

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

AVALIAÇÃO METALÚRGICA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM AÇO
INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO DIN 1.4110

Tiago Poletto

Dissertação para obtenção do Título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2014

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

AVALIAÇÃO METALÚRGICA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM AÇO
INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO DIN 1.4110

TIAGO POLETTO
Engenheiro Mecânico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre
2014

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência dos Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Professor 1
Prof. Dr. Professor 2
Prof. Dr. Professor 3

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker
Coordenador do PPGEM

Dedico esta dissertação a meu pai, mãe, irmão e esposa!

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Telmo Roberto Strohaecker e ao professor Afonso Reguly, pelo apoio e incentivo.

Ao Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) da UFRGS, pela parceria e apoio irrestrito.

Aos amigos da empresa Tramontina.

Aos Engenheiros Marcio Migliavacca e Jean Balottin pelas dicas e horas trabalhadas.

Ao Dr. Ulrich Brand, da empresa Thyssen Krupp, pelas informações cedidas.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	VIII
LISTA DE TABELAS	X
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	XI
RESUMO	XII
ABSTRACT	XIII
1.0 INTRODUÇÃO	14
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1 Aço Inoxidável.....	16
2.1.1 Breve histórico	16
2.1.2 Classificação	16
2.1.3 Microestruturas comuns em aço inoxidáveis martensíticos.....	19
2.2 Tratamentos térmicos.....	22
2.2.1 Tempera.....	22
2.2.2 Revenimento	23
2.3 Tratamento criogênico	25
2.3.1 Introdução e histórico.....	25
2.3.2 Parâmetros de controle.....	26
2.3.3 Sistemas criogênicos	27
2.3.4 Efeito da microestrutura.....	29
2.3.5 Efeitos nas propriedades mecânicas.....	31
2.4 Resistência ao desgaste	33
2.4.1 Atrito	33
2.4.2 Coeficiente de atrito e medidas de rugosidade.....	33
2.4.3 Conceitos iniciais	34
2.4.4 Modos de desgaste	35
2.4.5 Mecanismos de desgaste	36
2.4.6 Tribômetro Esfera/Plano	37

3.0	MATERIAIS E MÉTODOS.....	38
3.1	Materiais	38
3.1.1	Composição química.....	38
3.1.2	Corpos de prova	38
3.1.3	Condições gerais de fornecimento	39
3.2	Tratamento Térmico.....	39
3.2.1	Definição dos parâmetros de controle.....	39
3.2.2	Tempera.....	40
3.2.3	Revenimento	41
3.2.4	Tratamento criogênico	41
3.3	Testes realizados	42
3.3.1	Análise microestrutural.....	42
3.3.2	Dureza Brinell	43
3.3.3	Análise de desgaste e perfilômetro	43
3.3.4	Ensaio de difração de raio-x.....	44
4.0	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	46
4.1	Análise microestrutural.....	46
4.2	Dureza Brinell.....	54
4.3	Análise de desgaste e perfilômetro	54
4.3.1	Perfilometria das amostras antes do ensaio de desgaste	54
4.3.2	Ensaio de desgaste.....	56
4.3.3	Perfilometria das amostras desgastadas.....	58
4.4	Ensaio de difração de raio-x	62
5.0	CONCLUSÕES	64
6.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	66
7.0	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Evolução da produção mundial de aço inoxidável.....	17
Figura 2.2	Esquema de classificação das ligas ferrosas.	17
Figura 2.3	Família dos aços inoxidáveis.....	19
Figura 2.4	Exemplo de diagrama Fe-C-Cr.	20
Figura 2.5	Ferrita alfa (a) Austenita (b).....	20
Figura 2.6	Microestrutura Perlítica.....	21
Figura 2.7	Célula unitária martensítica.....	22
Figura 2.8	Curva CCT para exemplificar o processo de tempera.....	23
Figura 2.9	Curva de revenimento do aço AISI 440A	25
Figura 2.10	Ilustração do processo criogênico.	27
Figura 2.11	Desenho esquemático de sistema criogênico por nebulização direta.....	29
Figura 2.12	Tribômetros projetados por Da Vinci.....	35
Figura 2.13	Ilustração de modos de desgaste.	36
Figura 2.14	Mecanismos de desgaste.	36
Figura 2.15	Desenho esquemático da máquina de ensaios tribológicos.....	37
Figura 3.1	Corpo de prova utilizado para os testes.....	39
Figura 3.2	Diagrama CCT.	41
Figura 3.3	Máquina para tratamento criogênico.....	42
Figura 3.4	Tribômetro utilizado para os ensaios.	44
Figura 3.5	Perfilômetro utilizado.....	44
Figura 3.6	Difratômetro.	45

Figura 4.1 - Estado de fornecimento	46
Figura 4.2 - Temperado a 1060°C e revenido a 250°C por 1,5 hora.....	47
Figura 4.3 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 1 hora e após revenido a 250°C por 1,5 hora.....	48
Figura 4.4 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 6 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora.	49
Figura 4.5 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 12 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora.	50
Figura 4.6 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -196°C em imersão por 1 hora e após revenido a 250°C por 1,5 hora.....	51
Figura 4.7 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -196°C em imersão por 6 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora.	52
Figura 4.8 - Temperado a 1060°C, Aplicado tratamento criogênico a -196°C em imersão por 12 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora.	53
Figura 4.9 –Perfil 2D da amostra antes do ensaio de desgaste.....	55
Figura 4.10– Perfil 3D da amostra antes do ensaio de desgaste.....	55
Figura 4.11– Gráfico do coeficiente de atrito da amostra EF e TR.....	57
Figura 4.12 – Gráfico do coeficiente de atrito da amostras tratadas a -80°C.....	57
Figura 4.13 – Gráfico do coeficiente de atrito da amostras tratadas a -196°C	58
Figura 4.14 – Perfil similar ao encontrado nas amostras com tratamento criogênico (Amostra austenitizada a 1080 °C temperado e resfriada a -196°C por 12 horas seguido de revenimento a 250 °C por 1,5 horas)).....	59
Figura 4.25 – Perfil de desgaste gerado na amostra EF.....	59
Figura 4.16 – Gráfico de desgaste	60
Figura 4.17 – Espectro gerado pelo difratômetro.....	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Parâmetros já trabalhados em artigos científicos	28
Tabela 2.2	Tabela de testes e resultados de diferentes autores	32
Tabela 2.3	Varição da dureza em diferentes materiais.....	33
Tabela 3.1	Composição química do aço DIN1.4110 segundo a norma.....	38
Tabela 3.2	Propriedades mecânicas do aço DIN 1.4110.....	39
Tabela 3.3	Identificação das amostras e descrição dos processos	40
Tabela 4.1	–Resultados do ensaio de Microdureza.	54
Tabela 4.2	– Dados de rugosidade.....	56
Tabela 4.3	– Valores obtidos no ensaio de desgaste.....	61
Tabela 4.4	– Resultados obtidos nos ensaios de difração.....	62

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

TCP	Tratamento criogênico profundo;
TCS	Tratamento criogênico superficial;
Mf	Temperatura de fim da transformação martensítica (100% Transformada)
Rms	Rugosidade quadrática média
Ra	Rugosidade média
Rz	Rugosidade de profundidade média
F	Razão entre a média quadrada dos grupos e média quadrada dos resíduos
MO	Microscópio ótico
MEV	Microscópio eletrônico de varredura

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo avaliar a influência do tratamento criogênico em um aço DIN 1.4110, verificando sua resistência mecânica e propriedades metalúrgicas antes e depois dos testes realizados. Para isso amostras do aço foram tratadas termicamente em um forno de atmosfera controlada a 1060°C para realização da tempera, após foi realizado um revenimento a 300°C por 1,5 hora. O tratamento criogênico foi realizado entre a tempera e o revenimento e os parâmetros variados foram a temperatura do tratamento e o tempo de exposição (1, 6 e 12 horas). As temperaturas utilizadas foram duas e variaram conforme o método utilizado: -80°C (Tratamento criogênico superficial), para esta temperatura foi utilizado o sistema de nebulização direta com controle de temperatura; para as peças tratadas a -196°C (Tratamento criogênico profundo) foi utilizado o método de imersão direta. Para avaliar a microestrutura foram realizadas metalografias e análises através de microscópio óptico e MEV. Na avaliação do desgaste foi utilizado um tribômetro tipo esfera/plano e perfilômetro para avaliar os canais de desgaste. Também foi realizado ensaios de dureza e de difratometria de raio-X para avaliar a quantidade de austenita retida. Os resultados obtidos apontam para uma melhoria das propriedades mecânicas em relação à amostra não tratada (dureza elevada e melhoria na resistência ao desgaste de até 15 %) em ambos os casos: tratamento criogênico profundo a -196 C e superficial a - 80 ° C. Os valores encontrados para a quantidade de austenita retida que eram de 61,4% para as amostras não tratadas variaram de 27,7% até 20,3% para as tratadas. Não houve alteração microestrutural visível em nenhuma amostra com relação á distribuição de carbonetos. O coeficiente de atrito das amostras não apresentou uma alteração significativa, ficando com valor próximo a 0,8 em todas as amostras.

ABSTRACT

This study aims to evaluate the influence of cryogenic treatment on a steel DIN 1.4110, checking its mechanical strength and metallurgical properties before and after the tests. To do such work, steel samples were heat treated in a controlled atmosphere furnace to 1060 ° C to do the quenching after tempering was carried out at 300 ° C for 1.5 hour. The cryogenic treatment was performed between the quenching and tempering and the parameters varied were temperature and the exposure time (1, 6, and 12 hours). The temperatures used were two and varied according to the method used: -80 ° C (Shallow cryogenic treatment), to reach this temperature was used a direct misting system with temperature control, for pieces treated at -196 ° C (deep cryogenic treatment) the method used was immersion. To evaluate the micro structure metalografies were analyzed by optical microscope and SEM. The wear resistance was analyzed with a tribometer (ball/plan) and profilometer to evaluate the wear channels. It was also performed hardness tests and X-ray diffraction to evaluate the amount of retained austenite. The results obtained show improved mechanical properties compared to untreated sample (high hardness and improved wear resistance of up to 15%) in both cases: deep cryogenic treatment at -196 C to - 80 ° C and superficial. The values found for the amount of retained austenite which were 61,4% for the untreated samples ranged from 27.7% to 20.3% for those treated. There wasn't any micro structural variation or difference in the carbide distribution between the samples. The friction coefficient of the samples did not show a significant change, getting a value close to 0.8 for all samples.

1.0 INTRODUÇÃO

Durante alguns anos o tratamento criogênico em aços vem se difundido industrialmente, porém restam algumas dúvidas a respeito de quais são os reais pesos dos mecanismos que promovem o aumento de propriedades mecânicas características.

No princípio da aplicação deste tipo de tratamento de forma industrial (Década 60), a principal discussão era com respeito a responsabilidade do grande aumento de resistência ao desgaste. De um lado metalurgistas respeitadas que enxergavam o processo de maneira simplista alegando que o tratamento apenas trazia benefícios pela diminuição da austenita retida, e de outro lado, empresas que ofereciam este serviço alegando que ele era responsável por uma precipitação mais fina de carbonetos que causavam o aumento expressivo na resistência.

O fato é que, passado bastante tempo e realizados diversos estudos, verificou-se que ambos os lados tinham em parte razão, a diminuição da austenita retida e a dispersão de carbonetos (do tipo ϵ) ultrafinos na matriz martensítica (estudos realizados na década de 80) são os responsáveis pelas alterações nas propriedades mecânicas.

A partir deste momento foi iniciada uma busca por informações de melhores processos para cada tipo de material, assim como estudos para verificar quais eram os reais mecanismos responsáveis pela formação deste precipitado refinado.

Encabeçando a lista de materiais testados, os aços ferramenta, por conta de sua composição química favorável à formação de carbonetos e presença de austenita retida foram quase que completamente mapeados, fato que ajudou a deixar o processo menos nebuloso e levantou hipóteses bastante consistentes para o processo de uma maneira geral.

Aços inoxidáveis martensíticos entraram nesta fila de testes à poucos anos. Por conta de sua aplicação bastante específica (Resistência a corrosão e mecânica) e grande quantidade de ligas, ainda existem alguns pontos a serem trabalhados.

O foco deste trabalho será avaliar a resistência ao desgaste e as alterações metalúrgicas no aço inoxidável martensítico DIN 1.4110 exposto a tratamento criogênico profundo

(método de imersão) e superficial (método de nebulização direta), através de ensaios de dureza, desgaste, perfilometria, difração de raios-X, metalografias e emprego de MEV.

2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aço Inoxidável

2.1.1 Breve histórico.

A descoberta do aço inoxidável ocorreu a aproximadamente 100 anos, franceses, alemães e ingleses seguidos por metalurgistas americanos, foram os pioneiros nas ligas de ferro com baixo carbono que continham cromo como principal elemento de liga.

Entre 1904 e 1909 Léon Guillet e Albert Portevin (ambos Franceses), publicaram estudos referentes às três grandes classes de aço Inoxidável: Ferrítico, Martensítico e Austenítico (DAVIS et. al., 1999).

Suas aplicações na indústria o tornaram rapidamente popular e o estudo das diferentes composições ganhou grande incentivo, até que em meados de 1930 o aço duplex foi descoberto (somente na década de sessenta que ele se tornou comercialmente viável). Já em 1940, o aço inoxidável endurecido por precipitação foi desenvolvido por metalurgistas americanos (DAVIS et. al., 1999).

Atualmente o desenvolvimento de novas ligas segue em pauta e a produção de uma forma geral cresce anualmente, como pode ser verificado na figura 2.1.

2.1.2 Classificação

Antes de expor os diversos tipos de aços inoxidáveis é necessário contextualizá-lo com relação as outras ligas ferrosas, usualmente divididas da forma descrita na figura 2.2, aonde podemos ver a presença do aço inoxidável como uma ramificação dos aços alta liga, estando posicionado ao lado dos ferramenta.

Usualmente se define os aços inoxidáveis de uma maneira simples dizendo que são aços ao carbono contendo o cromo como elemento de liga principal, tendo no mínimo 11% deste elemento na sua composição (CALISTER, 2007).

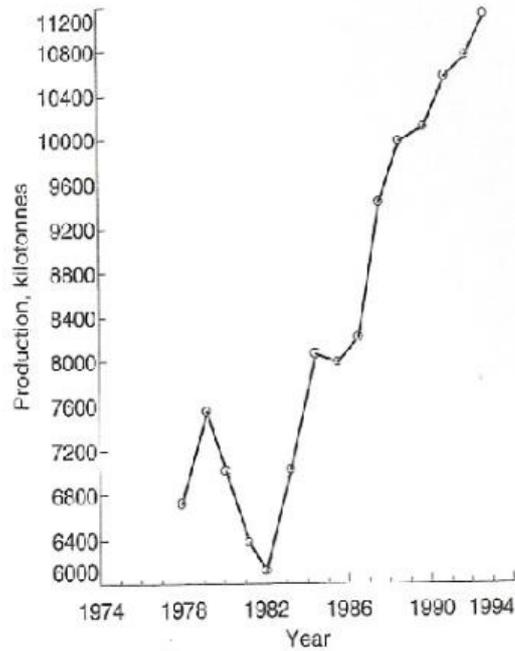


Figura 2.1 – Evolução da produção mundial de aço inoxidável (Adaptado de DAVIS et. al., 1999)

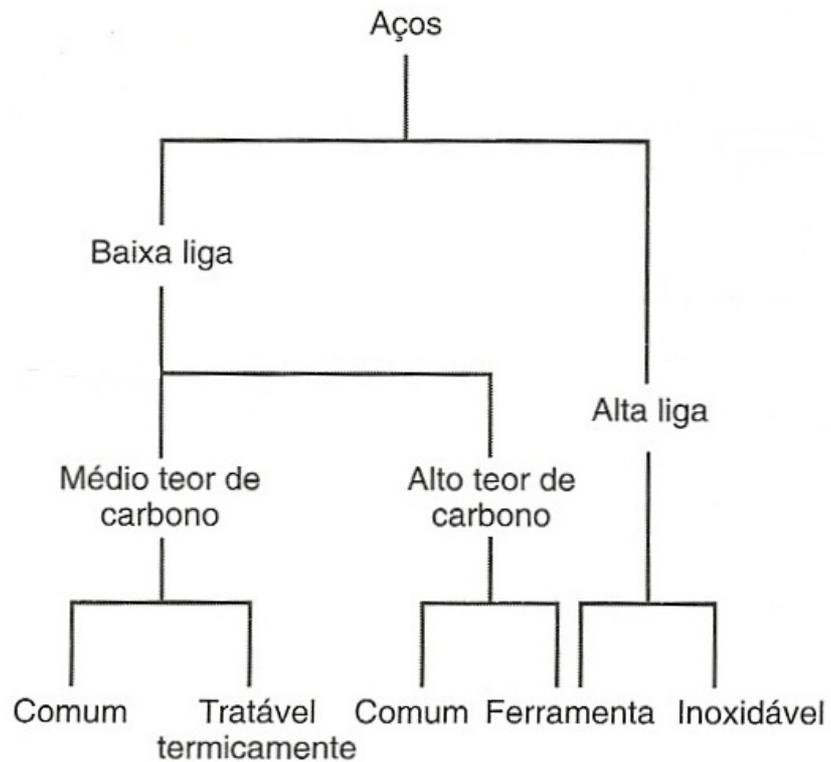


Figura 2.2 – Esquema de classificação de ligas ferrosas (Adaptada de CALLISTER, 2007)

Porém, para descrever o aço inoxidável de maneira adequada é necessário dividi-lo em categorias. Apesar de alguns autores tratarem os aços inoxidáveis em apenas três categorias (CALISTER, 2007), usualmente o dividimos conforme (DAVIS et. al., 1999), em cinco categorias distintas, quatro delas são divididas de acordo com a sua microestrutura e uma delas é de acordo com o tratamento térmico utilizado, são elas:

- Austenítico: É a maior família entre os aços inoxidáveis. Trata-se de um aço não magnético que possui a microestrutura CFC (Cúbica de face centrada), portanto não pode ser tratado termicamente. Elementos de liga como Níquel, carbono e nitrogênio são utilizados para estabilizar a austenita em temperatura ambiente.
- Ferrítico: Contém entre 11% e 30% de Cromo em sua composição química e tem seu nome por conta da microestrutura CCC (Cúbica de corpo centrado). Esta liga é magnética e não pode ser endurecida por tratamento térmico, portanto suas propriedades mecânicas são limitadas. Sua resistência a corrosão depende diretamente da quantidade de cromo.
- Martensítico: Similar ao aço carbono comum, este tipo de aço pode ser tratado termicamente (tempera, revenimento, etc). São ligas magnéticas que quando tratadas termicamente apresentam a microestrutura TCC (Tetragonal de corpo centrado), ou seja, martensítica. Apresenta alta resistência mecânica associada a uma resistência a corrosão mais baixa
- Duplex: São ligas do tipo Cromo-molibidênio-níquel, que contem em sua microestrutura tanto ferrita como austenita (advindo daí o nome Duplex).
- Endurecido por precipitação: Estas ligas são endurecidos por envelhecimento e podem ter a microestrutura austenítica, martensítica, semi-austenítica. Suas propriedades variam de acordo com o tratamento e composição química.

Para mostrar a amplitude da quantidade de ramificações dos aços inoxidáveis, a figura 2.3 liga as famílias de acordo com as sua semelhança química.

apresenta baixa dureza e um fator de empacotamento de 0,74. Na figura 2.5 podemos observar as duas microestruturas, ferrita alfa (a) e austenita (b).

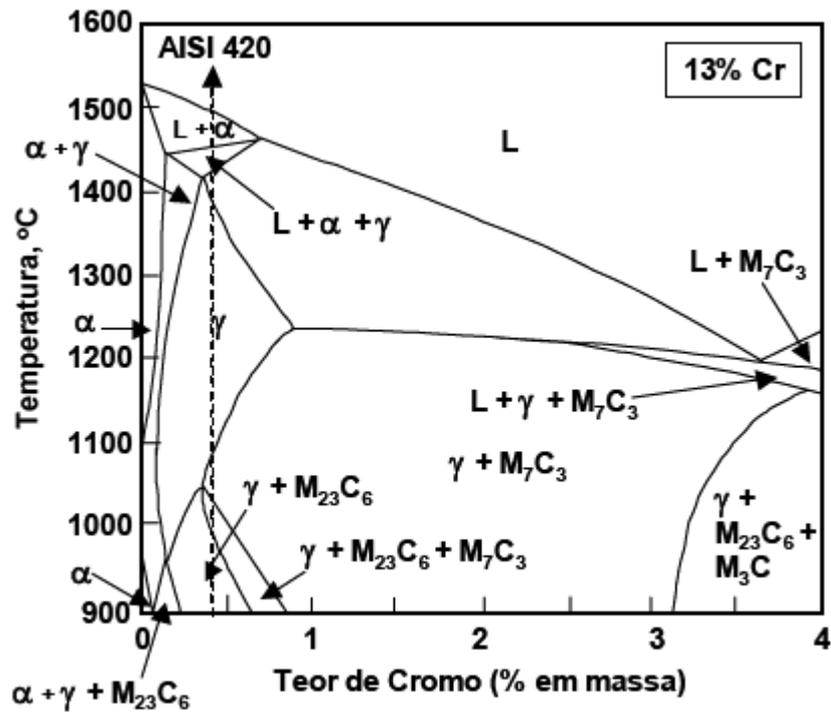


Figura 2.4 – Exemplo de diagrama Fe-C-Cr (Adaptado de DAVIS et. al., 1999)

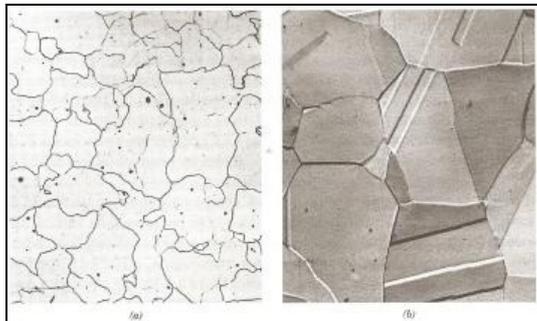


Figura 2.5 – Ferrita alfa (a), e Austenita (b), (Adaptada de CALLISTER, 2007).

- Cementita: Carbonetos de ferro, isto é, Fe_3C . Altamente frágil, e sua dureza alcança aproximadamente 65 HRC. Têm estrutura ortorrômbica.
- Perlita: Ocorre quando um aço com microestrutura Austenítica é resfriado lentamente. Camadas alternadas de ferrita alfa (parte clara da figura 2.6) e cementita (parte escura).

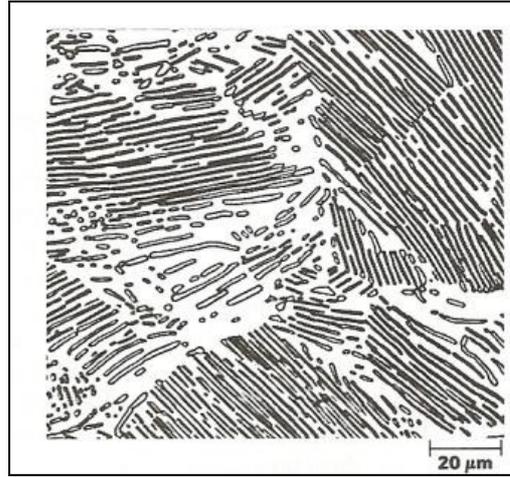


Figura 2.6 – Microestrutura perlítica. (Adaptada de CALLISTER, 2007).

- **Martensita:** Talvez uma das mais importantes fases seja a Martensita, pois é o alvo da maior parte dos tratamentos térmicos. Ela é formada quando ligas de ferro-carbono e aços inoxidáveis são austenitizadas e resfriadas rapidamente até uma temperatura ambiente (depende da liga). É uma estrutura monofásica de alta dureza, essencial na fabricação de peças com alta dureza. Quando o resfriamento não é feito de forma tão efetiva pode-se ter uma estrutura martensítica com níveis de austenita retida, o que pode gerar pontos de baixa dureza. Esta fase não se encontra no diagrama mostrado pois ela não ocorre em equilíbrio, é uma fase metaestável e adifusional.
- **Precipitados diversos:** São partículas, usualmente duras, que tem grande resistência ao desgaste e podem se dividir grosseiramente em dois tipos, independente de sua composição química: Carbonetos primários, que tem cerca de 40 micrômetros de diâmetro e podem migrar e mudar de forma dependendo do tratamento térmico aplicado, afetando assim as propriedades mecânicas. E existem também os secundários, que tem cerca de 0,5 micrômetros de diâmetro que são formados na laminação. De certa forma, os carbonetos secundários, em quantidade moderada, são bem vindos na fabricação de peças com resistência ao desgaste, pois geram certa resistência a abrasão, mantendo uma usinabilidade aceitável.
- **Carbonetos do tipo η (eta):** Merecem um destaque pois são apontados como possíveis causadores de aumento na resistência ao desgaste (Fe_2C) são apontados como os maiores responsáveis pelo aumento da resistência ao desgaste. Possuem estrutura na maior parte dos casos ortorrômbica. (MENG, et. al. 1994).

O mecanismo de formação destes η -carbonetos foi proposto da seguinte forma: o ferro ou os átomos substitucionais se expandem e contraem, e os átomos de carbono se

deslocar um pouco, devido à deformação da rede como resultado da tempera e do tratamento criogênico. (MENG, et. al. 1994).

2.2 Tratamento térmico

2.2.1 Tempera

O processo de tempera se refere ao rápido resfriamento de peças de metal a partir da temperatura de austenitização (quando o material tem em seu reticulado cristalino a estrutura Cúbica de face centrada – CFC), sendo que o objetivo principal do processo é o ganho de propriedades mecânicas através da obtenção da microestrutura Martensita. (DAVIS et. al., 1999).

Em aços inoxidáveis ou aços alta liga pode-se utilizar a tempera como forma de minimizar a presença de carbonetos no contorno de grão, mas na sua essência a tempera é utilizada para formar quantidades de martensita e aumentar a resistência mecânica e dureza do material.

Este processo deve ser rápido, pois a ideia dele é que não de tempo para os átomos de carbono se difundir ficando presos no reticulado cristalino, o distorcendo deixando ele no formato de uma estrutura Tetragonal de corpo centrado (Martensita). A figura 2.7 exemplifica os espaços que podem ser tomados pelo carbono (na transformação martensítica ocorrida na tempera em uma Célula unitária. O átomo de carbono é o responsável pela distorção do reticulado cristalino.

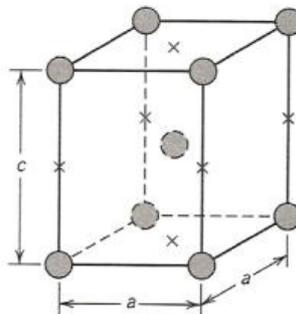


Figura 2.7 – Célula unitária Martensítica. Sítios intersticiais que podem ser ocupados pelo carbono são indicados por “x”.

De uma forma geral o processo de tempera pode ser explicado através da figura 2.8. Esta figura exemplifica qual deve ser a taxa de resfriamento (em vermelho) para que se forme

martensita sem precipitar outras fases. É importante destacar que a quantidade de austenita retida está ligada a capacidade de atingir a temperatura M_f , se a taxa estiver correta e a M_f for atingida o material terá a menor quantidade de Austenita retida possível.

Trata-se de um gráfico genérico, porém cada composição química tem uma curva característica, portanto para cada aço temos uma taxa de resfriamento específica. De qualquer forma se a taxa for muito baixa, outras fases irão se formar, e as propriedades desejadas não serão alcançadas, pois o Carbono terá tempo de se difundir.

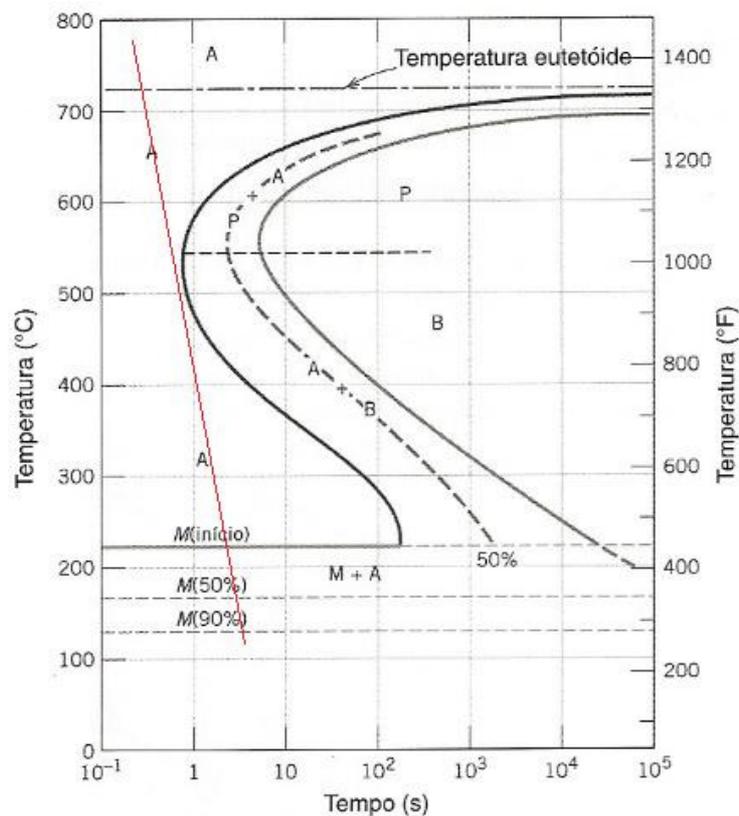


Figura 2.8 – Curva CCT para exemplificar como funciona o processo de tempera.

Após mostrar a curva CCT fica clara a importância da taxa de resfriamento. É através do meio da tempera que se obtém esta, dependendo do meio podemos variar a taxa de resfriamento. Os mais comuns são:

- Óleo (Com ou sem aditivo)
- Água Pura
- Solução aquosa de polímero
- Água com Sais ou aditivos cáusticos.

- Gases diversos (Hélio, argônio, Nitrogênio, etc)

Usualmente em aços inoxidáveis se realiza a austenitização em atmosfera redutora, para evitar a decarbonetação: Nitrogênio e Hidrogênio (DAVIS et al., 1999).

É importante ressaltar que existem diversos tipos de tempera: Pode ser direta, seletiva, por Spray, por nebulização, interrompida, etc. Porém o processo direto é o mais difundido e utilizado, nele o material entra em contato diretamente com o meio de tempera escolhido.

2.2.2 Revenimento

O processo conhecido como revenimento é quando um material é aquecido a temperatura abaixo de temperatura crítica (Ou seja, não há austenitização) e resfriado a uma taxa lenta. Sua função principal é aumentar a ductilidade, pois normalmente ele é realizado em um material previamente endurecido (pelo processo de tempera ou um outro). Sua segunda função é o aumento de tamanho de grão na matriz.

Usualmente os materiais são revenidos após tempera para atingir propriedades bem específicas de dureza e tenacidade, porém seu uso pode ser apenas para alívio de tensões após usinagem e soldagem.

- As principais variáveis a serem controladas no processo são:
- Temperatura
- Tempo
- Taxa de resfriamento
- Composição do aço.

Cada composição de aço possui uma curva de revenimento que relaciona três aspectos fundamentais deste processo: Dureza, tempo e temperatura. Através do estudo e da análise destas curvas podemos atingir através do revenimento as propriedades que desejamos. A figura 2.9 mostra a curva de revenimento do aço AISI 440 A em 1 hora, para exemplificar como se comporta a dureza deste aço sendo revenido.

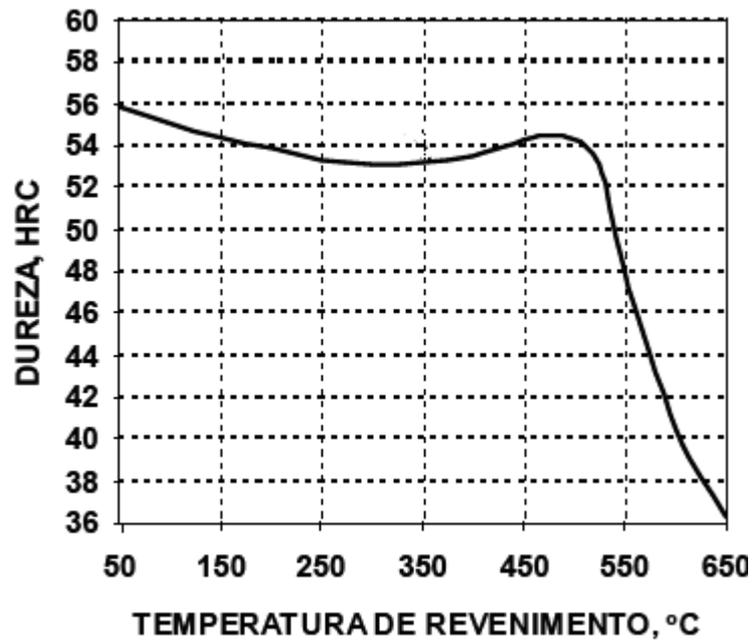


Figura 2.9 – Curva de revenimento do aço AISI 440 A (Adaptado de DAVIS et al., 1999)

2.3 Tratamento criogênico

2.3.1 Introdução e histórico

Enquanto o uso de tratamentos térmicos que envolvem aquecimento, são completamente dominados e utilizados durante muito tempo, os tratamentos criogênicos são relativamente novos.

As primeiras tentativas de realizar tratamentos sub-zero (maneira popular de falar do tratamento criogênico) foram feitas no início do século 20 (BALDISSERA et. al. 2008), porém alguns autores (WURZBACH et. al. 2000), consideram os suíços como pioneiros no processo. As baixas temperaturas dos Alpes teriam sido as formas primitivas que garantiram a reputação dos aços suíços.

O primeiro grande divisor de águas, em termo de conhecimento do processo, foi a Segunda guerra mundial aonde diversos estudos foram realizados pelo cientista Clarence Zener (WURZBACH et. al. 2000), mergulhando peças em nitrogênio líquido, causando muitas vezes trincas e empenamento das peças.

O processo ganhou finalmente corpo industrial em meados dos anos 80 aonde as máquinas e dispositivos utilizados para baixar a temperatura de maneira gradual (para evitar os problemas resultantes do choque térmico) começaram a se popularizar.

Artigos pouco embasados academicamente e de foco comercial marcaram as primeiras décadas de estudo. Títulos traduzidos livremente como “Aumento das propriedades do metal com super congelamento: Fato ou mito” (LAVERNE, 1985) e “Engrenagem congeladas” (PAULING, 1995), (sendo que esse último autor é proprietário de uma empresa que presta serviços de tratamento criogênico), falavam de resultados milagrosos e criavam a impressão de estarem distorcidos.

Atualmente os resultados são confiáveis e bastante numerosos, levantando uma gama de informações e materiais que serão ilustrados na sequência.

2.3.2 Parâmetros de controle

Existem basicamente duas categorias de tratamento criogênico. Duas famílias foram criadas de acordo com a temperatura cujo elas são expostas. (BENSELY, 2004).

- Tratamento Criogênico raso (TCR) – As amostras são expostas a temperaturas próximas a - 80 °C.
- Tratamento criogênico Profundo (TCP) - As amostras são refrigeradas até temperaturas próximas á - 196 °C.

Feita a distinção entre as famílias de tratamento, a figura 2.10 mostrada abaixo, ilustra uma curva de temperatura de um processo criogênico genérico aonde os parâmetros básicos são: Temperatura mínima (Tm), Tempo de encharque (Te), taxa de aquecimento e resfriamento.

É importante ressaltar que 72% da contribuição no aumento na resistência ao desgaste vem do temperatura do processo, seguido pelo tempo de encharque (24%), taxa de resfriamento (10%) e temperatura da tempera (2%) (DARWIN et. al. 2007)

A variação destes parâmetros foi demonstrada na tabela 2.1, aonde (BALDISSERA et. al. 2008) reúne os parâmetros de diversos autores pesquisados.

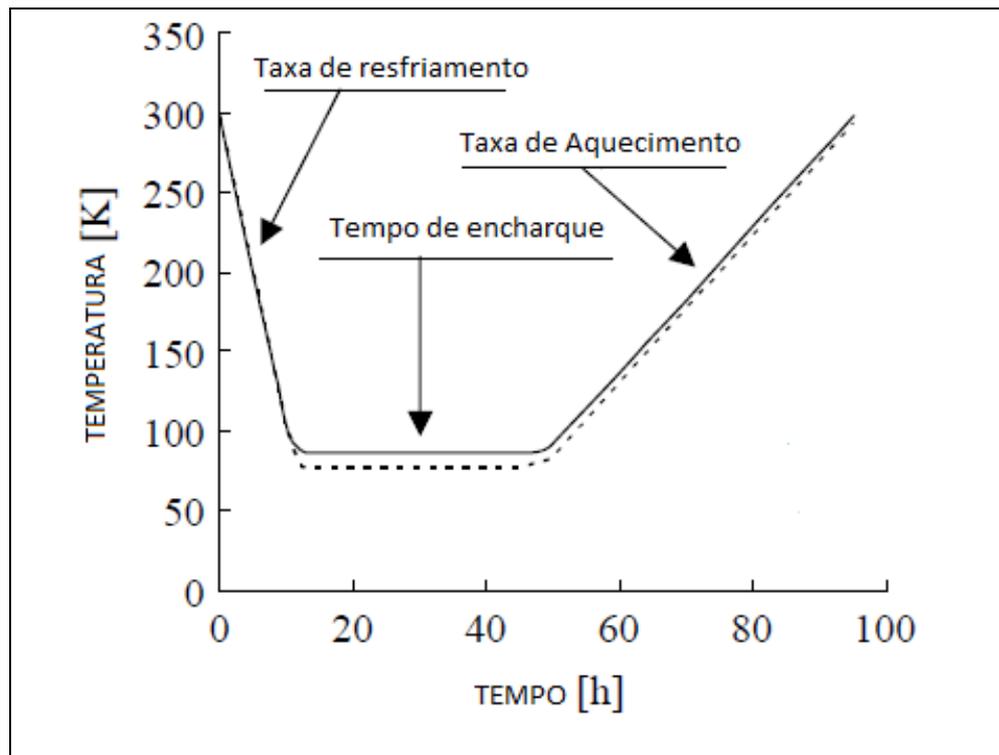


Figura 2.10 – Ilustração de processo criogênico (Adaptada de BALDISSERA et. al. 2008).

2.3.3 Sistemas Criogênicos

Por definição um sistema criogênico é o equipamento que permite o controle de temperatura de uma câmara fria até níveis extremamente baixos (-196°C), através do uso de hélio ou mais corriqueiramente nitrogênio (BALDISSERA et.al. 2008).

Até os anos 60, máquinas deste tipo não existiam para esse propósito. O desenvolvimento foi feito inicialmente em Detroit (E.UA.) por Ed Busch da empresa Cryo-Tech, seguido por Peter Paulin da 300 Below, que otimizou o processo.

Atualmente existem três formas relevantes de sistemas criogênicos (RUSIÑOL, 2004), são elas:

- Trocador de calor: O nitrogênio líquido resfria o ar que entra em contato com as peças, através de um trocador de calor
- Nebulização direta: Nitrogênio líquido é nebulizador diretamente em uma câmara. Na câmara existem ventiladores para homogeneizar a temperatura
- Imersão gradual: As peças são imersas e depois extraídas lentamente do nitrogênio líquido.

Existem também os sistemas híbridos que a mistura dos três métodos descritos anteriormente.

Tabela 2.1 – Parâmetros já trabalhados em artigos científicos (Adaptada de BALDISSERA et. al. 2008)

Autor	Material	Temperatura	Tx. de Resf. [K/min]	Te [h]	Tx. Aq. [K/min]
Huang, [19]	AISI M2 tool steel	77	-	168	-
da Silva, [15]	AISI M2 tool steel	77	1.0	20	1.0
Leskovšek, [13]	AISI M2 tool steel	77	immersion	1	-
Mohan, [39]	AISI M2, T1, D3 tool steel	from 163 to 93	-	6 and 24	-
Molinari, [17, 18]	AISI M2, H13 tool steel	77	from 0.3 to 0.5	35	0.07
Yun, [16]	AISI M2, T1 tool steel	77	-	24 and 48	-
Gordo, [20]	M3/2 HSS matrix with Nb and Ta carbides	77	0.36	35	0.07
Meng, [3]	Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel	223 and 93	-	-	-
Meng, [4]	Fe-1.4Cr-1C bearing steel	223 and 93	-	1	-
Bensely, [9, 22, 41]	En 353 carburized steel	193 and 77	immersion and 1.24	5 and 24	0.64
Preciado, [21]	Carburized steel	83	1.0	22	-
Kollmer, [40]	AISI 4140 cold rolled steel	89	1.13	6-10	1.13
Zhirafar, [12]	AISI 4340 low alloy steel	77	1.8	24	1.8
Yong, [24]	ASSAB 760 medium carbon steel	89	0.57	18	0.57
Yang, [46]	13Cr2Mn2V high Cr white iron	77	immersion	3	-
Liu, [45]	3Cr13Mo1V1.5 high Cr cast iron	77	immersion	3	-
Darwin, [10]	SR34 18% Cr martensitic stainless steel	from 193 to 89	from 0.5 to 3.5	from 6 to 36	1.0
Ianamura, [28]	Fe-18Cr-8Ni austenitic stainless steel	195	-	-	-
Myeong, [27]	Fe-18Cr-8Ni austenitic stainless steel	197	-	3	-
Singh, [25, 26]	AISI 304L welded joints	88	from 0.34 to 0.85	30	from 0.17 to 0.34
Zhisheng, [47]	Cr-Zr-Cu alloy electrodes	123 and 103	6.0	2 and 4	-
Chen, [32]	Al alloy	89	-	24	-
Lulay, [33]	7075-T651 Al alloy	77	-	2 and 48	-
Trieu, [31]	UHMWPE	89	0.5	14	-

A figura 2.11 mostra um esboço de sistema criogênico de nebulização direta. Uma câmara criogênica recebe as peças, o termopar dá o sinal ao controlador que atua através das eletroválvulas liberando a passagem de nitrogênio líquido aos bicos injetores que lançam ao sistema baixando a temperatura. O ventilador tem a função de estabilizar e homogeneizar a temperatura rapidamente.

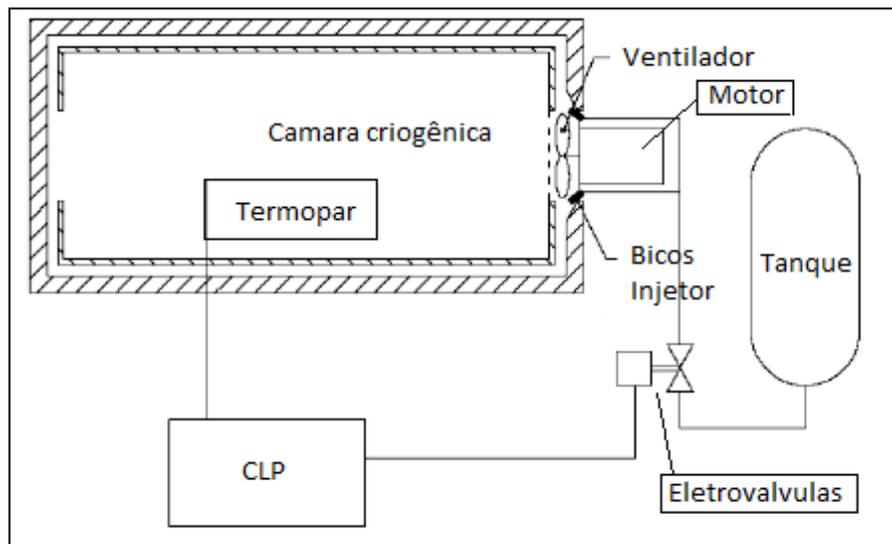


Figura 2.11 – Desenho esquemático de sistema criogênico por nebulização direta (Adaptada de BALDISSERA et. al. 2008)

2.3.4 Efeitos na Microestrutura

Em ligas ferrosas os fenômenos que ocorrem nas propriedades mecânicas podem ser relacionados principalmente a três fenômenos, são eles:

- Transformação completa de austenita retida em martensita
- Dispersão fina de carbonetos
- Remoção de estresse residual

A primeira destas três opções foi talvez a que gerou o interesse inicial neste tipo de tratamento, e ainda existe uma certa discussão a respeito deste fator. Alguns autores sugerem que alguma proporção de austenita retida é benéfica a resistência ao desgaste (PELLIZZARI, 2003) (HERANDEZ, 2009).

A interpretação de que não era apenas a diminuição da austenita retida, e que haviam outros fenômenos envolvidos, foi primeiramente discutida pois se verificou que após baixar a temperatura a níveis inferiores a M_f houve melhorias que ultrapassaram as obtidas apenas com a redução da austenita retida (Carlsson et. al. 2000).

Após esta descoberta, um segundo mecanismo foi proposto para explicar a melhoria de propriedades. Um constituinte microestrutural do aço temperado, os carbonetos do tipo Eta, foram utilizados para esclarecer o aumento das propriedades tribológicas do aço (MENG, et. al. 1994).

A tese proposta era de que os precipitados finos (os eta-carbonetos), originados através do agrupamento do carbono na martensita virgem, promovem uma dispersão mais homogênea e fina. Este efeito foi batizado de “Condicionamento de baixa temperatura” da martensita virgem (MENG, et. al. 1994).

Após o artigo (MENG et. al. 1994) diversos autores verificaram que o tratamento criogênico de uma forma geral promove a precipitação de carbonetos finos e muito dispersos, fato que vêm sendo comprovado a cada publicação no assunto. Em um artigo publicado há pouco tempo, é apresentado um breve resumo dos materiais testados (na sua maioria aços ferramenta) e apesar dos valores se modificarem de acordo com a composição química fica claro que a tendência é basicamente a mesma, ou seja, aumento sutil na dureza, diminuição da austenita retida e precipitação de carbonetos pequenos bem distribuídos (BALDISSERA et. al. 2008).

Em aços inoxidáveis martensíticos (HERNANDEZ, 2009), foi descrito um comportamento similar ao encontrado em aços ferramenta, e ressalta-se que a precipitação ocorre preferencialmente nos contornos dos grãos de austenita retida que restaram após o tratamento térmico. Este trabalho é particularmente interessante por apresentar resultados de diminuição de dureza após tratamento criogênico, aparentemente parte do Carbono na matriz foi utilizado para a formação de carbonetos e não conseguiu ficar presa no reticulado cristalino para transformar a microestrutura em martensita.

Outro fator interessante a ser ressaltado é que o tratamento criogênico raso, apenas reduz a quantidade de austenita. Já no profundo além desta redução é apresentado aumento no numero de precipitados finos (BENSELEY, et. al. 2005).

Sobre o terceiro item destacado anteriormente, a redução de estresse residual nas amostras, o tratamento criogênico tem o efeito de reduzir drasticamente os níveis de tensão (BENSELEY, et. al. 2007). No artigo, aproximadamente 50% da tensão residual em amostras temperadas e revenidas, a explicação dos autores é que a precipitação de carbonetos alivia a tensão residual acumulada na martensita (reduzindo sua tetragonalidade).

Por fim, para uma maior compreensão dos mecanismos foi proposto uma abordagem numérica para a simulação do Tratamento criogênico (FARGUSSON et. al. 2006). Os autores propuseram um algoritmo para um software que prevê algumas propriedades mecânicas através de um banco de dados e informações preestabelecidas.

Trabalhos publicados com respeito a ligas não ferrosas e ferros fundidos também foram realizados, porém como se tratam de outros mecanismos, estes não serão tratados neste trabalho.

2.3.5 Efeitos nas propriedades mecânicas

Apesar de ser quase impossível comparar todos os resultados dispostos na literatura sobre o assunto, por conta da quantidade de condições diferentes, segue abaixo uma ideia geral dos efeitos nas propriedades mecânicas com a aplicação do tratamento criogênico (Profundo e raso)

- Resistência ao desgaste

Este fator representa grande importância, pois em aplicações reais o contato entre superfícies é inevitável, por exemplo, em ferramentas de usinagem, engrenagens, rolamentos, frios, pistões, etc. Este fator está diretamente ligado a custo e por conta desse motivo existe tanta atenção no assunto.

De um modo geral, a resistência ao desgaste aumenta significativamente, especialmente em aços ferramenta aonde os efeitos benéficos do tratamento criogênico são amplamente difundidos.

A tabela 2.2 cruza os resultados encontrados, materiais testados e tipos de ensaios realizados.

- Dureza

Esta propriedade tem sua parcela de representatividade pois está ligada intimamente a resistência ao desgaste. Nota-se que elas não sobem proporcionalmente, enquanto a resistência ao desgaste sobe acima de 50 % (PAULIN, 1993), o aumento de dureza é de valores mais modestos, na maior parte dos resultados é de no máximo 10%.

A tabela 2.3 exemplifica como os valores da dureza variam com tratamento criogênico.

- Resistência a tração e fadiga

Este é um campo ainda nebuloso pois existem poucos trabalhos publicados a respeito, porém existe uma tendência de aumento da vida em número de ciclos das amostras tratadas criogenicamente (IANAMURA ,et. al. 1999). No artigo em questão foi tratada uma liga inoxidável austenítica, o que sugere que existam outros mecanismos envolvidos.

De qualquer maneira este tema deverá ser mais difundido nos próximos anos.

Tabela 2.2 – Tabela de testes e resultados de diferentes autores (Adaptada de BALDISSERA et. al. 2008)

Primeiro autor	Material testado	Tipo de Teste	Melhorias encontradas
da Silva, [15]	AISI M2 tool steel	Pin-on-disk	No significant changes
		Brandsma rapid facing tests	+44% tool life
		Twist drills	+343% tool life (catastrophic failure end-life criterion)
		Shop floor test (special shaper milling cutter)	-22.8% produced parts (appearance of burrs end-life criterion)
Mohan, [39]	AISI M2, T1, D3 tool steel	Pin-on-disk (M2, D3)	+135% wear resistance for M2 +174% wear resistance for D3
		Flank wear (T1, M2, D3)	+110.2% wear resistance for T1 +86.6% wear resistance for M2 +48% wear resistance for D3
Molinari, [17, 18]	AISI M2, H13 tool steel	Pin-on-disk	-51% wear rate for M2 -29% wear rate for H13
Pellizzari, [43]	X155CrMoV12 X110CrMoV8 cold work tool steels	Block-on-disk dry sliding	-42.4% wear rate for X155 -25.3% wear rate for X110
Meng, [3]	Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel	Sample-on-wheel	“110% to 600% improvement”, p. 206
Meng, [4]	Fe-1.4Cr-1C bearing steel	Sample-on-wheel	-50% wear rate (*)
Bensely, [9]	En 353 carburized steel	Pin-on-disk	+85% wear resistance for SCT +372% wear resistance for DCT
Preciado, [21]	Carburized steel	Pin-on-disk	-20% wear rate (*)
Yong, [24]	ASSAB 760 medium carbon steel	Flank wear	-33% flank wear (*) after 300 s of continuous cutting
Yang, [46]	13Cr2Mn2V high Cr white iron	M-200 Abrasion Experimental Aircraft	+8% relative wear ratio (*)
Liu, [45]	3Cr13Mo1V1.5 high Cr cast iron	M-200 Abrasion Experimental Aircraft	+5% relative wear ratio (*)
Darwin, [10]	SR34 18% Cr martensitic stainless steel	Reciprocatory Friction Test	-43.8% wear loss

(*) Approximate results obtained from graphs.

Tabela 2.3 – Variação da dureza em diferentes materiais (Adaptada de BALDISSERA et. al. 2008)

Primeiro Autor	Materiais testados	Melhorias encontradas
da Silva, [15]	AISI M2 tool steel	No significant changes
Leskovšek, [13]	AISI M2 tool steel	+5.26% Rockwell-C hardness
Molinari, [17, 18]	AISI M2, H13 tool steels	+8.3% Vickers hardness on M2 +6.9% Rockwell-C hardness on H13
Yun, [16]	AISI M2, T1 tool steels	+2.6% Rockwell-C hardness on M2 +2.8% Rockwell-C hardness on T1
Pellizzari, [43]	AISI H13 tool steel	+6.9% Rockwell-C hardness
Pellizzari, [44]	X155CrMoV12 X110CrMoV8 cold work tool steels	No significant changes on both steels
Gordo, [20]	M3/2 HSS matrix composite with Nb and Ta carbides	+12.35% Rockwell-C hardness
Bensely, [9]	En 353 Carburized steel	+3.48% Vickers hardness
Jordine, [5]	En36A carburized steel	+17% Vickers hardness (*)
Preciado, [21]	Carburized steel	+17% Vickers microhardness (*)
Kollmer, [40]	AISI 4140 cold rolled steel	No significant changes
Zhirafar, [12]	AISI 4340 low alloy steel	+2.4% Rockwell-C hardness
Yang, [46]	13Cr2Mn2V high chromium white iron	+3.2% Rockwell-C hardness (*)
Liu, [45]	3Cr13Mo1V1.5 high chromium cast iron	+5.5% Rockwell-C hardness (*)
Singh, [25, 26]	AISI 304L welded joints	No changes in macrohardness (10 kg) +18.8% in Vickers microhardness (50 g)
Zhisheng, [47]	Cr-Zr-Cu alloy electrodes	+3.13% Brinell hardness
Lulay, [33]	7075-T651 Al alloy	No significant changes (-0.5%)

(*) Approximate result obtained from graphs.

2.4 Resistência ao desgaste

2.4.1 Atrito

Antes de escrever sobre desgaste é necessário entender o que é atrito. (HALLIDAY ,1996) descreve o atrito como sendo a força natural resultante do movimento relativo entre dois corpos quando submetidos a uma força externa, sendo paralela a superfície de contato e atuando na direção oposta ao movimento.

As forças de atrito estão presentes nas nossas vidas, sendo necessário vencê-las e administrá-las de acordo com a nossa vontade.

Pode-se dividir o estudo do atrito em duas partes: Atrito estático (início do movimento) e atrito dinâmico (Continuidade do movimento relativo) (BALOTIN, 2010).

2.4.2 Coeficiente de atrito e medidas de rugosidade

Coeficiente de atrito

Representado pela letra grega μ , o coeficiente de atrito é a relação entre a força de atrito e a força normal (Grandeza adimensional portanto) usada para avaliar contato entre as superfícies. Também pode-se dividir o coeficiente em estático e dinâmico, da mesma forma que o atrito em si. (HALLIDAY, 1996). Os valores usuais encontrados neste tipo de coeficiente variam de 0,1 a 0,9 (BALOTIN, 2010).

Medidas de rugosidade

Rugosidade é definida pelo conjunto de desníveis microgeométricos caracterizado pelas pequenas saliências e reentrâncias presentes em uma superfície (KATO, 2001). Existem diversas formas de medir a rugosidade de uma superfície, porém os mais utilizados são:

- RMS - Rugosidade quadrática média – Parâmetro utilizado principalmente nos EUA. Acentua o efeito de amostras com valores distantes da média.
- RZ - Rugosidade Total - Corresponde à distância vertical entre o pico mais alto e o vale mais profundo no comprimento de avaliação escolhido. Pode ter apenas um pico muito profundo e este distorcer o resultado.
- Ra - Rugosidade aritmética ou média – É a média aritmética de todos os picos e vales que uma amostra possui. É mais utilizada em linhas de produção para controle de acabamento.

2.4.3 Conceitos iniciais

O estudo do desgaste é muito antigo, contribuições feitas por DaVinci, conforme mostrado abaixo na figura 2.12, mostram que o interesse no assunto é grande, além disso existem alguns historiadores que mostram que pinturas egípcias já descrevem o uso de água para redução do coeficiente de atrito (RADI et. al., 2007).

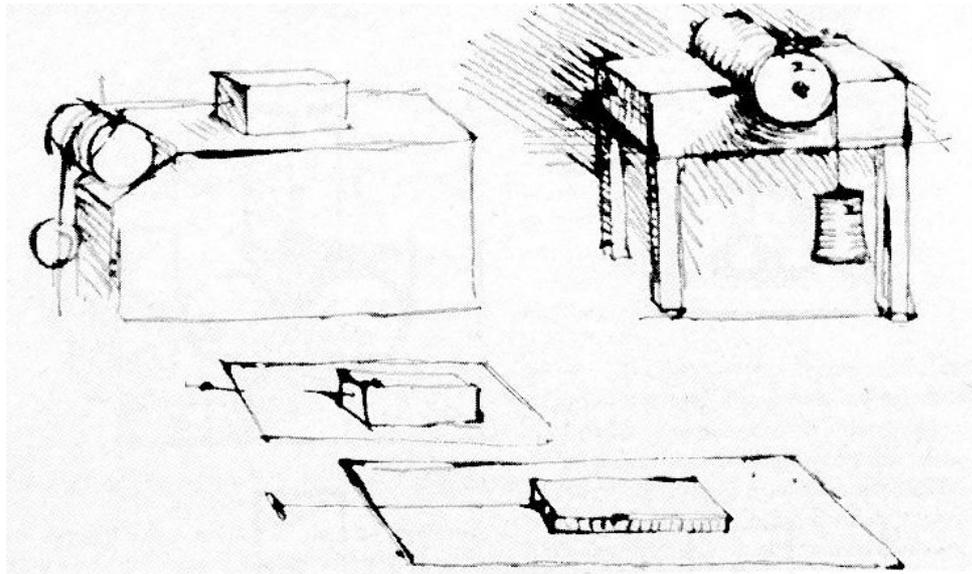


Figura 2.12 – Tribômetros projetados por Da Vinci. (Imagem adaptada de RADI et. al., 2007)

O termo tribologia surgiu a pouco tempo e vem do grego (Tribo = esfregar e Logos = Estudos). A primeira vez que ele foi utilizado foi em 1966 quando Peter Jost á descreveu como “ciência e tecnologia de superfície interativas em movimento relativo e dos assuntos práticos relacionados” (JOST, 1966).

Hoje os principais mecanismos e processos relacionados ao desgaste são dominados e serão descritos a seguir.

2.4.4 Modos de desgaste

Atualmente existem quatro mecanismos básicos responsáveis pelo desgaste, são eles: adesivo, abrasivo, fadiga e corrosivo (KATO, 2001). A figura 2.13 ilustra os quatro modos de desgaste.

O desgaste adesivo é quando uma superfície adere em outra e esta ligação é forte o suficiente para resistir ao deslizamento o que provoca uma deformação plástica que gera uma trinca, levando a formação de um fragmento. No desgaste abrasivo um material remove o outro, este é função da dureza dos dois materiais. Quando o desgaste é causado por ciclos repetitivos ele é considerado por fadiga. Já o último caso, o desgaste corrosivo é causado por interações químicas e eletroquímicas entre os meios e os materiais envolvidos. (RADI, et. al., 2007).

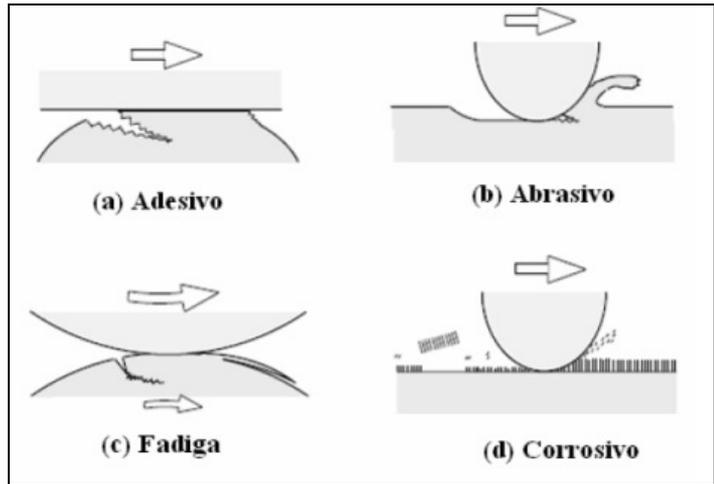


Figura 2.13 – Ilustração dos modos de desgastes (Adaptada de KATO, 2001)

2.4.5 Processos de desgaste

Os modos normalmente não ocorrem separados. Através dos diversos mecanismos, temos ações combinadas dos modos. Em (RADI, et. al., 2007) foi feito um resumo dos principais mecanismos encontrados em (KATO, 2001). A figura 2.14, que mostra a relação completa de tais mecanismos, relacionados ao movimento das interfaces e dos elementos interfaciais.

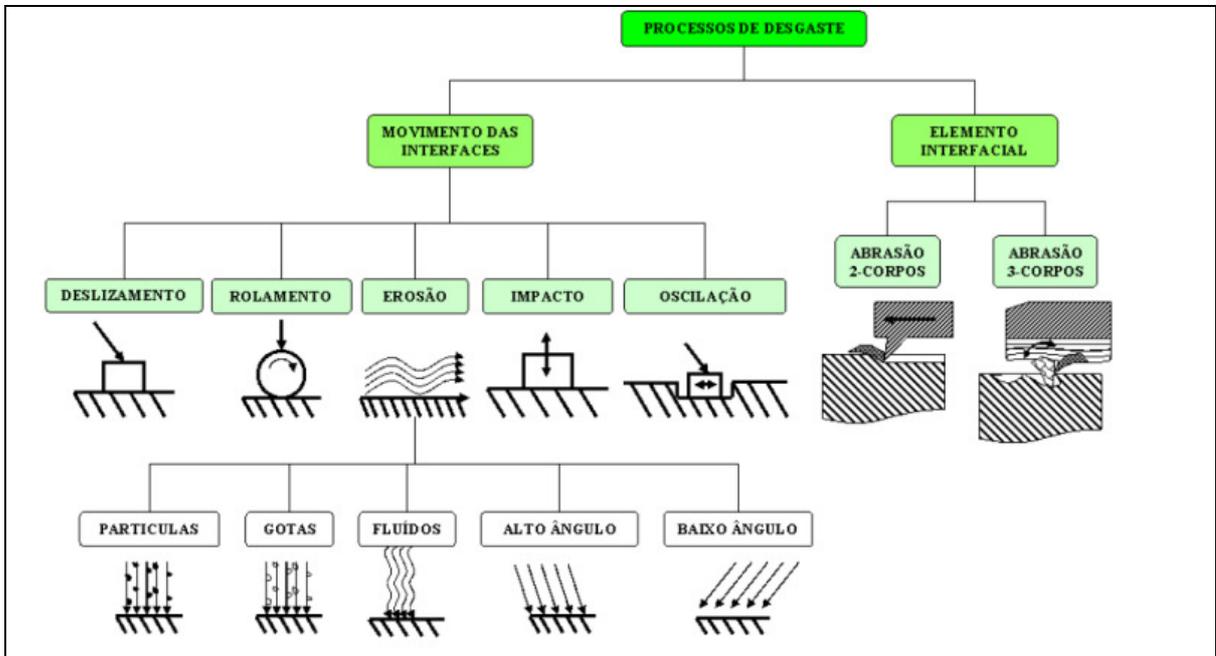


Figura 2.14 – Mecanismos de desgaste (Adaptada de RADI et. al. 2007)

2.4.6 Tribômetro esfera/plano

Tribômetro é o dispositivo utilizado para realizar a medição do atrito e outras propriedades relacionadas ao desgaste, entre diferentes materiais e meios. Sua utilização é importante no desenvolvimento de lubrificante e revestimentos.

Existem diversos tipos de aparelhos, porém os mais comuns são do tipo Pino-no-disco e esfera-no-plano, por conta do grande número de possibilidade de ensaios que podem ser realizados com estes aparelhos.

Radi et. al. (2007) descrevem uma máquina do tipo esfera- no-plano. Sua composição é basicamente: Célula de carga (para medição e controle da força), movimentadores laterais (para a movimentação do corpo de prova), ponteira com esfera (para criar a trilha de desgaste).A figura 2.15 apresenta um desenho esquemático de uma máquina de ensaios tribológicos.

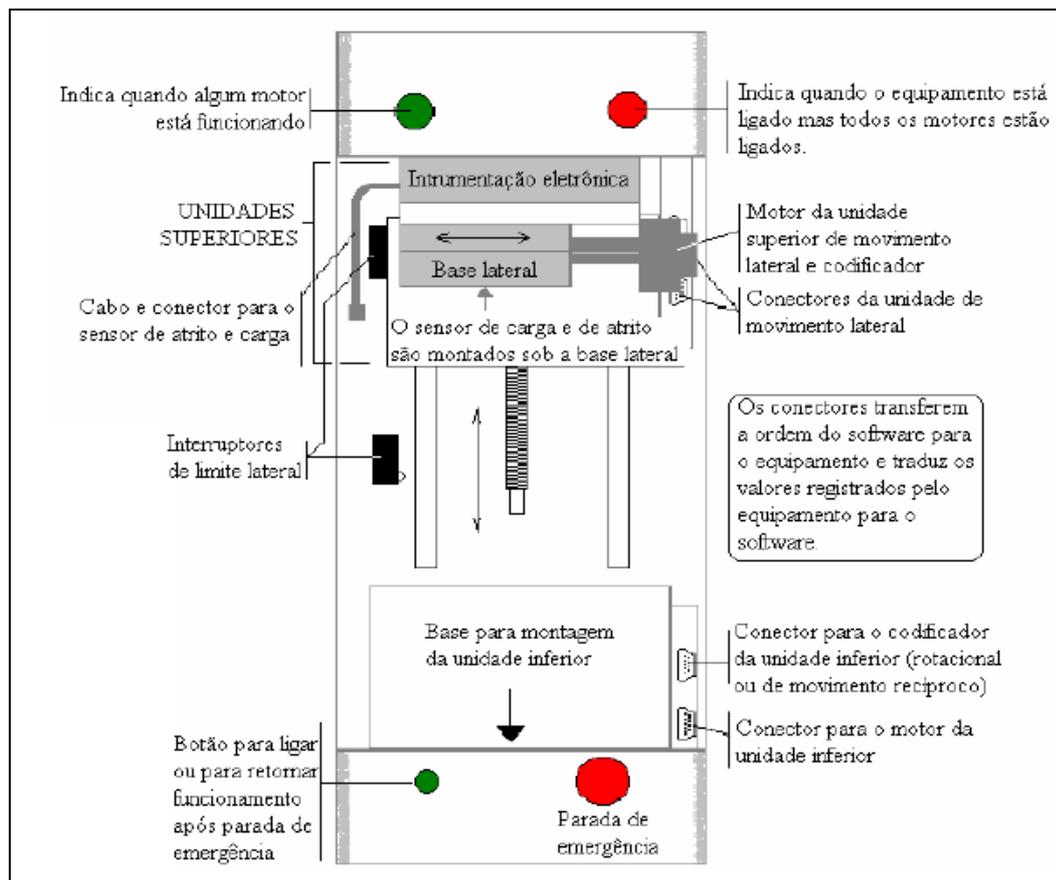


Figura 2.15 -Desenho esquemático da máquina de ensaios tribológicos. (Adaptada de RADI, et. al. 2007)

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 Composição química

O material escolhido para a realização dos testes foi o aço Inoxidável Martensítico DIN 1.4110, cuja composição química é apresentada na tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição química do aço DIN 1.4110 segundo á sua norma

	C%	Cr%	Si%	Mn%	Mo%	S%	P%
Especificação	0,48-0,6	13-15	<1,00	<1,00	0,5-0,8	<0,015	<0,04
Material ensaiado	0,50	14,99	0,35	0,33	0,65	0,001	0,025

3.1.2 Corpos de prova

Os corpos de prova foram retirados de bobinas do aço DIN 1.4110, e foram cortadas em LASER com 50mm x 50mm tendo 3,5 mm de espessura. A figura 3.1 mostra uma das amostras, nota-se que foi colocado um raio de 5mm nas amostras para não deixar nenhum canto vivo.

É importante ressaltar que todos os corpos de prova foram retirados da mesma bobina, para diminuir a chance de ter alguma diferença substancial entre eles.

Após a execução do tratamento térmico os corpos de prova foram retificados com um rebolo de gramatura 80, para padronizá-los e deixá-los planas.

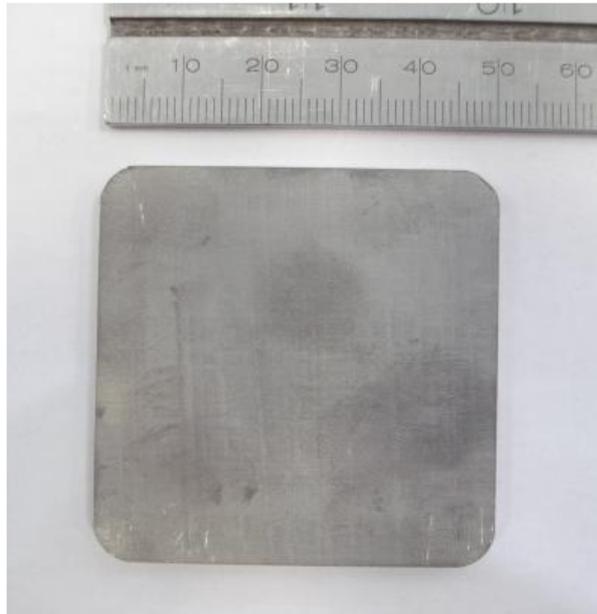


Figura 3.1 – Corpo de prova utilizado para os Testes

3.1.3 Condições gerais de fornecimento

O material utilizado foi laminado a frio e normalizadas com temperatura de 780°C. As propriedades mecânicas esperadas para esta condição são apresentadas na tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Propriedades mecânicas do Aço DIN 1.4110.

Tensão de escoamento 0,2% (MPa):	315-515
Tensão de escoamento 1% (MPa):	420-580
Tensão máxima (MPa):	620-710
Dureza HRB:	88-98

3.2 Tratamentos térmicos

3.2.1 Definição dos parâmetros de controle

De acordo com a literatura analisada os parâmetros que tem maior relevância neste tipo de análise são: Tempo recebendo tratamento criogênico e temperatura do tratamento. Portanto serão feitos seis tipos de ciclos térmicos, uma amostra de controle (Sem tratamento criogênico) e uma amostra para avaliarmos o estado de fornecimento. Desta forma será avaliado tanto a temperatura quanto o tempo exposto ao tratamento criogênico e as implicações que isso tem nas propriedades das amostras.

Para amostras que foram submetidas ao tratamento de criogenia este foi realizado por diferentes tempos após a tempera sendo então realizado o revenimento.

A tabela 3.3 foi desenvolvida para ajudar na identificação das peças e descreve o que será realizado em cada amostra.

Tabela 3.3 - Identificação das amostras e descrição dos processos

N°:	Legenda:	Descrição
0	EF	Como recebido
1	TR	Temperado e revenido.
2	TS(-80)T(1)R	Criogenia por nebulização direta a -80°C por 1 hora
3	TS(-80)T(6)R	Criogenia por nebulização direta a -80°C por 6 horas
4	TS(-80)T(12)R	Criogenia por nebulização direta a -80°C por 12 horas
5	TS(-196)T(1)R	Criogenia por imersão a -196°C por 1 hora.
6	TS(-196)T(6)R	Criogenia por imersão a -196°C por 6 horas.
7	TS(-196)T(12)R	Criogenia por imersão a -196°C por 12 horas.

É importante ressaltar que foi decidido não variar temperaturas de austenitização nem revenimento para termos algumas variáveis a menos no processo.

3.2.2 Tempera

Para realizarmos o aquecimento das peças para a tempera (Austenitização) foi utilizado um forno de passes (7 passes de aquecimento) com atmosfera redutora controlada contendo Hidrogênio e Nitrogênio, para diminuir a camada descarbonetada.

Neste forno a temperatura foi elevada em cerca de 20 minutos até o patamar de 1000°C, após foi levada até 1060 °C (Temperatura indicada para o processo pelo fornecedor) aonde permaneceu por cerca de 10 minutos para garantir a homogeneidade.

Neste momento foi realizado o resfriamento do material com ar através de um turbo compressor, aonde ele é levado até temperatura de ambiente em aproximadamente 38 segundos (indicado pela linha vermelha). Esta taxa de resfriamento, como pode-se notar pelo digrama mostrado na Figura 3.2, é suficiente para garantir a formação apenas de Martensita.

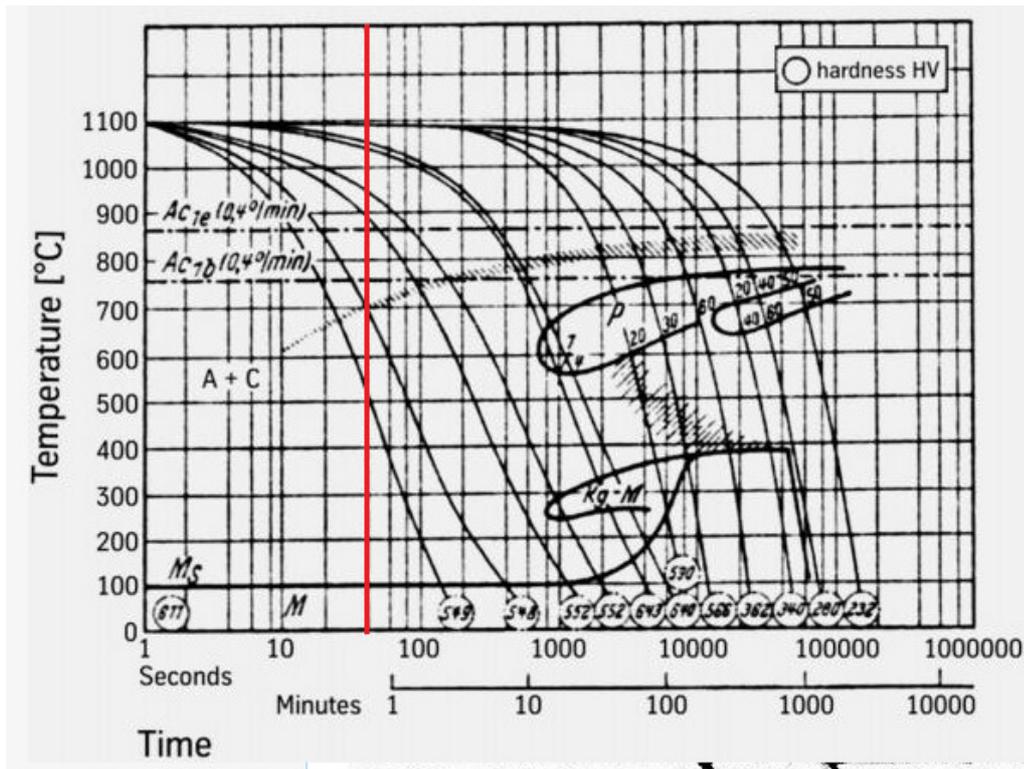


Figura 3.2 – Diagrama CCT para aço DIN 1.4110. Linha vermelha indica o tempo até a temperatura ambiente.

3.2.3 Revenimento

Após realizada o tratamento criogênico foi realizado o revenimento das amostras, todas da mesma forma. Para este processo foi utilizado um forno contínuo de resistências elétricas à 250°C por uma hora e meia. Foi determinada esta temperatura e tempo por indicação do fabricante do aço. Como o fabricante não fornece a curva de revenimento da liga, apenas comparou-se com a do aço AISI 440 A (por conta da semelhança na composição química), para verificarmos se havia o risco de termos alguma queda significativa de dureza.

3.2.4 Tratamento Criogênico

Para o tratamento criogênico foram utilizadas duas técnicas diferentes: a imersão e a nebulização direta.

Para o tratamento criogênico raso, que é realizado a - 80 oC, foi utilizado o método de Nebulização direta. A figura 3.3 apresenta a máquina para tratamento criogênico utilizada.



Figura 3.3 – Máquina para tratamento criogênico.

O aparelho utilizado é do modelo Cryo Ap 700, feito pela empresa Air Products. Nele temos um sistema de nebulização conforme descrito na revisão bibliográfica: Um controlador de temperatura, válvulas de passagem de Nitrogênio vaporizado, ventiladores para homogeneização da temperatura e uma câmara devidamente isolada.

As amostras do TCR, logo após o resfriamento através do turbo para a formação da martensita no processo de tempera, foram coladas em temperatura ambiente dentro da câmara de congelamento e somente depois o dispositivo foi ligado, demorando cerca de 7 minutos e 12 segundos para estabilizar a temperatura em $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Para o tratamento criogênico profundo, aonde a temperatura de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ é atingida, foi utilizada a técnica da imersão através do contato direto do nitrogênio líquido e das peças em um isopor comum. A nebulização direta, não pode ser aplicada, pois exigiria um isolamento perfeito a um custo impraticável. As amostras foram imersas logo após a tempera.

3.3 Testes Realizados

3.3.1 Análise Microestrutural

Para a análise microestrutural foi realizado corte e embutimento das amostras para a realização de metalografias. Para preparar os corpos de prova foram utilizadas técnicas usuais de preparação metalográfica.

Após realizado o lixamento foi feito um polimento através de solução aquosa de alumina de 1 um e na sequência foi realizado um ataque químico com o Reagente Picral para as amostras fotografadas pelo microscópio óptico e Villela para as fotos em MEV.

As amostras foram primeiramente observadas através de microscopia óptica convencional e após foi utilizado o MEV.

O microscópio óptico utilizado foi do Modelo OLYMPUS BX60 (Localizado no laboratório da empresa Tramontina S.A. Cutelaria) e o MEV é do modelo Shimadzu SSX-550, (Laboratório de metalurgia Física (LAMEF) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)).

3.3.2 Dureza Brinell

O ensaio de dureza foi feito através da utilização da máquina modelo SHIMADZU HMV 2000, e o parâmetro de carga foi de 0,5 kg durante 15 segundos.

As amostras foram analisadas na superfície sendo calculado o desvio padrão e a média.

3.3.3 Análise de desgaste e perfilômetro.

Para a análise de desgaste foi utilizado o tribômetro modelo CETR, que está situado no laboratório de Pesquisa em Corrosão (LAPEC) da UFRGS. Através dele foram levantados os dados como: Coeficiente de atrito, força em no eixo vertical, força no eixo horizontal e profundidade de desgaste.

Os parâmetros de controle foram os seguintes:

- Carga aplicada (constante, linear ou cíclica): Constante 10 N;
- Frequência: 5 Hz;
- Comprimento de trilha: 10 mm;
- Temperatura: 25°C;
- Diâmetro da esfera: 4,76mm
- Ambiente corrosivo: Não foi utilizado;
- Ensaio anódico e/ou catódico: Não foi utilizado;

A figura 3.4 apresenta o equipamento utilizado. Além dela foi feito uma análise do perfil de desgaste e de dados sobre a rugosidade superficial da amostra (R_a , R_{ms} , R_z) através de um perfilômetro 2D/3D modelo CETR PRO500 3D (Figura 3.5), que também pertence ao LAPEC.



Figura 3.4 – Tribômetro utilizado para os ensaios

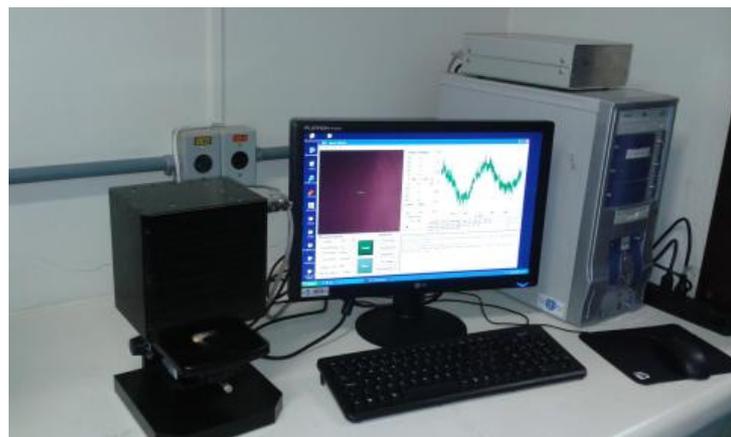


Figura 3.5 – Perfilômetro utilizado

3.3.4 Ensaio de Difração de raio X

Com a intenção de quantificar a austenita retida presente na microestrutura das amostras realizou-se o ensaio de Difração de Raio X, com o aparelho Modelo XRD-M (ilustrado na figura 3.7) juntamente com o software GE Analyze VERSÃO 2.053, presente no LAMEF.



Figura 3.6 – Difratorômetro utilizado

Os parâmetros de controle são os listados abaixo:

- Ângulo Theta 50° até 165°
- Radiação de Cromo
- 30 KV e 50 mA
- Passo: 0,1
- Tempo de Passo 10 segundos

4.0 RESULTADOS

4.1 Análise Microestrutural.

As figuras 4.1 a 4.8 mostram as microestruturas das amostras obtidas através de microscópio ótico (ataque químico com reagente Picral para revelar a microestrutura) e MEV (atacado com o reagente Vilela). A figura 4.1 mostra a microestrutura da amostra conforme o estado de fornecimento consistindo de ferrita e cementita esferiodizada.

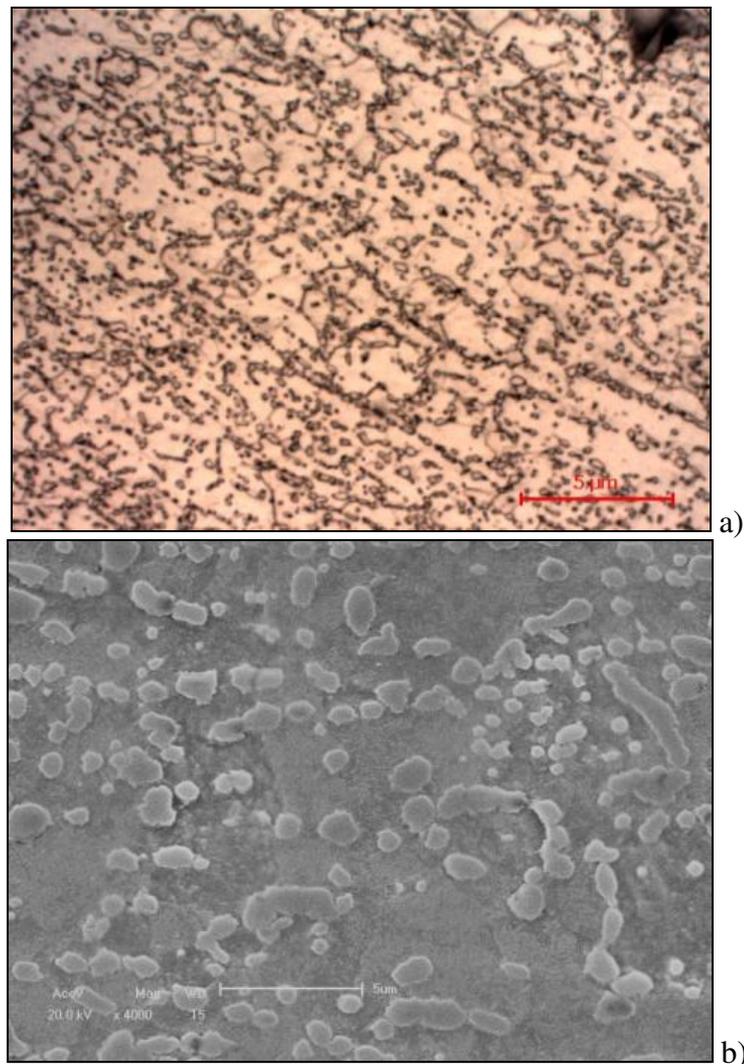


Figura 4.1 – Microestrutura para o aço DIN 1.4110 no estado de fornecimento. a) MO, b) MEV.

Na Figura 4.2 é possível visualizar a microestrutura da amostra na condição de temperada e revenida. Nela pode-se verificar a presença predominante de martensita com diversos carbonetos localizados no preferencialmente no contorno de grão.

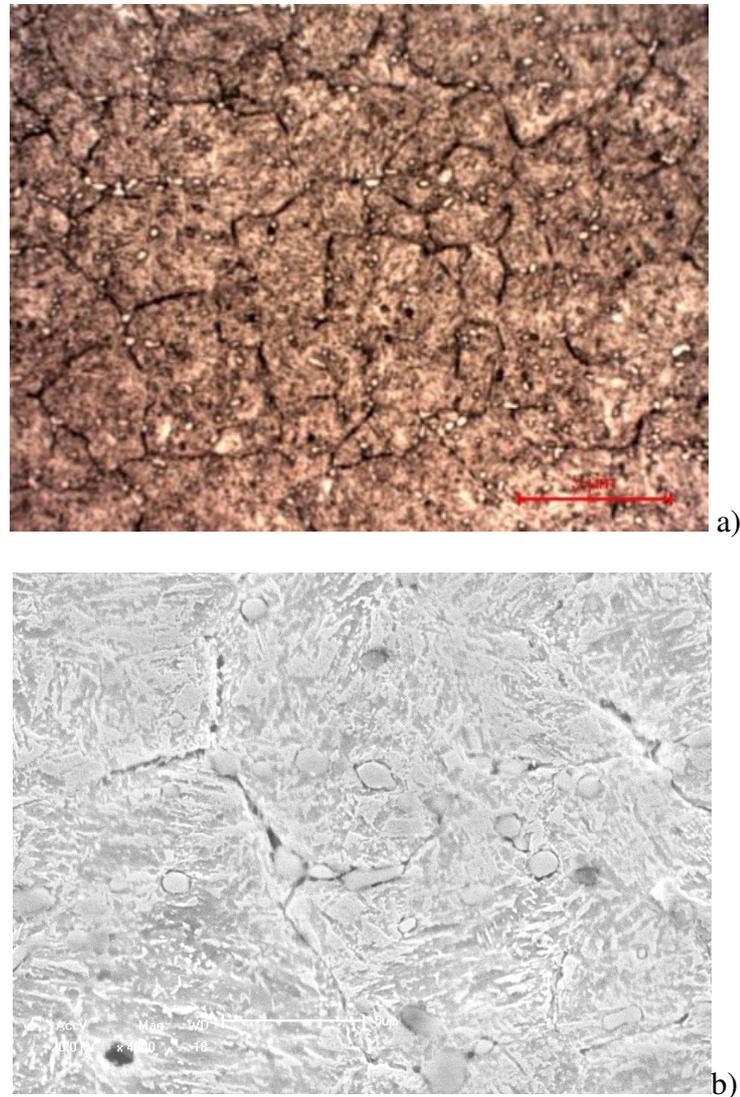


Figura 4.2 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C e revenido a 250°C por 1,5 hora. Martensita revenida e carbonetos. A) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

Figura 4.3 a 4.5 ilustram as amostras temperadas, tratadas criogenicamente por nebulização direta (em 1, 6 e 12 horas respectivamente) e após revenidas. Todas as amostras possuem características muito semelhantes, isto é, microestrutura martensítica com carbonetos distribuídos no interior do grão e principalmente pelo contorno do grão.

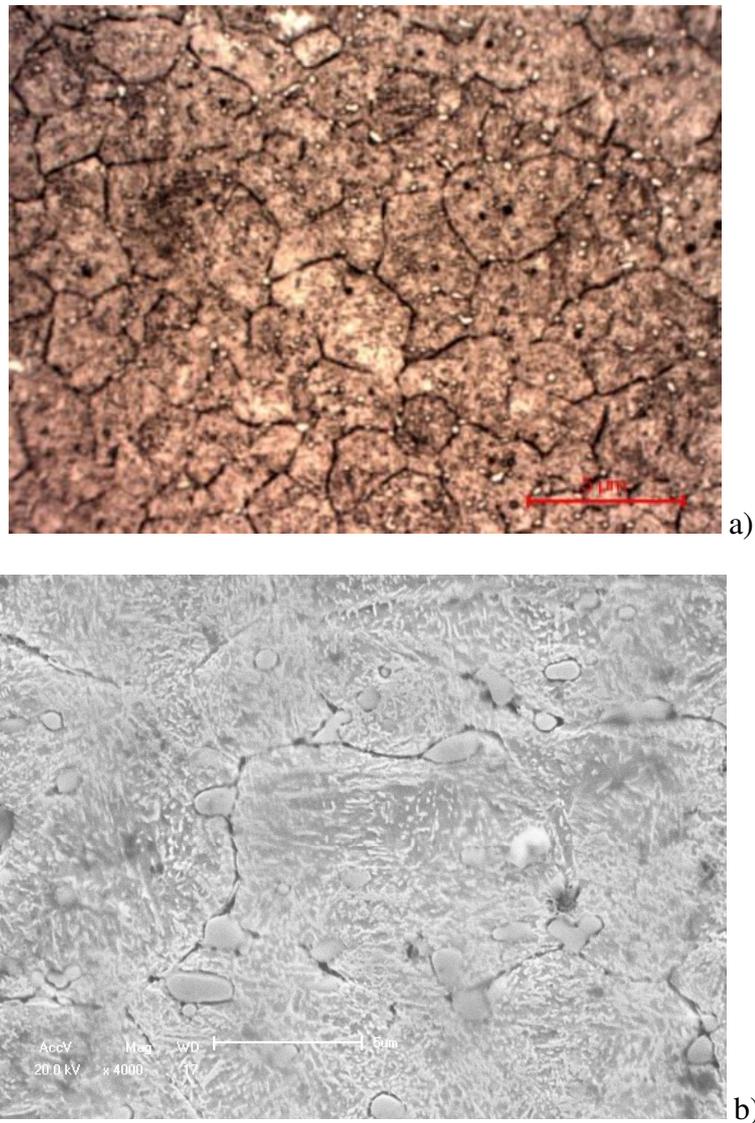


Figura 4.3 – Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C , Aplicado tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 1 hora e após revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

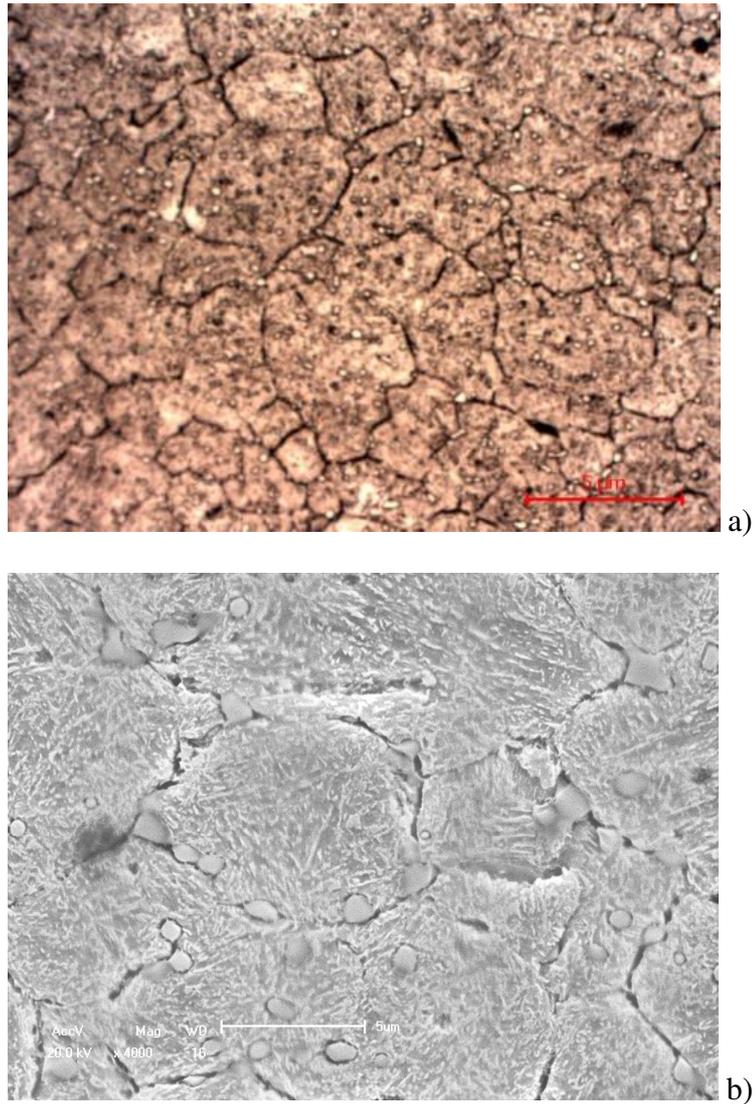


Figura 4.4 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C, temperado e submetido a tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 6 horas seguido de revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

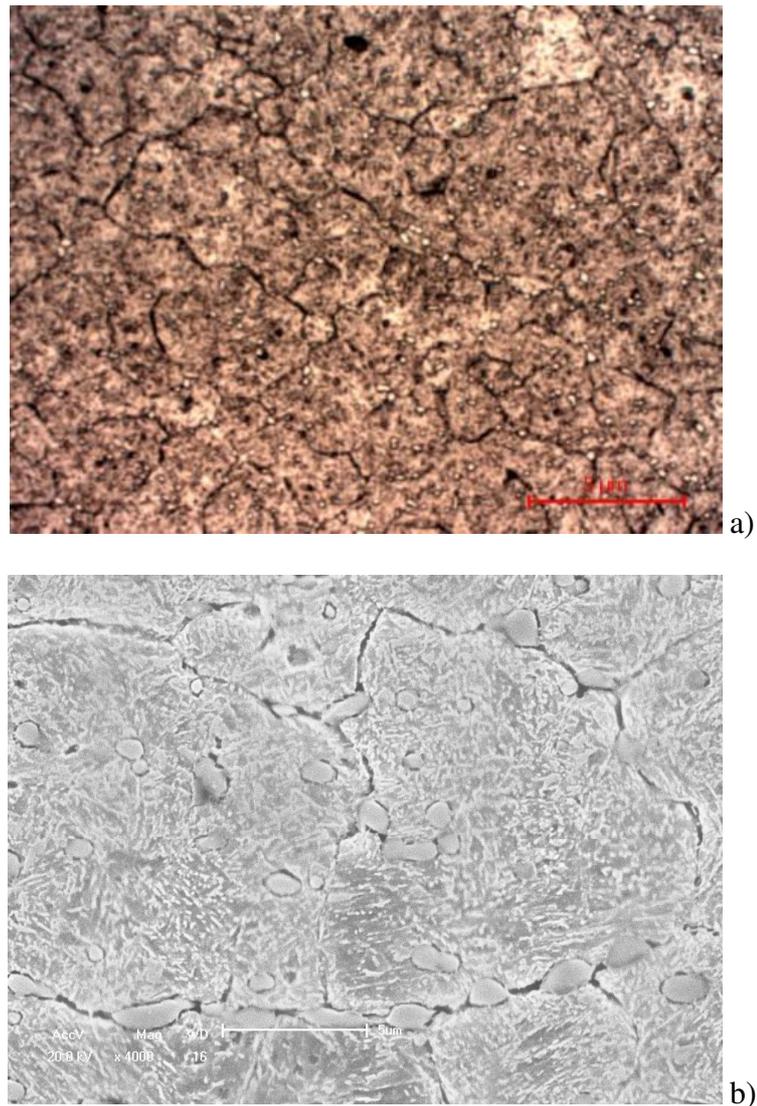


Figura 4.5 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C, temperado e submetido a tratamento criogênico a -80°C em nebulização direta por 12 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

Nas Figuras 4.6, 4.7 e 4.8 seguem as microestruturas das amostras tratadas criogenicamente (por 1, 6 e 12 horas respectivamente) por imersão. Novamente as amostras são similares a amostra referência (Sem tratamento criogênico). Não existem indícios visíveis que houve alterações consideráveis nas microestruturas.

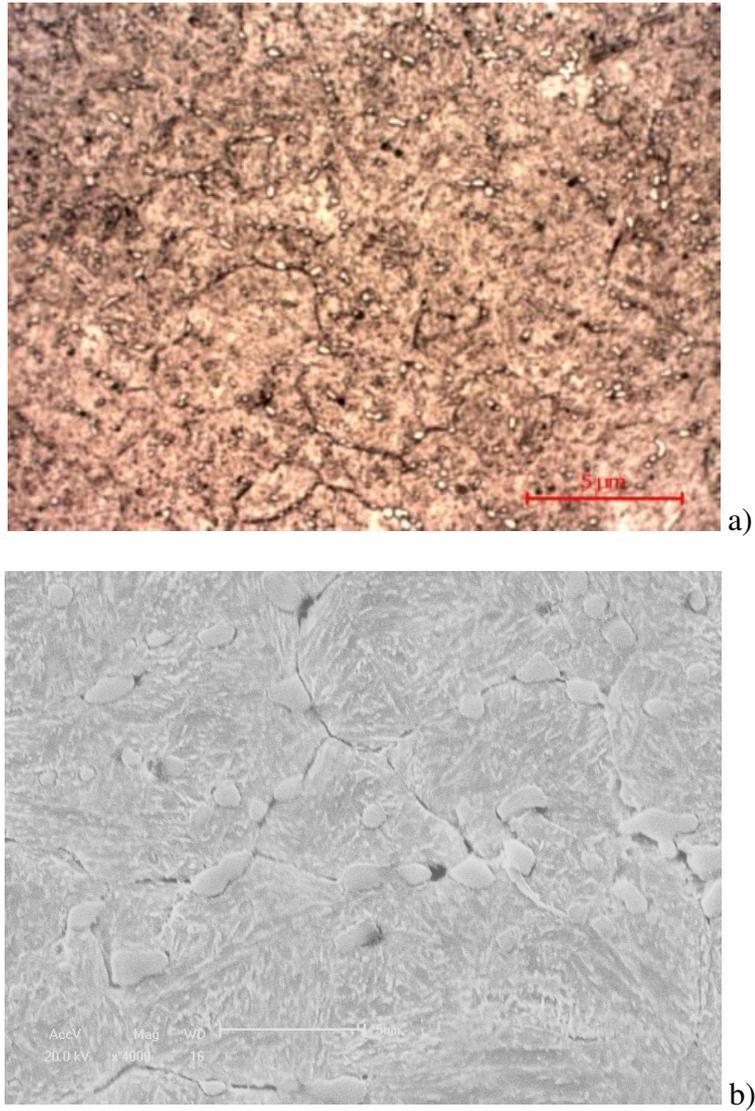


Figura 4.6 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C, temperado e submetido a tratamento criogênico a -196°C em imersão por 1 hora e após revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

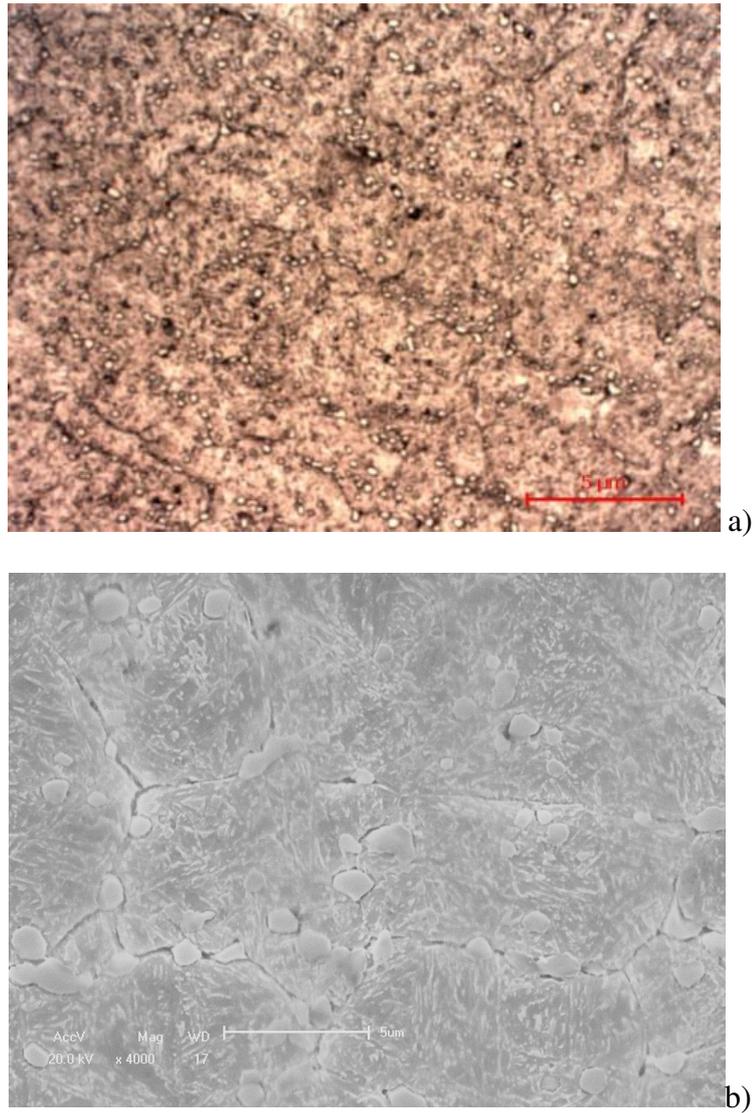


Figura 4.7 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C, temperado e submetido a tratamento criogênico a -196°C em imersão por 6 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

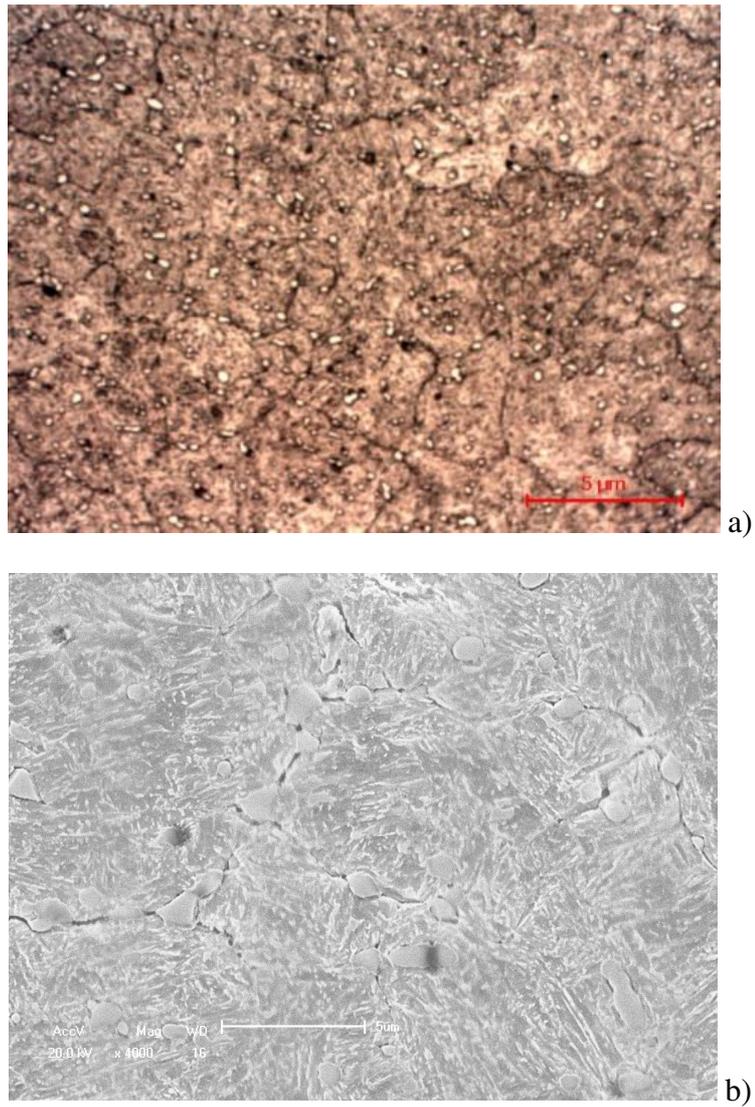


Figura 4.8 Microestrutura observada para o aço DIN 1.4110 austenitizado a 1060°C, temperado e submetido a tratamento criogênico a -196°C em imersão por 12 horas e após revenido a 250°C por 1,5 hora. a) MO, b) MEV. Ataque Vilela.

Em resumo as microestruturas observadas de todos os tratamentos térmicos realizados não apresentam grande diferença entre elas, apresentando microestrutura martensítica em ripas em toda a sua extensão tendo carbonetos preferencialmente nos contornos de grão.

4.2 Dureza Brinell

Os resultados do ensaio de microdureza estão dispostos na tabela 4.1.

Tabela 4.1 –Resultados do ensaio de Microdureza HV.

Legenda:	Medições						Média	Desv. Pad.:
TR	594	608	619	619	622	609	611,8	9,5
TS(-80)T(1)R	639	662	659	655	655	642	652,0	8,5
TS(-80)T(6)R	675	659	642	650	662	655	657,1	10,2
TS(-80)T(12)R	648	700	679	668	645	668	668,0	18,6
TS(-196)T(1)R	670	671	655	662	668	668	665,6	5,5
TS(-196)T(6)R	673	677	657	650	700	673	671,6	15,9
TS(-196)T(12)R	666	666	679	670	700	679	676,6	11,7

Aqui se evidencia a diferença entre a amostra padrão (apenas temperada e revenida) e as demais (tratadas criogenicamente), sendo que a diferença é de no mínimo 40 Vickers de dureza na média. O fato dos desvios padrões serem altos em algumas amostras (principalmente nas amostras aonde foi evidenciado uma maior dispersão de carbonetos no interior do grão) indica que a distribuição de carbonetos pode ser irregular e que dependendo o ponto medido podemos ter uma variação maior.

Ao analisar as médias obtidas nota-se uma tendência de aumento de dureza nas amostras tratadas por imersão, resta saber a causa deste fenômeno, se é a distribuição dos carbonetos ou se é a redução da austenita retida.

4.3 Análise de desgaste e perfilômetro.

4.3.1 Perfilometria das amostras antes do ensaio de desgaste.

Antes de realizar os ensaios de desgaste as amostras foram submetidas a análise no perfilômetro para verificar o seu estado inicial. A figura 4.8 mostra o perfil 2d de uma das amostras e a figura 4.9 mostra a imagem 3D gerada através de um perfilômetro.

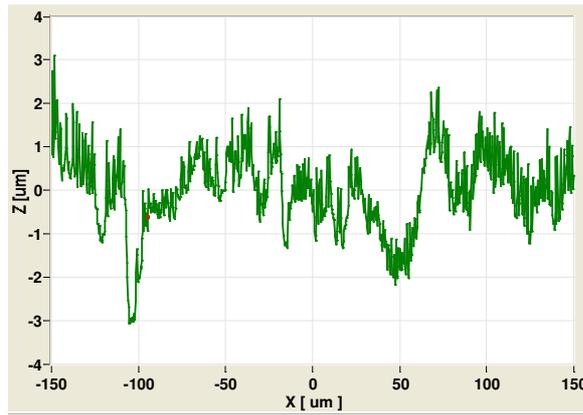


Figura 4.9 Perfil 2D da amostra antes do ensaio de desgaste.

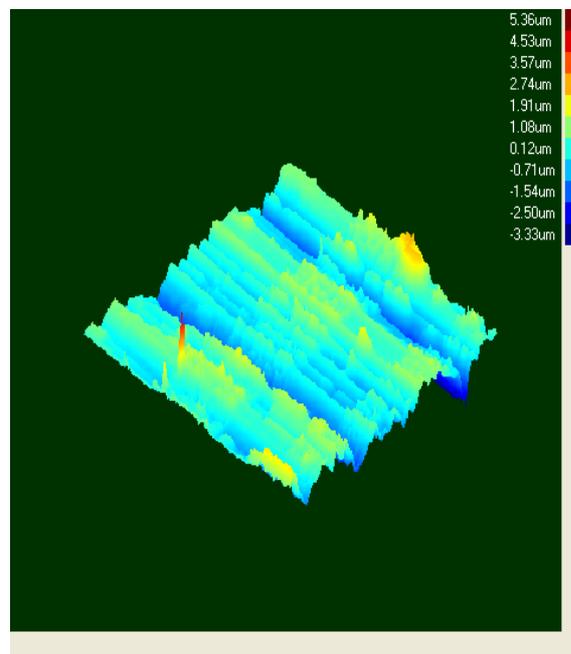


Figura 4.10 Perfil 3D da amostra antes do ensaio de desgaste.

A tabela 4.2 apresenta os resultados de todas as amostras analisadas. Nele foram retirados dados referentes a rugosidades das amostras antes dos ensaios de desgaste.

Analisando os dados pode-se notar que a variação entre as amostras é de uma escala muito baixa (μm) podendo considerar que as amostras estão relativamente parametrizadas para o ensaio de desgaste e posterior avaliação dos resultados.

Tabela 4.2 – Dados de rugosidade

EF			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,65	0,51	2,81
Medição 2	0,63	0,51	2,94
Medição 3	0,51	0,41	2,65
Media	0,6	0,48	2,8
Desvio	0,06	0,05	0,12

TR			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,51	0,42	2,64
Medição 2	0,36	0,28	1,87
Medição 3	0,38	0,29	2,04
Media	0,42	0,33	2,18
Desvio	0,07	0,06	0,33

TS(-80)T(1)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,97	0,8	4,63
Medição 2	0,75	0,63	3,57
Medição 3	0,81	0,68	3,6
Media	0,84	0,7	3,93
Desvio	0,09	0,07	0,49

TS(-80)T(6)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,49	0,4	2,57
Medição 2	0,57	0,46	3,08
Medição 3	0,78	0,58	4,5
Media	0,61	0,48	3,38
Desvio	0,12	0,07	0,82

TS(-80)T(12)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,47	0,37	2,57
Medição 2	0,46	0,35	3,04
Medição 3	0,35	0,29	1,65
Media	0,43	0,34	2,42
Desvio	0,05	0,04	0,58

TS(-196)T(1)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	1,48	1,21	8,22
Medição 2	0,74	0,57	3,95
Medição 3	0,84	0,67	4
Media	1,02	0,82	5,39
Desvio	0,33	0,28	2

TS(-196)T(6)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,68	0,51	5,47
Medição 2	0,7	0,51	5,66
Medição 3	0,5	0,43	2,2
Media	0,63	0,48	4,44
Desvio	0,09	0,04	1,59

TS(-196)T(12)R			
Áreas	Rms (μm)	Ra (μm)	Rz (μm)
Medição 1	0,9	0,69	6,16
Medição 2	0,63	0,5	3,58
Medição 3	0,66	0,53	4,44
Media	0,73	0,57	4,73
Desvio	0,12	0,08	1,07

4.3.2 Ensaio de desgaste.

Ao gerar as trilhas de desgaste, para posterior análise, capturamos a variação do coeficiente de atrito das amostras. A sua avaliação pode ser de grande importância para a compreensão dos mecanismos de desgaste envolvidos. Foram geradas três trilhas de cada

amostra, porém como os resultados ficaram muito próximos apenas um gráfico de cada foi plotado.

Na Figura 4.11 estão os resultados obtidos na amostra sem tratamento criogênico e na amostra do estado de fornecimento, ambas apresentam comportamento similar durante o tempo de realização do ensaio de desgaste, tendo no valor final coeficiente de atrito de 0,73 (EF) e 0,77 (Tr).

Nas Figuras 4.12 e 4.13 estão os gráficos das amostras tratadas criogenicamente nas duas temperaturas escolhidas (- 80 °C e - 196 °C). Nelas os valores do coeficiente de atrito também tem pouca variação, mostrando que as alterações microestruturais não geram impacto significativo no coeficiente de atrito. Todas as amostras ficaram com coeficiente entre 0,7 e 0,8 no fim do ensaio.

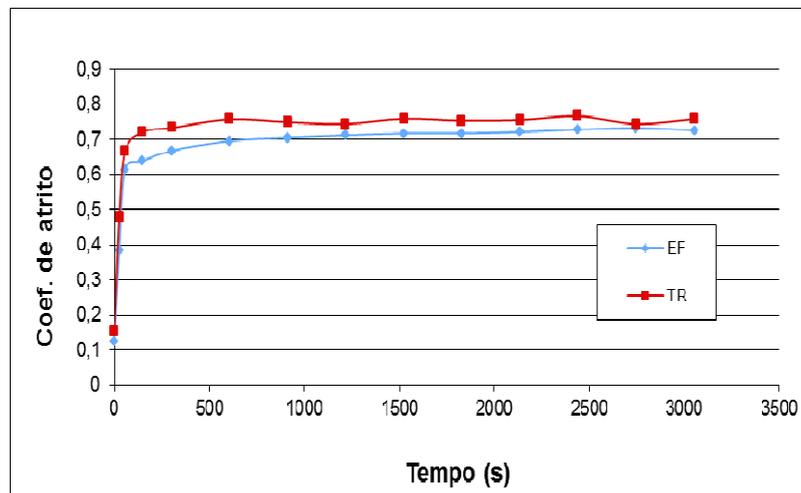


Figura 4.11 Coeficiente de atrito das amostras como recebidas EF e temperada e revenida TR.

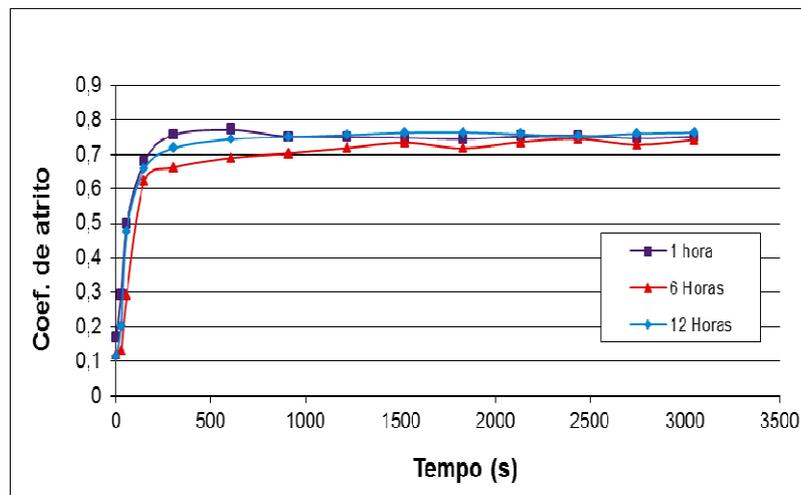


Figura 4.12 – Coeficiente de atrito das amostras tratadas a -80°C pelos tempos indicados.

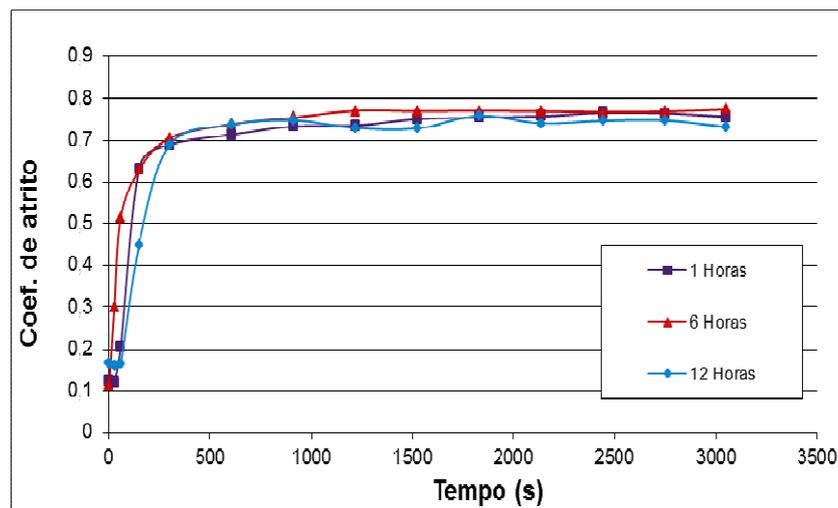


Figura 4.13 – Coeficiente de atrito das amostras tratadas a -196°C pelos tempos indicados.

É importante salientar que o objetivo deste ensaio não é quantificar a resistência do material (isso será feito na sequência com o ensaio de perfilometria das peças com trilha de desgaste), esse resultado não indica que a resistência do material seja maior ou menor, apenas ilustra a variação no seu coeficiente de atrito ao longo da geração da trilha, deixando claro a similaridade em todos os casos e demonstrando não sofrer alteração, mantendo-se estável até o fim do ensaio.

4.3.3 Perfilometria das amostras desgastadas.

Para análise das amostras após o desgaste, foi realizado a perfilometria 3D e 2D das amostras, conforme realizado antes do ensaio. A perfilometria 3D foi avaliada para verificar se alguma trilha apresentava alguma singularidade, porém todas tiveram o mesmo comportamento exceto a trilha do estado de fornecimento, que apresentou gráfico levemente diferenciado no centro (Conforme era esperado, por não estar temperada). Como ele varre uma área maior da trilha do desgaste, foi realizada apenas uma leitura de cada amostra. As figuras 4.14 e 4.15 lustram os dois tipos de perfil encontrados.

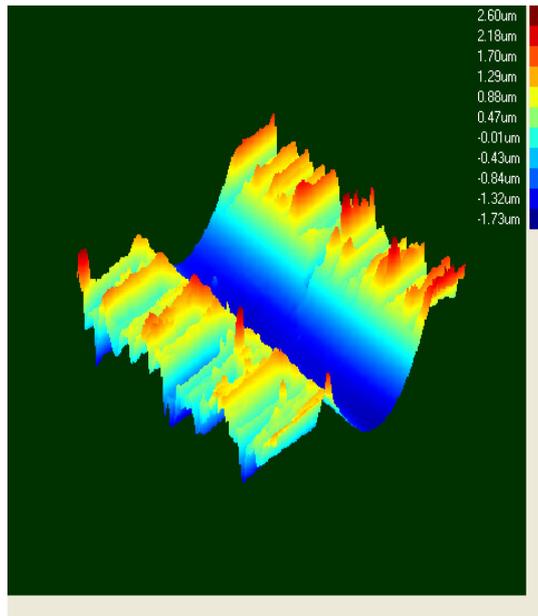


Figura 4.14 Perfil representativo das amostras com tratamento criogênico. Amostra austenitizada a 1080 °C temperado e resfriada a -196°C por 12 horas seguido de revenimento a 250 °C por 1,5 horas.

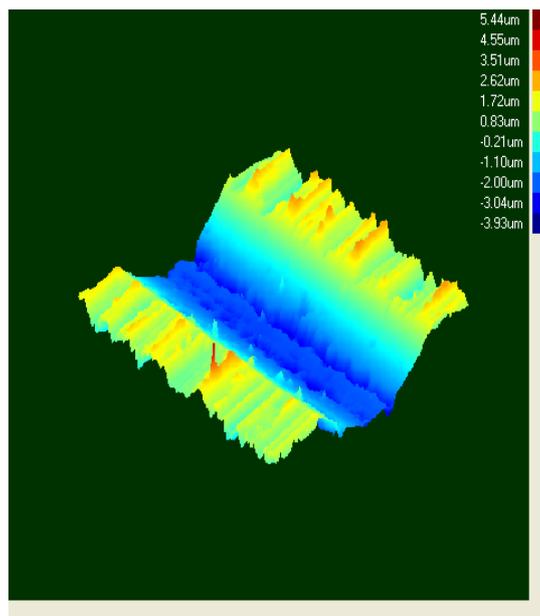


Figura 4.15 Perfil de desgaste gerado na amostra EF.

É importante ressaltar que a amostra EF, por conta de ser um material não temperado (Dureza baixa) deve ter mecanismo de desgaste diferenciado dos demais.

Para os ensaio 2D foram realizadas 5 ensaios em cada amostra gerando gráficos do formato exemplificado pela figura 4.16 para a amostra austenitizada a 1080 °C temperado e resfriada a - 80 °C por 12 horas seguido de revenimento a 250 °C por 1,5 horas.

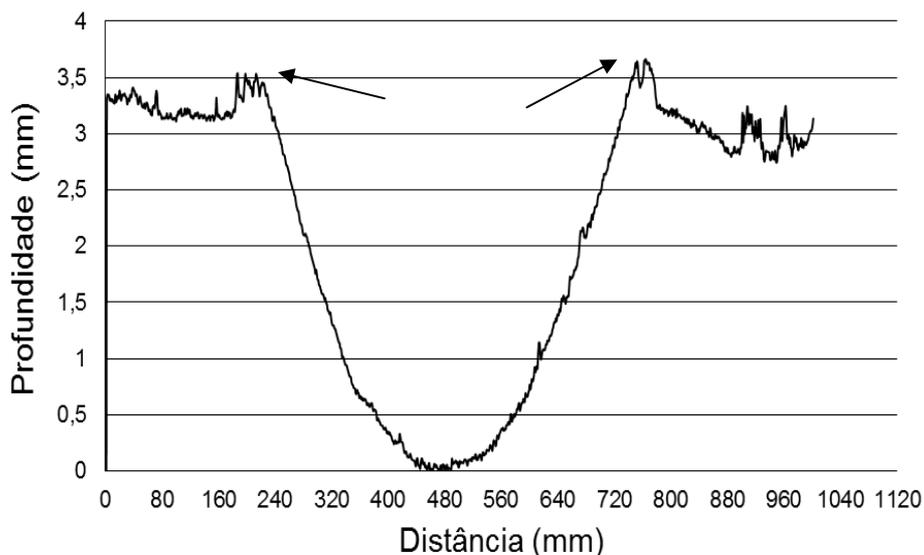


Figura 4.16 Perfil de desgaste observado para amostra austenitizada a 1060 °C temperado e resfriada a - 80 °C por 12 horas seguido de revenimento a 250 °C por 1,5 horas.

Para avaliar os resultados de maneira mais objetiva foram datados todos os picos do lado direito do gráfico e os do lado esquerdo (pontos mais altos logo antes da trilha de desgaste) para comparar com as amostras sem sub-zero para verificar quais apresentariam o menor índice de desgaste. Todos os picos de cada amostra foram somados ficando com 10 valores por amostra e sua média e desvio padrão foram calculados. As setas ilustram os picos na figura.

A tabela 4.3 apresenta os dados de desgaste, mostrando quais foram os resultados obtidos. (A letra “D” e a “E” representam os lados direito e esquerdo do gráfico).

Fica claro que as amostras tratadas a -196°C apresentam valores superiores apresentando na média mais que se aproxima de 20% de melhoria em relação a peça não tratada.

Algo que deve ser ressaltado é o fato do tempo não trazer grande melhoria em relação a resistência ao desgaste sendo que independente do tempo transcorrido o resultado não variou significativamente sendo que em ambos os casos houve inversão entre as amostras tratadas 6 horas e as tratadas 12 horas, fato que não possui semelhança em nenhuma bibliografia e aparentemente não tem causa visível em sua microestrutura.

Tabela 4.3 – Valores obtidos no ensaio de desgaste.

Amostra	TR		80//1		80//6		80//12		196//1		196//6		196//12	
	E	D	E	D	E	D	E	D	E	D	E	D	E	D
Teste 1	3,43	3,58	2,95	3,18	3,02	3,51	3,42	2,89	2,54	2,81	3,35	3,13	3,77	3,72
Teste 2	3,08	3,49	2,77	2,71	3,51	3,25	3,42	3,35	2,43	2,51	2,86	2,96	3,38	2,86
Teste 3	2,65	3,44	3,36	3,73	2,78	2,97	2,82	2,85	1,94	1,84	2,75	2,11	2,78	2,71
Teste 4	3,32	4,10	3,07	2,82	2,91	2,75	3,24	3,32	3,48	3,36	2,47	3,35	2,58	2,34
Teste 5	2,48	3,00	3,09	2,65	2,71	2,51	2,60	2,59	3,80	3,99	2,06	2,43	1,64	2,13
Média	3,26		3,03		2,99		3,05		2,87		2,75		2,79	
Desvio Pad.	0,472		0,332		0,338		0,334		0,752		0,470		0,682	
Melhoria	Referência		6,88%		8,14%		6,36%		11,88%		15,66%		14,31%	

4.4 Ensaio de Difração de raio-X.

No ensaio de Difração de raios-X foram realizadas medições para verificar a quantidade de austenita retida de cada amostra. Para cada ponto analisado foi gerada, através do software da máquina utilizada, uma curva conforme exemplificada pela figura 4.22. A avaliação da altura de cada pico é que nos revela a quantidade presente de cada fase do metal.

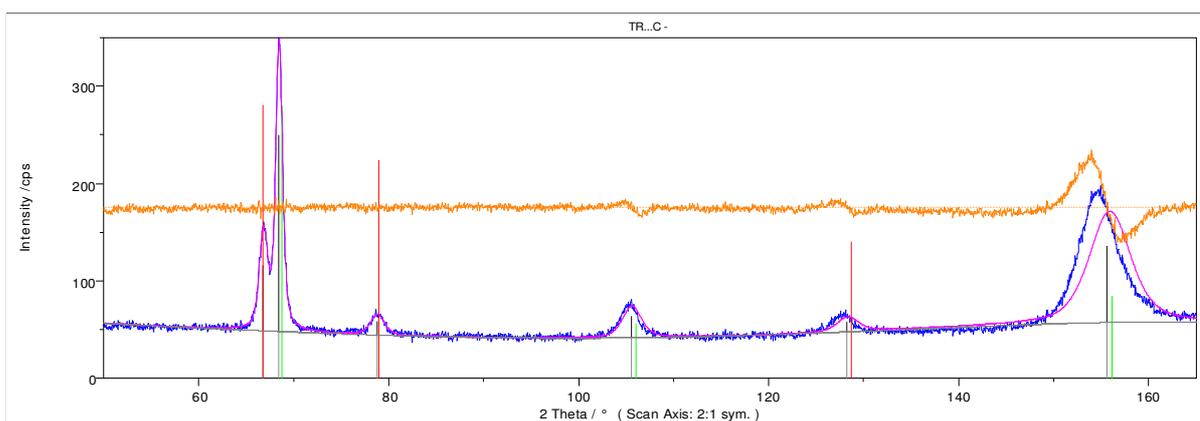


Figura 4.17 – Espectro gerado pelo difratômetro.

Para cada corpo de prova foram realizados 3 testes. A tabela 4.4 apresenta os resultados obtidos assim como a média gerada.

Tabela 4.4 – Resultados obtidos nos ensaios de difração.

Porcentagem de austenita retida					
Amostra	Medição 1	Medição 2	Medição 3	Média	Desvio Padrão
EF	0,0	0,0	0,0	0,0	0
TR	58,5	62,7	63,1	61,4	2,55
TS(-80)T(1)R	28,0	28,3	26,7	27,7	0,85
TS(-80)T(6)R	26,7	26,3	26,7	26,6	0,23
TS(-80)T(12)R	27,0	22,8	27,0	25,6	2,42
TS(-196)T(1)R	22,5	21,8	24,4	22,9	1,35
TS(-196)T(6)R	26,4	13,8	20,6	20,3	6,31
TS(-196)T(12)R	23,9	16,7	23,4	21,3	4,02

A amostra sem tratamento térmico apresentou valores bastante altos, sendo mais que duas vezes maior que qualquer resultado, fato inesperado que indica uma tempera pouco eficiente, já o corpo de prova do estado de fornecimento foi utilizado apenas para controle, apresentando valores nulos.

Como era previsto, as amostras tratadas criogenicamente à - 80°C obtiveram valores (na média) maiores na quantidade de austenita retida do que as amostras tratadas à -196 °C. A influência do tempo de tratamento não teve resultado tão significativo, pois ao considerarmos o desvio padrão observado nas medidas, as diferença encontradas não são grandes, fato que é

comprovado ao realizar uma análise estatística ANOVA dos resultados, em ambas as temperaturas encontramos valores de F inferiores ao F crítico quando avaliadas em relação ao tempo, mostrando que a variação do tempo não traz alteração significativa nos resultados.

O resultado encontrado aqui corrobora com o resultado do ensaio de microdureza, pois com a diminuição de austenita retida (E conseqüente aumento da quantidade de martensita) houve um aumento da dureza (média).

5.0 CONCLUSÃO

- As microestruturas obtidas através análise em microscópio óptico não apresentam diferença microestrutural considerável, sendo que todas as amostras possuem carbonetos pequenos (nm) dispersos, preferencialmente no contorno do grão.
- Ao analisar a dureza das amostras e o ensaio realizado com o difratômetro de raio-X fica claro que a quantidade de austenita retida está diretamente ligada a dureza do material analisado.
- Os ensaios de desgaste realizados evidenciaram uma diferença maior entre as amostras tratadas em temperatura diferentes do que as tratadas com tempos variados. Isto pode indicar que os resultados possuem uma relação maior com a diminuição da austenita retida do que com o aumento da precipitação de carbonetos finos, concordando com a literatura estudada, onde a temperatura é apontada como tendo 72% de contribuição para o aumento de desgaste contra cerca de 24% do tempo de encharque (DARWIN et. al. 2007).
- As amostras tratadas na mesma faixa de temperatura apresentaram quantidade de austenita retida similar, o que era esperado por conta do caráter adifusional da transformação martensítica, porém houve leve diferença nos ensaios de desgaste por esfera sobre pino..
- O ensaio tribológicos, apesar de ter apresentado resultados consideráveis com relação ao desgaste, não apresentou alteração significativa no coeficiente de atrito.
- De uma forma geral os resultados com relação à resistência ao desgaste do tratamento criogênico no aço inoxidável martensítico (DIN 1.4110) após a tempera, trazem resultados satisfatórios, porém os melhores resultados são encontrados após 6 e 12 horas tratamento criogênico a -196°C (por imersão), sendo 15,6% e 14,3% de aumento na resistência respectivamente. Já o tratamento térmico à 80°C (nebulização

direta) possui resultados inferiores aos demais, porém consideráveis em relação às amostras não tratadas (até 8% de aumento na resistência ao desgaste).

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Além do teste em outros materiais, recomenda-se o emprego de EDS associado ao uso de MEV para verificar a composição química de cada precipitado, com isso ficaria mais claro se a presença de carbonetos do tipo Eta, estão ligados ao aumento da resistência ao desgaste, ou se o seu papel é secundário em relação a quantidade de austenita retida.

Para o mesmo material usado nesse trabalho (DIN 1.4110) seria necessário testar em outras temperaturas de austenitização, pois em bibliografia encontra-se exemplos que falam que quanto menor a temperatura do tratamento de tempera melhor são os resultados do tratamento criogênico.

Uma avaliação que poderia ser realizada é quanto tensão residual de cada processo: Nebulização direta ou imersão. Através desse tipo de análise seria possível ter mais uma ferramenta para a escolha do tratamento adequado.

6.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E975-13 Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation**, Pennsylvania, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G118 – 02: Standard Guide for Recommended Format of Wear Test Data Suitable for Databases**, Pennsylvania, 2007.

BALDISSERA P et. al., **Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review**, The Open Mechanical Engineering Journal, 2008

BALOTIN J. G., **Procedimento para ensaio de materiais de atrito utilizando um Tribometro**, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Dissertação de mestrado, 2010.

BARRON R. F. et. al., **Cryogenic treatment of AISI-T8 and C1045 steels**, *Adv. Cryog. Eng. Materi.*, vol. 26, 1980.

BARRON R. F., **Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance**, *Cryogenics*, vol. 22, , 1982.

BENSELEY A. et. al. **Deep Cryogenic Treatment Improves Wear Resistance of En 31 Steel**, *Materials and Manufacturing Processes*, 2007.

BENSELEY A., et. al., **Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment**, *Cryogenics* 45, 2005

BENSELY A. et al., **Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17**, [Materials Characterization](#), 2004.

CALISTER W.D., **Materials Science And Engineering: An Introduction**. John Wiley and Sons, 7ª Edição, 2007.

DARWIN J. D. et. al., **Optimization of cryogenic treatment to maximize the wear resistance of 18% Cr martensitic stainless steel by Taguchi method**, *Journal of Materials Processing Technology*, 2007.

DAVIS J.R. et. al., **ASM Specialty Handbook: Stainless Steels**. ASM International, Vol 1, 1999.

FARGUSON B. L. et. al., **Modeling heat treatment of steel parts**, *Computer Material Science*, 2006.

GILL, S. G., **Optimization of cryogenic treatment to minimize the flank wear of AISI M2 high speed steel tools by Taguchi technique**, *Journal of Engineering Research and Studies*, 2012.

HALLIDAY D. et al., **Fundamentos da física – Volume 1**, LTC, Rio de janeiro, 1996

- HERANDEZ A.F., **Estudo da influência da criogenia na resistência ao desgaste abrasivo do aço ASTM 743 tipo CA6NM**, Universidade de Brasília, Faculdade de Tecnologia, Dissertação de mestrado, 2009.
- IANAMURA T, et. al., **Fatigue life extension by nano-sized martensite particles in steels**, Proceedings of the 7th International Fatigue Congress, 1999.
- JOST, H.P, 1960, **Lubrication (tribology) education and research**, Department of Education and Science, HMSO, London, 1966.
- KATO, K. ADACHI, K, **Wear Mechanisms**, MODERN TRIBOLOGY HANDBOOK, Ed. CRC Press LLC Vol.2. , 2001
- KIM J. W. et al., **Effect of cryogenic treatment on nickel-titanium endodontic instruments**, *Int. Endod. J.*, vol. 38, 2005.
- KLEIN S. , **Stainless steel for cutlery applications, Knives and blades**, ThyssenKrupp, VT-E-WT 2011
- LAVERNE L., **Enhancing metals properties with supercold: Fact or Fancy?**, Materials engineering, 1985
- MENG F. et al., **Wear resistance and microstructure of cryogenic treated Fe-1.4Cr-1C bearing steel**, *Scripta Metall. Mater.*, vol. 31, 1994.
- MENG, F., et al, **Role of Eta-Carbide Precipitations in the Wear Resistance Improvements of Fe-12Cr-MoV-1.4C Tool Steel by Cryogenic Treatment**, ISIJ International, Vol 34, No. 20 pp 205-210, 1994.
- MYEONG T. H. et al., **A new life extension method for high cycle fatigue using micromartensitic transformation on an austenitic stainless steel**, *Int. J. Fatigue*, vol. 19(1), , 1997.
- PAULING P., **Frozen Gears**, The journal of Gera Manufacturing, 1995,
- PELLIZZARI, M. et al., **Deep Cryogenic treatment of cold work tool steel**, 6Th International Tooling Conference, 2003
- RADI P.A. et. al., **Tribologia, conceitos e aplicações**, Anais do 13 Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA, 2007
- RUSIÑOL D.M., **Efecto del Tratamiento Criogénico en las Propiedades Mecánicas de los Aceros de Herramienta de Trabajo en Frío**, Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona, Dissertação de mestrado, 2004.
- SHIMOJO M. et al., **Formation of nanosized martensite and its application to fatigue strengthening**, in *Amorphous and Nanocrystalline Materials - Preparation, Properties and Applications*, eds. A. Inoue and K. Hashimoto, Berlin: Springer 2001.
- SILVA F. J. et al., **Performance of cryogenically treated HSS tools**, *Wear*, vol. 261, 2006.
- WURZBACH R. N. et. al., **Improving component wear performance through cryogenic treatment**, Maintenance Reliability Group, 2000
- YUN D. L. et. al., **Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism**, *Heat Treat. Met.*, vol. 3, 1998.