

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO
RIO GRANDE DO SUL

MAURO FRANCISCO CASTRO MOSCOSO

**O EFEITO DA TAXA DE RESFRIAMENTO E TRATAMENTO
CRIOGÊNICO SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO
FERRAMENTA ABNT D2**

CAXIAS DO SUL

2017

MAURO FRANCISCO CASTRO MOSCOSO

**O EFEITO DA TAXA DE RESFRIAMENTO E TRATAMENTO CRIOGÊNICO SOBRE
A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO FERRAMENTA ABNT D2**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais para a obtenção do grau de Mestre Profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Tecnologia e Engenharia de Materiais

Linha de Pesquisa: Tecnologia da transformação de materiais

Orientador: Prof. Dr Juliano Cantarelli Toniolo

CAXIAS DO SUL

2017

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, *Campus* Caxias do Sul

62 M895e	<p>Moscoso, Mauro Francisco Castro</p> <p>O efeito da taxa de resfriamento e tratamento criogênico sobre a tenacidade à fratura do aço ferramenta ABNT D2 / [manuscrito] / Mauro Francisco Castro Moscoso; Orientador, Juliano Cantarelli Toniolo. -- Caxias do Sul, RS : 2017. 60 f., : il.</p> <p>Trabalho de Conclusão de Curso (mestrado) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, <i>Campus</i> Caxias do Sul. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais.</p> <p>Inclui referências</p> <p>1. Engenharia - Tecnologia. 2. Engenharia de materiais. 3. Aço ferramenta. 4. Tenacidade à fratura. 5. Tratamento criogênico. 6. Tratamentos térmicos. I. Toniolo, Juliano Cantarelli. II. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU 51</p>
-------------	--

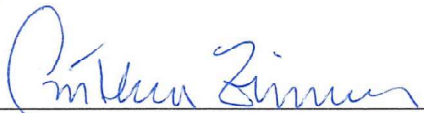
MAURO FRANCISCO CASTRO MOSCOSO

**O EFEITO DA TAXA DE RESFRIAMENTO E TRATAMENTO CRIOGÊNICO
SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DO AÇO FERRAMENTA ABNT D2**

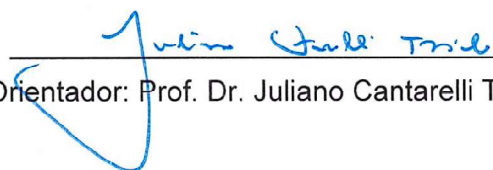
Qualificação ou Trabalho Final apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre Profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais.

BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr. Alexandre Vieceli – UCS


Prof. Dra. Cinthia Zimmer – IFRS


Prof. Dr. Pedro H.C.P. da Cunha – IFRS


Orientador: Prof. Dr. Juliano Cantarelli Toniolo – IFRS

Apresentado e aprovado em: 20 de dezembro de 2017.

Local da defesa: Caxias do Sul, RS, Brasil

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr Juliano Cantarelli Toniolo pela orientação, dedicação e ensinamentos.

Aos Professores do IFRS e colegas do mestrado pelas horas de conversas e aprendizado.

A empresa Termo Aço por acreditar e viabilizar o projeto de pesquisa disponibilizando recursos e máquinas.

As empresas Schmolz + Bickenbach, Rockembach e Dasa, pelo apoio para produção dos corpos de prova.

Ao Prof. Msc. Jefferson Hag e ao LAMEF – UFRGS pelo apoio técnico nos ensaios de tenacidade à fratura.

A minha esposa Cássia e filha Maria Eduarda, pela atenção, carinho, compreensão e amor durante toda a jornada deste desafio.

Aos meus pais Francisco e Rosa Myrian pelo amor e incentivo ao estudo.

E a todos que de alguma forma contribuíram para o sucesso deste trabalho.

“Algo só é impossível até que alguém duvide
e resolva provar o contrário” (Albert Einstein)

RESUMO

Aços utilizados em ferramentas de corte precisam ter uma ótima relação entre dureza e tenacidade para garantir um bom desempenho em trabalho. O controle sobre a morfologia e distribuição dos carbonetos, bem como as fases presentes após o tratamento térmico tem grande influência sobre a tenacidade. Como a taxa de resfriamento e a inserção do tratamento criogênico modificam estas características, o objetivo do trabalho é estudar a influência destes parâmetros sobre a microestrutura e a correspondente tenacidade. Com isso, avaliar o impacto destes fatores no ciclo de tratamento térmico do material ABNT D2 na faixa de dureza de 58-60 HRC. Para isso serão realizados ciclos de tratamentos térmicos em diferentes condições para análise das curvas de resfriamento, fases presentes e sua proporção através de difração de raios-X, tamanho e distribuição dos carbonetos através de metalografia e MEV, medição de dureza Rockwell C e ensaio de tenacidade à fratura. Os resultados permitem avaliar o impacto da taxa de resfriamento e tratamento criogênico sobre a tenacidade à fratura, mostrando que os melhores resultados são obtidos para os ciclos sem criogenia, havendo uma redução de 8% da tenacidade à fratura para ciclos criogênicos. No entanto, a quantidade de carbonetos secundários menores foi maior para os ciclos com criogenia, sendo o ciclo com criogenia e menor taxa de resfriamento a condição que apresentou maior precipitação durante o revenimento, cerca de 51% de acréscimo em relação a condição inicial. Desta forma, o trabalho foi capaz de elucidar os impactos das diferentes rotas de tratamento térmico sobre a dureza e tenacidade à fratura.

Palavras chave: Aço Ferramenta. Tenacidade à Fratura. Tratamento Criogênico. Tratamentos Térmicos.

ABSTRACT

Steel used in cutting tools need to have good relationship between its hardness and its toughness in order to ensure good performance. The control over morphology and distribution of carbides, as well as their phases after heat treatment has great influence on the material toughness. As the cooling rate and the insertion of the cryogenic treatment modify these characteristics, the objective of this study is to understand the influence of these parameters on the microstructure and the resulting toughness. Therefore, it allows an evaluation of the impact of these factors in the thermal treatment cycle of the ABNT2 material in the hardness range of 58-60 HRC. To accomplish this, cycles of heat treatment in different conditions will be made for the analysis of the cooling curves, current phases and their proportion through X-ray diffraction, sizes and distribution of the carbides through metallography and SEM, measurements of Rockwell C hardness and test of fracture toughness. The results allow an evaluation of the impact of the cooling rate and cryogenic treatment on fracture toughness, showing that the best results are obtained for cycles without cryogenics, with a reduction of 8% in fracture toughness for cryogenic cycles. However, the number of minor secondary precipitates were shown to be higher for cryogenic cycles, with the cryogenic cycle and lower cooling rate being the condition that has presented higher precipitation during the tempering process, showing 51% increase over the initial condition. Therefore, this study was able to elucidate the impact of the different thermal treatment routes on the hardness and fracture toughness.

Keywords: Tool steel. Fracture toughness. Cryogenic treatment. Heat treatment.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Influência dos elementos de liga na estabilização da (a) ferrita e (b) austenita adaptado de (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006)	3
Figura 2 - Influência do Cromo sobre a solubilidade de carbono na austenita adaptado de(BAIN; PAXTON, 1966).....	4
Figura 3 - Comparação da taxa de resfriamento entre ar calmo e ar comprimido a 1Kg/cm ² durante o resfriamento de uma esfera de prata com diâmetro de 20mm, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).	9
Figura 4 - Taxas de resfriamentos para uma barra de 25 mm de diâmetro em diferentes gases de têmpera, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).	10
Figura 5 - Curva de resfriamento contínuo para o aço ABNT D2 austenitizado a 1020° C por 30 minutos adaptado de (BÖLLER EDELSTAHL GMBH, 2004).	11
Figura 6 - Diagrama de tempo de resfriamento para o aço ABNT D2austenitizado a 1020° C por 30 minutos adaptado de (BÖLLER EDELSTAHL GMBH, 2004).	12
Figura 7 - Distorção de Bain na estrutura cristalina gerada pela transformação martensítica. (A) Sistema cúbico de face centrada. (B) Representação da austenita tetragonal. (C) Martensita tetragonal. (D) Sistema cúbico de corpo centrado. Adaptado de (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009).....	13
Figura 8 - Energia livre associada às fases austenita (γ) e martensita (α') para uma dada composição de carbono, adaptado de (PORTER; EASTERLING, 1992).....	14
Figura 9 - Posição dos elementos na tabela periódica que são fortes formadores de carbonetos (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006).	15
Figura 10 - Diagrama de % em peso de fases de equilíbrio em função da temperatura adaptado de (MOHAMMED et al., 2014).....	16
Figura 11 - Relação entre %C e volume de austenita retida, M_s e volume de martensita em ripas adaptado de (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009).	17
Figura 12 - Fatores que influenciam a estabilidade da austenita adaptado de (SCHASTLIVTSEV et al., 2014a).	18
Figura 13 - Ciclo de tratamento térmico de um aço ferramenta, e fases conforme temperatura de processo e meio de resfriamento. RT: Austenita Retida; F+C: Ferrita e Carbonetos; A+F+C: Austenita, Ferrita e Carbonetos; A+C: Austenita e Carbonetos; L: Líquido.	19
Figura 14 - Influência da temperatura criogênica na precipitação de carbonetos para diversas temperaturas de austenitização do ABNT D2 adaptado de (GILL et al., 2011).	20

Figura 15 - Influência do tempo de tratamento criogênico sobre a precipitação de carbonetos para diversas temperaturas de austenitização do ABNT D2 adaptado de (GILL et al., 2011)	21
Figura 16 - Esquema de um tanque criogênico adaptado de (MOLINARI et al., 2001)....	22
Figura 17 - Exemplo de curva de resfriamento de um tratamento criogênico (MOLINARI et al., 2001).	22
Figura 18 - Tensões próximas à ponta da trinca em um material elástico, adaptado de (ANDERSON, 2012).	25
Figura 19 - Fluxograma do Projeto de Experimentos.	28
Figura 20 - Corpos de prova produzidos para tratamento térmico.	30
Figura 21 - Amostras para o ensaio de tenacidade à fratura. (a) Posição dos corpos de prova em relação a amostra inicial.(b) Dimensões dos corpos de prova e entalhes em mm, para o ensaio de tenacidade à fratura.	31
Figura 22 - Orientação do plano de trinca (ASTM E1823, 2013).	32
Figura 23 - Equipamento para o ensaio de tenacidade à fratura geometria SE(B).	32
Figura 24 - Micrografia das amostras como recebidas, direção transversal ataque Nital 2%, onde é possível observar os carbonetos primários distribuídos na matriz coalescida.	34
Figura 25 - Micrografia das amostras como recebidas, direção longitudinal ataque Nital 2%, onde é possível observar os carbonetos primários alinhados na direção de laminação na matriz coalescida.	34
Figura 26 - Micrografia das amostras como recebidas, direção longitudinal com maior detalhamento ataque Nital 2%, evidenciando os carbonetos esferoidizados em uma matriz ferrítica.	35
Figura 27 - Microestrutura condição 1 $\lambda=2,8$ (menor taxa de resfriamento), ataque Nital 2%, é possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido a grande quantidade de cromo em solução sólida... ..	35
Figura 28 - Microestrutura condição 1 para $\lambda=1,8$ (maior taxa de resfriamento), ataque Nital 2%, é possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido a grande quantidade de cromo em solução sólida.	36
Figura 29 - (a) Microestrutura condição 1 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 1 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido à grande quantidade de cromo em solução sólida.	37

Figura 30 - Classificação dos carbonetos secundários por tamanho.....	38
Figura 31 - Exemplo de contagem de carbonetos para condição 1 $\lambda=2,8$, utilizando o software ImageJ.	38
Figura 32 - (a) Microestrutura condição 2 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 2 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido à grande quantidade de cromo em solução sólida.	40
Figura 33 - (a) Microestrutura condição 3 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 3 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão e a matriz martensítica.	41
Figura 34 - Comparação da microestruturas (a) condição 1 e (b) condição 3. É possível observar que a quantidade de carbonetos secundários é maior na condição 3, além do ataque reativo ser mais eficiente.	43
Figura 35 - Microestrutura ABNT D2 temperado e revenido sem criogenia, (DAS; DUTTA; RAY, 2010a), onde SSCs corresponde a carbonetos secundários pequenos, LSCs corresponde a carbonetos secundários maiores e γ_R corresponde a austenita retida.....	43
Figura 36 - (a) Microestrutura condição 4 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 4 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão e a matriz martensítica.	44
Figura 37 - Comportamento dos carbonetos em relação a condição de tratamento.....	45
Figura 38 - Curva de Probabilidade Normal dos Resíduos.	47
Figura 39 - Gráfico Valor Ajustado vs Fator A/Fator B.	48
Figura 40 - Curva de Probabilidade Normal dos Resíduos.	50
Figura 41 - Gráfico Valor Ajustado vs Fator A/Fator B.	51
Figura 42 - Resultados obtidos para a amostra 04.01 na análise de difração.....	52
Figura 43 - (a) Difratoograma de um ABNT D2 austenitizado em diferentes temperaturas usando radiação $\text{Cu K}\alpha$, adaptado de (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015). (b) (a) Difratoograma de um ABNT D2 em diferentes condições de tratamento subzero usando radiação $\text{Mo K}\alpha$, adaptado de (DAS; DUTTA; RAY, 2010a).	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Faixa de Composição Química ABNT D2.....	6
Tabela 2 - Principais tratamentos térmicos e termoquímicos no AISI D2 adaptado de (HARRY CHANDLER, 1995).....	7
Tabela 3 - Propriedades físico-químicas dos gases de têmpera, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).....	9
Tabela 4 - Estrutura cristalina de alguns carbonetos, adaptado de (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998).....	15
Tabela 5 - Composição Química das amostras.....	27
Tabela 6 - Fatores e níveis do projeto experimental.....	28
Tabela 7 - Aleatorização das corridas para os ensaios de dureza e tenacidade à fratura.	29
Tabela 8 - Codificação para corpos de prova para os ensaios de metalografia, raios-X e MEV.....	30
Tabela 9 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 1 e sua representação gráfica.	39
Tabela 10 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 2 e sua representação gráfica.	40
Tabela 11 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 3 e sua representação gráfica.	42
Tabela 12 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 4 e sua representação gráfica.	45
Tabela 13 - Aumento da % de carbonetos 220-350nm em relação à condição inicial. ...	45
Tabela 14 - Dureza na escala HRC das amostras em ordem aleatória.	46
Tabela 15 - Ciclos de tratamentos térmicos e durezas (HRC) correspondentes.	46
Tabela 16 - Análise de variância das variáveis em função da dureza.....	47
Tabela 17 - Resultados do ensaio de tenacidade à fratura.	49
Tabela 18 - Ciclos de tratamentos térmicos e tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2}) correspondente.....	49
Tabela 19 - Análise de variância das variáveis em função da tenacidade à fratura.....	49
Tabela 20 - Resultados da análise de difração de raios-X.	53
Tabela 21 - Ciclos de tratamentos térmicos e volume de Austenita Retida correspondente.....	54

SIGLAS, TERMOS E ABREVIações

A	<i>Austenita</i>
a_0	<i>Trinca inicial para ensaio de tenacidade à fratura</i>
ABNT	<i>Associação Brasileira de Normas Técnicas</i>
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ANOVA	<i>Análise de variância</i>
B	<i>Bainita</i>
B	<i>Espessura do corpo de prova para ensaio de tenacidade à fratura</i>
B_N	<i>Espessura do corpo de prova para ensaio de tenacidade à fratura entre ranhuras</i>
CFC	<i>Estrutura cúbica de face centrada</i>
CPs	<i>Corpos de prova</i>
D2	<i>Aço ferramenta para trabalho a frio série D classe 2</i>
F _{tab}	<i>Valor da tabela F</i>
HRC	<i>Dureza Rockwell na escala C</i>
K	<i>Carbonetos</i>
K _I	<i>Fator de intensidade de tensão</i>
K _{IC}	<i>Fator de intensidade de tensão em estado plano de tensão</i>
K _Q	<i>Fator de intensidade condicional</i>
kN	<i>Quilonewtons</i>
L _k	<i>Carbonetos ledeburíticos</i>
M	<i>Martensita</i>
MEV	<i>Microscópio eletrônico de varredura</i>
MFEP	<i>Mecânica da fratura elasto-plástica</i>
MFLE	<i>Mecânica da fratura linear elástica</i>

MO	<i>Microscopia ótica</i>
NBR	<i>Norma brasileira regulamentadora</i>
P	<i>Perlita</i>
PQ	<i>Carga momentânea durante ensaio de tenacidade à fratura</i>
Pm	<i>Carga máxima aplicada durante ensaio de tenacidade a fratura</i>
P-Value	<i>Probabilidade de significância</i>
RA	<i>Austenita retida</i>
S	<i>Distância entre roletes centro a centro para ensaio de tenacidade à fratura</i>
SAE	<i>Society of Automotive Engineers</i>
Temp.	<i>Temperatura</i>
W	<i>Largura do corpo de prova para ensaio de tenacidade à fratura</i>
Y	<i>Função definida para a_0/W</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

α	<i>Ferrita</i>
α'	<i>Martensita</i>
γ	<i>Austenita</i>
λ	<i>Parâmetro de resfriamento</i>
$^{\circ}\text{C}$	<i>Graus Celsius</i>
a_0	<i>Parâmetro de rede</i>
Å	<i>Angstroms</i>
Al	<i>Alumínio</i>
Be	<i>Berílio</i>
C	<i>Carbono</i>
cm^2	<i>Centímetros quadrados</i>
Co	<i>Cobalto</i>
Cu	<i>Cobre</i>
Fe	<i>Ferro</i>
G	<i>Energia livre de Gibbs</i>
Hg	<i>Mercúrio</i>
H_2O	<i>Água</i>
kg	<i>Quilograma</i>
kgf	<i>Quilograma-força</i>
KV	<i>Quilo volts</i>
mA	<i>Miliampère</i>
mm	<i>milímetros</i>
Mn	<i>Manganês</i>
Mo	<i>Molibdênio</i>
MPa	<i>Megapascal</i>

<i>Ms</i>	<i>Martensita inicial</i>
<i>Mf</i>	<i>Martensita final</i>
<i>N</i>	<i>Nitrogênio</i>
<i>N₂</i>	<i>Gás Nitrogênio</i>
<i>Nb</i>	<i>Nióbio</i>
<i>Nd</i>	<i>Neodímio</i>
<i>Ni</i>	<i>Níquel</i>
<i>nm</i>	<i>Nanômetros</i>
<i>P</i>	<i>Fósforo</i>
<i>S</i>	<i>Enxofre</i>
<i>s</i>	<i>Segundos</i>
<i>Sn</i>	<i>Estanho</i>
<i>Ta</i>	<i>Tântalo</i>
<i>Ti</i>	<i>Titânio</i>
<i>V</i>	<i>Vanádio</i>
<i>W</i>	<i>Tungstênio</i>
<i>Zn</i>	<i>Zinco</i>
<i>Zr</i>	<i>Zircônio</i>

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVO	2
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
3.1. Aços Ferramentas	2
3.1.1. Classificação	5
3.1.2. Aço Ferramenta para Trabalho a Frio Série D	5
3.2. Tratamentos Térmicos	6
3.2.1. Têmpera	7
3.2.2. Martensita	12
3.2.3. Carbonetos	14
3.2.4. Austenita Retida	17
3.2.5. Tratamento Térmico de Aços Ferramenta	19
3.3. Tratamento Criogênico	20
3.3.1. Transformação da Austenita Retida	23
3.4. Tenacidade à Fratura	24
4. MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1. Material Utilizado	27
4.2. Planejamento Experimental	27
4.3. Preparação dos Corpos de Prova	29
4.4. Metalografia	30
4.5. Ensaio de Dureza	31
4.6. Ensaio de Tenacidade à Fratura	31
4.7. Análise de Fases por Difração de Raios-X	32
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
5.1. Microscopia	33
5.2. Ensaio de Dureza	46

5.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura	48
5.4. Análise de Fases por Difração de Raios-X	51
6. CONCLUSÕES.....	55
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	57
8. REFERÊNCIAS.....	58

1. INTRODUÇÃO

O setor metal mecânico da região da serra gaúcha é um grande mercado consumidor de aço ferramenta, devido ao elevado número de indústrias metalúrgicas presentes na região. A necessidade crescente do aumento de produtividade motiva as empresas a investir cada vez mais no desenvolvimento de processos para suprir esta demanda.

Aços ferramentas são aços de alta liga projetados para atender as mais variadas necessidades de aplicação como matrizes, moldes, ferramentas de corte intermitente e contínuo, ferramentas de conformação de chapas, corte a frio, componentes de máquinas, entre outros.

Segundo (BLAZYNSKI, 1986) a fabricação de uma ferramenta deve combinar restrições financeiras e engenharia de projeto. Pois quando uma ferramenta falha não se deve levar em conta apenas o custo da ferramenta e sim todo o custo da interrupção de uma linha de produção. Desta forma a matéria prima e suas propriedades devem ser bem selecionadas para o melhor rendimento da ferramenta.

Dentre os aços ferramentas mais utilizados destacasse o aço ABNT D2, para aplicação em estampagem, cunhagem e repuxo, rolos laminadores de roscas, centros para tornos, punções e calibres. Caracterizado pela alta estabilidade dimensional e alta resistência ao desgaste. Correspondendo entorno de 22% de todos os aços ferramentas tratados termicamente na região (IDS, 2009).

Diversos estudos (DAS; DUTTA; RAY, 2010a; DAVIS; KING, 1993; LI et al., 2014) sobre a influência dos parâmetros de tratamento térmico nas propriedades metalúrgicas das ferramentas já foram realizados com o objetivo de aumentar a vida útil. A melhora da resistência mecânica, resistência ao desgaste e tenacidade é o foco principal dos pesquisadores (GILL et al., 2011). A temperatura de austenitização, tempo de encharque, resfriamento, tratamento criogênico e revenimento, são os parâmetros mais estudados (AMINI; AKHBARIZADEH; JAVADPOUR, 2012; GILL et al., 2011; LESKOVŠEK; ŠUŠTARŠIČ; JUTRIŠA, 2006).

O presente trabalho avaliará o efeito da taxa de resfriamento e do tratamento criogênico sobre a microestrutura e a correspondente tenacidade à fratura no aço ferramenta ABNT D2 temperado em forno a vácuo. Desta forma, determinar a condição de microestrutura que melhore a tenacidade à fratura, além de estudar como estes parâmetros têm influência sobre as características e morfologia da microestrutura resultante. Para isso, os seguintes parâmetros serão mantidos constantes: material (barra redonda laminada), geometria dos corpos de prova, taxa de aquecimento, temperatura de austenitização, tempo de austenitização, gás de tempera (N_2), fornos de tratamento térmico, método criogênico (N_2 líquido, *Deep Cryogenic Treatment*) e temperatura de revenimento 480°C.

2. OBJETIVO

O objetivo principal do trabalho é avaliar a influência da taxa de resfriamento e do tratamento criogênico sobre a microestrutura e correspondente tenacidade à fratura, para determinar o ciclo de tratamento térmico que aumente a tenacidade do material em estudo na faixa de dureza de 58-60 HRC.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Ferramentas

Aços ferramentas são aços com elevado teor de elementos de liga, como Cromo, Molibdênio, Tungstênio, Vanádio, entre outros. O alto carbono e a presença de elementos de liga têm como objetivos aumentar a resistência mecânica e a dureza, sendo que a microestrutura típica destes aços contém matriz martensítica com carbonetos dispersos (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998). A morfologia desta microestrutura depende do histórico dos processos pelos quais o material foi submetido, como solidificação, conformação a quente, metalurgia do pó, tratamentos térmicos, entre outros.

Por exemplo, os carbonetos nos contornos de grão crescem consideravelmente a cada ciclo de forjamento, já os carbonetos secundários na matriz não estão sujeitos ao coalescimento, pois têm um maior caminho de difusão. Para cada ciclo de aquecimento/deformação há uma diminuição da quantidade de carbonetos menores e

um aumento da quantidade de carbonetos maiores, este fenômeno ocorre para promover a diminuição da energia de superfície das partículas. Já os grãos se tornam menores devido ao processo de recristalização (BOMBAC et al., 2013).

Os elementos de liga causam modificações no equilíbrio das fases presentes no aço, uma das principais modificações é sobre o campo austenítico, esta influência pode ocorrer de duas maneiras, pela expansão ou contração do campo austenítico (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). O cromo, vanádio e molibdênio contraem o campo austenítico e são denominados de estabilizadores de ferrita, já o carbono, manganês e níquel expandem o campo austenítico e são denominados de estabilizadores de austenita. A influência de alguns elementos de liga sobre estabilização da ferrita e austenita pode ser vista na **Figura 1**.

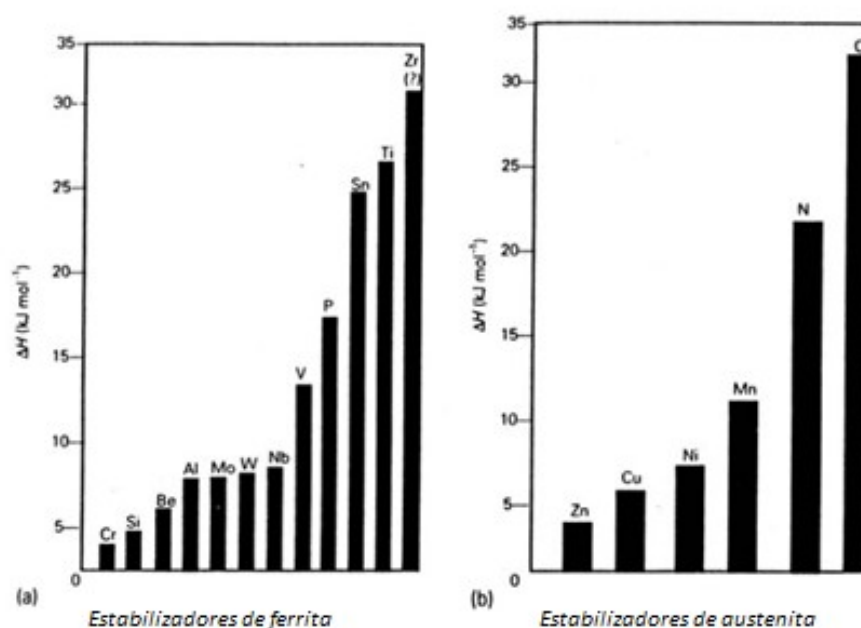


Figura 1 - Influência dos elementos de liga na estabilização da (a) ferrita e (b) austenita adaptado de (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006)

A presença de carbonetos aumenta a dureza, a resistência mecânica e a resistência ao desgaste. Os principais formadores de carbonetos são Cromo, Tungstênio, Molibdênio, Vanádio, Titânio, Nióbio e Zircônio. Alguns formadores de carbonetos também são estabilizadores de ferrita (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010)

O cromo é um dos principais elementos de liga adicionados aos aços ferramentas, desde teores muito baixos até muito altos. Aços com 5% de cromo junto a 1% de molibdênio possuem uma ótima temperabilidade, sendo passíveis de serem endurecidos ao ar. Aços de 11% a 14% de cromo com carbono elevado possuem uma notável resistência ao desgaste devido à presença de carbonetos (CHIAVERIVI, 1990). A influência do cromo sobre a quantidade de carbono em solução sólida pode ser vista na **Figura 2**.

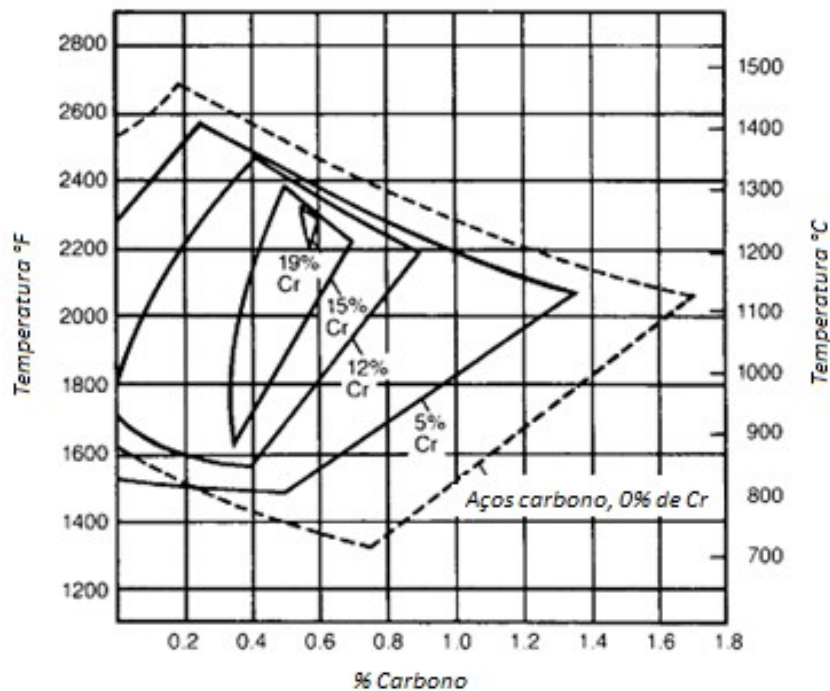


Figura 2 - Influência do Cromo sobre a solubilidade de carbono na austenita adaptado de (BAIN; PAXTON, 1966).

Existe uma grande variedade de aços ferramentas com composições químicas diferentes, que atendem as mais variadas demandas. Estes aços são projetados para atingirem um alto grau de qualidade e durabilidade em serviço através dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento.

3.1.1. Classificação

A classificação dos aços em grupos tem como objetivo facilitar a comparação, avaliação e seleção de um aço para uma aplicação específica. Devido à grande diversidade de aços com relação à composição química.

As normas mais utilizadas no Brasil para a classificação dos aços ferramentas foram as criadas pelos órgãos “*Society for Automotive Engineers*” (SAE), “*American Iron and Steel Institute*” (AISI) e Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Sendo que as normas AISI ASTM A681-08(2015) e ABNT NBR 122-1:2005 são as mais populares, pois são de fácil compreensão. Os aços ferramentas são classificados pela ABNT de acordo com as suas principais características metalúrgicas ou de acordo com a sua aplicação:

- Aços Ferramenta para Trabalho a Frio temperáveis em Água (W)
- Aços Ferramenta Resistentes ao Choque (S)
- Aços Ferramenta para Moldes Plásticos (P)
- Aços Ferramenta para Trabalho a Frio (O, A e D)
- Aços Ferramenta para Trabalho a Quente (H)
- Aços Rápidos (M e T)

3.1.2. Aço Ferramenta para Trabalho a Frio Série D

Dentre os principais aços para trabalho a frio destaca-se a série ABNT D, na qual o aço Tipo D2 é o mais empregado. O ABNT D2 é um aço ledeburítico de alto carbono e alto cromo, utilizado quando se deseja combinar suas propriedades de alta resistência ao desgaste, alta resistência a compressão, boa temperabilidade, alta estabilidade na têmpera e boa resistência ao revenimento (BLAZYNSKI, 1986). Recomendado para ferramentas de corte de materiais, ou para ferramentas de conformação sujeitas a elevadas tensões de dobramento (BÖLLER EDELSTAHL GMBH, 2004).

As propriedades deste aço estão vinculadas com a sua microestrutura, que por sua vez depende do processo de fabricação e dos processos de tratamentos térmicos aplicados. Durante a solidificação do aço há uma considerável segregação de elementos de liga que torna indispensável à conformação a quente, com objetivo de homogeneizar

esta estrutura segregada, porém nesta temperatura de conformação existem carbonetos que são estáveis e ficam alinhados paralelamente a direção de conformação (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998). Sendo que este alinhamento tem forte influência na tenacidade final do material (VAHDAT; NATEGH; MIRDAMADI, 2014).

O aço ABNT D2 possui uma alta temperabilidade e alta profundidade de têmpera devido à alta quantidade de elementos de liga. O molibdênio é especialmente efetivo em suprimir a formação de perlita durante o resfriamento, o que permite a têmpera ao ar em determinadas espessuras (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998). A faixa de composição química do ABNT D2 pode ser observada na **Tabela 1**.

Tabela 1 - Faixa de Composição Química ABNT D2.

ABNT	% C	% Mn	% P _{máx}	% S _{máx}	% Si	% Cr	% Mo	% V _{máx}
D2	1,40-1,60	0,15-0,60	0,03	0,03	0,15-0,60	11,00-13,00	0,70-1,20	1,10

3.2. Tratamentos Térmicos

As propriedades de um material podem ser modificadas pela variação de condições termodinâmicas, pela adição de elementos de liga, ou pela inibição da formação de fases estáveis durante o resfriamento. O aço pode variar a sua resistência mecânica de 200 (microestrutura: ferrita+carbonetos) à 2500 MPa (microestrutura: martensita) pela variação da taxa de resfriamento durante o tratamento térmico (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).

Tratamento térmico é definido como o conjunto de operações de aquecimento e resfriamento, sob condições controladas, a fim de modificar as propriedades metalúrgicas de um metal sólido ou liga. As principais razões para se realizar tratamentos térmicos segundo (HARRY CHANDLER, 1995) são:

- remover as tensões geradas pelos processos de fabricação;
- refinar o tamanho de grão;
- aumentar a resistência ao desgaste de uma superfície pelo aumento da dureza, mantendo resistência ao impacto através de um núcleo macio;

- melhorar as propriedades de um aço para redução de custo, evitando substituição por um aço de maior valor agregado;
- aumentar a tenacidade, aumentando a resistência mecânica e ductilidade;
- melhorar as propriedades de corte de um aço ferramenta;
- melhorar as propriedades magnéticas ou elétricas;

Os tratamentos térmicos mais utilizados para o aço AISI D2 são apresentados na **Tabela 2**, a seleção da rota de tratamento térmico deve ser planejada com base em todo o processo de fabricação e na aplicação da ferramenta. Neste momento as modificações presentes na estrutura causadas durante o processo de fabricação, como o surgimento de tensões residuais devido a usinagem, soldagem e conformação mecânica, devem ser avaliadas para evitar falhas durante o ciclo de tratamento térmico.

Tabela 2 - Principais tratamentos térmicos e termoquímicos no AISI D2 adaptado de (HARRY CHANDLER, 1995).

Tratamento	Temperatura	Resfriamento
Recozimento	850°C	No forno até 650°C após ao ar
Alívio de Tensões	650-750°C	No forno até 500°C após ao ar
Têmpera	990-1050°C	Óleo, Gás a alta velocidade, Ar soprado, Martêmpera
Revenimento	Conforme a dureza	Resfriamento intermediário até temperatura ambiente
Nitretação	480-530°C	Resfriamento intermediário até temperatura ambiente
Carbo-nitretação	570°C	Resfriamento intermediário até temperatura ambiente

3.2.1. Têmpera

A têmpera de aços é o tratamento térmico que visa aumentar a dureza, resistência mecânica e a resistência ao desgaste através da transformação martensítica. O processo de têmpera pode ser dividido em duas etapas, a primeira é o aquecimento que consiste em elevar a temperatura do material até a austenitização. A segunda etapa é o resfriamento, caracterizada pela alta taxa de resfriamento que garante a transformação martensítica sem causar danos ao material, como deformação excessiva e trincas (HARRY CHANDLER, 1995).

As etapas de austenitização e resfriamento têm forte influência na microestrutura final e por consequência na tenacidade. Temperaturas elevadas de

austenitização tendem a aumentar o tamanho de grão e aumentar a quantidade de elementos de liga dissolvidos. Estas variações de microestrutura têm impacto sobre a tenacidade e modo de fratura do aço (LESKOVŠEK; ŠUŠTARŠIČ; JUTRIŠA, 2006). Taxas de resfriamento inadequadas podem favorecer a formação de fases indesejadas na microestrutura comprometendo as propriedades metalúrgicas do material. Na têmpera a velocidade de resfriamento deve ser suficiente para promover a transformação martensítica sem a formação de outras microestruturas como bainita e perlita (GHASEMI NANESA; JAHAZI, 2015). Um rápido resfriamento durante a têmpera tende a manter parte dos elementos de liga dissolvidos em solução sólida (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010) favorecendo a posterior precipitação secundária no revenimento.

O controle sobre os parâmetros de processo justifica a utilização cada vez maior dos fornos a vácuo na têmpera de aços ferramentas. As vantagens estão vinculadas a algumas características do processo como:

- processo ocorrer sem movimentação da carga, permitindo a instalação de termopares na superfície e núcleo de amostras para controle e monitoramento da temperatura durante aquecimento e resfriamento;
- ajustar parâmetros de processo em tempo real com base nos gradientes de temperatura da superfície e núcleo;
- não ocorrerem alterações superficiais nas peças, como oxidação e decarbonetação;
- utilizar gás em alta pressão para garantir uma ótima uniformidade de resfriamento e possibilidade de controle da taxa de resfriamento;
- rastreabilidade e histórico do processo (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).

O resfriamento em fornos a vácuo geralmente é realizado com gás, sendo que os gases mais utilizados são o nitrogênio, argônio, hélio e o hidrogênio. Em geral gases não possuem bom coeficiente de transferência de calor a pressão atmosférica, com isso, o resfriamento é realizado com gás pressurizado para aumentar a taxa de resfriamento, como pode ser observado na **Figura 3**.

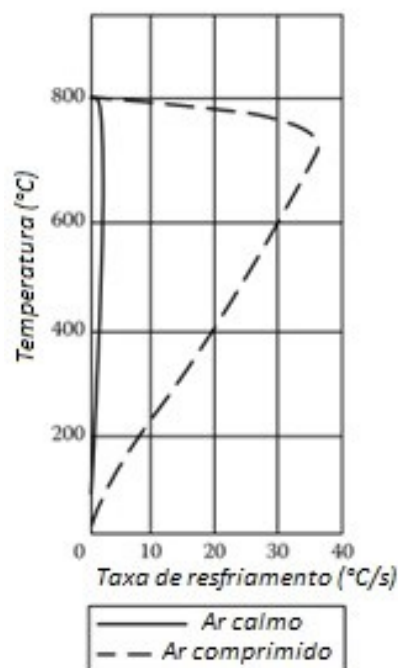


Figura 3 - Comparação da taxa de resfriamento entre ar calmo e ar comprimido a $1\text{Kg}/\text{cm}^2$ durante o resfriamento de uma esfera de prata com diâmetro de 20mm, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).

As características físico-químicas dos principais gases utilizados em fornos a vácuo podem ser vistas na **Tabela 3**. Estas características influenciam na taxa de resfriamento, como pode ser visto na **Figura 4**. Sendo que na prática o gás mais utilizado é o nitrogênio devido ao seu baixo custo, já o hidrogênio oferece excelentes condições de têmpera, porém não oferece condições seguras de armazenamento e utilização por ser um gás explosivo.

Tabela 3 - Propriedades físico-químicas dos gases de têmpera, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).

Propriedade:	Argônio	Nitrogênio	Hélio	Hidrogênio
Calor Específico (KJ/Kg K)	0,5204	1,041	5,1931	14,3
Condutividade Térmica (W/m K)	177×10^{-4}	259×10^{-4}	1500×10^{-4}	1869×10^{-4}
Coefficiente de Transferência de Calor ($\text{W}/\text{m}^2 \text{ K}$)	360	500	775	950

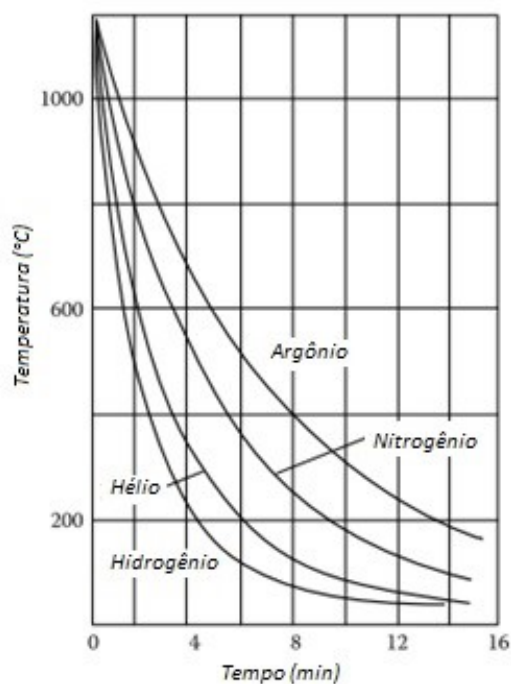


Figura 4 - Taxas de resfriamentos para uma barra de 25 mm de diâmetro em diferentes gases de têmpera, adaptado de (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010).

Nem todos os aços são tratáveis em fornos a vácuo (MEEKISHO; YAO; TOTTEN, 2010), esta limitação é dada pelas características do equipamento como, pressão, projeto do trocador de calor e tipo de gás utilizado. Pois a partir destas características se obtém a máxima taxa de resfriamento. A taxa de resfriamento crítica, que garante a microestrutura adequada, para cada aço é obtida através da curva de resfriamento contínuo, por exemplo, **Figura 5**.

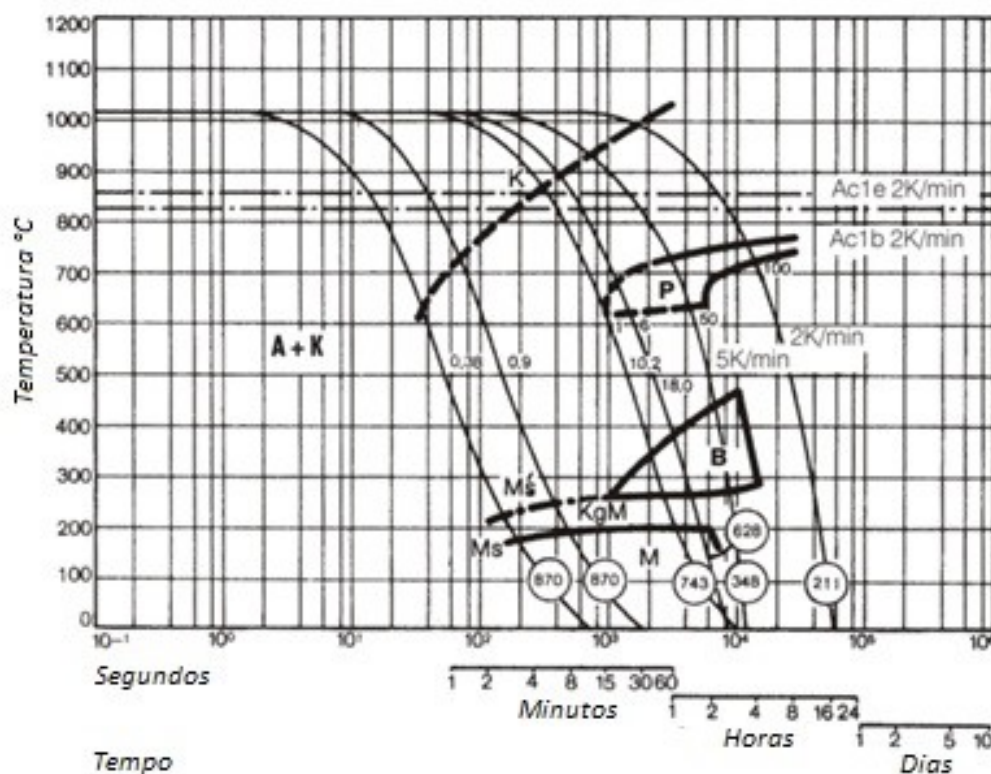


Figura 5 - Curva de resfriamento contínuo para o aço ABNT D2 austenitizado a 1020° C por 30 minutos adaptado de (BÖLLER EDELSTAHL GMBH, 2004).

O parâmetro de resfriamento (λ) é definido como o tempo em segundos para resfriar um aço de 800 à 500° C dividido por 100. Este parâmetro pode corresponder ao resfriamento de diferentes pontos, em várias espessuras e em diferentes meios de têmpera. Sendo utilizado para prever a microestrutura em regiões da peça através do diagrama de tempo de resfriamento.

O diagrama de resfriamento consiste em duas partes, a superior na qual o parâmetro de resfriamento permite prever as fases formadas após o tratamento térmico bem como suas quantidades, e a inferior que permite relacionar a espessura com o tempo de resfriamento. O diagrama de resfriamento do aço ABNT D2 é representado na **Figura 6**.

A utilização destes diagramas ajuda a estabelecer o diâmetro crítico e as condições do meio de resfriamento. A partir do monitoramento do processo pode-se estabelecer para cada espessura e pressão de resfriamento o valor de λ , possibilitando estudos da influência da taxa de resfriamento sobre a estrutura.

Estudos recentes mostram que a taxa de resfriamento tem influência na estrutura final do aço ABNT D2, onde a precipitação de carbonetos foi observada antes da transformação martensítica para λ igual a 0,35 enquanto que, para um resfriamento mais severo, λ igual a 0,07, não foi observado à precipitação (NANESA; JAHAZI; NARAGHI, 2015).

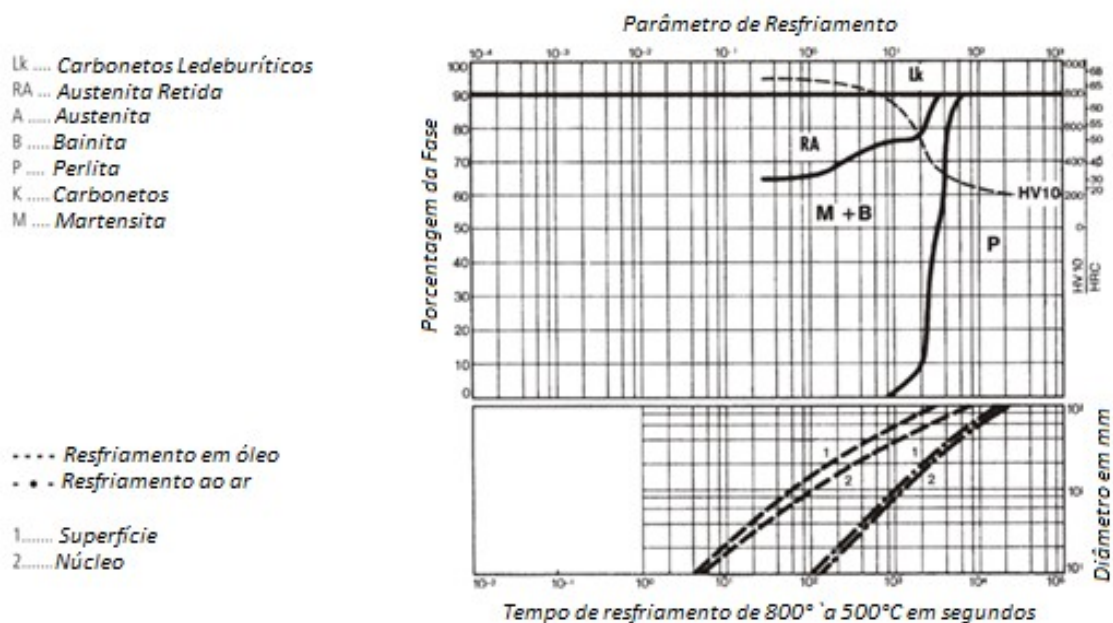


Figura 6 - Diagrama de tempo de resfriamento para o aço ABNT D2 austenitizado a 1020°C por 30 minutos adaptado de (BÖLLER EDELSTAHL GMBH, 2004).

3.2.2. Martensita

Um aço resfriado rapidamente do campo austenítico, não terá tempo suficiente para a transformação eutetóide (formação de ferrita e cementita), pois se trata de uma transformação controlada por difusão (PORTER; EASTERLING, 1992). Para esta condição outra transformação se torna favorável e uma nova fase metaestável, a martensita, irá se formar. Esta transformação metaestável não é controlada por difusão e ocorre na ordem da velocidade do som em um metal.

Os átomos de ferro durante esta transformação movem-se coletivamente saindo do sistema cristalino cúbico de face centrada e indo para um sistema tetragonal de corpo centrado. Durante essa transformação de fase os átomos de carbono não têm tempo para a difusão ficando nos interstícios da estrutura tetragonal.

A estrutura cristalina da martensita é tetragonal de corpo centrado. Na **Figura 7** os pontos pretos representam átomos de carbono e os círculos representam átomos de ferro, é possível verificar as distorções na estrutura cristalina gerada pela transformação martensítica.

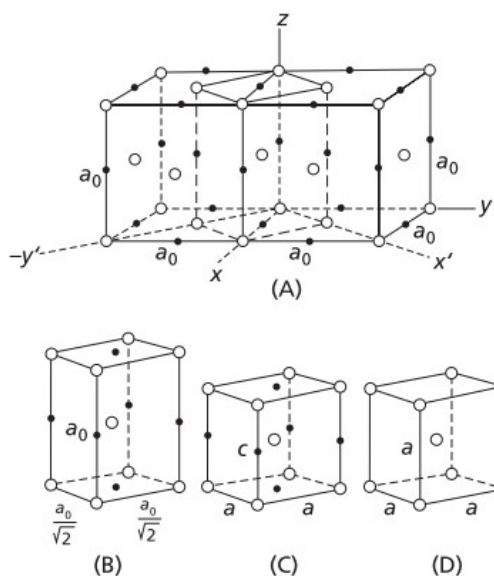


Figura 7 - Distorção de Bain na estrutura cristalina gerada pela transformação martensítica. (A) Sistema cúbico de face centrada. (B) Representação da austenita tetragonal. (C) Martensita tetragonal. (D) Sistema cúbico de corpo centrado. Adaptado de (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009).

A temperatura de transformação inicial martensítica (M_s) está associada a certa força motriz para transformação da austenita (γ) em martensita (α'), como representa a **Figura 8**. Demonstrando que existe a necessidade de um super-resfriamento para que ocorra a transformação e diminuição da energia livre de Gibbs do sistema. Desta forma a transformação cessa quando a variação de temperatura é nula, ou seja, resfriamentos isotérmicos promovem uma fração de transformação (PORTER; EASTERLING, 1992).

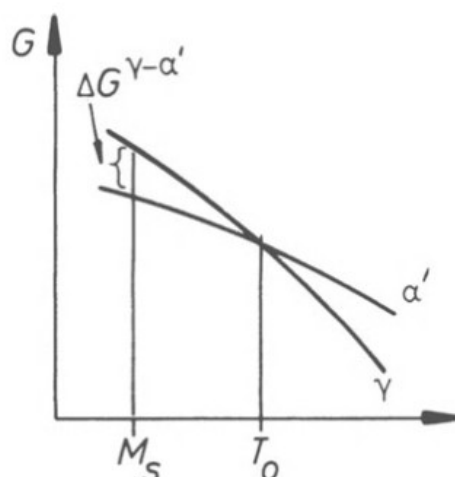


Figura 8 - Energia livre associada às fases austenita (γ) e martensita (α') para uma dada composição de carbono, adaptado de (PORTER; EASTERLING, 1992).

Modelos matemáticos para cálculo de volume da transformação martensítica, demonstram que a fração da transformação é proporcional ao super-resfriamento e inversamente proporcional a uma função da temperatura do meio de têmpera (YU, 1997).

A quantidade de carbono aprisionado na estrutura que deveria ser cúbica de corpo centrado produz uma estrutura com alta tensão interna (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009). Desta forma tornando esta fase extremamente dura em relação às demais fases do ferro.

3.2.3. Carbonetos

Alguns elementos de liga são fortes formadores de carbonetos, como Cromo, Molibdênio e Tungstênio. A adição destes elementos faz com que a cementita não seja mais o único tipo de carboneto formado, modificando a microestrutura do aço. Na **Figura 9** é mostrada a posição dos elementos que são fortes formadores de carbonetos na tabela periódica.

O diagrama mostra a Tabela Periódica com os seguintes elementos destacados em caixas: Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W, Nd e U. Os elementos Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta e W estão na primeira fila da tabela dos metais de transição. Os elementos Nd e U estão na primeira fila da tabela dos metais de transição interna (lanatânios e actínios).

Figura 9 - Posição dos elementos na tabela periódica que são fortes formadores de carbonetos (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006).

Alguns elementos como Nióbio, Titânio e Vanádio são formadores de carbonetos muito fortes, sendo capazes de formar carbonetos em concentrações em peso muito baixas (<0,1%) (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). Sendo esperado que aços que contenham estes elementos tenham sua microestrutura alterada radicalmente. Recentes trabalhos demonstram que a adição de nióbio ao ABNT D2, cerca de 1,5 % em peso, pode aumentar a ductilidade e a tenacidade deste aço pela modificação da microestrutura (HAMIDZADEH; MERATIAN; MOHAMMADI ZHRANI, 2012).

O Vanádio, Cromo e Molibdênio possuem em sua forma metálica estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. Porém quando ligado com o Carbono para formar carbonetos a estrutura cristalina pode-se modificar para minimizar energia do sistema, alguns sistemas cristalinos para carbonetos são apresentados **Tabela 4**.

Tabela 4 - Estrutura cristalina de alguns carbonetos, adaptado de (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998).

Tipo de Carboneto:	Estrutura	Observações
M ₃ C	Ortorrômbica	Típica estrutura da cementita (Fe ₃ C), mas também pode ser possível com Fe, Mn, Cr e com menor chance com W, Mo e V.
M ₇ C ₃	Hexagonal	Geralmente encontrado em aços ligados ao Cromo, resistentes a dissolução em altas temperaturas. Alta dureza e resistente a abrasão. Encontrados como produtos do revenimento de aços rápidos.
M ₂₃ C ₆	CFC	Presente em aços com alto teor de Cromo e aços rápidos. O Cromo pode ser substituído por Fe para produzir carbonetos com W e Mo.
M ₆ C	CFC	Carbonetos W e Mo. Podendo conter moderadas quantidades de Cr, V, Co. Presente em aços rápidos oferecendo uma excelente resistência a abrasão.
M ₂ C	Hexagonal	Carbonetos ricos em W e Mo, aparecem após o revenimento. Podem dissolver uma considerável quantidade de Cr.
MC	CFC	Carbonetos ricos em V. Resistente a dissolução, sendo que quando dissolvido pode precipitar no endurecimento secundário.

Os carbonetos se formam durante a solidificação do aço e a porcentagem das fases de equilíbrio em função da temperatura pode ser observada na **Figura 10**.

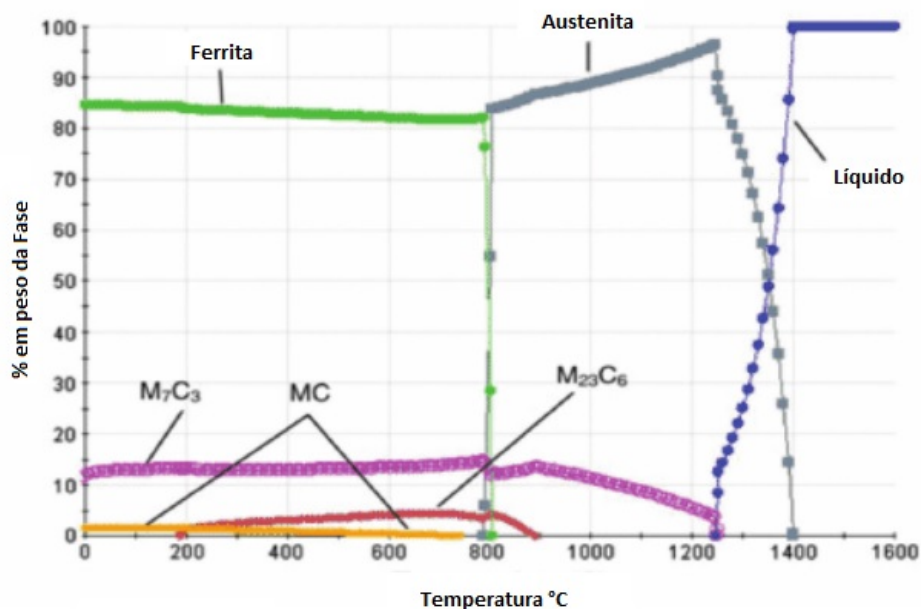


Figura 10 - Diagrama de % em peso de fases de equilíbrio em função da temperatura adaptado de (MOHAMMED et al., 2014).

Durante a solidificação do aço ferramenta ABNT D2 há formação de estrutura em rede de carbonetos M_7C_3 . À medida que o aço resfria, por volta de 815°C , ocorre a reação eutetóide aumentando a fração de carbonetos M_7C_3 que é seguida de uma precipitação de carbonetos $M_{23}C_6$ e abaixo de 408°C ocorre a precipitação de carbonetos MC (BOMBAC et al., 2013).

Na têmpera os carbonetos não são totalmente dissolvidos devido a temperatura de austenitização, desta forma os carbonetos não dissolvidos (M_7C_3) são denominados carbonetos primários e os carbonetos que foram dissolvidos e precipitados após o ciclo de tratamento são denominados carbonetos secundários.

A morfologia e distribuição dos carbonetos têm sido objeto de estudo de muitos pesquisadores. Para (VAHDAT; NATEGH; MIRDAMADI, 2014) o aumento da quantidade de carbonetos secundários de tamanho sub-mícron bem distribuídos aumenta a tenacidade de um aço.

3.2.4. Austenita Retida

A austenita retida é a fração da austenita não transformada em martensita durante o resfriamento de um aço na têmpera. A maioria dos aços, especialmente aqueles que contêm mais de 0,4% de carbono, apresenta austenita retida após a têmpera. Desta forma, a temperatura de transformação final martensítica (M_f) pode não corresponder a total transformação. A austenita retida nestes casos está associada a altas tensões elásticas entre as últimas placas de martensita formadas (PORTER; EASTERLING, 1992). Desta forma, parâmetros que diminuem a temperatura de transformação inicial martensítica (M_s) tendem a gerar um maior volume de austenita retida, como pode ser visto para o aumento do teor de carbono na composição química de um aço, **Figura 11**.

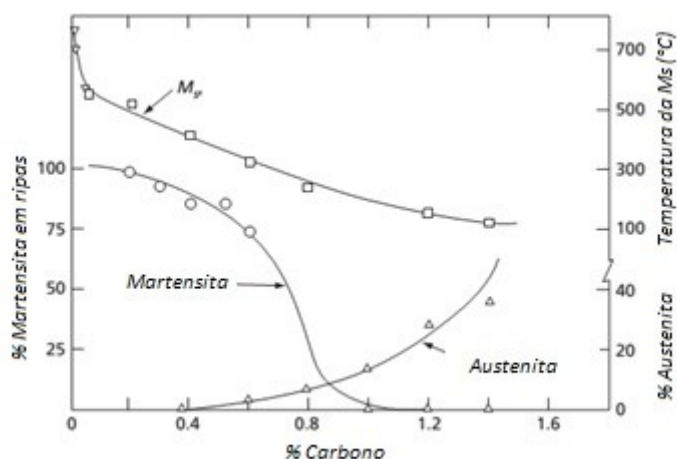


Figura 11 - Relação entre %C e volume de austenita retida, M_s e volume de martensita em ripas adaptado de (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009).

No caso de aços ferramentas a austenita pode ser estabilizada em temperaturas relativamente baixas devido à presença dos elementos de liga. A presença destes elementos causa uma diminuição da M_s e por consequência um aumento na quantidade de austenita retida. A temperatura de austenitização modifica a M_s , pois aumenta o tamanho de grão e aumenta a dissolução de carbonetos na matriz (PORTER; EASTERLING, 1992). Estudos mostraram que a taxa de resfriamento tem influência na quantidade de austenita retida, para (DONACHIE; ANSELL, 1975) ligas simples têm um comportamento tipo "S", com dois patamares para a M_s , e ligas complexas têm um comportamento linear, mas em ambos os casos há um aumento da M_s com o aumento da taxa de resfriamento.

Já para (SCHASTLIVTSEV et al., 2014b) baixas taxas de resfriamento e patamares dentro da faixa de transformação martensítica podem favorecer a estabilização da austenita retida. A **Figura 12** mostra de forma esquemática a influência de alguns fatores sobre a estabilidade da austenita.

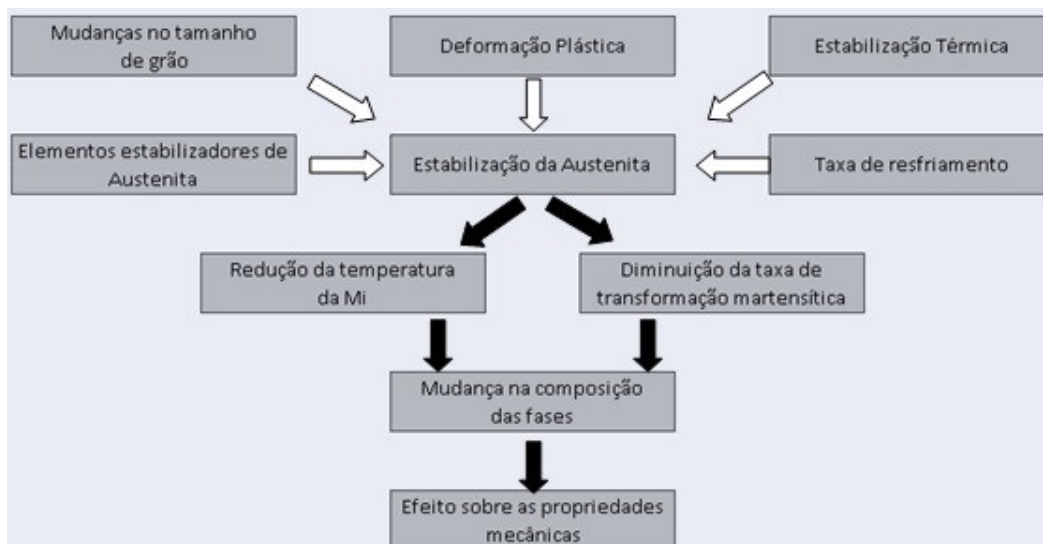


Figura 12- Fatores que influenciam a estabilidade da austenita adaptado de (SCHASTLIVTSEV et al., 2014a).

A determinação da quantidade de austenita retida pode ser realizada através de vários métodos entre os mais utilizados estão a metalografia e análise de imagens, a difração de raios-X (SU et al., 2012), ruído magnético de Barkhausen (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015) e a espectroscopia Mössbauer (COSTA et al., 2013). A determinação utilizando raios-X, pode utilizar radiação cromo $K\alpha$ ou molibdênio $K\alpha$, sendo válida para quantidades acima de 1%, e o resultado é obtido integrando a intensidade dos picos de difração de raios-X (ASTM E975, 2013). A utilização de radiação $Cu K\alpha$ deve ser evitada, devido à fluorescência do ferro neste espectro, o que gera picos de baixa intensidade dificultando a análise.

Os efeitos da austenita retida nos aços são:

- instabilidade dimensional, a austenita retida possui uma baixa estabilidade mecânica e quando submetida a deformações pode-se transformar em martensita (KOKOSZA; PACYNA, 2005);
- redução da dureza, da resistência mecânica e ao desgaste (DAS; RAY; DUTTA, 2009);

- diminuição da ductilidade e resistência mecânica (GHASEMI-NANESA; JAHAZI, 2014);
- aumento da vida em fadiga em trincas curtas quando presente em camadas cementadas (SILVA, 1997).

3.2.5. Tratamento Térmico de Aços Ferramenta

Aços ferramentas são tratados termicamente de maneira similar aos aços baixa liga através da austenitização, transformação martensítica e revenimento (KRAUSS, 2015). Porém deve-se ter um cuidado com relação à quantidade de austenita retida, carbonetos primários e secundários presentes quanto a sua distribuição e proporção na matriz (DAS; DUTTA; RAY, 2010a), pois eles afetam diretamente as propriedades do material.

Temperaturas baixas de austenitização promovem uma menor dissolução de carbonetos e uma menor quantidade de austenita retida, no entanto a precipitação secundária fica suprimida. O ciclo padrão utilizado para têmpera do ABNT D2 utiliza patamares de preaquecimento entorno dos 700° C, austenitização à 1030° C, resfriamento rápido seguido de duplo ou triplo revenimento, (UDDEHOLM, 2005). A **Figura 13** apresenta de forma esquemática o ciclo de tratamento térmico de um aço ferramenta.

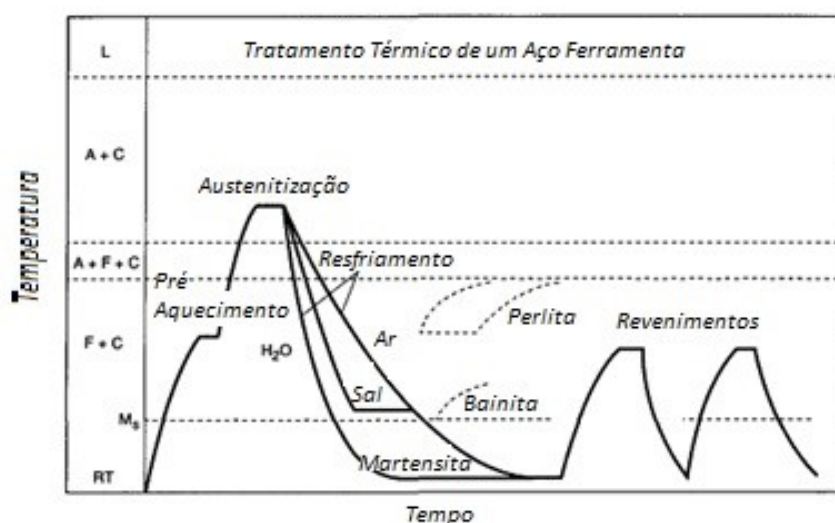


Figura 13 - Ciclo de tratamento térmico de um aço ferramenta, e fases conforme temperatura de processo e meio de resfriamento. RT: Austenita Retida; F+C: Ferrita e Carbonetos; A+F+C: Austenita, Ferrita e Carbonetos; A+C: Austenita e Carbonetos; L: Líquido.

3.3. Tratamento Criogênico

O tratamento criogênico é um método efetivo para aumentar a vida útil de uma ferramenta. Diversos estudos apontam aumento da dureza, da resistência mecânica, da resistência ao desgaste, da tenacidade e da estabilidade dimensional. Os fatores que causam maior influência na microestrutura são a temperatura criogênica e o tempo de patamar (AMINI; AKHBARIZADEH; JAVADPOUR, 2012). A influência destes parâmetros sobre o ABNT D2 pode ser vista nas **Figura 14** e **Figura 15**.

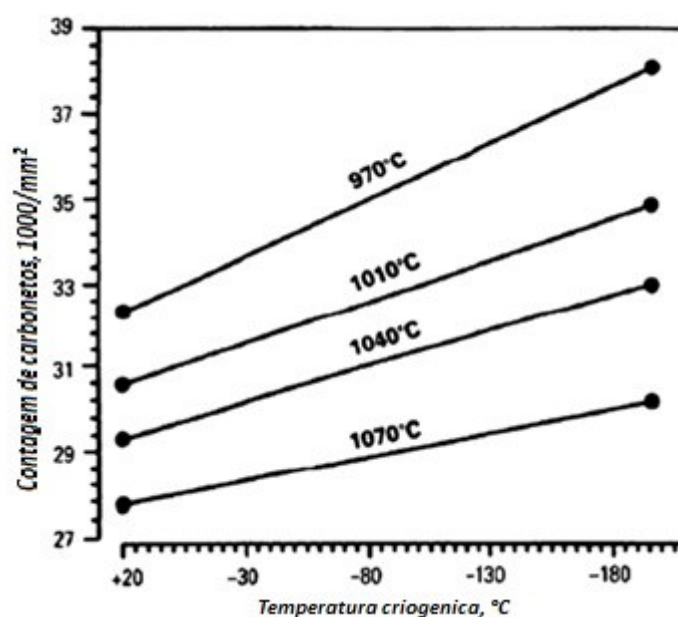


Figura 14 - Influência da temperatura criogênica na precipitação de carbonetos para diversas temperaturas de austenitização do ABNT D2 adaptado de (GILL et al., 2011).

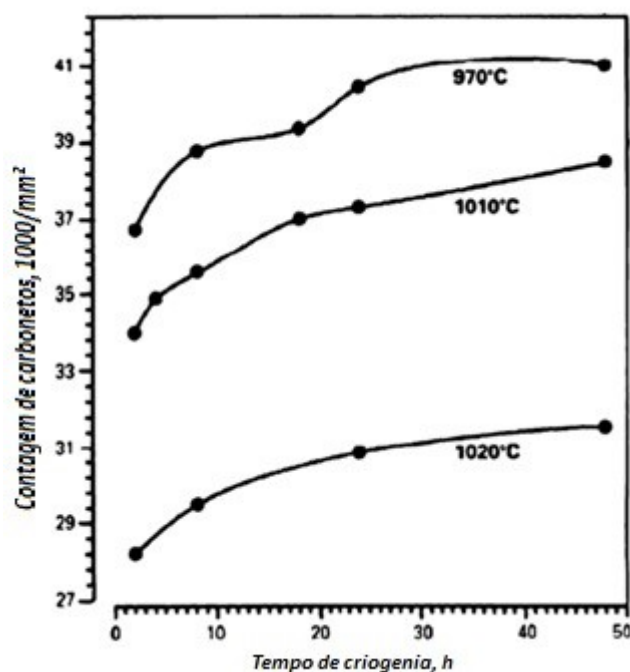


Figura 15 - Influência do tempo de tratamento criogênico sobre a precipitação de carbonetos para diversas temperaturas de austenitização do ABNT D2 adaptado de (GILL et al., 2011)

O tratamento subzero comercialmente tem sido realizado com uma mistura de gelo seco e um agente refrigerante, neste caso a temperatura fica entorno de -50 à -80°C e é popularmente chamado de “*cold treatment*”. Nesta faixa de temperatura a austenita retida é reduzida, porém não é eliminada, além disso, ocorre uma leve modificação no comportamento de precipitação dos carbonetos primários.

Atualmente tratamentos subzero ganharam duas novas classificações “*shallow cryogenic treatment*” com temperaturas de -80 à -160°C e “*deep cryogenic treatment*” com temperaturas de -160 à -196°C . Sendo que nestes tratamentos ocorre a eliminação praticamente completa da austenita retida e uma apreciável modificação da precipitação dos carbonetos secundários (DAS; DUTTA; RAY, 2010a).

O tratamento criogênico promove aumento das propriedades de forma superior aos outros tratamentos subzero. Devido à transformação da austenita retida em martensita e a precipitação de carbonetos pequenos de forma dispersa. Sendo que os melhores resultados do tratamento criogênico são quando o tratamento criogênico é realizado entre a têmpera e o revenimento (DAS; DUTTA; RAY, 2010b).

Nas **Figura 16** e **Figura 17** são apresentados um esquema de tanque criogênico e um exemplo de ciclo de tratamento criogênico, respectivamente. O resfriamento durante o ciclo criogênico deve ser realizado entre taxas de resfriamento da ordem de 20-30° C por hora, para evitar ruptura das peças devido às tensões geradas durante o resfriamento.

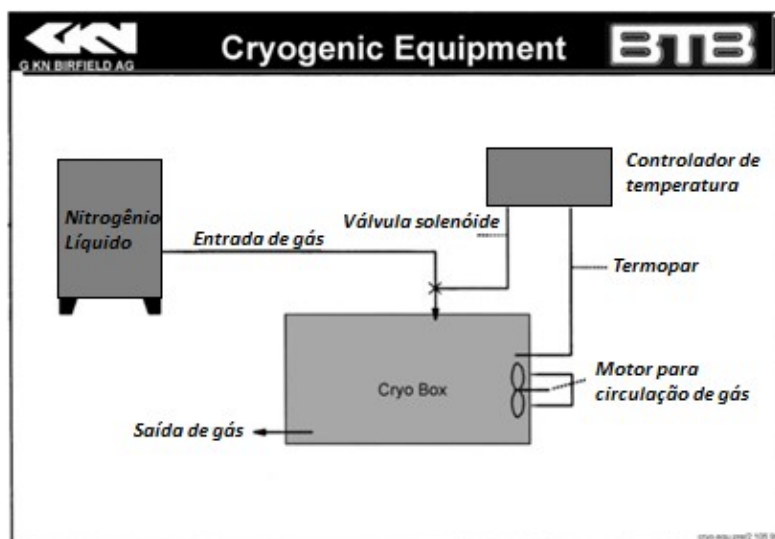


Figura 16 - Esquema de um tanque criogênico adaptado de (MOLINARI et al., 2001).

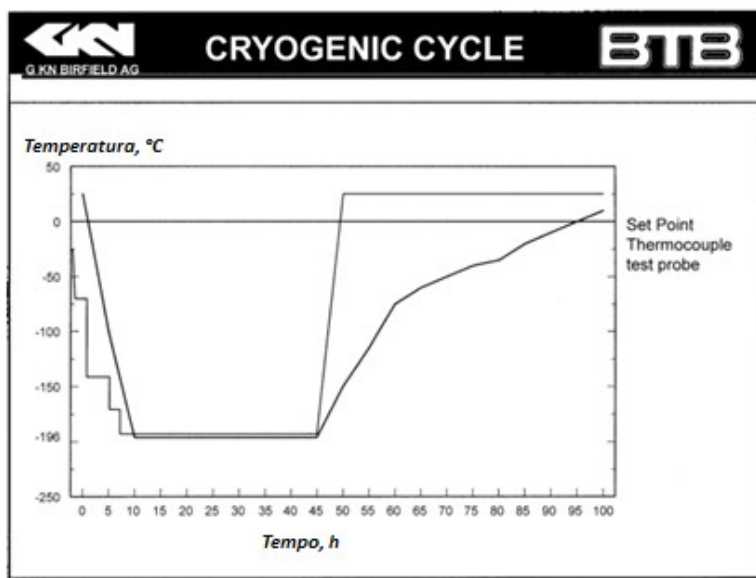


Figura 17 - Exemplo de curva de resfriamento de um tratamento criogênico (MOLINARI et al., 2001).

O tratamento criogênico elimina a austenita retida, melhora a distribuição de carbonetos secundários e aumenta a quantidade de carbonetos, (AMINI; AKHBARIZADEH;

JAVADPOUR, 2012). O aumento da tenacidade após tratamento criogênico ocorre devido à precipitação de carbonetos secundários de tamanho sub-mícron (VAHDAT; NATEGH; MIRDAMADI, 2014) e nano (AMINI; AKHBARIZADEH; JAVADPOUR, 2012).

Outras vantagens do tratamento criogênico são o aumento da dureza, redução do desgaste do aço em trabalho e diminuição do tempo de maquinário parado para ajuste de ferramental, (MOLINARI et al., 2001).

3.3.1. Transformação da Austenita Retida

Durante o tratamento térmico de aços ferramentas a austenita começa a se transformar em martensita quando atinge a temperatura de M_s , porém a temperatura de M_f pode estar abaixo da temperatura ambiente. Neste caso haverá uma quantidade de austenita retida na estrutura bem como uma quantidade de carbonetos primários (GILL et al., 2011).

A austenita retida pode se transformar em martensita basicamente de três formas, pela deformação plástica, pelo revenimento e pelo tratamento de subzero (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). Existem duas teorias de eliminação de austenita retida e precipitação de carbonetos através de processos criogênicos (AMINI; AKHBARIZADEH; JAVADPOUR, 2012):

1ª – A mais antiga e conhecida, afirma que a quantidade de carbonetos aumenta devido ao efeito do resfriamento à baixa temperatura onde há uma alta contração da estrutura. Como a martensita e a austenita retida possuem diferentes coeficientes de contração os átomos de carbono irão mudar de posição para discordâncias vizinhas e atuaram como locais preferenciais de precipitação durante o revenimento (AKHBARIZADEH; SHAFYEI; GOLOZAR, 2009).

2ª – A mais nova teoria, afirma que o alto grau de contração causa uma movimentação de discordâncias devido a deformação plástica local na estrutura, durante esta movimentação há uma atração dos átomos de carbono, que terão importante papel na distribuição e quantidade de carbonetos precipitados (OPPENKOWSKI; WEBER; THEISEN, 2010).

3.4. Tenacidade à Fratura

A mecânica da fratura surgiu em função das limitações dos conceitos tradicionais para prever o comportamento de materiais quanto à presença de descontinuidades internas ou superficiais. Os conceitos tradicionais de resistências dos materiais baseados em propriedades como tensão de escoamento e tensão de ruptura não leva em conta a tenacidade à fratura, a qual é definida como a propriedade que quantifica a resistência à propagação de uma trinca (ANDERSON, 2012).

A Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) resolve as limitações dos conceitos tradicionais de resistência dos materiais quanto à presença de descontinuidades tipo trinca em estruturas relativamente frágeis. A Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP) estende a aplicação dos critérios da MFLE para materiais dúcteis, nos quais uma zona plástica de tamanho significativo em relação às dimensões da peça invalida as considerações de tensões elásticas na ponta da trinca controlando o processo de fratura. No entanto, como o estudo refere-se a um material com resistência mecânica extremamente elevada e baixa ductilidade será utilizada os conceitos da MFLE.

A Mecânica da Fratura Linear-Elástica (MFLE) é utilizada para analisar materiais que possuem comportamento frágil à fratura em condições linear-elásticas, apresentando limitada quantidade de deformação plástica na ponta da trinca. Esse comportamento pode ser proveniente das propriedades do material (microestrutura, resistência mecânica), de fatores geométricos (grandes espessuras, entalhes) ou de fatores ambientais (baixa temperatura para aços ferríticos).

Existem duas abordagens alternativas para prever a fratura frágil em condições predominantemente linear-elásticas. A primeira é baseada em um critério de energia e a segunda é baseada no fator intensidade de tensões na ponta da trinca, que precisa atingir um nível crítico para que ocorra a fratura do material. Estas duas metodologias admitem uma pequena quantidade de deformação plástica quando são aplicadas a materiais metálicos.

A abordagem de energia afirma que a propagação de trinca ocorre quando a energia disponível para o crescimento de trinca é suficiente para superar a resistência do

material. A resistência do material pode incluir a energia superficial (para formar duas novas superfícies de fratura), o trabalho plástico, ou outros tipos de dissipação de energia associados com a propagação de trinca.

A **Figura 18** apresenta, esquematicamente, um elemento na ponta da trinca em um material elástico, com as tensões no plano desse elemento. Nota-se que cada componente da tensão é proporcional a um único valor da constante KI. Se esta constante é conhecida, toda a distribuição de tensões na ponta da trinca pode ser calculada através das equações presentes na **Figura 18**.

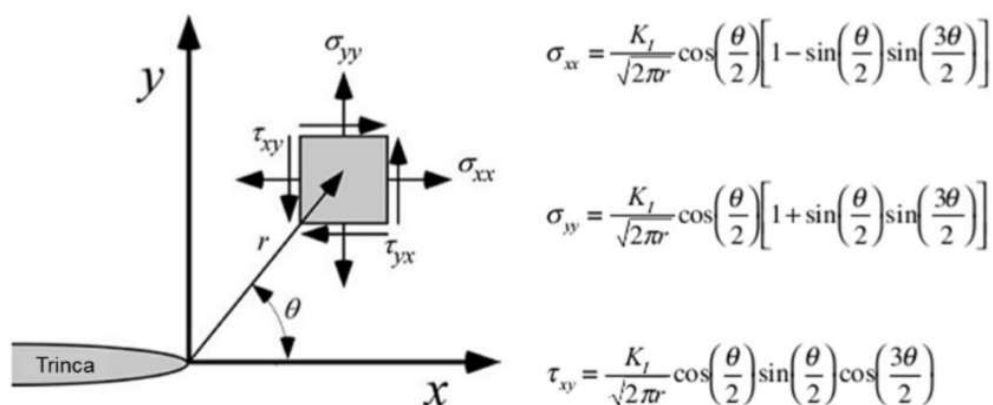


Figura 18 - Tensões próximas à ponta da trinca em um material elástico, adaptado de (ANDERSON, 2012).

Essa constante, chamada de fator intensidade de tensões, caracteriza completamente as condições na ponta da trinca em um material linear-elástico e conhecendo seu valor é possível solucionar todas as componentes de tensão, deformação e deslocamento em função de r e θ . Se for assumido que o material falhará localmente em alguma combinação de tensão e deformação, então decorre que a fratura deve ocorrer em um fator intensidade de tensões crítico KIC. Assim, o KIC é uma medida da tenacidade à fratura do material.

Uma das formas básicas de expressar o fator intensidade de tensão (K) é através da equação apresentada abaixo:

$$K = \frac{PF(a/W)}{B\sqrt{W}}$$

Onde P é a carga aplicada em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, $F(a/W)$ é o fator geométrico elástico, B é a espessura do corpo de prova em mm e W é a largura do corpo de prova em mm. Esta equação permite, por exemplo, calcular o KIC através de ensaios de laboratório.

A norma mais utilizada para ensaios e cálculo do KIC é a (ASTM E399, 1997) que é dividida em duas partes principais. A primeira parte fornece informações gerais sobre as recomendações e os requisitos para os ensaios. E a segunda parte, composta por anexos que fornecem os detalhes dos extensômetros, procedimentos de pré-trinca e requisitos especiais para as várias configurações de corpos de prova.

No caso da pré-trinca a norma recomenda a usinagem de um entalhe e o crescimento de uma trinca por fadiga, a mais aguda que se pode conseguir em laboratório, a qual deve ser propagada pelo menos por 5% de W para evitar quaisquer efeitos da geometria ou encruamento do entalhe. Para garantir que o tamanho da zona plástica durante o ciclo final de fadiga é menor que o tamanho da zona plástica durante o ensaio de KIC, a norma recomenda que os últimos 2,5% do comprimento total do entalhe e trinca por fadiga devem ser carregados com um nível de máximo de fator de intensidade de tensões.

Para validar o valor de KIC é necessário calcular o valor condicional KQ, que envolve uma construção geométrica no registro de teste. Então verificasse se o valor de KQ é consistente com o tamanho do corpo de prova e com sua tensão limite de escoamento.

O Valor de KQ pode ser calculado conforme equação apresentada abaixo:

$$KQ = \frac{PQ \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \cdot F(ao/W)$$

Onde PQ é a maior carga encontrada graficamente na curva carga-deslocamento durante o ensaio, S é a distância entre roletes centro a centro e $F(ao/W)$ é o fator geométrico elástico (ASTM E399, 1997).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Material Utilizado

O material utilizado neste trabalho foi o ABNT D2 fornecido pela empresa Schmolz+Bickenbach na condição de barra laminada usinada, com tratamento térmico de coalescimento com dureza de 21,7 HRC, diâmetro de 35 mm e comprimento de 1000 mm. A composição química do material em estudo pode ser visto na **Tabela 5**.

Tabela 5 - Composição Química das amostras.

ABNT	% C	% Mn	% P	% S	% Si	% Cr	% Mo	% V
D2	1,54	0,32	0,023	0,001	0,35	11,67	0,75	0,93

4.2. Planejamento Experimental

O planejamento foi realizado com objetivo de gerar resultados robustos que permitam replicações. Para isso, foram determinados fatores variáveis e constantes, bem como seus níveis, como mostra a **Tabela 6**. O critério de escolha dos fatores teve como base a revisão bibliográfica, já os níveis e suas variações tiveram como bases limitações dos equipamentos, aspectos técnicos e custos envolvidos. Para a criogenia o patamar de resfriamento foi selecionado de forma a tornar o processo viável economicamente e aplicável na indústria.

Para o fator parâmetro de resfriamento o nível baixo ($\lambda=2,8$) e o nível alto ($\lambda=1,8$) foram obtidos com pressão de resfriamento de 1 e 5 bar respectivamente, e para o fator tratamento criogênico o nível baixo é o processo convencional (sem criogenia) e o nível alto é o processo com a inserção direta em nitrogênio líquido (-196°C), “*deep cryogenic treatment*”, entre a têmpera e o revenimento.

Tabela 6 - Fatores e níveis do projeto experimental.

Fatores variáveis	Níveis	Variação
Tratamento Criogênico	2	Sem/Com
Parâmetro de Resfriamento	2	2,8 – 1,8
Fatores constantes	Níveis	Valor
Geometria dos CPs	1	-
Temp. Austenitização	1	1030°C
Tempo de Encharque	1	30 minutos
Temp. Revenimento	1	480°C
Tempo de Revenimento	1	120 minutos
Temp. Criogenia	1	-196 °C
Tempo de Criogenia	1	240 minutos

Na **Figura 19** é possível observar o fluxograma dos experimentos onde todos os níveis do projeto e suas variações são apresentadas. Para cada condição de resfriamento foram realizados testes sem e com criogenia, sendo que para processos sem criogenia as peças foram submetidas a triplo revenimento e peças com criogenia as peças foram submetidas a um único revenimento.

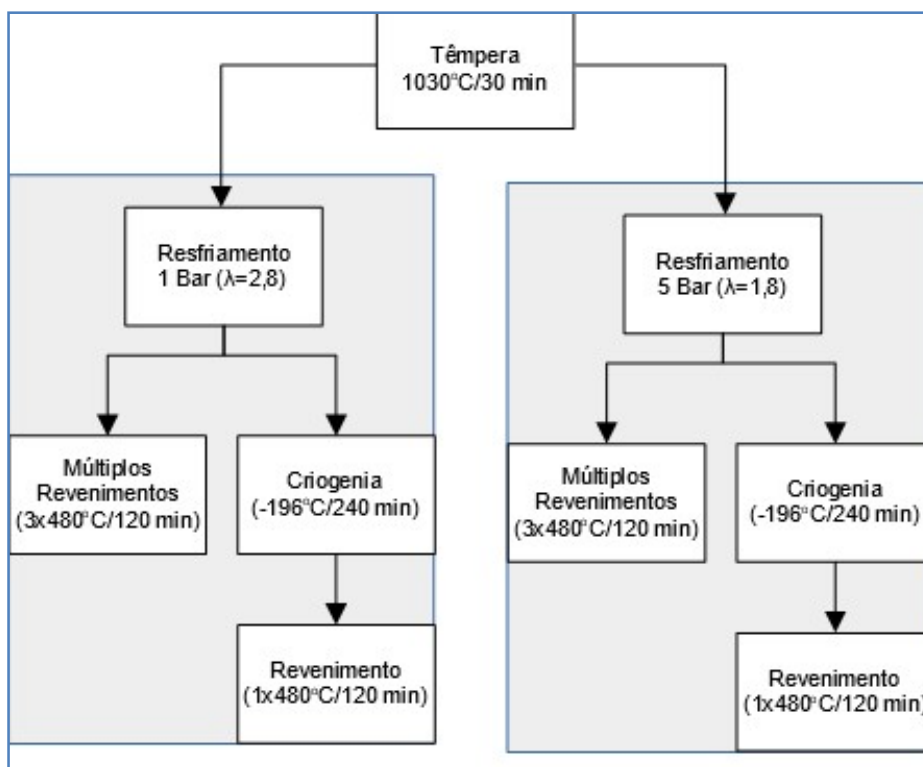


Figura 19 - Fluxograma do Projeto de Experimentos.

O modelo estatístico utilizado será o Projeto Fatorial 2^2 (dois fatores variáveis com dois níveis) com três réplicas, e a interpretação estatística será realizada através da análise de variância. Para isso, as ordens dos ensaios foram aleatorizadas, distribuindo os erros experimentais e evitando tendências, como mostra a **Tabela 7**. O coeficiente de confiança para a análise de variância definido para este estudo é de 95% ($\alpha=0,05$).

Tabela 7 - Aleatorização das corridas para os ensaios de dureza e tenacidade à fratura.

Pressão:	Id Amostra	Criogenia	Codificação	Ord Corrida
1 ($\lambda=2,8$)	07.07	com	1	2
1 ($\lambda=2,8$)	08.08	sem	2	6
5 ($\lambda=1,8$)	03.03	com	3	7
5 ($\lambda=1,8$)	04.04	sem	4	9
5 ($\lambda=1,8$)	06.06	com	5	4
5 ($\lambda=1,8$)	05.05	sem	6	11
1 ($\lambda=2,8$)	02.02	com	7	10
1 ($\lambda=2,8$)	01.01	sem	8	3
5 ($\lambda=1,8$)	09.09	com	9	8
5 ($\lambda=1,8$)	10.10	sem	10	5
1 ($\lambda=2,8$)	12.12	com	11	12
1 ($\lambda=2,8$)	11.11	sem	12	1

As variáveis de resposta estudadas neste trabalho são dureza, distribuição de carbonetos secundários, porcentagem de austenita retida e tenacidade à fratura. Sendo que as variáveis de resposta serão analisadas de forma conjunta para facilitar o entendimento do efeito da microestrutura sobre as propriedades do material em estudo.

Para as análises de dureza e tenacidade à fratura foram realizadas três réplicas das condições para aumentar a confiança dos resultados e melhorar a determinação do erro experimental. No entanto, as análises por difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura serão realizadas sem réplicas por limitações da disponibilidade do equipamento.

4.3. Preparação dos Corpos de Prova

As amostras foram retiradas de uma barra laminada usinada com diâmetro de 35 mm e comprimento de 1000 mm, foram produzidos 18 corpos de prova com diâmetro de 35 mm e 45 mm de comprimento. Sendo que em 6 corpos de prova foram furados com

broca de 3,5 mm e profundidade de 22,5 mm para instalação de termopar para registrar ciclo de têmpera, como mostra a **Figura 20**.

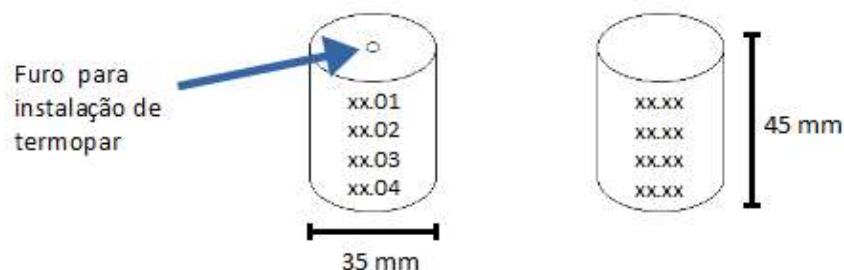


Figura 20 - Corpos de prova produzidos para tratamento térmico.

Os corpos de prova foram codificados de duas formas, os que possuem furo para instalação de termopar foram codificados conforme **Tabela 8** e os demais conforme “Id Amostras” na **Tabela 7**. Após o ciclo de têmpera os corpos de prova com furação foram cortados na direção transversal pelo processo de eletroerosão a fio e divididos em quatro, os quais foram tratados conforme etapas indicadas na **Tabela 8**.

Tabela 8 - Codificação para corpos de prova para os ensaios de metalografia, raios-X e MEV.

Condição	Id Amostra	Etapas do tratamento térmico
1	XX.01	Apenas temperado
2	XX.02	Temperado e criogenia
3	XX.03	Temperado, criogenia e 01 revenimento
4	XX.04	Temperado e 03 revenimentos

4.4. Metalografia

A análise metalográfica foi realizada na secção transversal dos corpos de prova da **Tabela 8**, os quais foram lixados (#80 até #1200) em superfície com água corrente, posteriormente polidos com alumina com granulometria média de 1µm em politriz, conforme (ASTM E3, 2011). Após preparação da superfície as amostras foram atacadas com reativo Nital 2% para avaliação da microestrutura. As amostras foram observadas em

microscópio ótico, marca Olympus e modelo BX41 M-Led, e microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo, modelo: Mira 3, da marca Tescan.

4.5. Ensaio de Dureza

Para o ensaio de dureza foram utilizados os corpos de prova sem furação e testados de forma aleatória conforme **Tabela 7**. A escala de medição utilizada foi a Rockwell C, em durômetro de bancada marca Mitutoyo e modelo DUROTWIN, com indentador de diamante cônico, pré-carga de 10 Kgf e carga de 150 Kgf seguindo a norma (ASTM E18, 2016).

4.6. Ensaio de Tenacidade à Fratura

O ensaio de tenacidade à fratura foi realizado em amostras cortadas por eletroerosão a fio a partir dos corpos de provas sem furação, **Tabela 7**, seguindo norma (ASTM E1823, 2013). como mostra a **Figura 21**, sendo que o plano da trinca está no sentido L-R, conforme **Figura 22**. Foi utilizada uma máquina servo-hidráulica MTS 810 com capacidade de 100 kN na temperatura ambiente (23°C) para a execução do ensaio. Onde, a carga e o deslocamento na boca do entalhe foram monitorados com uma célula de carga e um clip-gauge (extensômetro de fratura) respectivamente, como mostra a **Figura 23**.

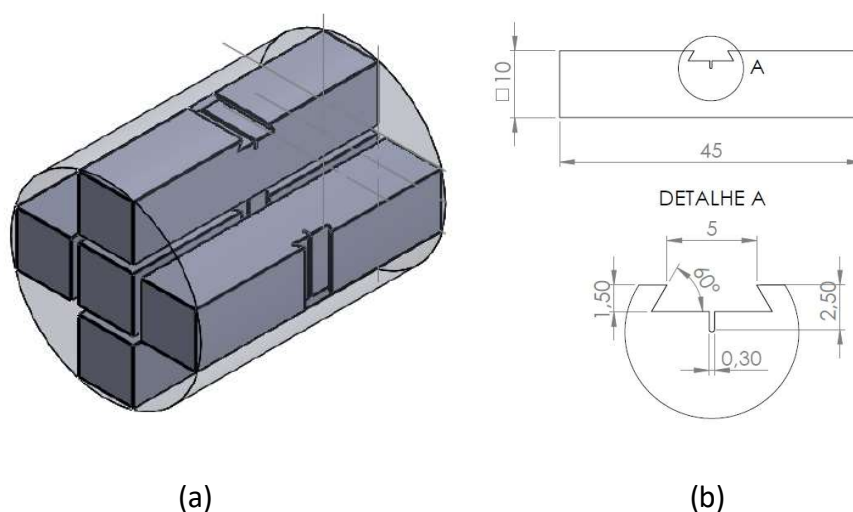


Figura 21 - Amostras para o ensaio de tenacidade à fratura. (a) Posição dos corpos de prova em relação a amostra inicial. (b) Dimensões dos corpos de prova e entalhes em mm, para o ensaio de tenacidade à fratura.

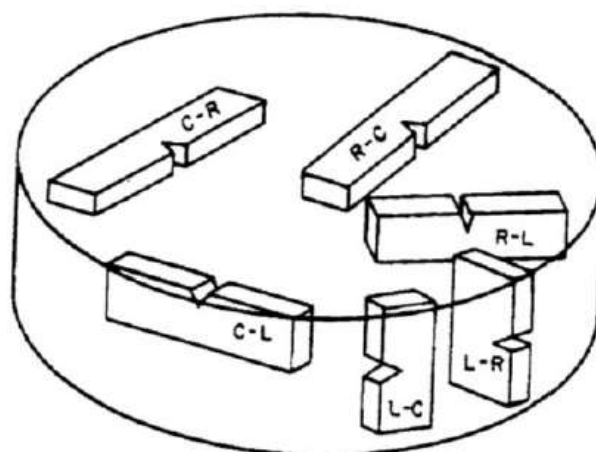


Figura 22 - Orientação do plano de trinca (ASTM E1823, 2013).



Figura 23 - Equipamento para o ensaio de tenacidade à fratura geometria SE(B).

4.7. Análise de Fases por Difração de Raios-X

Para a análise de difração de raios-X foram usados os corpos de prova da **Tabela 8** com a superfície preparada para metalografia, o equipamento utilizado marca *GE Seifert Charon XRD M - Research Edition*. Com os seguintes parâmetros de medição:

- elemento do tubo de raios-X: Cr;
- comprimento de onda k-alpha: 2.2897Å;
- tensão do tubo: 30 kV;
- corrente: 50 mA;
- detector usado: Meteor 1D;
- ângulos 2theta utilizados: [50° até 166°];
- passo: 0,05°;
- tempo de escaneamento por passo: 50 s/passos;
- colimador 2 mm;
- filtro: Vanádio

Sendo que o software utilizado para análise de austenita retida foi o *Ge RayfleX Analyze / Retained Austenite*, Versão 2.503. Sendo que o método de avaliação se baseia nas intensidades integrais dos picos de austenita e ferrita medidos, que foram calculados e, em seguida, determinados através de fator de intensidade especial (Fator-R) para a radiação de Cr.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Microscopia

As amostras foram analisadas antes do tratamento térmico de têmpera para verificação da microestrutura no sentido transversal e longitudinal. A microestrutura apresenta carbonetos primários orientados na direção de laminação, carbonetos esferoidizados em uma matriz ferrítica, como indicam a **Figura 24**, **Figura 25** e **Figura 26**.

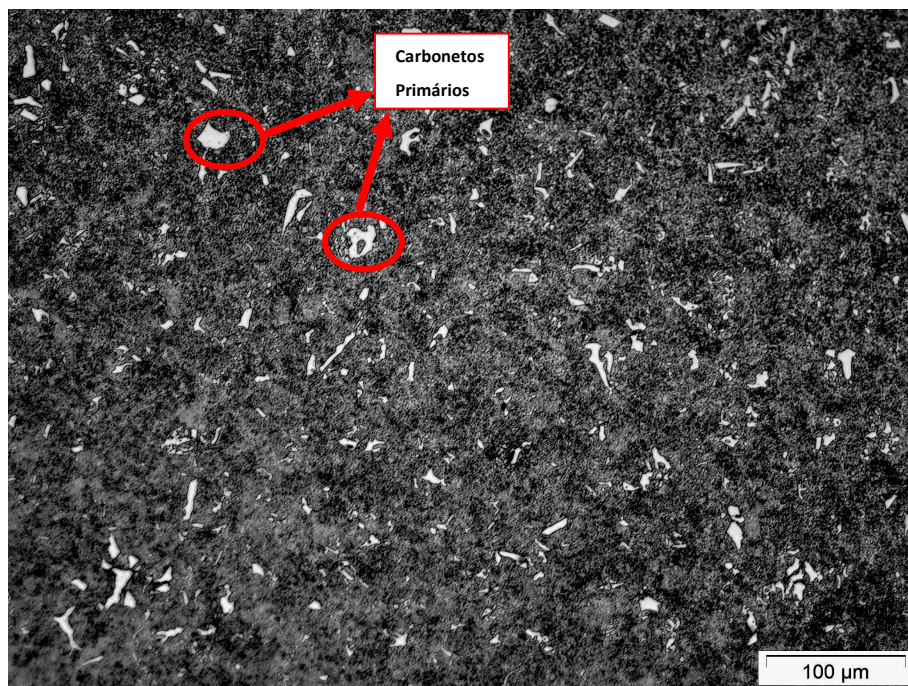


Figura 24 - Micrografia das amostras como recebidas, direção transversal ataque Nital 2%, onde é possível observar os carbonetos primários distribuídos na matriz coalescida.



Figura 25 - Micrografia das amostras como recebidas, direção longitudinal ataque Nital 2%, onde é possível observar os carbonetos primários alinhados na direção de laminação na matriz coalescida.

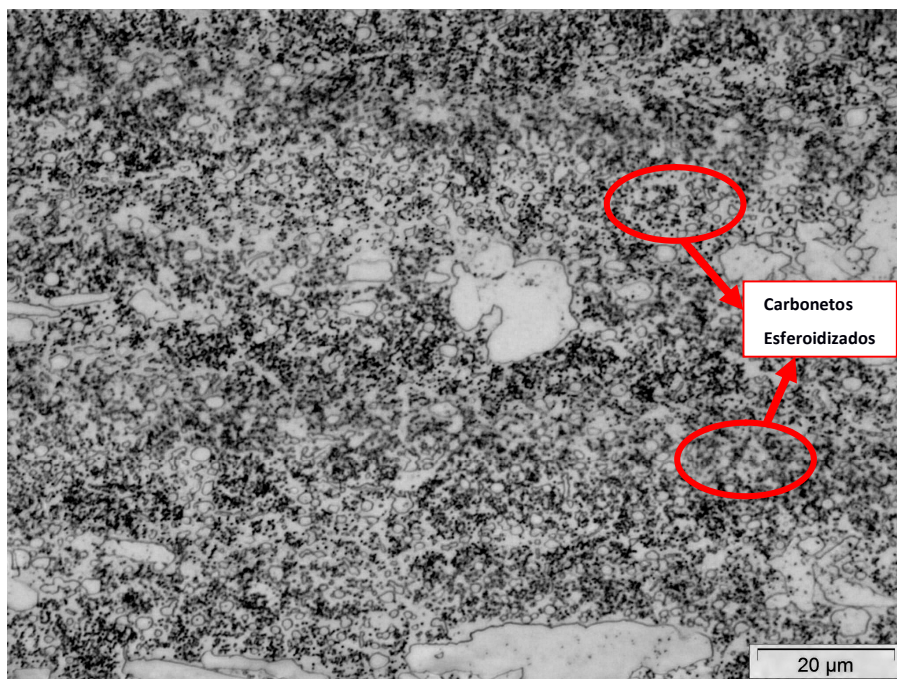


Figura 26 - Micrografia das amostras como recebidas, direção longitudinal com maior detalhamento ataque Nital 2%, evidenciando os carbonetos esferoidizados em uma matriz ferrítica.

Os resultados encontrados estão de acordo com o material e processo de coalescimento. Após a têmpera as microestruturas obtidas na condição 1 da **Tabela 8** para as pressões de resfriamentos de 1 e 5 bar são apresentadas na **Figura 27** e **Figura 28**.

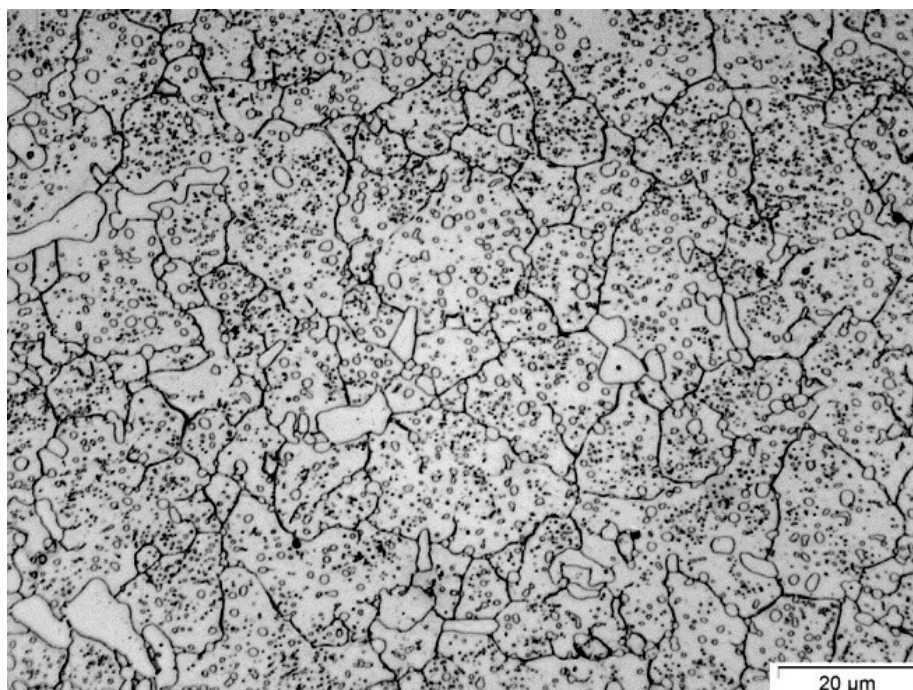


Figura 27 - Microestrutura condição 1 $\lambda=2,8$ (menor taxa de resfriamento), ataque Nital 2%, é possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido a grande quantidade de cromo em solução sólida.

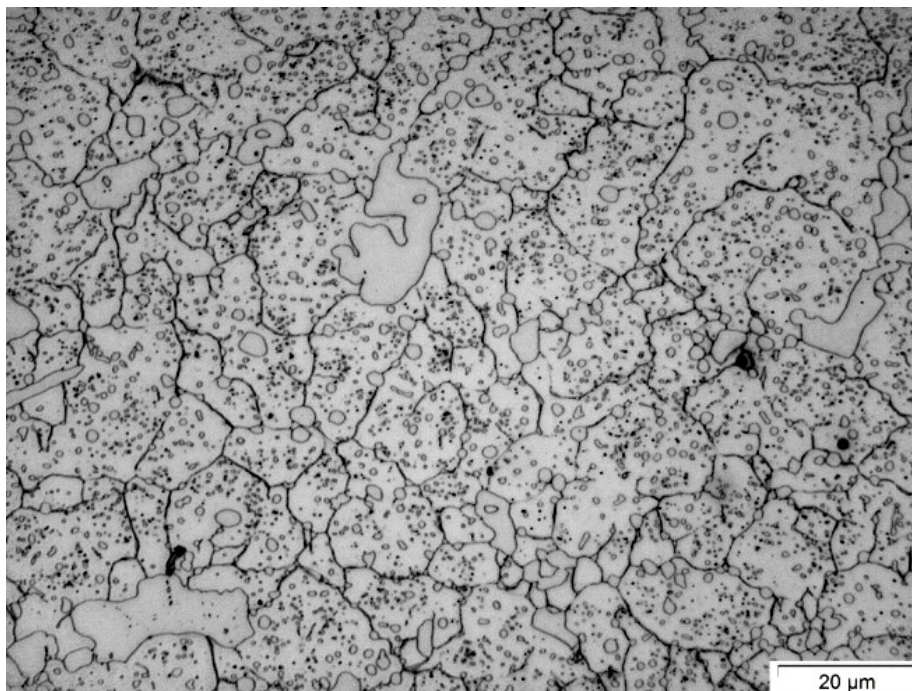
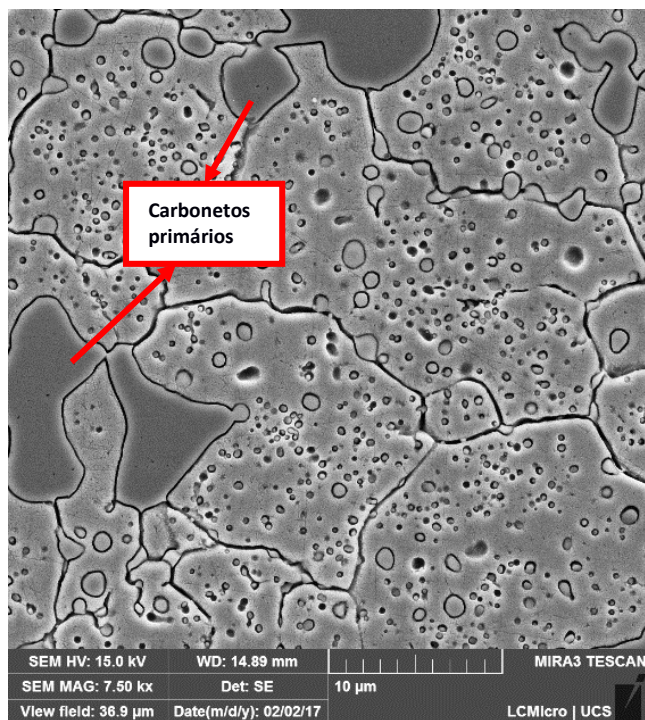
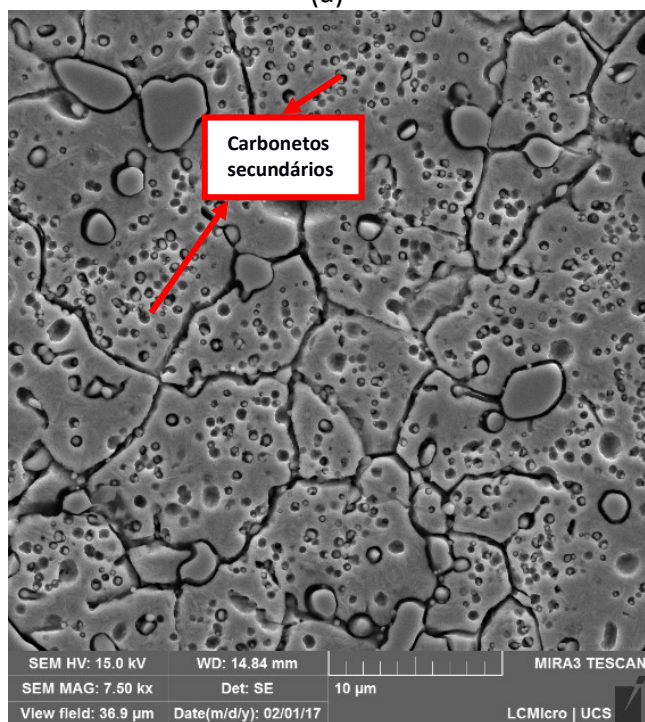


Figura 28 - Microestrutura condição 1 para $\lambda=1,8$ (maior taxa de resfriamento), ataque Nital 2%, é possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido a grande quantidade de cromo em solução sólida.

O ataque com reativo Nital 2%, não revelou a martensita, apenas carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, pois como se trata da condição “Apenas temperada” o carbono está aprisionado nos interstícios da estrutura martensítica não se ligando com os elementos de liga substitucionais para formação de carbonetos dificultando o ataque. O mesmo efeito é observado nas micrografias utilizando MEV com maior detalhamento, como mostra a **Figura 29** (a) e (b).



(a)



(b)

Figura 29 - (a) Microestrutura condição 1 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 1 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido à grande quantidade de cromo em solução sólida.

Os carbonetos secundários foram medidos utilizando o software *ImageJ* e classificados para contagem e distribuição em cada condição de tratamento térmico, como exemplifica a **Figura 30**.

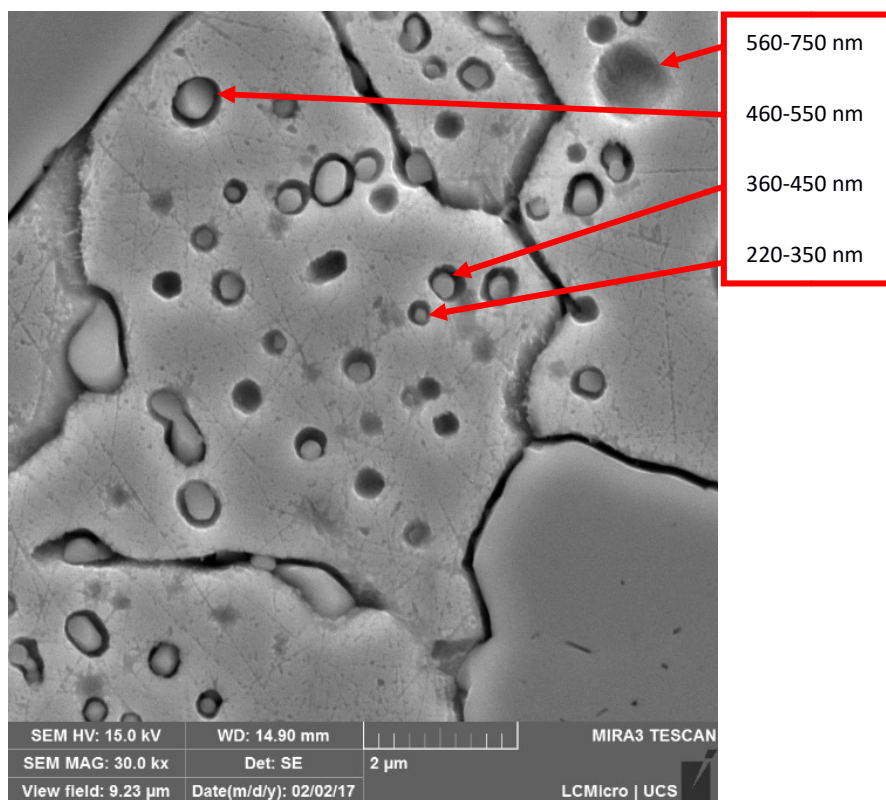


Figura 30 - Classificação dos carbonetos secundários por tamanho.

A análise de imagem foi realizada em 10 micrografias obtidas por MEV de cada condição em regiões aleatórias das amostras como mostra a **Figura 31**. A contagem não foi possível utilizando imagens da MO, pois os contornos dos carbonetos secundários não foram bem resolvidos mesmo para ampliações de 1000x.

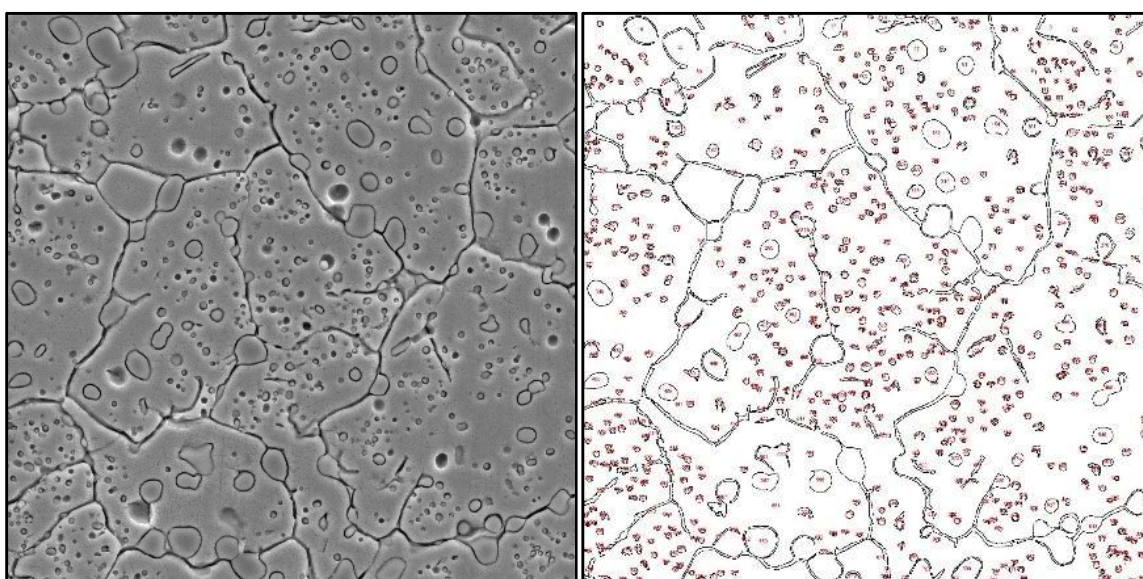
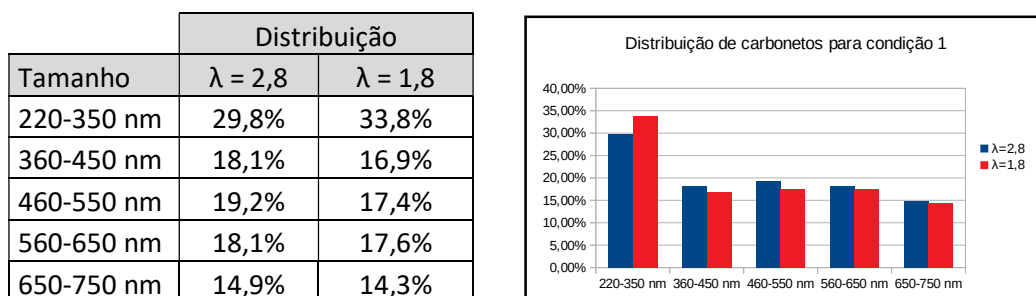


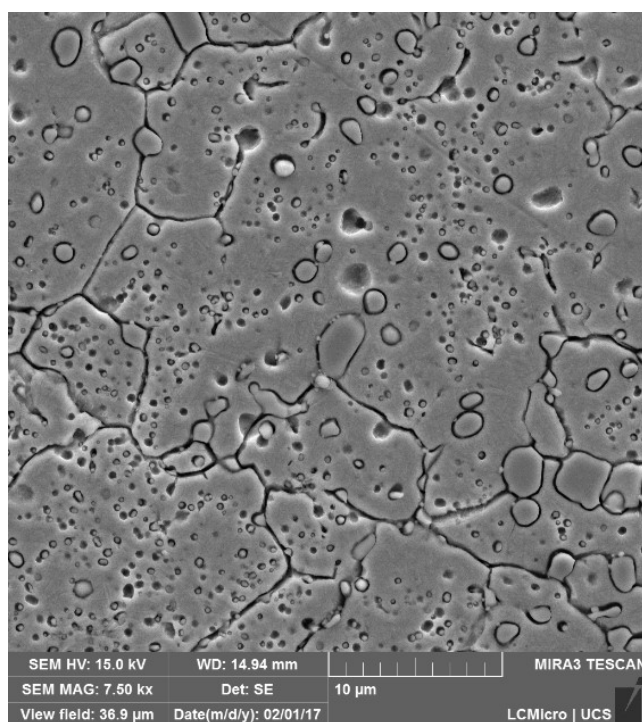
Figura 31 - Exemplo de contagem de carbonetos para condição 1 $\lambda=2,8$, utilizando o software ImageJ.

Os resultados obtidos para as amostras na condição 1 para as duas taxas de resfriamento podem ser visualizados na **Tabela 9**. Houve um leve aumento na quantidade de carbonetos secundários menores após têmpera para a taxa de resfriamento maior.

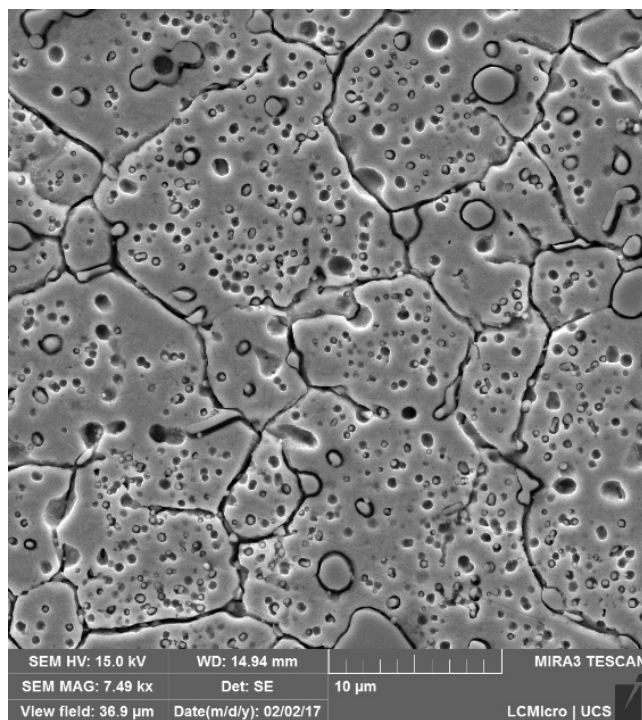
Tabela 9 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 1 e sua representação gráfica.



Após têmpera e criogenia, condição 2, as microestruturas obtidas para as pressões de 1 e 5 bar podem ser visualizadas na **Figura 32** (a) e (b).



(a)



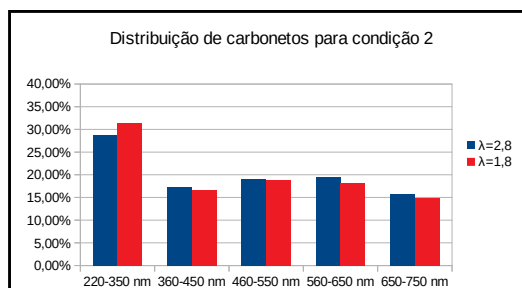
(b)

Figura 32 - (a) Microestrutura condição 2 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 2 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão, a matriz martensítica não foi revelada devido à grande quantidade de cromo em solução sólida.

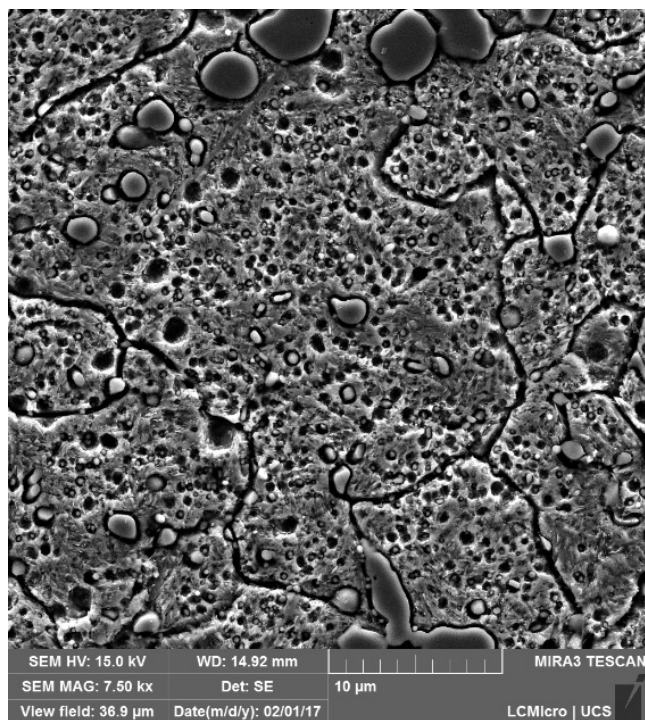
Os resultados obtidos para as amostras na condição 2 para as duas taxas de resfriamento podem ser visualizados na **Tabela 10**. Não houve alteração significativa após criogenia no tamanho e distribuição dos carbonetos.

Tabela 10 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 2 e sua representação gráfica.

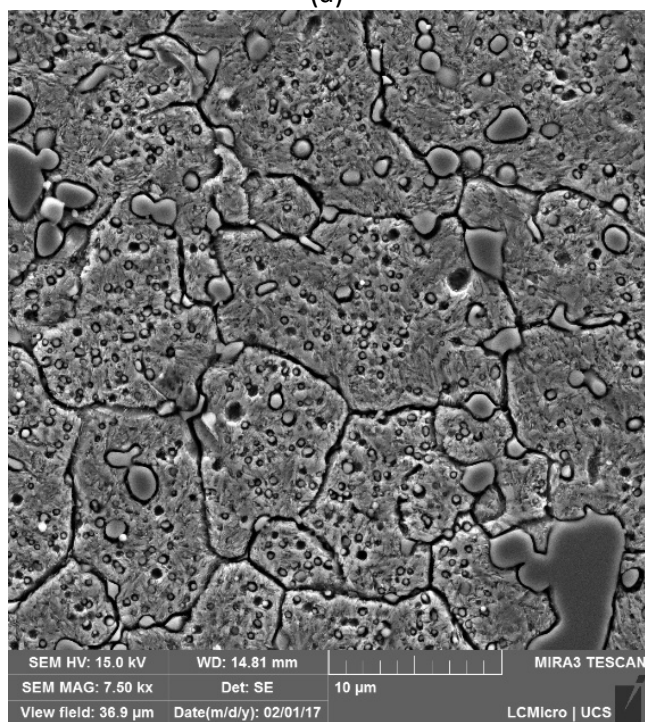
Tamanho	Distribuição	
	$\lambda = 2,8$	$\lambda = 1,8$
220-350 nm	28,7%	31,5%
360-450 nm	17,2%	16,6%
460-550 nm	19,0%	18,9%
560-650 nm	19,5%	18,1%
650-750 nm	15,7%	14,8%



Após têmpera, criogenia e 01 revenimento, condição 3, as microestruturas obtidas para as pressões de 1 e 5 bar podem ser visualizadas na **Figura 33** (a) e (b). Onde é possível perceber um aumento dos carbonetos pela precipitação secundária no revenimento. Com efeito, da temperatura de revenimento o carbono aprisionado na estrutura martensítica pode se ligar com os elementos (Cr, Mo e V) que estavam em solução sólida formando novos carbonetos.



(a)



(b)

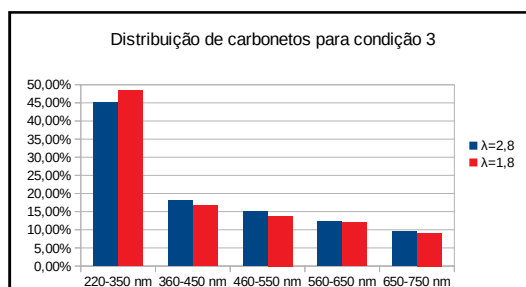
Figura 33 - (a) Microestrutura condição 3 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 3 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão e a matriz martensítica.

Os resultados obtidos para as amostras na condição 3 para as duas taxas de resfriamento podem ser visualizados na **Tabela 11**. Houve alteração significativa após o revenimento no tamanho e distribuição dos carbonetos, em ambas as condições

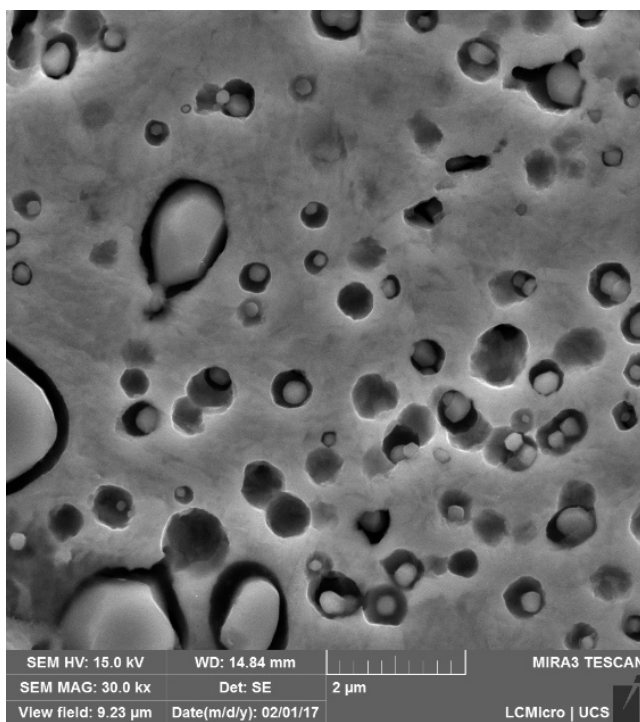
percebesse um aumento na quantidade de carbonetos menores, na ordem de 47% em média.

Tabela 11 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 3 e sua representação gráfica.

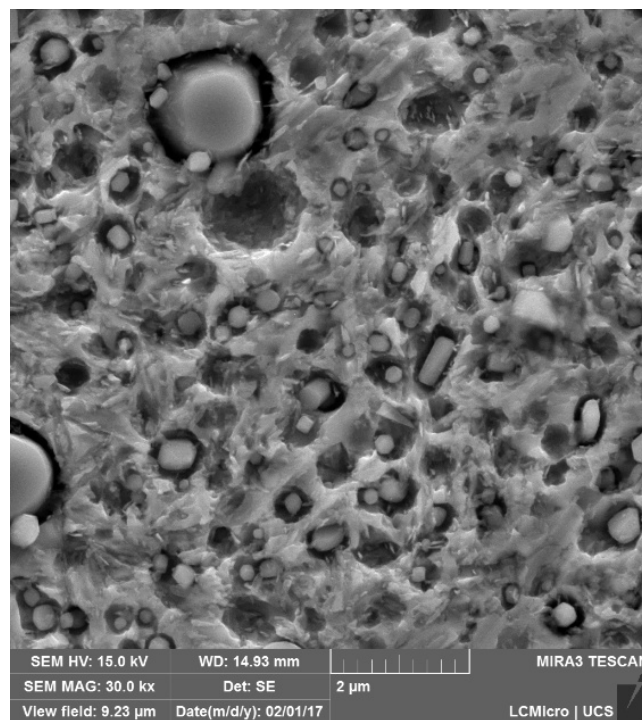
Tamanho	Distribuição	
	$\lambda = 2,8$	$\lambda = 1,8$
220-350 nm	45,1%	48,5%
360-450 nm	18,0%	16,6%
460-550 nm	15,0%	13,8%
560-650 nm	12,4%	12,0%
650-750 nm	9,5%	9,1%



Na **Figura 34** (a) e (b) fica evidente o aumento da quantidade de carbonetos secundários pequenos (220-350 nm), também é possível observar como o reagente Nital 2% consegue revelar melhor a estrutura após o revenimento. Não foi possível identificar austenita retida pela análise metalográfica comparando com microestruturas da literatura, como por exemplo **Figura 35**.



(a)



(b)

Figura 34 - Comparação da microestruturas (a) condição 1 e (b) condição 3. É possível observar que a quantidade de carbonetos secundários é maior na condição 3, além do ataque reativo ser mais eficiente.

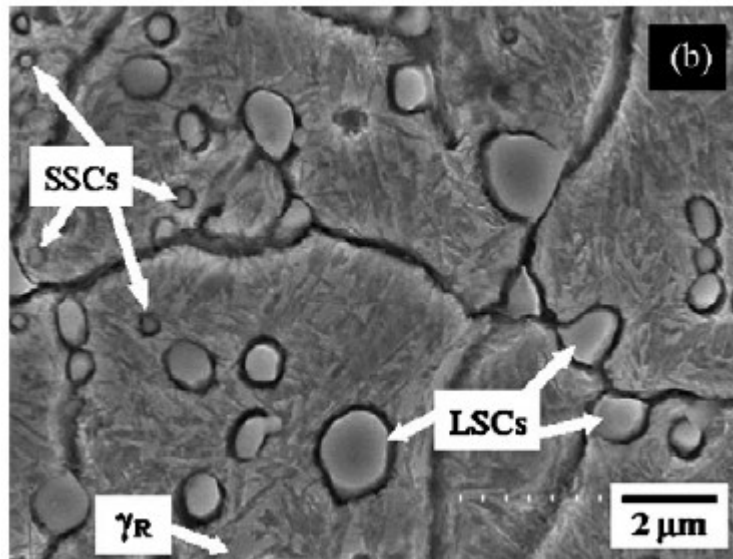
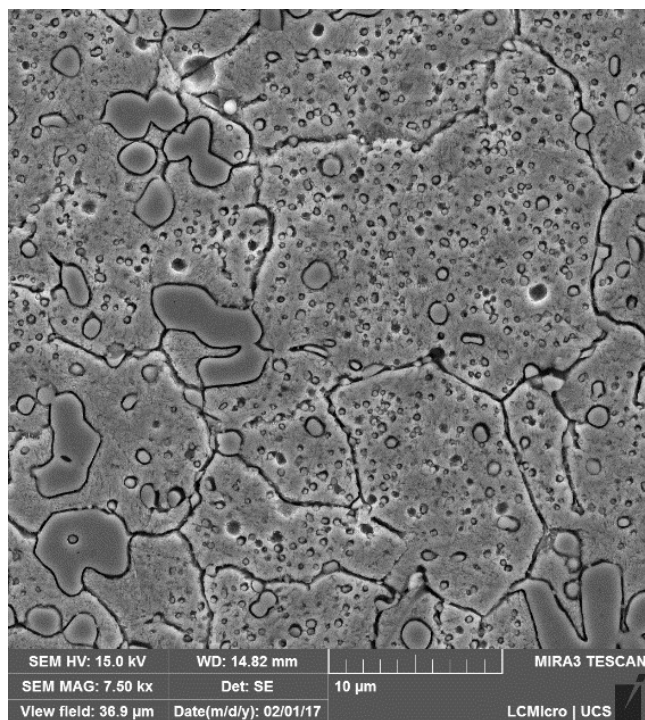
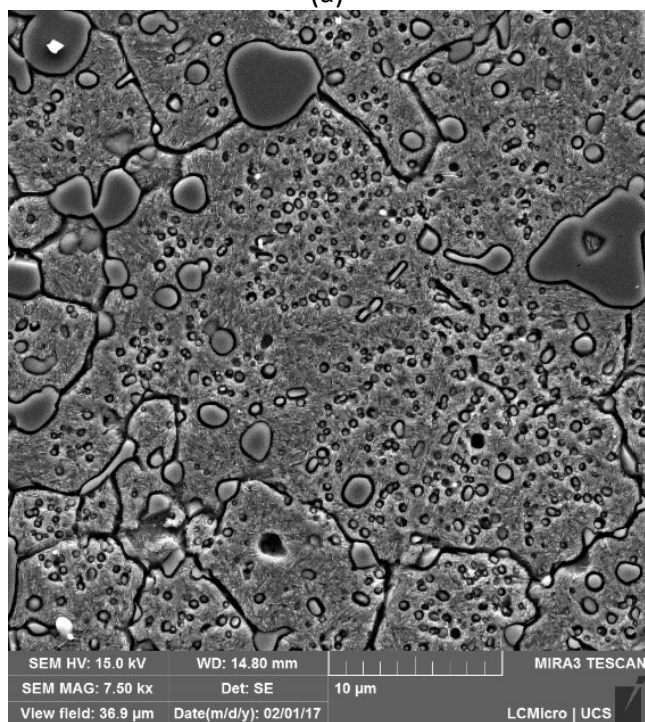


Figura 35 - Microestrutura ABNT D2 temperado e revenido sem criogenia, (DAS; DUTTA; RAY, 2010a), onde SSCs corresponde a carbonetos secundários pequenos, LSCs corresponde a carbonetos secundários maiores e γ_R corresponde a austenita retida.

Após têmpera e 03 revenimentos, condição 4, as microestruturas obtidas para as pressões de 1 e 5 bar podem ser visualizadas na (a) e (b). Onde também é possível perceber um aumento dos carbonetos pela precipitação secundária no revenimento.



(a)



(b)

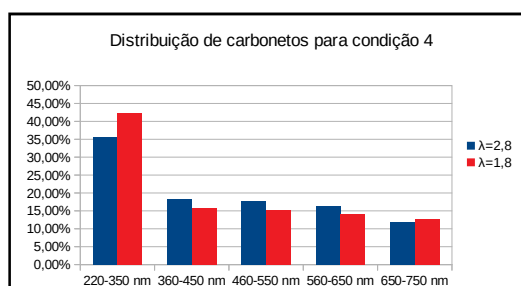
Figura 36 - (a) Microestrutura condição 4 para $\lambda=2,8$, ataque Nital 2%. (b) Microestrutura condição 4 para $\lambda=1,8$, ataque Nital 2%. É possível observar os carbonetos primários e secundários, bem como os contornos de grão e a matriz martensítica.

Os resultados obtidos para as amostras na condição 4 para as duas taxas de resfriamento podem ser visualizados na **Tabela 12**. Foi verificada alteração após o revenimento no tamanho e distribuição dos carbonetos, em ambas as condições houve

um aumento na quantidade de carbonetos menores (220-350 nm), na ordem de 25% em média.

Tabela 12 - Distribuição de carbonetos por tamanhos para condição 4 e sua representação gráfica.

Tamanho	Distribuição	
	$\lambda = 2,8$	$\lambda = 1,8$
220-350 nm	35,7%	42,2%
360-450 nm	18,3%	15,8%
460-550 nm	17,8%	15,2%
560-650 nm	16,2%	14,2%
650-750 nm	12,0%	12,7%



O comportamento para diferentes taxas de resfriamento é o mesmo, onde a inserção da criogenia faz com que a quantidade de carbonetos secundários pequenos aumente após revenimento, como pode ser observada na **Figura 37**. Para a maior taxa de resfriamento foi verificado uma maior quantidade final de carbonetos secundários pequenos. No entanto o maior aumento relativo à quantidade inicial (condição 1) ocorreu para o ciclo com criogenia e menor taxa de resfriamento como pode ser observado na

Tabela 13.



Figura 37 - Comportamento dos carbonetos em relação a condição de tratamento.

Tabela 13 - Aumento da % de carbonetos 220-350nm em relação à condição inicial.

Fator A	Fator B	Combinação	Aumento%
Criogenia	Resfriamento		
sem	$\lambda = 2,8$	1	19,8
com	$\lambda = 2,8$	a	51,34
sem	$\lambda = 1,8$	b	24,85
com	$\lambda = 1,8$	ab	43,49

5.2. Ensaio de Dureza

Os resultados das medições de durezas realizadas são apresentados na **Tabela 14**. As medições foram feitas em ordem aleatória para distribuição normal do erro e desta forma viabilizar análise estatística.

Tabela 14 - Dureza na escala HRC das amostras em ordem aleatória.

Nº Corrida	1	2	3	4	5	6
Nº Amostra	11.11	07.07	01.01	06.06	10.10	08.08
Ponto 1	58,0	58,2	58,0	58,8	58,2	58,2
Ponto 2	57,8	58,6	58,6	58,8	58,2	58,4
Ponto 3	57,6	59,0	58,8	58,6	59,0	58,4
Ponto 4	58,0	59,2	58,4	58,8	57,9	58,6
Ponto 5	58,0	59,0	58,2	59,2	58,8	58,2
Média	57,9	58,8	58,4	58,8	58,4	58,4
Desv. Padrão	0,18	0,40	0,32	0,22	0,46	0,17

Nº Corrida	7	8	9	10	11	12
Nº Amostra	03.03	09.09	04.04	02.02	05.05	12.12
Ponto 1	58,2	58,6	58,2	59,0	58,2	59,0
Ponto 2	59,0	58,2	58,8	59,0	59,0	59,0
Ponto 3	59,0	58,6	58,8	59,2	59,0	59,8
Ponto 4	59,0	58,6	58,0	59,4	59,2	59,2
Ponto 5	59,0	58,8	58,2	59,2	58,8	59,4
Média	58,8	58,6	58,4	59,2	58,8	59,3
Desv. Padrão	0,36	0,22	0,37	0,17	0,38	0,33

Estratificando os dados e agrupando conforme os fatores estudados conforme **Tabela 15** pode-se realizar uma análise de variância.

Tabela 15 - Ciclos de tratamentos térmicos e durezas (HRC) correspondentes.

Fator A	Fator B		Replicações		
Criogenia	Resfriamento	Combinação	1	2	3
sem	$\lambda = 2,8$	1	58,4	58,4	57,9
com	$\lambda = 2,8$	a	58,8	59,2	59,3
sem	$\lambda = 1,8$	b	58,4	58,8	58,4
com	$\lambda = 1,8$	ab	58,8	58,8	58,6

Os resultados da ANOVA mostram que o fator criogenia e a interação entre criogenia e taxa de resfriamento têm influência significativa sobre a dureza, porém o fator taxa de resfriamento não apresenta influência significativa sobre a dureza de forma isolada, como pode ser visto na **Tabela 16**.

Tabela 16 - Análise de variância das variáveis em função da dureza.

ANOVA						
Alfa	0,05					
Fonte de Variação	SS	DF	MS	F0	Ftab	P-Value
Criogenia	0,85	1	0,85	15,515	5,32	0,004
Taxa de Resfriamento	0,00	1	0,00	0,061	5,32	0,812
Interação	0,33	1	0,33	6,061	5,32	0,039
ERRO	0,44	8	0,06			
TOTAL	1,63	11				

Pela análise da curva de probabilidade normal dos resíduos, **Figura 38**, é possível afirmar que os erros estão normalmente distribuídos, pois apresentam comportamento linear. Com isso pode-se afirmar que o modelo utilizado está adequado.

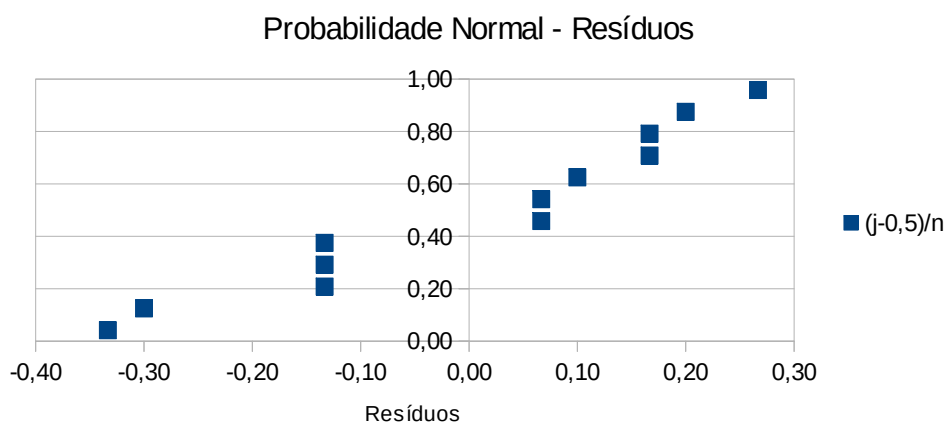


Figura 38 - Curva de Probabilidade Normal dos Resíduos.

A combinação de fatores e níveis que aumenta a variável de resposta dureza (59,1 HRC) está no ciclo de tratamento térmico na condição 3 (Têmpera/Criogenia/01 Revenimento) para um parâmetro de resfriamento de 2,8 como mostra a **Figura 39**.

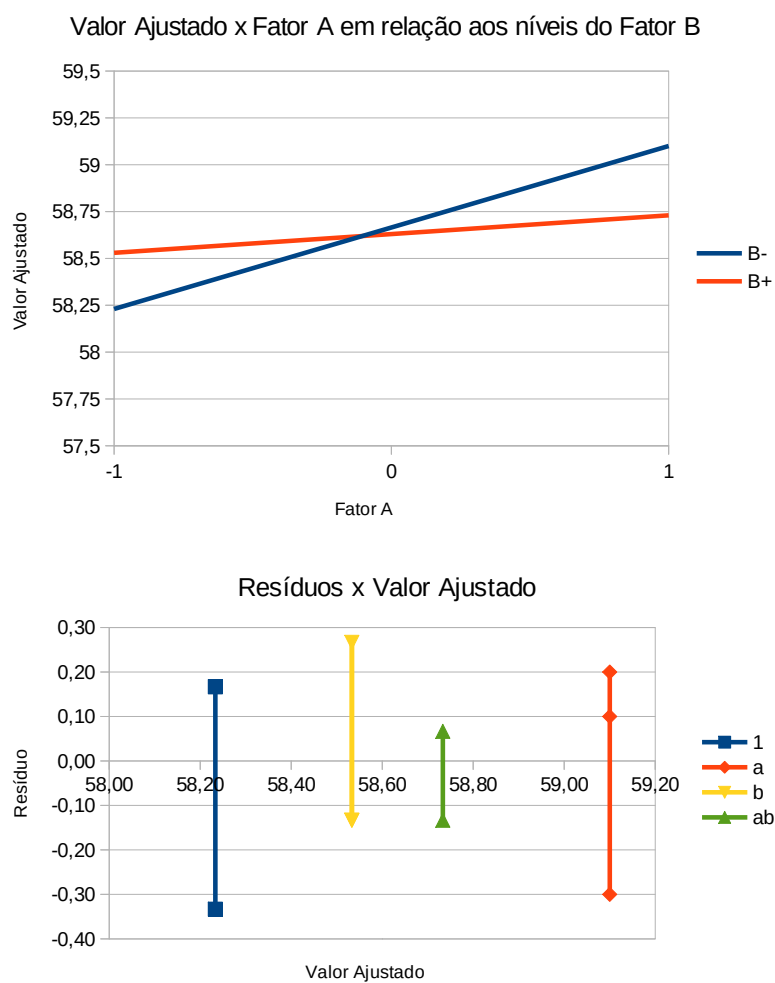


Figura 39 - Gráfico Valor Ajustado vs Fator A/Fator B.

5.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura

Os resultados das medições de KIC são apresentados na **Tabela 17**. As medições foram feitas em ordem aleatória para distribuição normal do erro e desta forma viabilizar análise estatística.

Tabela 17 - Resultados do ensaio de tenacidade à fratura.

Amostra	K_{IC} [MPa.m ^{1/2}]	K_{IC} [N/mm ^{3/2}]	K_Q [N/mm ^{3/2}]	P_Q [N]	P_m [N]	P_m/P_Q	W [mm]	B [mm]	B_N [mm]	S [mm]	a_o [mm]	Y	a_o/W	Validação a_o/W
SI-963-17-0101	23,72	750,14	750,14	1894	1908	1,01	10,06	9,97	9,97	40,89	5,48	3,08	0,544	Sim
SI-963-17-0202	21,69	685,81	685,81	1699	1699	1,00	10,06	9,96	9,96	40,89	5,53	3,14	0,549	Sim
SI-963-17-0303	22,24	703,26	703,26	1781	1810	1,02	10,05	9,97	9,97	40,89	5,46	3,07	0,543	Sim
SI-963-17-0404	24,52	775,53	775,53	1931	1952	1,01	10,04	9,95	9,95	40,89	5,49	3,11	0,547	Sim
SI-963-17-0505	23,76	751,31	751,31	1877	1893	1,01	10,05	9,96	9,96	40,89	5,49	3,11	0,547	Sim
SI-963-17-0606	22,83	721,91	721,91	1836	1853	1,01	10,04	9,97	9,97	40,89	5,43	3,05	0,541	Sim
SI-963-17-0707	23,86	754,56	754,56	1877	1887	1,01	10,05	9,97	9,97	40,89	5,51	3,12	0,548	Sim
SI-963-17-0808	26,13	826,30	826,30	2141	2161	1,01	10,04	9,97	9,97	40,89	5,38	2,99	0,536	Sim
SI-963-17-0909	24,97	789,74	789,74	2056	2074	1,01	10,06	9,97	9,97	40,89	5,39	2,99	0,535	Sim
SI-963-17-1010	26,26	830,41	830,41	2068	2068	1,00	10,03	9,97	9,97	40,89	5,49	3,11	0,547	Sim
SI-963-17-1111	26,45	836,49	836,49	2072	2104	1,02	10,04	9,96	9,96	40,89	5,51	3,13	0,549	Sim
SI-963-17-1212	22,60	714,66	714,66	1767	1767	1,00	10,05	9,97	9,97	40,89	5,53	3,14	0,550	Sim

Os resultados obtidos foram organizados conforme condições de tratamento térmico, **Tabela 18**, para avaliação dos fatores estudados sobre a variável de resposta tenacidade à fratura.

Tabela 18 - Ciclos de tratamentos térmicos e tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2}) correspondente.

Fator A	Fator B		Replicações		
Criogenia	Resfriamento	Combinação	1	2	3
sem	$\lambda = 2,8$	1	26,13	23,72	26,45
com	$\lambda = 2,8$	a	23,86	21,69	22,60
sem	$\lambda = 1,8$	b	24,52	23,76	26,26
com	$\lambda = 1,8$	ab	22,24	22,83	24,97

Os resultados da ANOVA mostram que somente o fator criogenia têm influência significativa sobre a tenacidade à fratura, como pode ser visto na **Tabela 19**.

Tabela 19 - Análise de variância das variáveis em função da tenacidade à fratura.

ANOVA						
Alfa	0,05					
Fonte de Variação	SS	DF	MS	F0	Ftab	P-Value
Criogenia	13,34	1	13,34	7,491	5,32	0,026
Taxa de Resfriamento	0,001	1	0,001	0,001	5,32	0,978
Interação	1,11	1	1,11	0,624	5,32	0,452
ERRO	14,24	8	1,78			
TOTAL	28,69	11				

Pela análise da curva de probabilidade normal dos resíduos, **Figura 40**, é possível afirmar que os erros estão normalmente distribuídos, pois apresentam comportamento linear. Com isso pode-se afirmar que o modelo utilizado está adequado.

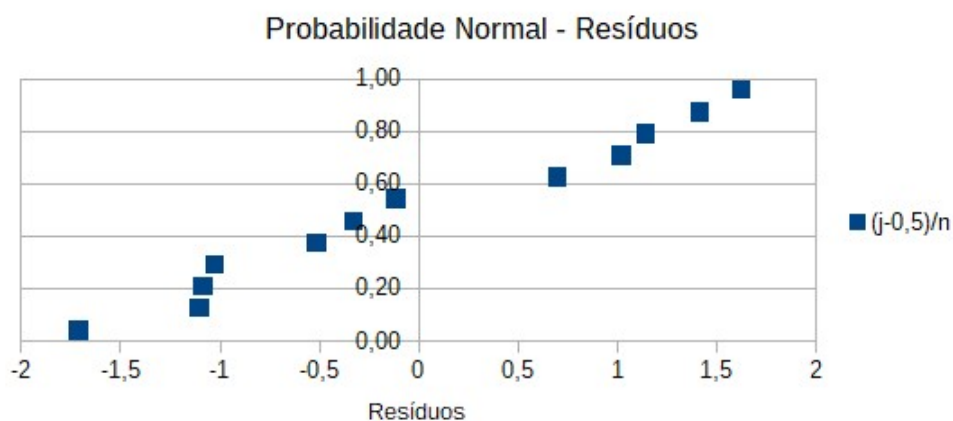


Figura 40 - Curva de Probabilidade Normal dos Resíduos.

A combinação de fatores e níveis que aumenta a variável de resposta tenacidade à fratura ($25,43 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) está no ciclo de tratamento térmico na condição 4 (Têmpera/03 Revenimentos) para um parâmetro de resfriamento de 2,8 como mostra a **Figura 41**.

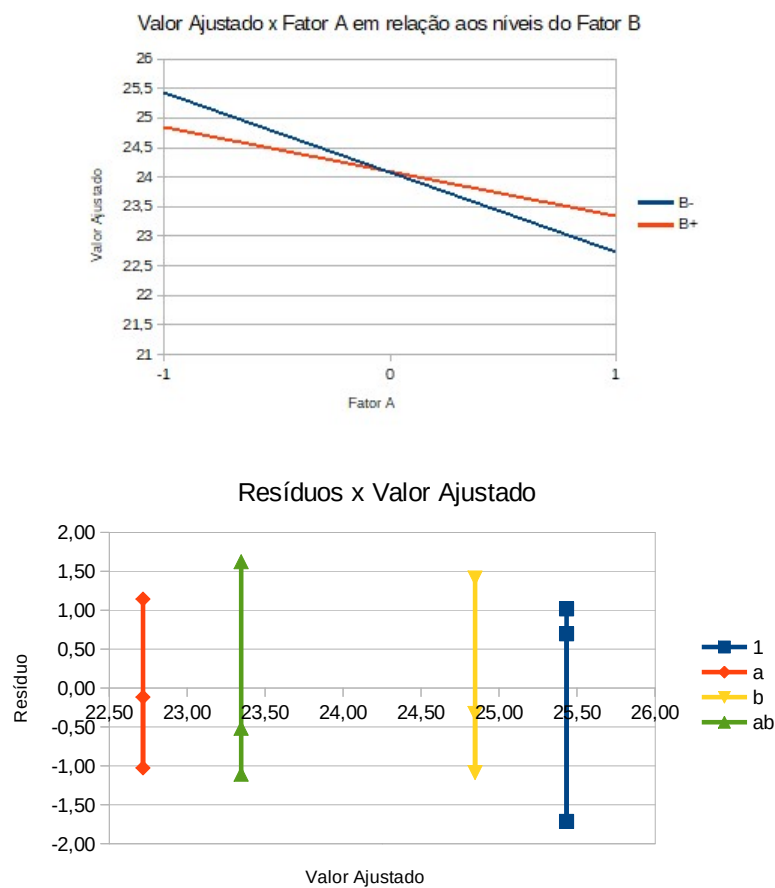


Figura 41 - Gráfico Valor Ajustado vs Fator A/Fator B.

5.4. Análise de Fases por Difração de Raios-X

O método de avaliação de austenita retida baseia-se nas intensidades integrais dos picos de austenita e ferrita medidos que foram calculados e determinados através do fator de intensidade especial (Fator-R) para a radiação de Cr. Todos os picos de austenita foram proporcionalmente comparados a todos os picos de ferrita. O valor médio de todos os resultados dado como a concentração de austenita retida, como mostra a **Figura 42**. A flutuação de cada resultado é mostrada como uma faixa de tolerância. O cálculo de intensidade integral ocorre via função de ajuste de curva (ou Fit-function). O processo de ajuste foi controlado manualmente via posição dos picos, larguras e intensidades.

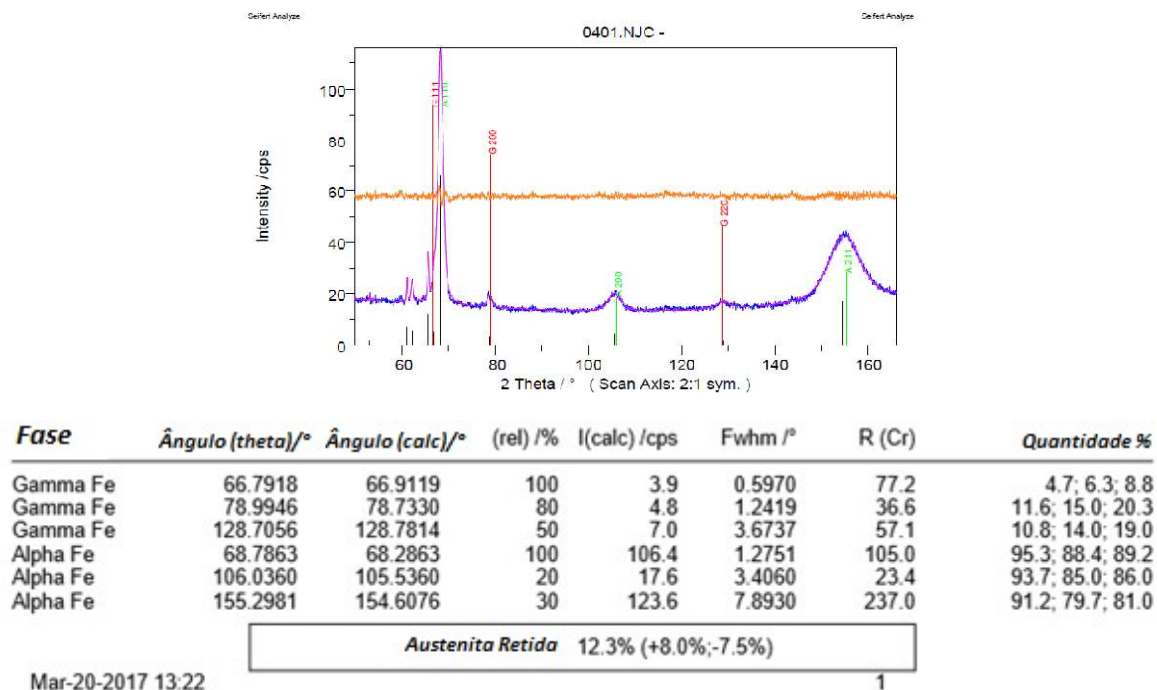


Figura 42 - Resultados obtidos para a amostra 04.01 na análise de difração.

Os resultados das amostras em todas as condições da **Tabela 8**, mostram um erro associado ao método de medição muito elevado como pode ser visto na **Tabela 20**, em média 65% e 50% para as tolerâncias acima e abaixo respectivamente, este erro está vinculado ao software usar todos os picos da austenita para realizar o cálculo de volume, (SU et al., 2012) mostra em seus estudos que o menor erro é alcançado quando são usados 03 picos (M200, γ 200, γ 220), além da necessária subtração do efeito dos carbonetos para melhorar a precisão.

Tabela 20 - Resultados da análise de difração de raios-X.

N° Amostra	% Austenita Retida	Tolerância %	
		+8,0	-7,5
04.01	12,3	+8,0	-7,5
04.02	12,3	+10,6	-8,3
04.03	13,1	+7,4	-5,1
04.04	11,1	+6,1	-4,9
02.01	14,8	+12,4	-8,9
02.02	15,4	+9,1	-8,0
02.03	14,4	+8,7	-5,9
02.04	14,7	+7,7	-5,2

Na Figura 43 (a) e (b) é possível observar a influência dos carbonetos no espectro de difração e como em alguns casos há interposição de picos.

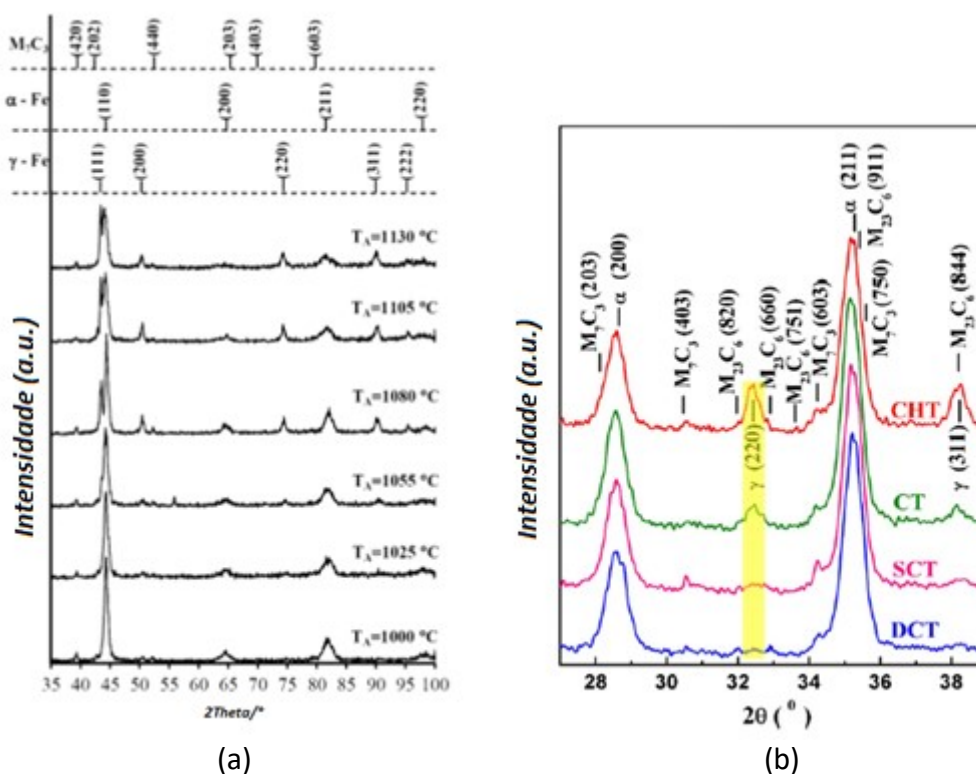


Figura 43 - (a) Difratoograma de um ABNT D2 austenitizado em diferentes temperaturas usando radiação $Cu K\alpha$, adaptado de (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015). (b) Difratoograma de um ABNT D2 em diferentes condições de tratamento subzero usando radiação $Mo K\alpha$, adaptado de (DAS; DUTTA; RAY, 2010a).

Os resultados obtidos foram organizados conforme condições de tratamento térmico, **Tabela 21**, não será avaliada a influência dos fatores sobre a variável de resposta austenita retida devido ao erro de medição evidenciado.

Tabela 21 - Ciclos de tratamentos térmicos e volume de Austenita Retida correspondente.

Fator A	Fator B		
<i>Criogenia</i>	<i>Resfriamento</i>	<i>Combinação</i>	<i>RA%</i>
sem	$\lambda = 2,8$	1	11,1
com	$\lambda = 2,8$	a	13,1
sem	$\lambda = 1,8$	b	14,7
com	$\lambda = 1,8$	ab	14,4

6. CONCLUSÕES

Os resultados mostram que a distribuição de carbonetos secundários sofre efeito da taxa de resfriamento e da criogenia durante o revenimento. Sendo o efeito da criogenia mais acentuado que a taxa de resfriamento. Com a inserção do ciclo criogênico houve um aumento de 20% em média da quantidade de carbonetos entre 220-350nm em relação aos ciclos sem criogenia. O ciclo que apresentou a maior quantidade final de carbonetos secundários entre 220-350nm foi o ciclo com criogenia e maior taxa de resfriamento. No entanto o ciclo com criogenia e menor taxa de resfriamento apresentou o maior aumento relativo à condição inicial, 51,3% de acréscimo. O efeito da criogenia está de acordo com o resultado obtido por outros pesquisadores (AMINI; AKHBARIZADEH; JAVADPOUR, 2012; DAS; DUTTA; RAY, 2010a)

A dureza apresentou influência significativa do fator criogenia e da interação entre os fatores criogenia e taxa de resfriamento. Sendo a dureza mais elevada alcançada para o ciclo com criogenia e menor taxa de resfriamento, o que está de acordo com os resultados das microestruturas, pois observou-se uma maior precipitação de carbonetos para essa condição, promovendo um endurecimento secundário maior. O aumento de dureza pela criogenia foi observado em outras pesquisas como (COLLINS, 1996; GHASEMI-NANESA; JAHAZI, 2014; GILL et al., 2011)

A tenacidade à fratura sofre influência significativa da criogenia, os menores valores de tenacidade à fratura foram obtidos para os ciclos com criogenia, sendo o ciclo com criogenia e menor taxa de resfriamento a situação onde se observou o menor valor alcançado. Por outro lado o ciclo sem criogenia e com menor taxa de resfriamento apresentou o maior valor de tenacidade à fratura. Corroborando com estudos já realizados (DAS et al., 2010) que mostram que tratamentos criogênicos no ABNT D2 tendem a reduzir a tenacidade à fratura.

Percebe-se que a precipitação de carbonetos de 220-350nm está diretamente relacionada a todas as variáveis de resposta estudadas, pois quanto maior for a precipitação em relação à condição inicial, maior será a dureza e menor será a tenacidade à fratura, sendo a recíproca verdadeira. Segundo (VAHDAT; NATEGH; MIRDAMADI, 2014)

a quantidade de carbonetos sub-mícron bem distribuídos aumenta a tenacidade à fratura de um aço, o que não foi observado nos resultados do presente trabalho, que apesar do aumento significativo na quantidade de carbonetos secundários entre 220-350 nm para ciclos criogênicos houve redução na tenacidade.

Os resultados da análise de difração se mostraram inconclusivos para este estudo devido ao erro experimental obtido.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1.** Avançar na caracterização de fases por difração de raios-X utilizando mesmos parâmetros de ensaio da pesquisa de (DAS; DUTTA; RAY, 2010a);
- 2.** Variação do tempo de criogenia (04, 06, 12 e 24 horas) para o ciclo com parâmetro de resfriamento de 2,8 para avaliação da quantidade de carbonetos secundários ao final do processo;
- 3.** Avaliação do desgaste através de ensaios pino sobre disco em amostras conforme estudos de (DAS; RAY; DUTTA, 2009) e (MOLINARI et al., 2001).
- 4.** Estudo de novo processo de têmpera, criogenia e nitretação direta, suprimindo o processo de revenimento, para avaliar fases presentes e suas proporções ao final do processo.

5. REFERÊNCIAS

- ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, R. E. **Physical Metallurgy Principles**. Fourth ed. CA, United States: Cengage Learning, 2009.
- AKHBARIZADEH, A.; SHAFYEI, A.; GOLOZAR, M. A. Effects of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel. **Materials & Design**, v. 30, n. 8, p. 3259–3264, set. 2009.
- AMINI, K.; AKHBARIZADEH, A.; JAVADPOUR, S. Effect of deep cryogenic treatment on the formation of nano-sized carbides and the wear behavior of D2 tool steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials**, v. 19, n. 9, p. 795–799, 2012.
- ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. [s.l.: s.n.]. v. 58
- ASTM E18. ASTM E18 – 16 Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. **American Society for Testing and Materials**, p. 1–38, 2016.
- ASTM E1823. **ASTM E1823-13 Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing**. [s.l.: s.n.].
- ASTM E3. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. **ASTM International**, p. 1–12, 2011.
- ASTM E399. **ASTM E399-97 - Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials** ASTM International, 1997.
- ASTM E975. **Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation**. West Conshohocken, PA: [s.n.]. Disponível em: <www.astm.org>.
- BAIN, E. C.; PAXTON, H. W. **Alloying Elements in Steel**. 2nd. ed. Ohio: ASM International, 1966.
- BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels Microstructure and Properties**. Third ed. Oxford: Elsevier Ltd, 2006.
- BLAZYNSKI, T. Z. (ED.). **Design of Tools for Deformation Processes**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1986.
- BÖLLER EDELSTAHL GMBH. K110 - Cold work tool steel. . 2004.
- BOMBAC, D. et al. Study of Carbide Evolution During Thermo-Mechanical Processing of AISI D2 Tool Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 22, n. 3, p. 742–747, 2013.
- CHIAVERIVI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 6ª ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1990.
- COLLINS, D. N. Deep Gryogenic Treatment of Tool Steels : a Review. p. 40–42, 1996.
- COSTA, B. F. O. et al. Mössbauer studies of a martensitic transformation and of cryogenic treatments of a D2 tool steel. **Hyperfine Interactions**, v. 219, n. 1–3, p. 135–139, 2013.
- DAS, D. et al. Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 2, p. 589–603, 2010.
- DAS, D.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 9, p. 2182–2193, 2010a.

DAS, D.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part II. Wear behavior. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 9, p. 2194–2206, 2010b.

DAS, D.; RAY, K. K.; DUTTA, A. K. Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behaviour of die steel. **Wear**, v. 267, n. 9–10, p. 1361–1370, set. 2009.

DAVIS, C. L.; KING, J. E. Effect of cooling rate on intercritically reheated microstructure and toughness in high strength low alloy steel. **Materials Science and Technology**, v. 9, n. 1, p. 8–15, 1993.

DONACHIE, S. J.; ANSELL, G. S. The effect of quench rate on the properties and morphology of ferrous martensite. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. October, p. 1863–1875, 1975.

GHASEMI-NANESA, H.; JAHAZI, M. Simultaneous enhancement of strength and ductility in cryogenically treated AISI D2 tool steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 598, p. 413–419, 2014.

GHASEMI NANESA, H.; JAHAZI, M. Alternative phase transformation path in cryogenically treated AISI D2 tool steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 634, p. 32–36, 2015.

GILL, S. S. et al. Metallurgical principles of cryogenically treated tool steels—a review on the current state of science. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 54, n. 1–4, p. 59–82, 17 abr. 2011.

HAMIDZADEH, M. A.; MERATIAN, M.; MOHAMMADI ZHRANI, M. A study on the microstructure and mechanical properties of AISI D2 tool steel modified by niobium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 556, p. 758–766, 2012.

HARRY CHANDLER. **Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels**. 2nd. ed. Ohio: ASM International, 1995.

IDS. **Sistema WGst - Módulo de Produção** Caxias do Sul Acesso em 08/12/15, , 2009.

KAHROBAEE, S.; KASHEFI, M. Assessment of Retained Austenite in AISI D2 Tool Steel Using Magnetic Hysteresis and Barkhausen Noise Parameters. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 24, n. 3, p. 1192–1198, 2015.

KOKOSZA, A.; PACYNA, J. Evaluation of retained austenite stability in heat treated cold work tool steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 162–163, n. SPEC. ISS., p. 327–331, maio 2005.

KRAUSS, G. **Steels processing, structure, and performance**. 1st. ed. Ohio: ASM International, 2015.

LESKOVŠEK, V.; ŠUŠTARŠIČ, B.; JUTRIŠA, G. The influence of austenitizing and tempering temperature on the hardness and fracture toughness of hot-worked H11 tool steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 178, p. 328–334, 2006.

LI, S. et al. Effects of heat treatment influencing factors on microstructure and mechanical properties of a low-carbon martensitic stainless bearing steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 605, p. 229–235, 2014.

MEEKISHO, L.; YAO, X.; TOTTEN, G. E. **Quenching Theory and Technology, Second Edition**. [s.l.] CRC Press, 2010.

MOHAMMED, M. N. et al. Morphological evolution during partial re-melting of AISI D2

Cold-Work Tool Steel. **Sains Malaysiana**, v. 43, n. 8, p. 1213–1219, 2014.

MOLINARI, A. et al. Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 118, n. 1–3, p. 350–355, 2001.

NANESA, H. G.; JAHAZI, M.; NARAGHI, R. Martensitic transformation in AISI D2 tool steel during continuous cooling to 173 K. **Journal of Materials Science**, v. 50, n. 17, p. 5758–5768, 2015.

OPPENKOWSKI, A.; WEBER, S.; THEISEN, W. Evaluation of factors influencing deep cryogenic treatment that affect the properties of tool steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 210, n. 14, p. 1949–1955, 2010.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. Second ed. Boston, MA: Springer US, 1992.

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

SCHASTLIVTSEV, V. M. et al. On the role of retained austenite in the structure of alloyed steels and the effect of external factors. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 115, n. 9, p. 904–917, 13 set. 2014a.

SCHASTLIVTSEV, V. M. et al. Effect of cooling rate on the amount of retained austenite upon bainitic transformations. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 115, n. 10, p. 990–1000, 14 out. 2014b.

SILVA, V. F. **Influência da Austenita Retida no Crescimento de Trincas Curtas Superficiais por Fadiga em Camada Cementada de Aço SAE 8620**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 1997.

SU, Y. Y. et al. Retained Austenite Amount Determination Comparison in JIS SKD11 Steel Using Quantitative Metallography and X-Ray Diffraction Methods. **Advanced Materials Research**, v. 482–484, p. 1165–1168, fev. 2012.

UDDEHOLM. Sverker 21 - Aço ferramenta para Trabalho a Frio. . 2005.

VAHDAT, S. E.; NATEGH, S.; MIRDAMADI, S. Effect of microstructure parameters on tensile toughness of tool steel after deep cryogenic treatment. **International Journal of Precision Engineering and Manufacturing**, v. 15, n. 3, p. 497–502, 2014.

YU, H. A new model for the volume fraction of martensitic transformations. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28, n. December, p. 2499–2506, 1997.