

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA

CLEBER TASCHETTO PARCIANELLO

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO
MODIFICADO ABNT M2 ATRAVÉS DA OTIMIZAÇÃO DE TRATAMENTOS
TÉRMICOS E CRIOGÊNICOS**

ALEGRETE/RS

2016

CLEBER TASCHETTO PARCIANELLO

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO
MODIFICADO ABNT M2 ATRAVÉS DA OTIMIZAÇÃO DE TRATAMENTOS
TÉRMICOS E CRIOGÊNICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia, da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antônio Durlo Tier.

ALEGRETE/RS

2016

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais) .

P225e Parcianello, Cleber Taschetto
ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO
MODIFICADO ABNT M2 ATRAVÉS DA OTIMIZAÇÃO DE TRATAMENTOS
TÉRMICOS E CRIOGÊNICOS / Cleber Taschetto Parcianello.
118 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Pampa,
MESTRADO EM ENGENHARIAS, 2016.
"Orientação: Marco Antônio Durlo Tier".

1. Tratamentos Térmicos. 2. Criogenia. 3. Aço M2. I.
Título.

CLEBER TASCHETTO PARCIANELLO

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO
MODIFICADO ABNT M2 ATRAVÉS DA OTIMIZAÇÃO DE TRATAMENTOS
TÉRMICOS E CRIOGÊNICOS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia, da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia.

Dissertação defendida e aprovada em 20 de junho de 2016.

Banca Examinadora:



Prof. Dr. Marco Antônio Durlo Tier

Orientador

Universidade Federal do Pampa – PPEng



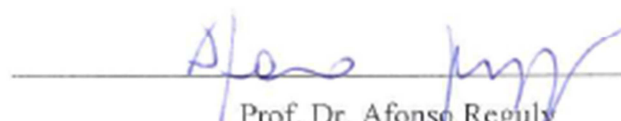
Prof. Dr. Tonilson de Souza Rosendo

Universidade Federal do Pampa – PPEng



Prof. Dr. Flávio Kieckow

Universidade Regional Integrada – URI



Prof. Dr. Afonso Reguly

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – PPGE3M

Dedico este trabalho ao meu pai, à minha mãe,
à minha irmã, aos meus amigos e familiares.

AGRADECIMENTOS

Aos membros da Banca Examinadora, sou grato por terem aceito avaliar este trabalho.

Ao Professor Doutor Marco Antônio Durlo Tier, pela oportunidade a mim concedida e pela proposta desafiadora de desenvolver este projeto de pesquisa junto ao PPEng - UNIPAMPA; agradeço, professor, pela orientação, pelas discussões e sugestões técnicas que vieram enriquecer este trabalho, bem como pela amizade e camaradagem.

Ao Mestre Dieison Gabbi Fantineli, pelo auxílio no desenvolvimento desta dissertação, por acreditar e me ajudar a fabricar a máquina para o Tratamento Criogênico, pelas sugestões técnicas que agregaram valores importantes, auxílio nos ensaios e análises, e também pela amizade e camaradagem.

À empresa Hurth Infer Indústria de Máquinas e Ferramentas Ltda. por acreditar nesta pesquisa e contribuir com o tratamento térmico de têmpera das amostras. Também à empresa Irmãos Souto Ltda. e Indústria Mecânica Bertoldo Ltda. pela disponibilidade de seus equipamentos e pela parceria.

Ao Professor Doutor Flávio Kieckow e à URI por terem disponibilizado o laboratório para a realização do ensaio Charpy.

Ao Professor Doutor Wladimir Hernandez Flores e à UNIPAMPA *campus* Bagé por realizarem o ensaio de difração de raios X e suas contribuições.

Ao Professor Doutor Maurício Paz França pelo auxílio e ensinamentos no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Ao Professor Doutor Luiz Enrique Gomez Armas pela realização da análise no Microscópio Raman.

Ao graduando em engenharia mecânica Lucas Dias Soares, pela parceria e auxílio nas etapas de fabricação da câmara, de execução do tratamento criogênico e dos ensaios.

Agradeço à FAPERGS, por acreditar na importância da pesquisa e disponibilizar apoio financeiro.

A todos os meus familiares, minha namorada e amigos, pelo apoio e por compreenderem a minha ausência, em momentos importantes, para poder executar este trabalho.

“O pensar é para os homens, o que é voar para os pássaros.”

Albert Einstein

RESUMO

O aço rápido ABNT M2 é usado frequentemente na confecção de ferramentas de usinagem. Esse aço, quando submetido a tratamentos térmicos de têmpera e revenido, tratamentos responsáveis por transformar uma microestrutura esferoidizada em uma microestrutura martensítica com grãos finos e reforçada por carbeto, se torna um material com alta dureza e com uma boa resistência ao desgaste, duas características importantes para ferramentas. Em busca de processos que produzam melhores propriedades, em 1930, pesquisadores introduziram nas rotas convencionais o tratamento denominado de subzero ($< 80^{\circ}\text{C}$), com o objetivo de alcançar a temperatura de transformação completa da austenita em martensita. Com o avanço das pesquisas, surgiu um novo tratamento térmico denominado de Tratamento Criogênico Profundo, que consiste em resfriar a ferramenta em temperaturas próximas à do nitrogênio líquido (-196°C) e mantê-la nessa temperatura por um período de tempo, geralmente 24 horas. Inúmeros resultados mostram que a introdução da criogenia nos ciclos de tratamento convencionais resulta em ganho de resistência ao desgaste, propriedade que é fundamental nas ferramentas. Atribui-se esse ganho a dois fenômenos: transformação completa da austenita em martensita e a precipitação de finos carbeto distribuídos homogeneamente na estrutura martensítica. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi analisar a influência do Tratamento Criogênico em conjunto com os tratamentos de têmpera e revenido sobre as propriedades mecânicas e tribológicas do aço rápido ABNT M2 modificado, variando-se a temperatura de austenitização (1185°C , 1200°C e 1215°C), a temperatura de revenimento (520°C , 535°C e 550°C) e o tempo em temperatura criogênica (20 e 28 horas). A metodologia empregada consiste em um planejamento e otimização experimental, utilizando o método de Taguchi L9. As propriedades mecânicas das amostras foram analisadas em termos de microdureza Vickers, dureza Rockwell C, ensaio Charpy e ensaio de desgaste abrasivo. Os resultados encontrados nos ensaios mecânicos foram submetidos à análise estatística ANOVA. As microestruturas das amostras foram investigadas em termos de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X. Os resultados permitiram traçar superfícies de resposta, possibilitando a determinação dos parâmetros ótimos de tratamento. A melhor Temperatura de Austenitização é a de 1200°C , o Tratamento Criogênico melhorou todas as propriedades mecânicas, principalmente com tempos de 20 horas, e a Temperatura de Revenimento é fundamental sobre os resultados finais, sendo 550°C a temperatura que gerou os melhores resultados.

Palavras-chave: Tratamentos Térmicos, Criogenia, Aço M2.

ABSTRACT

The speed steel ABNT M2 is often used in the manufacture of machine tools. This steel, when subjected to heat treatments of quenching and tempering, treatments responsible for transforming a spheroidized microstructure in a martensitic microstructure with fine grains and reinforced by carbides becomes a material with high hardness and good wear resistance, two important feature for tools. In search processes that produce the best properties in 1930, researchers introduced in conventional routes treatment called subzero ($<80^{\circ}\text{C}$), in order to achieve complete transformation temperature of austenite into martensite. With the advancement of research, a new heat treatment called Deep Cryogenic treatment, consisting in cooling the tool at temperatures near the liquid nitrogen (-196°C) and keep it at this temperature for a period of time, usually 24 hours. Numerous results show that the introduction of cryogenically treating in the conventional cycle results in wear resistance gain property that is essential in the tools. It attributed this gain to two phenomena: complete transformation of austenite into martensite and precipitation of fine carbides distributed homogeneously in the martensitic structure. In this context, the aim of this study was to analyze the influence of Treatment Cryogenic together with the quenching treatment and tempering on the mechanical and tribological properties of high speed steel ABNT M2 modified, varying the austenitization temperature (1185°C , 1200°C and 1215°C) tempering temperature (520°C , 535°C and 550°C) and the time at cryogenic temperatures (20 and 28 hours). The methodology consists of a planning and experimental optimization, using the method of Taguchi L9. The mechanical properties of the samples were analyzed in terms of Vickers hardness, Rockwell hardness C, Charpy test and wear resistance test. The results in mechanical tests were subjected to statistical analysis ANOVA. The microstructures of the samples were investigated in terms of optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction. The results trace response surfaces, enabling the determination of the optimal treatment parameters. The best austenitizing temperature is 1200°C , the Treatment Cryogenic improved all mechanical properties, especially with times of 20 hours, and the tempering temperature is critical for the final results, with 550°C temperature led to the best results.

Keyword: Heat treatment, Cryogenics, SAE M2.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Curva TTT para o aço M2.....	30
Figura 2 – Efeito do carbono na temperatura M_s e M_f	31
Figura 3 – Curva de resfriamento na curva TTT	33
Figura 4 – Perfil de dureza em função da Temp. de Rev. para os aços T1, M2, T15 e M40.....	35
Figura 5 – Pico de dureza para o aço M2.....	35
Figura 6 – Curvas de dureza das amostras temperadas em óleo e revenidas	36
Figura 7 – Perfil de dureza para diferentes tempos e temperatura de revenido para o aço M2.....	37
Figura 8 – Exemplo de uma rota de tratamento incluindo a criogenia.....	39
Figura 9 – Indicação dos parâmetros da criogenia.....	40
Figura 10 – Imagens do MEV, (a) sem e (b) com criogenia	42
Figura 11 – Perfil de dureza do aço com e sem criogenia	44
Figura 12 – Perfis de dureza para o aço M2 com e sem criogenia.....	44
Figura 13 – Efeito do intervalo entre a têmpera e o Tratamento Criogênico no aço SAE D2	46
Figura 14 – Fluxograma das atividades	48
Figura 15 – Esquema gráfico das Rotas 1, 4 e 7	51
Figura 16 – Esquema gráfico das Rotas 2, 3, 5, 6, 8 e 9.....	52
Figura 17 – Dimensões dos corpos de prova.....	52
Figura 18 – Detalhes durante o processo de austenitização e têmpera.....	53
Figura 19 – Detalhes da máquina e do tratamento DCT.....	54
Figura 20 – Recipiente criogênico e forma de retorno à temperatura ambiente.....	54
Figura 21 – Forno INTI para a etapa de revenimento	55
Figura 22 – Durômetro Indústécnica para medição da dureza Rockwell C.....	56
Figura 23 – Máquina de impacto Charpy	56
Figura 24 – Controlador, sistema motriz, esquema do ensaio de desgaste e anel com lixa.....	57
Figura 25 – Balança de precisão para as medições de massa.....	58
Figura 26 – Microdurômetro marca Buehler.....	59
Figura 27 – Microscópio eletrônico de varredura marca Zeiss, modelo EVO MA10.....	60
Figura 28 – Equipamento para difração de raios X, marca Rigaku, modelo Ultima IV.....	60
Figura 29 – Microscópio Raman Xplora Plus	61
Figura 30 – Valores de dureza após têmpera em função da Temperatura de Austenitização	62

Figura 31 – (a) Superfície de resposta para dureza HRC em função do Tempo de DCT x Temperatura de Austenitização e (b) em função da Temperatura de Revenimento x Tempo de DCT, após o primeiro revenido.....	63
Figura 32 – Superfície de resposta para dureza HRC: Temperatura de Revenimento x Tempo de DCT, após o segundo revenido	64
Figura 33 – Perfil de Dureza HRC	65
Figura 34 – Perfil de Microdureza Vickers 0,5 kg	66
Figura 35 – Energia absorvida das amostras.....	68
Figura 36 – (a) Superfície de resposta para a energia absorvida: Temperatura de Austenitização x Tempo de DCT e (b) em função da Temperatura de Austenitização x Temperatura de Revenimento	69
Figura 37 – Superfície de resposta para a energia absorvida: Tempo de DCT x Temperatura de Revenimento	70
Figura 38 – (a) Superfície de resposta para a perda de massa: Temperatura de Austenitização x Tempo de DCT e (b) em função da Temperatura de Austenitização x Temperatura de Revenimento, 500 ciclos	73
Figura 39 – Superfície de resposta para a perda de massa: Tempo de DCT x Temperatura de Revenimento, 500 ciclos	74
Figura 40 – Superfície de falha da Rota 1 (1185/0/520)	77
Figura 41 – Superfície de falha da Rota 2 (1185/20/535)	77
Figura 42 – Morfologia da superfície de falha, Rota 2 (1185/20/535)	78
Figura 43 – Superfície de falha da Rota 3 (1185/28/550)	78
Figura 44 – Morfologia da superfície de falha, Rota 3 (1185/28/550)	79
Figura 45 – Superfície de falha da Rota 4 (1200/0/535)	79
Figura 46 – Superfície de falha da Rota 5 (1200/20/550)	80
Figura 47 – Superfície de falhar da Rota 6 (1200/28/520)	80
Figura 48 – Superfície de falha da Rota 7 (1215/0/550)	81
Figura 49 – Superfície de falha da Rota 8 (1215/20/520)	81
Figura 50 – Superfície de falha da Rota 9 (1215/28/535)	82
Figura 51 – Tamanho de grão em MEV: (a) Temperatura de Austenitização 1185° C, (b) 1200° C e (c) 1215° C (Magnificação 6000x), g = tamanho de grão ASTM, ataque com solução de ácido fluorídrico	83
Figura 52 – (a) Microestrutura do aço M2 recozido, (b) da Rota 1185/0/0 e (c) Rota 1185/0/520, ataque com solução de ácido fluorídrico.....	85
Figura 53 – (a) Microestrutura da Rota 1185/20/0, (b) 1185/20/535 e (c) 1185/28/550, ataque com solução de ácido fluorídrico.....	86

Figura 54 – Carbeto ultrafino observado na amostra 1185/0/0, 10.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico	87
Figura 55 – Carbeto ultrafino observado na amostra 1185/20/0, 10.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico	88
Figura 56 – Carbeto ultrafino observado na Rota 1185/0/520, 8.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico	88
Figura 57 – Carbeto ultrafino observado na Rota 1185/28/550, 8.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico	89
Figura 58 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1185° C	90
Figura 59 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1200° C	90
Figura 60 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1215° C	91
Figura 61 – Espectro Raman do aço M2 recozido e após as Rotas 2, 4 e 6	92
Figura 62 – Tenacidade e dureza HRC do aço SAE M2 com Tratamento Convencional	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química do aço M2.....	28
Tabela 2 – Composição química do aço M2 estudado.....	48
Tabela 3 – Indicação dos fatores e seus respectivos níveis	49
Tabela 4 – Matriz Ortogonal com os valores dos níveis	50
Tabela 5 – Resultado da análise ANOVA para dureza HRC.....	65
Tabela 6 – Resultado da análise ANOVA para microdureza Vickers	67
Tabela 7 – Energia absorvida das amostras em Joules	67
Tabela 8 – Aumento/Redução de energia absorvida com o uso de DCT.....	70
Tabela 9 – Análise de Variância (ANOVA).....	71
Tabela 10 – Perda de Massa após o ensaio de desgaste em 300 e 500 ciclos.....	72
Tabela 11 – Análise de Variância em termos de perda de massa para 500 ciclos.....	74
Tabela 12 – Resumo apresentando os melhores resultados para energia absorvida e resistência ao desgaste	75
Tabela 13 – Resumo das contribuições dos fatores sobre as propriedades mecânicas estudadas	75

LISTA DE ABREVIACES

Adj SS	– Mdias quadradas
DF	– Graus de liberdade
Desvio P.	– Desvio Padro
P.M.	– Perda de Massa
Pop.	– Populao
Seq SS	– Soma dos quadrados
Temp. Aust.	– Temperatura de Austenitizao
Temp. Rev.	– Temperatura de Revenimento
Tempo de DCT	– Tempo de Tratamento Criognico

LISTA DE SIGLAS

ABNT	–	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	–	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço)
CT	–	Tratamento Criogênico (<i>Cryogenic Treatment</i>)
DCT	–	Tratamento Criogênico Profundo (<i>Deep Cryogenic Treatment</i>)
HRC	–	Hockwell C (Dureza Hockweel C)
HV	–	Vickers (Dureza Vickers)
M2	–	Aço Rápido M2
MEV	–	Microscópio Eletrônico de Varredura
M.O.	–	Microscopia Óptica
M_i / m_i	–	Início da Formação da Martensita
M_f / m_f	–	Fim da Formação da Martensita (<i>Martensite Finish Temperature</i>)
M_s / m_s	–	Início da Formação da Martensita (<i>Martensite Start Temperature</i>)
RIR	–	<i>Reference Intensity Ratio</i>
SAE	–	<i>Society of Automotive Engineers</i>
SCT	–	Tratamento Subzero (<i>Shallow Cryogenic Treatment</i>)
UFRGS	–	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UNIPAMPA	–	Universidade Federal do Pampa
URI	–	Universidade Regional Integrada
XRD	–	Difração de Raios X

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	– Graus Celsius
α	– Ferro alfa ou ferrita
γ	– Ferro gama ou austenita
μm	– Micrometro
Fe	– Elemento químico ferro
C	– Elemento químico carbono
Co	– Elemento químico cobalto
Cr	– Elemento químico cromo
g	– Tamanho de grão ASTM
kgf	– Quilograma força
m_{ii}	– Massa inicial
m_{ff}	– Massa final
M	– Aço rápido ao molibdênio
Mo	– Elemento químico molibdênio
N	– Newton
V	– Elemento químico vanádio
W	– Elemento químico tungstênio

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	23
1.1. Objetivos	24
1.2. Estrutura do trabalho	25
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	27
2.1. Aços Ferramenta	27
2.1.1. Aço rápido ao molibdênio Série M2	28
2.2. Tratamentos Térmicos aplicados aos Aços Ferramenta da Série M.....	31
2.2.1. Têmpera	32
2.2.2. Revenimento.....	34
2.2.3. Tratamento Criogênico	37
2.2.4. Influência do Tratamento Criogênico Sobre o Revenido	43
2.2.5. Estabilização da Austenita	45
2.2.6. Rotas de Tratamento para o Aço ABNT M2.....	46
3. MATERIAIS E MÉTODOS	48
3.1. Material	48
3.2. Planejamento Experimental.....	49
3.3. Fabricação das Amostras.....	52
3.4. Têmpera, Revenido e Criogenia.....	53
3.5. Ensaios Mecânicos	55
3.5.1. Ensaio de Dureza Rockwell C	55
3.5.2. Ensaios de Impacto Charpy.....	56
3.5.3. Ensaio de Desgaste Abrasivo	57
3.5.4. Ensaio de Microdureza Vickers.....	58
3.6. Análise Microestrutural	59
3.6.1. MEV	59

3.6.2.	Difração de Raios X.....	60
3.6.3.	Espectroscopia Raman	61
4.	RESULTADOS	62
4.1.	Propriedades Mecânicas	62
4.1.1.	Dureza Rockwell C.....	62
4.1.2.	Microdureza Vickers (HV).....	66
4.1.3.	Energia Absorvida	67
4.1.4.	Resistência ao Desgaste Abrasivo	71
4.1.5.	Resumo das Propriedades Mecânicas e das Contribuições	75
4.2.	Análise Microestrutural	76
4.2.1.	Análise da Superfície de Fratura em MEV.....	76
4.2.2.	Análise Microestrutural em MEV	82
4.2.3.	Difração de Raios X.....	89
4.2.4.	Espectroscopia Raman	91
5.	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	93
6.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	97
6.1.	Conclusões.....	97
6.2.	Sugestões Para Trabalhos Futuros	98
7.	REFERÊNCIAS.....	99

1. INTRODUÇÃO

A usinagem é uma das principais alternativas para fabricação de componentes em processos industriais. Para tal, são utilizadas ferramentas de corte com propriedades especiais, dentre elas: alta dureza e resistência ao desgaste, estabilidade térmica, elevada resistência ao choque mecânico e térmico. Os aços para fabricação de ferramentas de usinagem são desenvolvidos especialmente para tais fins, nos quais se destaca o aço rápido SAE M2 / ABNT M2.

Embora as propriedades dos aços ferramenta sejam superiores em relação ao que está sendo usinado, o desgaste e falhas (quebra, trincas) ocorrem devido à severidade à qual o processo submete a ferramenta, que inclui elevados esforços, altas temperaturas e choques mecânicos e térmicos. O custo atrelado a cada ferramenta descartada e o tempo de troca acarretam perda de produção e aumento de custos. Dessa forma, muitos estudos estão focados em melhorar as características mecânicas e tribológicas dos aços ferramenta e, assim, aumentar a produtividade e reduzir custos de produção.

Para se obter uma microestrutura com propriedades mecânicas capaz de satisfazer as solicitações impostas, as ferramentas são submetidas a rotas de tratamentos térmicos, desenvolvidas especificamente para cada material. O processo mais difundido é a têmpera seguida de revenimento, que resulta em uma microestrutura dura e com uma boa resistência ao desgaste.

Após a têmpera e revenido, os aços rápidos possuem uma estrutura martensítica com grãos finos ($g > 10$, tamanho de grão ASTM); esse tamanho de grão foi mostrado por Fantineli (2015) e Sartori (2009), reforçado por carbeto de liga, como apresentaram Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008) e Huang et al. (2003). A estabilidade térmica da martensita é obtida pela presença de elementos de liga que dificultam a difusão do carbono.

Entretanto, Roberts e Cary (1980) citam que, com altas porcentagens de carbono e elementos de liga, o aço SAE M2 é caracterizado por possuir a temperatura do fim de formação da martensita (M_f), abaixo da temperatura ambiente. Os tratamentos convencionais, embora otimizados, não conseguem eliminar a austenita retida, assim, justifica-se o desenvolvimento de novos processos com o objetivo conseguir a transformação completa da austenita retida, fase a qual é indesejável numa ferramenta devido à sua instabilidade térmica e baixa dureza.

A primeira técnica que visou alcançar a temperatura M_f foi o tratamento Subzero (Cold Treatment). Esse tratamento consiste em imergir o material (temperado) em um ambiente com

temperatura inferior a 0° C. Alguns estudos utilizaram temperaturas próximas de -80° C e mostraram uma transformação quase que completa da austenita em martensita (HUANG et al., 2003). O tratamento Subzero resultou em redução no desvio padrão dos valores de dureza, mas principalmente gerou um aumento da resistência ao desgaste.

Posteriormente, na década de 70, um novo tratamento térmico surgiu e foi denominado de Tratamento Criogênico Profundo (Deep Cryogenic Treatment – DCT). O processo consiste em resfriar o material, após a têmpera ou revenido, em temperaturas abaixo de -80° C, chegando a temperaturas próximas à do nitrogênio líquido (-196° C). Observou-se que os ganhos de resistência ao desgaste foram maiores com o Tratamento Criogênico Profundo do que no tratamento Subzero (BARRON, 1982; DARWIN, MOHAN e NAGARAJAN, 2008). A explicação para tal resultado foi a completa transformação da austenita em martensita e a precipitação de carbeto ultrafinos dispersos homogeneamente na matriz martensítica (HUANG et al., 2003; YUN, XIAOPING e HONGSHEN, 1998).

1.1. Objetivos

Objetivo geral

Avaliar o efeito dos parâmetros de criogenia em conjunto com os parâmetros de têmpera e revenido sobre as propriedades mecânicas e tribológicas do aço rápido ABNT M2 modificado.

Objetivos específicos

- Investigar o efeito da Temperatura de Austenitização, temperatura de revenido e tempo de criogenia nas propriedades mecânicas e tribológicas no aço ABNT M2;
- Investigar o efeito do Tratamento Criogênico no pico de endurecimento secundário;
- Identificar os parâmetros ótimos de tratamentos térmicos e criogênicos para o aço ABNT M2.

As variáveis investigadas foram: Temperatura de Austenitização (1185° C, 1200° C e 1215° C), tempo de criogenia (20 h e 28 h) e Temperatura de Revenimento (520° C, 535° C e 550° C). Os demais parâmetros utilizados foram: tempo de imersão na Temperatura de

Austenitização: 3 minutos; temperatura do banho de sais: 520° C por 9 minutos; taxa de resfriamento entre a temperatura ambiente e a temperatura criogênica: 0,5° C/min; taxa de aquecimento e taxa de resfriamento da temperatura ambiente até a temperatura de revenido: a 6° C/min; e cada etapa do duplo revenido foi de duração de processo igual a 2,5 horas.

As propriedades mecânicas foram investigadas através de ensaio de dureza Rockwell C (HRC), microdureza Vickers, ensaio Charpy e desgaste abrasivo. Os resultados foram submetidos a tratamento de dados de modo a se gerar superfícies de resposta. As microestruturas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. As fases presentes foram investigadas por XRD e espectroscopia Raman, e os mecanismos de fratura analisados em MEV.

1.2. Estrutura do trabalho

Este trabalho possui a seguinte estrutura:

Capítulo 1 – Introdução: Apresenta uma visão geral sobre o trabalho, contextualizando brevemente sobre as propriedades dos aços ferramentas e suas aplicações, o objetivo do trabalho e a metodologia da investigação proposta.

Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica: A revisão inicia pelos aços ferramentas, ressaltando as aplicações desta classe de aço; em seguida, é apresentada uma revisão mais aprofundada sobre o aço rápido da série M2, citando aspectos como composição química, curvas de Tempo, Temperatura e Transformação (TTT) e informações importantes a serem consideradas durante o tratamento térmico. Posteriormente, é abordada uma revisão sobre têmpera e revenido focada no material estudado. Por fim, apresenta-se uma ênfase no Tratamento Criogênico, mostrando os benefícios, influência dos parâmetros e seus níveis, além de resultados de pesquisas recentes.

Capítulo 3 – Materiais e Métodos: Neste capítulo é apresentado o planejamento experimental Matriz Ortogonal L_9 , introduzido com o objetivo de reduzir o número de experimentos; detalhamento das rotas de tratamentos térmicos, análises e os equipamentos utilizados.

Capítulo 4 – Resultados: Os principais resultados obtidos são apresentados na forma de tabelas e gráficos, assim como os tratamentos estatísticos dos valores encontrados. Também são apresentadas os resultados em termos de análise microestrutural, expondo imagens dos pontos mais importantes.

Capítulo 5 – Discussão dos Resultados: Os principais resultados são analisados e discutidos, destacando pontos pertinentes, buscando vincular e embasar os resultados com pesquisas recentes.

Capítulo 6 – Considerações Finais: São apresentadas as principais conclusões e as sugestões para trabalhos futuros.

Capítulo 7 – Referências Bibliográficas: Apresenta as referências bibliográficas citadas e utilizadas para o embasamento do presente trabalho.

Capítulo 8 – Anexo: São apresentados os resultados completos da pesquisa.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada uma revisão sobre aços ferramentas, tratamentos térmicos convencionais e tratamentos criogênicos.

2.1. Aços Ferramenta

Os aços ferramenta recebem esse nome por possuírem propriedades mecânicas e tribológicas adequadas para fabricação de ferramentas. Essa categoria de aço é muito utilizada para processamento de outros metais, sejam materiais ferrosos ou não ferrosos. Os processos em que a aplicação de aços ferramenta é mais comum são descritos abaixo:

- Conformação (a quente e a frio);
- Cisalhamento (corte, rebarbação);
- Corte (usinagem);
- Moldagem.

Para cada processo citado acima, existe uma classe de aço ferramenta que satisfaz as necessidades em termos de propriedades mecânicas e tribológicas. As mais comuns são:

- Aços rápidos (série M, T);
- Aços para trabalho a quente (série H);
- Aços para trabalho a frio (série D, W2, O1, S1, A2);
- Aços para moldes de Plástico (série P, H13).

Os aços rápidos recebem esse nome porque são capazes de reter elevadas durezas mesmo quando utilizados em altas velocidades de corte, por elevar excessivamente a temperatura do gume de corte. Os aços rápidos são caracterizados por terem uma microestrutura composta de carbeto primários, que fornecem proteção contra o desgaste abrasivo, e uma matriz de martensita revenida reforçada por finos carbeto secundários (MAGNABOSCO, OLIVA e PASSOS, 1999).

Os aços rápidos possuem seis classificações conforme SAE:

- Aços rápidos ao tungstênio – (T1, T2, T3, T7 e T9);

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

A presente dissertação balizou-se no estudo das propriedades mecânicas e tribológicas do aço rápido ABNT M2, equivalente ao SAE M2.

2.1.1. Aço rápido ao molibdênio Série M2

Dentre os aços rápidos, a série M2 é a mais utilizada, principalmente em brocas, fresas e machos. Essa classe tem como características: alta temperabilidade, alta resistência ao desgaste e excelentes propriedades de corte, quando tratados termicamente.

Segundo Pellizari (2008), as propriedades do aço M2 são provenientes de uma complexa interação entre carbeto primários e secundários duros, em uma matriz martensítica.

A composição química tem um papel de destaque na determinação da dureza, tenacidade e resistência ao desgaste, afetando a estrutura em termos de volume, morfologia e distribuição dos carbeto. A Tabela 1 mostra a composição química do aço M2 segundo a norma ABNT.

Tabela 1 – Composição química do aço M2

Aço	Elemento									
	C%		Cr%		V%		W%		Mo%	
	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.	mín.	máx.
M2	0,78	0,88	3,75	4,50	1,75	2,20	5,50	6,75	4,50	5,50

Fonte: NBR NM 116-1 (2005).

Os elementos de liga dos aços rápidos são extremamente importantes e cada um deles desenvolve uma função específica:

- Molibdênio (Mo) e Tungstênio (W): são obrigatórios nos aços rápidos; sua função é aumentar a resistência ao desgaste, a dureza a quente e a estabilidade térmica (BAYER e WALTON, 1990). Esses elementos apresentam forte afinidade pelo

carbono, formando os carbeto do tipo M_6C ($M = Fe, Mo \text{ e } W$), podendo ainda dissolver vanádio e cromo em pequenas quantidades no lugar do ferro. Devido à sua alta dureza esses carbeto são os que mais contribuem para a resistência à abrasão dos aços rápidos.

- Vanádio (V): é o elemento responsável por formar carbeto do tipo MC, que possui alta dureza e estabilidade térmica e, assim, restringir o crescimento de grão por dificultar a movimentação dos contornos. No aço M2, o teor de vanádio fica na faixa de 2%, levando à formação de 3% de carbeto MC no estado recozido, que se reduz a 2% quando temperado (HOYLE, 1988).
- Cromo (Cr): contribui para a temperabilidade e eleva o pico de endurecimento secundário, por inibir a precipitação e coalescimento dos carbeto secundários. Também reduz a oxidação e a formação de carepa nos tratamentos térmicos e operações de corte. Esse elemento é responsável pela formação dos carbeto $M_{23}C_6$ e, em alguns casos, M_7C_3 . Esses dois tipos de carbeto se apresentam no aço recozido e são fontes de carbono para garantir a dureza da matriz durante a têmpera. Durante o processo de têmpera os carbeto dissolvem-se e grande parte do carbono irá se encontrar em solução sólida na martensita (HOYLE, 1988).
- Carbono (C): é responsável pela alta dureza devido à distorção do reticulado (BAYER e WALTON, 1990). Seu teor deve ser suficiente para a formação de carbeto primários e da martensita. O teor de carbono influencia no pico de endurecimento secundário e na quantidade de austenita retida. No aço M2, seu teor é de 0,8% (ROBERTS e CARY, 1980).

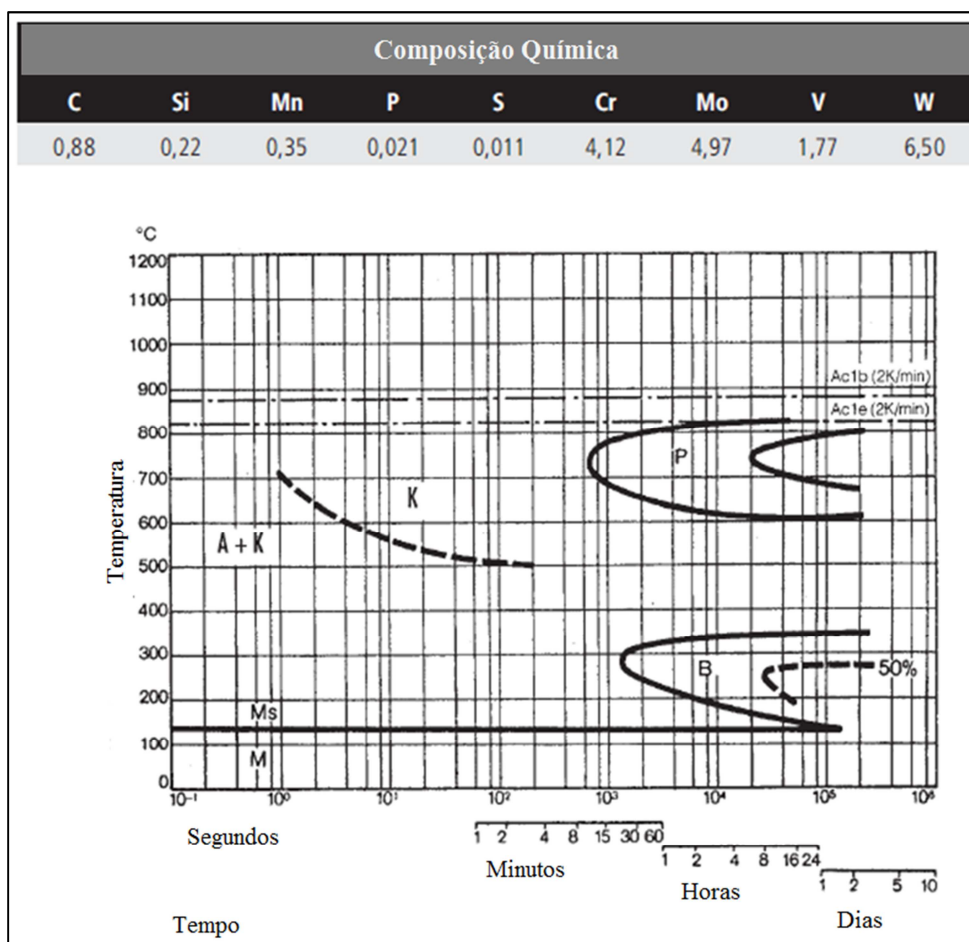
O aço rápido M2 é fornecido no estado coalescido, sendo constituído de uma dispersão de carbeto complexos numa matriz ferrítica (estrutura “macia”) o que facilita a fabricação da ferramenta.

Conforme Roberts e Cary (1980), o carbono e os elementos de liga do aço M2 estão presentes na forma de carbeto; devido ao coalescimento, essa microestrutura é caracterizada por uma matriz com baixo teor de carbono em solução. Logo, altas temperaturas de

austenitização ($>1180^{\circ}\text{C}$) devem ser utilizadas para que os carbeto sejam dissolvidos e condicionem a austenita para a têmpera.

A Figura 1 do catálogo de Böhler (2007) mostra a curva TTT do aço S600, que é equivalente ao ABNT M2.

Figura 1 – Curva TTT para o aço M2



Fonte: Adaptada e traduzida de Böhler (2007).

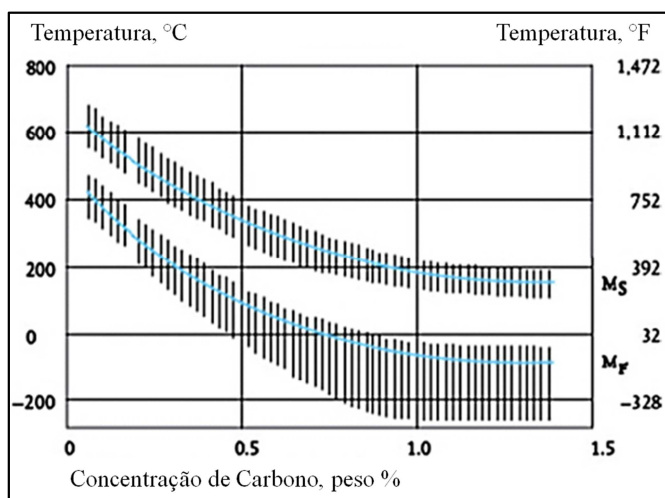
A análise deste diagrama permite concluir que:

- A temperatura de início da formação da martensita ocorre abaixo de 200°C ;
- O tempo de resfriamento máximo permitido para que as amostras formem martensita, partindo da temperatura crítica até alcançar a temperatura de 200°C , é de 15 minutos;
- Não foi apresentada a temperatura do fim da transformação da austenita (M_f), indicando que a mesma se localiza abaixo da temperatura igual a 0°C .

Segundo Roberts e Cary (1980), o alto teor de carbono e de elementos de liga dos aços rápidos fazem com que a temperatura M_f seja inferior à temperatura ambiente, como já evidenciado na Figura 1. Este fato demonstra que a formação da martensita não se completa com tratamento de têmpera até a temperatura ambiente.

A Figura 2 auxilia a sustentar esta afirmação, mostrando o efeito da porcentagem de carbono sobre as curvas M_s e M_f .

Figura 2 – Efeito do carbono na temperatura M_s e M_f



Fonte: Traduzida de Weast (1982 apud Gill et al. 2010, p. 61).

A partir da confrontação da curva TTT (Figura 1) e da Figura 2, justifica-se a afirmação de que, na maioria dos aços ferramenta de alto carbono e elementos de liga, quantidades significativas de austenita retida estão presentes depois da têmpera, pois a temperatura final da martensita (M_f) se encontra abaixo da temperatura ambiente.

Assim, a razão para aplicação do Tratamento Criogênico é alcançar a temperatura M_f e reduzir ao máximo a austenita retida, e também se obter o refinamento dos carbeto secundários.

2.2. Tratamentos Térmicos aplicados aos Aços Ferramenta da Série M

Os tratamentos térmicos têm como objetivo alterar a microestrutura dos metais e são utilizados para melhorar as propriedades mecânicas e tribológicas dos aços ferramenta. No aço rápido M2 a finalidade do tratamento térmico é de se obter uma microestrutura

consistindo de uma distribuição homogênea de finos carbeto numa matriz de martensita revenida.

2.2.1. Têmpera

O processo denominado de têmpera visa à obtenção do constituinte denominado de martensita. Esse tratamento térmico consiste em aquecer a peça até a Temperatura de Austenitização e realizar um resfriamento rápido em óleo, ar ou banho de sais.

Uma solução supersaturada de carbono no ferro é o resultado do rápido resfriamento, formando uma célula tetragonal de corpo centrado, de elevada dureza, sendo essa solução denominada de martensita.

A Temperatura de Austenitização do aço M2 varia de 1190° C a 1230° C, conforme o catálogo do fornecedor de aço Favorit (2012) e Böhler (2007), assim como citam os autores Davis (1995) e Roberts, Krauss e Kennedy (1998). No catálogo Villares (2003), a Temperatura de Austenitização varia de 1200° C até 1220° C.

Através das pesquisas realizadas por Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008) e Fantinelli (2015), é possível concluir que a Temperatura de Austenitização de 1200° C é a que resulta em uma melhor relação entre ganho de dureza e perda de tenacidade.

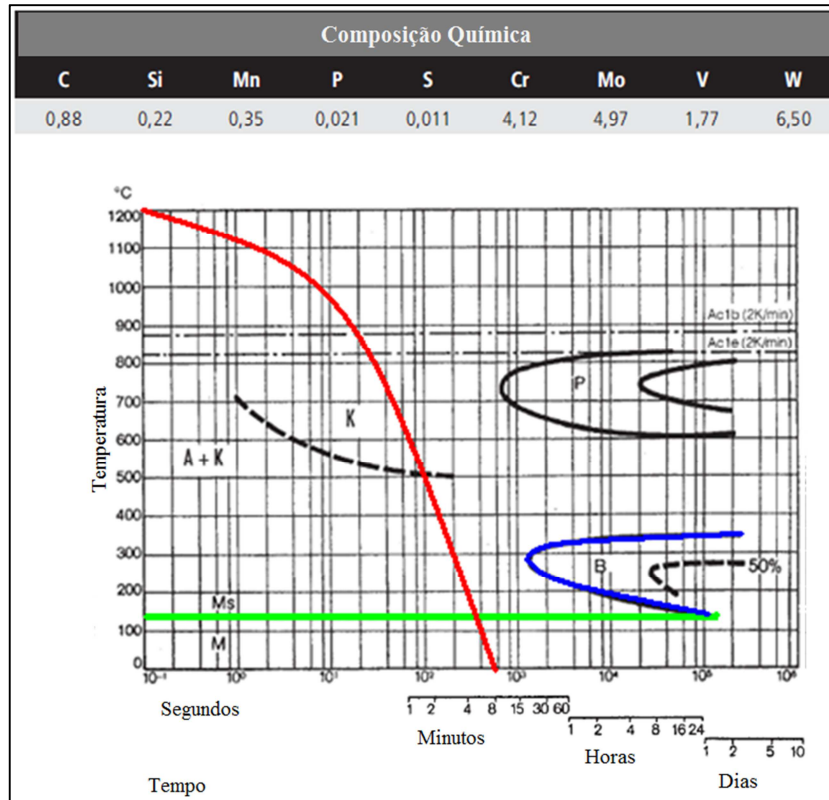
Davis (1995), Roberts, Krauss e Kennedy (1998) mencionam que o tempo de austenitização pode variar de 2 até 5 minutos. Magnabosco, Oliva e Passos (1999) afirmam que tempos de austenitização superiores a 5 minutos geram um aumento excessivo no tamanho dos grãos. Além disso, temperaturas de austenitização maiores que 1220° C resultaram em grãos grosseiros, que causam uma grande perda na tenacidade do material.

Os fornecedores, Villares (2003) e Böhler (2007), destacam a necessidade de realizar um aquecimento até a Temperatura de Austenitização em patamares, para prevenir distorções dimensionais e trincas, devido à baixa condutibilidade térmica do aço M2.

Quando o material alcança e permanece na Temperatura de Austenitização, os átomos de carbono e de elementos de liga começam a se dissolver e se homogeneizar por difusão na austenita (MOORE e COLLINS, 1993).

Partindo da Temperatura de Austenitização, no momento em que o material é resfriado abaixo da temperatura crítica ($\approx 850^{\circ}$ C) inicia-se a transformação de fases. A austenita se transforma em martensita, caso o resfriamento seja rápido o suficiente, como demonstra a linha vermelha da Figura 3. Para se obter uma microestrutura homogênea, a linha vermelha não pode alcançar a linha de transformação de outras microestruturas (linha azul).

Figura 3 – Curva de resfriamento na curva TTT



Fonte: Adaptada e traduzida de Böhrer (2007).

Devido às características da série M2 é possível afirmar que, mesmo com o resfriamento até a temperatura ambiente, a quantidade de martensita é de, aproximadamente, 80%, ou seja, 20% do material é uma microestrutura composta por austenita retida e carbeto primários, confirme Gordon, Cohen e Rose (1943).

Conforme Bowes (2008), uma estrutura com martensita dura e austenita macia é indesejável, por reduzir a dureza do material. Além disso, também causa instabilidade dimensional devido à possível transformação durante o regime de serviço.

Segundo Roberts e Cary (1980), os processos de têmpera “convencionais” dos aços rápidos não eliminam totalmente a austenita, ou seja, um percentual de, no mínimo, 15% de austenita retida está presente ao fim do processo de têmpera. Essa é uma das justificativas para a aplicação do Tratamento Criogênico, pois, sabendo que a austenita retida é um constituinte indesejado, os tratamentos térmicos realizados após a têmpera devem garantir uma redução ou eliminação total da austenita retida.

Os tratamentos após a têmpera podem ser: revenidos (duplo ou triplo revenido) e resfriamento subzero ou criogênico profundo. Muitos estudos (FANTINELLI, 2015;

FIROUZDOR, NEJATI e KHOMAMIZADEH, 2008; MAHMUDI, GHASEMI e FARADJI, 2008) foram realizados em busca de identificar as melhores rotas e os melhores níveis dos parâmetros (Temperatura de Austenitização, tempos de imersão, taxas de resfriamento, etc.) para alcançar uma microestrutura que tenha alta dureza e tenacidade.

2.2.2. Revenimento

A etapa de revenimento é fundamental, pois a martensita recém formada pela têmpera é frágil, agravada pela expansão do volume, que chega até 4% na transformação da austenita em martensita (AVNER, 1982). O revenimento consiste no reaquecimento das peças temperadas, sem atingir a temperatura de início da formação austenítica.

Segundo Speich e Leslie (1972), o revenimento envolve segregação de carbono nos defeitos de rede e a precipitação de carbeto, transformação da austenita retida em martensita, recuperação e recristalização da estrutura martensítica.

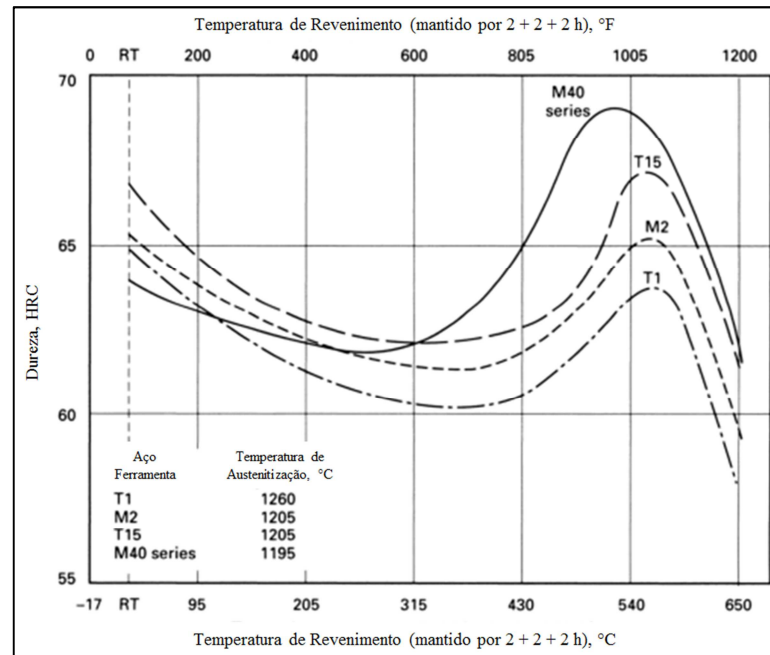
Nos aços rápidos, são verificadas as seguintes transformações no processo de têmpera e revenido, conforme Cescon (1990):

- 100-500° C: ocorre a precipitação de carbeto de ferro (carboneto ϵ);
- 300-350° C: precipitação de carbeto na austenita retida;
- Até 530° C: a quantidade de austenita retida se mantém e irá se transformar em martensita no resfriamento subsequente;
- 400-570° C: parte da cementita é dissolvida, havendo a precipitação de carbeto do tipo M_2C e MC ;
- 500-570° C: ocorre o fenômeno denominado de endurecimento secundário. Nessa faixa ocorre uma maior precipitação de carbeto dos elementos de liga, principalmente na estrutura de discordâncias herdada da martensita.
- 570-680° C: a matriz martensítica, fica pobre em elementos de liga e tem-se o coalescimento dos carbeto.

O fenômeno denominado de “endurecimento secundário” ocorre nos aços rápidos durante o revenido e é caracterizado pelo pico de dureza, decorrente da precipitação de carbeto ultrafinos do tipo MC e M_2C nos contornos de macla e nas discordâncias presentes no interior das placas de martensita (SILVA, 2001).

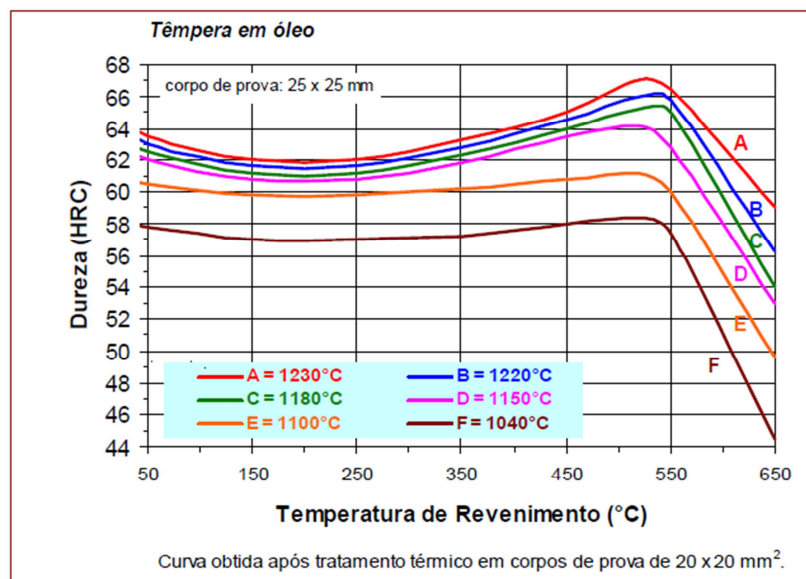
A Figura 4 apresenta algumas curvas que relacionam dureza com a Temperatura de Revenimento, indicando o pico de dureza para diferentes tipos de aços ferramenta e a Figura 5 apresenta os picos de dureza para o aço rápido ABNT M2, relacionando a Temperatura de Austenitização e a Temperatura de Revenimento.

Figura 4 – Perfil de dureza em função da Temp. de Rev. para os aços T1, M2, T15 e M40



Fonte: Traduzida de Fletcher e Wendell (1966).

Figura 5 – Pico de dureza para o aço M2



Fonte: Villares (2003).

Segundo Collins (2008), dois mecanismos são responsáveis pelo endurecimento secundário: transformação da austenita retida em martensita e precipitação de finos carbeto, principalmente M_2C e MC.

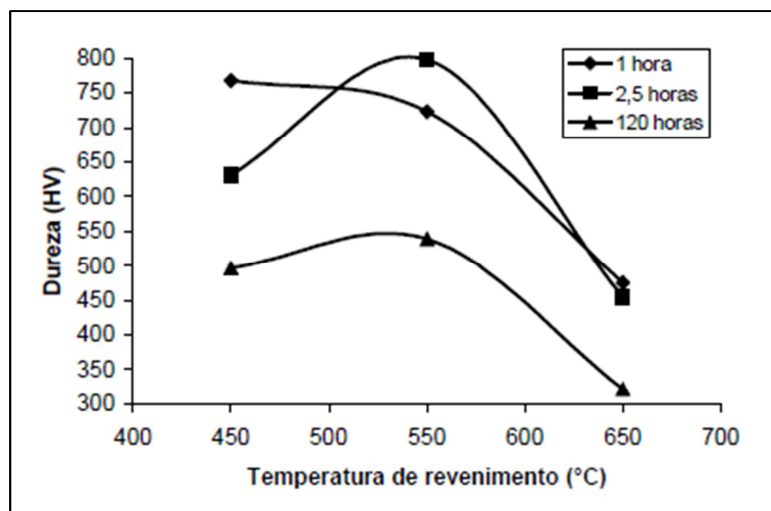
Na Figura 4 e Figura 5 observa-se que o pico do endurecimento secundário do aço M2 se dá entre 500° C até 560° C. É importante ressaltar que os elementos de liga influenciam diretamente nessas curvas.

Segundo Hoyle (1988), devido à precipitação de carbeto de elementos de liga, criam-se condições para a transformação da austenita retida em martensita (martensita secundária), durante o resfriamento subsequente. Assim, um segundo ou um terceiro revenimento torna-se necessário para aliviar as tensões da martensita secundária.

Os aços rápidos devem ser submetidos ao duplo revenido, em uma faixa de temperatura de 530° C até 600° C, e o aquecimento para o segundo revenido só deve ser iniciado quando o material tiver alcançado a temperatura ambiente de forma a incentivar a transformação da austenita retida.

Conforme Figura 6 de Magnabosco, Oliva e Passos (1999), a dureza começa a aumentar na faixa de 400° C devido à precipitação de carbeto do tipo M_2C e MC, atingindo valores máximos a 550° C durante 2,5 horas de processo.

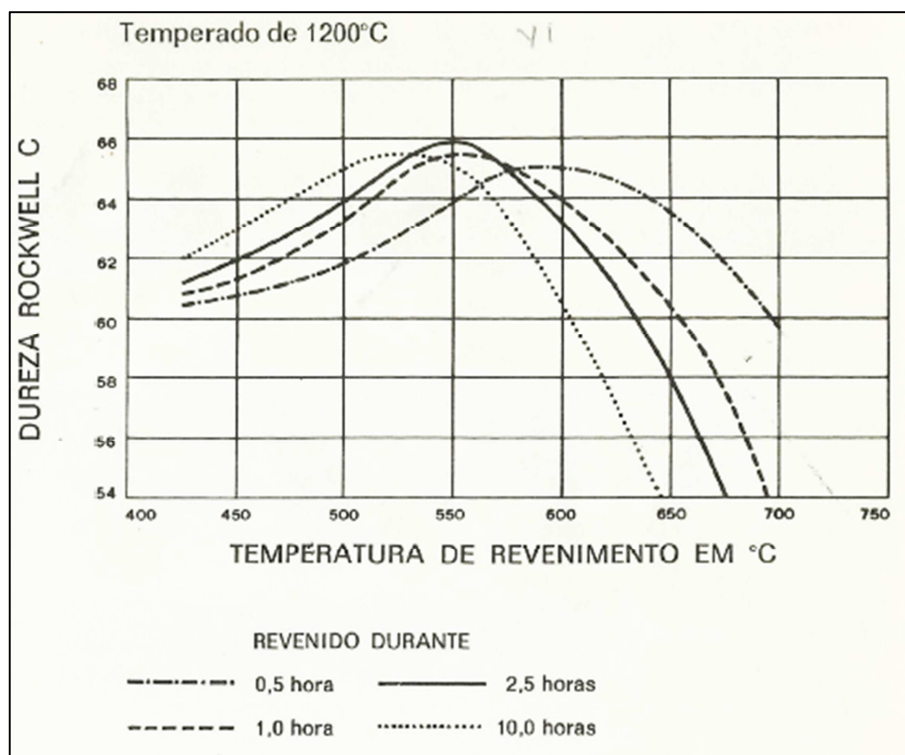
Figura 6 – Curvas de dureza das amostras temperadas em óleo e revenidas



Fonte: Magnabosco, Oliva e Passos (1999).

Os resultados de Magnabosco, Oliva e Passos (1999) podem ser confirmados através da Figura 7.

Figura 7 – Perfil de dureza para diferentes tempos e temperatura de revenido para o aço M2



Fonte: Villares (2003).

2.2.3. Tratamento Criogênico

O Tratamento Criogênico surgiu em meados de 1930 (YUN, XIAOPING e HONGSHEN, 1998; DIEKMAN, 2013), sendo denominado por “Cold Treatment” (CT). O processo consistia em mergulhar o material, após a têmpera, em um fluido a -80°C , normalmente, gelo seco, metanol ou *freon*, por um dado período de tempo, e realizar ciclos de revenido posteriormente.

O estudo de Barron (1974) e de Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008), mencionam que amostras que foram submetidas ao tratamento Subzero apresentaram uma melhora sensível na resistência ao desgaste.

Segundo Yun, Xiaoping e Hongshen (1998) e Diekman (2013), em 1970, iniciou-se a obtenção do nitrogênio líquido, que possui uma temperatura em torno de -196°C e por isso foi utilizado para resfriamento de aços ferramenta, sendo esse tratamento denominado de Tratamento Criogênico Profundo ou “Deep Cryogenic Treatment” (DCT).

Alguns sistemas foram desenvolvidos para realização e controle dos parâmetros do processo DCT, conforme descritos a seguir:

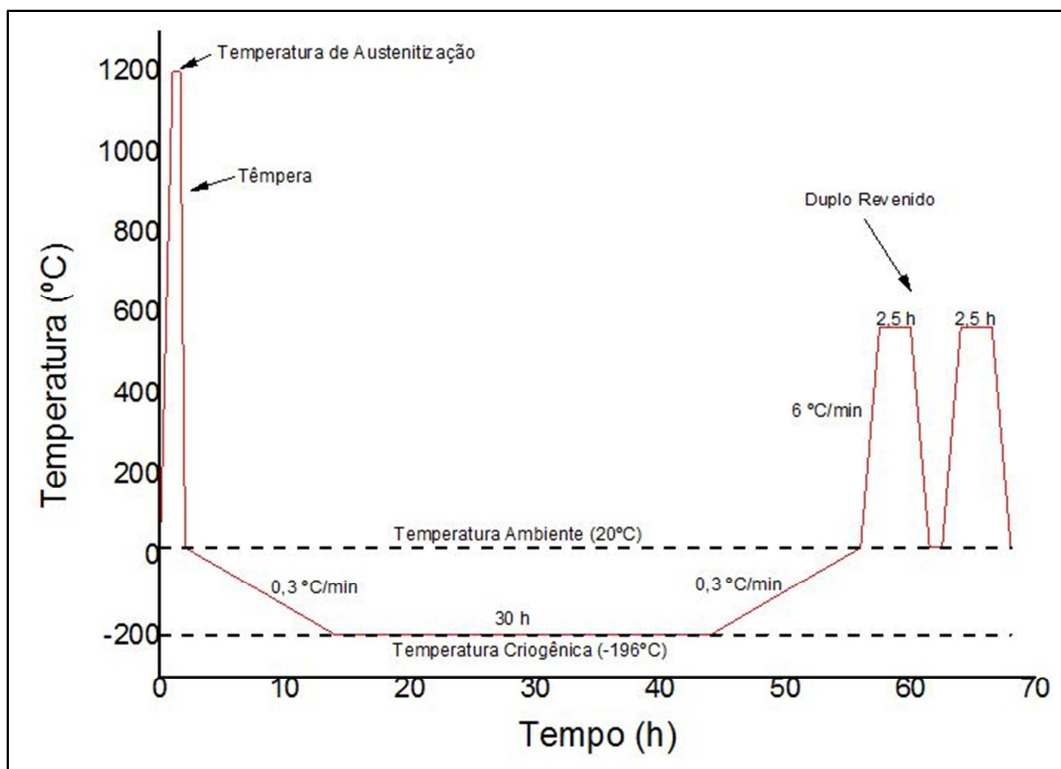
- Imersão gradual ou direta: consiste em mergulhar, em parte ou toda, a peça em nitrogênio líquido e mantê-la por um período. Esse sistema é caracterizado por ter alta taxa de resfriamento, causando assim um choque térmico (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).
- Nebulização direta: as peças ficam dentro de uma câmara e o nitrogênio é nebulizado no interior da câmara. O controle dos parâmetros é através de um controlador que libera nitrogênio. A vantagem desse sistema é a taxa de resfriamento mais lenta e com a possibilidade de ser controlada, mas dificilmente a temperatura de -196°C é atingida (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).
- Com trocador de calor: as peças não entram em contato com nitrogênio líquido. O nitrogênio passa por um ou mais trocadores de calor e um ventilador insufla o ar gelado, que passa pelo trocador, sobre as peças. O sistema é caracterizado pelo controle preciso de temperatura, mas não atinge a temperatura de -196°C (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).
- Imersão indireta: nesse sistema as peças são colocadas dentro de um recipiente, o qual possui uma dada taxa de transferência de calor. Através de um sistema motriz, o recipiente é imerso no nitrogênio líquido que está em uma câmara. Esse sistema, utilizado por Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008), é simples e a temperatura chega a -196°C .

É importante salientar que a criogenia não substitui nenhum dos outros tratamentos térmicos, mas é um complemento das rotas tradicionais (Gill et al., 2010). A Figura 8 mostra uma rota, em que são mostradas as etapas tradicionais, têmpera e o revenido, e a adição da criogenia entre a têmpera e o duplo revenido.

A posição ideal do Tratamento Criogênico ainda gera algumas dúvidas. Alguns autores defendem a realização da criogenia logo após a têmpera, outros, após os revenidos ou ainda entre os revenidos. Molinari et al. (2001) sugerem que os melhores resultados são obtidos quando o processo criogênico é inserido após a têmpera e duplo revenido. Por outro lado, Collins e Moore (1993), Meng et al. (1993), Pellizzari et al. (2007) e Fantineli (2015) afirmam

que a realização do Tratamento Criogênico deve ser logo após a têmpera e antes dos revenidos.

Figura 8 – Exemplo de uma rota de tratamento incluindo a criogenia



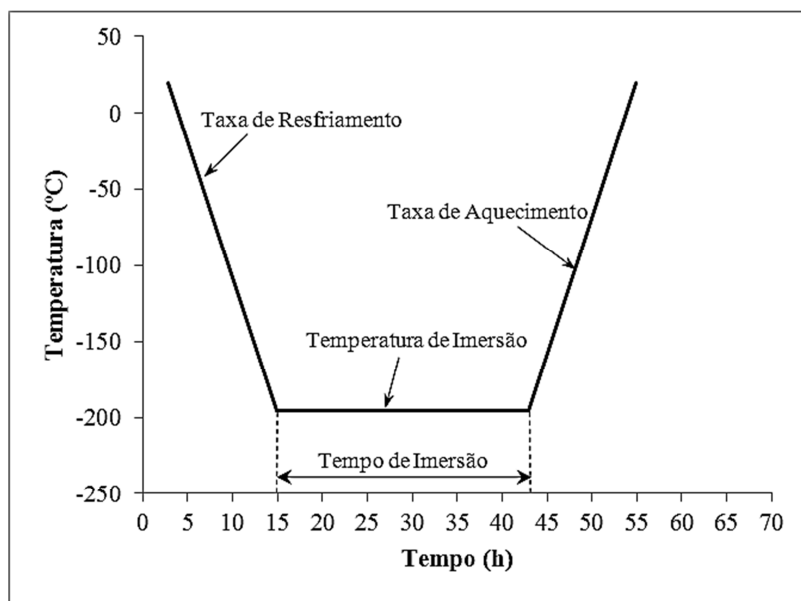
Segundo Yun, Xiaoping e Hongshen (1998), a tenacidade e a resistência à flexão são melhoradas com a criogenia. Contudo, os melhores resultados foram obtidos quando a criogenia foi realizada entre a têmpera e a etapa de revenimento.

Os resultados de Fantineli (2015) mostram um aumento na resistência ao desgaste e na tenacidade, quando aplicados têmpera, Tratamento Criogênico e duplo revenido, e dão sustentação para a escolha da rota do presente trabalho.

A Figura 9 apresenta esquematicamente os parâmetros do Tratamento Criogênico, conforme Baldissera e Delprete (2008): temperatura de imersão, tempo de processo (tempo de imersão), taxa de resfriamento e taxa de aquecimento.

Conforme Darwin, Mohan e Nagarajan (2008), os parâmetros do processo criogênico ainda não estão bem definidos. A determinação dos níveis mais eficientes dos parâmetros vai resultar em máxima resistência ao desgaste e tenacidade e também irá economizar tempo e gastos consideráveis envolvidos no processo de tratamento.

Figura 9 – Indicação dos parâmetros da criogenia



Segundo o estudo realizado por Darwin, Mohan e Nagarajan (2008), no aço SR34, em que foram utilizados o método de Análise de Variância (ANOVA) e três níveis em cada variável, sendo elas: taxa de resfriamento (0,5° C/min, 1° C/min e 1,5° C/min), temperatura criogênica (-124° C, -150° C e -184° C), tempo de imersão (12, 24 e 36 horas) e Temperatura de Revenimento (200° C, 250° C e 300° C), os efeitos das variáveis nas propriedades finais em termos de resistência ao desgaste são:

- Temperatura de imersão (60,6%), melhor -184° C;
- Tempo de processo (24,19%);
- Taxa de resfriamento (10,09%);
- Temperatura de Revenimento (2,65%).

A temperatura mínima do processo varia conforme a temperatura M_f (MOHAN, RENGANARAYANAN e KALANIDHI, 2001). Segundo os estudos de Barron (1974), Darwin, Mohan e Nagarajan (2008), Eboni (2010) e Gill et al. (2012), as melhores propriedades são obtidas quando a temperatura de imersão é próxima a -196° C.

Segundo Meng et al. (1994), o tempo de processo depende do tempo necessário para a precipitação dos carbeto. E, segundo Diekman (2013), o tempo de imersão varia de 4 a 48 horas. Özbek et al. (2014) realizaram um estudo em incertos de metal duro para usinagem e utilizaram diferentes tempos de processo (12, 24, 36, 48 e 60 horas), e o período de 24 horas de processo foi o que gerou maior resistência ao desgaste. Molinari et al. (2001), Baldissera e

Delprete (2008) afirmam que tempos de imersão superiores a 35 horas não produzem mudanças significativas.

A taxa de resfriamento deve ser pequena, para que a estrutura cristalina possa se acomodar, gerando menores tensões residuais e buscando prevenir a formação de microtrincas. Conforme Diekman (2013), a taxa de resfriamento deve ficar entre $0,25^{\circ}\text{C/min}$ até $0,5^{\circ}\text{C/min}$. Enquanto que, para Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008), a taxa de resfriamento deve ficar em torno de $0,5^{\circ}\text{C/min}$.

Alguns pesquisadores iniciaram estudos dos fenômenos que ocorrem durante e após a criogenia. Dois fenômenos foram constatados nos aços ferramenta após o processo DCT:

- Redução ou eliminação da austenita retida;
- Grande precipitação de carbeto ultrafinos de forma homogênea.

Da Silva et al. (2006) utilizaram difração por raios X para avaliar a porcentagem da austenita retida. As amostras não tratadas por DCT apresentaram um volume de 25% de austenita retida, enquanto que nas amostras tratadas o volume ficou próximo de 0%.

Gill et al. (2012) analisaram a influência do tratamento térmico e criogênico sobre o aço SAE M2 e observou uma redução na austenita retida (amostras tratadas com criogenia 1,57% e amostras não tratadas 10,37%) e um aumento nos carbeto (com DCT 5,71% e sem DCT 2,87%).

Huang et al. (2003) analisaram a presença de carbeto $\text{Fe}_4\text{M}_2\text{C}$ (em que $\text{M} = \text{W}, \text{Mo}, \text{Cr}, \text{V}$) no aço M2. O estudo indicou que o tamanho dos carbeto é parecido nos corpos de provas tratados e não tratados com criogenia, mas a distribuição de carbeto nos tratados é mais homogênea. Outro resultado importante foi o volume de carbeto, que aumentou de 5% para 11% com o Tratamento Criogênico.

Diante desse cenário, surgiram duas teorias que buscam explicar os benefícios da criogenia: A primeira teoria diz que os benefícios da criogenia são gerados devido à transformação completa da austenita retida em martensita (COLLINS, 1996; YANG et al., 2006; ZHIRAFAR, REZAEIAN e PUGH, 2007). Sendo essa transformação responsável pela alta dureza e pelo aumento na resistência ao desgaste.

Essa afirmação gera algumas contradições, porque Molinari et al. (2001) e Yun, Xiaoping e Hongshen (1998) afirmam que a temperatura de -84°C (Cold Treatment) é suficiente para a formação completa da austenita retida em martensita. Logo, a aplicação do Tratamento

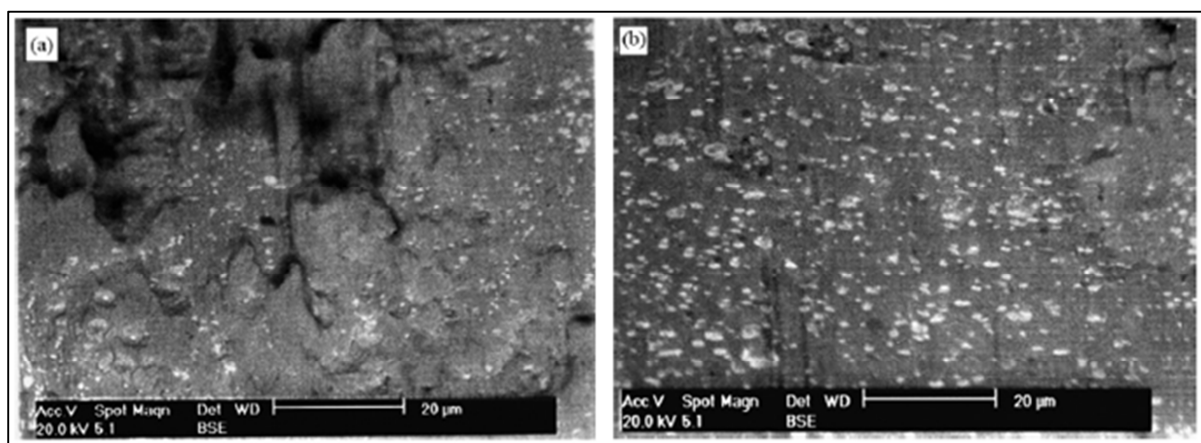
Criogênico Profundo, que utiliza temperaturas próximas de -196°C , seria apenas um aumento de custo.

Já a segunda teoria sustenta que, além da transformação da austenita retida em martensita, tem-se a precipitação de carbeto ultrafinos dispersos de forma homogênea em uma matriz martensítica, durante a criogenia e o revenido. Sendo esse o fator que causa aumento na resistência ao desgaste e de dureza (HUANG et al., 2003; MENG et al., 1994). Segundo Yang et al. (2006), os carbeto precipitados aumentam a resistência da matriz através de uma dispersão de dureza.

Além de a criogenia precipitar carbeto finos, aumentar a população de carbeto e o volume da matriz martensítica, também deixa a distribuição de carbeto mais homogênea (HUANG et al., 2003; COLLINS, 1996).

A afirmação do parágrafo anterior fica evidenciada pela Figura 10, que mostra duas imagens captadas pelo MEV, uma sem Tratamento Criogênico (a) e outra com DCT (b); os carbeto são os pontos na cor branca. Além de Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008), outros autores como Huang et al. (2003) e Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008) apresentaram imagens mostrando essa mesma comparação.

Figura 10 – Imagens do MEV, (a) sem e (b) com criogenia



Fonte: Adaptada de Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008).

Conforme Collins (1996), as mudanças microestruturas causadas pelos fenômenos do Tratamento Criogênico proporcionam as seguintes alterações nas propriedades mecânicas:

- Dureza: em muitos casos obteve-se um aumento da dureza na ordem de 1 a 3 pontos HRC, mas o que ficou mais evidenciado foi a redução no desvio padrão.

- Tenacidade: aumentos de tenacidade foram evidenciados em diversos estudos, mas esses resultados muitas vezes apresentam um grande desvio padrão.
- Resistência ao desgaste: uma das principais vantagens do DCT. Um ganho considerável na resistência ao desgaste é notado comparando-se com tratamentos térmicos convencionais.
- Estabilidade dimensional: aumento da estabilidade dimensional. Sendo esta a proposta inicial dessa modalidade de tratamento, em que se buscava eliminar a austenita retida (fase instável).

Conhecendo esses benefícios, desenvolver rotas de tratamento térmico que incluam o Tratamento Criogênico Profundo se torna um ponto chave para a melhora das propriedades mecânicas e tribológicas dos aços ferramenta.

2.2.4. Influência do Tratamento Criogênico Sobre o Revenido

As alterações microestruturais causadas pelo Tratamento Criogênico geram mudanças nos mecanismos do endurecimento secundário, assim, as etapas de revenido posteriores ao DCT sofrerão modificações.

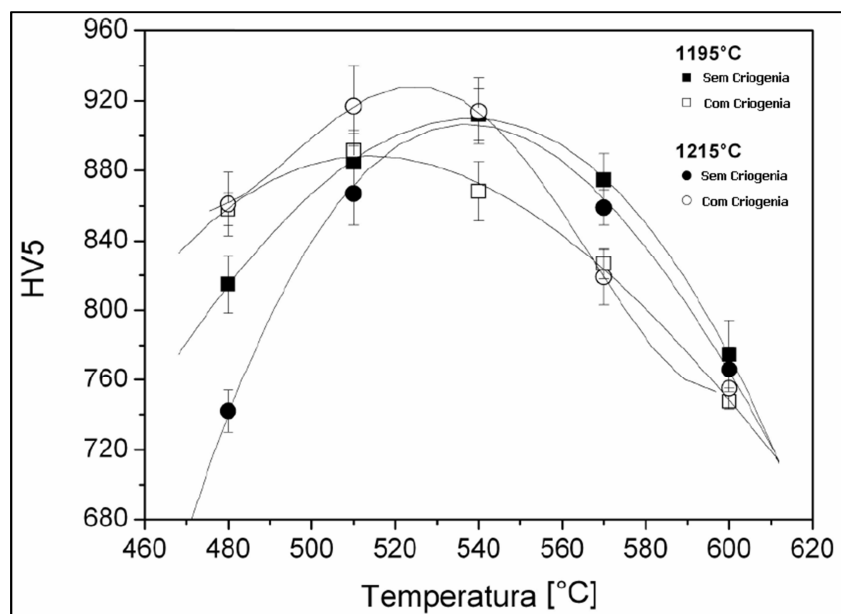
Pellizzari et al. (2007) realizaram um estudo com amostras de aço SAE M2 austenitizadas a 1195° C e 1215° C. Nesse estudo duas rotas de tratamento foram aplicadas: uma rota de tratamento térmico convencional (têmpera e de revenidos); outra rota que incluía o Tratamento Criogênico a -180° C por 24 horas, aplicado entre a têmpera e o revenido.

O resultado encontrado por Pellizzari et al. (2007) está mostrado na Figura 11. É notável um deslocamento do pico de dureza para temperaturas inferiores. Observa-se uma antecipação do pico de dureza em aproximadamente 30° C.

No estudo de Pellizzari (2008), também é possível observar que ocorreu um adiantamento em 30° C do pico de dureza quando o Tratamento Criogênico foi aplicado entre a têmpera e o revenido.

Pellizzari et al. (2007) associou essa alteração às modificações microestruturais introduzidas pelo processo criogênico, ao condicionamento da martensita em baixas temperaturas e à precipitação de carbeto finos e homogêneamente distribuídos.

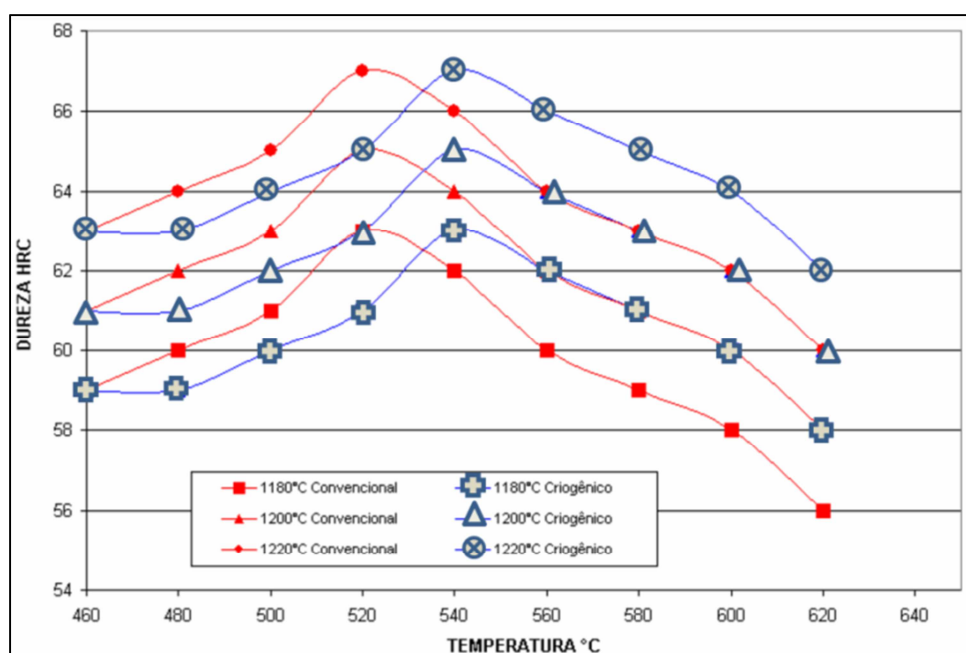
Figura 11 – Perfil de dureza do aço com e sem criogenia



Fonte: Pellizzari et al. (2007 apud Sartori, 2009, p. 64).

Posteriormente, Sartori (2009) traçou o perfil do endurecimento secundário do aço SAE M2 austenitizado em diferentes temperaturas (1180° C, 1200° C e 1220° C). O processo criogênico foi aplicado uma temperatura de -196° C por 24 horas, após têmpera. O resultado da pesquisa de Sartori (2009) é mostrado na Figura 12.

Figura 12 – Perfis de dureza para o aço M2 com e sem criogenia



Fonte: Adaptada de Sartori (2009).

Analizando-se a Figura 12, é possível observar que existe um deslocamento do pico de dureza, mas, ao contrário de Pellizzari et al. (2007) e Pellizzari (2008), a temperatura para o pico de endurecimento secundário foi aumentada em cerca de 20° C.

Sartori (2009) justificou seus resultados citando Speich e Leslie (1972): carbeto secundários muito finos atrasam o endurecimento secundário. Uma vez que as Figura 11 e Figura 12 apresentam resultados contraditórios, é notável a necessidade de realizar uma pesquisa investigando a influência do tratamento criogênico sobre o pico do endurecimento secundário, sendo este um dos objetivos específicos desta dissertação.

2.2.5. Estabilização da Austenita

Os aços com alto teor de carbono e de elementos de liga têm uma tendência a estabilizar a austenita quando mantidos em temperatura ambiente por longos períodos de tempo (em torno de trinta dias). A estabilização da austenita é indesejável, pois ela impede a formação de martensita. Segundo Popandopulo e Zhukova (1985), esse fenômeno ocorre devido ao relaxamento das tensões elásticas e deslocamento dos átomos de carbono.

Popandopulo e Zhukova (1985) realizaram um estudo com aço rápido R6M5, onde avaliaram a estabilização da austenita retida e concluíram que: após 30 dias à temperatura de 20° C, amostras temperadas possuem austenita totalmente estabilizada com relação à transformação durante o DCT; a estabilização da austenita também possui relação com a transformação da austenita retida em martensita secundária; e a maior estabilização é observada após 5 dias.

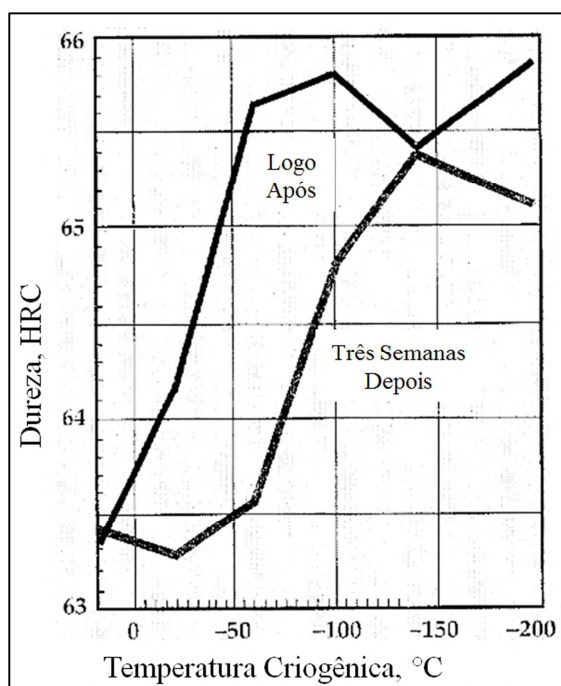
Collins (1998) analisou o efeito do tempo entre a têmpera e os tratamentos criogênicos no aço SAE D2. O estudo avaliou a dureza HRC em função da temperatura criogênica e o intervalo de tempo entre a têmpera e o Tratamento Criogênico, resultados apresentados na Figura 13.

Analizando a Figura 13 pode-se afirmar que a maior diferença é observada quando se realiza o tratamento subzero (até -80° C), fase na qual ocorre a maior transformação da austenita em martensita. Pela Figura 13 ficou evidente que a estabilização da austenita dificultou a transformação da austenita em martensita, uma vez que uma baixa dureza foi encontrada. Para temperaturas inferiores, Tratamento Criogênico Profundo, é possível constatar que a dureza aumentou, mas essa dureza pode ser atribuída à precipitação de finos carbeto.

O estudo reforçou as afirmações de Popandopulo e Zhukova (1985), uma vez que foi notável que o intervalo de tempo entre a têmpera e o Tratamento Criogênico é um fator a ser considerado, pois existe uma variação de dureza entre as duas rotas apresentadas. Collins (1998) atribuiu esse resultado à estabilização da austenita.

Assim, no momento em que existe esse mecanismo atuando contra a transformação da austenita, aumenta-se a tendência de se obter ao fim da rota de tratamento uma maior quantidade de austenita retida. Como já salientado, a austenita retida é uma fase indesejável devido à sua baixa dureza e instabilidade térmica, logo, o intervalo de tempo entre a têmpera e o Tratamento Criogênico deve ser muito pequeno.

Figura 13 – Efeito do intervalo entre a têmpera e o Tratamento Criogênico no aço SAE D2



Fonte: Adaptada e traduzida de Collins (1998).

2.2.6. Rotas de Tratamento para o Aço ABNT M2

De acordo com o trabalho de Fantineli (2015), a melhor rota é aquela em que se realizaram a têmpera, o Tratamento Criogênico e, posteriormente, o duplo revenido. Partindo desse ponto, nesta presente dissertação busca-se trabalhar com as outras variáveis presentes nas rotas de tratamento térmico, que são:

- Temperatura de Austenitização;
- Tempo de processo à temperatura criogênica;
- Temperatura do duplo revenido.

Os níveis de cada variável foram escolhidos com base nas referências bibliográficas. Cada parâmetro tem três níveis e o nível central foi escolhido por ser considerado o “ideal”, ou seja, o nível que obteve os melhores resultados em outras pesquisas.

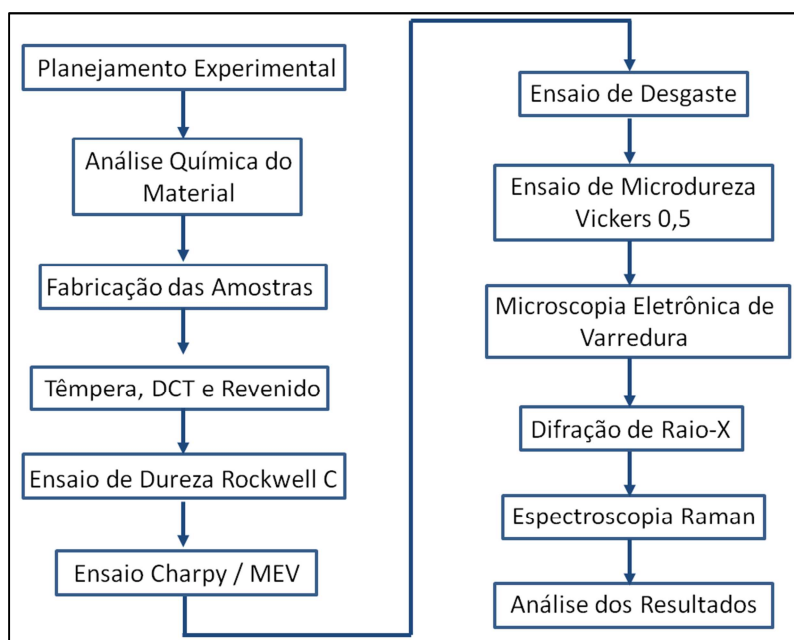
A análise da Temperatura de Austenitização buscou identificar o nível ideal desse parâmetro, de modo a obter ganhos de resistência ao desgaste conciliado com ganhos em tenacidade.

A investigação da influência do Tratamento Criogênico sobre a etapa de revenimento buscou conhecer o perfil do endurecimento secundário em diferentes temperaturas de revenido, sendo este um dos pontos que apresentou maior contradição nas referências bibliográficas.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma mostrado na Figura 14 apresenta as atividades realizadas durante o desenvolvimento deste trabalho.

Figura 14 – Fluxograma das atividades



3.1. Material

Para determinação da composição química do material em estudo, foi utilizada a técnica de espectroscopia de emissão óptica. A média dos elementos químicos está apresentada na Tabela 2, no ANEXO A estão apresentadas as oito medidas.

Tabela 2 – Composição química do aço M2 estudado

Elemento	C	Cr	V	W	Mo
% em peso	0,87	3,75	2,05	7,65	4,71

Comparando os valores da Tabela 2 aos da Tabela 1, que especifica a composição do aço ABNT M2 de acordo com a norma NBR NM 116-1, é possível afirmar que o material é um aço ABNT M2. No entanto, uma ressalva deve ser apresentada: o tungstênio ficou com o teor

um pouco acima do especificado pela norma. Assim, considerou-se o aço utilizado no presente trabalho como M2 modificado.

3.2. Planejamento Experimental

A Tabela 3 mostra os fatores que serão estudados e os correspondentes níveis.

Tabela 3 – Indicação dos fatores e seus respectivos níveis

Fatores	Níveis		
	1	2	3
Temperatura de Austenitização (° C)	1185	1200	1215
Tempo de criogenia (h)	*0	20	28
Temperatura de Revenido (° C)	520	535	550

* sem criogenia.

Os fatores e os níveis foram definidos com base nas referências bibliográficas. A Temperatura de Austenitização ficou dentro da faixa indicada pelos fornecedores de aços ABNT M2 e a temperatura do nível central foi escolhida com base nos resultados apresentados por Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008) e Fantineli (2015).

Os tempos de imersão em temperatura criogênica foram escolhidos em intervalos próximos do “ideal” (24 horas), com o objetivo de caracterizar o processo criogênico em intervalos menores.

A temperatura de revenido é um ponto que necessita ser mais bem investigado, para assim afirmações serem citadas. Na revisão bibliográfica foram apresentados resultados contraditórios entre autores nesse ponto. Assim, definir a temperatura de revenido é muito importante, pois o processo criogênico altera o pico do endurecimento secundário, podendo causar influências nas propriedades mecânicas e tribológicas.

Conhecendo a proposta de trabalho, um planejamento experimental foi utilizado com o objetivo de reduzir o número de rotas de tratamento térmico, número de amostras e de ensaios. Nesse contexto, em que os níveis (3) e os fatores (3) são conhecidos, constata-se que um planejamento experimental completo seria exaustivo, uma vez que são necessárias 27

rotas de tratamento. Assim, optou-se pela otimização dos experimentos através do método de Taguchi, conhecido também por Matriz Ortogonal.

Com o método de Taguchi $L_9(3^3)$ é possível criar uma superfície de resposta com apenas nove rotas de tratamento. Esse planejamento foi utilizado por Darwin, Mohan e Nagarajan (2008) e foi possível encontrar valores com um erro de 3,5%. Chomsamutr e Jongprasithporn (2012) também utilizaram o método de Taguchi para análise do tipo ANOVA, para otimização dos parâmetros de usinagem, e os valores encontrados apresentaram um erro de 3,79%.

No presente trabalho também foi utilizado o método estatístico ANOVA para determinação dos efeitos de cada variável, e a análise de Taguchi empregou-se para determinar qual o melhor nível de cada fator.

A Tabela 4 apresenta as nove rotas de tratamento térmico que são necessárias para a criação das superfícies de resposta, a nomenclatura para identificação de cada rota e a matriz ortogonal com os respectivos valores dos níveis. Para cada rota foram fabricadas quatro amostras (quaduplicata).

Tabela 4 – Matriz Ortogonal com os valores dos níveis

Rota	Nomenclatura da Rota de Tratamento	Fatores		
		Temperatura de Austenitização (° C)	Tempo de Criogenia (h)	Temperatura de Revenido (° C)
1	1185/0/520	1185	0	520
2	1185/20/535	1185	20	535
3	1185/28/550	1185	28	550
4	1200/0/535	1200	0	535
5	1200/20/550	1200	20	550
6	1200/28/520	1200	28	520
7	1215/0/550	1215	0	550
8	1215/20/520	1215	20	520
9	1215/28/535	1215	28	535

Na Figura 15 e Figura 16 são apresentados os esquemas das rotas de tratamento da Tabela 4. Os demais parâmetros utilizados para os tratamentos térmicos e criogênico foram:

- Pré-aquecimento: estufa a 400° C durante 60 minutos, aquecimento no forno a 800° C por 9 minutos;
- Tempo de processo na Temperatura de Austenitização: 3 minutos;
- Têmpera em banho de sais: 520° C, por 9 minutos;
- Finalização do resfriamento em ar calmo;
- Taxa de resfriamento da temperatura ambiente até a temperatura criogênica: 0,5° C/min;
- Aquecimento da temperatura criogênica até a temperatura ambiente: ar calmo;
- Taxa de aquecimento da temperatura ambiente até a Temperatura de Revenimento para o 1° revenido: 6° C/min;
- Taxa de aquecimento da temperatura ambiente até a Temperatura de Revenimento para o 2° revenido: 7° C/min;
- Resfriamento da Temperatura de Revenimento até a temperatura ambiente: dentro do forno desligado;
- Tempo de revenimento: 2,5 horas cada;
- Duplo Revenimento.

Figura 15 – Esquema gráfico das Rotas 1, 4 e 7

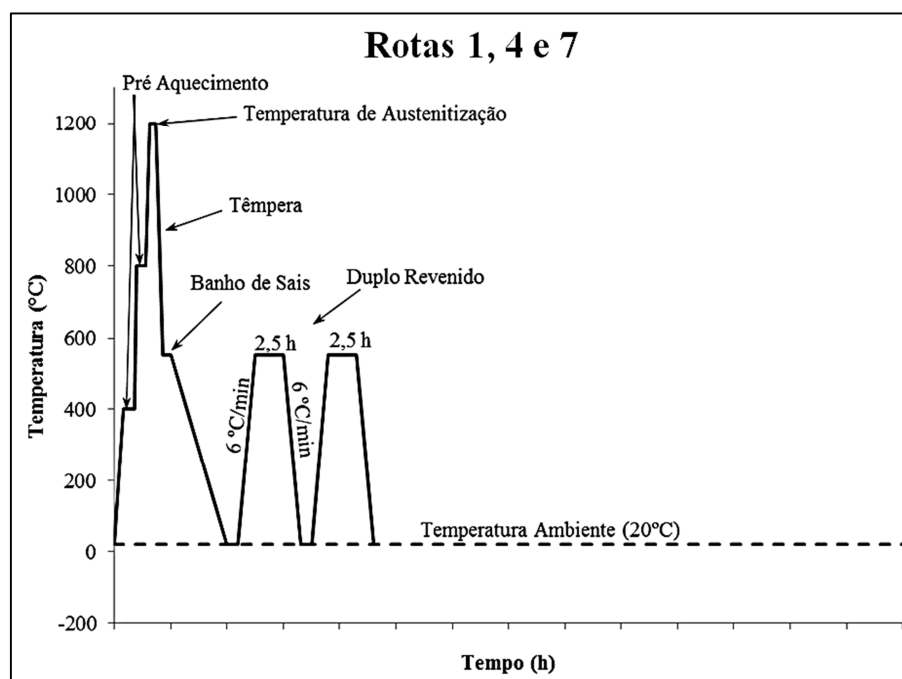
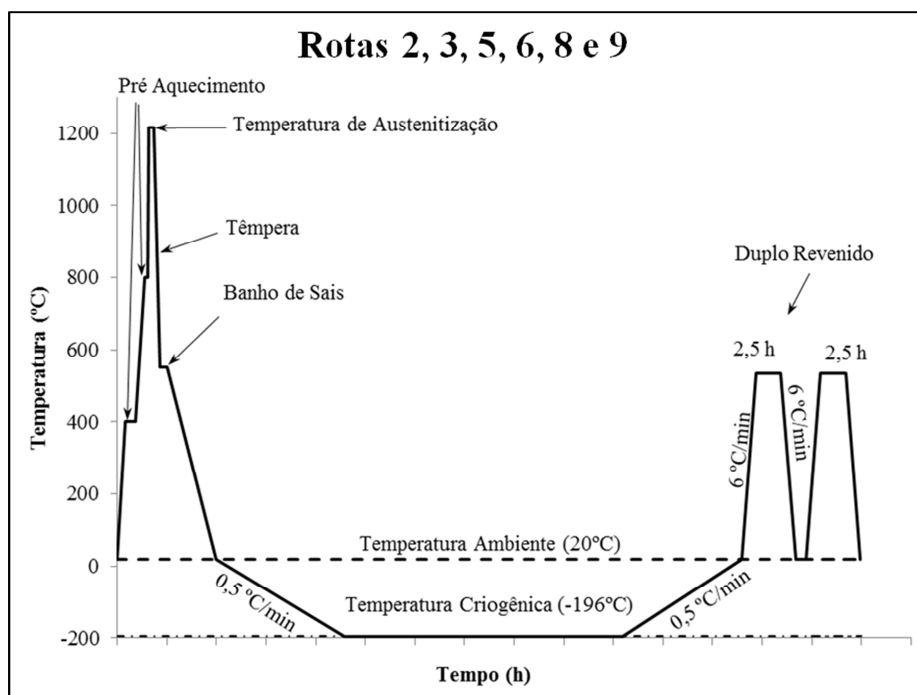


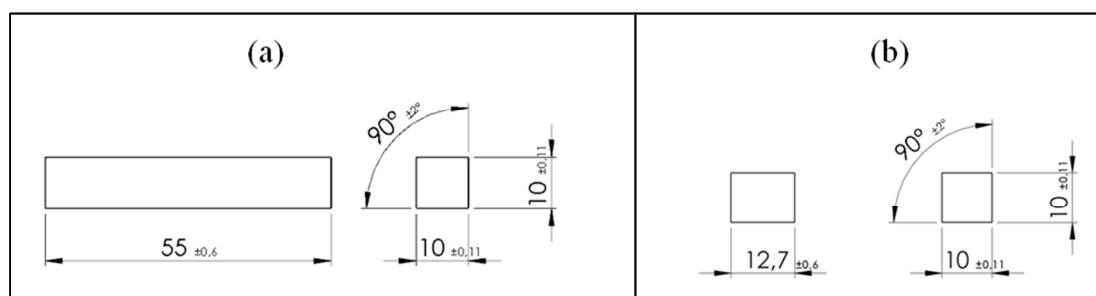
Figura 16 – Esquema gráfico das Rotas 2, 3, 5, 6, 8 e 9



3.3. Fabricação das Amostras

Os corpos de prova foram usinados a partir de barras circulares de aço ABNT M2 bitola 5/8" (15,875 mm), as medidas foram as padrão dos corpos de prova Charpy especificadas pela NBR NM 281-1, sem entalhe. A Figura 17 (a) mostra as dimensões dos corpos de prova para o ensaio Charpy e a (b), do ensaio de desgaste.

Figura 17 – Dimensões dos corpos de prova



*valores em milímetros.

Para cada rota de tratamento do planejamento experimental, foram confeccionadas quatro amostras.

3.4. Têmpera, Revenido e Criogenia

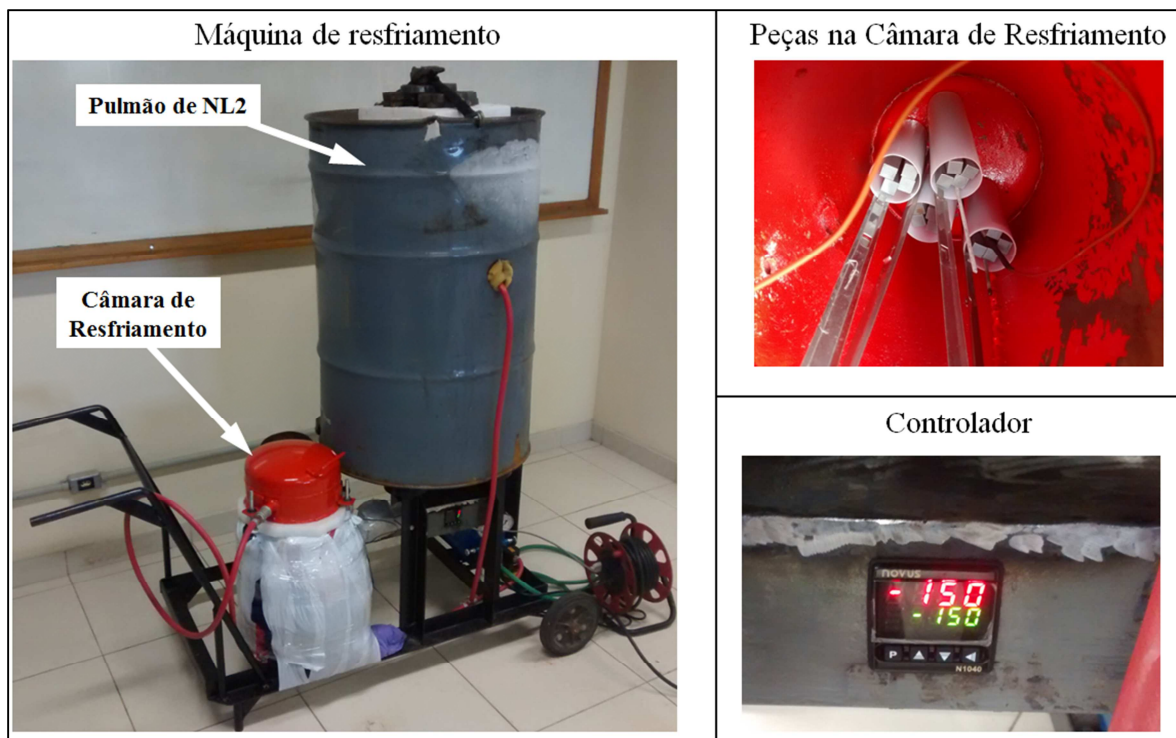
A têmpera foi realizada pela empresa Hurth Infer Indústria de Máquinas e Ferramentas Ltda – São Paulo. A Figura 18 apresenta os detalhes da realização da têmpera, mostrando desde a forma de amarração, temperaturas do forno durante a austenitização, e também a indicação do forno e da temperatura de banho em sais logo após têmpera.

Figura 18 – Detalhes durante o processo de austenitização e têmpera



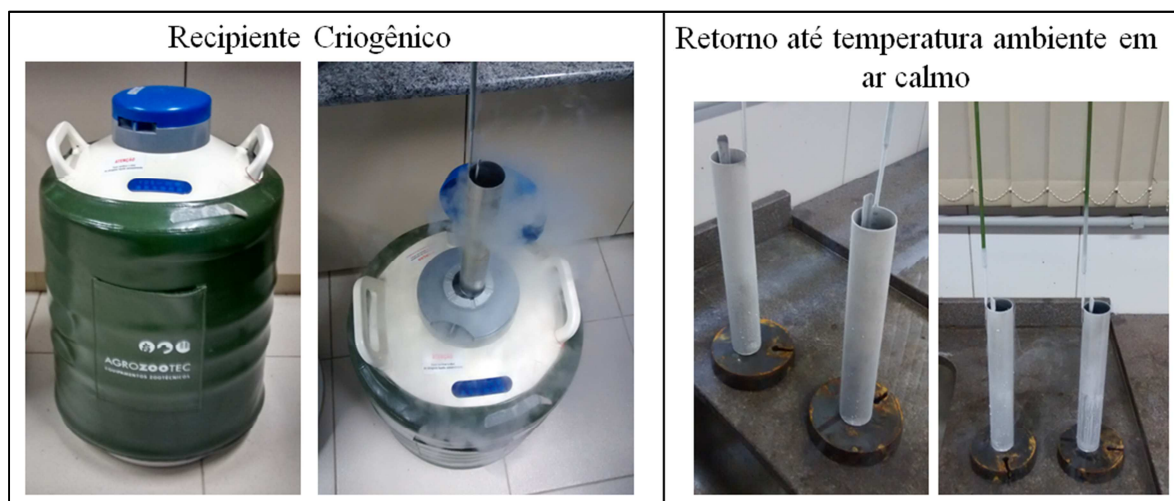
O Tratamento Criogênico foi executado pelo autor. Uma câmara foi dimensionada e fabricada pelo mesmo, especificamente para o Tratamento Criogênico das amostras deste trabalho. O equipamento dispõe de um controle eletrônico de temperatura composto por uma válvula solenoide, termopar e controlador, assim a rampa de resfriamento é realizada automaticamente. A Figura 19 mostra a câmara utilizada neste trabalho para a realização da rampa de resfriamento. As amostras foram tratadas com DCT, após 29 dias da realização da têmpera.

Figura 19 – Detalhes da máquina e do tratamento DCT



Após as amostras alcançarem a temperatura de -160°C , com taxa de resfriamento igual a $0,5^{\circ}\text{C/min}$, a câmara foi preenchida com nitrogênio líquido. Em seguida as peças foram removidas da câmara de resfriamento e colocadas num recipiente criogênico, carregado de nitrogênio líquido, até atingir o tempo de processo estabelecido (20 horas ou 28 horas). A Figura 20 mostra o bujão utilizado, que tem capacidade 20 litros, da marca Chengdu Golden-Phoneix. Na Figura 20 também é apresentada a forma de retorno à temperatura ambiente.

Figura 20 – Recipiente criogênico e forma de retorno à temperatura ambiente



A etapa de revenido foi realizada no forno da marca INTI, modelo QR 100-3, disponível no Laboratório de Metalografia da UNIPAMPA – Campus Alegrete. A Figura 21 mostra o forno, o qual possui controle eletrônico de temperatura e capacidade de aquecimento de até 1300° C. As amostras foram tratadas posteriormente à têmpera ou DCT, conforme a rota, e foram necessários seis dias para realização de todos os revenidos, uma etapa de revenido por dia, permitindo assim que o forno retornasse à temperatura ambiente e a nova etapa de revenido se iniciasse.

Figura 21 – Forno INTI para a etapa de revenimento



3.5. Ensaaios Mecânicos

3.5.1. Ensaio de Dureza Rockwell C

Após cada etapa da Rota de Tratamento Térmico, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de dureza Rockwell C. Realizaram-se quatro medições para cada corpo de prova por etapa. O equipamento utilizado para as medições foi um durômetro da marca Industécnica, modelo Microtest 737 DR-001, do setor de Tratamento Térmico da Indústria Mecânica Bertoldo – Rosário do Sul. A Figura 22 mostra o equipamento.

Figura 22 – Durômetro Indústécnica para medição da dureza Rockwell C



3.5.2. Ensaios de Impacto Charpy

O ensaio Charpy foi utilizado para avaliar a energia absorvida pelas amostras. Para cada rota foram ensaiadas quatro amostras (quaduplicata). A máquina utilizada é mostrada na Figura 23, sendo uma máquina de impacto Charpy da marca RMU Testing Equipment, com martelo de 150J, pertencente à URI – Santo Ângelo.

Figura 23 – Máquina de impacto Charpy



Após o ensaio de Charpy, os corpos de prova ensaiados foram cortados em dois outros corpos de prova. Um deles foi embutido em baquelite para proceder à preparação da amostra e ensaio de microdureza; o segundo corpo de prova foi preparado para proceder ao ensaio de desgaste, com as dimensões apresentadas na Figura 17 (b).

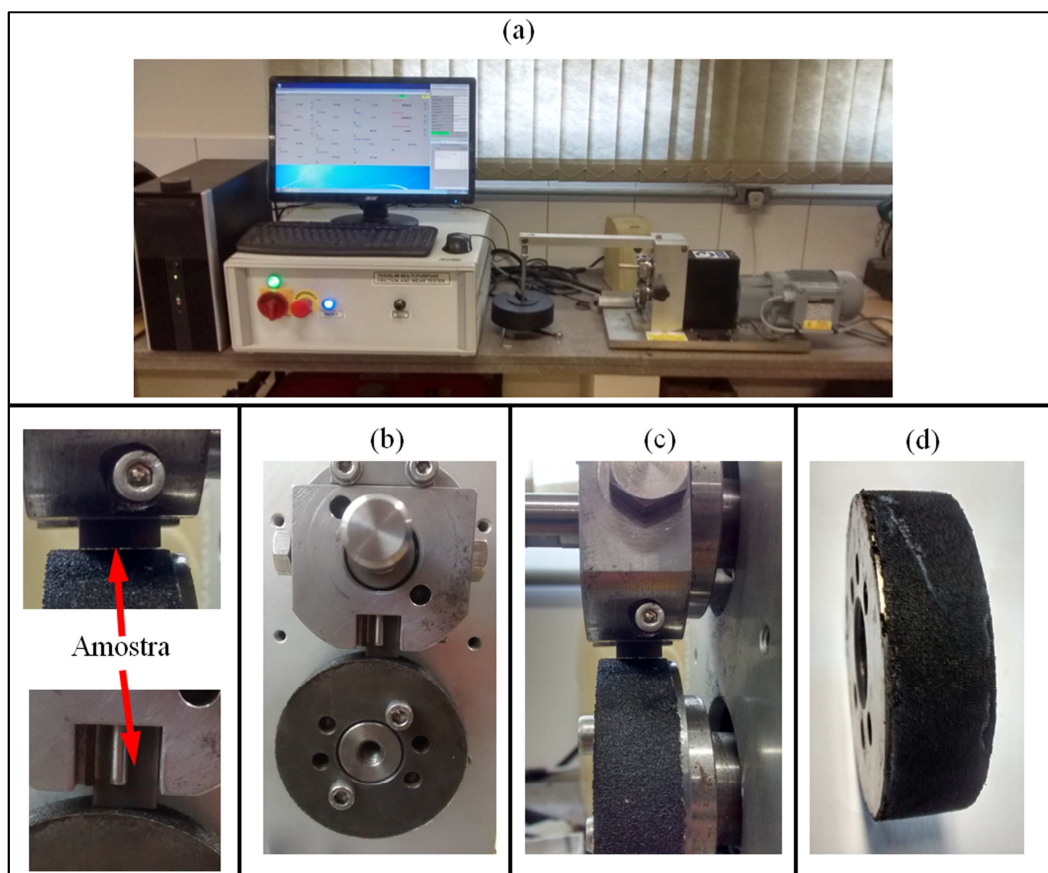
Após o embutimento em baquelite, as amostras foram lixadas com as seguintes granulometrias: 220, 400, 600, 800, 1200 e 2000 grãos/pol²; e polidas em pasta diamantada 9 µm. Em seguida, foram submetidas ao ataque químico.

3.5.3. Ensaio de Desgaste Abrasivo

O ensaio de desgaste foi similar ao empregado por Barron (1982) e igual ao que Fantineli (2015) utilizou para avaliar o desgaste abrasivo nos corpos de prova com e sem Tratamento Criogênico. Para o ensaio foi utilizado o equipamento mostrado na Figura 24 (a), da marca Phoenix Tribology, modelo TE 53 Slim, do Laboratório de Máquinas da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

Os corpos de prova para o ensaio de desgaste apresentaram as dimensões conforme Figura 17 (b). A configuração do ensaio foi do tipo bloco sobre o anel (*block on ring*), onde a amostra foi friccionada contra um anel em movimento, Figura 24 (b) e (c). O anel foi recoberto com uma lixa de granulometria igual a 120, como mostra a Figura 24 (d).

Figura 24 – Controlador, sistema motriz, esquema do ensaio de desgaste e anel com lixa



A seguir são apresentados os parâmetros que foram utilizados no ensaio de desgaste:

- Anel de diâmetro de 60 mm com a face de contato revestida com lixa 120 grãos/pol²;
- Carga de 287 N sobre a amostra;
- Velocidade angular de 50 rpm – velocidade tangencial de 0,05 m/s;
- Número de ciclos: 300 e 500.

Para cada amostra ensaiada, a lixa foi trocada por uma nova. A quantificação do desgaste foi através da perda de massa. Antes e após o término do ciclo, a amostra foi limpa e pesada em uma balança analítica.

A Figura 25 apresenta a balança utilizada, esta com resolução de 0,0001 g, da marca Marte, modelo AY220, do Laboratório de Metalografia, UNIPAMPA – Campus Alegrete.

Figura 25 – Balança de precisão para as medições de massa



3.5.4. Ensaio de Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza foi realizado na escala Vickers, com o microdurômetro da marca Buehler, modelo Micromet 6010, mostrado na Figura 26, do Laboratório de Pós-Gaduação da UNIPAMPA. A carga empregada foi 500 gramas.

Figura 26 – Microdurômetro marca Buehler



3.6. Análise Microestrutural

3.6.1. MEV

As microestruturas, o tamanho e a distribuição dos carbeto foram investigados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A Microscopia Eletrônica de Varredura também foi utilizada para analisar a fratura gerada pelo ensaio de impacto.

Para as análises em MEV empregou-se o microscópio eletrônico de varredura modelo EVO MA10, marca Zeiss, do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura da UNIPAMPA – Campus Alegrete, conforme mostrado na Figura 27.

As amostras para análise de tamanho de grãos e dos carbeto foram atacadas quimicamente com uma solução de ácido fluorídrico ($100\text{g H}_2\text{O}_2$ por 5 ml de HF) e tempo de imersão igual a 30 segundos.

Figura 27 – Microscópio eletrônico de varredura marca Zeiss, modelo EVO MA10



3.6.2. Difração de Raios X

Para a difração de raios X (XRD) foi utilizado o equipamento da marca Rigaku, modelo Ultima IV, do Laboratório de Física, UNIPAMPA – Campus Bagé. A Figura 28 mostra o equipamento para difração de raios X. A análise de XRD foi aplicada com o objetivo de avaliar as porcentagens de austenita retida.

Figura 28 – Equipamento para difração de raios X, marca Rigaku, modelo Ultima IV



3.6.3. Espectroscopia Raman

A análise de espectroscopia Raman foi realizada no Microscópio Raman da marca Horiba Scientific, modelo Xplora Plus, do Laboratório de Microscopia da UNIPAMPA – Campus Alegrete. O Microscópio Raman é mostrado na Figura 29. A técnica foi aplicada com o objetivo de avaliar a ligação entres os elementos químicos.

Figura 29 – Microscópio Raman Xplora Plus



4. RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os principais resultados do trabalho. Os mesmos estão divididos em duas seções: propriedades mecânicas e análise microestrutural.

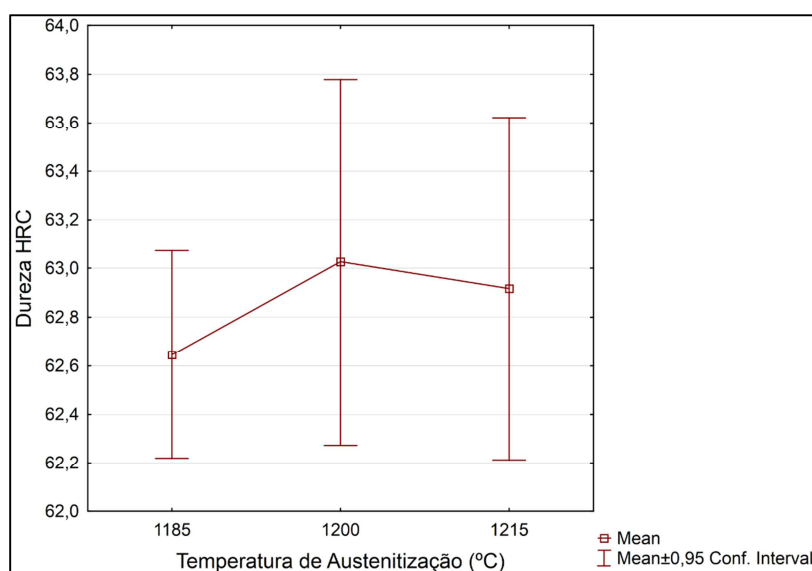
4.1. Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas investigadas foram: dureza Rockwell C, microdureza Vickers, energia absorvida (tenacidade) e resistência ao desgaste abrasivo.

4.1.1. Dureza Rockwell C

A Figura 30 apresenta os valores de dureza HRC após têmpera, em função da Temperatura de Austenitização. Os menores valores foram obtidos para a temperatura de 1185° C. Nos Anexos B, C, D e E são apresentados os valores de dureza HRC de todas as amostras investigadas, após cada etapa de Tratamento Térmico.

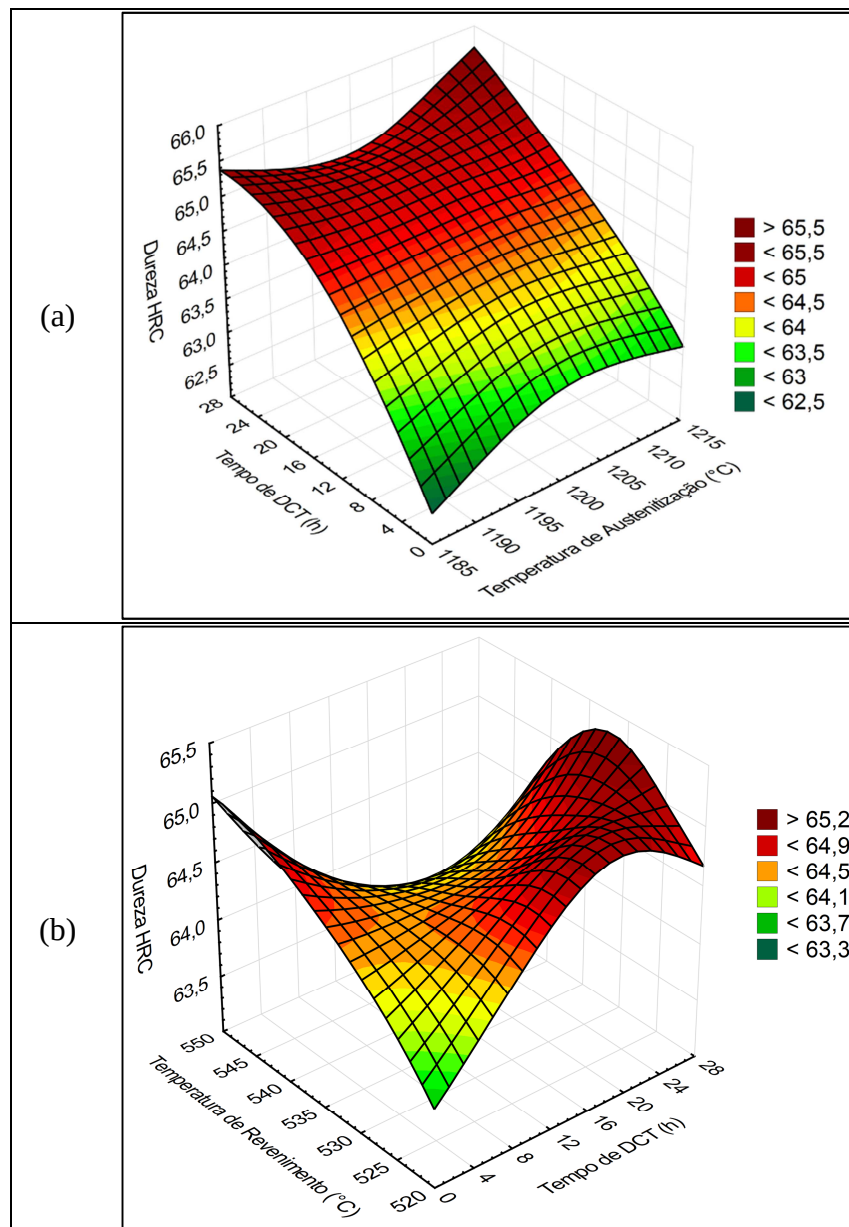
Figura 30 – Valores de dureza após têmpera em função da Temperatura de Austenitização



A Figura 31 (a) apresenta a superfície de resposta da dureza HRC em função do Tempo de Tratamento Criogênico e da Temperatura de Austenitização. O Tempo de DCT igual a zero indica Rota sem Tratamento Criogênico. Observa-se um aumento da dureza com o uso do DCT em todos os casos.

A Figura 31 (b) mostra a superfície de resposta para a dureza HRC em função da Temperatura de Revenimento e Tempo de DCT, após o 1º revenido. Observa-se que, nas Rotas com Tratamento Convencional (Tempo de DCT igual a zero), o valor máximo de dureza está situado na Temperatura de Revenimento igual a 550° C. Segundo Magnabosco, Oliva e Passos (1999) e Pellizzari (2008), nesta Temperatura de Revenimento é onde ocorre o pico de endurecimento secundário para o aço M2 submetido ao tratamento de têmpera e revenido.

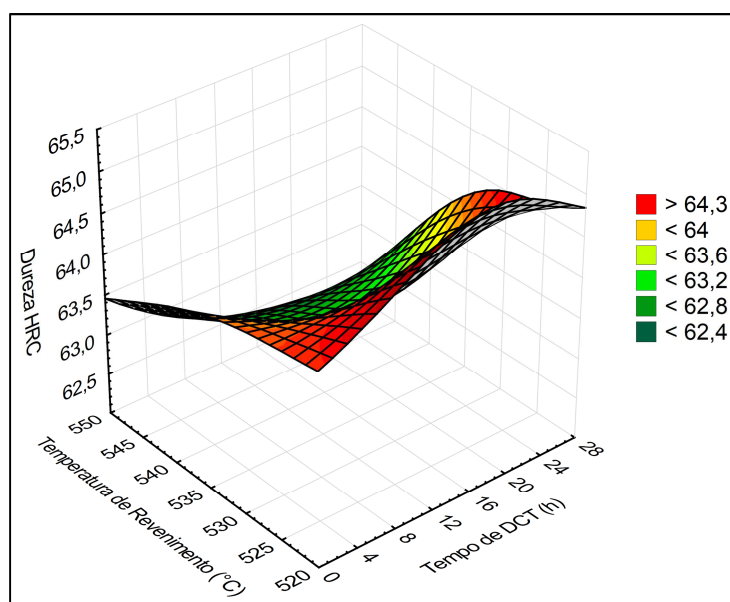
Figura 31 – (a) Superfície de resposta para dureza HRC em função do Tempo de DCT x Temperatura de Austenitização e (b) em função da Temperatura de Revenimento x Tempo de DCT, após o primeiro revenido



Quando o Tratamento Criogênico é empregado, observa-se que os valores máximos de dureza estão localizados em Temperaturas de Revenimento de 535° C (Tempo de DCT igual a 28 horas) ou em 520° C (20 horas de DCT). Resultados similares foram obtidos por Pellizzari (2008) e Pellizzari et al. (2007).

A Figura 32 exibe a superfície de resposta em função da Temperatura de Revenimento e Tempo de DCT para dureza HRC após o segundo revenido. Observa-se que, para Rotas com DCT, Temperaturas de Revenimento de 550° C apresentam um decréscimo na dureza.

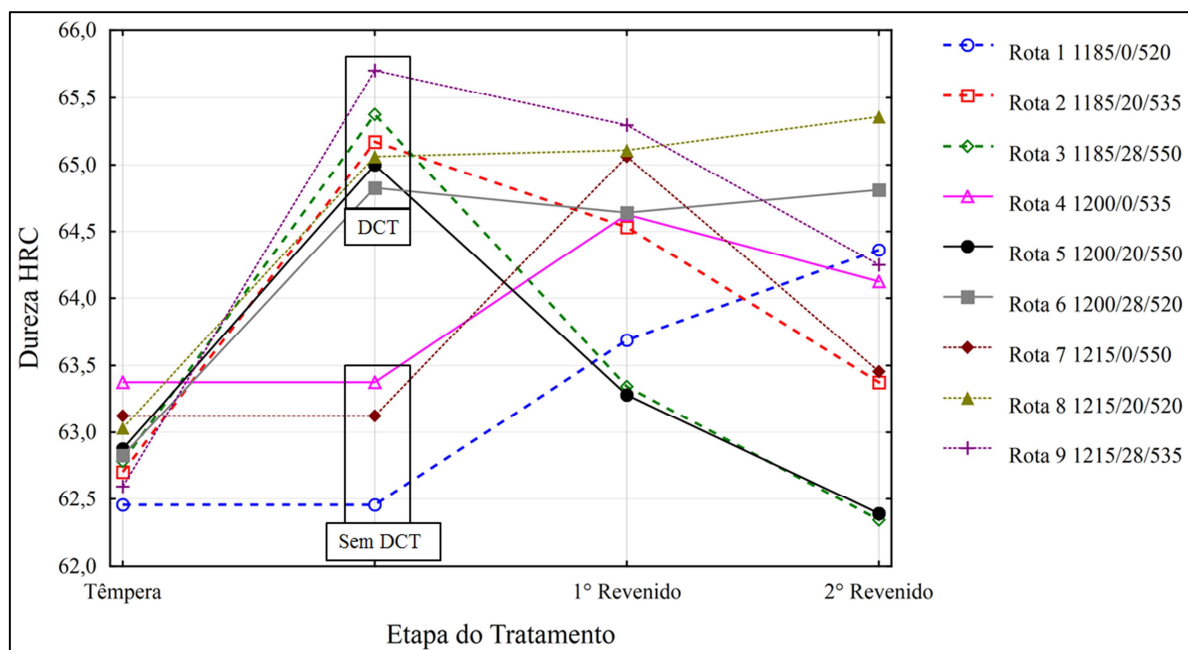
Figura 32 – Superfície de resposta para dureza HRC: Temperatura de Revenimento x Tempo de DCT, após o segundo revenido



A Figura 33 apresenta o perfil de dureza das nove Rotas investigadas. Observa-se que o Tratamento Criogênico elevou em até 3 HRC a dureza das amostras, enquanto que o duplo revenido resultou em uma redução, com exceção das Rotas 1215/20/520 e 1200/28/520, que mantiveram o mesmo nível de dureza. Nas Rotas 1200/0/535 e 1215/0/550 observa-se um aumento de dureza após o primeiro revenido, enquanto que, após o segundo revenido, é observado um decréscimo da dureza.

Fica evidente a influência da Temperatura de Revenimento no valor final da dureza HRC, uma vez que as Rotas com Temperatura de Revenimento igual a 520° C apresentaram os maiores valores de dureza, enquanto que as Rotas revenidas a 550° C apresentaram os menores valores de dureza. Essa tendência é observada para os três níveis de Temperatura de Austenitização, independente do uso ou não do DCT.

Figura 33 – Perfil de Dureza HRC



Análise ANOVA

A Tabela 5 apresenta os resultados da análise ANOVA em função da dureza HRC de cada Rota. A coluna “Contribuição” indica que a Temperatura de Revenimento é a variável que tem a maior influência sobre a dureza HRC (79,42%), seguida da Temperatura de Austenitização (17,53%). O Tratamento Criogênico apresentou baixa influência nos valores finais de dureza, de maneira similar aos resultados obtidos por Pellizzari (2008) e Sartori (2009).

Tabela 5 – Resultado da análise ANOVA para dureza HRC

Efeito	DF	Seq SS	Contribuição	Adj MS	F-Valor	P-Valor
Temp. Rev.	2	6,009	79,42%	3,004	19,83	0,048
Temp. Aust.	2	1,765	17,53%	0,882	5,82	0,147
Tempo de DCT	2	0,084	1,66%	0,042	0,28	0,781
Erro	2	0,303	1,39%	0,151		
Total	8	8,163	100%			

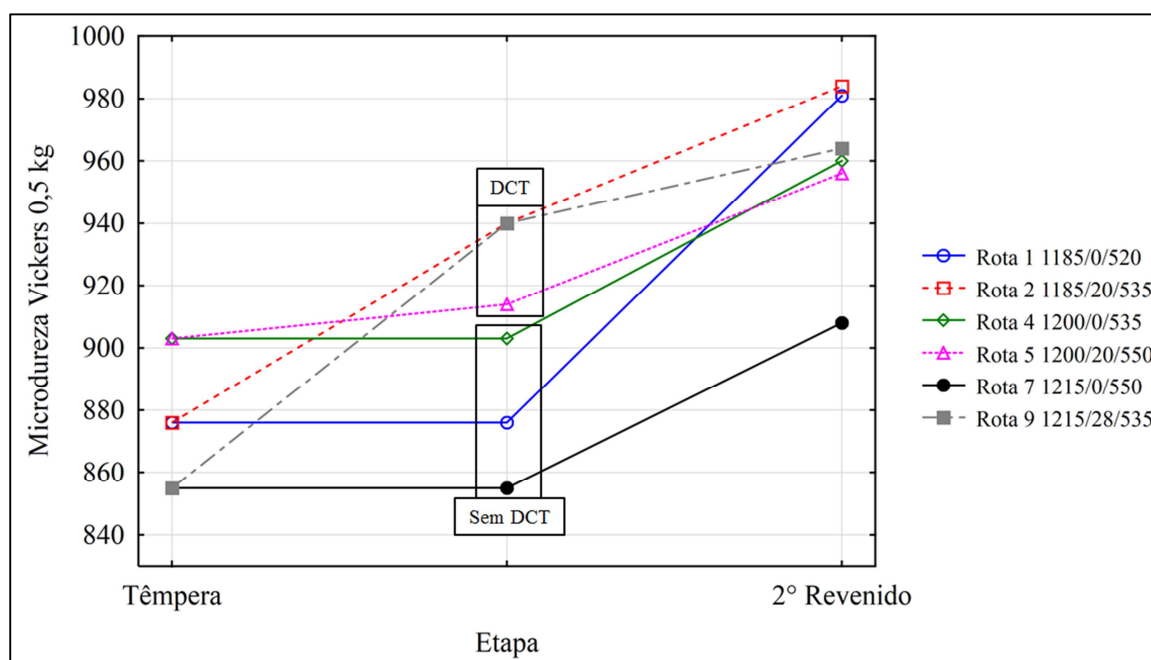
Temp. Rev.: Temperatura de Revenimento; Temp. Aust.: Temperatura de Austenitização; DF: Graus de Liberdade; Seq SS: Soma dos Quadrados; Adj MS: Médias Quadradas.

4.1.2. Microdureza Vickers (HV)

A Figura 34 apresenta o perfil de microdureza Vickers 0,5 kg para Rotas com e sem DCT. Cada um dos valores de microdureza das Rotas selecionadas que compõem a média está apresentado no ANEXO G. De modo similar ao que ocorreu com a dureza HRC, o DCT também elevou a microdureza para todas as Rotas.

O duplo revenimento aumentou a microdureza para todas as Rotas. Contudo, nas Rotas sem DCT (Rota 1, 4 e 7) o aumento foi mais significativo. Em termos de microdureza final, observa-se que apenas a Rota 7 apresenta um valor distante das demais Rotas, que ficaram num intervalo de 980 a 950 HV_{0,5}.

Figura 34 – Perfil de Microdureza Vickers 0,5 kg



Análise ANOVA

A Tabela 6 apresenta os resultados da análise ANOVA para a microdureza Vickers (ANEXO H). A maior influência é atribuída ao DCT, com 47,19%, seguida da Temperatura de Austenitização com 34,9%. A Temperatura de Revenimento apresentou uma contribuição de 13,83%, valor este bem inferior, quando comparado com o efeito na dureza HRC.

Tabela 6 – Resultado da análise ANOVA para microdureza Vickers

Efeito	DF	Seq SS	Contribuição	Adj MS	F-Valor	P-Valor
Tempo de DCT	2	9922,2	47,19%	4961,1	11,55	0,08
Temp. Aust.	2	7338,3	34,90%	3669,1	8,54	0,105
Temp. Rev.	2	2908,5	13,83%	1454,2	3,39	0,228
Erro	2	859,0	4,08%	429,5		
Total	8	21027,9	100%			

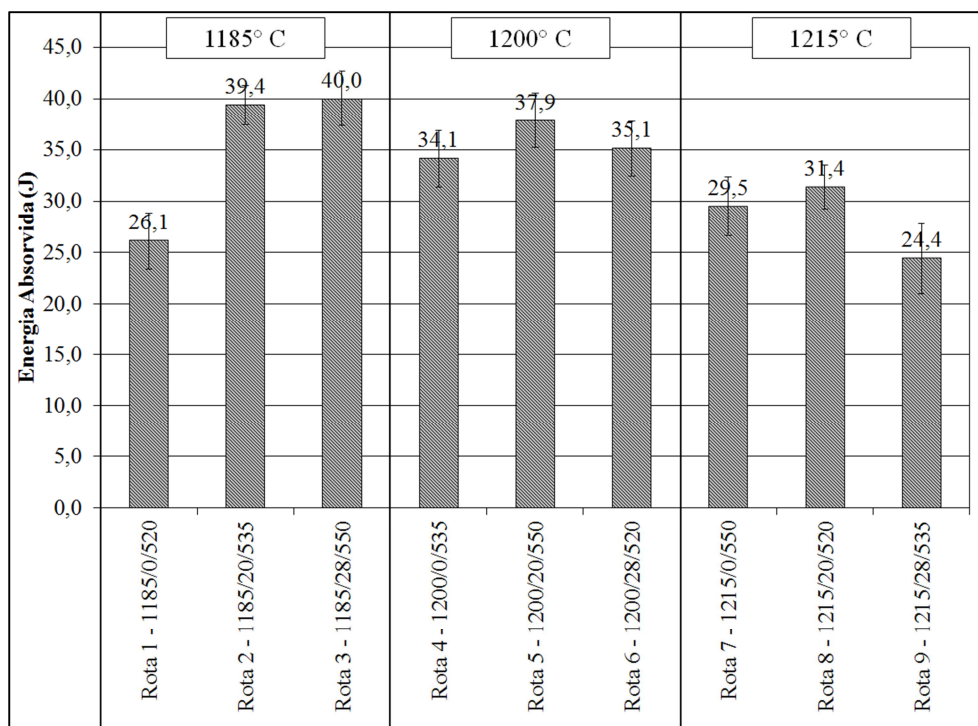
4.1.3. Energia Absorvida

Os resultados de energia absorvida obtidos através do ensaio Charpy estão apresentados na Tabela 7, em ordem decrescente dos valores. A Figura 35 apresenta a média dos valores de forma gráfica, incluindo o desvio padrão.

Tabela 7 – Energia absorvida das amostras em Joules

Rota	Energia absorvida da Amostra (J)				Média (J)	Desvio Padrão
	A	B	C	D		
1185/28/550	34	46	37,5	42,5	40,00	5,31
1185/20/535	35,5	37	41	44	39,38	3,86
1200/20/550	45,5	34	34,5	37,5	37,88	5,31
1200/28/520	30	42	32	36,5	35,13	5,33
1200/0/535	27,5	34	34	41	34,13	5,51
1215/20/520	33	26	36	30,5	31,38	4,23
1215/0/550	33,5	26,5	23	35	29,50	5,70
1185/0/520	26	31	18,5	29	26,13	5,48
1215/28/535	24,5	32,5	24,5	16	24,38	6,74

Figura 35 – Energia absorvida das amostras



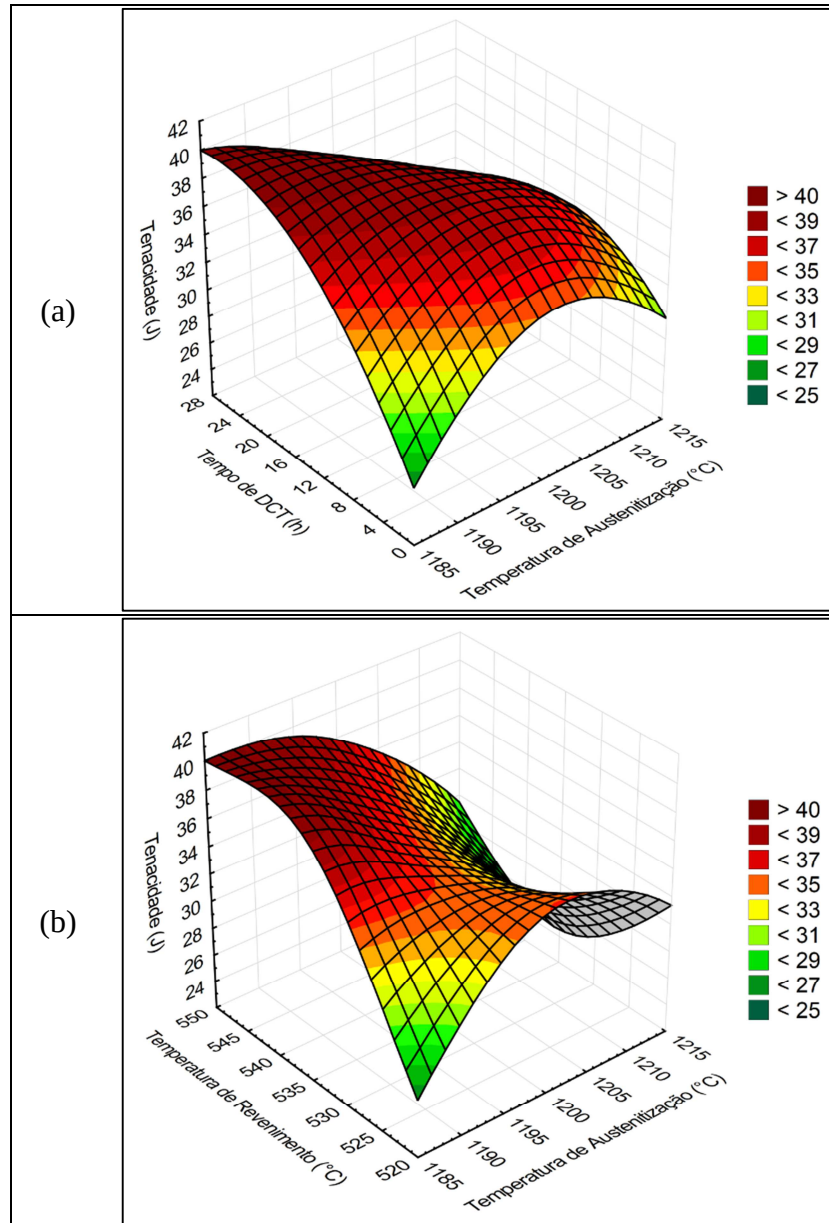
As Rotas com Temperatura de Austenitização igual a 1185° C e tratadas com DCT apresentaram as maiores energias absorvidas, com valores em torno de 40 J. Nas Rotas com Temperatura de Austenitização igual a 1200° C, também observam-se ganhos em energia absorvida quando submetidas ao Tratamento Criogênico, fato este não observado para Temperaturas de Austenitização de 1215° C.

A Figura 36 (a) apresenta a superfície de resposta para a energia absorvida em função da Temperatura de Austenitização e do Tempo de DCT. Para Rotas não tratadas com DCT (Tempo de DCT = 0), constata-se que a maior energia absorvida é obtida para a Temperatura de Austenitização igual a 1200° C.

Para Rotas tratadas com DCT, a Temperatura de Austenitização de 1185° C foi a que resultou em maior energia absorvida. No entanto, para Temperatura de Austenitização de 1215° C, o DCT não foi eficiente em melhorar essa propriedade das amostras.

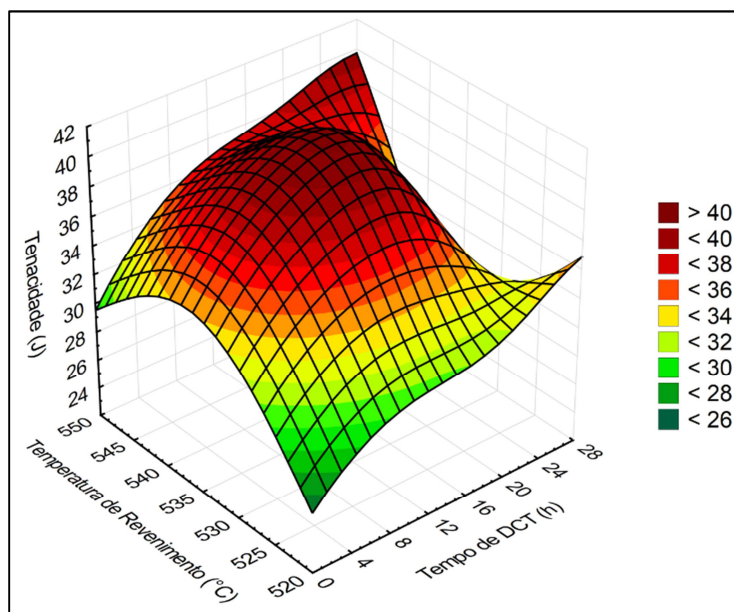
A Figura 36 (b) apresenta a superfície de resposta da energia absorvida em função da Temperatura de Austenitização e da Temperatura de Revenimento. É possível notar que elevadas Temperaturas de Revenimento (550° C) aliadas com baixas Temperaturas de Austenitização (1185° C) resultam nos valores mais altos de energia. Além disso, constata-se que elevadas Temperaturas de Austenitização (1215° C) não são capazes de apresentar alta tenacidade mesmo, com o uso de elevadas Temperaturas de Revenimento (550° C).

Figura 36 – (a) Superfície de resposta para a energia absorvida: Temperatura de Austenitização x Tempo de DCT e (b) em função da Temperatura de Austenitização x Temperatura de Revenimento



A Figura 37 apresenta a superfície de resposta para a energia absorvida em função do Tempo de DCT e da Temperatura de Revenimento. O Tempo de DCT entre 20 e 28 horas e Temperatura de Revenimento entre 540° C e 550° C tiveram a tendência de apresentar os maiores valores. Por outro lado, a Temperatura de Revenimento de 520° C resulta nos menores valores de energia absorvida.

Figura 37 – Superfície de resposta para a energia absorvida: Tempo de DCT x Temperatura de Revenimento



A Tabela 8 apresenta a variação de energia absorvida para as Rotas com DCT, em relação às Rotas sem DCT denominadas como “Rotas de Referência”.

Tabela 8 – Aumento/Redução de energia absorvida com o uso de DCT

Rota	Média (J)	% da diferença entre as Rotas com e sem DCT
1185/0/520	26,125	Rota de Referência
1185/20/535	39,375	+33,7
1185/28/550	40	+34,7
1200/0/535	34,125	Rota de Referência
1200/20/550	37,875	+9,9
1200/28/520	35,125	+2,8
1215/0/550	29,5	Rota de Referência
1215/20/520	31,375	+6,0
1215/28/535	24,375	-21,0

Observa-se que o Tratamento Criogênico resultou em um ganho em energia absorvida em todas as Rotas, exceto na Rota 1215/28/535. O ganho percentual mais expressivo foi nas Rotas com Temperatura de Austenitização de 1185° C, com valores superiores a 30%.

A diferença percentual entre a Rota com maior energia absorvida (1185/28/550) e a Rota com menor (1215/28/535) é de 64%. Esse valor da diferença percentual indica o grande benefício que se pode obter com a escolha correta da Rota de Tratamento Térmico.

Análise ANOVA

A Tabela 9 apresenta a análise ANOVA, indicando a contribuição que cada fator exerce sobre a quantidade de energia absorvida. Verifica-se que a maior contribuição está associada com a Temperatura de Austenitização (41,54%), seguida do Tratamento Criogênico (26,65%) e finalmente da Temperatura de Revenimento (20,25%).

Tabela 9 – Análise de Variância (ANOVA)

Efeito	DF	Seq SS	Contribuição	Adj MS	F-Valor	P-Valor
Temp. Aust.	2	143,45	41,54%	71,73	3,59	0,218
Tempo de DCT	2	92,03	26,65%	46,02	2,30	0,303
Temp. Rev.	2	69,92	20,25%	34,96	1,75	0,634
Erro	2	39,94	11,56%	19,97		
Total	8	345,34	100%			

4.1.4. Resistência ao Desgaste Abrasivo

Os ensaios de desgaste abrasivo foram realizados com 300 e 500 ciclos. No ANEXO F estão apresentados os resultados dos dois ciclos. A Tabela 10 apresenta os valores de perda de massa e a comparação entre as Rotas com e sem DCT.

A “Rota de Referência” é aquela que não foi submetida ao DCT, para cada grupo de Temperatura de Austenitização. A coluna VPM (variação da perda de massa) indica a diferença percentual de perda de massa entre as Rotas com e sem DCT. Valores menores que zero indicam uma redução de perda de massa, e valores maiores que zero indicam um aumento na perda de massa.

Tabela 10 – Perda de Massa após o ensaio de desgaste em 300 e 500 ciclos

Rota	300 ciclos			500 ciclos		
	PM (g)	Desvio	VPM (%)	PM (g)	Desvio	VPM (%)
1185/0/520	0,0312	0,0054	RR	0,0471	0,0074	RR
1185/20/535	0,0331	0,0032	5,9	0,0498	0,0012	5,8
1185/28/550	0,0256	0,0099	-18,2	0,0359	0,0150	-23,7
1200/0/535	0,0316	0,0110	RR	0,0422	0,0160	RR
1200/20/550	0,0158	0,0009	-50,0	0,0222	0,0020	-47,5
1200/28/520	0,0205	0,0052	-35,3	0,0277	0,0092	-34,4
1215/0/550	0,0231	0,0069	RR	0,0354	0,0152	RR
1215/20/520	0,0339	0,0121	47,2	0,0429	0,0119	21,4
1215/28/535	0,0415	0,0075	79,9	0,0584	0,0052	65,2

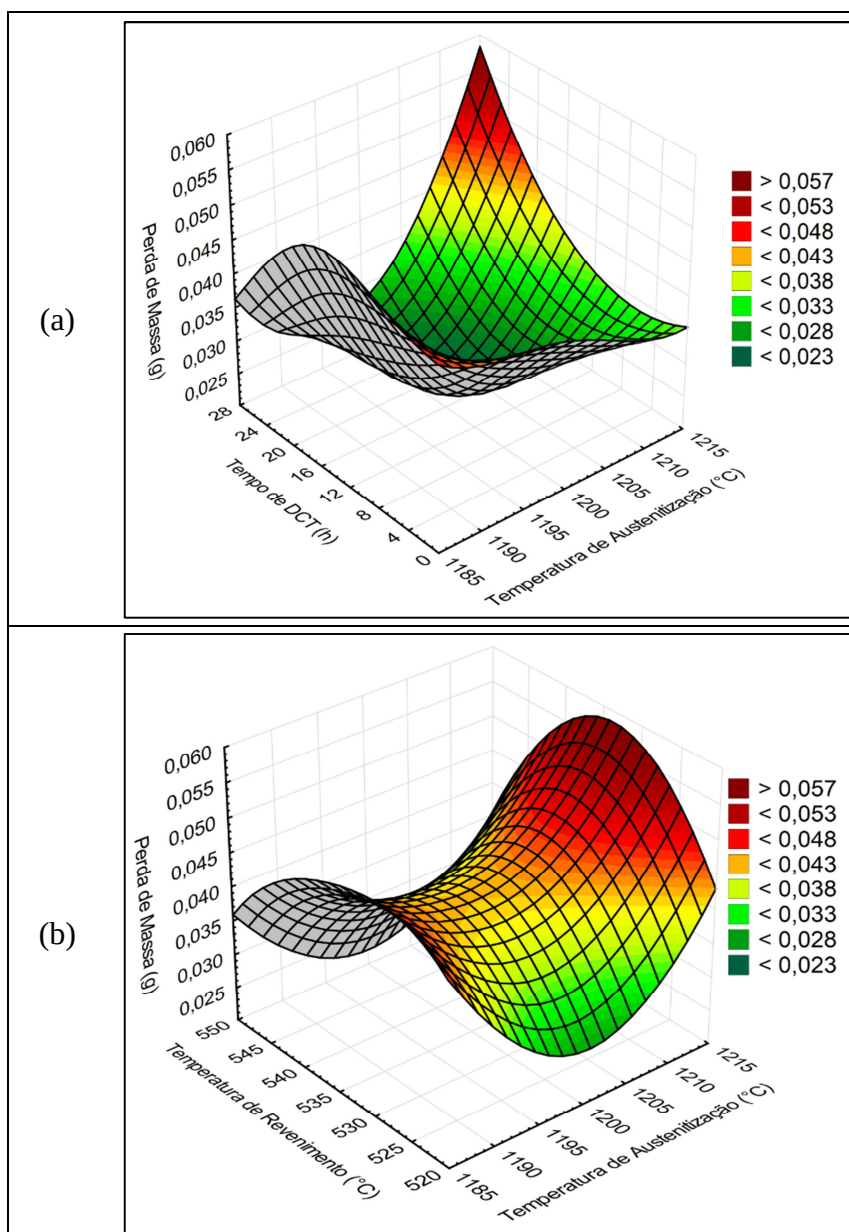
PM: Média da Perda de Massa; Desvio: Desvio padrão; VPM: Variação da Perda de Massa em Porcentagem; RR: Rota de Referência.

A Rota 1200/20/550, com Temperatura de Revenimento igual a 550° C, foi a que apresentou a maior redução na perda de massa percentual, apesar de ser a Rota com uma das menores durezas HRC. Por outro lado, as Rotas austenitizadas a 1215° C e tratadas com DCT foram as que apresentaram o pior desempenho no ensaio de desgaste.

A Figura 38 (a) apresenta a superfície de resposta para a perda de massa para 500 ciclos, em função da Temperatura de Austenitização e Tempo de DCT. A Temperatura de Austenitização de 1200° C e o Tempo de DCT igual a 20 horas são os pontos centrais os quais proporcionaram a menor perda de massa. Elevadas Temperaturas de Austenitização (1215° C) aliadas ao Tratamento Criogênico apresentam uma tendência de ter elevada perda de massa. Baixas Temperaturas de Austenitização (1185° C) associadas com o DCT não apresentaram mudanças significativas na resistência ao desgaste.

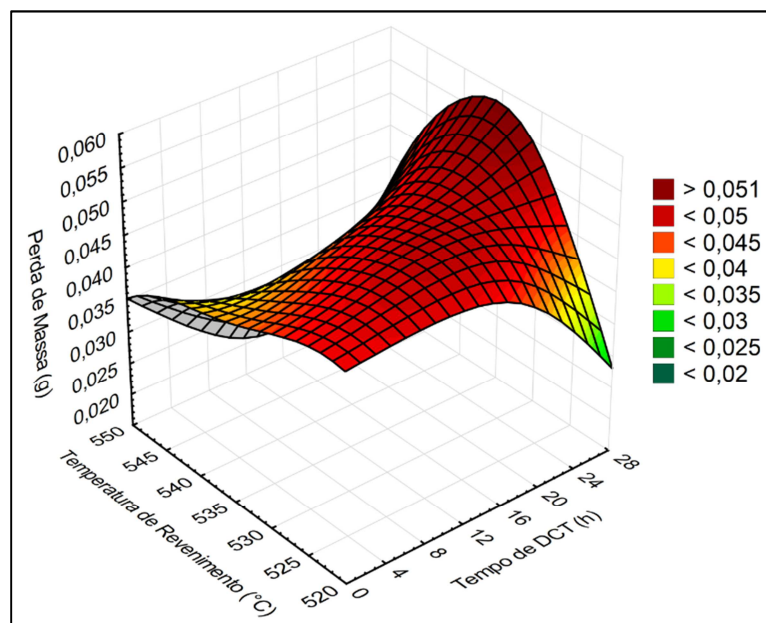
A Figura 38 (b) ilustra a superfície de resposta para a perda de massa em função da Temperatura de Austenitização e Temperatura de Revenimento. A Temperatura de Austenitização na faixa de 1200° C apresentou o ponto inferior em termos de perda percentual de massa.

Figura 38 – (a) Superfície de resposta para a perda de massa: Temperatura de Austenitização x Tempo de DCT e (b) em função da Temperatura de Austenitização x Temperatura de Revenimento, 500 ciclos



A Figura 39 apresenta a superfície de resposta para a perda de massa em função do Tempo de DCT e da Temperatura de Revenimento. Para Rotas sem DCT (Tempo de DCT igual a 0) observa-se pouca variação na perda de massa entre as diferentes Temperaturas de Revenimento. Entretanto, quando o DCT é aplicado, observam-se mudanças significativas ao longo da superfície de resposta: elevadas Temperaturas de Revenimento (550° C) aliadas com o DCT apresentam uma redução significativa na perda de massa.

Figura 39 – Superfície de resposta para a perda de massa: Tempo de DCT x Temperatura de Revenimento, 500 ciclos



Análise ANOVA

A Tabela 11 apresenta a análise ANOVA para a perda de massa em 500 ciclos. A maior contribuição está associada com a Temperatura de Revenimento (48,73%), seguida da Temperatura de Austenitização (45,63%).

Tabela 11 – Análise de Variância em termos de perda de massa para 500 ciclos

Efeito	DF	Seq SS	Contribuição	Adj MS	F-Valor	P-Valor
Temp. Rev.	2	0,35914	48,73%	0,179570	21,21	0,045
Temp. Aust.	2	0,33627	45,63%	0,168135	19,86	0,048
Tempo de DCT	2	0,02462	3,34%	0,012311	1,45	0,408
Erro	2	0,01693	2,30%	0,008467		
Total	8	0,73697	100%			

4.1.5. Resumo das Propriedades Mecânicas e das Contribuições

A Tabela 12 apresenta um *ranking*, em que são destacados os três melhores resultados encontrados para a energia absorvida e para a resistência ao desgaste. A tabela também indica os respectivos níveis de cada fator das Rotas.

Tabela 12 – Resumo apresentando os melhores resultados para energia absorvida e resistência ao desgaste

Propriedade Mecânica	Posição	Fator / Nível		
		Temp. Aust. (° C)	Com ou Sem DCT	Temp. Rev. (° C)
Energia Absorvida (J)	1°	1185	Com DCT, 28 horas	550
	2°	1185	Com DCT, 20 horas	535
	3°	1200	Com DCT, 20 horas	550
Perda de Massa (g)	1°	1200	Com DCT, 20 horas	550
	2°	1200	Com DCT, 28 horas	520
	3°	1185	Com DCT, 28 horas	550

Observa-se que a seleção dos níveis dos fatores deve ser realizada conforme a propriedade mecânica de maior interesse. Com foco em resistência ao desgaste e energia absorvida, considera-se como parâmetros ótimos de Tratamento Térmico a Temperatura de Austenitização em 1200° C, DCT por 20 horas e Revenimento em 550° C.

A Tabela 13 apresenta o resumo das contribuições dos fatores sobre as propriedades mecânicas estudadas.

Tabela 13 – Resumo das contribuições dos fatores sobre as propriedades mecânicas estudadas

Fator	HRC (%)	HV 0,5 (%)	Energia Absorvida (%)	Perda de Massa (%)
Temp. Aust.	17,53	34,90	41,54	45,63
Tempo de DCT	1,66	47,19	26,65	3,34
Temp. Rev.	79,42	13,83	20,25	48,73
Erro	1,39	4,08	11,56	2,30

Na análise da Tabela 13 observa-se que a Temperatura de Revenimento apresenta grande influência sobre a dureza HRC e sobre a perda de massa, em que os resultados foram influenciados conforme o aumento da temperatura. A variável Temperatura de Austenitização é um fator que influencia significativamente a energia absorvida e também a perda de massa.

4.2. Análise Microestrutural

Nesta seção são apresentados os resultados para as seguintes análises: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de raios X (XRD) e Espectroscopia Raman.

4.2.1. Análise da Superfície de Fratura em MEV

As Figuras 40 a 50 apresentam as superfícies de fratura após o ensaio de impacto Charpy. Uma amostra de cada Rota foi selecionada para análise, utilizando como critério de seleção o valor de energia absorvida mais próximo da média.

As fraturas possuem características típicas de quase clivagem, que é comum em aços com microestrutura martensítica reforçada com carbeto finos (LEE e WORZALA, 1981). Esse tipo de fratura é caracterizado por uma superfície de falha reta e lisa (POKLUDA e ANDERA, 2010).

Em alguns pontos são observadas zonas denominadas de clivagem, indicadas pela letra **C**. Essas zonas são caracterizadas por tamanho de grão grande e elevado teor de carbono (STROHAECKER, 1999), sendo identificadas por marcas que parecem rios.

Nas amostras sem DCT (Figura 40, Figura 45 e Figura 48) observam-se grandes zonas denominadas de clivagem (**C**). Nas amostras tratadas com DCT e baixas Temperaturas de Austenitização, constata-se uma redução das zonas de clivagem. Nas amostras com Temperatura de Austenitização igual a 1215° C, independente de ser tratada ou não com DCT, zonas maiores de clivagem são observadas. Esse tipo de fratura também foi reportado por outros autores que analisaram a superfície de falha em aço SAE M2 tratado com DCT, dentre eles: Lee e Worzala (1981), Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2000), Sartori (2009), Bensely et al. (2012) e por Candane, Alagumurthi e Palaniradja (2013).

Figura 40 – Superfície de falha da Rota 1 (1185/0/520)

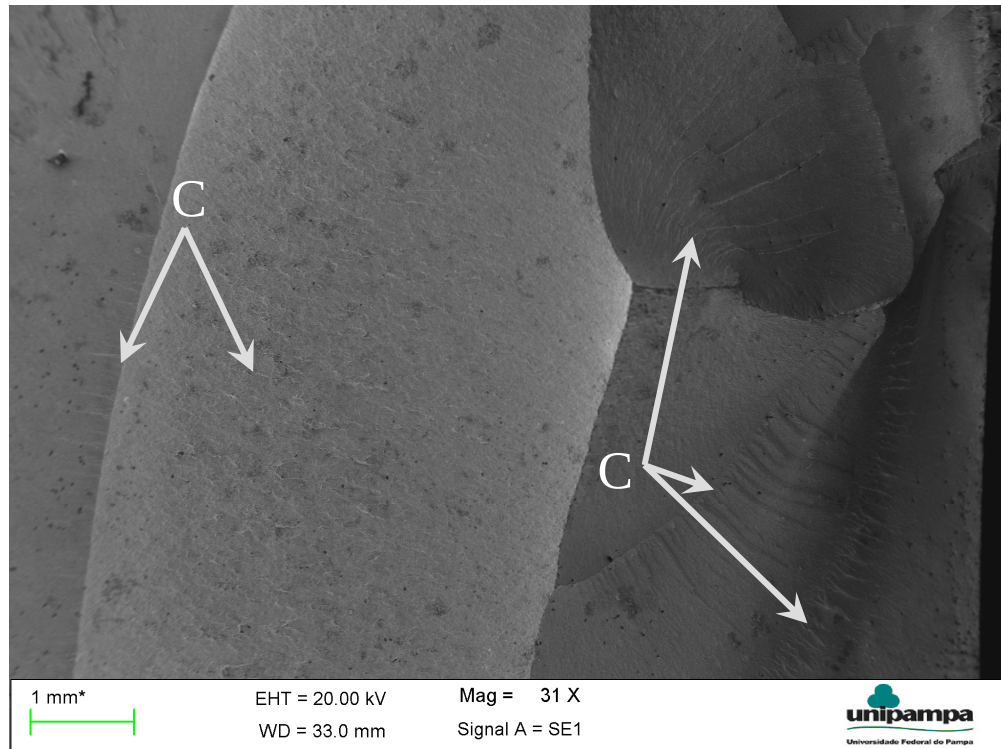
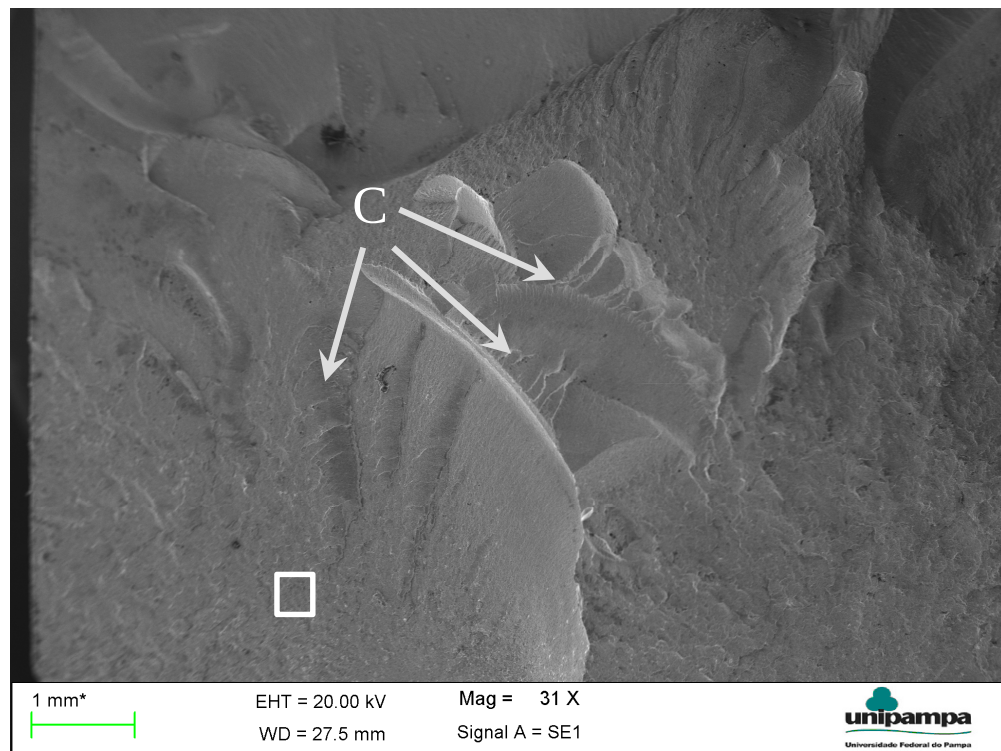


Figura 41 – Superfície de falha da Rota 2 (1185/20/535)



* O quadrado indica a área de zoom da Figura 42.

Figura 42 – Morfologia da superfície de falha, Rota 2 (1185/20/535)

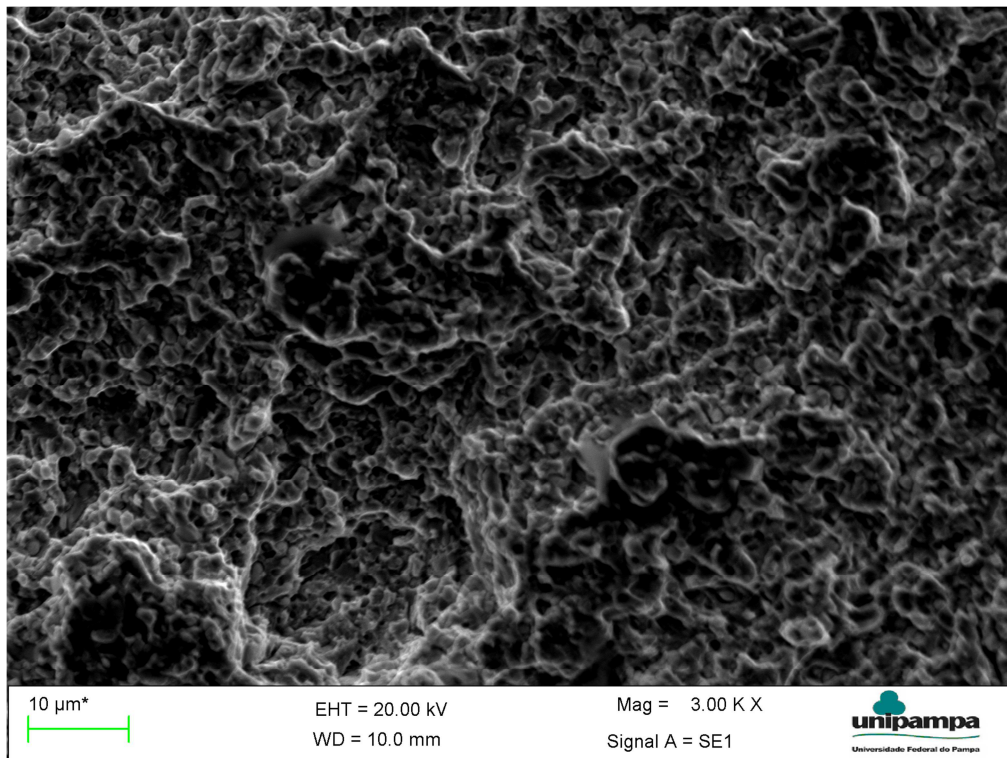
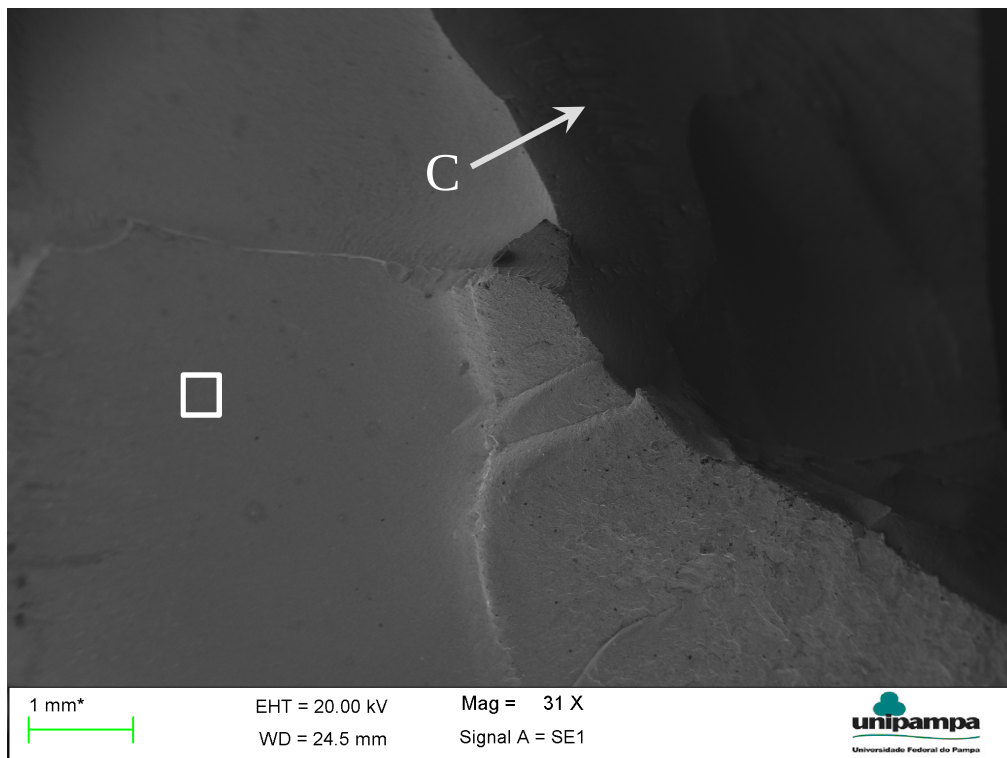


Figura 43 – Superfície de falha da Rota 3 (1185/28/550)



* O quadrado indica a área de zoom da Figura 44.

Figura 44 – Morfologia da superfície de falha, Rota 3 (1185/28/550)

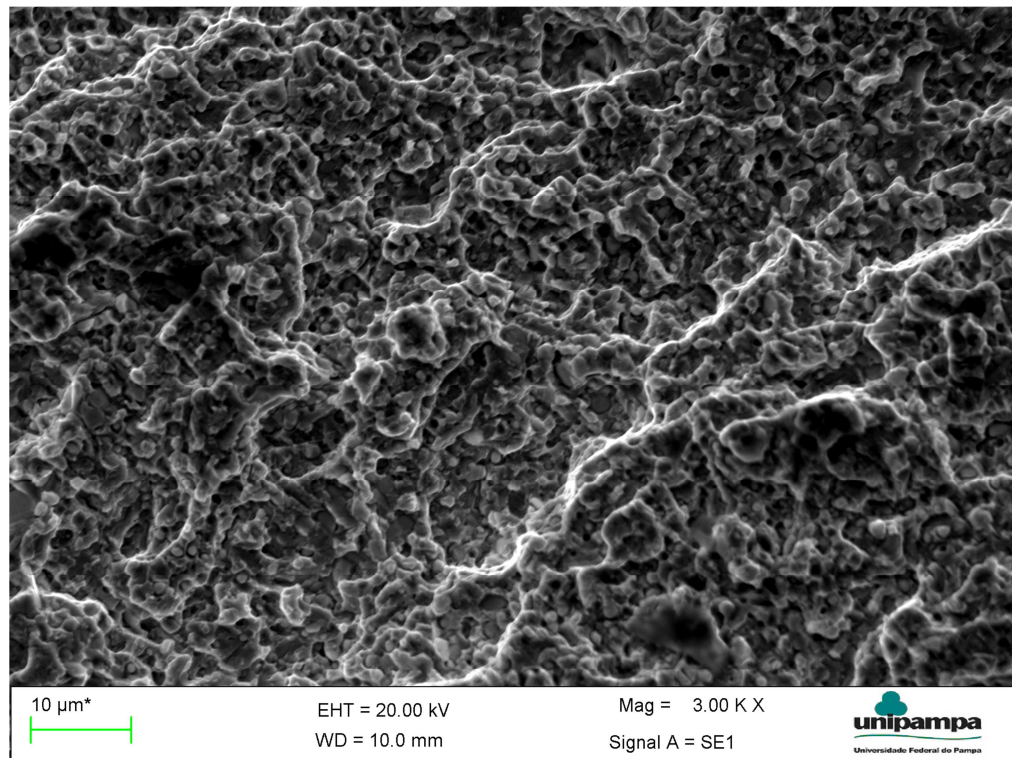


Figura 45 – Superfície de falha da Rota 4 (1200/0/535)

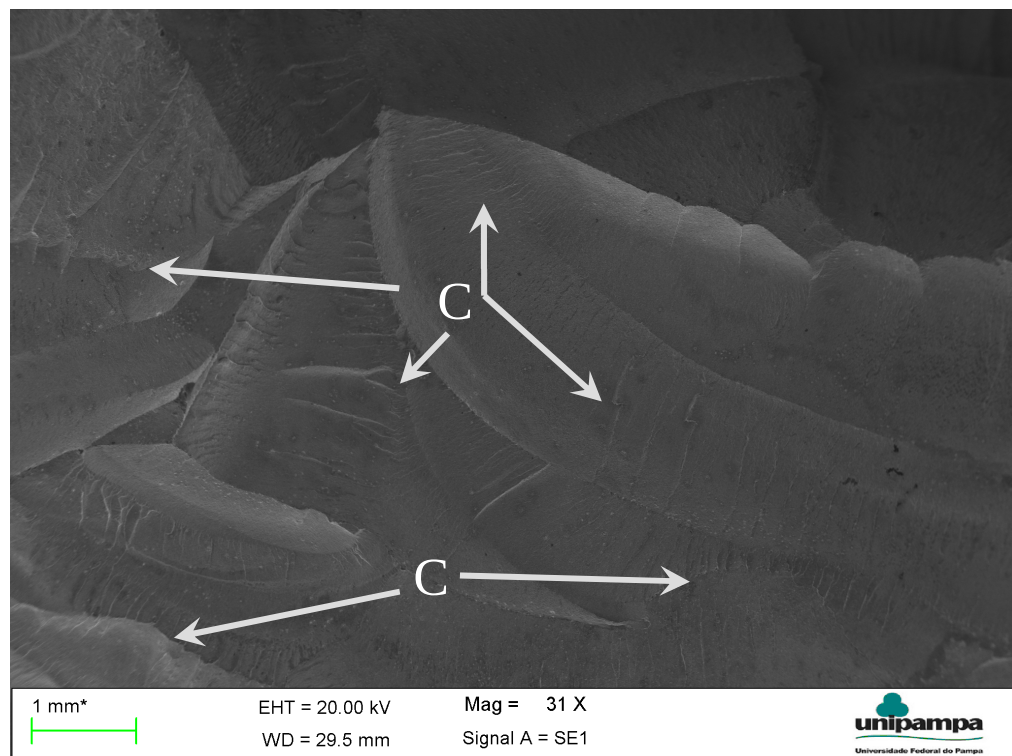


Figura 46 – Superfície de falha da Rota 5 (1200/20/550)

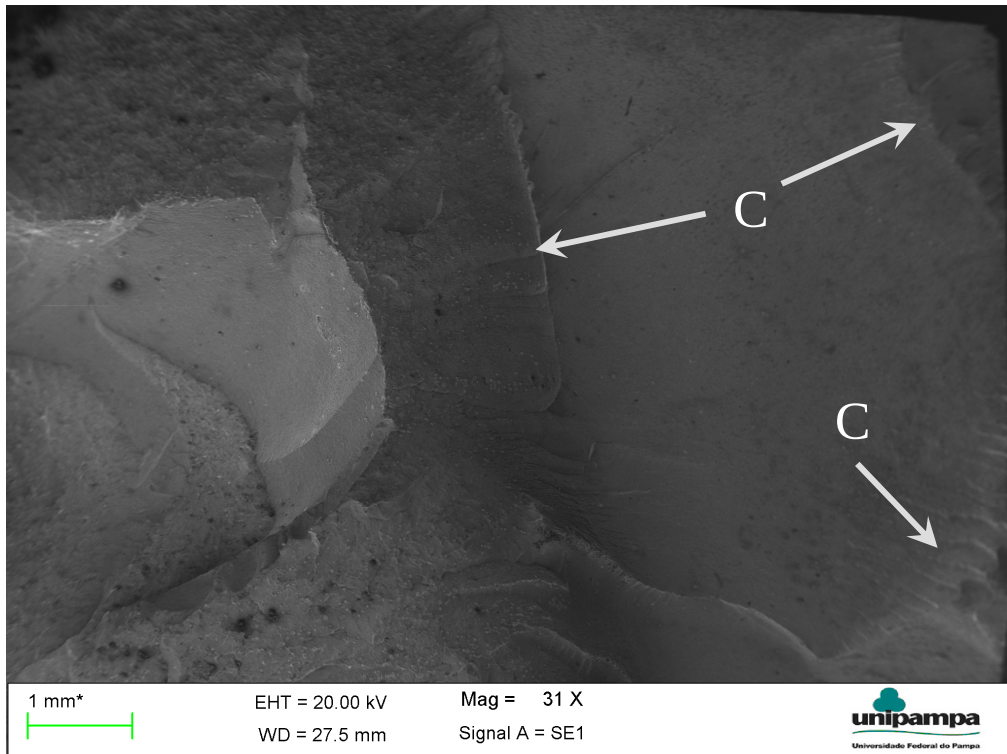


Figura 47 – Superfície de falhar da Rota 6 (1200/28/520)

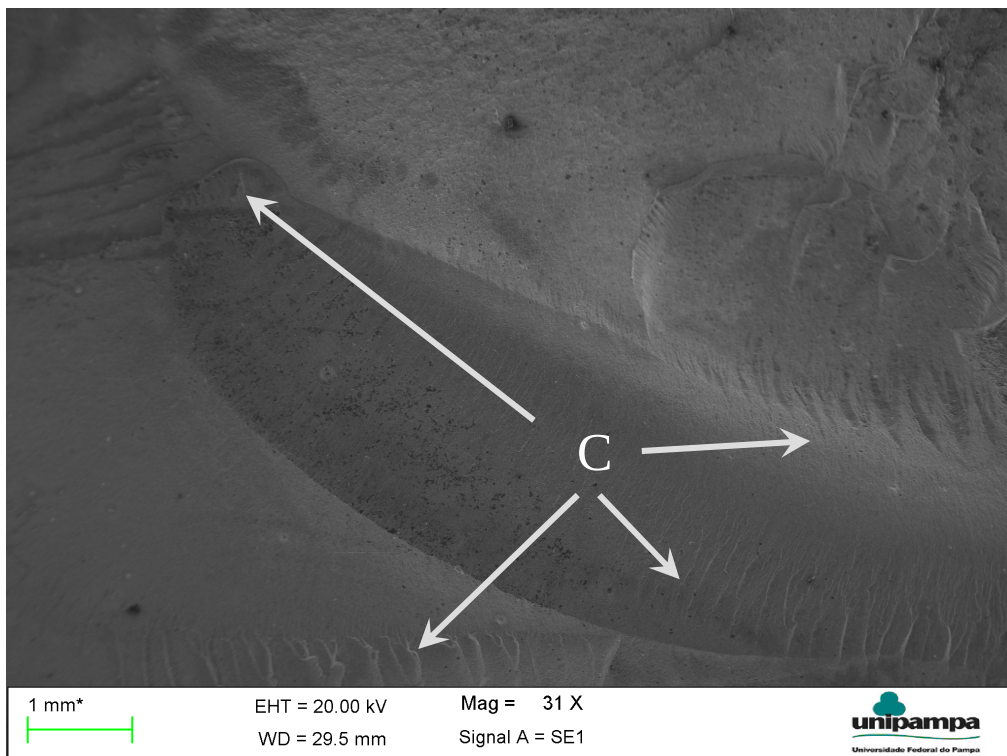


Figura 48 – Superfície de falha da Rota 7 (1215/0/550)

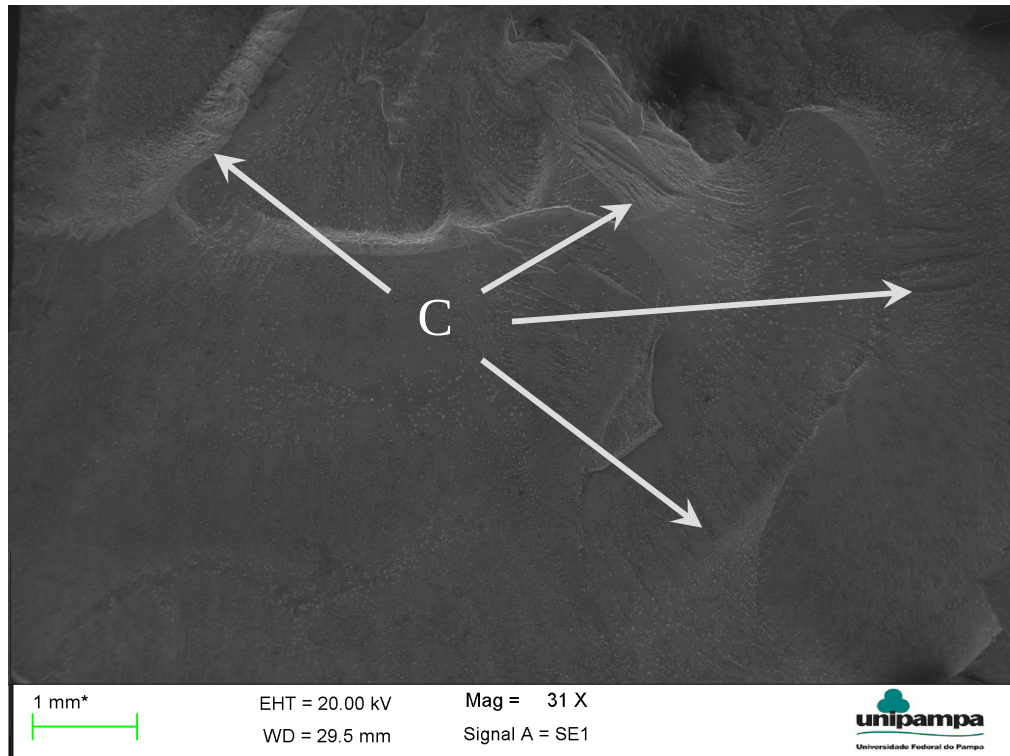


Figura 49 – Superfície de falha da Rota 8 (1215/20/520)

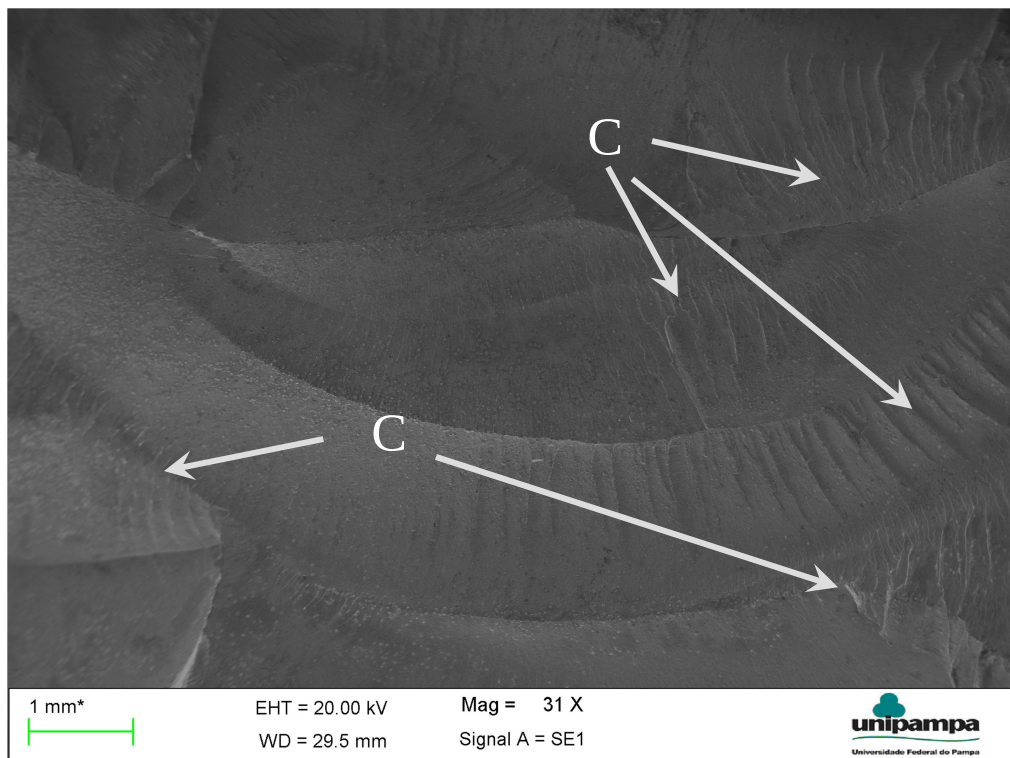
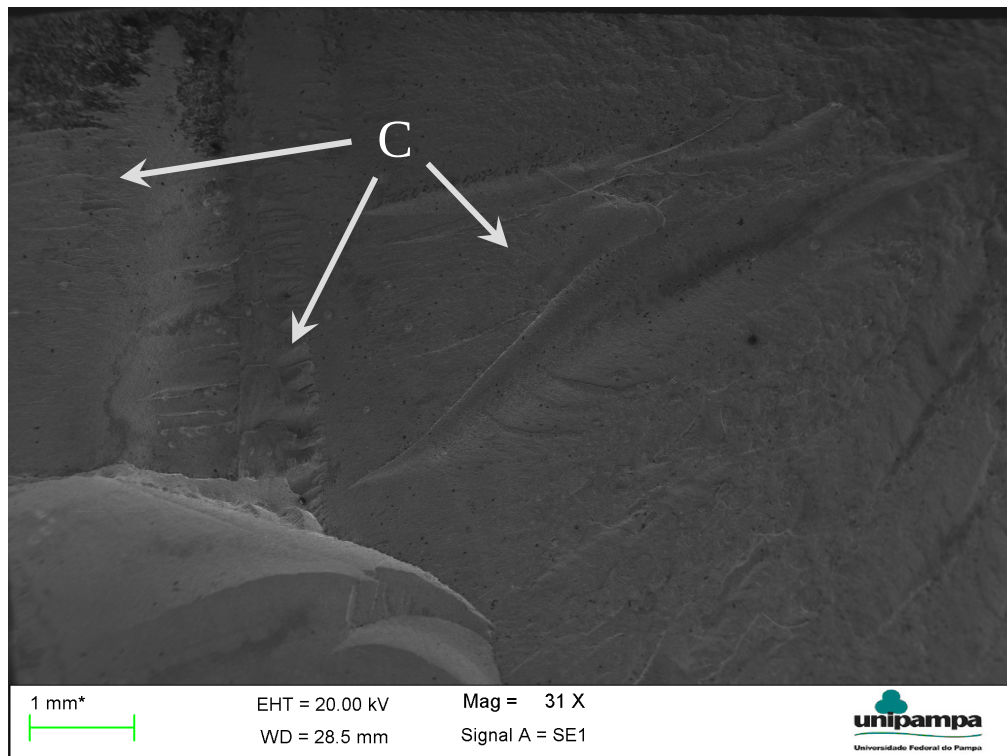


Figura 50 – Superfície de falha da Rota 9 (1215/28/535)

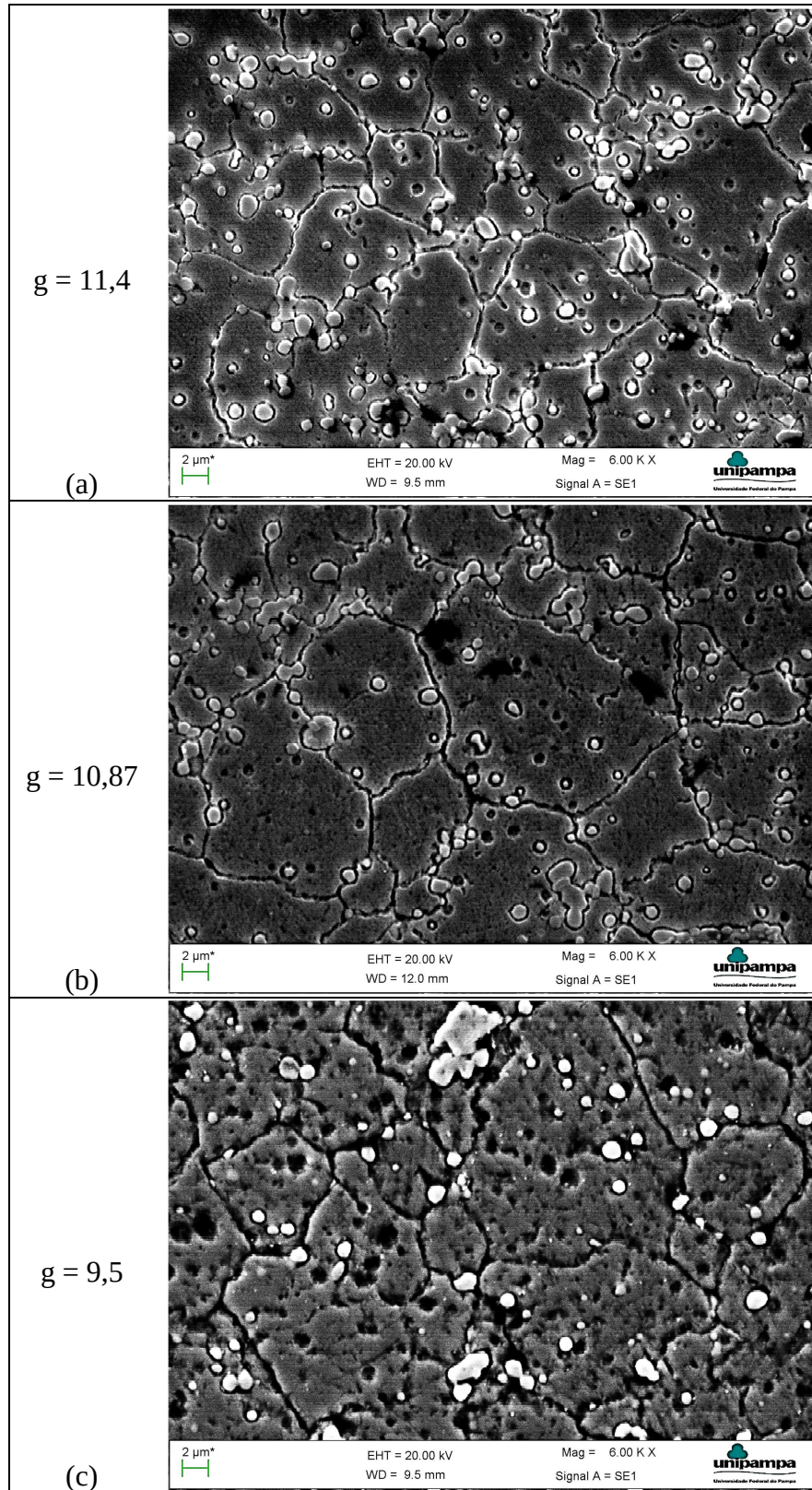


4.2.2. Análise Microestrutural em MEV

As macrografias apresentadas na Figura 51 possibilitaram determinar o tamanho de grão das amostras em função da Temperatura de Austenitização. O método para determinar o tamanho de grão foi o método dos interceptos com imagens de magnificação de 800x e ataque químico com solução de ácido fluorídrico.

É possível observar o aumento do tamanho dos grãos conforme o aumento da Temperatura de Austenitização: Temperatura de Austenitização de 1185° C, tamanho de grão de 6 μm ($g = 11,4$); Temperatura de Austenitização de 1200° C, 7,3 μm ($g = 10,87$); e temperatura de 1215° C, 10,5 μm ($g = 9,5$).

Figura 51 – Tamanho de grão em MEV: (a) Temperatura de Austenitização 1185° C, (b) 1200° C e (c) 1215° C (Magnificação 6000x), g = tamanho de grão ASTM, ataque com solução de ácido fluorídrico



A Figura 52 (a) apresenta a microestrutura do aço M2 recozido. Destaca-se o elevado percentual de carbeto primários (cor branca) dispersos na matriz ferrítica (cor preta). Na Figura 52 (b) é apresentada a microestrutura da amostra após têmpera, com Temperatura de Austenitização igual a 1185° C, percebendo-se uma redução dos carbeto primários.

A Figura 52 (c) mostra a microestrutura da Rota 1185/0/520. Comparando-se a microestrutura das Rotas 1185/0/0 e 1185/0/520, observa-se uma maior quantidade de carbeto na rota que contempla as etapas de revenimento. Além disso, os contornos dos grãos não estão delineados, indicando uma maior homogeneização da microestrutura.

A Figura 53 apresenta as microestruturas das Rotas 1185/20/0, 1185/20/535 e 1185/20/550. Em uma análise entre as Figuras 52 e 53, observa-se que o revenido aumenta a quantidade de carbeto precipitados em relação ao material apenas temperado.

Comparando-se a distribuição de carbeto da amostra sem DCT (Figura 52 b) com a amostra com DCT (Figura 53 a), não é possível observar um aumento na quantidade de carbeto em dimensões superiores a 1 μm . Entretanto, a distribuição dos carbeto é mais homogênea na Rota que contemplam o DCT.

Nos Anexos de I a M são disponibilizadas as imagens das microestruturas resultantes das demais Rotas de Tratamento. Observou-se que as etapas de revenimento são responsáveis pela grande quantidade de carbeto precipitados e que, quanto mais elevada a Temperatura de Austenitização, maior é a dissolução de carbeto primários.

Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008), Gogte, Iyer e Paretkar (2006) e Sartori (2009), citam que, para uma mesma Temperatura de Austenitização, duplo revenido com ou sem DCT, o aço SAE M2 possui microestruturas semelhantes. Essa afirmação foi observada nas análises em MEV nas Rotas com Temperaturas de Austenitização de 1200° C e 1215° C.

Figura 52 – (a) Microestrutura do aço M2 recozido, (b) da Rota 1185/0/0 e (c) Rota 1185/0/520, ataque com solução de ácido fluorídrico

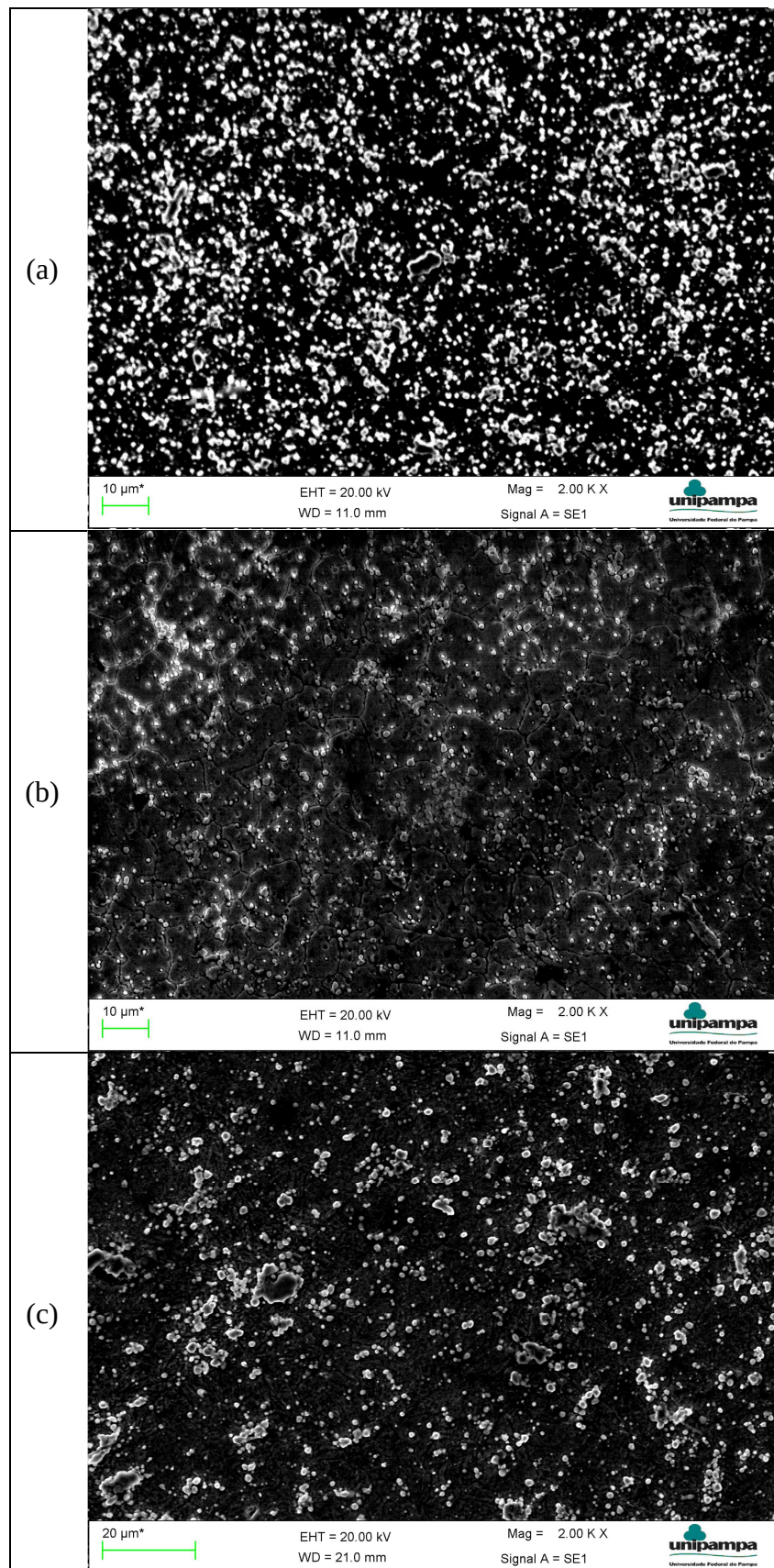
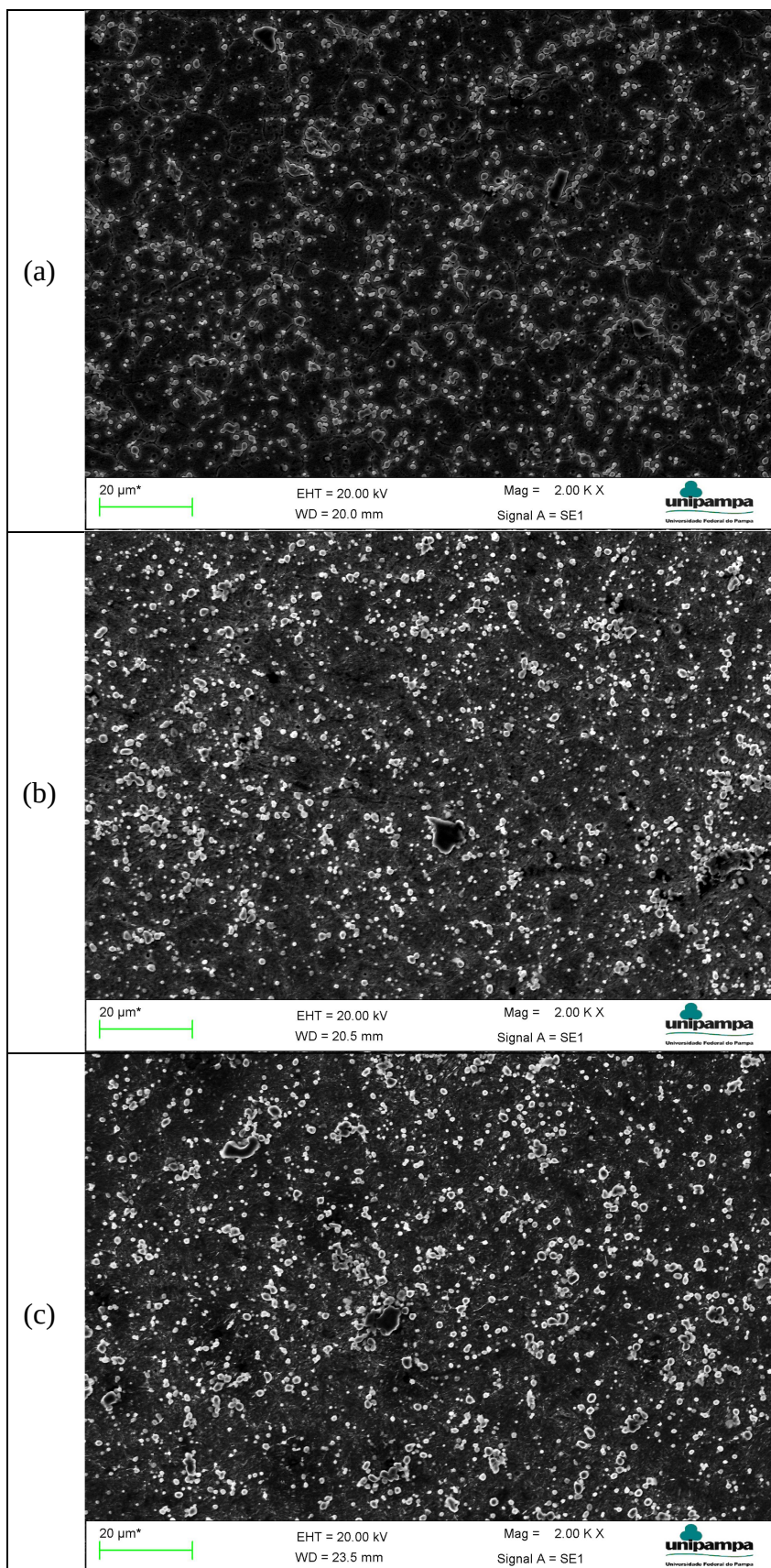


Figura 53 – (a) Microestrutura da Rota 1185/20/0, (b) 1185/20/535 e (c) 1185/28/550, ataque com solução de ácido fluorídrico



Análise de carbeto ultrafinos

As Figuras 54 a 57 apresentam uma análise da microestrutura das amostras com foco na identificação dos carbeto mais finos.

Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008), Huang et al. (2003), e Collins e Dormer (1997) citam que a criogenia precipita carbeto de dimensões inferiores a 5 μm . Na presente análise constatou-se que para todas as etapas de Tratamento Térmico tem-se carbeto com dimensões inferiores a 1 μm . Contudo, para amostras tratadas com DCT a quantidade dos carbeto ultrafinos, com dimensões da ordem de nanômetros, é bem mais significativa.

Figura 54 – Carbeto ultrafino observado na amostra 1185/0/0, 10.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico

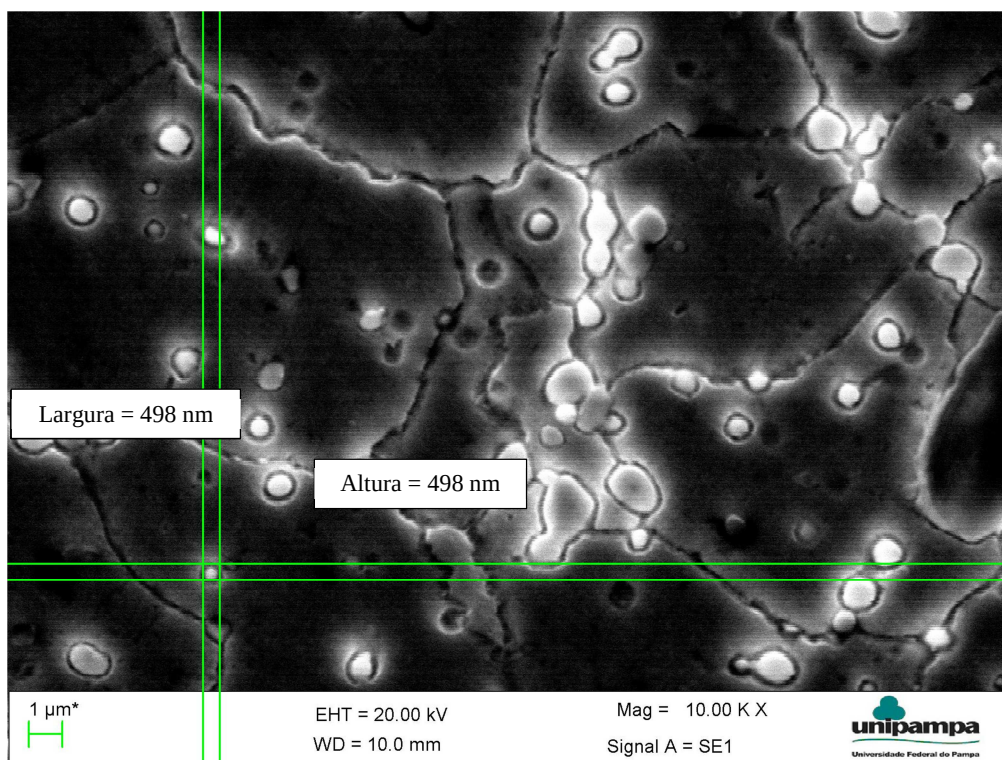


Figura 55 – Carbetto ultrafino observado na amostra 1185/20/0, 10.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico

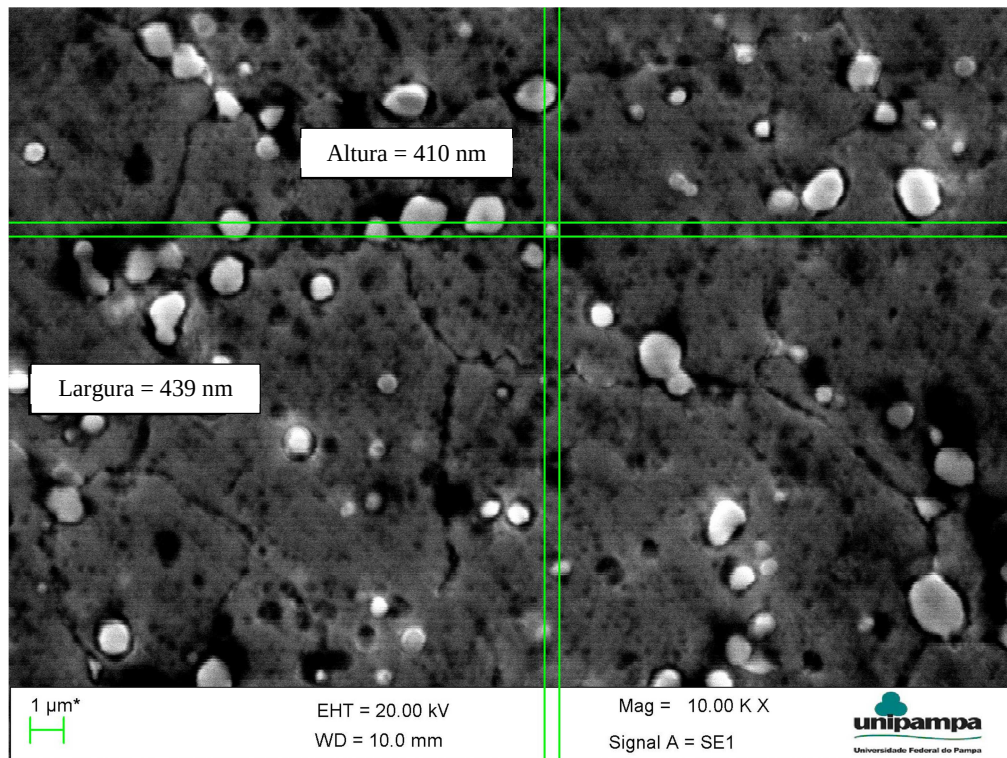


Figura 56 – Carbetto ultrafino observado na Rota 1185/0/520, 8.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico

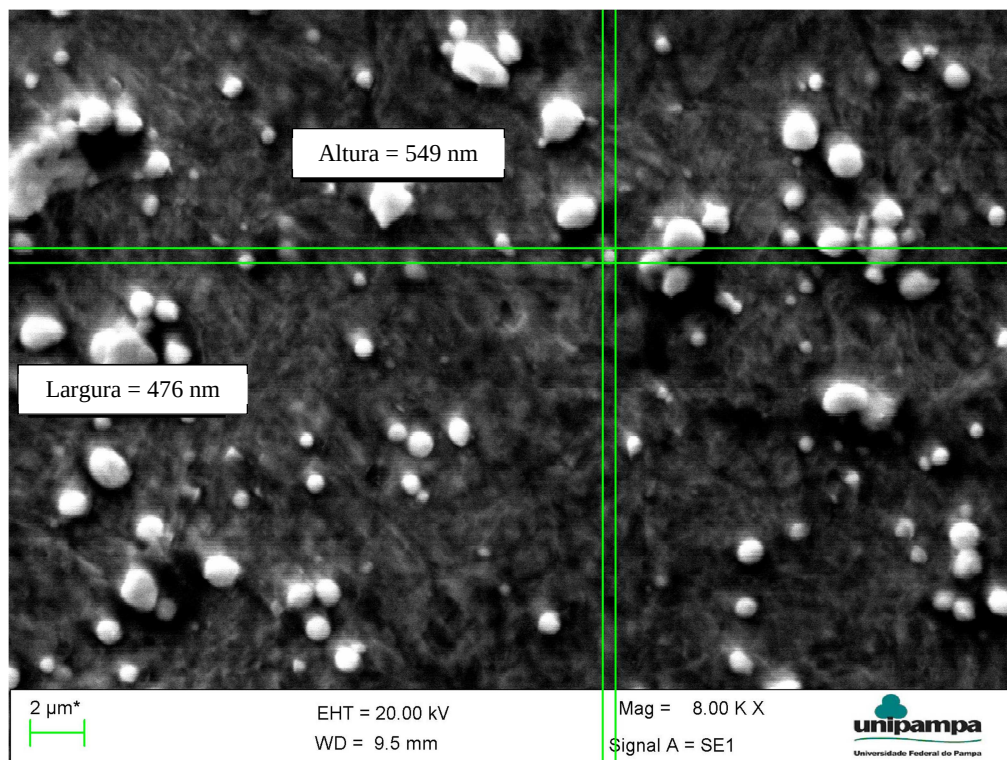
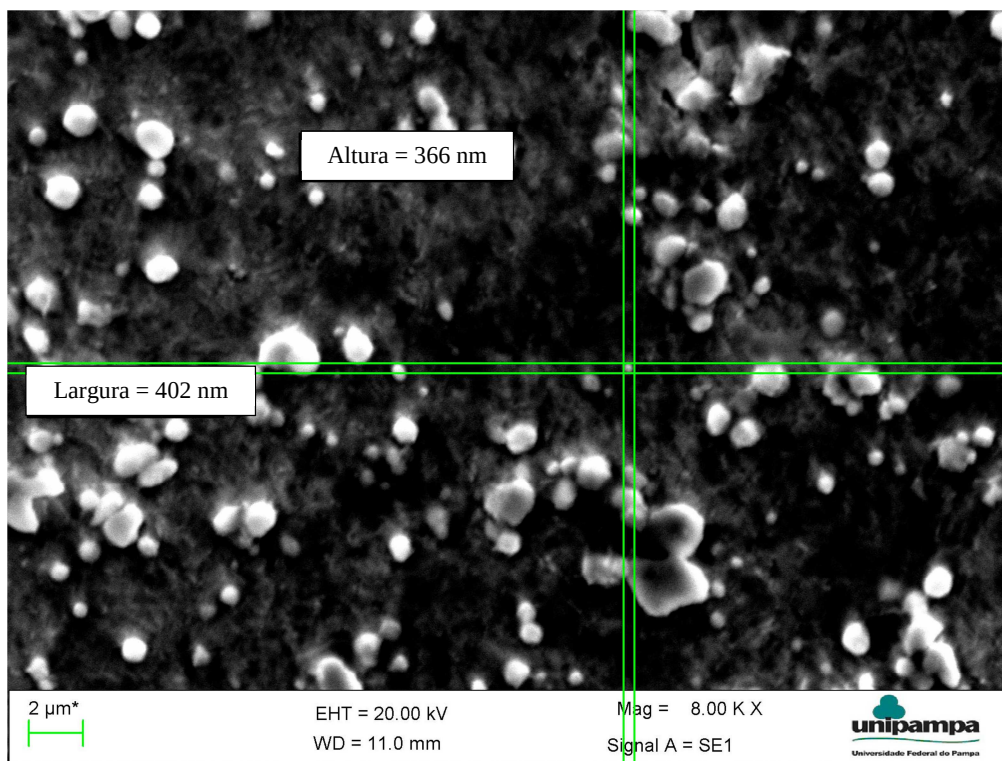


Figura 57 – Carbeto ultrafino observado na Rota 1185/28/550, 8.000x, ataque com solução de ácido fluorídrico



4.2.3. Difração de Raios X

As Figuras 58, 59 e 60 apresentam os espectros de difração de raios X para as amostras tratadas com Temperatura de Austenitização de 1185° C, 1200° C e 1215° C, respectivamente. Os espectros encontrados são muito semelhantes aos de Serna (2008).

Quando o DCT está incluso na Rota, observa-se uma redução na intensidade do pico da martensita (localizado a 44°) para as três Temperaturas de Austenitização. Esse tipo de comportamento sugere um aumento da precipitação de carbetos com o uso do DCT.

O método RIR (Reference Intensity Ratio), utilizado para obter o percentual de austenita retida, não foi eficiente, pois o pico de austenita retida mais significativo fica localizado a aproximadamente 43,5°, sobreposto ao pico de martensita (44°), dificultando, assim, a mensuração da área associada à porcentagem de austenita retida.

Figura 58 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1185° C

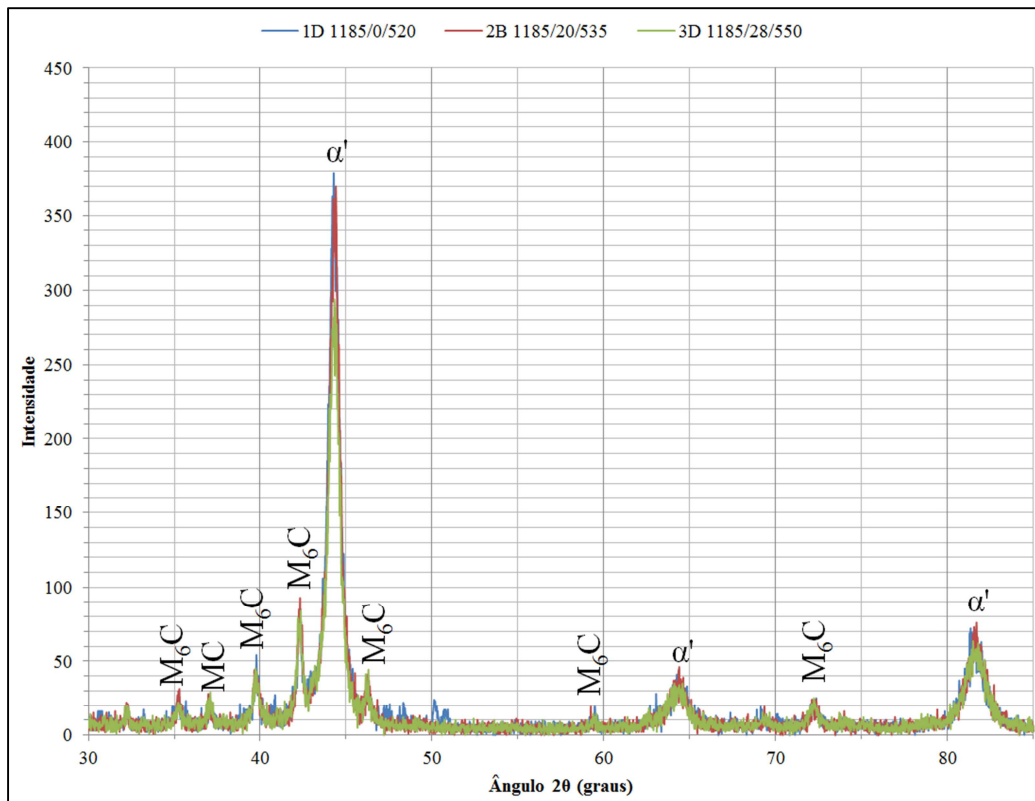


Figura 59 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1200° C

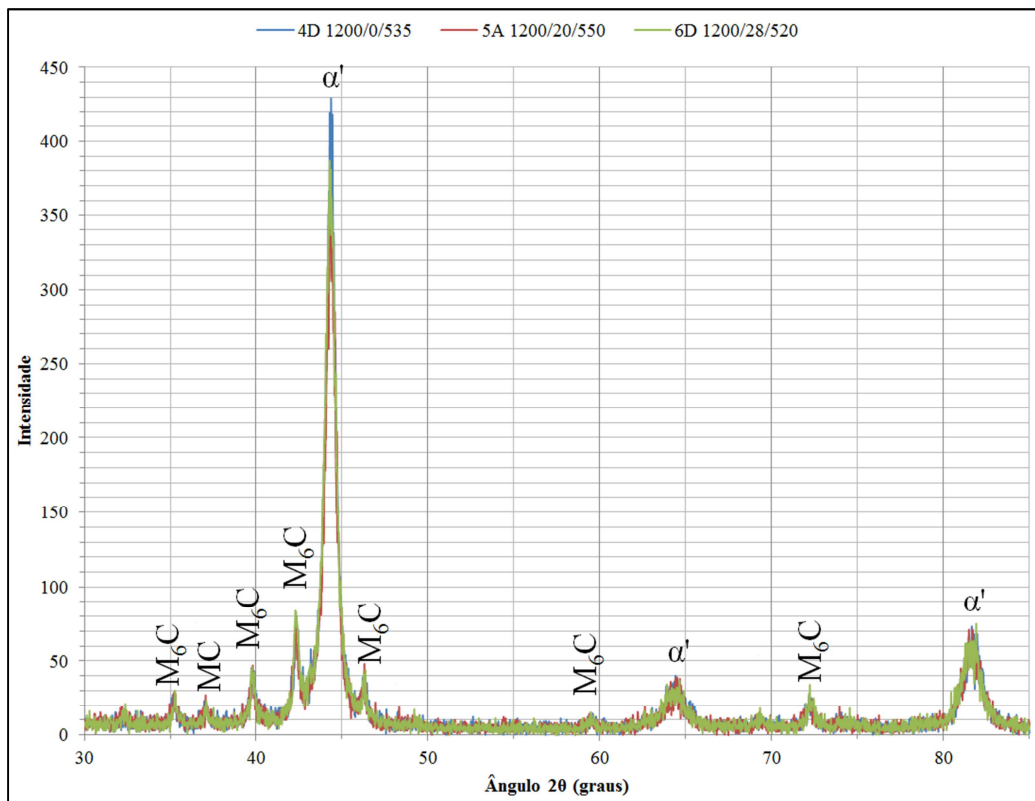
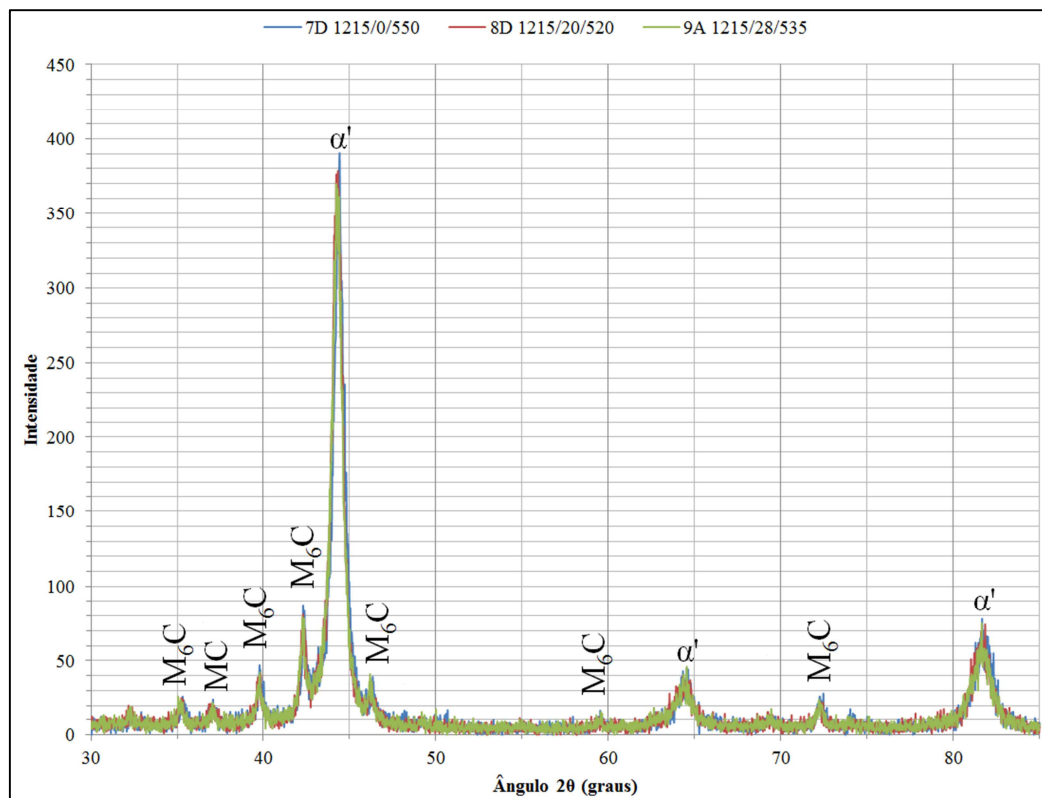


Figura 60 – Espectro de difração de raios X Temperatura de Austenitização 1215° C

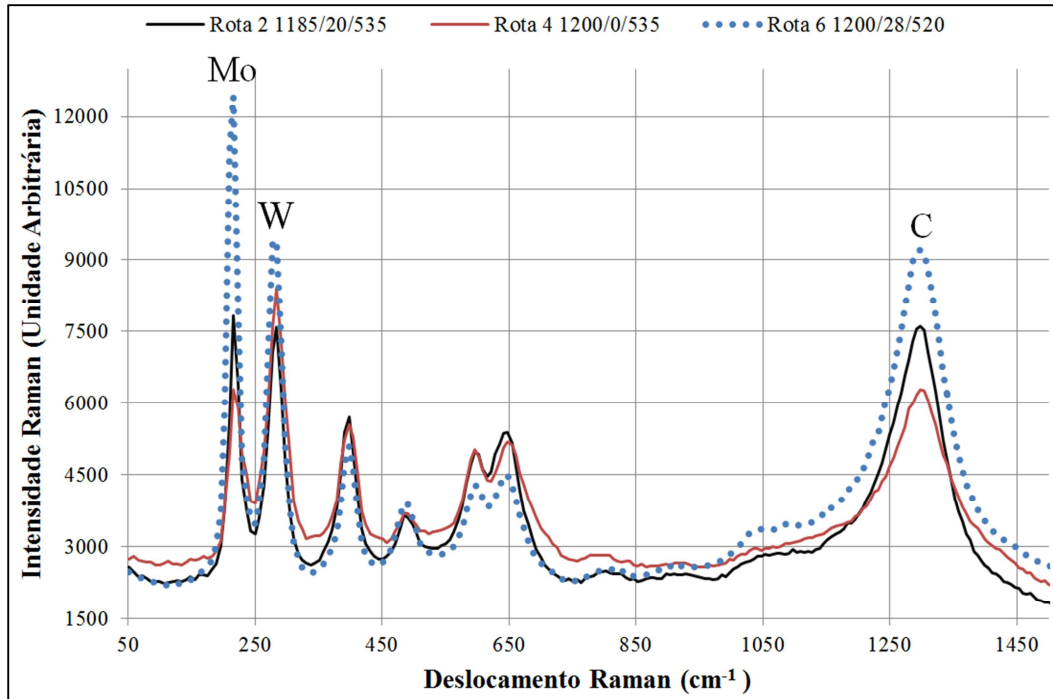


4.2.4. Espectroscopia Raman

Na Figura 61 são apresentados os espectros Raman para as Rotas 1185/20/535, 1200/0/535 e 1200/28/520. Observa-se que as amostras tratadas com DCT possuem picos mais acentuados, em 240 cm^{-1} , 260 cm^{-1} e 1300 cm^{-1} . Estes picos indicam a interação entre os átomos de carbono (pico 1300 cm^{-1}), tungstênio (pico 260 cm^{-1}) e molibdênio (240 cm^{-1}).

A potência do laser foi de 50%, indicando uma forte ligação entre os átomos, uma vez que em menores valores o espectro não apresentou nenhum pico. O aumento destas interações sugere uma maior quantidade de carbeto de W e Mo na microestrutura das amostras tratadas com DCT, em especial para a amostra 1200/28/520.

Figura 61 – Espectro Raman do aço M2 recozido e após as Rotas 2, 4 e 6



5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os corpos de prova apresentaram um aumento de dureza HRC entre 2,5 e 3 pontos após a aplicação do DCT. De acordo Huang et al. (2003), Meng et al. (1994) e Yang et al. (2006), o aumento de dureza observado após o DCT está associado com a transformação quase que completa da austenita em martensita e a precipitação de carbeto ultrafinos. Segundo Gill et al. (2011), primeiramente tem-se um aumento de dureza relacionado com a transformação da austenita retida em martensita, fenômeno que ocorre em temperaturas na faixa de -80°C . Posteriormente outra contribuição, embora menor, é causada pela precipitação de carbeto ultrafinos, quando são empregadas temperaturas criogênicas na ordem de -196°C .

Com a realização dos revenidos ocorreu uma redução de dureza na faixa de 2,4 a 3 pontos, sendo essa redução mais intensa com o aumento da Temperatura de Revenimento. É provável que este fato esteja associado com o coalescimento dos carbeto presentes na microestrutura.

Na análise da evolução de Dureza HRC observou-se o pico de endurecimento secundário nas amostras sem DCT. O maior pico de endurecimento secundário ocorreu na Rota 1215/0/550, em concordância com Villares (2003) e Magnabosco, Oliva e Passos (1999). Nas amostras com DCT, não foi observado o pico de endurecimento secundário nas etapas de revenimento, contrariando as citações de Pellizzari (2008), Pellizzari et al. (2007) e Sartori (2009). O que se percebeu é que o aumento de dureza HRC ocorreu durante o DCT e não no revenimento. Além disso, após o DCT observou-se uma maior dureza em baixas Temperaturas de Revenimento (535°C e 520°C). Segundo Moore e Collins (1993), a completa transformação da austenita em martensita, causada pelo DCT, elimina o fenômeno de endurecimento secundário. Essa afirmação vai ao encontro com os resultados de Dureza (Figura 33), indicando que o Tratamento Criogênico influencia nas etapas de revenimento.

Quando se analisa a evolução do Perfil de Microdureza Vickers (Figura 34), observa-se que o Tratamento Criogênico aumenta a microdureza continuamente mesmo com a etapa de duplo revenimento, fato não observado no Perfil de Dureza HRC (Figura 33). Esse aumento da microdureza se deve, possivelmente, ao aumento da quantidade de carbeto secundários, conforme reportado por Das et al. (2009).

As análises de difração de raios X e espectroscopia Raman sinalizam que o Tratamento Criogênico exerce mudanças no percentual de fases presentes na microestrutura do material, sugerindo um aumento do percentual de carbeto secundários, em especial carbeto de W e Mo. Os efeitos da estabilização da austenita não foram possíveis de ser analisados uma vez

que o método utilizado para quantificação da austenita retida não foi eficiente e também pelo fato de que todas as amostras foram tratadas dentro do mesmo intervalo de tempo.

Na análise de tenacidade ao impacto observou-se que as Rotas com Temperatura de Austenitização de 1185° C seguidas de Tratamento Criogênico apresentaram os valores mais elevados para a energia absorvida. A Rota 1185/28/550 obteve um ganho de 33% em relação à Rota sem DCT (1185/0/520) e de 64%, quando comparada com a Rota 1215/28/535. Collins e Dormer (1997) citam que o aumento de tenacidade devido à influência do DCT é mais significativo em baixas Temperaturas de Austenitização, pois proporcionam uma maior precipitação de carbeto nas etapas de revenido após o DCT.

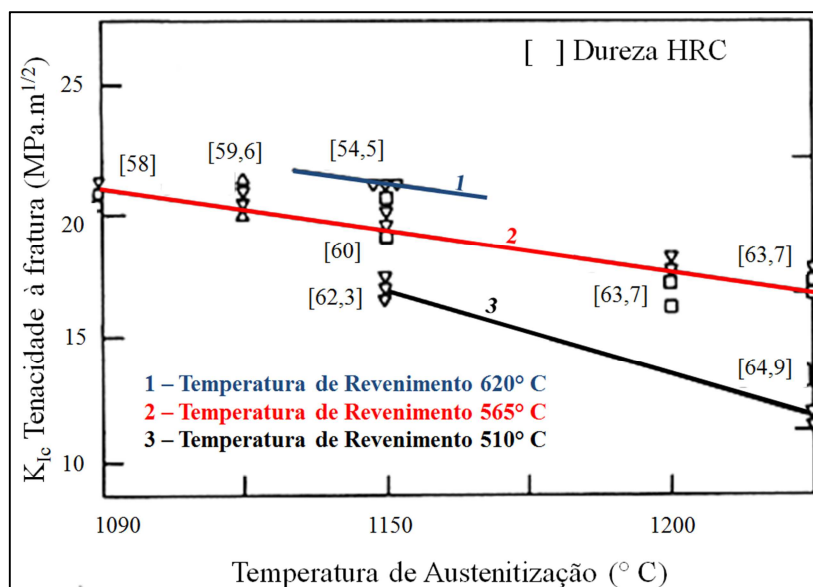
Os resultados de absorção de energia, do presente trabalho, estão em concordância com a pesquisa de Yun, Xiaoping e Hongshen (1998), que reportam que o aumento de tenacidade está associado com a completa transformação da austenita retida em martensita e precipitação de finos carbeto; sendo a precipitação o ponto chave. Além disso, os carbeto ultrafinos precipitados são eficazes no desvio das trincas, assim, tem-se mais um mecanismo para retardar a falha. Huang et al. (2003) e Li et al. (2016) mencionam que o Tratamento Criogênico reduz a saturação de carbono e de elementos de liga na martensita, o que resultaria em uma diminuição das tensões residuais da martensita.

A Temperatura de Austenitização de 1215° C apresentou valores baixos para a tenacidade ao impacto, mesmo quando o DCT foi aplicado. Observou-se que em 1215° C tem-se um crescimento excessivo no tamanho dos grãos, além do natural aumento na supersaturação em elementos de liga e carbono da martensita. Na análise microestrutural em MEV observou-se que o tamanho dos grãos em elevada Temperatura de Austenitização (1215° C) é muito superior, chegando a um valor médio de 4,5 μm maior que os grãos formados em Temperatura de Austenitização de 1185° C.

Os resultados da tenacidade ao impacto apresentaram a mesma dinâmica que o estudo de Sartori (2009), em que o aço ABNT M2 as maiores tenacidades (22 J a 25 J) são obtidas em baixa Temperatura de Austenitização (1180° C). Conforme ocorreu o aumento gradual da Temperatura de Austenitização, obteve-se um decréscimo da tenacidade: para 1200° C, valores entre 16 J e 19 J; para 1220° C, valores entre 13 J e 16 J.

Conforme a Figura 62 de Lee e Worzala (1981), observa-se que os resultados são coerentes com outras pesquisas. Na análise da referente figura, observa-se que as elevadas Temperaturas de Austenitização proporcionam um aumento na dureza e uma redução na tenacidade. Por outro lado, verificou-se o aumento da tenacidade ao impacto com o aumento da Temperatura de Revenimento.

Figura 62 – Tenacidade e dureza HRC do aço SAE M2 com Tratamento Convencional



Fonte: Adaptada e traduzida de Lee e Worzala (1981).

Analisando a superfície de falha das amostras com Tratamento Convencional (têmpera e duplo revenido) observam-se grandes zonas de clivagem, que foram reduzidas com o uso do DCT. Uma hipótese para essa redução de zonas de clivagem é o menor teor de carbono dissolvido na martensita conforme reportado por Li et al. (2016). No entanto, os corpos de prova com Temperatura de Austenitização igual a 1215 $^{\circ}\text{C}$ com Tratamento Criogênico não apresentaram redução das zonas de clivagem.

Nas amostras com Temperatura de Austenitização igual a 1215 $^{\circ}\text{C}$ observou-se uma área maior de características frágeis ao longo da superfície de falha. Associa-se esse fato ao maior tamanho de grão e ao maior percentual de carbono na martensita (STROHAECKER, 1999), relacionado diretamente com a maior Temperatura de Austenitização (LEE e WORZALA, 1981), que resulta numa maior dissolução de carbeto primários e maior solubilidade de carbono e elementos de liga na austenita durante a Austenitização.

A análise das superfícies de falha do ensaio Charpy mostra que o número de zonas de clivagem está relacionado com a Temperatura de Austenitização: quanto maior a Temperatura de Austenitização, maior será a área de clivagem. Além disso, com o uso do DCT, observa-se uma redução das zonas de clivagem em baixas Temperaturas de Austenitização.

A análise microestrutural em MEV sugere um aumento da quantidade de carbeto de dimensões nanométricas, resultado que é ratificado pelas análises de difração de raios X e espectroscopia Raman.

O Tratamento Criogênico se mostrou eficiente para reduzir a perda de massa, principalmente quando aliado com elevadas Temperaturas de Revenimento (550° C). A Rota de Tratamento com Temperatura de Austenitização igual a 1215° C e sem DCT (1215/0/550) garantiu uma ótima resistência ao desgaste abrasivo, mas resultou em uma baixa tenacidade ao impacto. Além disso, o DCT não foi efetivo no aumento da energia absorvida e na resistência ao desgaste em Temperaturas de Austenitização de 1215° C.

Entretanto, para corpos de prova tratados com Temperatura de Austenitização de 1200° C com DCT, observa-se uma redução de perda de massa de 50% em relação aos CP's com Tratamento Convencional. Mahmudi, Ghasemi e Faradji (2008) e Gill et al. (2011) também reportaram a redução na perda de massa das amostras de aço SAE M2 tratadas com DCT, com percentuais de 35% e 58%, respectivamente.

Um aspecto a ser enfatizado é que as Rotas 1185/28/550 e 1200/20/550 apresentaram a menor dureza HRC, mas foram as que obtiveram a maior energia absorvida no ensaio de impacto e a maior resistência ao desgaste. Constata-se, assim, que os valores de dureza não são os melhores indicadores para prever a resistência ao desgaste do aço ABNT M2 tratado com DCT, fato também observado por Gill et al. (2011).

Nos principais resultados obtidos no presente trabalho, percebe-se que o Tratamento Criogênico foi efetivo em aumentar a tenacidade e resistência ao desgaste abrasivo do aço ABNT M2 quando os parâmetros adequados de tratamento são selecionados. O aumento da tenacidade ao impacto para amostras tratadas com DCT pode ser explicado pela redução da tetragonalidade da martensita, enquanto que o aumento da resistência ao desgaste pode ser explicado pelo aumento da quantidade de carbeto secundários distribuídos homogeneamente na matriz martensítica.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

6.1. Conclusões

O objetivo de identificar o efeito do Tratamento Criogênico no pico de endurecimento secundário, na resistência ao desgaste e na tenacidade foi alcançado. As seguintes conclusões são aferidas:

- Nas amostras tratadas com DCT, observou-se que não ocorre o fenômeno de endurecimento secundário durante as etapas de revenimento;
- A melhor tenacidade foi obtida quando utilizou-se a seguinte rota: Temperatura de Austenitização 1185° C, Tempo de DCT 28 horas e Temperatura de Revenimento 550° C, com ganho de 34% em relação à amostra sem DCT;
- A maior redução da perda de massa no desgaste abrasivo ocorreu quando aplicou-se a seguinte rota: Temperatura de Austenitização de 1200° C, Tempo de DCT igual a 20 horas e Temperatura de Revenimento de 550° C, resultando numa redução de aproximadamente 50% na perda de massa;
- A melhor Temperatura de Revenimento é de 550° C, uma vez que essa temperatura resultou num aumento significativo na tenacidade e resistência ao desgaste;
- O Tratamento Criogênico não foi eficiente em elevadas Temperaturas de Austenitização (1215° C);
- O Tratamento Criogênico exerce uma influência significativa e benéfica quando baixas Temperaturas de Austenitização são empregadas;
- Não se observaram diferenças significativas do Tempo de DCT igual a 20 ou 28 horas;
- A dureza mostrou não ser um bom indicativo para prever o comportamento em desgaste em amostras de aço M2 tratadas com DCT;
- Os resultados de XRD e espectroscopia Raman sugerem um aumento do percentual de carbeto com o uso do DCT;
- O coalescimento causado na etapa de duplo revenido em elevadas temperaturas é benéfico e trás contribuições significativas nas Rotas que incluem o Tratamento Criogênico Profundo;
- Quando são selecionados parâmetros corretos para o tratamento térmico, o DCT é benéfico para o aumento de tenacidade e resistência ao desgaste abrasivo do aço SAE M2;

- A câmara de Tratamento Criogênico idealiza e fabricada para a realização dessa pesquisa se mostrou muito eficiente e a qualidade do DCT foi evidenciada nos resultados.

6.2. Sugestões Para Trabalhos Futuros

- Realizar análise de tensão residual após o Tratamento Criogênico e comparar com os resultados de tenacidade e resistência ao desgaste.
- Usar o planejamento fatorial de meia, com o objetivo de testar as influências que os fatores de primeira, segunda e terceira ordem exercem na tenacidade e resistência ao desgaste quando combinados. Utilizar um planejamento com menos níveis, uma vez que as melhores Temperaturas de Austenitização são 1185° C e 1200° C, rotas com 24 horas ou sem DCT e utilizar Temperatura de Revenimento fixa igual a 550° C, mas variar entre simples e duplo revenido.
- Realizar o ensaio de desgaste com brocas de aço M2, avaliar o gume de corte e a perda de massa, pois essa situação submeterá o material tratado a uma situação real de trabalho.
- Realizar ensaio de tração ou flexão para avaliar a tenacidade das amostras.

7. REFERÊNCIAS

AVNER, S. H. **Introduction to physical metallurgy**. McGraw-Hill, New York, 1982.

_____. **NBR NM 116-1: Aços-rápido – Parte 1: Classificação, designação e composição química**. Rio de Janeiro, 2005.

_____. **NBR NM 281-1: Materiais metálicos. Parte 1: Ensaio de impacto por pêndulo charpy**. Rio de Janeiro, 2003.

BALDISSERA, P; DELPRETE, C. Deep cryogenic treatment: a bibliographic review. **The open mechanical engineering journal**, vol 2, p. 1-11, 2008.

BARRON, R. F. Cryogenic Treatment produces cost savings for Slitter Knives. **Tappi Journal**, p. 409-413, 1974.

BARRON, R. F. Cryogenic Treatment of metals to improve wear resistance. **Cryogenics**, p. 409-4013, 1982.

BAYER, A. M.; WALTON, L. R. **Wrought tool steels**. ASM Handbook, p. 757-799, 1990.

BENSELY, A.; VENKATESWARAN, S.; SUBISAK, A. D.; MOHAN LAL, D.; RAJADURAI, A.; LENKEY, G. B.; PAULIN, P. Influence of deep cryogenic treatment on alloy carbide precipitations and mechanical properties of AISI M2 high speed tool steel. **Cold Facts**, vol. 28, p. 1-28, 2012.

BOWES, R. G. The theory and practice of sub-zero treatment of metals. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, vol. 2, n. 2, p. 76-79, 2008.

BÖHLER. **Aço Rápido S600 – Catálogo Técnico**. Disponível <<http://www.bohler-brasil.com.br/br/files/S600DE.rar>>. Acesso em: 23 abril 2015.

CANDANE, D.; ALAGUMURTHI, N.; PALANIRADJA, K. Effect of cryogenic treatment on microstructure and wear characteristics of AISI M35 HSS. **International Journal of Materials Science and Applications**. vol. 2, p. 56-65, 2013.

CESCON, A. M. **Desenvolvimento e caracterização de aço rápido contendo nióbio a partir da matriz do aço M2**. Tese de Doutorado em Engenharia – Departamento de Engenharia Metalúrgica, Universidade de São Paulo, 1990.

CHOMSAMUTR, K.; JONGPRASITHPORN, S. J. Optimization parameters of tool life model using the Taguchi approach and response surface methodology. **International Journal of Computer Science Issues**, vol. 9, p 120-125, 2012.

COLLINS, D. N.; DORMER, J. Deep Cryogenic Treatment of a D2 Cold-work Tool Steel. **Heat Treatment of Metals**, p 71-74, 1997.

COLLINS, D. N. Deep cryogenic treatment of tool steels: a review. **Heat Treatment of Metals**, vol. 23, p. 40-42, 1996.

COLLINS, D. N. Cryogenic treatment of tool steels. **Advanced Material & Processes**, p. 23-29, 12/98, 1998.

COLLINS, D. N. Deep cryogenic treatment of tool steels: a review. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, v. 2, p. 147-149, 2008.

DARWIN, J. D.; MOHAN LAL, D.; NAGARAJAN, G. Optimization of Cryogenic Treatment to Maximize the Wear Resistance of 18% Cr Martensitic Stainless Steel by Taguchi Method. **Journal of Materials Processing Technology**, vol. 195, p. 241-247, 2008.

DAS, D.; DUTTA, A. K.; Ray, R. R. Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel. **Wear**, vol. 266, p. 297-309, 2009.

DAVIS, J. R. **Tool Materials (ASM Specialty Handbook)**. Materials Park, OH: ASM International, 1995.

DA SILVA, F.; FRANCO, S. D.; MACHADO, A. R.; EZUGWU, E. O.; SOUZA-JR, A. M. Performance of cryogenically treated HSS tools. **Wear**, vol. 261, p. 674-685, 2006.

DIEKMAN, F. Cold and Cryogenic Treatment of Steel. **ASM Handbook, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes**, vol. 4, p. 382-386, 2013.

EBONI, G. A. **Efeito do processamento criogênico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE M2 temperado e revenido**. Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina, 2010.

FAVORIT AÇOS ESPECIAIS LTDA. **Tabela técnica de aços ferramentais**. Disponível em: <http://www.favorit.com.br/sites/default/files/tabelas/acos_ferramentais_0.html>. Acesso em: 23/04/2015.

FANTINELI, D. G. **Estudo da influência do Tratamento Criogênico nas propriedades mecânicas e tribológicas do aço ABNT M2**. Dissertação de Mestrado em Engenharia. Universidade Federal do Pampa, 2015.

FIROUZDOR, V; NEJATI, E; KHOMAMIZADEH, F. Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill. **Journal of Materials Processing Technology**, vol. 206, p. 467-472, 2008.

FLETCHER, S. G.; WENDELL, C. R. **ASM Met. Eng. Q.**, vol 1, p 146, 1966.

GILL, S. S.; SINGH, J.; SINGH, R.; SINGH, H. Cryoprocessing of cutting tool materials – a review. **International journal of Advanced Manufacturing Technology**, vol. 48, p. 175-192, 2010.

GILL, S. S.; SINGH, J.; SINGH, R.; SINGH, H. Metallurgical principles of cryogenically treated tool steel – a review on the current state of science. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, vol.54, p. 59-83, 2011.

GILL, S. S.; SINGH, J.; SINGH, R.; SINGH, H. Effect of cryogenic treatment on AISI M2 high speed steel: metallurgical and mechanical characterization. **Journal of Materials Engineering and Performance**, vol. 21, p. 1320-1326, 2012.

GOGTE, C. L.; IYER, K. M.; PARETKAR, R. K. Correlation Between Microstructure and Wear Resistance of High Speed Steels After Deep Sub Zero Treatment. **7th International Tooling Conference**, 2006, Torino. vol. 1, p. 151-158, 2006.

GORDON, P.; COHEN, M.; ROSE, R. S. **The Kinetics of Austenite Decomposition in High speed Steel**. Transactions of the ASM, vol 31, ASM, p 161-217, 1943.

HOYLE, G. **High speed steels**. Butterworth-Heinemann, ed. 1, Londres, 1988.

HUANG, J. Y.; ZHU, Y. T.; LIAO, X. Z.; BEYERLEIN, I. J.; BOURKE, M. A.; MITCHELL, T. E. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. **Materials Science and Engineering A**. vol. 339, p. 241-244, 2003.

LEE, S. C.; WORZALA, F. J. Fracture behavior of AISI M-2 high speed tool steel. **American Society for Metals and Metallurgical Society of ASME**. vol. 12, p. 1477-1484, 1981.

LI, H; TONG, W.; CUI, J.; ZHANG, H.; CHEN, L.; ZUO, L. The influence of deep cryogenic treatment on the properties of high-vanadium alloy steel. **Materials Science & Engineering A**. vol. 662, p. 356-362, 2016.

MAGNABOSCO, R.; OLIVA-JR, R. Z.; PASSOS, R. R. S. **Tratamento térmico de aço rápido ABNT M2**. In: XV COBEM (Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica), 22 a 26 de novembro de 1999.

MAHMUDI, R.; GHASEMI, H. M.; FARADJI, H. R. Effects of cryogenic treatments on the mechanical properties and wear behavior of high-speed steel M2. **Heat Treatment of Metals**, vol. 27, p. 69-72, 2000.

MAHMUDI, R.; GHASEMI, H. M.; FARADJI, H. R. Effects of cryogenic treatments on the mechanical properties and wear behavior of high-speed steel M2. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, v. 2, p. 162-166, 2008.

MENG, F.; TAGASHIRA, K.; AZUMA, R.; SOHMA, H. Role of Eta-Carbide of Fe-12Cr-Mo-V-1,4C Tool Steel by Cryogenic Treatment. **ISIJ International**, vol. 34, p. 205-210, 1993.

MENG, F.; TAGASHIRA, K.; SOHMA, H. Wear resistance and microstructure of cryogenic treated Fe-1.4Cr-1C bearing steel. **Scripta Metallurgica et Materialia**, vol. 31, n. 7, p 865-868, 1994.

MOLINARI, A.; PELLIZZARI, M.; GIANELLA, S.; STRAFFELINI, G.; STIASNY, K. H. Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steel. **Journal of Materials Processing Technology**, vol. 118, p. 350-355, 2001.

MOORE, K.; COLLINS, D. N. Cryogenic Treatment of Three Heat Treated Tools Steels. **Engineering Materials**, vol. 86-87, p. 47-54, 1993.

ÖZBEK, N. A.; ÇIÇEK, A.; GÜLESIN, M.; ÖZBECK, O. Investigation of the effects of cryogenic treatment applied at different holding times to cemented carbide inserts on tool wear. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, vol. 86, p. 34-43, 2014.

PELLIZZARI, M. Influence of deep cryogenic treatment on the properties of conventional and pm high speed sttels. **La Metallurgia Italiana >> Settembre 2008**, p. 17-22, 2008.

PELLIZZARI, M.; MOLINARI, A.; GIRARDINI, L.; MALDARELLI, L. **Deep cryogenic treatment of AISI M2 high speed steel**. 7th International Tooling Conference - 2006, vol. 1, p 127-134, 2007.

POKLUDA, J.; ANDERA, P. **Micromechanisms of Fracture and Fatigue In a Multi-scale Context**. Springer-Verlag, ed. 1, Londres, 2010.

POPANDOPULO, A. N.; ZHUKOVA, L. T. Thermal Stabilization and Destabilization of Austenite in Tungsten-Molybdenum High-Speed Steels. **Leningrad Polytechnic Institute. Translated from Metallovedenie I Termicheskaya Obrabotka Metallov**, no. 8, pp. 28-32, 1984; Publish by Plenum Publishing Corporation, 1985.

ROBERTS, G. A.; CARY, R. A. **Tool Steels. High Speed Steels**. ASM International, ed. 4, 1980.

ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. **Tool Steels**. ASM International, ed. 5, 1998.

SARTORI, C. H. **Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2**. Dissertação de Mestrado em Engenharia. Universidade de São Paulo, 2009.

SERNA, M. M. **Quantificação e Identificação de Carbonetos no Aço Ferramenta AISI/SAE M2**. Tese de Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN – Autarquia associada à Universidade de São Paulo, 2008.

SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering of Steel. **Metallurgical Transactions**, vol. 3, p. 1043-1054, 1972.

SILVA, W. S. **Estudo da tenacidade à fratura do aço rápido M2 fundido e modificado e tratado termicamente**. Dissertação de Mestrado em Engenharia, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.

STROHAECKER, T. **Mecânica da Fratura**. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM – UFRGS, Porto Alegre, 1999.

VILLARES S.A. **Cartilha técnica de aços rápidos**. Disponível<<http://www.villaresmetals.com.br/pt/Produtos/Acos-Rapidos/VWM2.pdf>>. Acesso em: 23 abril 2015.

WEAST, R. C. **Handbook of Chemistry and Physics**. ed. 62, 1982.

YANG, HONG-SHAN, WANG, JUN, SHEN, BAO-LUO, LIU, HAO-HUAI, GAO, SHENG-JI, HUAN, SI-JIU. Effect of cryogenic treatment on the matrix structure and abrasion resistance of white cast iron subjected to destabilization treatment. **Wear**, vol. 261, p. 1150-1154, 2006.

YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN, X. Deep cryogenic treatment of high speed steel: microstructure and mechanism. **Heat Treatment of Metals**, vol. 25, p. 55-59, 1998.

ZHIRAFAR, S.; REZAEIAN, A.; PUGH, M. Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. **Journal of Materials Processing Technology**, vol. 186, p. 298-303, 2007.

ANEXO A – Análise química da amostra de aço M2

Análise da Amostra. 03/04/2014 16:21:10

Programa FERRAMENTA.

Número da Amostragem: M2

concentração.

Nº	c Fe 2731	a C 1931	a Mn 2933	a Cr 2758	a Ni 2316
1	31.5090	0.8936	0.2722	3.7141	0.1170
2	31.6082	0.8585	0.2729	3.7236	0.1182
3	31.0055	0.8779	0.2767	3.7811	0.1181
4	30.2801	0.8989	0.2781	3.7461	0.1194
5	29.9382	0.8899	0.2799	3.7693	0.1183
6	29.1404	0.8762	0.2764	3.7556	0.1170
7	30.5611	0.8761	0.2817	3.7521	0.1208
8	29.9678	0.8613	0.2846	3.7685	0.1179
Media	30.5013	0.8791	0.2778	3.7513	0.1184
Desvio (%)	2.7712	1.6515	1.5165	0.6135	1.0531

(continuação)

Nº	a Si 2516	a W 2204	a Mo 2816	a V 3111	a Ti 3373
1	0.5701	7.6804	4.7057	2.0310	0.0063
2	0.5436	7.6439	4.6846	2.0262	0.0060
3	0.5571	7.6455	4.7106	2.0571	0.0059
4	0.5554	7.6794	4.7103	2.0532	0.0064
5	0.5419	7.6976	4.7199	2.0734	0.0060
6	0.5603	7.6595	4.7583	2.0853	0.0054
7	0.5683	7.7178	4.6949	2.0501	0.0062
8	0.5646	7.5190	4.7199	2.0678	0.0066
Media	0.5577	7.6554	4.7130	2.0555	0.0061
Desvio (%)	1.8857	0.7920	0.4642	0.9824	6.0355

(continuação)

Nº	a Nb 3094	c Fe 1793	a P 1783	a S 1807	a Sn 1900
1	0.3623	2.7272	0.0347	0.0069	0.0083
2	0.3583	2.9886	0.0420	0.0051	0.0085
3	0.3637	2.7691	0.0426	0.0062	0.0086
4	0.3661	2.7364	0.0237	0.0110	0.0084
5	0.3687	2.7533	0.0340	0.0068	0.0084
6	0.3645	2.6203	0.0371	0.0091	0.0084
7	0.3649	2.5164	0.0453	0.0095	0.0087
8	0.3661	2.5392	0.0448	0.0066	0.0086
Media	0.3643	2.7063	0.0380	0.0077	0.0085
Desvio (%)	0.8500	5.5620	19.0447	26.1162	1.5167

(continuação)

Nº	a B 1826	c Fe 4046	a Al 3962	a Cu 3274
1	0.0014	54.0299	0.1196	0.0716
2	0.0014	56.1461	0.1152	0.0679
3	0.0014	54.3152	0.1175	0.0715
4	0.0014	52.0879	0.1202	0.0710
5	0.0014	52.1445	0.1199	0.0731
6	0.0014	51.0318	0.1159	0.0731
7	0.0013	53.3358	0.1201	0.0730
8	0.0013	53.8585	0.1202	0.0756
Media	0.0014	53.3687	0.1186	0.0721
Desvio (%)	3.5884	2.9954	1.7521	3.0610

ANEXO B – Dureza HRC das amostras após a têmpera

Têmpera																								
Pop.	Rota	Amostra A				Média A	Amostra B				Média B	Amostra C				Média C	Amostra D				Média D		Média Total	Desvio Padrão
1	1185/0/520	63,25	62	62,25	62,25	62,44	62,5	62,75	62	63,5	62,69	62,75	62	63,25	62,5	62,63	62	62,5	62,25	61,5	62,06		62,45	0,54
2	1185/20/535	63	63,25	61,25	62,75	62,56	62,75	63,25	63	63,5	63,13	62,5	61,5	63	64,25	62,81	63	61,75	62	62,5	62,31		62,70	0,78
3	1185/28/550	63,25	63	62	61,75	62,50	63	61,75	62,75	62	62,38	62,75	63,75	63	63	63,13	62,75	63	64,25	62,5	63,13		62,78	0,68
4	1200/0/535	64,25	63,5	63,5	63,25	63,63	62,25	63,5	63,25	63	63,00	65	64	63,25	63	63,81	63,75	63,5	63	62	63,06		63,38	0,71
5	1200/20/550	62	63,75	62	63,75	62,88	62,75	64	64,25	63,25	63,56	62	61,75	63,5	63,25	62,63	62,75	63	62,5	61,5	62,44		62,88	0,86
6	1200/28/520	64	64	63	63,25	63,56	63	62,75	62,25	62,75	62,69	62,5	63	62	61,25	62,19	63	63	62,75	62,75	62,88		62,83	0,67
7	1215/0/550	63	64,5	64	63,5	63,75	64	62,5	63	62	62,88	64	62,5	62,5	62,5	62,88	62,5	63	63	63,5	63,00		63,13	0,72
8	1215/20/520	63	62,25	62,5	63	62,69	63,5	63,75	62,75	63,5	63,38	62,25	63,25	63	62,5	62,75	64	64,25	62,75	62,25	63,31		63,03	0,63
9	1215/28/535	63	62,75	62	62,5	62,56	63	62,5	63	62,5	62,75	62,25	62,75	62,75	61,25	62,25	63	64	63,5	60,75	62,81		62,59	0,78

ANEXO C – Dureza HRC das amostras após a DCT

DCT																								
Pop.	Rota	Amostra A				Média A	Amostra B				Média B	Amostra C				Média C	Amostra D				Média D		Média Total	Desvio Padrão
1	1185/0/520	-	-	-	-	62,44	-	-	-	-	62,69	-	-	-	-	62,63	-	-	-	-	62,06		62,45	0,54
2	1185/20/535	67	66	66,5	65	66,13	64,5	64	62,75	62,75	63,50	65	65,5	66,25	65,25	65,50	65,5	64,75	65,75	66,25	65,56		65,17	1,22
3	1185/28/550	64	67,25	65,5	65,5	65,56	67	65	65,5	65,5	65,75	65	66	64	65,5	65,13	64	66	65,75	64,5	65,06		65,38	0,96
4	1200/0/535	-	-	-	-	63,63	-	-	-	-	63,00	-	-	-	-	63,81	-	-	-	-	63,06		63,38	0,71
5	1200/20/550	64,25	64,25	64	65	64,38	66	66	65,25	66,5	65,94	64	65,75	66	64	64,94	63,75	65,25	64,75	65,25	64,75		65,00	0,89
6	1200/28/520	65,25	65,75	65	66,5	65,63	65	65,75	64,5	63	64,56	64,25	64,5	63,75	64	64,13	64,75	65,25	65,5	64,5	65,00		64,83	0,86
7	1215/0/550	-	-	-	-	63,75	-	-	-	-	62,88	-	-	-	-	62,88	-	-	-	-	63,00		63,13	0,72
8	1215/20/520	64,75	66	65	66	65,44	64	65,25	64,75	64,25	64,56	65,5	66,5	62,25	65,25	64,88	64	66	65,5	66	65,38		65,06	1,07
9	1215/28/535	66,25	66,5	65,5	67	66,31	64	65,5	65,5	67	65,50	64,75	65	65,5	66	65,31	65,25	66	65,5	66	65,69		65,70	0,79

ANEXO D – Dureza HRC das amostras após o 1º Revenido

1º Revenido																								
Pop.	Rota	Amostra A				Média A	Amostra B				Média B	Amostra C				Média C	Amostra D				Média D		Média Total	Desvio Padrão
1	1185/0/520	64	64	63	64	63,75	62,75	63	64	64	63,44	64,5	64,5	65	64,5	64,63	62,75	62,75	63	63,25	62,94		63,69	0,75
2	1185/20/535	64,25	64	64,5	64,25	64,25	65,75	64,5	64,5	65	64,94	64,25	62,75	64,75	64,5	64,06	65	65	65	64,5	64,25		64,53	0,64
3	1185/28/550	64	63,25	64,25	63	63,63	62,75	63,25	64	63,5	63,38	62,75	62,5	63,75	63	63,00	63,5	63,75	63,75	62,5	63,38		63,34	0,55
4	1200/0/535	64,25	64,25	64,75	64,5	64,44	65	64	64	63,25	64,06	65	64,5	65	65	64,88	65	65	65,5	65	65,13		64,63	0,56
5	1200/20/550	62,25	62,25	62,25	62,5	62,31	63,5	64	64	63,75	63,81	64	63,25	63,5	63,75	63,63	64	64,5	62	63	63,38		63,28	0,80
6	1200/28/520	64,75	64,25	64,25	64,75	64,50	64,5	65	65	64,75	64,81	64	64,25	63,25	64,5	64,00	65	66	65	65	65,25		64,64	0,60
7	1215/0/550	65,25	65	65,25	65,25	65,19	64,25	63,5	63,25	64,5	63,88	65,75	65,75	65,25	65,5	65,56	66,5	64,75	65,75	65,5	65,63		65,06	0,85
8	1215/20/520	64	64,5	64,5	65	64,50	65,75	65	65,5	66	65,56	64,75	66	65,75	65	65,38	64	64,5	65,75	65,75	65,00		65,11	0,69
9	1215/28/535	65,75	66	65	65	65,44	65	64,75	65	66,25	65,25	65	66	65	65,25	65,31	64,75	65	66	65	65,19		65,30	0,51

ANEXO E – Dureza HRC das amostras após o 2º Revenido

2º Revenido																								
Pop.	Rota	Amostra A				Média A	Amostra B				Média B	Amostra C				Média C	Amostra D				Média D		Média Total	Desvio Padrão
1	1185/0/520	63,25	64	64	64,25	63,88	64	65	64	65	64,50	64,75	65,25	65	65,5	65,13	62,25	64,5	64	65	63,94		64,36	0,83
2	1185/20/535	62,5	62,5	62	63	62,50	63,25	64	63,5	64,5	63,81	64	63	63,25	63	63,31	64,5	63,5	64	63,5	63,88		63,38	0,71
3	1185/28/550	62	63	62,75	62	62,44	62,5	62	63	61,75	62,31	61,75	61	62	63,25	62,00	64	63	61,5	62	62,63		62,34	0,77
4	1200/0/535	64	64	63,5	64,25	63,94	64,75	64,25	63,5	64,25	64,19	63	64,5	64,5	65	64,25	63,5	64,5	64	64,5	64,13		64,13	0,53
5	1200/20/550	62,25	61,5	61,25	61	61,50	63,25	63	63,25	63	63,13	62,5	63	62,75	63,5	62,94	62,25	62	61,75	62	62,00		62,39	0,76
6	1200/28/520	64	66,5	65	65	65,13	64	65	64,5	66	64,88	63	64	64	64	63,75	65	66	65,5	65,5	65,50		64,81	0,95
7	1215/0/550	63,5	63,25	64	64	63,69	60,5	60	63	63	61,63	64,5	64	64,25	64,75	64,38	63,75	63,75	64	65	64,13		63,45	1,37
8	1215/20/520	65	65	67,5	66,5	66,00	65	65,5	64,5	65,75	65,19	64,5	64,75	64,5	65,5	64,81	65,5	65,5	64,75	66	65,44		65,36	0,81
9	1215/28/535	65	64,5	64	64,75	64,56	64,75	64,5	63	64,25	64,13	64	64,25	64	64	64,06	64,75	65	63,5	63,75	64,25		64,25	0,56

ANEXO F – Perda de massa (g) após ensaio de desgaste abrasivo

Pop.	Rota	Amostra A (Mi, M300, M500)			RD300 (g)	RD500 (g)	Amostra B (Mi, M300, M500)			RD300 (g)	RD500 (g)	Amostra C (Mi, M300, M500)			RD300 (g)	RD500 (g)	Amostra D (Mi, M300, M500)			RD300 (g)	RD500 (g)		Média DR300	Desvio P. DR300	Média DR500	Desvio P. DR500
1	1185/0/520	10,698	10,6658	10,6537	0,0322	0,0443	10,8774	10,8518	10,8378	0,0256	0,0396	10,693	10,6547	10,6359	0,0383	0,0571	10,5081	10,4793	10,4607	0,0288	0,0474		0,031225	0,005432	0,0471	0,007398
2	1185/20/535	10,6024	10,5722	10,5518	0,0302	0,0506	10,6022	10,5663	10,5518	0,0359	0,0504	10,6465	10,6161	10,5985	0,0304	0,048	10,5404	10,5046	10,4901	0,0358	0,0503		0,033075	0,003206	0,049825	0,001223
3	1185/28/550	10,5464	10,5179	10,5099	0,0285	0,0365	10,4605	10,4222	10,4035	0,0383	0,057	10,5624	10,5442	10,5373	0,0182	0,0251	10,6293	10,6121	10,6042	0,0172	0,0251		0,02555	0,009916	0,035925	0,015043
4	1200/0/535	10,6153	10,5979	10,5934	0,0174	0,0219	10,6153	10,5855	10,5781	0,0298	0,0372	10,7336	10,6979	10,6796	0,0357	0,054	10,5701	10,5265	10,5142	0,0436	0,0559		0,031625	0,011041	0,04225	0,015958
5	1200/20/550	10,4143	10,3993	10,3943	0,015	0,02	10,622	10,6068	10,5973	0,0152	0,0247	10,7357	10,7187	10,7141	0,017	0,0216	10,6182	10,6021	10,5958	0,0161	0,0224		0,015825	0,000918	0,022175	0,001957
6	1200/28/520	10,5022	10,4875	10,4848	0,0147	0,0174	10,8268	10,8019	10,7913	0,0249	0,0355	10,8268	10,8019	10,7913	0,0249	0,0355	10,7638	10,7464	10,7414	0,0174	0,0224		0,020475	0,005227	0,0277	0,009235
7	1215/0/550	10,7184	10,7002	10,6948	0,0182	0,0236	10,5724	10,5521	10,544	0,0203	0,0284	10,4443	10,411	10,3867	0,0333	0,0576	10,5852	10,5648	10,5534	0,0204	0,0318		0,02305	0,006908	0,03535	0,01521
8	1215/20/520	10,5066	10,4627	10,4624	0,0439	0,0442	10,5172	10,4737	10,4624	0,0435	0,0548	10,6385	10,6198	10,6121	0,0187	0,0264	10,6386	10,609	10,5923	0,0296	0,0463		0,033925	0,012134	0,042925	0,011932
9	1215/28/535	10,4446	10,3956	10,3801	0,049	0,0645	10,5839	10,537	10,5314	0,0469	0,0525	10,4564	10,4216	10,3961	0,0348	0,0603	10,6654	10,6302	10,6091	0,0352	0,0563		0,041475	0,007527	0,0584	0,005165

ANEXO G – Microdurezas HV 500 g

Têmpera									
Pop.	Rota	MicroDureza 0,5						Média	Desvio
1	1185	909	877	875	851	894	849	876	24
4	1200	915	892	893	870	943	903	903	25
7	1215	856	851	874	855	850	841	855	11

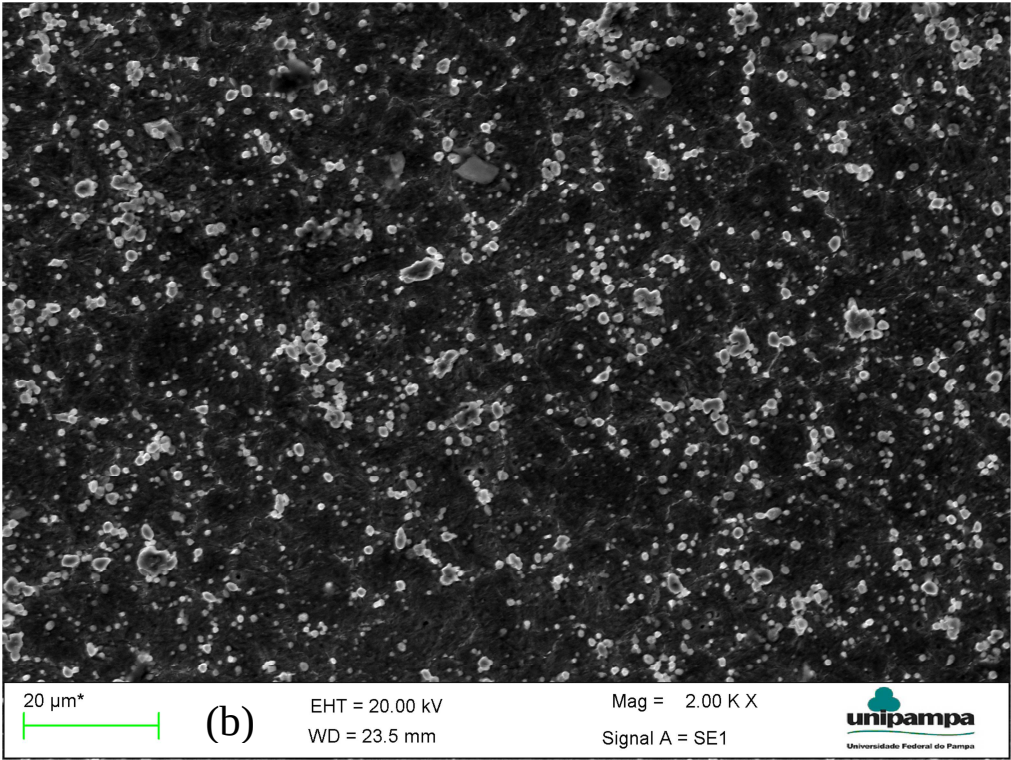
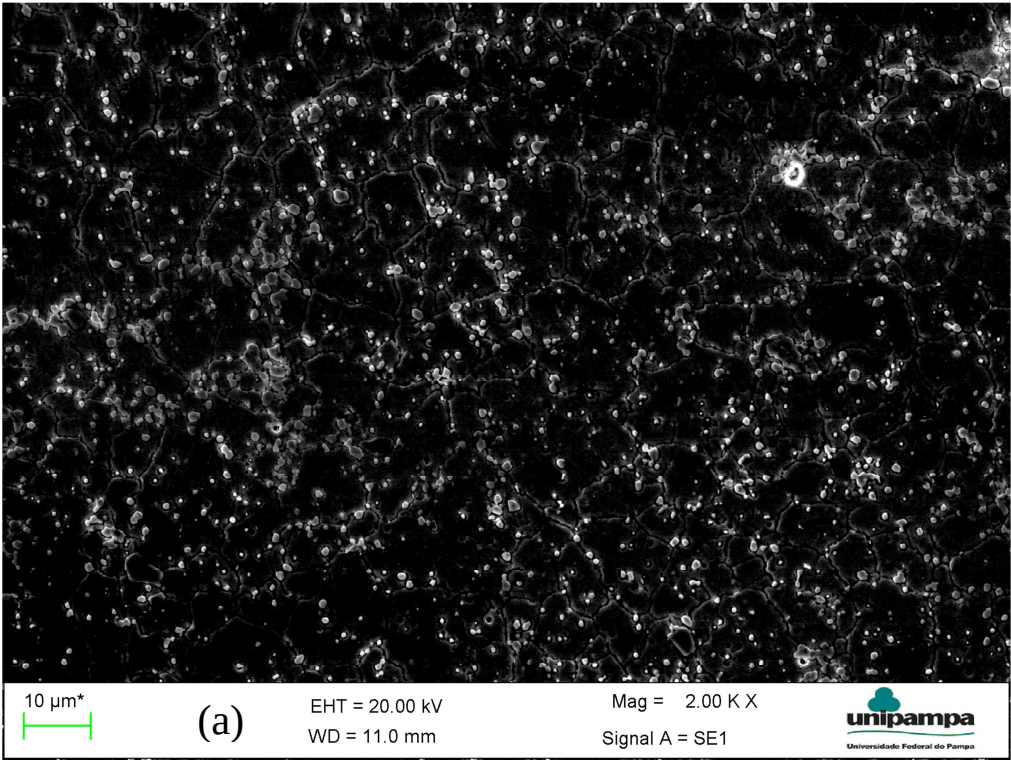
Têmpera e DCT									
Pop.	Rota	MicroDureza 0,5						Média	Desvio
2	1185/20	914	950	957	956	943	918	940	19
5	1200/20	911	905	935	900	921	914	914	12
9	1215/28	957	938	913	978	916	935	940	25

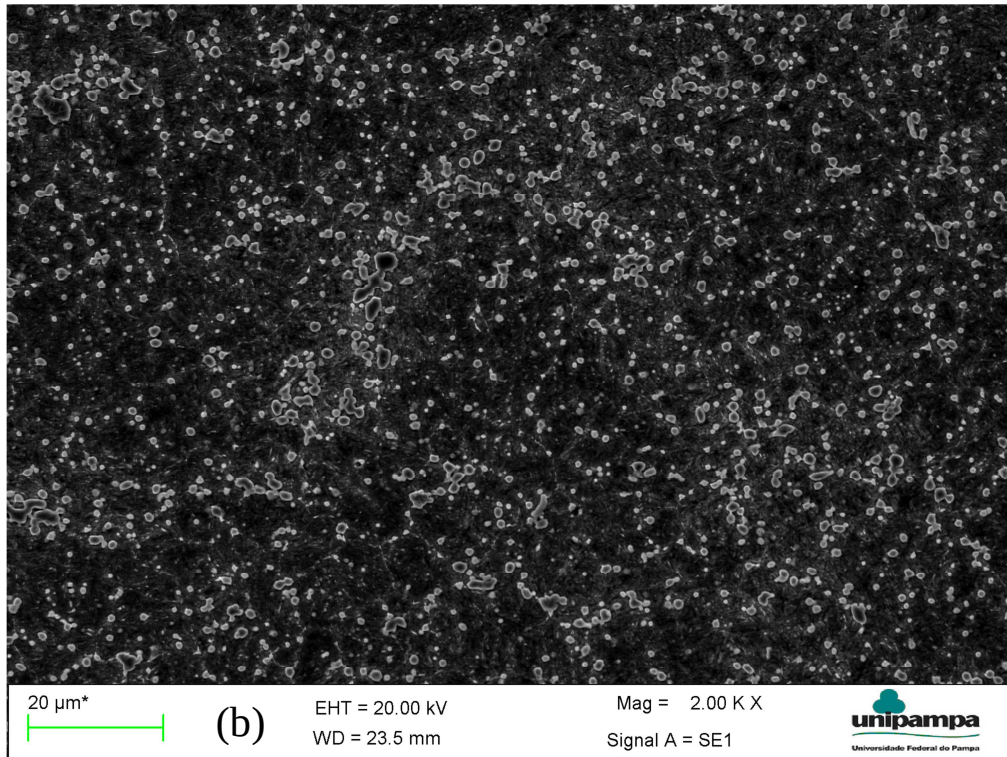
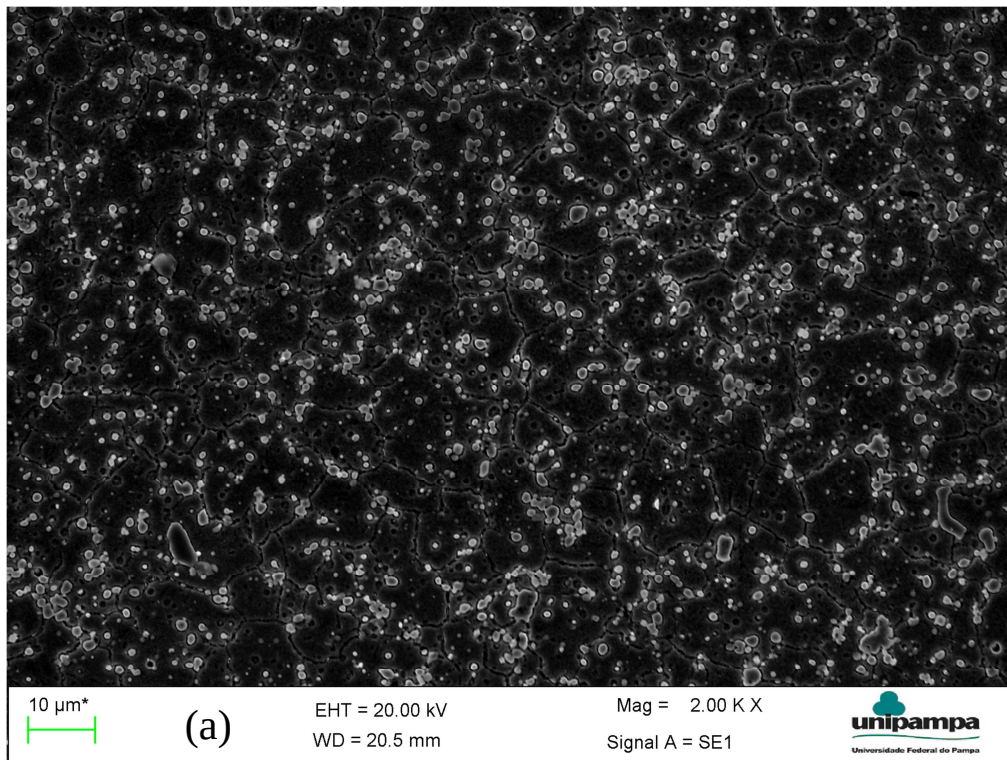
Rota Completa									
Pop.	Rota	MicroDureza 0,5						Média	Desvio
1	1185/0/520	955	994	985	977	990	984	981	14
2	1185/20/535	1005	964	977	958	987	1013	984	22
4	1200/0/535	983	953	985	945	952	940	960	19
5	1200/20/550	950	937	962	967	954	967	956	12
7	1215/0/550	892	914	891	960	891	901	908	27
9	1215/28/535	938	968	974	971	965	967	964	13

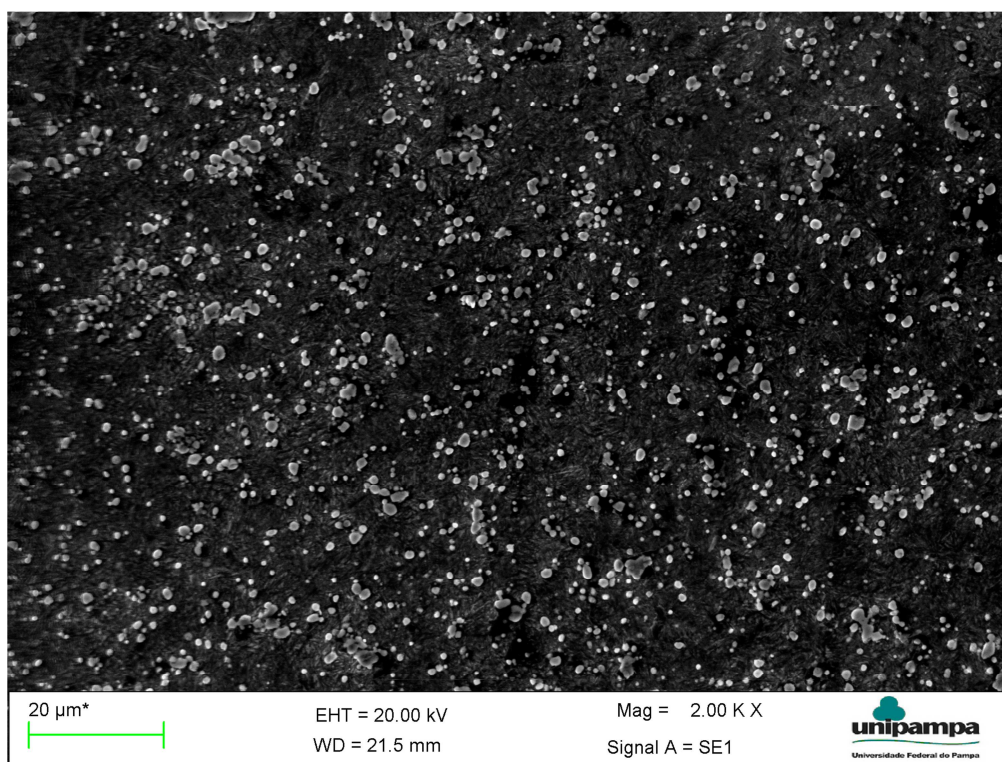
ANEXO H – Microdurezas HV 500 g, amostras com Tratamento Completo

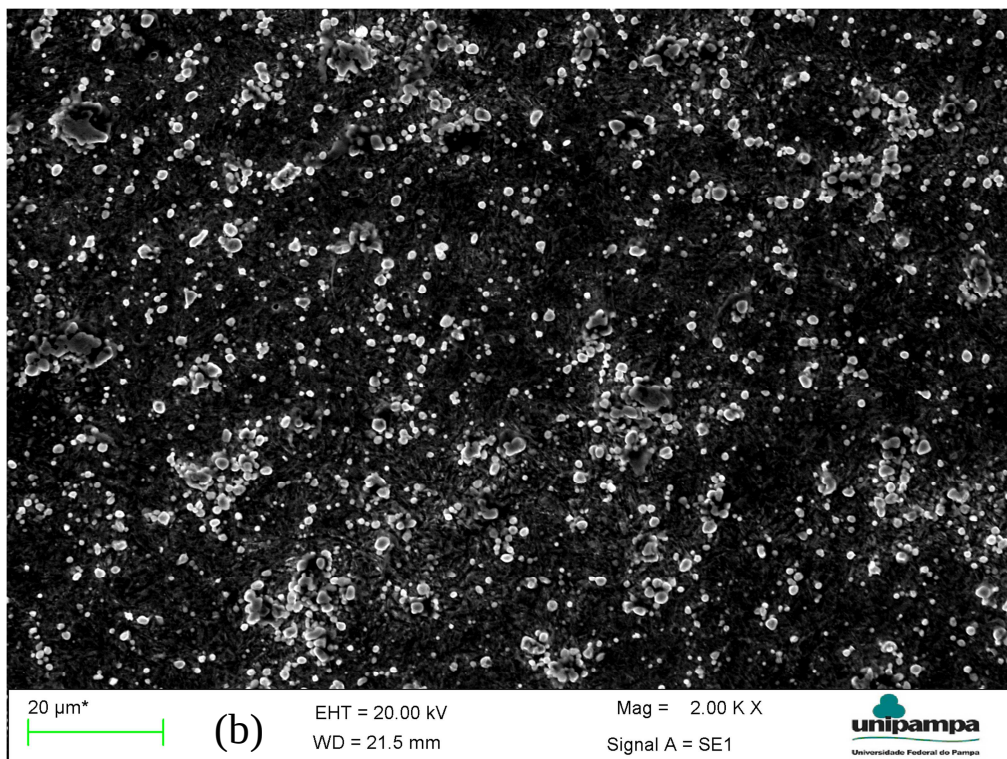
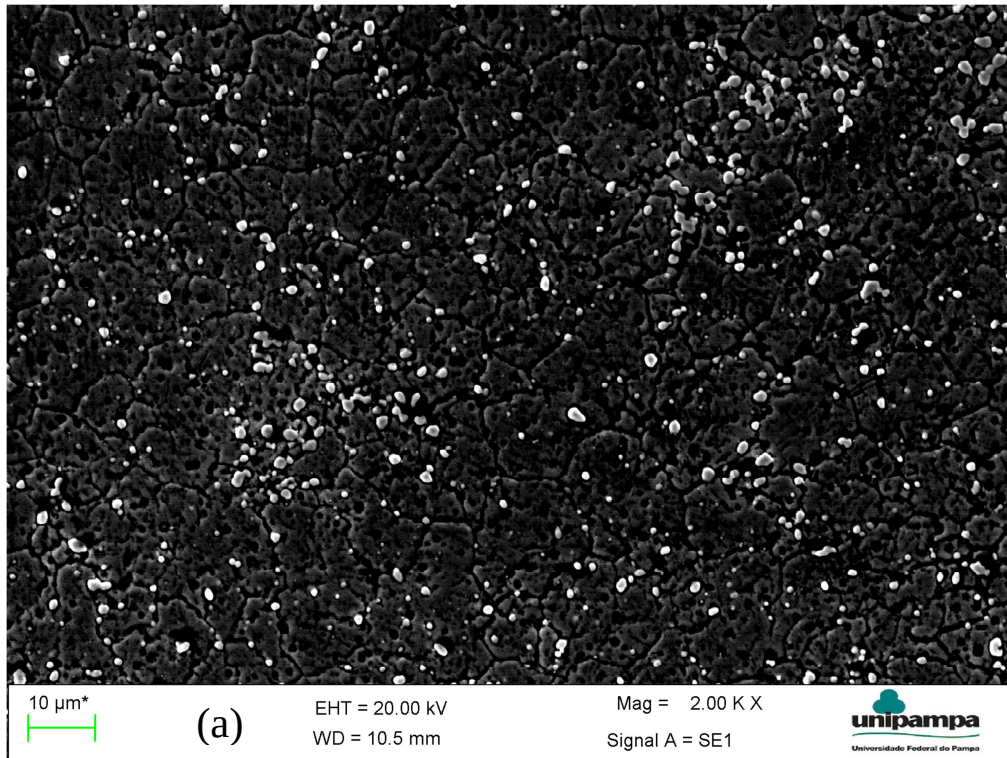
Rota Completa									
Pop.	Rota	MicroDureza 0,5						Média	Desvio
1	1185/0/520	955	994	985	977	990	984	981	14
2	1185/20/535	1005	964	977	958	987	1013	984	22
3	1185/28/550	1007	1040	1021	1013	1047	1042	1028	17
4	1200/0/535	983	953	985	945	952	940	960	19
5	1200/20/550	950	985	962	967	954	967	964	12
6	1200/28/520	1064	1095	1105	1077	1086	1101	1088	16
7	1215/0/550	892	914	891	960	891	901	908	27
8	1215/20/520	976	945	961	954	934	927	950	18
9	1215/28/535	938	968	974	971	965	967	964	13

ANEXO I – Microestrutura Rota 1200/0/0 (a) e Rota 1200/0/535 (b)

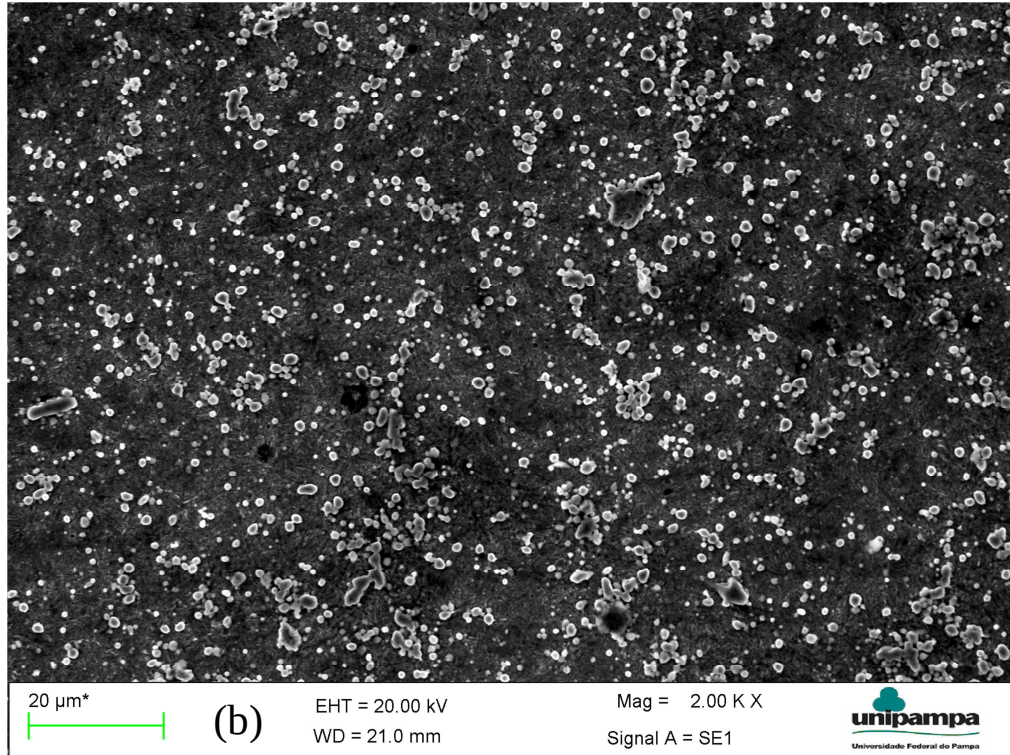
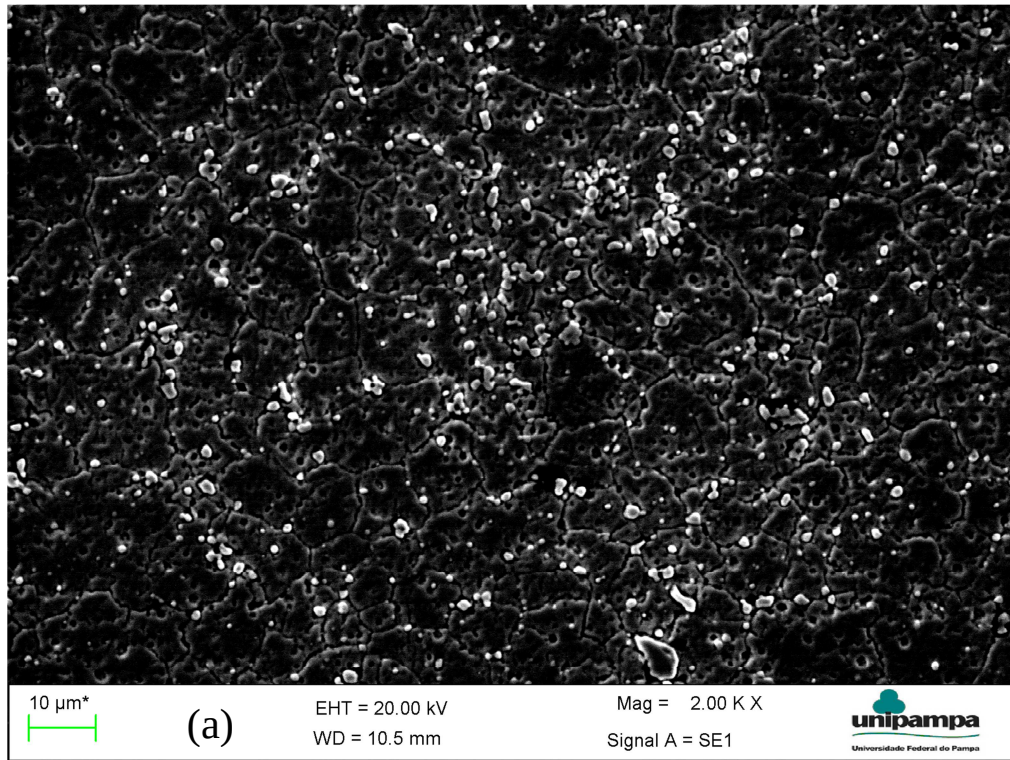


ANEXO I – Microestrutura Rota 1200/20/0 (a) e Rota 1200/20/550 (b)

ANEXO J – Microestrutura Rota 1200/28/520

ANEXO K – Microestrutura Rota 1215/0/0 (a) e Rota 1215/0/550 (b)

ANEXO L – Microestrutura Rota 1215/28/0 (a) e Rota 1215/20/520 (b)



ANEXO M – Microestrutura Rota 1215/28/535