AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO SAE 4140 ASSOCIADO A UM ENTALHE NÃO-SINGULAR

FLÁVIA FERNANDES NAVARRO NUSS

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE

DARCY RIBEIRO - UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

NOVEMBRO - 2012

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO SAE 4140 ASSOCIADO A UM ENTALHE NÃO-SINGULAR

FLÁVIA FERNANDES NAVARRO NUSS

"Dissertação do Mestrado submetida ao corpo docente 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. Eduardo Atem de Carvalho

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

NOVEMBRO - 2012

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF 46/2

46/2013

Nuss, Flávia Fernandes Navarro Avaliação da influência do tratamento criogênico sobre a tenacidade à fratura do aço SAE 4140 associado a um entalhe não-singular / Flávia Fernandes Navarro Nuss. – Campos dos Goytacazes, 2012.
xiv, 84 f. : il.
Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais)
Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de
Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos
dos Goytacazes, 2012.
Orientador: Eduardo Atem de Carvalho.
Area de concentração: Engenharia e meio ambiente.
Bibliografia: f. 79-84.
1. TRATAMENTO CRIOGENICO 2. TRATAMENTO SUB-ZERO 3.
AÇO AISI/ASAE 4140 4. TENACIDADE A FRATURA 5.
TRATAMENTOS TERMICOS I. Universidade Estadual do Norte
Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia.
Laboratorio de Materiais Avançados II. Título.
CDD 620.17

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO SAE 4140 ASSOCIADO A UM ENTALHE NÃO-SINGULAR

FLÁVIA FERNANDES NAVARRO NUSS

"Dissertação do Mestrado submetida ao corpo docente 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"

Apresentado em 30 de Novembro de 2012.

Comissão Examinadora:

Prof. D.Sc. Elaine Cristina Pereira e Oliveira (Faculdade Redentor)

Prof. D.Sc. Herval Ramos Paes Junior (UENF/CCT/LAMAV)

Prof. D.Sc. Ana Lúcia Diegues Skury (UENF/CCT/LAMAV)

Prof. D.Sc. Eduardo Atem de Carvalho (Ph.D. UENF/CCT/LAMAV) - Orientador

<u>SUMÁRIO</u>

ÍNDICE DE FIGURAS	VII
ÍNDICE DE TABELAS	XII
ÍNDICE DE QUADROS	XII
RESUMO	XIII
ABSTRACT	XIV
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
2.1 O AÇO AISI 4140	2
2.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS AÇOS	3
2.2.1 Têmpera	4
2.2.2 Transformações Martensíticas	9
2.2.3 Revenido	17
2.3 TRANSFORMAÇÃO DA AUSTENITA RETIDA	21
2.4 TRATAMENTO CRIOGÊNICO	23
2.5 PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS FINOS	28
2.6 MECÂNICA DA FRATURA	29
2.6.1 Tenacidade à fratura	32
2.6.2 Metodologias utilizadas na determinação da tenacidade à fratura	36
2.6.3 Pré-trincamento	39
2.6.4 Temperatura de transição	42
2.6.5 Procedimento de Ensaio de Flexão KIc	45

2.6.6. Efeitos de um entalhe	48
2.6.7 Entalhes não-singulares	49
2.7 EFEITO DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA EM OUTROS AÇOS	50
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	57
3.1 MATERIAL UTILIZADO	57
3.2 TRATAMENTO TÉRMICO APLICADO NAS AMOSTRAS	58
3.2.1 Tratamento Térmico Convencional de Têmpera	60
3.2.2 Tratamento térmico Sub-zero	60
3.2.3 Tratamento Criogênico	61
3.2.4 Revenimento de todas as amostras	61
3.3 ANÁLISE MECÂNICA	62
3.3.1 Ensaio de K _{IC} por Meio de Flexão com Entalhe não-singular	62
3.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	65
3.4.1 Observação microestrutural em Microscopia Ótica	65
3.4.2 Análise microestrutural em Microscopia Ótica	66
3.5 DIFRAÇÃO POR RAIOS-X	66
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	67
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIO X	67
4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL	68
4.3 AVALIAÇÃO DA TENACIDADE DO MATERIAL	71
5. CONCLUSÃO	77

6. SUGESTÕES	78
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama TTT para o aço AISI 4140 .	6
Figura 2 – Curva de vários autores da dureza de microestruturas martensíticas como uma função da concentração de carbono no aço.	7
Figura 3 – Relação da concentração de carbono e porcentagem de martensita com a dureza.	7
Figura 4 – Diagrama de resfriamento contínuo para o AISI 4140.	9
Figura 5 - Transformação austenita – martensita.	11
Figura 6- Temperatura de início de formação da martensita e sua morfologia em função do teor de carbono.	12
Figura 7 – Modelo simplificado da transformação martensítica.	13
Figura 8 - Representação da formação de uma placa de martensita em matriz austenítica.	14
Figura 9– Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC	14
Figura 10 – Variação de Ms e Mf com o teor de carbono.	15
Figura 11 - Efeito da quantidade de carbono na dureza da martensita.	16
Figura 12 - Curva de dureza em função da temperatura do aço 4140, normalizado a 870℃ e temperado (a)	19
Figura 12 -Tenacidade em função da temperatura de revenimento para o aço 4140 revenido por uma hora (b)	19
Figura 13 - Campo de tensões atuando sobre um elemento localizado à frente de uma trinca.	32
	•

Figura 14 - Representação esquemática do comportamento tensão- 33 deformação para um material dúctil e frágil testados até a fratura.

Figura 15 – Relação entre G e R num processo controlado pela 34 deformação.

Figura 16 – Tamanhos da zona plástica nas condições em que são 36 válidas as considerações da MFLE e MFEP.

Figura 17 - Flexão em uma barra bi-apoiada 37

Figura 18 – Curva Carga x Deslocamento 39

Figura 19 - Dispositivo para introdução de pré-trinca em materiais 41 metálicos frágeis. (a) Esquema de pré-trincamento;

Figura 19 - Dispositivo para introdução de pré-trinca em materiais 41 metálicos frágeis. (b) Variação da energia requerida para o prétrincamento com a resistência do material

Figura 20 - Geometria do entalhe para corpos de prova de KI 41

Figura 21 - Curvas de ductilidade em função da temperatura 43

Figura 22 - Efeito (esquemático) da taxa de deformação na tenacidade 44 ou ductilidade de metais com transição dúctil-frágil

Figura 23 - Relação (esquemática) entre os micromecanismos de fratura, 44 tenacidade e taxa de deformação com a temperatura em metais com transição dúctil-frágil.

Figura 24 - Efeito de concentradores de tensões na ductilidade de 45 metais com transição dúctil-frágil.

Figura 25 - Corpo de prova de dobramento em três apoios [SE(B)] 46

Figura 26 – Efeito da temperatura criogênica na dureza (a) e Efeito da 51 temperatura criogênica na tenacidade. Amostras revenidas a 200°C

Figura 27 – Efeito da temperatura criogênica na densidade de 52 carbonetos (a) e Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. Amostras revenidas a 200°C.

Figura 28 – Detalhe do corpo de prova com entalhe. 57

Figura 29 – Detalhe do entalhe não-singular aberta nos corpos de prova. 58 Aumento 10x.

Figura 30 – Suporte para fixar as amostras durante os tratamentos 59 térmicos.

Figura 31 - Freezer FORMA SCIENTIC – 72 HORIZONTAL utilizado no 60 procedimento.

Figura 32 – Container com nitrogênio líquido utilizado no tratamento 61 criogênico.

Figura 33 – Dispositivo de ensaio de flexão em três pontos utilizado na 63 determinação da tenacidade à fratura (KIc) dos aços AISI 4140.

Figura 34– Detalhe do corpo de prova associado a um entalhe não- 64 singular sendo submetido ao ensaio de flexão em três pontos.

Figura 35 – Ilustração de um corpo de prova ensaiado para flexão com 64 entalhe.

Figura 36 - Difratograma de amostra pertencente ao grupo 1 submetido 67 a tratamento térmico de revenimento e têmpera em óleo.

Figura 37 - Difratograma de amostra pertencente ao grupo 2 submetido 67 a tratamento sub-zero.

Figura 38 - Difratograma de amostra pertencente ao grupo 3 submetido 68 a tratamento criogênico.

Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 4140 após tratamento térmico 69 convencional de têmpera e revenido. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.

Figura 40 – Microestrutura do aço AISI 4140 após submetido ao 69 tratamento subzero. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.

Figura 41 – Microestrutura do aço AISI 4140 após submetido ao 70 tratamento criogênico. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.

Figura 42 – Microestrutura do aço SAE 4140 como recebido. 70 Observadas em campo claro em diferentes regiões, aumento de 500 vezes

Figura 43 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 71 corpo de prova 1 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo).

Figura 44 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 72 corpo de prova 2 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo

Figura 45 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 72 corpo de prova 3 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo).

Figura 46 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 72 corpo de prova 4 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).

Figura 47 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo 73 de prova 5 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).

Figura 48 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo 73 de prova 6 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).

Figura 49 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 73 corpo de prova 7 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico subzero).

Figura 50 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 74 corpo de prova 8 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico sub-

zero).

Figura 51 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do 74 corpo de prova 9 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico subzero).

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Propriedades do aço 4140	3
Tabela 2. Diversas classificações dos processos de fratura (Fortes, 2003).	30
Tabela 3. Valores de f(a0/W) para o corpo de prova [SE(B)]	48
Tabela 4. Composição Química das barras estudadas.	57
Tabela 5. Tratamentos térmicos realizados em cada grupo de amostras.	59
Tabela 6. Dimensões S, a, W e B dos corpos de prova e Pmax para o cálculo de Kic.	75
Tabela 7. Valores obtidos para <i>f(a/w)</i>	75
Tabela 8. Valores de Kq (Kic) obtidos no ensaio de flexão.	75

ÍNDICE DE QUADROS

Quadro 1 – Rotas de tratamentos térmicos aplicados aos aços AISI T1 e 53 AISI M2

Quadro 2 – Propriedades Mecânicas obtidas nos aços AISI T1 e AISI M2 54 tratadas pelas rotas do quadro 1

RESUMO

Em busca de melhorias nas propriedades mecânicas do aço AISI 4140, muito utilizado na indústria mecânica e petroquímica, este trabalho tem por objetivo avaliar a influência do tratamento criogênico sobre a tenacidade à fratura (KIc) do aço AISI/SAE 4140 associado à presença de um entalhe nãosingular. O entalhe não-singular foi feito nas amostras por eletro erosão. Foram fabricados 9 corpos de prova, divididos em três grupos, cada grupo contendo 3 amostras. O primeiro grupo foi submetido apenas ao tratamento convencional de têmpera, que consiste em aquecer as amostras até a temperatura de austenitização, cerca de 845°C, e posteriormente su bmetê-las a resfriamento por têmpera em óleo onde a austenita é convertida em martensita. O segundo grupo, foi submetido ao tratamento térmico de têmpera e posteriormente foram submetidas ao tratamento térmico sub-zero (-80ºC) em dióxido de carbono durante 48h. O terceiro grupo, foi submetido ao tratamento térmico têmpera, ao tratamento sub-zero juntamente com o segundo grupo até -80°C. permanecendo nessa temperatura durante 48h. E finalmente, essas amostras passaram por tratamento criogênico em nitrogênio líquido a -196ºC durante 24h. Ao final, todas as amostras foram reunidas e juntas foram submetidos ao revenimento por 1 hora a 200°C. Posterior aos trata mentos térmicos as amostras foram submetidas aos ensaios de flexão em 3 pontos com entalhe para obter a Tenacidade à fratura de cada amostra e comparar os valores obtidos após os diferentes tratamentos térmicos que os corpos de prova foram submetidos. Observou-se um aumento nos valores da Tenacidade à Fratura das amostras submetidas ao Tratamento Criogênico e Sub-zero em relação às amostras submetidas aos outros tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenimento. Realizou-se Difração por Raios-X nas amostras com o intuito de averiguar possíveis alterações na composição e quantidade relativa das fases.

<u>ABSTRACT</u>

In pursuit of improvements in mechanical properties of AISI 4140 steel, widely used in mechanical and petrochemical industry, this paper aims to assess the influence of cryogenic treatment on the fracture toughness (KIc) of AISI / SAE 4140 associated with the presence of a groove non-singular. The groove non-singular in the samples was done by electro erosion. Were fabricated nine specimens were divided into three groups, each group containing 3 samples. The first group was submitted only to conventional tempering treatment consisting of heating the sample to the austenitizing temperature, about 845 °C and subsequently subjecting them to cooling by quenching in oil where the austenite is converted to martensite. The second group was submitted to thermal treatment and subsequently tempering heat treatment were subjected to sub-zero (-80 °C) carb on dioxide for 48 hours. The third group was subjected to heat treatment quenching, sub-zero treatment together with the second group to -80 °C and remained at that temperature for 48 hours. And finally, these samples have undergone cryogenic treatment in liquid nitrogen at -196 ° C for 24h. Finally, all samples were pooled together and were submitted to tempering for 1 hour at 200 °C. Subsequent to the heat treatment the samples were subjected to bending tests on notched three points to get the fracture toughness of each sample and comparing the values obtained after different heat treatments the specimens were submitted. We observed an increase in the values of the fracture toughness of the samples submitted to Cryogenic Treatment and Sub-zero for samples subjected to other conventional thermal treatment quenching and tempering. Was performed by Xray diffraction on the samples in order to ascertain possible changes in the composition and relative amount of the phases.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O crescente desenvolvimento das indústrias mundiais e suas máquinas requer materiais com elevadas propriedades mecânicas de forma a aumentar sua aplicabilidade e desempenho, visando, no entanto, baixo custo.

As propriedades mecânicas de uma liga metálica são função da respectiva composição química e do tratamento térmico ao qual foi submetida (isto é, a temperatura e o tempo de aquecimento à temperatura do tratamento e a taxa de resfriamento até a temperatura ambiente). Estes fatores impõem uma dada microestrutura ao material, a qual será responsável pelas propriedades finais do mesmo. Portanto, um controle adequado na composição química e no tratamento térmico ao qual será submetido é fundamental para que seja possível otimizar as propriedades mecânicas do aço (Callister, 2008).

Um interesse especial tem sido demonstrado pelo efeito de baixas temperaturas no tratamento térmico dos aços nas últimas décadas. Conhecido como tratamento sub-zero, este procedimento consiste em resfriar a amostra até a temperatura de -80°C por 48h e tem por objetivo transformar a austenita retida após a têmpera e melhorar a estabilização da martensita (Huang, 2003). Alguns trabalhos indicam que, dentre outros benefícios, a vida das ferramentas de corte pode aumentar significativamente após estas serem submetidas ao tratamento térmico sub-zero (Moreira et a/., 2009).

Com o desenvolvimento da tecnologia de baixas temperaturas, iniciou-se o uso do tratamento criogênico, um processo normalmente utilizado após os tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenimento, com temperaturas na faixa de -196°C utilizando nitrogênio líquido. O tratamento criogênico tem por objetivo promover a precipitação de carbonetos finos. Como consequência, o material adquire um ganho em tenacidade e resistência ao desgaste (Wurzbach e Defelice, 2004). Estes benefícios, entretanto, dependem tanto da temperatura utilizada quanto do tempo de permanência nesta temperatura (Yun, 2008).

Inúmeros trabalhos sobre o efeito do tratamento criogênico têm sido desenvolvidos. Este trabalho, no entanto, visa avaliar os efeitos do tratamento criogênico na tenacidade à fratura (K_{lc}) do aço AISI 4140 sob efeito de um entalhe não singular.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O AÇO AISI/SAE 4140

O aço AISI/SAE 4140 é classificado como aço médio carbono ligado com 0,4%p de carbono. Possui ainda em sua composição adições de elementos de liga como Cr (0,8-1,1%) e Mo (0,2-0,3%) e por isso é também chamado de Aço-Cromo-Molibdênio. Os principais aços pertencentes a esta família são AISI/SAE 4130, 4140 e 4145, sendo os dois últimos os mais aplicados na indústria metal-mecânica (ASM Handbook, 1990). O aço AISI 4140 é também utilizado em peças que exigem elevada dureza, resistência e tenacidade, como em automóveis, aviões, virabrequins, bielas, eixos, engrenagens, armas, parafusos. E ainda está entre os aços mais utilizados na indústria do petróleo em aplicações de alta resistência, como em corpos pressurizados, pistões de operação, entre outras (Rocha, 2004).

Esses aços se apresentam em destaque do ponto de vista de utilização porque são facilmente tratados termicamente para os níveis de resistência requeridos pelos códigos API (*American Petroleum Institute*), são relativamente baratos e bastante disponíveis no mercado (Dufour, 2002). Dentre os aços da família 41XX, os aços AISI 4140 apresentam teores mais elevados de carbono e manganês, o que aumenta bastante sua temperabilidade dificultando as operações de conformação e soldagem (Lima, 2006). Entretanto, a adição de Cr e Mo nessas ligas melhoram a capacidade dessas serem tratadas termicamente (Callister, 2008).

Essas ligas podem ser endurecidas para que se obtenha um elevado limite de escoamento através de aquecimento e posterior choque térmico por imersão em água fria. Embora esse processo faça com que o aço endurecido fique frágil, sua tenacidade pode ser recuperada por revenimento, um processo que envolve aquecer o aço novamente, porém em temperatura mais baixa que a inicial, obtendo assim melhores propriedades mecânicas (Callister, 2008).

Os aços AISI 4140 podem ser utilizados em temperaturas relativamente altas de até 480°C, acima disso sua resistência dim inui rapidamente com o aumento da temperatura (Rocha, 2004). Este aço é caracterizado por boa resistência à torção e à fadiga, média usinabilidade, baixa soldabilidade e temperabilidade relativamente alta. A dureza superficial, na condição temperada, varia de 54 a 59 HRC. As propriedades mecânicas deste aço ainda podem ser melhoradas através de nitretação (Rocha, 2004). A tabela 1 apresenta as propriedades mecânicas típicas para esse tipo de aço.

Propriedades			Condições	
		(°C)	Tratamento	
Densidade $(x10^3 kg/m^3)$	7,7- 8,03	25	-	
Coeficiente de Poisson	0,27- 0,3	25	-	
Módulo de Young ^(GPa)	190 – 210	25	-	
Resistência a tensão (MPa)	1020,4	25		
Tensão de escoamento ^(MPa)	655		Normalizado a 870℃	
Alongamento ^(%)	17,7			
Redução de área ^(%)	46,8			
Dureza ^(HB)	197	25	Temperado a 815℃	
Resistência a Impacto (J)	54,5	25	Temperado a 815℃	

Tabela 1. Propriedades do aço 4140 (ASM Handbook, 1990).

2.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS AÇOS

As propriedades mecânicas dos aços são funções da sua microestrutura, que depende de variáveis tais como elementos de liga presentes, suas concentrações e o tratamento térmico da liga (isto é, a temperatura, o tempo de aquecimento à temperatura do tratamento e a taxa de resfriamento até a temperatura ambiente) e o revenido posterior (Chiaverini, 2008).

Entende-se por tratamento térmico, o conjunto de operações de aquecimento e resfriamento a que são submetidos os aços, sob condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera e velocidade de resfriamento, com o objetivo de alterar as suas propriedades ou conferir-lhes características determinadas (Rebechi, 2011).

Os principais objetivos dos tratamentos térmicos são os seguintes:

- Remoção de tensões internas (oriundas de resfriamento desigual, trabalho mecânico ou outra causa);

- Aumento ou diminuição da dureza;

- Aumento da resistência mecânica;

- Melhoria da ductilidade;

- Melhoria da usinabilidade;

- Melhoria da resistência ao desgaste;

- Melhoria das propriedades de corte;

- Melhoria da resistência à corrosão;

- Melhoria da resistência ao calor;

- Modificação das propriedades elétricas e magnéticas (Rebechi, 2011).

Em geral, a melhoria de uma ou mais propriedades, mediante um determinado tratamento térmico, é alcançada com prejuízo de outras. É necessário, portanto, que o tratamento térmico seja escolhido e aplicado criteriosamente, para que os inconvenientes sejam reduzidos ao mínimo (Chiaverini, 2008).

Existem diversos fatores que devem ser considerados na realização dos tratamentos térmicos, tais como: aquecimento, tempo de permanência à temperatura e resfriamento. Além desses, outro de grande importância é a atmosfera do recinto de aquecimento, visto que a sua qualidade tem grande influência sobre os resultados finais dos tratamentos térmicos (Chiaverini, 2008).

Os tratamentos térmicos mais comumente aplicados aos aços são os de têmpera e de revenimento. Nestes procedimentos, as alterações estruturais dentro da microestrutura contribuem para a melhoria das propriedades mecânicas. A têmpera e o revenido são operações de tratamento térmico aplicadas principalmente nas ligas ferrosas e têm por objetivo produzir uma estrutura que permite ao material submetido a essas operações adquirir dureza e resistência mecânica compatíveis com as condições de sua utilização (Chiaverini, 2008). A seguir, estes procedimentos são abordados com mais detalhes.

2.2.1 Têmpera

Esse é o tratamento térmico mais importante, pois é por intermédio dele, acompanhado pelo revenido, que se obtém as estruturas e as propriedades que permitem o emprego do aço em peças de maior responsabilidade e em aplicações mais críticas, como as que se encontram na indústria mecânica, de transporte e de outros segmentos (Chiaverini, 2008).

A têmpera é o resfriamento rápido de um aço após o aquecimento em temperatura de austenitização em um meio de grande capacidade de resfriamento. O objetivo é transformar a austenita em martensita, que é o produto de maior dureza das transformações dos aços (Dufour, 2002).

A temperatura de austenitização do aço AISI 4140 situa-se entre 870°C e 930°C para um tempo de encharque de 1 hora para cada 25 mm de espessura do componente. Temperaturas acima de 950°C resultam no aumento do tamanho de grão austenítico, dificultando a formação de ferrita, aumentando a formação de martensita e causando perda de tenacidade do aço (Silva, 2012).

A microestrutura obtida a partir de um tratamento térmico de têmpera e revenimento dependerá da taxa de resfriamento após austenitização. Se esta é rápida o suficiente o produto é a martensita. Caso contrário, produtos de transformação mais macios, tais como a bainita e a ferrita, são obtidos. A taxa de resfriamento é determinada em grande parte pelo meio de resfriamento utilizado, o qual pode ser salmoura, água, óleo, solução polimérica, sais fundidos ou ar, em ordem decrescente da capacidade de resfriamento (Dufour, 2002).

A velocidade de resfriamento deve ser tal que a curva de resfriamento, no mínimo, tangencie o joelho da curva de início de transformação da austenita e atinja as linhas correspondentes à formação da martensita. Essa velocidade de resfriamento nessas condições dependerá do tipo de aço, da forma e das dimensões das peças, isto é, dependerá da posição das curvas em C (Chiaverini, 2008).

Os aços AISI 4140 apresentam como principais constituintes após tratamento térmico a martensita e a bainita, muito embora poderão ser formadas algumas estruturas com considerável difusão como a ferrita pró-eutetóide, presentes nos diagramas tempo-temperatura-transformação (TTT) para os aços dessa classe (Lima, 2006).

A figura 1 apresenta o digrama TTT dos aços AISI 4140.



Figura 1 - Diagrama TTT para o aço AISI 4140 ("Principles of Heat Treating of Steels". In: *ASM Handbook*. 4, *Heat Treating* ERICSSON, 1991)

A martensita transfere sua elevada dureza e grande fragilidade ao aço temperado, cuja resistência à tração também aumenta consideravelmente. A dureza máxima que pode ser alcançada por um aço depende quase que exclusivamente da concentração de carbono (Krauss, 1999).

A figura 2 mostra a relação entre a dureza de microestruturas martensíticas com a concentração de carbono no aço (Krauss, 1999).

A relação da concentração de carbono e porcentagem de martensita com a dureza máxima aproximada, alcançada após têmpera, está apresentada na figura 3. Considerando-se uma concentração de carbono de 0,25% e uma porcentagem de martensita de 50%, observa-se que a dureza pode variar entre aproximadamente 30 e 40HRC, enquanto que para uma quantidade de martensita de 99,9% e a mesma concentração de carbono, a faixa de dureza fica entre 42 e 54HRC, aproximadamente (Becherer e Whiterford, 1991).



Figura 2 – Curva de vários autores da dureza de microestruturas martensíticas como uma função da concentração de carbono no aço (Krauss, 1999).



Figura 3 – Relação da concentração de carbono e porcentagem de martensita com a dureza (Bates, Totten, Brennan, 1991).

É importante ressaltar, entretanto, que quanto mais alta a porcentagem de martensita formada, melhores são as propriedades de impacto após o revenimento (Bates, Totten, Brennan, 1991).

Resultam também da têmpera: redução da ductilidade (baixos valores de alongamento e estricção) e da tenacidade. E ainda, quando a austenita se transforma em martensita durante a têmpera, o volume do metal expande levemente criando tensões na peça. Se um aço altamente temperável é tratado em uma taxa de resfriamento muito rápida, podem ocorrer trincas de têmpera em resposta às tensões induzidas. As trincas de têmpera normalmente iniciam em pontos de concentração de tensão e na superfície em contato com o meio de resfriamento e então crescem para o interior da peça. Por isso, há sempre o cuidado em eliminar pontos de concentração de tensões, mas principalmente em utilizar um meio de resfriamento que favoreça uma taxa de resfriamento adequada ao material. Por esse motivo, o aço AISI 4140 que apresenta relativamente alta temperabilidade, deve ser temperado em óleo ou em solução polimérica, havendo ainda a garantia de que sejam atingidos os níveis de resistência requeridos (Dufour, 2002).

A figura 4 mostra o diagrama de resfriamento contínuo para o aço AISI 4140 sobreposto a um gráfico de temperatura x tempo que corresponde a taxa de resfriamento no centro de uma barra de diâmetro de 2,25" durante uma têmpera em óleo (curva A) para previsão da estrutura final apresentada pelo aço (Krauss, 1995).



Figura 4 - Diagrama de resfriamento contínuo para o AISI 4140 (Krauss, 1995).

É possível observar que a austenita começa a transformar em ferrita proeutetóide no ponto 1 (após 20 segundos de resfriamento). Quando o ponto 2 é alcançado (após aproximadamente 45 segundos), 5% da austenita se transformou em ferrita. No ponto 2, a austenita remanescente começa a transformar em bainita. A transformação bainítica se completa no ponto 3, havendo então aproximadamente 5% de ferrita, 55% de bainita e o restante austenita não transformada. O ponto 3 marca o início da formação da martensita. Virtualmente toda a austenita remanescente transformará em martensita quando a temperatura ambiente for atingida, logo a estrutura final consiste de aproximadamente 5% de ferrita proeutetóide, 55% de bainita e 40% de martensita (Krauss, 1995).

2.2.2 Transformações martensíticas

O termo martensita foi originalmente utilizado para designar o constituinte resultante da decomposição da austenita durante a têmpera dos aços comuns. Posteriormente, observou-se que algumas ligas não ferrosas também sofriam este tipo de reação. Isso fez com que o termo se estendesse à denominação de qualquer

produto que sofresse uma transformação adifusional assistida por tensão (Guimarães, 1981).

Nos aços, a austenita é a fase em equilíbrio em temperaturas elevadas que se transforma em martensita sob resfriamento rápido o suficiente para alterar as condições de equilíbrio da fase ferrita (Lima, 2006).

A martensita é formada por um mecanismo de cisalhamento, no qual vários átomos se movimentam cooperativamente e quase simultaneamente para efetuar a transformação, mecanismo este bem diferente do movimento de átomo por átomo através de interfaces durante as transformações difusionais (Lima, 2006).

O rápido resfriamento (têmpera) promove um rearranjo na estrutura atômica, formando o microconstituinte martensita que confere ao aço endurecimento e aumento da resistência mecânica, mas também fragilidade (Vales, 2011). A transformação martensítica é adifusional, isto é, ocorre sem difusão da austenita pois a taxa de resfriamento (têmpera) é rápida o suficiente para impedir a difusão do carbono. Por essa razão a martensita tem exatamente a mesma composição que a austenita, até 2% de carbono (Krauss, 1995).

A transformação martensítica pode ser definida, portanto, como uma deformação plástica espontânea no estado sólido, ausente de difusão, em resposta às forças químicas internas e/ou esforços externos resultando em um movimento coordenado e/ou cooperativo entre os átomos da fase matriz, inferior ao parâmetro de célula e que mantém uma estreita correspondência de reticulado entre a fase matriz e a fase resultante, porém, agora, com nova estrutura cristalina (Santos, 2008). Neste caso, a energia de deformação da rede distorcida controla a cinética e a morfologia do produto durante a transformação (Santos, 2008).

Como a difusão é suprimida, normalmente pelo resfriamento rápido, os átomos de carbono não se dividem entre cementita e ferrita, e sim são aprisionados nas posições octaédricas de uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), produzindo então, a martensita. A solubilidade de carbono em uma estrutura CCC é enormemente excedida quando a martensita se forma, esta assume então uma estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) (Krauss,1995). A martensita, portanto, é uma solução sólida supersaturada em carbono com reticulado TCC (tetragonal de corpo centrado). Sendo a martensita intrinsecamente mais resistente do que a austenita, configura-se nas misturas, o reforço de uma matriz dúctil e de baixa resistência por um constituinte significativamente mais resistente. Observa-se que quanto maior a quantidade de martensita na mistura, maior a sua resistência mecânica e encruamento inicial e menor a ductilidade (Santos, 2008).



Figura 5 - Transformação austenita – martensita (Wurzbach, Defelice, 2004)

A martensita tem sua própria estrutura cristalina e composição e é separada de outras eventuais fases por interfaces bem definidas, entretanto ela é uma fase metaestável que está presente apenas porque a difusão foi suprimida. Essa instabilidade está associada com a energia de deformação que está relacionada com a sua estrutura repleta de discordâncias e maclas e também as interfaces que formam com a austenita (quando a austenita está presente) (Vales, 2011). Se a martensita for aquecida a uma temperatura onde os átomos de carbono tenham mobilidade, estes difundem dos sítios octaédricos para formar carbonetos. Como resultado, a tetragonalidade é aliviada, e a martensita é substituída por uma mistura de ferrita e cementita como previsto pelo diagrama de fase Fe-C, e desde que se trate de um aço ao carbono (Krauss, 1995).

O início da transformação martensítica ocorre quando os primeiros volumes da fase austenítica se transformam em martensita. A temperatura onde se inicia a transformação martensítica é chamada de M_s (s = start), que reflete a força termodinâmica necessária para iniciar a transformação da austenita em martensita. A temperatura onde a transformação da austenita em martensita é completa é chamada M_f (f = finish) (Vales, 2011). A cristalografia da fase matriz, condições de tratamento térmico, a composição do material e o estado de tensão, antes e durante da transformação, são fatores que influenciam consideravelmente a transformação martensítica e consequentemente na sua temperatura de transformação, cristalografia e na morfologia da fase produto (Santos, 2008).

A morfologia assume a aparência de ripas ou de agulhas (também conhecida como placas) em função da concentração de carbono (C). Para aços com 0,2-0,6% de carbono a martensita estará na forma de ripas, de 1,0-1,4% na forma de placas (ilustrada nas figuras 6a –6d). E entre 0,6 e 1,0% há uma mistura de ripas e placas (Krauss, 1999).

A Figura 6 mostra as faixas de carbono de formação e as temperaturas M_S (início da transformação martensítica) das duas morfologias para ligas Fe-C (Lima, 2006).





As ripas, formadas em aços de baixo e médio carbono, são placas longas e finas que se formam lado a lado, e estão alinhadas paralelamente entre si. As ripas são agrupadas em entidades estruturais maiores, os blocos. Os detalhes microestruturais desse tipo de martensita são muito finos para serem revelados por microscopia ótica. As placas descrevem propriamente a forma das unidades de martensita que se formam em aços de alto teor de carbono (Krauss, 1995).

Quando a transformação martensítica ocorre, a estrutura do material, cúbica de faces centradas (CFC), é transformada em cúbica de corpo centrado (CCC) por

um processo que, aparentemente, pode ser descrito como um cisalhamento brusco. Na nova estrutura, os átomos de carbono, nitrogênio e demais elementos de liga permanecem em solução, mas a presença de elementos intersticiais em teores acima do limite de solubilidade da fase CCC determina a sua distorção tetragonal de corpo centrado (TCC). Após a transformação, a vizinhança atômica e a composição química permanecem inalteradas (Guimarães, 1983). A Figura 7 mostra um modelo simplificado da transformação martensítica.



Figura 7 – Modelo simplificado da transformação martensítica (Morris e Olson, 1986).

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 plano invariante, sendo esta a forma mais comum em que pode ocorrer tal transformação, mantendo-se ainda a invariância do plano de hábito (Silva, 2012).

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



Figura 8 - Representação da formação de uma placa de martensita em matriz austenítica (Cottrell, 1975).

Esse comportamento adifusional é resultado da nucleação termicamente ativada. Acredita-se que quando a mudança estrutural envolve forças conservativas, a mobilidade interfacial não envolve difusão e o comportamento apresentado é uma mobilidade intrínseca, considerada um tipo especial de transformação martensítica (Hillert e Borgenstan, 2000).

Em 1924, Bain descobriu a existência de uma deformação intrínseca à transformação (mudança de forma) e propôs um mecanismo pelo qual a martensita poderia ser formada com um mínimo de movimentação atômica partindo da austenita. O mecanismo proposto foi descrito como deformação homogênea em que o movimento coordenado dos átomos converte a malha de Bravais cúbica de faces centradas (CFC) da austenita (A) na tetragonal de corpo centrado (TCC) ou cúbica de corpo centrado (CCC) da martensita (M) (Hillert e Borgenstan, 2000).

A figura 9 mostra de forma esquemática a correspondência entre a rede CFC e a rede TCC.



Figura 9– Representação esquemática da correspondência entre as redes CFC e TCC (Bhadeshia, 2001).

A reação martensítica é uma transformação estrutural, virtualmente nãodifusional, por distorção da malha de Bravais, com mudança de forma predominantemente cisalhante e cuja morfologia e cinética são determinadas pela energia elástica da transformação (Morris e Olson, 1986).

A quantidade de martensita formada é dependente da temperabilidade do aço que está relacionada à composição química e também dos parâmetros do tratamento térmico, como velocidade de resfriamento e temperaturas de austenitização. Todos os elementos de liga, à exceção do Co, contribuem para o aumento da temperabilidade, "facilitando" o processo de transformação martensítica (Vales, 2011).

Na figura 10 observa-se que com o aumento do teor de carbono ocorre uma diminuição na temperatura M_s (temperatura de inicio da transformação martensitica). A temperatura M_f (temperatura final da transformação martensítica) não é claramente definida, o que significa que a transformação nunca se completa, mesmo na temperatura de zero absoluto (0 Kelvin). Deste modo é esperada a presença de austenita retida em aços temperados (Reed Hill, 1982).



Figura 10 – Variação de M_s e M_f com o teor de carbono.

A partir de 1930, com o desenvolvimento dos conceitos de temperabilidade, um grande número de estudos mostrou que a dureza da martensita aumenta relativamente com o aumento da porcentagem de carbono, entre 0,05 a 0,5% em peso de carbono, como é possível observar na figura 11. Esse aumento na dureza da martensita está relacionada à eficiência dos átomos de carbonos intersticiais em restringir os movimentos das discordâncias (na forma de um efeito de solução sólida) (Vales, 2011).



Figura 11 - Efeito da quantidade de carbono na dureza da martensita (Vales, 2011).

A transformação martensítica, ao contrário das transformações de fase envolvendo processos de difusão, não depende do tempo, mas apenas da temperatura (Vales, 2011). Por esse motivo, a cinética da transformação martensítica é dita atérmica, uma vez que a conversão da microestrutura austenítica em martensítica acontece continuamente com o decréscimo da temperatura durante resfriamento suficientemente rápido e contínuo (Lima, 2006). Durante o processo de resfriamento, se a amostra for mantida em uma isotérmica, com temperatura abaixo de M_s, e acima de M_f, a reação cessará no momento em que toda a amostra estiver na presente temperatura. Não haverá crescimento da fase até que a temperatura novamente decresça. Logo, o processo de nucleação do cristal de martensita é ausente de ativação térmica e esta transformação será denominada de *transformação martensítica atérmica*. Esse comportamento é observado em ligas Fe-C, Fe-Ni, Fe-Ni-C, etc (Santos, 2008).

Uma possível explicação para o caráter atérmico é o fato de a austenita vizinha a uma placa de martensita ser fortemente deformada pela reação. Como os volumes das duas fases são diferentes, a martensita pode ter seu crescimento condicionado à resistência mecânica da fase matriz (austenita) (Santos, 2008).

A estabilização térmica da austenita é um dos muitos fenômenos relacionados à transformação martensítica. Esta é uma inibição da reação por meio de um tratamento térmico adequado e adição de elementos de liga (Santos, 2008).

2.2.3 Revenido

O revenido é o tratamento térmico destinado aos aços previamente temperados (microestrutura martensítica), pois elimina a maioria dos inconvenientes produzidos por este tipo de tratamento térmico (Chiaverini, 2008). É realizado em temperaturas inferiores à zona critica, com tempos de duração e velocidades de resfriamento controladas. Esse tratamento térmico permite, através de processos de difusão, a formação da martensita revenida, comumente usada para um aumento da tenacidade e/ou diminuição da dureza (Vales, 2011).

O revenimento reduz a fragilidade, ou seja, provoca o aumento da tenacidade dos aços endurecidos. A fragilidade de microestruturas martensíticas se deve a um número de fatores que podem incluir a distorção da rede causada pelos átomos de carbono aprisionados nos sítios octaédricos da martensita, segregação de átomos de impureza nos contornos de grão da austenita, formação de carbonetos durante têmpera e tensões residuais (Lima, 2006).

Os aços temperados são revenidos com o objetivo principal de obtenção de propriedades mecânicas específicas (aumento de ductilidade, tenacidade e resistência ao choque), aliviar tensões internas e garantir estabilidade dimensional a peça (o revenimento é acompanhado por uma redução de volume), corrige as excessivas dureza e fragilidade do material (Chiaverini, 2008).

No revenimento de um aço temperado, o material é aquecido em temperatura abaixo da crítica, usualmente entre 175°C e 705°C, e mantido durante um intervalo de tempo para que ocorram transformações na microestrutura com o objetivo de aumentar suas propriedades de ductilidade e tenacidade (Wisti et al.,1991).

O aquecimento na martensita supersaturada em carbono permite a reversão do reticulado instável ao reticulado estável cúbico centrado, produz reajustamentos internos que aliviam as tensões e, além disso, uma precipitação de partículas de carbonetos, cuja natureza depende da composição química da liga e da temperatura e do tempo de revenimento (Chiaverini, 2008).

Dependendo da temperatura de revenido, pequenas ou grandes transformações verificam-se na estrutura da martensítica. Baseando-se em estudos metalográficos, de difração de raios X e de dilatometria, o revenimento dos aços ao carbono e aços baixa-liga apresentam as seguintes etapas:

 Entre 25º e 100ºC, ocorre segregação ou uma redistribuição do carbono em direção a discordâncias; essa pequena precipitação localizada do carbono pouco afeta a dureza. O fenômeno é predominante em aços de alto carbono (Chiaverini, 2008);

- Entre 100° a 250°C é chamado de primeiro estágio do revenido ou alívio de tensões, pois não há alterações microestruturais sensíveis. As estruturas, quando atacadas, apresentam aspecto mais claro, idêntico ao da martensita original, à temperatura mais baixa ou, à temperatura mais alta, aspecto mais escuro. Essa última estrutura é chamada por "martensita revenida". Nessa faixa de temperatura, o carbono difunde-se do reticulado da martensita, ocorrendo precipitação de carbonetos de transição metaestáveis (carboneto ε - Fe₂₋₃C) e reticulado hexagonal; este carboneto pode estar ausente em aços de baixo carbono e de baixo teor em liga. Há uma pequena diminuição da dureza e pequeno aumento da tenacidade (Chiaverini, 2008);

 Entre 200º a 300ºC, ou segundo estágio do revenido, ocorre transformação de austenita retida em bainita; a transformação ocorre somente em aços-carbono de médio e alto teor de carbono; a dureza Rockwell continua a cair. Em aços contendo austenita retida, ocorre a decomposição desta para ferrita e cementita (Chiaverini, 2008);

- Entre 250° a 350°C ou terceiro estágio do revenido, inicia-se a precipitação de carbonetos finos. Forma-se um carboneto metaestável (Fe₅C₂) o qual origina uma estrutura com aparência de um agregado escuro onde ainda se nota a origem martensítica; quando ocorre esta transformação, verifica-se acentuada queda da dureza Rockwell, podendo atingir valores pouco acima a 50; A martensita perde gradualmente a tetragonalidade e, conseqüentemente, sua dureza e resistência mecânica (Chiaverini, 2008);

- Entre 400° a 600°C, ocorre uma recuperação da subestrutura de discordância; os aglomerados de Fe₃C passam a uma forma esferoidal, ficando mantida uma estrutura de ferrita fina acicular; a dureza Rockwell cai para valores de 45 a 25 (Chiaverini, 2008);

 Entre 500° a 600°C, a transformação é chamada "endurecimento secundário" ou quarto estágio do revenido; ocorre somente nos aços contendo Ti, Cr, Mo, V, Nb ou W, onde há precipitação de carboneto de liga que provocam o aumento da dureza, e, eventualmente, transformação em martensita da austenita retida (Chiaverini, 2008);

- Finalmente, entre 600° a 700°C, ocorre recristalização de crescimento de grão; a cementita precipitada apresenta forma nitidamente esferoidal; a ferrita apresenta forma equiaxial; a estrutura é freqüentemente chamada "esferoidita" e caracteriza-se por ser muito tenaz e de baixa dureza, variando de 5 a 20 Rockwell C. Esse tipo de estrutura constituída de partículas de carboneto num fundo de ferrita confere ao aço as melhores características de usinabilidade (Chiaverini, 2008).

Existem duas faixas de temperatura favoráveis para o revenido dos aços, no sentido de melhorar sua tenacidade: 100°C a 250°C, na qual resulta apenas um ligeiro acréscimo na tenacidade e acima de 425°C, na qual se obtém uma melhora considerável na tenacidade, com prejuízo, porém da resistência mecânica e da dureza. Portanto, a temperatura de revenido pode ser escolhida de acordo com a combinação de propriedades mecânicas que se deseja no aço temperado (Chiaverini, 2008). Quanto maior a temperatura e o tempo de revenido, menor será a dureza e a resistência dos aços, e maior a ductilidade e tenacidade. Esta afirmativa está ilustrada na figura 12 (Marder, 1984).



Figura 12 - Curva de dureza em função da temperatura do aço 4140, normalizado a 870°C e temperado (a). Tenacidade em função da temperatura de revenimento para o aço 4140 revenido por uma hora (b) (Chand7ler, 1995).

A martensita revenida pode ser quase tão dura e resistente quanto à martensita após a têmpera, entretanto com uma ductilidade e uma tenacidade substancialmente melhoradas (Vales, 2011).

Os microconstituintes da martensita revenida são: martensita, austenita retida e carbonetos. A microestrutura da martensita revenida consiste em partículas de cementita extremamente pequenas e uniformemente dispersas, cerradas no interior de uma matriz contínua de ferrita (Krauss, 1999).

Durante o revenimento a austenita retida pode se transformar em bainita (em baixas temperaturas de revenimento). A transformação desta austenita retida em martensita ainda pode ocorrer em um resfriamento posterior da temperatura de revenido até a temperatura ambiente, pois a austenita perde C, com isso a temperatura M_s sobe e a transformação pode ocorrer. Daí a necessidade de se realizar mais do que um revenido em aços com alta porcentagem de austenita retida (Silva, 1988). Uma complicação adicional é a estabilização da austenita se houver um tempo de atraso entre a têmpera e o revenido, dificultando a transformação da austenita em martensita (Canale, 2008).

A dureza e resistência são explicadas pelo grande número de contornos entre as fases ferrita e cementita devido às numerosas e finas partículas de cementita. A fase cementita, dura, reforça a matriz de ferrita ao longo dos contornos e atuam como barreiras de discordâncias durante a deformação plástica. A fase ferrita é muito dúctil e relativamente tenaz; o que responde pela melhora da ductilidade e tenacidade na martensita revenida (Collins, 1996).

Em aços de alta liga como os aços ferramenta, pode ocorrer um aumento da dureza com o aumento da temperatura do revenimento como pode ser constatado na figura 13. Esse pico de endurecimento é chamado de endurecimento secundário e se dá pela fina e uniforme precipitação de carbonetos. O grau de precipitação é em função da disponibilidade de C e elementos de liga na matriz. Os carbonetos precipitados da martensita ou da austenita retida durante o revenimento possuem tamanhos e distribuição dependentes dos fenômenos da nucleação e crescimento influenciados por um grande número de fatores entre eles o tempo de revenimento e o tratamento térmico efetuado (Collins, 1996). Assim, o processo de endurecimento, não é limitado à transformação direta da austenita em martensita, pois durante o revenido, um considerável endurecimento secundário ocorre devido à precipitação de carbonetos de liga. Alguns carbonetos presentes na microestrutura final são

aqueles que não dissolveram durante o processo de austenitização e possuem uma forma mais grosseira sendo denominados carbonetos eutéticos (Vales, 2011).

O revenido de alguns aços pode resultar em uma redução na tenacidade, esse fenômeno é conhecido como fragilização por revenido. Essa fragilização ocorre quando o aço é revenido lentamente por longos períodos ou resfriado lentamente entre 375 °C e 575 °C. As ligas de aço suscetíveis a fragilização por revenido contêm concentrações apreciáveis dos elementos de liga Mn, Ni e Cr e adicionalmente, um ou mais dentre os elementos Sb, P, As, e Sn na forma de impurezas desloca a transição dúctil-frágil para temperaturas significativamente mais elevadas (Callister, 2008). Outro tipo de fragilização que também pode ocorrer é a fragilização azul, resultante da precipitação de filmes de cementita nas agulhas de martensita durante o revenido (Collins, 1996).

2.3TRANSFORMAÇÃO DA AUSTENITA RETIDA

Como a transformação da austenita em martensita não é dependente do tempo e sim do grau de resfriamento abaixo da M_s, após a têmpera, pode-se ter à temperatura ambiente certa de quantidade "austenita retida" ou "austenita residual" que degrada as propriedades mecânicas dos aços temperados e ainda, ao se transformar posteriormente, pode ocasionar o fenômeno de instabilidade (Vales, 2011).

A transformação dessa austenita residual é realizada por intermédio de diversos procedimentos. Um deles é o revenido. Como se viu, o chamado "segundo estágio de revenido" - entre 200° e 300°C - transforma a austenita retida em bainita. Esta reação do revenido prevalece somente em aços de médio ou alto carbono. Na realidade, no revenido, para a obtenção de certo grau de estabilidade dimensional, seria necessário empregar-se a máxima temperatura de aquecimento permissível, tendo em vista a dureza desejada, de modo a desenvolver-se a contração máxima possível. Em alguns tipos complexos de aços - como os aços rápidos - surge a necessidade de mais de uma revenido, visto que no resfriamento posterior ao primeiro revenido, forma-se martensita que deve, em consequência, ser revenida, o que se faz através de um segundo aquecimento do aço (Chiaverini, 2008).

Para transformar a austenita retida é possível ainda utilizar um artifício que se poderia chamar de "sazonamento", ou seja, manutenção das peças tratadas em
estoque por um determinado período de tempo ou submetendo-as repetidamente aos extremos de temperaturas esperadas em serviço. Procura-se, assim, forçar a ocorrência das modificações dimensionais antes de se utilizar as peças, o que, entretanto, raramente se consegue (Chiaverini, 2008).

Outro método que possibilita a transformação da austenita retida é a promoção de certo grau de encruamento nas peças, o que, obviamente, não serve para garantir a estabilidade dimensional (Chiaverini, 2008).

Choque mecânico tem sido usado como o mesmo objetivo, com resultados limitados, contudo, devido à dificuldade do seu controle (Chiaverini, 2008).

Freqüentemente têm sido usados ciclos acelerados de envelhecimento, com resultados aproximadamente idênticos aos obtidos do revenido comum (Chiaverini, 2008).

Outro método é o resfriamento "sub-zero", ou seja resfriamento, após o aquecimento para têmpera, a temperaturas abaixo de zero, para, se possível, ultrapassar a linha Mf dos Diagramas TTT. Quanto mais baixa a temperatura subzero, mais completa a transformação da austenita e menos provável o fenômeno de instabilidade dimensional. Além disso, observa-se redução da tenacidade e modesto aumento da resistência ao desgaste (Chiaverini, 2008).

Neste caso, a maior parte da austenita residual transforma-se em martensita com um aumento da dureza. Quanto maior a quantidade de austenita retida original em martensita, maior o aumento da dureza. Dependendo da posição da linha M_f, que é função da composição do aço, poderá haver necessidade recorrer-se a meios de resfriamento muito drásticos, como nitrogênio líquido (-200°C) ou gelo seco (-68°C) ou hélio líquido (-268°C) ou métodos de resfriamento como refrigeração mecânica, que permitem temperaturas de -45°C a -100°C. Esse tratamento, entretanto, não é muito seguro devido ao choque térmico que resulta, podendo provocar o aquecimento de fissuras de resfriamento (Chiaverini, 2008).

Com tudo isso, verifica-se o aumento no volume de carbonetos da microestrutura após revenimento, significativo aumento de resistência ao desgaste, aumento de tenacidade pela eliminação da fragilização da martensita revenida devido tanto à redução da austenita retida quanto á precipitação preferencial de finos carbonetos, ao invés da formação de filmes de carbonetos em contorno de grão e praticamente nenhum aumento de dureza (Yun, 1998).

Os problemas devido ao excesso da austenita retida têm incomodado a indústria dos aços ferramentas desde o século XIX, uma das causas primárias de falha prematura da ferramenta e é universalmente considerada prejudicial. A austenita retida pode tornar-se metaestável com o tempo, transformando-se posteriormente durante o trabalho, causando uma distorção na peça e /ou tensão na peça podendo levar a formação de trincas. Portanto qualquer alteração dimensional com o tempo deve ser evitada. A quantidade de austenita retida permitida em aços para trabalho a quente também é difícil se determinar, pois varia conforme a aplicação (Vales, 2011).

Entre os fenômenos conhecidos que podem explicar a presença da austenita retida tem-se: A adição dos elementos de liga gamagênicos e principalmente o carbono C que estabilizam a austenita, aumentando a energia necessária para produzir o mecanismo de cisalhamento na formação da martensita; ocasionando uma queda no valor de M_s e consequentemente e M_f. Quanto maior a temperatura de austenitização, pode haver também o aumento do tamanho de grão como resultado do aumento da temperatura de austenitização e maior a dissolução de carbono e elementos de liga na rede baixando a M_s. Interromper ou diminuir a velocidade do resfriamento pode permitir o alívio de tensões e possivelmente a difusão, reduzindo a força motriz para a formação da martensita, dificultando a mobilidade das interfaces de martensita/austenita levando a redução da M_s (Collins, 1996). Também há alguns elementos de liga que promovem a estabilização da austenita (C, Co,Cu,Mn,Ni,N) (Roberts, Krauss, Kennedy,1980).

2.4 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

Nas últimas décadas, um interesse especial tem sido demonstrado pelos efeitos de baixas temperaturas no tratamento térmico dos aços. Há relatos de estudos nesta área desde 1930, quando eram realizados em torno de -80°C. Estes tratamentos ficaram conhecidos como tratamento criogênico sub-zero (com o uso de metanol, gel seco ou freon) e têm por objetivo transformar a austenita retida após a têmpera e melhorar a estabilização da martensita (Huang, 2003). Entretanto esse processo era limitado em -80°C e não alcançava a linha M_f de alguns aços, sendo impossível a transformação completa da austenita em martensita (Canale, Mesquita, Totten, 2008).

Com o desenvolvimento da tecnologia de baixas temperaturas, iniciou-se o uso do tratamento criogênico profundo (TCP), também conhecido como tratamento ultra subzero, que é um tipo de tratamento que consiste em submeter os materiais a temperaturas muito baixas (da ordem de -196°C, que é a temperatura do nitrogênio líquido) durante períodos prolongados de tempo e posteriormente retorno à temperatura ambiente gradualmente, promovendo a precipitação de carbonetos finos, com ganho em tenacidade, estabilidade dimensional e resistência ao desgaste (Wurzbach e Defelice, 2004). Os resultados superiores deste tipo de tratamento distingue o TCP do tradicional sub-zero, no qual a temperatura mínima atingida está em torno de -80°C (Mariante, 1999). Existem diversas variantes, mas a duração total do processo, no caso de um tratamento criogênico profundo, geralmente supera a 48h (Yun, 1998).

O tratamento criogênico profundo (TCP) é um processo térmico lento e controlado, que exige um controle muito rígido a fim de se evitar o choque térmico e extrair o máximo do processo.

O sistema de transferência de calor no TCP é do tipo sólido-sólido e geralmente as peças são resfriadas por algumas horas em gelo seco (CO₂). Este tratamento minimiza o teor de austenita residual pelo abaixamento da temperatura da peça em direção à temperatura de fim da transformação martensítica (M_f), sendo que a dureza do aço aumenta com a elevação do percentual de martensita na estrutura (Juste, Almeida, Antônio De Paula, 1986). Grande parte da austenita retida é transformada em temperaturas de ordem de-80°C e-110°C e apenas uma pequena quantidade se transforma entre -110°C e -196°C. Durante o tratamento criogênico a martensita, supersaturada de átomos de C, sofre uma contração na sua rede tetragonal tornando-a instável termodinamicamente. Os átomos de C seriam empurrados para fora dos seus interstícios podendo formar clusters (aglomerados), verdadeiros sítios de nucleação para a precipitação preferencial de carbonetos durante o aquecimento da temperatura criogênica até a temperatura ambiente (Meng, Takashira, Azuma, Sohma, 1994).

No tratamento criogênico, a decomposição da martensita e a precipitação de carbonetos ultrafinos são semelhantes ao revenimento convencional, difere apenas pelo fato de que as transformações ocorrem a baixas temperaturas, fazendo com que os precipitados sejam muito menores e mais difusos (Meng, Takashira, Azuma, Sohma, 1994).

Melhoria do tempo de vida à fadiga, redução das tensões residuais, maior estabilidade dimensional e melhoria da condutividade térmica e elétrica são benefícios alcançados quando o material é submetido ao tratamento criogênico (Silva, 1999). Em aços ferramenta, os efeitos já observados do TCP na microestrutura são a intensa redução do nível de austenita retida e, principalmente, o aumento expressivo na fração de carbonetos complexos ultrafinos (carbonetos de cromo, carboneto de tungstênio, etc., dependendo dos elementos de liga presentes no aço) precipitados na matriz martensítica (Mariante, 1999).

O tratamento sub-zero diminui substancialmente a quantidade de austenita retida em relação ao tratamento térmico convencional, porém não decompõe a martensita, que é transformada durante o tratamento a baixas temperaturas. Em um revenimento posterior haverá a formação do carboneto ε que é prejudicial e não haverá a precipitação do carboneto η (Kamody, 1998). Assim o tratamento criogênico não só transforma a austenita retida em martensita, mas também altera a morfologia da martensita de tetragonal para octaedral (Kamody, 1998). Então, após o tratamento criogênico grande quantidade da austenita retida foi transformada em martensita e subsequentemente decomposta. Ao revenir esta martensita tratada criogenicamente, haverá a precipitação de finos carbonetos e com uma distribuição mais homogênea na martensita revenida que produzirá resistência e tenacidade na matriz martensítica aumentando, assim a resistência ao desgaste (Yun, Xiaoping, Hongshen, 2008).

Segundo alguns autores, o efeito do endurecimento secundário não ocorrerá se for feito um revenido, anterior ao processo criogênico, em faixas de temperatura que promovam o endurecimento secundário durante o revenido. Para outros, o tratamento criogênico elimina o pico de endurecimento secundário nos aços ferramentas para trabalho a frio (D2) devido às transformações ocorridas no banho criogênico, onde o pico de endurecimento desaparece devido à ausência de austenita retida (Yun, Xiaoping, Hongshen, 2008).

Acima de 500 °C há a difusão dos elementos de liga presentes na solução sólida substitucional. Essa condição não ocorre em temperaturas mais baixas, onde apenas a difusão de elementos intersticiais como o carbono é possível, promovendo a precipitação de carbonetos de ferro do tipo Fe₂C e Fe₃C.

A transformação da austenita retida e a precipitação de carbonetos são os mecanismos responsáveis pelas mudanças nas propriedades mecânicas nos aços tratados criogenicamente (Vales, 2011).

Alguns trabalhos na literatura mostram que as principais propriedades modificadas pelo tratamento criogênico são: dureza, tenacidade, resistência ao desgaste, estabilidade dimensional e resistência à fadiga térmica (Pellizzari e Molinari, 2008). Essas mudanças estão relacionadas com a composição química e o tratamento térmico realizado anteriormente no aço. O efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas dos aços depende dos parâmetros do processo e a maneira pela qual ele é combinado com tratamento térmico (Yun, Xiaoping, Hongshen, 2008).

Em muitos casos há um aumento na dureza da ordem de 1 a 3 HRC, embora alguns autores reportem pequenos aumentos (0,5 HRC). Uma uniformidade na dureza também é alcançada com o tratamento criogênico (Collins, 1996). O aumento da dureza por meio do tratamento criogênico está relacionado à transformação da austenita retida em martensita (Collins, Domer, 1997). Entretanto, Moore em seu estudo sugere que a dureza do aço H13 pode ser dependente do tempo de encharque no banho criogênico e da taxa de resfriamento (Moore e Collins, 1993).

A estabilidade dimensional é obtida com tratamentos criogênicos, pois elimina-se a possibilidade de transformação da austenita retida em serviço. Assim, o aumento na tenacidade foi evidenciado em diversas experiências (Collins, 1996) sendo atribuída à transformação da austenita retida em martensita e a sua decomposição em ultrafinos carbonetos (Yun, Xiaoping, Hongshen, 2008).

A resistência ao desgaste é um dos principais ganhos do tratamento criogênico (com ou sem aumento da dureza) comparado com o tratamento térmico convencional. Outros ganhos observados foram em relação ao acabamento superficial após retífica e uniformidade de desgaste (Collins, 1996).

Trabalhos da literatura reportam que o tratamento criogênico melhora substancialmente a resistência ao desgaste não apenas pela transformação da austenita retida, mas por meio da precipitação do carboneto η (Meng, Takashira, Azuma, Sohma, 1994).

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. Quando uma partícula abrasiva é comprimida sobre a superfície, a matriz com os carbonetos resistem ao sulcamento (Collins, 1996).

Uma das características marcantes deste processo é que nem a aparência e nem as dimensões da peça submetida ao tratamento são alteradas e por isso, ele é totalmente indetectável, tendo em vista que as alterações produzidas são a nível microestrutural (Silva, 1999).

O tratamento criogênico profundo é um processo suplementar ao processos de tratamentos térmicos convencionais em aços, portanto, não os substitui. (Gobbi, 2009) É um tratamento relativamente de baixo custo que consiste de um tempo permanente de tratamento na temperatura criogênica. Os benefícios do processo, portanto, dependem tanto da temperatura utilizada quanto do tempo de permanência nesta temperatura e dependem ainda de uma combinação prévia entre o tratamento habitual e o tratamento criogênico. (Silva,1999).

Ao contrário dos revestimentos, o tratamento criogênico é permanente e é aplicado em todo o volume e não apenas superficialmente, o que garante a manutenção de suas propriedades ao longo de toda a vida da ferramenta. (Moreira, Ávila, Godoy, Abrão, 2009)

Um tratamento adequado na faixa de temperatura entre -150 $^{\circ}$ C e -195 $^{\circ}$ C pode apresentar os seguintes resultados:

✓ Completa transformação da austenita em martensita.

 ✓ Redução da tensão interna na martensita e conseqüente redução da tendência de formação de micro fratura.

 ✓ Formação de carbono finamente disperso de forma homogênea na matriz martensítica.

 Excepcional aumento da resistência ao desgaste e aderência.

✓ Aumento da tenacidade e da resistência a tração.

Melhor condutividade térmica e elétrica

 \checkmark Aumento de vida em relação a fadiga, mecânica e térmica.

Usinabilidade melhorada e acabamento superficial.

✓ Efeito permanente e em todo o componente (não apenas na superfície).

✓ Pode seguir os tratamentos térmicos usuais.

Maior duração dos utensílios tratados e redução dos custos.

O tratamento criogênico é aplicado em praticamente todos os setores: usinagem, estampagem, soldagem, siderurgia, indústria química, papeleira, etc. Em resumo, continuamente se encontram novas aplicações para as quais o processo de tratamento criogênico é indicado. (Gobbi, 2009)

2.5 PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS FINOS

/

Existem duas hipóteses rivais que buscam explicar os efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas (resistência ao desgaste e tenacidade) dos aços. A primeira defende que a única mudança que ocorre no aço durante o processo criogênico é a transformação da austenita retida em martensita pelo resfriamento em temperaturas próximas ou abaixo da temperatura M_f. Este mecanismo já foi abordado anteriormente.

A outra defende que além da transformação da austenita retida, o condicionamento da martensita em temperaturas criogênicas gera condições para a precipitação de carbonetos ultrafinos no revenimento (Sartori, 2009).

Resultados mostram que tratamentos criogênicos não somente convertem essa austenita retida em martensita, mas também alteram a morfologia da martensita e precipitam carbonetos ultrafinos, conhecidos com carbonetos η (Sartori, 2009).

Por ser um fenômeno adifusional complexo de transformação de fase e tendo em vista os baixos valores de temperatura e mobilidade dos átomos, a precipitação de carbonetos a temperaturas criogênicas na ordem de -196°C é pouco conhecida. O início da formação de carbonetos de transição estequiométrica Fe₂C (carboneto-η), a esta temperatura, foi estudado entre 1980 e 1990. Foi identificado a partir daí um mecanismo através do quais os átomos de carbono saem de suas posições intersticiais originais no reticulado tetragonal do ferro, assumindo o carboneto-η uma estrutura ortorrômbica (Barron, 1982) (Barron, *1990).*

Estudos de dilatometria em materiais submetidos a tratamentos criogênicos em nitrogênio líquido verificaram redução de volume da amostra na faixa de -90° a +20°C, redução esta atribuída à decomposição da martensita e segregação de átomos de carbono em defeitos microscópicos (Sartori, 2009).

Este condicionamento da martensita a baixa temperatura dá-se pelo fato de que um contínuo resfriamento ocasiona uma elevação na energia de deformação da martensita, aumentando sua instabilidade e afetando sua estrutura de discordâncias a medida que a rede cristalina do ferro sofre contração em diferentes direções atômicas. Para um tempo suficientemente longo, os átomos de carbono são forçados para fora das posições intersticiais originais devido à contração da rede, sendo deslocados para novas posições onde formam a estrutura de um carboneto de transição de dimensões submicroscópicas. Estas estruturas formadas em grandes quantidades na matriz martensítica atuam como núcleos para formação de finos carbonetos estáveis quando do aquecimento a temperatura ambiente ou revenimento (Huang, Zhu e Liao, 2003).

2.6 MECÂNICA DA FRATURA

O comportamento de um metal ou liga metálica em fratura pode ter várias classificações, dependendo do critério abordado (Fortes, 2003).

Sob o ponto de vista de energia absorvida durante o processo de fratura, podemos ter a fratura frágil, associada com uma pequena quantidade de energia absorvida e a fratura tenaz, onde é consumida uma grande quantidade de energia antes de ocorrer a fratura (Fortes, 2003).

Sob o ponto de vista da deformação plástica que ocorre na vizinhança das superfícies de fratura, a fratura pode ser classificada como dúctil ou frágil. Quando a deformação plástica precedendo a fratura é intensa, dizemos que a fratura é dúctil. Como a deformação plástica ocorre com consumo de energia, a fratura dúctil está vinculada a um comportamento tenaz. Por outro lado, a fratura frágil é aquela que ocorre com baixo nível de deformação plástica e portanto, com pequeno consumo de energia (Fortes, 2003).

Sob o ponto de vista de micromecanismos de fratura, podemos dizer que a fratura dúctil normalmente ocorre por cisalhamento, enquanto que a fratura frágil ocorre por clivagem (Fortes, 2003).

Assim, podemos sumarizar as diversas classificações dos processos de fratura conforme a tabela 2 (Fortes, 2003).

PONTO DE VISTA	CLASSIFICAÇÃO DA FRATURA				
Modo cristalográfico	Cisalhamento	Clivagem			
Aspecto da fratura	Fibrosa	Granular			
Deformação plástica	Dúctil	Frágil			
Energia absorvida	Tenaz	Frágil			

Tabela 2. - Diversas classificações dos processos de fratura (Fortes, 2003).

Segundo Tokimatsu (1995), a tendência em classificar as fraturas segundo a base dual dúctil- frágil tende a ser confusa. Apenas em alguns casos os dois tipos de falha são perfeitamente discerníveis, na maioria das vezes não há uma distinção perfeita entre fraturas frágeis e dúcteis (Tokimatsu, 1995).

Os metais podem fraturar por clivagem – mecanismo basicamente frágil, após uma deformação plástica relativamente grande. Da mesma forma, é também possível ocorrer uma deformação macroscópica desprezível em um metal que fratura por um micromecanismo dúctil – por microcavidades. Tais acontecimentos geram muita confusão e dificultam a classificação baseada em um único critério. Como os critérios possuem origens distintas, é comum ocorrer de uma fratura ser classificada como dúctil por um determinado critério e como frágil, quando outro critério é utilizado. Necessita-se ter em mente que não existe uma classificação universal aceita para classificar os vários tipos de fratura. Portanto é necessário especificar claramente qual critério de classificação que está sendo utilizado (Tokimatsu, 1995).

Quando um certo material apresenta baixa capacidade de se deformar plasticamente este não é capaz de rela 1xar tensões concentrada nas proximidades de defeitos nele contidos. Dessa forma, uma trinca presente na sua estrutura se propagará de forma repentina, rápida e instável, acompanhada de deformação plástica localizada ao redor de sua frente (ponta) muito pequena, resultando numa fratura frágil (Meyerse Chawla, 1984). Neste contexto se inserem os conceitos da mecânica da fratura linear elástica (MFLE) (Silva, 2001).

A Mecânica da Fratura Linear Elástica avalia o comportamento dos materiais quanto à presença de descontinuidades internas e superficiais (Fortes, 2003).

Este segmento das ciências dos materiais se baseia em duas hipóteses básicas: i) um dado corpo sempre contém defeitos estruturais internos ou superficiais; ii) e apresenta comportamento linear elástico isotrópico. Este comportamento linear elástico pode ser obtido de três formas distintas:

- através do aumento da taxa de deformação;

- com a diminuição da temperatura durante a solicitação;

- com o estado plano de deformação (triaxialidade de tensões).

Ou seja, em condições ambientais e do estado de tensões e carregamento onde a deformação plástica localizada à frente da trinca seja restringida, tanto pela redução da mobilidade de discordâncias, quanto pela redução da tensão de cisalhamento máxima (Silva, 2001).

Matematicamente, a MFLE define relações entre o carregamento ao qual um dado corpo mecânico é submetido e as dimensões dos defeitos que este corpo contém, determinando o campo de tensões nas proximidades destes defeitos (Anderson, 1991). Este campo de tensões no plano à frente da ponta de uma trinca (figura 13), num material linear elástico isotrópico, submetido a um carregamento perpendicular (modo I de carregamento) a este plano pode ser assim definido:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_l}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta)$$

(1)

Onde σ_{ij} é um tensor de tensão definido nas coordenadas i e j; $f_{ij}(\theta)$ é uma função do ângulo θ ; K_I é o fator de concentração de tensões na ponta da trinca, a partir do qual pode se definir componentes de tensão, deformação e abertura da

trinca como uma função de das coordenadas r e θ (Silva, 2001).

Por outro lado, é possível estabelecer uma relação entre o fator de intensificação de tensão e uma tensão remota aplicada, considerando uma placa infinita. Se todos os componentes de tensão locais forem proporcionais à tensão remota, K será também proporcional a σ . E através de considerações oriundas das

teorias da elasticidade, pode-se estabelecer uma relação que também envolva o tamanho de trinca, na condição mais comum em que o esforço externo seja perpendicular ao plano desta trinca (modo de carregamento I) (Anderson, 1991):

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a Y} \tag{2}$$

onde Y é função da geometria do sistema mecânico.



Figura 13 - Campo de tensões atuando sobre um elemento localizado à frente de uma trinca.

2.6.1 Tenacidade à fratura

A tenacidade nos aços AISI 4140 é tratada considerando a habilidade de destes materiais em se deformar antes da ruptura (ductilidade) e habilidade de resistir à deformação permanente (resistência elástica) conforme trabalho clássico (Roberts e Grobe, 1947). No meio industrial, estes conceitos são correlacionados com os resultados obtidos em ensaios de flexão, principalmente a resistência à ruptura transversal, cuja relação com a tenacidade à fratura está bem estabelecida, apresenta menor dispersão dos resultados, além da maior facilidade de execução laboratorial (Mesquita e Barbosa 2000).

Tenacidade, de maneira simplificada, é uma medida da capacidade de um material para absorver energia até a fratura. A geometria dos corpos de prova e a maneira de aplicação da carga são importantes nas determinações de tenacidade. E ainda, a tenacidade depende das condições de têmpera e revenimento, comportando-se inversamente proporcional à dureza (Silva, 2001).

A tenacidade é a área abaixo da curva σ-ε até o ponto de ruptura. Isso pode ser verificado na figura 14, na qual a curva tensão-deformação é esquematizada para dois tipos de materiais: um dúctil e um frágil. O material frágil, mesmo apresentando maior limite de escoamento e maior resistência mecânica, é

menos tenaz que o material dúctil. Isso pode ser deduzido, comparando-se as áreas ABC e AB´C´ (Callister, 2008).



Figura 14 - Representação esquemática do comportamento tensãodeformação para um material dúctil e frágil testados até a fratura (Callister, 2008).

A tenacidade à fratura de iniciação é considerada uma propriedade do material e portanto deve ser independente de tamanho, geometria e níveis de carregamento para um material com uma determinada microestrutura. Uma medição confiável de tenacidade à fratura é um pré-requisito para o projeto de componentes eistruturata 3117((c))-4..3816743867-72224957((c))-0429355850((t))2.8420569((t)52684(7)-(C2528571(p)7-(t))33171722



o crescimento de trinca basta que a energia requerida para formar uma trinca adicional de tamanho a+*da* possa ser proporcionada pelo sistema (Broek, 1991).

Tem-se uma situação crítica quando:

$$D(U-F+W)/da=0 \implies d(F-U)/da=dW/da$$
 (3)

onde U é a energia elástica contida na chapa, F é o trabalho realizado pela força externa e W é a energia para a formação da trinca. Ou seja, se a taxa de liberação de energia ou força de extensão da trinca (G=d(F-U)/da) tornar-se igual à força de resistência desta trinca (R=dW/da), a extensão da trinca pode ocorrer (figura 15).

O fator de intensificação de tensões (K) pode ser relacionado com a taxa de liberação de energia (G) (Anderson, 1991):

$$G=K_1^2/E^2$$
 (4)

onde E' é o módulo de elasticidade do material que depende do estado de tensões (E/(1-v2)), se estado plano de deformação; E, se estado plano de tensão).



Figura 15 – Relação entre G e R num processo controlado pela deformação.

Se o estado de tensão é o plano de deformação e R é aproximadamente independente do comprimento de trinca, a taxa de liberação de energia crítica (G_{IC}) e, por consequência o fator de intensificação de tensões crítico (K_{IC}) podem ser tomadas como propriedades do material. Estas considerações, entretanto, tem limitações e só seriam irrefutáveis se avaliado um material idealmente frágil, como vidro, onde a energia para o crescimento da trinca corresponde apenas à energia superficial associada às novas superfícies livres de trinca criadas neste crescimento (Silva, 2001).

Nos materiais de engenharia, por outro lado, estes conceitos são uma aproximação e tem validade limitada. De acordo com Irwin e Orowan, nos metais, além da energia consumida para formar novas superfícies livres de trinca o sistema diminui sua energia através da deformação plástica localizada à frente da trinca (zona plástica) durante a propagação da trinca (Anderson, 1991). A equação 1 indica que a tensão na ponta da trinca é proporcional a $1/\sqrt{r}$ e tende para o infinito quando r tende a zero, o que é inconsistente com as observações reais. Esta inconsistência entre a matemática e o fenômeno físico é por si só, uma demonstração da presença desta zona plástica (figura 16) (Silva, 2001).

Em outras palavras, na maioria dos materiais, um escoamento local ocorre na ponta da trinca, "relaxando" as tensões ali presentes. Matematicamente isto pode ser demonstrado tomando por base a chamada aproximação de Irwin, que estabelece como tamanho efetivo da zona plástica, para um estado plano de deformações:

$$T_{\mathcal{Y}} = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{FS}} \right)^2 \tag{5}$$

onde K_{IC} é a tenacidade à fratura do material no estado plano de deformação; σ_{YS} é o limite de escoamento do material (Silva, 2001).

A MFLE terá validade enquanto esta zona plástica for pequena se comparada com o tamanho da trinca que a origina (Broek, 1991). Este é o caso em materiais onde a fratura ocorre em tensões apreciavelmente abaixo do limite de escoamento e sob condições de deformação plana. Estas considerações teóricas acrescidas de observações experimentais dos resultados de tenacidade à fratura de diversos materiais estabelecem que KI pode ser tomado com KIC desde que o tamanho de trinca e as dimensões do elemento analisado atendam a relação (Anderson, 1991, Meyers e Chawla, 1984; Broek, 1991; ASTM, 1991):

$$B \approx (W-a) \approx 2.5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{YS}}\right)^2$$
 (6)

onde W é a largura do corpo de prova e (W-a) é o ligamento remanescente deste.

Nas situações em que as condições acima estabelecidas não são atendidas, os conceitos da mecânica da fratura elasto-plástica devem ser utilizados.

۱

Estes conceitos não são objeto de análise neste trabalho. A figura 16 mostra as condições de plastificação em que cada conceito é aplicável.



Figura 16 – Tamanhos da zona plástica nas condições em que são válidas as considerações da MFLE e MFEP.

2.6.2 Metodologias utilizadas na determinação da tenacidade à fratura

Várias são as configurações de ensaios utilizados na avaliação da tenacidade à fratura dos materiais de alta resistência. Sakai e Bradt (Sakai e Bradt, 1993) descrevem resumidamente estes procedimentos utilizados especialmente para materiais cerâmicos. Em se tratando dos metais, existem basicamente duas metodologias: a primeira, mais largamente difundida, aqui chamada de convencional, cujos critérios estão descritos na norma ASTM E 399/91 (ASTM, 1991); e uma outra, que utiliza corpos com entalhe chevron, detalhada na norma ASTM E1304-97 (ASTM, 1989).

O ensaio, chamado de ensaio de flexão em 3 pontos, consiste na aplicação de uma carga crescente em determinados pontos de uma barra geometricamente padronizada. A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova. É um ensaio bastante aplicado em materiais frágeis como cerâmicos e metais duros, ferro fundido, aço

ferramenta e aço rápido, pois fornece dados quantitativos da deformação desses materiais (Dalcin, 2007).

No ensaio de flexão em três pontos: é utilizada uma barra bi apoiada com aplicação de carga no centro da distância entre os apoios, ou seja, existe três pontos de carga. As amostras utilizadas no ensaio de flexão podem ser de seção circular ou retangular de comprimentos determinados (Dalcin, 2007).

Os principais resultados dos ensaios são:

- Módulo de ruptura na flexão;
- Módulo de elasticidade;
- Módulo de resiliência;
- Módulo de tenacidade.

Os resultados fornecidos podem variar com a temperatura, a velocidade de aplicação da carga, os defeitos superficiais e principalmente com a geometria da seção transversal da amostra (Dalcin, 2007).

Se aplicado um esforço numa barra bi apoiada, ocorrerá uma flexão e a sua intensidade dependerá da onde essa carga está sendo aplicada. A flexão será máxima se for aplicada à força no centro da barra, como na figura 17.



Figura 17 - Flexão em uma barra bi-apoiada (Dalcin, 2007).

A resistência à flexão é determinada através de fórmulas e cálculos de resistência dos materiais para a determinação do momento fletor máximo (Dalcin, 2007).

Na metodologia convencional se supõe que uma trinca (pré-existente e estática) atinja a instabilidade sob tensões crescentes sem crescimento estável (ou com crescimento estável desprezível). Esta pré-trinca, geralmente, é introduzida por fadiga a partir de um entalhe inicial e deve ter dimensões cuja relação entre o

tamanho desta pré-trinca (a) e a largura do corpo (W) esteja no intervalo de 0,45 a 0,55. O carregamento se dá no modo I (modo de abertura, normal às faces da trinca) e pode ser executado tanto por flexão em três pontos ou utilizando corpos de prova compactos (Anderson, 1991).

As dimensões dos corpos de prova, independente da configuração do ensaio, necessariamente devem atender aos preceitos da mecânica de fratura linear elástica e a relação entre a largura (W) e a espessura (B) seja 2 (no caso de corpos de prova com B>12,7 mm e 4 quando B<12,7mm) (Anderson, 1991).

No ensaio, os corpos de prova são submetidos a carregamento até a sua fratura e se obtém uma curva carga versus deslocamento da linha de carregamento (Anderson, 1991; ASTM, 1991). Como boa parte dos materiais de engenharia não se comporta de forma perfeitamente elástica algum deslocamento decorrente de eventos plásticos (ou inelásticos) poderá ocorrer. Desta forma é necessário que se tenha algum critério para que se possa ajustar o desvio da linearidade elástica, de acordo com os conceitos da MFLE. Por isso, antes de se calcular o K_{IC} é necessário se calcular uma tenacidade à fratura condicional K_Q (ASTM, 1991):

$$K_Q = \frac{P_Q \cdot S}{BW^{3/2}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \tag{7}$$

onde B é a espessura do corpo de prova, W é sua largura; a o comprimento da trinca; f(a/W) é uma função adimensional dependente da configuração do ensaio, expressa por polinômios estabelecidos a partir da flexibilidade ("compliance") do material; P_Q é definida graficamente a partir das curvas obtidas durante o ensaio (figura 18) (Silva, 2001).

O método gráfico estabelece os limites de validade da MFLE através da introdução de uma secante a partir da origem, inclinada de 95% da inclinação inicial da curva P versus v, ou seja, da inclinação que corresponde ao regime elástico. Esta inclinação corresponde a um crescimento de trinca de cerca de 2% do ligamento remanescente em um corpo de prova onde a/W=0,5. Onde esta secante tocar o gráfico tem-se P₅, isto é, a máxima carga antes do desvio da linearidade, que estabelece uma tenacidade à fratura condicional K_Q, dentro dos parâmetros da MFLE (Silva, 2001).

Para curvas do tipo I (figura 18), onde o desvio da linearidade ou é inexistente ou é muito pequeno, tem se que $P_Q = P_5$. Numa situação deste tipo tem-

se que não se leva em conta todo o crescimento estável de trinca, de forma a ser possível a sub-avaliação da tenacidade à fratura. No caso da curva II, uma pequena instabilidade no crescimento da trinca chamado de "pop in" ocorre antes do desvio da linearidade, isto é, antes do crescimento estável da trinca (Weaver).

O fenômeno do "pop-in" tem origem em tensões residuais que elevam, num dado instante, a energia armazenada no sistema, aumentando com isso o potencial para criação de superfície de trinca, nos moldes da teoria de fratura clássica, ou seja, é precedido por um repentino aumento na flexibilidade ("compliance") à frente da trinca (Weaver). P_Q é definido no momento em que o fenômeno ocorre, ou seja, numa carga abaixo daquela necessária para o crescimento instável da trinca. Já a curva III mostra um material que se fratura antes que ocorra o desvio da linearidade e, portanto P_Q =P_{max}. Atendidos os requisitos acima (regra da secante, relação entre tamanho e tenacidade à fratura, relação P_{máx} /P_Q) o ensaio é tido como válido e K_Q pode ser tomado como K_{IC} (Silva, 2001).



Figura 18 – Curva Carga x Deslocamento (ASTM, 1991).

2.6.3 Pré-trincamento

Convencionalmente, o pré-trincamento é feit por fadiga. Utilizam-se intensidades de tensão na ciclagem ($K_{máx}$) de no máximo 0,8 K_{IC} , no início e de 0,6 K_{IC} no final do processo, além de se utilizar amplitudes de carga que obedeçam à relação R (P_{MIN}/P_{MAx}) baixa, da ordem de no máximo 0,1. Este procedimento é realizado para evitar grandes plastificações à frente da trinca e, com isso, obter uma trinca a mais aguda possível (ASTM, 1991). Em materiais de maior tenacidade à

fratura, este procedimento, apesar de demorado e oneroso, é de fácil controle. Entretanto, para materiais que apresentam grande resistência mecânica acompanhada de comportamento intrinsecamente frágil, o processo de obtenção das pré-trincas é uma tarefa difícil (Almonu e Roebuck, 1977; Eriksson, 1975).

O objetivo de entalhar o corpo de prova é simular um plano de trinca ideal com um raio essencialmente nulo, para seguir as considerações assumidas na análise de K_I. Como a trinca de fadiga é considerada a mais aguda que se pode conseguir em um laboratório, o entalhe usinado é estendido por fadiga. A trinca de fadiga deve ser propagada pelo menos 0,05 W à frente do entalhe usinado para eliminar quaisquer efeitos de geometria ou encruamento do entalhe (Fortes, 2003).

A profundidade do entalhe deve ser de, no máximo, 0,45 W, de tal modo que a trinca possa ser estendida por fadiga até aproximadamente 0,45 W. É importante notar que as dimensões a e W são consequência de uma escolha anterior da espessura, B (Fortes, 2003).

Um método alternativo de pré-trincamento em materiais frágeis, utilizado em importantes trabalhos sobre a tenacidade à fratura de aços rápidos (Olsson e Fischmeister, 1978), foi desenvolvido por Harris e Dunegan (Harris e Dunegan, 1969). Neste método a pré-trinca é introduzida por impacto e impedida de crescer catastroficamente pela ação de um campo compressivo introduzido por esforços externos (figura 19-a). A altura de queda e o peso do corpo impactante, ou seja, a energia de trincamento varia com a resistência do material (figura 19-b). Em linhas gerais, a trinca vai começar a parar na posição em que a superposição das tensões originada pelo impacto no entalhe chevron e originada pela tensão de compressão resultar num fator de intensificação de tensões médio igual ao fator crítico (K'=K_C). Desta forma, como mostra Eriksson (1975) e Olsson e Fischmeister (1978), a energia necessária para introduzir a pré-trinca por impacto será tanto menor quanto menor for a tenacidade à fratura.

Esta metodologia foi "validada" por Eriksson (Eriksson, 1975) que demonstrou a plena correlação deste método com os valores de tenacidade à fratura obtidos em corpos de prova pré-trincados convencionalmente.

Alguns exemplos de entalhe usinado são mostrados na figura 20.



Figura 19 - Dispositivo para introdução de pré-trinca em materiais metálicos frágeis. (a) Esquema de pré-trincamento; (b) Variação da energia requerida para o pré-trincamento com a resistência do material (Eriksson, 1975).



Figura 20 - Geometria do entalhe para corpos de prova de K_I

O entalhe em chevron tem várias vantagens comparado com o entalhe em linha reta, porque mantém a trinca plana e assegura que ela se estenda bem além da raiz do entalhe (0,05 W). Além disso, a usinagem do entalhe em chevron é mais simples, pois pode ser executada por uma operação de aplainamento, enquanto que o entalhe em linha reta deve ser usinado por fresamento ou por eletroerosão, para produzir um raio de fundo o mais agudo e o mais uniforme possível. Para corpos de prova de juntas soldadas, o entalhe chevron é altamente recomendável, principalmente em soldas sem alívio de tensões (Fortes, 2003). Para garantir que o tamanho da zona plástica durante o ciclo final de fadiga é menor que o tamanho da zona plástica durante o ensaio real de K_{lc} , os últimos 2,5% do comprimento total do entalhe usinado mais a trinca de fadiga devem ser carregados com um nível máximo de fator de intensidade de tensões dado por

$$\frac{K_{f_{\max \square}}}{E} \leq 0,002^{\frac{1}{2}}$$

O valor de Kf _{máx} é calculado com a equação utilizada para o cálculo de K_Q , que será mostrada posteriormente. K_Q é um valor condicional para o cálculo de KIc, baseado nos resultados do ensaio. Kf máx não deve exceder 60% do valor de KQ obtido do ensaio (Fortes, 2003).

O trincamento por fadiga deve ser considerado como um tipo especial de operação de usinagem, porque as trincas produzidas com altos níveis de Kf máx podem afetar significativamente os testes subsequentes (Fortes, 2003).

O controle do tamanho da zona plástica durante o trincamento de fadiga é particularmente importante quando o trincamento é executado à temperatura ambiente e o teste real de K_{lc} é conduzido a temperaturas mais baixas. Nesse caso, $Kf_{máx}$ à temperatura ambiente deve ser mantido a valores muito baixos, de tal maneira que o tamanho da zona plástica correspondente ao valor de K_Q obtido a baixas temperaturas seja menor que o tamanho da zona plástica correspondente ao valor de $Kf_{máx}$ à temperatura ambiente (Fortes, 2003).

2.6.4 Temperatura de transição

Normalmente, os materiais apresentam uma variação de tenacidade ou de ductilidade com a variação da temperatura. Metais com estrutura cristalina cúbica de faces centradas como, por exemplo, cobre, alumínio, níquel e aço inoxidável austenítico, apresentam uma queda suave de tenacidade com a diminuição da temperatura (Fortes, 2003).

Por sua vez, metais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado como, por exemplo, aços ferríticos, apresentam sensível queda em tenacidade em certa faixa de temperatura. A figura 21 ilustra, de forma esquemática, a variação de tenacidade com a temperatura, para ambos os tipos de estrutura cristalina (Fortes 2003).

(8)



Figura 21 - Curvas de ductilidade em função da temperatura

Deve ser notado que a causa da transição do comportamento dos aços ferríticos de dúctil para frágil quando a temperatura diminui é uma mudança no modo metalúrgico de fratura de cisalhamento para clivagem, por uma inibição dos mecanismos de deformação plástica (Fortes 2003).

Como uma conseqüência desse aumento da restrição à deformação plástica, e não como uma causa, tem-se uma passagem de escoamento em larga escala para escoamento restrito no comportamento mecânico macroscópico do material, fazendo com que o material frature logo após o limite de escoamento ser atingido (Fortes 2003).

Não só a temperatura, mas qualquer parâmetro que restrinja a deformação plástica pode provocar uma queda na tenacidade ou na ductilidade, como, por exemplo, a taxa de deformação ou o estado de tensões reinante (Fortes 2003).

O efeito da taxa de deformação na tenacidade ou na ductilidade pode ser observado na figura 22. Nota-se que, quanto maior for a taxa de deformação, menor será a tenacidade ou a ductilidade (Fortes, 2003).



Figura 22 - Efeito (esquemático) da taxa de deformação na tenacidade ou ductilidade de metais com transição dúctil-frágil (Fortes, 2003).

O comportamento sob deformação plana refere-se à fratura sob tensões elásticas, que é essencialmente frágil. O comportamento plástico refere-se à fratura dúctil sob condições de escoamento generalizado, normalmente acompanhado, mas não necessariamente, de grandes lábios de cisalhamento. A transição entre os dois extremos é a região elasto-plástica. A figura 23 mostra a relação entre os micromecanismos de fratura atuantes em cada região e a variação da tenacidade com a temperatura e taxa de deformação (Fortes, 2003).



Figura 23 - Relação (esquemática) entre os micromecanismos de fratura, tenacidade e taxa de deformação com a temperatura em metais com transição dúctil-frágil (Fortes, 2003).

Para carregamento estático, a região de transição ocorre a temperaturas mais baixas que para carregamento dinâmico. Então, para estruturas sujeitas a

carregamento estático, a curva de transição estática deve ser usada para prever seu comportamento em serviço, enquanto que, para estruturas sujeitas a carregamento dinâmico, usa-se a curva de transição dinâmica. Da mesma forma, para estruturas sujeitas a taxas intermediárias de carregamento, usa-se a curva de transição intermediária. Quando as taxas reais de carregamento não são bem definidas, a curva de carregamento dinâmico é usada para prever o comportamento da estrutura em serviço. Essa prática é conservadora e explica porque muitas estruturas que apresentam baixa tenacidade ao entalhe, medida pelos ensaios de impacto, não falham, mesmo com temperaturas de serviço bem abaixo da temperatura de transição sob condições de carregamento dinâmico (Fortes 2003).

A presença de um entalhe (ou de outro concentrador de tensões) em um componente, que pode alterar o estado de tensões reinante para triaxial na região do entalhe, dificulta a deformação plástica e, conseqüentemente, reduz a ductilidade (ou a tenacidade) a uma determinada temperatura. A presença de um entalhe tende a aumentar a temperatura de transição dúctil-frágil, tendo, portanto, um efeito similar ao aumento da taxa de deformação, como é mostrado na figura 24 (Fortes 2003).



Figura 24 - Efeito de concentradores de tensões na ductilidade de metais com transição dúctil-frágil.

2.6.5 Procedimento de Ensaio de Flexão Klc

a) Corpos de prova

O procedimento de ensaio K_{IC} descrito a seguir é baseado na especificação ASTM E399.

O primeiro passo para executar um ensaio de K_{Ic} é determinar as dimensões críticas do corpo de prova. Exaustivos trabalhos experimentais mostraram que os requisitos mínimos de tamanho do corpo de prova para garantir o comportamento elástico sob condições de deformação plana são os citados abaixo:

$$a \ge 2, s \left(\frac{K_Q}{\sigma_{LE}}\right)^2$$
$$B \ge 2, s \left(\frac{K_Q}{\sigma_{LE}}\right)^2$$
$$W \ge 2, s \left(\frac{K_Q}{\sigma_{LE}}\right)^2$$
(9)

O segundo passo é a seleção do corpo de prova, dentre os vários tipos disponíveis. Os corpos de prova de dobramento em três apoios [SE(B)] e compacto [C(T)] são os mais utilizados (Fortes, 2003).



Figura 25 - Corpo de prova de dobramento em três apoios [SE(B)] (Fortes, 2003).

b) Execução do ensaio KIc

A taxa de carregamento do corpo de prova deve ser tal que a taxa de aumento do fator de intensidade de tensões, K_I, permaneça na faixa entre 30 e 150 ksi in /min (0,55 a 2,75 MPa m /seg). O detalhamento do cálculo da taxa para cada corpo de prova pode ser encontrado na especificação ASTM E399. O registro do ensaio, um gráfico carga versus deslocamento da abertura de um clip-gage acoplado ao corpo de prova, deve apresentar uma inclinação inicial na parte linear entre 0,7 e 1,5. Antes do ensaio, devem ser medidos os valores de B, S, e W (veja figuras 20 a 25). O valor de a_0 deve ser medido após o ensaio, com o corpo de prova

fraturado, em nove pontos igualmente espaçados ao longo da espessura do corpo de prova (Fortes, 2003).

c) Análise dos gráficos carga versus deslocamento

Os principais tipos de gráficos carga-deslocamento estão apresentados na figura 18, que mostra que pode ocorrer um comportamento bem variável para os diversos materiais estruturais (Fortes, 2003).

Para determinar se foi obtido um valor válido de K_{lc} , isto é, que as restrições inerentes às condições de deformação plana foram satisfeitas, é necessário primeiro calcular um valor condicional, K_Q , que envolve uma construção geométrica no registro de teste. Então, determina-se se o valor de K_Q é consistente com o tamanho do corpo de prova e com sua tensão limite de escoamento, devendo atender às condições especificadas em **(8)** (Fortes, 2003).

Caso o valor de K_Q satisfaça a esses requisitos e aos subseqüentes, então $K_Q = K_{Ic}$. Senão, o teste é considerado inválido e, embora o valor de K_Q possa ser usado para estimar a tenacidade à fratura de um material, não é um valor válido conforme o padrão ASTM (Fortes, 2003).

O valor de P_Q , a carga utilizada para calcular K_Q , deve ser considerado como a maior carga encontrada na curva carga-deslocamento até o ponto P_5 . A figura 18 ilustra, para os diversos tipos de gráfico, como determinar o valor de P_Q . Se P_{max}/P_Q for maior que 1,10, o ensaio não é válido, porque é possível que K_Q não seja representativo de K_{lc} (Fortes, 2003).

d) Cálculo do valor de K_Q

Após a determinação de P_Q, o valor de K_Q pode ser calculado, para o corpo de prova [SE(B)], usando a equação (7) já citada:

$$K_Q = \frac{P_Q \cdot S}{BW^{3/2}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \tag{7}$$

onde S é a distância entre os roletes, centro a centro, e $f(a_0/W)$ é calculado pela equação (11) e está tabulado na tabela 3.

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 3\sqrt{\frac{a}{W}} \cdot \frac{1.99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)\left[2.15 - 3.93\frac{a}{W} + 2.7\frac{a}{W}^{2}\right]}{2\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}}$$
(10)

a₀/W	f(a ₀ /W)	a₀/W	f(a ₀ /W)
0,450	2,290	0,505	2,700
0,455	2,320	0,510	2,750
0,460	2,350	0,515	2,790
0,465	2,390	0,520	2,840
0,470	2,430	0,525	2,890
0,475	2,460	0,530	2,940
0,480	2,500	0,535	2,990
0,485	2,540	0,540	3,040
0,490	2,580	0,545	3,090
0,495	2,620	0,550	3,140
0,500	2,660		

Tabela 3- Valores de f(a₀/W) para o corpo de prova [SE(B)]

Uma nota importante refere-se ao uso de unidades: para obter- se um valor de K_Q em unidades de MPa \sqrt{m} , deve-se usar P_Q em unidades de kN e as demais medidas de comprimento, W, B, a₀ e S (no caso de corpos de prova de dobramento em três apoios) em unidades de cm (Fortes, 2003).

2.6.6 Efeitos de um entalhe

Ainda que no início do século XX, o problema de um componente entalhado tenha sido equacionado, ele foi entendido parcialmente. Tinha-se em mente que o único efeito associado com a presença de um entalhe era o da concentração de tensões. Sendo assim, era importante analisar com maior acuracidade quais eram os efeitos provocados por um entalhe. As mudanças produzidas pela introdução de um entalhe possui importantes conseqüências no processo de fratura (Dieter, 1981).

Tanto a nucleação, como as propagações de trincas são favorecidas por altas tensões de tração (Reed-Hill, 1982). Um entalhe, além de produzir concentrações de tensões, introduz alterações no estado de tensões (Dieter,1981). Um concentrador de tensões como uma trinca (entalhe agudo), produz um pico local de tensão na raiz da trinca. No entanto, se existir ductilidade suficiente do material, quando a tensão local exceder o limite de escoamento do material ocorrerá um escoamento plástico na ponta do entalhe. O escoamento plástico tira energia existente na ponta trinca alivia as altas tensões, limitando o pico de tensões ao nível do limite de escoamento do material. Por outro lado, a concentração continua a aumentar até que ocorra a fratura, se não ocorrer escoamento localizado (Tokimatsu, 1998).

Uma ductilidade adequada é um fator de importância na engenharia, pois permite ao material redistribuir tensões localizadas. É difícil atingir altas tensões quando o metal se deforma facilmente (escoamento plástico) (Tokimatsu, 1998). É importante ressaltar que a ductilidade não é uma propriedade absoluta do metal. Dentre os diversos aspectos que podem afetá-lo encontra-se o estado de tensões. O efeito maior de um entalhe não é a introdução de um concentrador de tensões, mas a produção de um estado triaxial de tensões na raiz do entalhe (Dieter,1981).

O estado de tensão triaxial de um entalhe resulta numa espécie de endurecimento por entalhe, porque introduz uma forte restrição ao escoamento plástico (Dieter,1981). Qualquer sistema capaz de produzir uma combinação de grandes tensões de tração e pequenas tensões de cisalhamento favorece a ocorrência de uma fratura de caráter frágil, ou seja, precedida de pouca deformação plástica (Reed-Hill, 1982).

Segundo a ASM – Metals Handbook (1975), a ductilidade não é uma propriedade absoluta e sim uma propriedade de um estado do material. Por isto, ainda que os corpos-de-prova lisos (sem entalhe) possam ser utilizados para medir tenacidade, normalmente, as medidas dessa propriedade são realizadas são realizadas em corpos-de-prova entalhados ou pré-trincados. Isto porque a presença de um entalhe em um membro estrutural carregado, influência no estado de tensões e o comportamento à fratura. As descontinuidades são geralmente focos de fratura ASM – Metals Handbook (1975). A fratura geralmente ocorre em uma região onde as tensões localizadas estão muito altas. Assim fica a análise de que o principal efeito de um entalhe é a alteração provocada na ductilidade local. Por esta razão a medida de tenacidade mais comumente aceita atualmente, está relacionada com a resistência que o material oferece na presença de um entalhe ou trinca (Tokimatsu, 1998).

2.6.7 Entalhes não singulares

Segundo, Fortes (2003), o objetivo de entalhar o corpo de prova é simular um plano de trinca ideal com um raio essencialmente nulo, para seguir as considerações assumidas na análise de K_I (Fortes, 2003). No entanto, para um certo número de aplicações é desejável que o modelo físico desta descontinuidade não mais seja uma plano com raio zero de curvatura na raiz da trinca como proposto no item 2.6.3 deste trabalho, mas sim um volume com um raio de curvatura finito. Esse tipo de entalhe ou trinca, proposto por Westergaard (1939) com raiz arredondada pode ser representada matematicamente por um cilindróide elíptico ou hiperbólico que represente esta ausência de material, no qual o raio de curvatura na raiz é pequeno em comparação com as outras dimensões deste cilindróide.

2.7 EFEITO DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA EM OUTROS AÇOS

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

Em artigo de 1997, Collins e Dormer realizaram um estudo detalhado dos efeitos dos tratamentos criogênicos nas propriedades mecânicas dos aço ferramenta D2. Nesse estudo avaliaram a influência da temperatura criogênica na dureza e tenacidade do aço AISI D2 austenitizado a várias temperaturas.

Verificou-se que o aumento de dureza localiza-se na faixa de -80°C quando ocorre a transformação da austenita retida após têmpera nessa temperatura é inferior à das amostras austenitizadas em temperaturas mais elevadas, devido a menor solubilização de carbono e elemento de liga.

Entre -80°C e -110°C praticamente toda austenita retida é eliminada na maioria dos aços, desde que ela não se estabilize por excessivo tempo de espera à temperatura ambiente ou acima dela, através de um revenimento antes da etapa criogênica por exemplo.



Figura 26 – Efeito da temperatura criogênica na dureza (a) e Efeito da temperatura criogênica na tenacidade. Amostras revenidas a 200°C (Collins e Dormer, 1997).

A figura 26 (b) mostra que com a utilização de temperaturas até aproximadamente -80°C, a tenacidade (avaliada por impacto em corpos de prova de 10x10x50mm sem entalhe) é reduzida. Esse comportamento inverso ao da dureza também pode ser explicado pela transformação da austenita retida, afinal a tenacidade tende a diminuir com a diminuição da presença da fase austenita que é dúctil e tenaz.

No trabalho de Collins e Dormer, 1997, é possível verificar os efeitos do processo criogênico na tenacidade em temperaturas inferiores a -80°C, onde a tenacidade tende a aumentar devido ás mudanças sofridas pela martensita pela precipitação de carbonetos. O efeito é mais pronunciado nas amostras tratadas em menor temperatura de austenitização, portanto apresentando maior quantidade de martensita a ser condicionada.

A maior quantidade de carbonetos formados em amostras tratadas com menor temperatura de austenitização pode ser verificada na figura 27 (a).



Figura 27 – Efeito da temperatura criogênica na densidade de carbonetos (a) e Efeito do tempo à temperatura criogênica na densidade de carbonetos. Amostras revenidas a 200ºC.

Nesse trabalho, Collins e Dormer definiram como carbonetos finos precipitados devido ao tratamento criogênico, os carbonetos com dimensões inferiores a 5 µm. Foram utilizadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura para verificação metalográfica das amostras propostas.

Fica evidente que com menores temperaturas de austenitização, existe uma maior precipitação de carbonetos após o revenimento em amostras tratadas criogenicamente devido á existência de maior quantidade de martensita oriunda do processo de têmpera. E ainda, quanto maior o tempo em temperatura criogênica, maior é a quantidade de carbonetos precipitados e esse efeito é também muito pronunciado em amostras tratadas com menor temperatura de austenitização (Collins e Dormer, 1997).

Yun, Xiaoping e Hongshen em 1998 fizeram um comparativo entre as propriedades mecânicas dos aços AISI T1 e AISI M2 submetidos a diferentes rotas de tratamentos térmicos conforme quadro1:

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

Quadro 1 – Rotas de tratamentos térmicos aplicados aos aços AISI T1 e AISI M2 em trabalho de Yun, Xiaoping e Hongshen (1998).

As propriedades mecânicas testadas neste aços tratados conforme as rotas estão no quadro 2.

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

Quadro 2 – Propriedades Mecânicas obtidas nos aços AISI T1 e AISI M2 tratadas pelas rotas do Quadro 1 (Yun, Xiaoping e Hongsthen, 1998)

O quadro 2 mostra que tanto a dureza à temperatura ambiente como a dureza a quente são melhoradas pelos processos criogênicos quando comparadas com as obtidas pelos processos convencionais das rotas 1 e 6 (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

Comparando os resultados das rotas 2, 3, 7 e 8 percebe-se que a duração da etapa criogênica afeta a dureza obtida. Uma maior dureza foi observada (tanto na temperatura ambiente como a quente) nas amostras mantidas mais tempo em temperatura criogênica (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

Comparando-se a rota 3 com a rota 4 e a rota 8 com a rota 9, percebe-se que para uma mesma duração do processo criogênico, repetidos ciclos geram durezas mais elevadas (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

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

Nas rotas 5 e 10 o tratamento criogênico é realizado após têmpera e revenimento e as propriedades mecânicas também são melhoradas (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

A resistência à flexão também é melhorada quando processos criogênicos são utilizados nos aços AISI T1 e AISI M2. Os resultados obtidos por Yun, Xiaoping e Hongshen (1998) mostram aumentos de 17,6% a 11,5% respectivamente, quando comparados aos processos de tratamento convencional (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

Tempos prolongados em temperatura criogênica não promovem aumento significativo na resistência à flexão como pode ser observado nas rotas 2, 3, 7 e 8.

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

Os ciclos criogênicos repetidos também mostraram melhores resultados na tenacidade. A resistência ao impacto foi melhorada em 58% e 43% para os aços AISI T1 e AISI M2 respectivamente. Isso mostra que repetidos ciclos criogênicos vão realmente transformando a austenita retida em martensita e fazem com que ocorra precipitação de carbonertos ultrafinos (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

O aumento da tenacidade pode ser explicado pelo "reforço" dado à martensita que fica muito mais estável (apresentando formato de blocos coaxiais com uma subestrutura contendo alta densidade de discordâncias) e também pelo fato dos carbonetos ultrafinos precipitados alterarem o campo de tensões e a direção das trincas, retardando o desenvolvimento delas (Yun, Xiaoping, Hongshen, 1998).

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

Sartori, em 2009, avaliou a tenacidade do aço AISI M2 tratado termicamente por rotas convencionais e rotas criogênicas.

A rotas convencionais foram constituídas por austenitização, têmpera e revenimento triplo a 560°C. As rotas criogênicas foram constituídas por austenitização e têmpera similares as rotas convencionais, além de processamento criogênico em nitrogênio líquido por período de 2horas, 24 horas e 48 horas. As amostras submetidas a 2 horas de criogenia após têmpera sofreram somente um revenimento e as amostras submetidas a 24 e 48 horas de criogenia sofreram triplo

revenimento, todos a 560°C. Os tratamentos térmicos foram realizados em forno a vácuo com resfriamento por nitrogênio sob 6 bar de pressão.

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

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

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

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

As análises fractográficas revelaram quantidade superior de áreas de fratura dúctil nas amostras tratadas por rotas criogênicas quando comparadas as amostras tratadas por rotas convencionais.

Através de análise metalográfica via microscopia eletrônica de varredura verificaram-se poucas diferenças microestruturais entre as amostras tratadas com e sem criogenia. O teor de austenita retida nas amostras tratadas pelas rotas criogênicas (dentro da mesma temperatura de austenitização) é bastante semelhante, porém é sensivelmente inferior às amostras tratadas por rotas convencionais.

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

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

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material utilizado neste trabalho corresponde a um aço AISI 4140. As composições químicas das barras recebidas foram analisadas através do equipamento espectrofotômetro de emissão óptica modelo SPECTRO e os valores encontrados estão descritos na Tabela 4.

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

Tabela 4 _ Composição Química das barras estudadas.

Com o intuito de avaliar a variação da tenacidade à fratura K_{IC} por meio do ensaio de flexão em três pontos do aço AISI 4140 associado a um entalhe não singular, foram confeccionados 9 corpos de prova de acordo com a norma ASTM E-399/91. Suas dimensões estão indicadas na figura 28.



Figura 28 – Detalhe do corpo de prova com entalhe.

Em cada corpo de prova foi feito um entalhe, cuja abertura foi feita por eletro erosão, com largura (a) de 12,5mm de profundidade.

A figura 29 mostra uma ampliação de 10x do entalhe não-singular aberto nos corpos de prova para este trabalho.


Figura 29 – Detalhe do entalhe não-singular aberta nos corpos de prova. Aumento 10x.

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS APLICADOS NAS AMOSTRAS

Foram realizados 3 tipos de tratamentos térmicos nas amostras com o objetivo de avaliar e comparar posteriormente a influência destes na tenacidade à fratura do aço AISI 4140 através do ensaio de flexão por 3 pontos.

As amostras foram divididas em 3 grupos, cada grupo contendo 3 corpos de prova compondo um total de 9 amostras.

O primeiro grupo foi submetido apenas ao tratamento convencional de têmpera, que consiste em aquecer as amostras até a temperatura de austenitização, cerca de 850℃ durante 25 minutos, e posteriormente submetê-las ao resfriamento por têmpera em óleo onde a austenita é convertida em martensita.

O segundo grupo foi submetido ao tratamento térmico de têmpera e posteriormente foi submetido ao tratamento térmico sub-zero (-80°C) em dióxido de carbono durante 48h.

O terceiro grupo, foi submetido ao tratamento térmico têmpera e ao tratamento sub-zero a -80°C durante 48h. Finalmente, essas amostras passaram por tratamento criogênico em nitrogênio líquido a -196°C durante 24h.

Ao final, todas as amostras foram reunidas e juntas foram submetidos ao revenimento por 1 hora a 200 °C.

A tabela 5 mostra um resumo dos procedimentos para essa etapa:

	Austenitização (850ºC) e Têmpera em óleo	Tratamento sub-zero a -80ºC\48h	Tratamento Criogênico a -196ºC\24h	Revenimento a 200ºC\1h
Grupo 1	Х			Х
Grupo 2	Х	Х		Х
Grupo 3	Х	Х	Х	Х

Tabela 5 – Tratamentos térmicos realizados em cada grupo de amostras.

Para não haver contato dos corpos de prova com a superfície no interior do forno e dos refrigeradores utilizou-se um suporte de aço inox no qual os corpos de prova foram fixados com folga, no entanto, para sofrer expansão.

A figura 30 mostra esses suporte com capacidade máxima para 4 corpos de prova cada.



Figura 30 – Suporte para fixar as amostras durante os tratamentos térmicos.

3.2.1. Tratamento térmico Convencional de Têmpera

No tratamento térmico convencional, todas as amostras foram austenitizadas a 850°C durante 25 minutos. A escolha desta temperatura de austenitização está na faixa de temperatura que normalmente é utilizada nos tratamentos térmicos deste aço, com o intuito de dissolver totalmente os carbonetos e evitar crescimento excessivo dos grãos austeníticos (Krauss, 2001, Luzginova, 2008; Bhadeshia, 2001). O tempo de austenitização teve o mesmo critério de escolha.

Os suportes contendo os corpos de prova foram retirados do forno e imediatamente imersos em óleo de têmpera, sendo agitados continuamente por 10 minutos.

3.2.2. Tratamento sub-zero

Os suportes contendo as amostras do segundo grupo foi inserido no freezer FORMA SCIENTIC – 72 HORIZONTAL. As amostras foram resfriadas a -80°C e mantidas nessa temperatura por 48 horas. Ao término do tratamento térmico, o suporte das amostras foi retirado do freezer e colocadas dentro de uma caixa térmica contendo gelo seco até retornarem à temperatura ambiente.

As amostras do grupo três também sofreram tratamento criogênico sub-zero a -80°C durante 48 horas. Dessa foram, as amostras foram resfriadas lentamente e ao final do tratamento foram encaminhadas para o tratamento criogênico profundo, não sofrendo resfriamento brusco no nitrogênio líquido a -196°C.



A figura 31 ilustra o modelo do freezer utilizado para esse procedimento.

Figura 31 - Freezer FORMA SCIENTIC – 72 HORIZONTAL utilizado no procedimento.

3.2.3. Tratamento Criogênico

O terceiro grupo, ao final do tratamento sub-zero foi retirado do freezer e imerso em um container contendo nitrogênio líquido, a -196ºC e as amostras, fixadas no suporte, foram mantidas resfriadas nessa temperatura por 24 horas.

Ao término do processo, o suporte foi retirado do container e armazenado em uma caixa térmica contendo gelo seco até atingir a temperatura ambiente de forma mais amena.



A figura 32 apresenta o container utilizado para o tratamento criogênico.

Figura 32 – Container com nitrogênio líquido utilizado no tratamento criogênico.

3.2.4. Revenimento de todas as amostras

Ao término de todos os tratamento térmicos propostos para os 3 grupos, todos os corpos de prova foram reunidos e sofreram revenimento a 200°C durante 1 hora. O forno foi desligado e as amostras permaneceram no interior deste até atingirem a temperatura ambiente.

O revenimento tem o objetivo de promover o alívio de tensões provocadas pelos tratamentos anteriores na estrutura do material. A temperatura escolhida corresponde ao primeiro estágio do revenimento, que tem por finalidade o alívio de tensões e ainda resulta em um ligeiro acréscimo na tenacidade (Chiaverini, 2008).

Já o tempo de revenimento foi escolhido de modo que se precipitassem os carbonetos sem a formação de cementita.

3.3 ANÁLISE MECÂNICA

Ao final dos tratamentos térmicos, os 3 grupos que sofreram diferentes processos de tratamento térmico, foram submetidos a análise da tenacidade à fratura (Kic) via flexão em 3 pontos com entalhe.

O objetivo desse procedimento foi avaliar a influência do tratamento criogênico e sub-zero sobre a tenacidade à fratura do aço AISI 4140 comparado à tenacidade do material quando submetido apenas aos tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenimento.

3.3.1. Ensaio de K_{IC} por Meio de Flexão em 3 pontos com Entalhe não-singular

Os corpos de prova foram fabricados a partir de uma barra retangular de SAE 4140, com as dimensões já citadas no item de 3.1. O entalhe foi aberto por uma máquina de eletro erosão, com arame de 0.1 mm de diâmetro na Fábrica Boechat Ltda em Itaperuna – RJ.

O ensaio de K_{IC} por Meio de Flexão em 3 pontos com Entalhe foi realizado na máquina eletromecânica INSTRON modelo 5582 do LAMAV/UENF (Figura 33).



Figura 33 – Dispositivo de ensaio de flexão em três pontos utilizado na determinação da tenacidade à fratura (KIc) dos aços AISI 4140.

Este ensaio mecânico permite determinar o valor da tenacidade à fratura do material após as diversas etapas de tratamento térmico a que foram submetidas as amostras.

A figura 34 mostra o corpo de prova fixado na máquina para iniciar o teste de flexão em três pontos. Nela ainda é possível vizualizar o entalhe aberto no corpo de prova.



Figura 34– Detalhe do corpo de prova associado a um entalhe nãosingular sendo submetido ao ensaio de flexão em três pontos.



Figura 35 – Ilustração de um corpo de prova ensaiado para flexão com entalhe.

Onde :

- B espessura da amostra
- W largura da amostra
- a comprimento do entalhe
- S tamanho do vão
- P carga aplicada no centro da amostra.

3.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Para análise microestrutural do aço AISI 4140 submetido a diferentes tratamentos térmicos, o material foi preparado metalograficamente. A caracterização metalográfica do aço foi realizada conforme as etapas citadas abaixo:

- a. Corte
- b. Lixamento
- c. Polimento
- d. Ataque

Para o corte, foi utilizado o cortador mecânico MINITOM em baixas velocidades de rotação do disco evitando o aquecimento local das amostras. Este equipamento possui sistema de refrigeração através de água destilada que visa diminuir as imperfeições durante o corte, de forma que não altere a estrutura original da amostra. Não foi necessário realizar o embutimento das amostras tendo em vista que o tamanho destas facilitava as etapas seguintes da preparação metalográfica.

Para o lixamento foram utilizadas várias lixas com granulometria das partículas cada vez menores, sendo a sequência de uso de: 100; 220; 320; 400; 600; e 1200 mesh. A cada troca de lixa a amostra foi girada de 90º para garantir a retirada dos riscos do lixamento anterior. Para verificar a uniformidade do lixamento utilizou-se o microscópio ótico OLYMPUS.

Após o último lixamento foi feito o polimento manual utilizando inicialmente um microabrasivo de pasta de alumina com granulometria de 1 e 0,1 µm sobre um pano de feltro. A qualidade do polimento foi controlada pelos microscópios OLYMPUS e JENAVERT (campo escuro).

Após o polimento, a amostra foi submetida à técnica de ataque químico utilizando nital 1%. A solução a ser usada como eletrólito é composta de uma mistura de 1% de Ácido Nítrico e 99% de Álcool Etílico. Este reagente é o mais efetivo para aços, pois ataca a ferrita, perlita, martensita e contornos de grão.

3.4.1 Observação microestrutural em Microscopia Ótica

A observação microestrutural das amostras durante o polimento foi feita no microscópio OLYMPUS BX41M do LAMAV sob vários aumentos em campo claro e campo escuro. O princípio deste equipamento é observar superfícies opacas por

reflexão de modo que os contrastes nas imagens resultam das diferenças das refletividades das microestruturas.

3.4.2 Análise microestrutural em Microscopia Ótica

A análise microestrutral do aço AISI 4140 foi feita no microscópio ótico através de iluminação em campo claro no microscópio Neophot do LAMAV/UENF.

3.5 DIFRAÇÃO POR RAIOS X

A difratometria de raios X foi realizada na amostra com o intuito de verificar variações ou modificações das fases cristalinas, possíveis mudanças provocadas na composição fásica e nas quantidades relativas das fases em função dos tratamentos térmicos realizados nas amostras.

A identificação das fases presentes foi realizada utilizando a difração de raios-X, com um difratômetro SHIMADZU XRD-7000, usando a radiação de Cu-Kα, com passo de varredura de 0,02º por 3 segundos, num intervalo de 2θ de 25º a 100. A identificação das fases foi realizada comparando-se os picos de difração com os observados nos padrões JCPDS (Joint Comitte of Powder Diffraction Standards).

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A difratometria de raios X foi realizada na amostra com o intuito de verificar variações ou modificações das fases cristalinas, possíveis mudanças provocadas na composição fásica e nas quantidades relativas das fases em função dos tratamentos térmicos realizados nas amostras.

Os difratogramas obtidos são apresentados na figuras 36 a 38.







Figura 37 - Difratograma de amostra pertencente ao grupo 2 submetido a tratamento sub-zero.



Figura 38 - Difratograma de amostra pertencente ao grupo 3 submetido a tratamento criogênico.

Através dos difratogramas, observou-se a presença de ferro alfa, provavelmente martensita na forma de ferrita saturada de carbono. Na amostra do grupo 2 conseguiu-se detectar austenita (ferro gama). Os picos de austenita praticamente não são observados, tornando-se difícil determinar a quantidade de austenita retida após os tratamentos térmicos.

Silva (2012) em seu trabalho já havia constatado esse comportamento. Segundo ele, isto ocorre devido à pequena quantidade de austenita residual presente.

4.2. ANÁLISE MICROESTRUTURAL

A análise microestrutral do aço AISI 4140 foi feita por microscopia ótica através de iluminação em campo claro no microscópio Neophot do LAMAV/UENF.

As microestruturas analisadas são de três amostras aleatórias, cada uma pertencente a um grupo submetido a tratamento térmico diferente.

As figuras 39 a 41 apresentam as micrografias do aço AISI 4140 após tratamento térmico convencional, tratamento sub-zero e tratamento criogênico respectivamente.



Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 4140 após tratamento térmico convencional de têmpera e revenido. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.



Figura 40 – Microestrutura do aço AISI 4140 após submetido ao tratamento subzero. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.



Figura 41 – Microestrutura do aço AISI 4140 após submetido ao tratamento criogênico. Observação em campo claro em diferentes regiões. Aumento de 500x.

Para efeito de comparação, buscou-se na literatura micrografia de um aço AISI 4140 sem receber qualquer tipo de tratamento térmico (Figura 42). Nela é possível observar os contornos de grãos e, em seu interior, a presença de lamelas de ferrita e cementita caracterizando a estrutura perlítica (Silva, 2012).



Figura 42 – Microestrutura do aço SAE 4140 como recebido. Observadas em campo claro, com aumento de 500 vezes (Silva,2012).

Nas figuras 39 a 41 observa-se a presença da estrutura martensítica revenida na forma de ripas e carbonetos. A microestrutura da martensita revenida

consiste em partículas de cementita extremamente pequenas e uniformemente dispersas, cerradas no interior de uma matriz contínua de ferrita (Krauss, 1999).

As ripas, formadas em aços de baixo e médio carbono, são placas longas e finas que se formam lado a lado, e estão alinhadas paralelamente entre si. As ripas são agrupadas em entidades estruturais maiores, os blocos. Os detalhes microestruturais desse tipo de martensita são muito finos para serem revelados por microscopia ótica. (Krauss, 1995).

A estrutura martensítica foi obtida nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento conforme abordado no Capítulo 2.

No entanto, não foram observadas mudanças significativas entre as microestruturas submetidas aos diferentes tratamentos térmicos.

A presença de microcarbonetos e de austenita retida não foi possível ser observada por Microscopia Ótica. A austenita retida já não era esperada para os materiais que sofreram tratamento criogênico, pois em sua grande parte esta transformou-se em martensita (Vales, 2011).

4.3. AVALIAÇÃO DA TENACIDADE DO MATERIAL

O ensaio de flexão em três pontos forneceu os gráficos contidos nas figuras 43 a 51 referente ao ensaio para cada corpo de prova:



Figura 43 – Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 1 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo).



Figura 44 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 2 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo).



Figura 45- Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 3 pertencente ao grupo 3 (Tratamento criogênico profundo).



Figura 46 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 4 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).



Figura 47 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 5 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).



Figura 48 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 6 pertencente ao grupo 1 (Tratamento convencional de têmpera).



Figura 49 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 7 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico sub-zero).



Figura 50 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 8 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico sub-zero).



Figura 51 - Curva referente ao ensaio de flexão em três pontos do corpo de prova 9 pertencente ao grupo 2 (Tratamento criogênico sub-zero).

Nota-se que as curvas são do tipo III conforme especificado pela norma ASTM E 399/91. Esta curva demonstra que o material se fratura antes que ocorra o desvio da linearidade da curva e, portanto $P_Q = P_{max}$.

Os valores de P_{max} fornecidos no ensaio foram dispostos na tabela 6 juntamente com os valores de a, B e W obtidos com um paquímetro de cada corpo de prova.

Grupo	Amostro	S (m)	D (NI)	a (m)	14/ (m)	P (m)
Grupo	Amostra	3 (III)	P _{max} (IV)	a (111)	VV (111)	В (III)
Grupo 3	1	0,09	23008,40	0,01404	0,02802	0,01365
	2	0,09	23418,40	0,01400	0,02801	0,01398
	3	0,09	21206,10	0,01385	0,02782	0,01355
Grupo 1	4	0,09	18968,20	0,01406	0,02782	0,01386
	5	0,09	18851,60	0,01382	0,02639	0,01355
	6	0,09	22742,30	0,01390	0,02760	0,01412
Grupo 2	7	0,09	22397,10	0,01350	0,02762	0,01433
	8	0,09	24795,50	0,01414	0,02801	0,01450
	9	0,09	20598,00	0,01410	0,02718	0,01452

Tabela 6 _ Dimensões S, a, W e B dos corpos de prova e P_{max} para o cálculo de K_{lc} .

Os valores obtidos para f(a/w) estão apresentados na Tabela 7.

Amostra	a/W	f(a/W)		
1	0,50107	2,671569		
2	0,49982	2,660992		
3	0,49784	2,644372		
4	0,50539	2,708652		
5	0,52368	2,874645		
6	0,50362	2,69338		
7	0,48878	2,570165		
8	0,50482	2,703697		
9	0,51876	2,828505		

Tabela 7 – Valores obtidos para f(a/w)

Tabela 8 – Valores de Kq (Klc) obtidos no ensaio de flexão.

Grupo	Amostra	P _{q (N)}	S (m)	a/W	f(a/W)	K _q (Pa√m)	K _q (MPa√m)	Média
Grupo 3	1	23008,40	0,09	0,50107	2,671569	86409301,00078	86,41	
	2	23418,40	0,09	0,49982	2,660992	85578868,82794	85,58	84,09
	3	21206,10	0,09	0,49784	2,644372	80269570,06483	80,27	
Grupo 1	4	18968,20	0,09	0,50539	2,708652	71899002,91037	71,90	
	5	18851,60	0,09	0,52368	2,874645	83960805,46155	83,96	80,34
	6	22742,30	0,09	0,50362	2,69338	85148348,83557	85,15	
Grupo 2	7	22397,10	0,09	0,48878	2,570165	78761429,96427	78,76	
	8	24795,50	0,09	0,50482	2,703697	88763782,12055	88,76	82,71
	9	20598,00	0,09	0,51876	2,828505	80590472,89808	80,59	

Onde:

Grupo 1 foi submetido ao tratamento térmico convencional de têmpera e revenimento;

Grupo 2 foi submetido ao tratamento criogênico sub-zero;

Grupo 3 foi submetido ao tratamento Criogênico profundo.

Comparando os resultados obtidos para a Tenacidade à Fratura do Aço AISI 4140 quando submetido a diferentes tratamento térmicos é possível concluir que as amostras submetidas ao tratamento criogênico profundo apresentaram melhoria na Tenacidade à Fratura. Comprova-se portanto que através do tratamento criogênico é possível aumentar a tenacidade do aço AISI 4140. Este resultado é conseguido devido a precipitação de carbonetos finos, com ganho em tenacidade, estabilidade dimensional e resistência ao desgaste (Wursbach e Defelice, 2004).

CAPÍTULO 5: CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste trabalho é possível concluir que:

- A tenacidade à fratura (KIc) do aço AISI 4140 associado a um entalhe não-singular aumentou sob influência do tratamento criogênico.
- Através de microscopia óptica não foram identificadas alterações entre as microestruturas do aço AISI 4140 submetidas aos tratamentos de têmpera, criogênico sub-zero e criogênico profundo.
- O tratamento criogênico promove a formação de carbonetos ultrafinos tornando a microscopia óptica insuficiente para identificá-los nas amostras após o tratamento criogênico.
- Na análise por difração por raios-X observou-se a presença de austenita retida nas amostras que sofreram tratamentos criogênico e sub-zero, porém estas estão presentes em quantidades insuficientes para determinar suas quantidades relativas.

SUGESTÕES

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

- Aumentar o número de amostras para realização do ensaio de flexão em três pontos de forma a obter maior quantidade de resultados para análise estatística de KIc;
- Avaliar modificações microestruturais no AISI 4140 causadas pelo tratamento criogênico profundo que foram responsáveis pela melhoria da tenacidade à fratura;
- Alterar parâmetros dos tratamentos térmicos como temperaturas de austenitização, tempo em temperatura de criogenia e aumento no número dos ciclos de tratamento criogênico para analisar a influência destes na tenacidade à fratura (Kic) do aço AISI 4140.
- Avaliar a influência de outros tipos de entalhe no Kic do aço AISI 4140.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Almonu, E.A., Roebuck, B., (1978) Precracking of Fracture-Toughness Specimens of Hard Metals by Wedge Indentation, *Metals Technology*, p.92-98.
- ✓ Anderson, T.L., (1991) Fracture Mechanics Fundamentals and Applications, CRC Press.
- ASM Metals Handbook (1975) Toughness and fracture machanics, in: Failure Analysis and Prevention, v.10, 8° ed,. Metals Park, Ohio, p.30-44
- ✓ ASTM E399 90, (1991) Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, *Annual Book of ASTM Standards*, p. 485-515.
- Barron, R.F., Thompson, R.H. (1990) Effect of cryogenic treatment on corrosion resistance, *Advances in Cryogenic Engineering*, 36: 1375 1379.
- ✓ Barron, R.F. (1982) Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. *Cryogenics*, 22 (8) p 409-413.
- ✓ Bates, C. E., Totten, G. E., Brennan, R. L., (1991), Quenching of Steel.
 In: ASM Handbook, v. 4, Heat Treating, ASM International, pp. 67-120.
- ✓ Becherer, B. A., Whiteford, J., (1991), Heat Treating of Ultrahigh-Strength Steels. *In:* ASM Handbook, v. 4, Heat Treating, ASM International, pp. 207-218.
- ✓ Bhadeshia, H. K. D. H. (2001) Bainite in steels. 2. ed., London, IOM Communications Ltda.
- ✓ Broek, D., (1991), Elementary Engineering Fracture Mechanics, Forth Revised Edition-*Kluwer Academic Publishers*.
- ✓ Callister, W. D. J. (2008) Ciência e engenharia de materias: 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.1^a. ed. Ohio: ASM International, v. 1.
- Chandler, H., (1995), Heat Treater's Guide Practices and Procedures for Irons and Steels. ASM International. United States.
- ✓ Chiaverini, V, (2008), Aços e Ferros Fundidos 7^a ed, São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais.
- ✓ 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 coldwork tool steel. *Heat Treatment of Metals*, v. 3, p. 71-74.
- ✓ Dalcin, G. B., (2007), Ensaios dos Materiais. Ensaios de Flexão, cap
 3.p. 24 a 25. Universidade Regional Integrada do Alto do Uruguai e das
 Missões_Santo Ângelo.
- ✓ Dieter, G.E., 91981), Comportamento dúctil e frágil, *in:* Metalurgia Mecânica, 2º Ed.///Trad. A.S.S. Silva, L.H. Almeida e P.E.V. Miranda, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, p.7-8.
- ✓ Dufour, J.D., (2002), An Introduction to Metallurgy. 4 ed. Houston-TX, Cooper Cameron Corporation.
- ✓ Eriksson, K. (1975), A Rapid Method for Precracking of Brittle Materials", Scandinavian Journal of Metallurgy, Vol 4, pp 182-184.
- ✓ Roberts, G. A., Grobe, A. H., Moerch, C.F, (1947), The Tempering of High Alloy Tool Steels, *Transactions*, ASM, vol 39, p.521.
- ✓ Gobbi, S.J., (2009), Influência do Tratamento Criogênico na resistência ao Desgaste do aço para Trabalho a Frio AISI D2. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM. DM – 132A/09. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF,96p.
- 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.
- ✓ Guimarães, J. R. C., Eckstein, C. B, (1983), Correlação entre a microestrutura e reposta mecânica em misturas de austenita e martensita. *Metalurgia-ABM*, Vol. 39 ,n°307, 307-310.

- ✓ Harris, D. O., Dunegan, H. L., (1968), Fracture Toughness of Beryllium", J. Materials IMLSA, 3, p. 59-72.
- Hillert, M., Borgenstan, A., (2000), Nucleation of isothermal martensite.
 Acta Materialia 48 2777-2785.
- ✓ Huang, J. Y. et a/., (2003), Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. *Materials Sciencie & Engineering*, Los Alamos, 2003. 241-244.
- ✓ Huang, J.Y., Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Beyerlein, I. J., Bourke, M. A., Mitchell, T. E., (2003), Microstructure of cryogenic treatem M2 tool steel.Materials. *In:* Science and Engineering, V.339, p.241-244.
- ✓ Juste, P.S., Almeida, J.N., Antônio de Paula, A., (1986), Tratamento Sub-Zero em cilindros para laminação a frio, *In:* Anais do 41º Congresso sobre Laminação, pp. 115-128, Vitória, ES.
- ✓ Kamody, D. J., (1998), Using deep cryogenics to advantage. Advance Materials & Processes, v. 10, p. 215-218.
- ✓ Krauss, G., (1999), Martensite in steel: strength and structure, *Materials* Science and Engineering v. A, n. 273–275, pp. 40–57.
- Krauss, G., (1995), Steels: Heat treatment and processing Principles. 4
 Ohio, ASM International.
- Lima, F. B., (2006), Microestrutura e Tenacidade de Aços Baixa Liga Tipo 41XX - Uma Abordagem Quantitativa, Dissertação de Mestrado, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, *Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE*.
- ✓ Marder. A. R., Goldstein. J.I., (1984), Phase Transformations in Ferrous Alloys Structure-Property Relationships in Ferrous transformation Products. *AIME*, pp 11-41.
- Mariante, G.R., (1999), Efeito do Tratamento Criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2. *In:* Dissertação de Mestrado- PPGEM-UFRGS.
- Meng, F., Takashira, K., Azuma, R., Sohma, H., (1994), Role of Etacarbide precipitations in the wear resistance improvements of Fe-12-Cv-Mo-V-1.4C. *ISIJ International*, v. 34,n. 2, p. 205-210.
- Mesquita, R. A., Barbosa, C. A., Efeito da Temperatura de Austenitização na Tenacidade do Aço Rápido M2 Medida através do Ensaio de Flexão.

- Meyers, M. A., Chawla, K. K., (1984), Mechanical Metallurgy Principles and Applications" *Prentice Hall.*
- 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 pp. 932 – 946.
- Morris, C., Olson, G.B., (1986), Dislocation Theory of Martensitic Transformations in Dislocations in Solids. *Elsevier Science Publishers* B. V.
- 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.
- Olsson, L.R., Fischmeister, H.F., (1978), Fracture Toughness of Powder Metallurgy and Conventionally Produced High-Speed Steel, *Powder Metallurgy*, N 0 1, p. 13-28.
- ✓ Rebechi, J. G., (2011), Correlações Numéricas entre taxas de resfriamento, microestruturas e propriedades mecânicas para o tratamento térmico do aço AISI/SAE 4140. Dissertação _ Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- ✓ Reed-Hill, R.E., (1982), Medição da tenacidade à fratura, *in:* Principios de Metalurgia Física, 2º ed /// Trad. Francklin Evrard (supervisor), Rio de Janeiro, Guanabara Dois, p.681-88.
- ✓ Reed-Hill. R. E., (1982), Princípios de Metalurgia Física, 2ª ed., p 620 633.
- ✓ Rocha, M. A. C., (2004), Análise das propriedades Mecânicas do aço SAE 4140 com estrutura Bifásica. Dissertação de Mestrado.
- ✓ Sakai, M., Bradt, R.C., (1993), Fracture Toughness Testing of Brittle Materials, *International Materials Reviews*, Vol. 38, 2, pp. 53 – 88.
- ✓ Santos, C. N., (2008), Aspectos cristalográficos da transformação martensítica de uma liga Fe-27%Ni, Tese (Doutorado) – *Instituto Militar de Engenharia* – *Rio de Janeiro.*
- Sartori, C. H., (2009) Influências dos tratamentos térmicos e dos tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2. Dissetação de Mestrado_Universidade Estadual de São Paulo.

- ✓ Silva, F.J., (1999), Influência do Tratamento Criogênico no Desempenho de Ferramentas de Aço Rápido. *In:* Dissertação de Mestrado-UFU.
- Silva, S. E. T. P., (2012) Análise das propriedades mecânicas e estruturais do aço SAE 4140 submetido a tratamento criogênico, Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - Campos dos Goytacazes.
- Silva, W.S., (2001), Estudo da tenacidade à fratura do aço rápido M2 fundido, modificado e tratado termicamente, Dissertação (mestrado) *Escola Politécnica da Universidade de São Paulo*, São Paulo.
- Tokimatsu, R.C., (1998), Inconvenientes e Confusões Decorrentes da Classificação de Fraturas Segundo a Base Dual Dúctil-Frágil 53[°]Congresso Anual da ABM – Belo Horizonte - MG.
- Tokimatsu, R.C., (1995), Influência de parâmetros microestruturais e procedimentos de ensaio, no comportamento mecânico de um aço de ultra-alta resistência e baixa liga, *Tese de Doutorado – Unicamp – São Paulo.*
- ✓ Vales, S. S., (2011), Estudo da influência do tratamento criogênico no aço AISI H13 – (UFSCAR) São Carlos.
- ✓ Weaver, G. H., The Fracture Toughness Test: Design and Practice for Valid Measures of K IC ", *Journal of Materials Education*;
- ✓ Westergaard, H. M., (1939), Bearing Pressures and Vracks, J. App. Mech, 6, A-49.
- ✓ Wisti, M., Hingwe, M., Brennam, R. L., (1991), Tempering of Steel". *In*: ASM Handbook, v. 4, Heat Treating, ASM International, pp. 121-136.
- ✓ Wurzbach R. N., Defelice W., (2004), Improving component wear performance through cryogenic treatment, *Lubrification Excellence*, Noria Corporation.
- ✓ Yun D., X. L., (2008), Deep cryogenic treatment of high speed steel: microestruture and mechanism, *International Heat Treatment* and Surface Engineering, Vol. 2, pp. 80-84.

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