da dureza em tratamentos criogênicos está relacionado à transformação da austenita retida em martensita. Essa situação foi esperada na literatura, entretanto, houve apenas uma pequena variação na dureza, que ocorreu no aço SAE 4140, após a têmpera, demonstrando que tinha uma pequena quantidade de austenita retida.

Tabela 20 - Valores da medição de dureza para os tratamentos aplicados.

| Dureza – | | | | |
|----------------------------|----------------|---------------------|----------------|-------------------|
| Rockwell C | Têmpera | Convencional | Subzero | Criogênico |
| Medição A (HRC) | 63 | 59 | 59 | 62 |
| Medição B (HRC) | 62 | 61 | 61 | 62 |
| Medição C (HRC) | 63 | 61 | 61 | 63 |
| <i>Média (HRC)</i> | 63 | 60 | 60 | 62 |

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

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e das análises realizadas, neste trabalho podemos afirmar que:

- Todos os tratamentos térmicos aplicados no aço SAE 4140, permitiram a obtenção de uma estrutura com coexistência da fase martensita.
- Não foi evidenciado no tratamento criogênico, a transformação de austenita retida e a precipitação de finos carbonetos em martensita. Provavelmente, a estabilização da austenita retida dificultou esta transformação.
- O tratamento criogênico não apresentou uma grande variação na maioria das propriedades mecânicas analisadas, ao se comparar com outros tratamentos térmicos aplicados ao aço SAE 4140, neste trabalho.
- De acordo com as propriedades mecânicas, os pontos positivos, obtidos através do tratamento criogênico, se deu em relação à ductilidade do material, com um aumento significativo de 42% e um pequeno aumento de 4,7% da tenacidade do material, indicando que o material se tornou mais dúctil e tenaz em relação aos outros tratamentos térmicos.

Com relação a caracterização estrutural e morfológica, podemos concluir:

- A dificuldade de quantificar a austenita retida por difratometria de raios X está relacionada a pequena quantidade de austenita retida presente no material, além da sua localização entre as ripas de martensita, segundo Durnin e Ridal (1998).
- A microscopia de varredura a laser (CONFOCAL), permitiu a identificação da principal fase, martensita. Entretanto, devido ao ataque com o reagente nital, não foi possível a identificação da austenita retida.
- A microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microanálise de dispersão de raios X (EDS), permitiu a identificação da estrutura martensítica, com refinamento das ripas martensíticas, quando variava o tratamento térmico aplicado nas amostras, e a identificação de inclusões de óxidos e sulfetos.

Com relação aos resultados dos ensaios mecânicos, podemos concluir que:

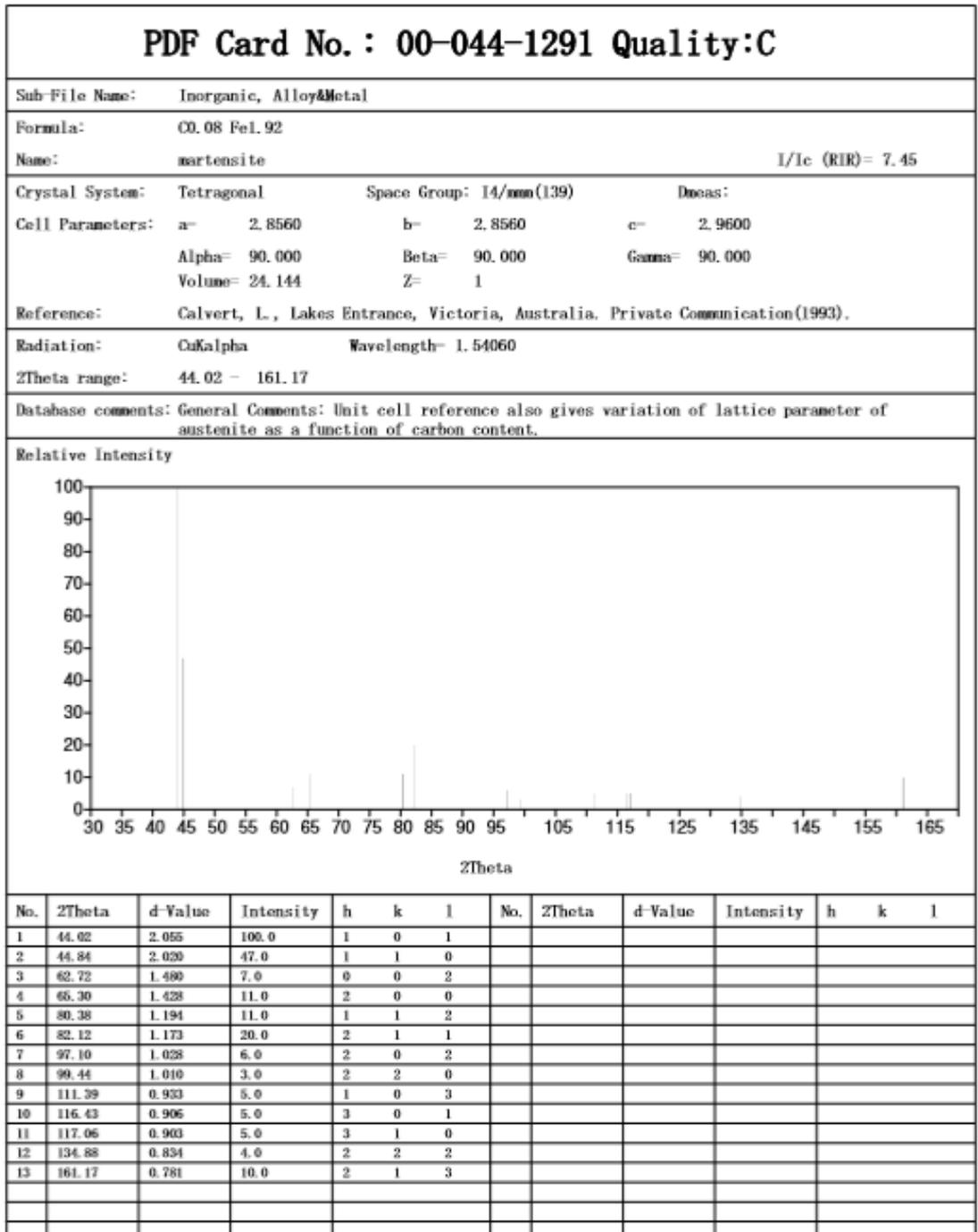
- A tensão de escoamento (σ_{esc}) aumentou em 0,61% para o tratamento criogênico e teve uma queda de 0,61% para o tratamento subzero, quando estes valores são comparados ao obtido pelo tratamento convencional (têmpera + revenimento).
- Para tensão máxima ($\sigma_{máx}$), houve uma queda nos valores de 1,2% e 7,5% para o tratamento criogênico e subzero em relação ao convencional, respectivamente.
- O Módulo de Elasticidade (E) foi afetado em uma queda de 6,4% para o tratamento criogênico e um aumento de 1,8% para o subzero.
- O Elongamento Relativo teve um aumento significativo de 42% para o tratamento criogênico e uma queda de 21% para o subzero.
- A Redução de Área Relativa teve uma queda significativa para os dois tratamentos em questão, em relação ao convencional, de 72% para o criogênico e de 38% para o subzero.
- O Módulo de Resiliência teve um aumento de 3,8% para o criogênico e uma queda de 14,2% para o subzero.
- A tenacidade do material teve um aumento de 4,7% para o tratamento criogênico e uma queda de 40% para o subzero.
- A dureza (HRC), obtida das amostras do aço SAE 4140, não foi afetada pelo tratamento criogênico. Mudanças na dureza dependem da transformação da austenita retida em martensita. Como isso não foi comprovado para os tratamentos aplicados, a dureza também não foi afetada.

SUGESTÕES

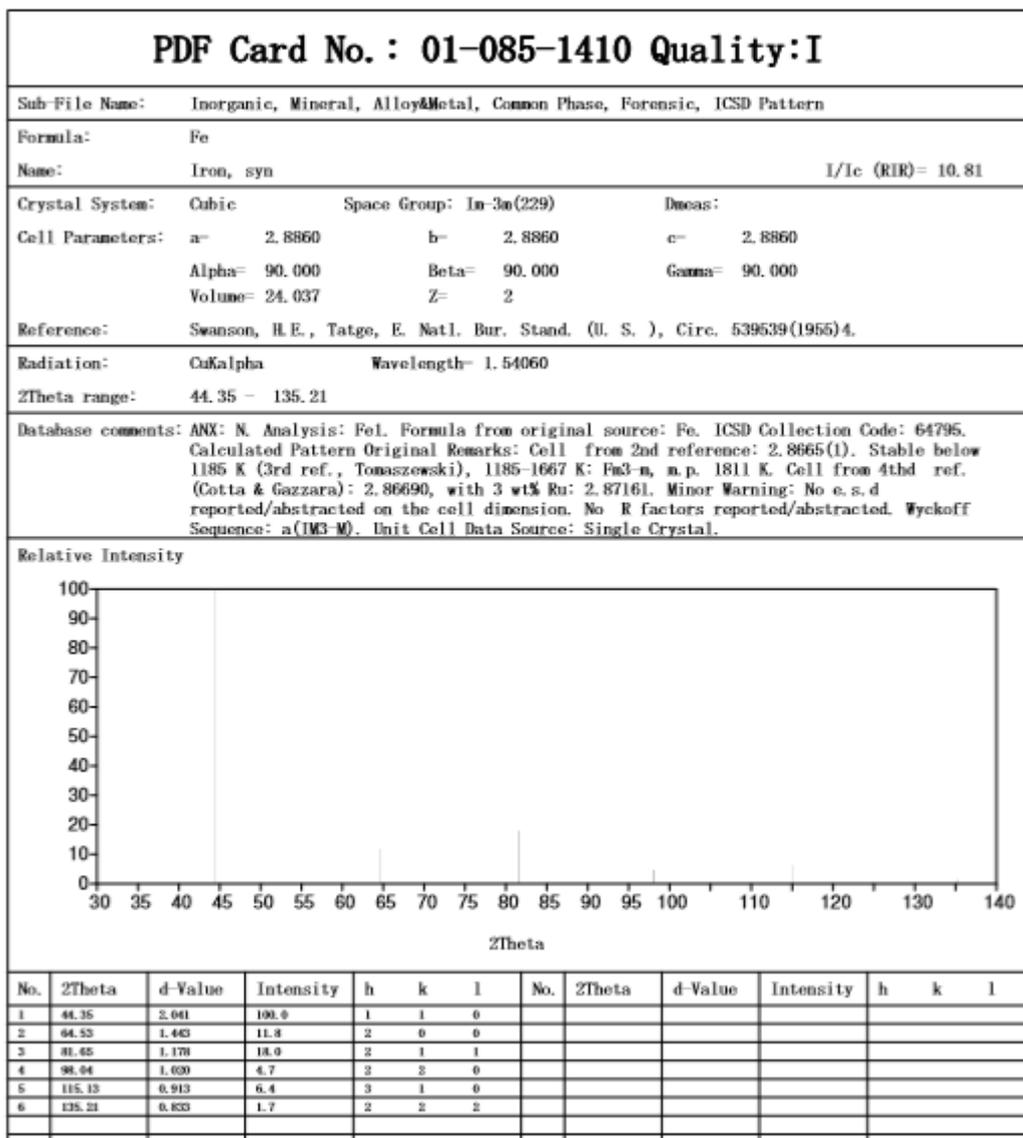
Para trabalhos futuros, restam algumas sugestões para continuação deste trabalho:

- Comparar as propriedades mecânicas e a estrutura do material submetidos a criogenia, em condições de (têmpera + criogenia) e (têmpera + criogenia + revenido).
- Alterar parâmetros dos tratamentos térmicos como temperaturas de austenitização, tempo de criogenia e aumento no número dos ciclos de tratamento criogênico para analisar a influência destes nas propriedades mecânicas e estruturais do aço AISI 4140.
- Utilização de outras técnicas de ataque químico, com o reagente metabissulfito de sódio, para melhor caracterização da fase de austenita retida nas micrografias obtidas.
- Avaliar as propriedades mecânicas relacionadas ao ensaio de desgaste no aço SAE 4140 submetidos à criogenia.
- Estudo dos processos criogênicos em outros materiais nos quais o efeito do tratamento criogênico é ainda pouco conhecido, ou até mesmo correlacioná-los com o estudo já feito para o aço SAE 4140.

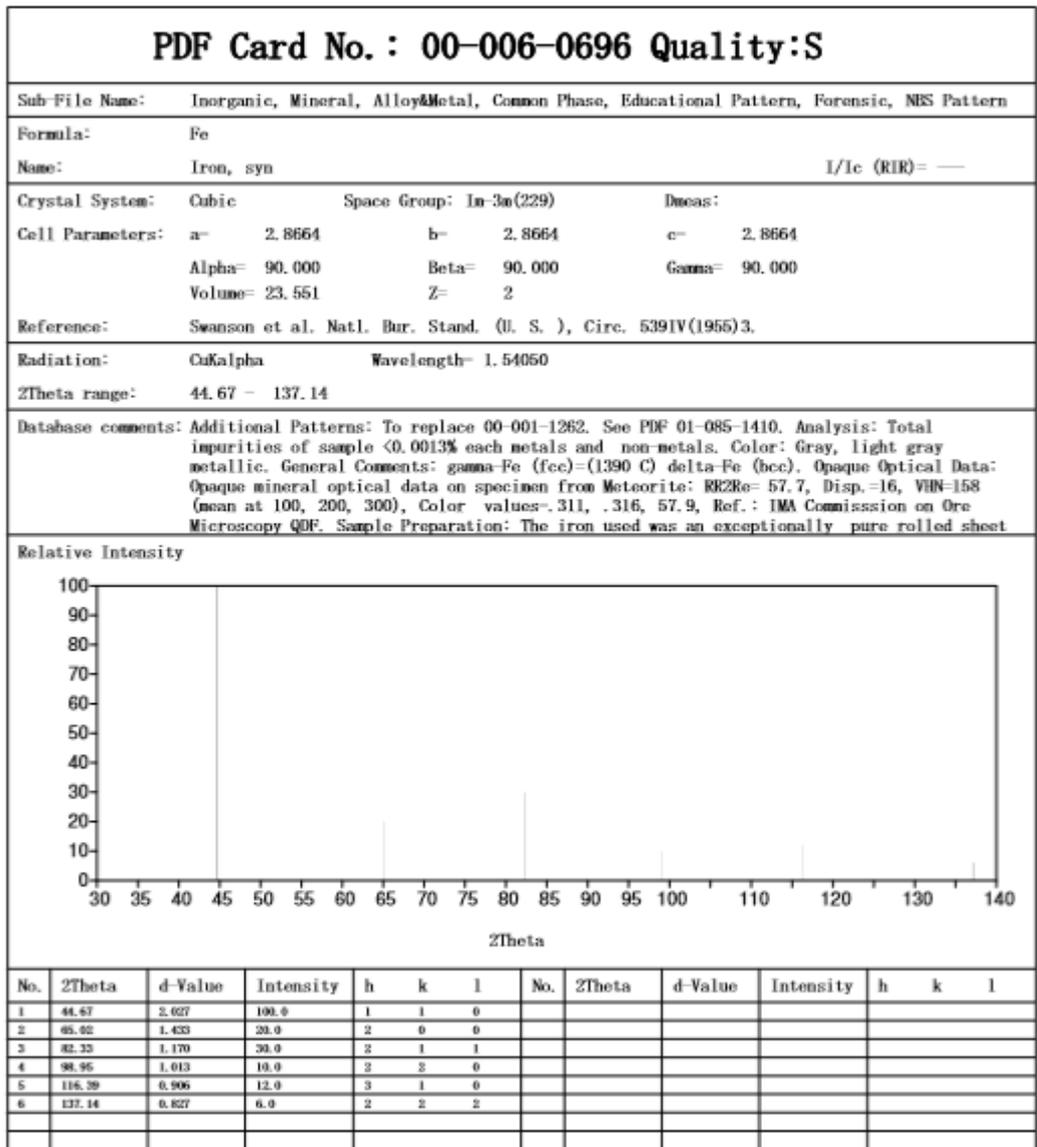
ANEXO I



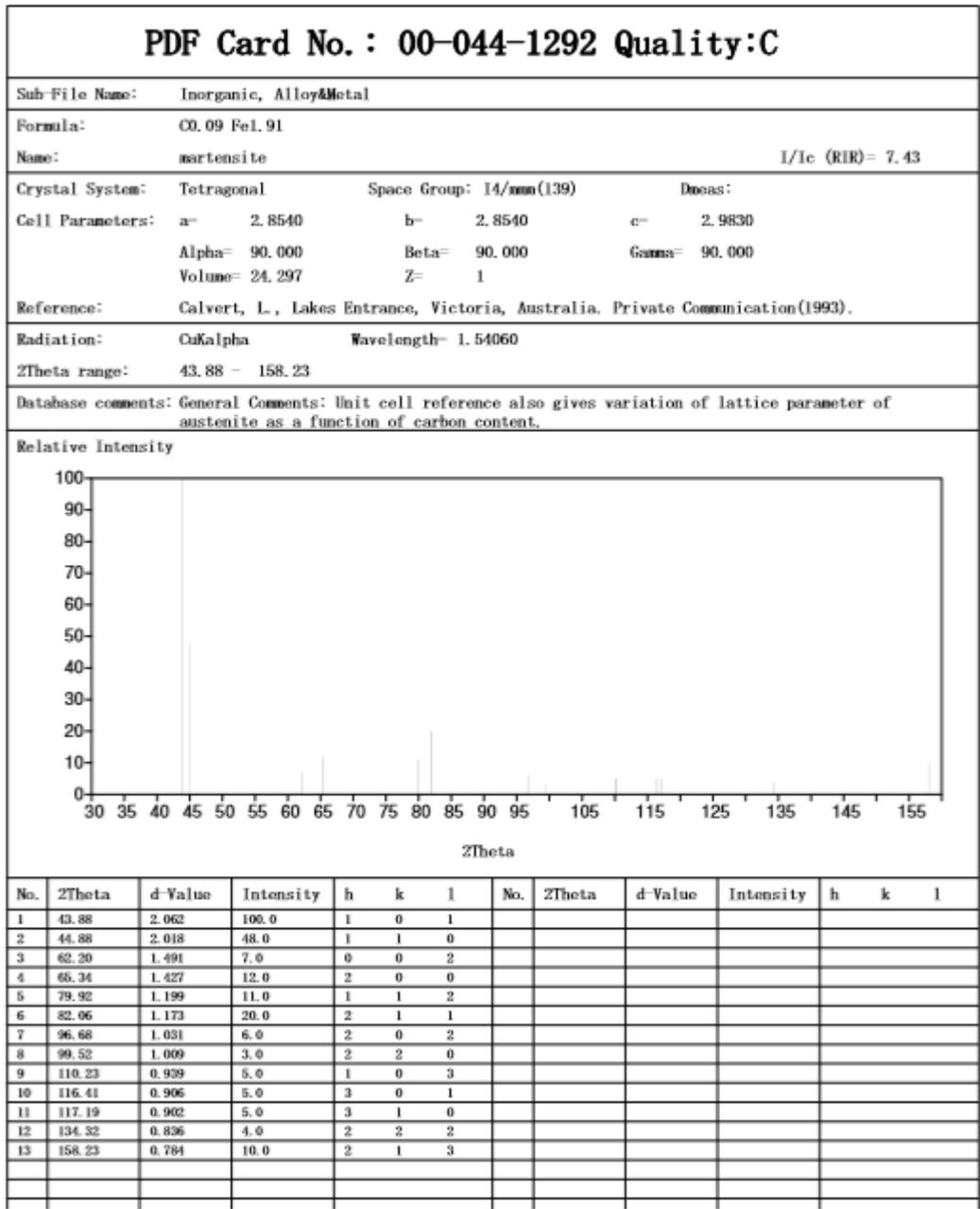
ANEXO II



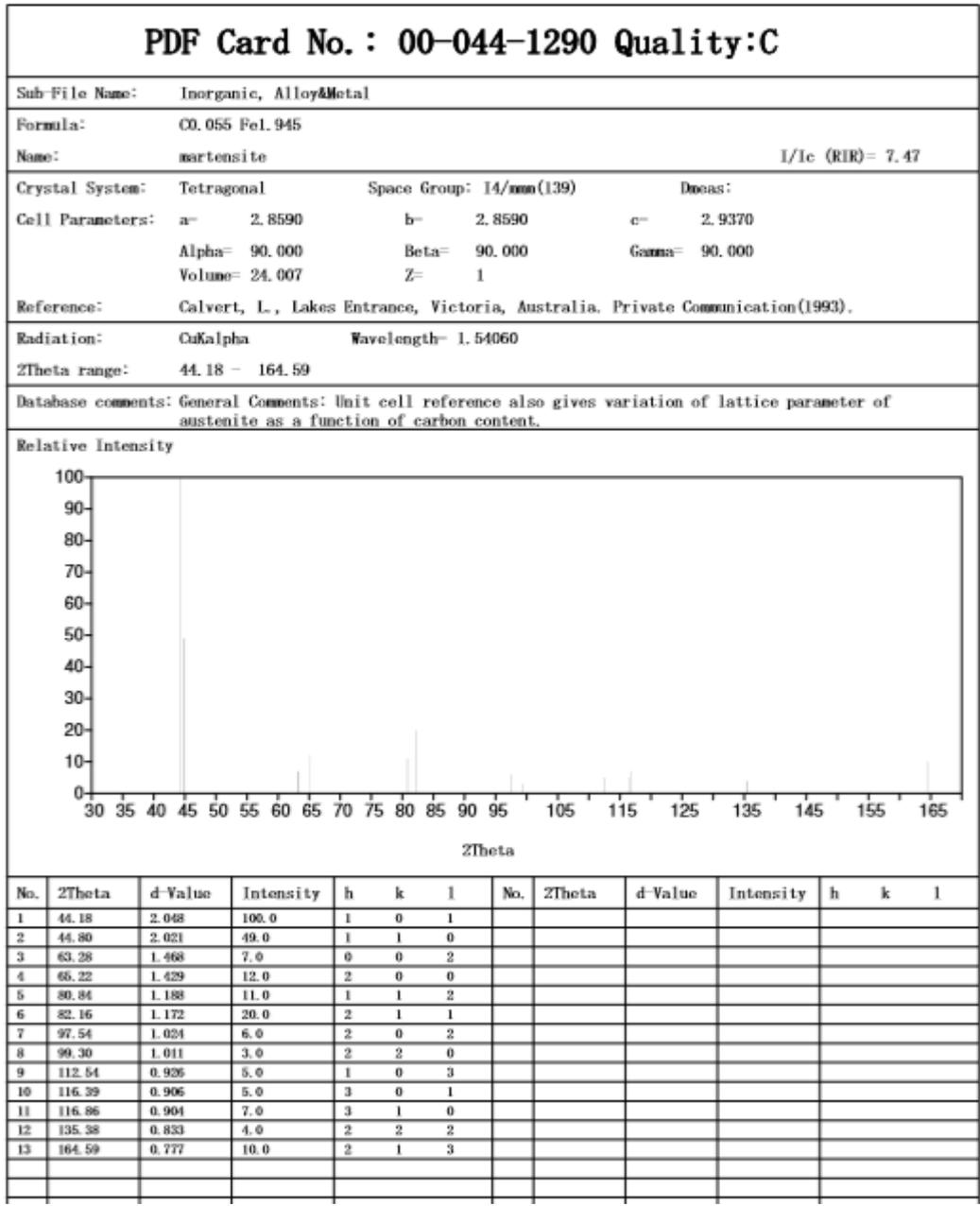
ANEXO III



ANEXO IV



ANEXO V



ANEXO VI

| PDF Card No. : 00-044-1289 Quality:C | | | | | | | | | | | | | |
|--|--------|--|-----------|--------------|--------------------------|---------------|-----|--------------------|---------|-----------|------------------|---|---|
| Sub-File Name: | | Inorganic, Alloy&Metal | | | | | | | | | | | |
| Formula: | | CO.14 Fe1.86 | | | | | | | | | | | |
| Name: | | martensite | | | | | | | | | I/Ic (RIR)= 7.36 | | |
| Crystal System: | | Tetragonal | | | Space Group: I4/mmm(139) | | | D _{6h} 2d | | | | | |
| Cell Parameters: | | a= 2.8460 | | b= 2.8460 | | c= 3.0530 | | | | | | | |
| | | Alpha= 90.000 | | Beta= 90.000 | | Gamma= 90.000 | | | | | | | |
| | | Volume= 24.728 | | Z= 1 | | | | | | | | | |
| Reference: | | Calvert, L., Lakes Entrance, Victoria, Australia. Private Communication(1993). | | | | | | | | | | | |
| Radiation: | | CuKalpha | | | Wavelength= 1.54060 | | | | | | | | |
| 2Theta range: | | 43.44 - 151.46 | | | | | | | | | | | |
| Database comments: General Comments: Unit cell reference also gives variation of lattice parameter of austenite as a function of carbon content. | | | | | | | | | | | | | |
| Relative Intensity | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | |
| No. | 2Theta | d-Value | Intensity | h | k | l | No. | 2Theta | d-Value | Intensity | h | k | l |
| 1 | 43.44 | 2.081 | 100.0 | 1 | 0 | 1 | | | | | | | |
| 2 | 45.02 | 2.012 | 44.0 | 1 | 1 | 0 | | | | | | | |
| 3 | 60.62 | 1.526 | 7.0 | 0 | 0 | 2 | | | | | | | |
| 4 | 66.54 | 1.423 | 11.0 | 2 | 0 | 0 | | | | | | | |
| 5 | 78.60 | 1.216 | 11.0 | 1 | 1 | 2 | | | | | | | |
| 6 | 81.94 | 1.175 | 19.0 | 2 | 1 | 1 | | | | | | | |
| 7 | 95.48 | 1.041 | 6.0 | 2 | 0 | 2 | | | | | | | |
| 8 | 99.92 | 1.006 | 3.0 | 2 | 2 | 0 | | | | | | | |
| 9 | 107.01 | 0.958 | 5.0 | 1 | 0 | 3 | | | | | | | |
| 10 | 116.49 | 0.906 | 5.0 | 3 | 0 | 1 | | | | | | | |
| 11 | 117.73 | 0.900 | 5.0 | 3 | 1 | 0 | | | | | | | |
| 12 | 132.95 | 0.840 | 4.0 | 2 | 2 | 2 | | | | | | | |
| 13 | 151.46 | 0.795 | 8.0 | 2 | 1 | 3 | | | | | | | |

ANEXO VII

Date: 24/02/2015 Time: 10:21:51

File: Amostra Crio

User: Microsoft

Name and formula

Reference code: 00-001-1262

PDF index name: Iron

Empirical formula: Fe

Chemical formula: Fe

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Im-3m

Space group number: 229

a (Å): 2,8570

b (Å): 2,8570

c (Å): 2,8570

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Measured density (g/cm³): 7,93

Volume of cell (10⁶ pm³): 23,32

Z: 2,00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD

Subfiles: Inorganic

Quality: Blank (B)

Comments

Color: Silvery white

Additional pattern: To replace 3-1050.

Melting point: 1539

References

Primary reference: Davey., *Phys. Rev.*, **25**, 753, (1925)

Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*

Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

| No. | h | k | l | d [Å] | 2Theta [deg] | I (%) |
|-----|---|---|---|---------|--------------|-------|
| 1 | 1 | 1 | 0 | 2,03000 | 44,600 | 100,0 |
| 2 | 2 | 0 | 0 | 1,44000 | 64,678 | 50,0 |
| 3 | 2 | 1 | 1 | 1,17000 | 82,352 | 80,0 |
| 4 | 2 | 2 | 0 | 1,01000 | 99,401 | 50,0 |
| 5 | 3 | 1 | 0 | 0,91000 | 115,662 | 60,0 |
| 6 | 2 | 2 | 2 | 0,83000 | 136,273 | 20,0 |

ANEXO VIII

Tratamento Criogênico

| Propriedades | CP#10 | CP#16 | CP#17 | CP#18 | Média |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| σ_{esc} | 1660 | 1640 | 1620 | 1600 | 1630 |
| σ_{max} | 1840 | 1800 | 1748 | 1700 | 1774 |
| σ_{rup} | 1840 | 1800 | 1748 | 1700 | 1774 |
| σ_{prop} | 1318 | 1180 | 1220 | 1100 | 1200 |
| E | 183 | 184 | 177 | 190 | 184 |
| $\sigma_{esc}/\sigma_{max}$ | 0,90 | 0,91 | 0,93 | 0,94 | 0,91 |
| ϵ (%) | 3,3 | 2,4 | 2,8 | 2,7 | 2,7 |
| ΔA (%) | 0,6 | 0,4 | 0,7 | 0,4 | 0,4 |
| U_R | 4,7 | 3,8 | 4,2 | 3,2 | 3,8 |
| U_T | 23,4 | 20,6 | 23,4 | 22,5 | 22,5 |

Tratamento Subzero

| Propriedades | CP#3 | CP#6 | CP#7 | CP#8 | CP#9 | Média |
|-----------------------------|------|-------|-------|-------|------|-------|
| σ_{esc} | 1580 | 1610 | 1610 | 1610 | 1640 | 1610 |
| σ_{max} | 1580 | 1780 | 1680 | 1660 | 1660 | 1660 |
| σ_{rup} | 1580 | 1780 | 1680 | 1660 | 1660 | 1660 |
| σ_{prop} | 1080 | 1040 | 1200 | 1140 | 1120 | 1120 |
| E | 212 | 200 | 203 | 193 | 200 | 200 |
| $\sigma_{esc}/\sigma_{max}$ | 1 | 0,9 | 0,96 | 0,97 | 0,99 | 0,97 |
| ϵ (%) | 1,44 | 2,06 | 2,02 | 0,46 | 1,5 | 1,5 |
| ΔA (%) | 0,54 | 0,91 | 0,18 | 2,36 | 1,45 | 0,91 |
| U_R | 2,75 | 2,7 | 3,54 | 3,36 | 3,14 | 3,14 |
| U_T | 11,9 | 17,34 | 16,96 | 11,02 | 12,8 | 12,8 |

Tratamento Convencional

| Propriedades | CP#0 | CP#1 | CP#11 | CP#19 | Média |
|-----------------------------|-------|------|-------|-------|--------|
| σ_{esc} | 1640 | 1590 | 1600 | 1700 | 1620 |
| σ_{max} | 1740 | 1760 | 1830 | 1920 | 1795 |
| σ_{rup} | 1740 | 1760 | 1830 | 1920 | 1795 |
| σ_{prop} | 1160 | 1130 | 1200 | 1310 | 1180 |
| E | 197 | 202 | 185 | 196 | 196,5 |
| $\sigma_{esc}/\sigma_{max}$ | 0,94 | 0,9 | 0,87 | 0,89 | 0,895 |
| ϵ (%) | 2,22 | 0,63 | 1,53 | 4,79 | 1,875 |
| ΔA (%) | 0,93 | 2,18 | 0,18 | 1,99 | 1,46 |
| U_R | 3,42 | 3,16 | 3,9 | 4,39 | 3,66 |
| U_T | 19,03 | 22,6 | 20,35 | 28,22 | 21,475 |

Média entre tratamentos

| Propriedades | Conv | Sub | Crio |
|-----------------------------|-------|------|------|
| σ_{esc} | 1620 | 1610 | 1630 |
| σ_{max} | 1795 | 1660 | 1774 |
| σ_{rup} | 1795 | 1660 | 1774 |
| σ_{prop} | 1180 | 1120 | 1200 |
| E | 196,5 | 200 | 184 |
| $\sigma_{esc}/\sigma_{max}$ | 0,9 | 0,97 | 0,91 |
| ϵ (%) | 1,875 | 1,5 | 2,7 |
| ΔA (%) | 1,46 | 0,91 | 0,4 |
| U_R | 3,66 | 3,14 | 3,8 |
| U_T | 21,48 | 12,8 | 22,5 |

REFERÊNCIAS

- Alexander.(2009) Estudo da influência da criogenia na resistência ao desgaste abrasivo do aço ASTM 743 tipo CA6NM, UNICAMP.
- Arnell, R.D. (1998) Journal of the Iron and Steel Institute 206-1035.
- ASM Handbook. (1990) Properties and selection: Irons, Steel and High-Performance Alloys. 10ª ed. USA: ASM International.
- Baldissera P., Delprete C.. Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review. The Open Mechanical Engineering Journal, 2008, 2, 1-11.
- Barron, R. F. (1982), "Cryogenic Treatment of Metals to Improve Wear Resistance", Cryogenics, August, pp. 409-413.
- Brown, J. (1995), "Bill Chill to Extend Gear Life", Power Transmission Design, September,59-61.
- Callister, W. D. J. (2013) Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 7ª ed. Utah: John Wiley & Sons.
- Canale, L. C. F., Mesquita, R. A., Totten, G. E., (2008), Failure analysis of heat treated steel components.1ª. ed. Ohio: ASM International, v. 1.
- Cardoso, A. S. M. (2011) Caracterização mecânica e microestrutural dos aços SAE 4340 e 300M após soldagem a laser e tratamento superficial de nitretação a plasma. Dissertação (Mestrado em Engenharia dos Materiais). Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena.
- Centro Brasileiro de Construção em Aço. (2014) Aços Estruturais. Rio de Janeiro. CBCA. Disponível em: < <http://www.cbca-acobrasil.org.br/construcao-em-acos-estruturais.php>>. Acesso em: dez. 2013.
- Centro de Informação Metal Mecânica. Transformações. CIMM. Disponível em: <http://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6439-transformacoes#.UsXHncRDsgE>. Acesso em: dez. 2013.
- Chandler, Harry. (1995) Heat Treater's Guide – Practices and Procedures for Irons and Steels. ASM International. United States.
- Chiaverini, V. (2008) Aços e Ferros Fundidos, 7 ed. ABM, São Paulo.

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

Collins, D.; Domer J. (1997) Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel. Heat Treatment of Metals, v. 3, p. 71-74. Disponível em: <http://www.cryogenictreatmentdatabase.org/article/deep_cryogenic_treatment_of_a_d2_cold_work_tool_steel/>. Acesso em: fev. 2014.

Colpaert, H. (2000) Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 6° ed. Edgard Blücher LTDA.

Dieter, G. E. (1988) Mechanical Metallurgy. UK, Cap 8,11.

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

Eboni. G. A. (2010) Efeito do processamento criogênico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE M2 temperado e revenido. 86f. Dissertação (Mestrado Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

Echeverri, E. A. A. (2012) Análise numérica e experimental das tensões residuais geradas durante o processo de têmpera de cilindros de aço AISI 1045, 4140 e 4340. 185f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade de São Paulo, São Paulo.

Garcia, A.; Spim, J. A.; Santos, C. A.(2000) Ensaio dos Materiais. LTC Editora.

Gavroglu, K. (1993), "The Physics of Cold", History and Origins of Cold, Science, Vol. 261.

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, n° 1, 3-9.

Gulyaev, A.P. Improved Methods of Heat Treating High Speed Steels to Improve the Cutting Properties, Metallurg, n.°12, pp. 65, 1937.

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

- 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, *Material Science and Engineering*, pp. 241-244.
- Jack, D.H.; Nutting, J. (1974) Progress Report on Advances in Physical Metallurgy, Metals Society, 100.
- Kamody, D. J. (1999) Cryogenic Process Update, *Advanced Material & Processes*, pp. 67-69.
- Koo, J; Narasimka Rao, B.V. e Thomas, G.Y. (1979) *Metal Progress*.
- Krauss, G. S. (1994) Heat treatment and processing principles. Ohio: ASM International.
- Krauss. G.; (1995) Heat Treated Martensitic Steel: Microstructural Systems for Advanced Manufacture. , *ISIJ International*, Vol. 35, No. 4, pp. 349-359.
- Krauss. G.; (1984) Tempering and Structural Change in Ferrous Martensitic Structures Phase Transformations in Ferrous Alloys. *Metallurgical Society of AIME*, p. 102 – 123.
- Law, N.C.; Howell, P.R. e Edmonds, D.V.; (1979) *Metal Science U* ,507.
- Marder. A. R.; Goldstein. J.I. (1984) Phase Transformations in Ferrous Alloys Structure-Property Relationships in Ferrous transformation Products. *AIME*, pp 11-41.
- Meng, F., Tagashira, K. and Sohma, H. (1994), “Wear Resistance and Microstructure 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.
- Mariante, G. R. (1999) Efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- Moreira, J. C.; Ávila, R. F.; Godoy, G. C. D.; Abrão, A. M. (2009) Influência do tratamento criogênico na usinabilidade do aço rolamento ABNT 52100 temperado. *Revista Matéria*, v. 14, n. 3, p. 932 - 946.

- Nishyama. Z. (1978) Martensitic transformation. Academic Press. New York, p.14-79.
- Novikov, I. (1994) Teoria dos tratamentos térmicos dos metais. Editora UFRJ, Rio de Janeiro, RJ. 439, 457, 550p.
- Otsuka, K., Wayman, C. M. (1999) Shape Memory Materials. 1ª ed. *University Press. United Kingdom-Cambridge, USA.* 284p.
- Oliveira. C.A. S.; (1944) Tempera Direta de Aços Baixa Liga: Aspectos Cinéticos, Microestruturais e de Propriedades Mecânicas, 245f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro.
- Ordóñez, R. E. C. (2004) Soldagem e caracterização das propriedades mecânicas de dutos de aço API 5L – X80 com diferentes arames tubulares. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas.
- Parker, E.R.; (1977) Metallurgical Transactions 8A, 1025.
- Paulin, P. (1992) Cold Cuts, Cutting tool Engineering, August Vol. 44 num.5, 1992.
- Paulin, P. (1992) “Mechanism and Applicability of Heat Treating at Cryogenic Temperatures”, Industrial Heating, August, pp. 24-27.
- Popandopulo A. N.; Zhukova L. T. (1980) Transformations in High Speed Steels During Cold Treatment, Translated from Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka, Metallov, n.º.10, pp. 9-11.
- Reasbeck, R.B. (1989) Improved Tool Life by the Cryotough Treatment, Metallurgia, April, n.º4, pp. 178-179.
- Reed-Hill. R. E. (2008) Princípios de Metalurgia Física, 2ª ed ABM, São Paulo.
- Ribeiro, L.P.P.G. (2006) Caracterização das propriedades mecânicas do aço SAE 4140 após diferentes tratamentos de têmpera e revenido. Dissertação de mestrado PUC.
- Roberts G.A.; Cary, R.A. (1980) Tool Steels 4th Edition. High Speed Steels, pp.627-774, ASM International.
- Rocha, M. A. C. (2004) Análise das propriedades Mecânicas do aço SAE 4140 com estrutura Bifásica. Dissertação de Mestrado.

Sartori, C. H. (2009) Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2. 2009. 141 p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

Senthilkumar, D., Rajendran, I. and Pellizzari, M. (2011) 'Effect of cryogenic treatment on the hardness and tensile behaviour of AISI 4140 steel', *Int. J. Microstructure and Materials Properties*, Vol. 6, No. 5, pp.366–377.

Senthilkumar, D., Rajendran, I., Pellizzari, M. and Siirainen, J. (2011). "Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel." *Journal of Materials Processing Technology* 211(3): 396-401.

Shigley, J. E. (1986) *Mechanical Engineering Design*. First Metric Edition, Editora Mc Graw Hill.

Silva, S. E. T. P. (2012) Análise das propriedades mecânicas e estruturais do aço SAE 4140 submetido a tratamento criogênico. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Rio de Janeiro.

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

Souza, G. A. (2008) Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga (com estrutura bainítica/martensítica) via microscopia ótica. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, São Paulo.

Souza, S. A. (1995) *Ensaio mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos*. São Paulo, Edgar Blücher, 5^a ed.

Stratton, P.; Henrik, C. (2009) Retained austenite stabilization. *Heat treatment progress*. Disponível em: <
http://www.gearsolutions.com/media/uploads/assets/PDF/Articles/July_09/0709_HTP.pdf>. Acesso em: mar/2015.

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.

Voort, G.F.V. (1991) Atlas of time temperature diagrams. USA: ASM International, 1^a ed.

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

Wurzcach, R. N.; De Felice, W. Improving component wear performance through cryogenic treatment. Disponível em:<<http://www.cryoplus.com/pdf/icwptct.pdf>>. Acesso em: fev. 2014.

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.

Yun, D.; Xiaoping, L.; Hongshen, X. (1998) Deep criogenic treatment of high-speed steel and its mechanism. Heat Treatment of Metals, v. 3, p.55-59. Disponível em: <http://www.cryogenictreatmentdatabase.org/article/deep_cryogenic_treatment_of_high-speed_steel_and_its_mechanism/>. Acesso em: fev. 2014.

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