

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA  
CRIOGENIA NA RESISTÊNCIA AO  
DESGASTE ABRASIVO DO AÇO  
ASTM 743 TIPO CA6NM**

**ALEXANDER FRANCO HERNANDEZ**

**ORIENTADOR: Dr. COSME ROBERTO MOREIRA DA SILVA**

**COORIENTADOR: DR. JOSÉ ALEXANDER ARAÚJO.**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**BRASÍLIA/DF: MARÇO – 2009**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

**Estudo da Influência da Criogenia Na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço  
ASTM 743 Tipo CA6NM**

**ALEXANDER FRANCO HERNANDEZ**

Dissertação submetida ao Departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Tecnologia da Universidade de Brasília como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências Mecânicas.

APROVADA POR:

---

Professor Cosme Roberto Moreira Da Silva, Dr., (ENM-UnB)  
(Orientador)

---

Professor José Alexander Araújo, Dr., (ENM-UnB)  
(Coorientador)

---

Professor Flaminio Levy Neto, Dr., (ENM-UnB)  
(Examinador interno)

---

Professor Claudinei dos Santos, Dr., (USP-EEL)  
(Examinador Externo)

BRASÍLIA/DF, MARÇO DE 2009

## FICHA CATALOGRÁFICA

FRANCO, ALEXANDER HERNANDEZ

Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM. [Distrito Federal] 2009.

xvi, 130p, 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2009).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1.Aço ASTM 743 CA6NM

2.Tratamento Térmico Convencional

3.Tratamento Criogênico

4.Desgaste Abrasivo

I. ENM/FT/UnB

II. Título ENM. DM-127A/09

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

FRANCO, A. H. (2009). Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM: Avaliação de Resistência ao Desgaste. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM-127A/09, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 130p.

## CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Alexander Franco Hernandez.

TÍTULO: Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM.

GRAU: Mestre

ANO: 2009

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

---

Alexander Franco Hernandez  
pacific721031@yahoo.com

## DEDICATÓRIA

A mi hijo y a mis padres. Responsables por toda la fuerza que me impulsa a seguir adelante y por todo el amor que existe en mi corazón.

## **AGRADECIMENTOS**

A minha esposa, por todo o apoio, compreensão, dedicação e paciência suportando largas jornadas de ausência e os dissabores provocados pelo estresse.

A meu orientador, por oferecer todo o suporte teórico necessário e pelo apoio para a boa finalização desse projeto.

A todos os colegas da oficina mecânica da Faculdade de Tecnologia da UnB, pelo apoio técnico necessário à execução dos ensaios.

A toda equipe de trabalho do Laboratório de Tribologia e Materiais da UFU, técnicos e professores que garantiram o desenvolvimento do ensaio de desgaste micro-abrasivo.

Ao CNPQ, pelo apoio financeiro que possibilitou o desenvolvimento do projeto.

Aos meus amigos e familiares, por existirem e fornecerem o apoio emocional nas horas difíceis.

Ao Brasil, por me acolher como outro de seus cidadãos.

## Sumario

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>viii</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>xiv</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xvi</b>
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>4</b>
2.1 LIGAS INOXIDÁVEIS.....	4
2.2 Metalurgia do aço CA6NM .....	8
2.3 Resultados depois da solidificação.....	14
2.4 Diferentes tratamentos térmicos nos aços CA6NM.....	17
2.4.1 Características da têmpera .....	17
2.4.1.1 Características da martensita .....	20
2.4.1.2 Principais precipitados que aparecem após têmpera .....	26
2.4.2 Processo do tratamento de revenido .....	28
2.4.2.1 Características da martensita obtida após revenido .....	30
2.4.2.2 Análise da austenita retida.....	31
2.4.2.3 Precipitados formados após o revenido .....	35
2.4.3 Criogenia.....	38
2.4.3.1 Tratamento criogênico suas aplicações.....	38
2.4.3.2 Influência do DCT em algumas propriedades dos aços .....	40
2.4.3.2.1 Dureza .....	40
2.4.3.2.2 Efeito na resistência à corrosão.....	41
2.4.3.2.3 Efeito na resistência ao desgaste .....	42
2.5 O fenômeno da fragilização intergranular .....	48
2.5.1 Influência da composição química do aço .....	49
2.5.2 Efeito da velocidade de aquecimento e temperatura de austenitização .....	52
2.5.3 Efeito da velocidade de resfriamento da têmpera .....	53
2.5.4 Efeito da temperatura de revenido .....	55
2.5.5 Efeito da velocidade de resfriamento do revenido.....	56
2.5.6 Efeito do tempo de encharque de revenido .....	58
2.5.7 Reversibilidade da fragilização.....	59
2.5.8 Difração de raios X .....	59
2.6 Desgaste abrasivo .....	60
2.6.1 Desgaste abrasivo: definição - classificação – terminologia .....	61
2.6.2 Equação de Archard para o desgaste abrasivo. ....	64
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>66</b>
3.1 Caracterização do material .....	66
3.2 TRATAMENTO TÉRMICO.....	67

3.3	Análise metalográfica.....	70
3.4	Difratometria de raios x .....	70
3.5	Dureza Brinell .....	71
3.6	Ensaio de desgaste por micro-abrasão .....	71
3.6.1	Parâmetros do ensaio de desgaste micro-abrasivo .....	75
3.6.2	Força normal .....	75
3.6.3	Rotação da esfera de ensaio .....	78
3.6.4	Distância de deslizamento entre a esfera e a amostra .....	78
3.6.5	Concentração da pasta abrasiva.....	81
3.6.6	Dureza, forma e tamanho das partículas abrasivas .....	83
3.6.6.1	Dureza .....	83
3.6.6.2	Forma .....	85
3.6.6.3	Tamanho .....	86
3.6.6.4	Regime permanente de desgaste .....	86
3.6.6.5	Descrição dos parâmetros e realização do ensaio. ....	88
<b>4.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>90</b>
4.1	Análise metalográfica e a influência da temperatura de austenitização. ....	90
4.2	Análise da difratometria de Raios X. ....	96
4.3	Análise de dureza Brinell .....	102
4.4	Influência dos precipitados e da solubilização nas propriedades mecânicas .....	105
4.4.1	Resultado e discussão do desgaste micro-abrasivo. ....	107
<b>5.</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>117</b>
	<b>RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>118</b>
	<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>119</b>
	<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>119</b>
	<b>APÊNDICES .....</b>	<b>125</b>
	<b>APÊNDICE A: TECHNICAL DELIVERY SPECIFICATION FOR MARTENSITIC STAINLESS STEEL ASTM A 743 CA6NM .....</b>	<b>126</b>
	<b>APÊNDICE B: RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO DO AÇO CA6NM FORNECIDO PELO PROVEDOR.....</b>	<b>130</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Gráfico ilustrando a passividade dos aços ao cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial [20].-----	5
Figura 2.2: Diagramas de equilíbrio Fe-Cr para diferentes percentuais de carbono: (a) 0,05%C (b) 0,1%C (c) 0,2%C (d) 0,4%C. Neste diagrama $k_c$ , $k_1$ e $k_2$ são os carbonetos $(Cr,Fe)_3C$ , $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , e $(Cr,Fe)_7C_3$ , respectivamente. [77] -----	9
Figura 2.3: Diagrama de equilíbrio pseudobinário de uma liga Fe-Cr [32].-----	10
Figura 2.4: Variação das temperaturas do eutetóide em função da concentração em peso dos elementos de liga Ti, Mo, Si, W, Cr, Mn, Ni [19].-----	11
Figura 2.5: Diagrama TRC de um aço CA6NM, mostrando sua alta temperabilidade [25].-----	13
Figura 2.6: Variação das temperaturas de transformação Ac1, Ac3 e Ms [52].-----	14
Figura 2.7: Localização aproximada do aço fundido CA6NM no diagrama de Schaeffler [26]. -----	16
Figura 2.8: Representação esquemática da estrutura tetragonal da martensita [19].---	21
Figura 2.9: Efeito do teor de carbono na temperatura de início de transformação martensítica (Ms) e na morfologia da martensita [54].-----	25
Figura 2.10: Curvas de diversos autores sobre a influência do carbono na dureza da martensita [49]. -----	26
Figura 2.11: Representação esquemática da morfologia em ripas da martensita [19].-----	26
Figura 2.12: Esquema do refinamento da estrutura devido ao revenido duplo: a) 950°C/1h/ar.M: martensita em ripas; b) 950°C/1h/ar + 670°C/durante aquecimento. Rm: martensita revenida, $\gamma$ : austenita; c) 950°C/01h/ar + 670°C/2h/ar (depois de resfriar). Rm: martensita revenida, M: martensita em ripas, $\gamma$ : austenita; d) 950°C/01h/ar + 670°C/2h/ar + 600°C/2h/ar. [17] -----	29
Figura 2.13: Percentual de austenita formada no revenido em função da temperatura de um aço CA6NM [25].-----	32
Figura 2.14: Representação esquemática da formação da austenita estável em função da temperatura, de um aço CA6NM. $\gamma_1$ - austenita residual estável, super-resfriada durante transformação $\gamma$ - $\alpha$ ; $\gamma_2$ - austenita estável formada no revenido; $\gamma_3$ - austenita instável que se transforma em martensita (não revenida) após revenido [25].-----	32
Figura 2.15: Efeito da temperatura de revenido sobre o volume de austenita formada ( $V_T^{\gamma}$ ), num aço 16Cr2Ni0,2C [52]. -----	33
Figura 2.16: Variação da concentração de elementos de liga na austenita retida ( $f_T^S$ ), em função da temperatura de revenido, num aço 16Cr2Ni0,2C [52]. -----	34

Figura 2.17: Curva $V_{RT}^{\gamma}$ em função das variações de $(V_T^{\gamma}, f_T^S)$ com a temperatura [52]. -----	34
Figura 2.18: Variação de austenita retida em amostras resfriadas no forno e no ar, para diferentes temperaturas de revenido, aço 16Cr2Ni0,2C [52].-----	34
Figura 2.19: Efeito da temperatura de revenido na dureza de um aço 16Cr2Ni0,2C. Têmpera (1050°C/45min/óleo) e revenido por 1 hora e resfriamento ao ar [12]. -----	37
Figura 2.20: Variação da porcentagem de austenita retida para diferentes temperaturas de revenido num aço 16Cr2Ni0,2C, em duas condições: mesma condição da figura 20 e resfriado no N <sub>2</sub> líquido após têmpera. [12] -----	37
Figura 2.21: Efeito da temperatura e tempo de permanência do tratamento criogênico na dureza de aços ferramentas (a) AISI H13, (b) AISI D2, (c) vanadis 4. [52] -----	40
Figura 2.22: Efeito do tratamento criogênico no endurecimento secundário de aços ferramentas (a) AISI D2, (b) Vanadis 4. [52] -----	41
Figura 2.23: Representação de temperatura contra o tempo para o tratamento criogênico.[4]-----	42
Figura 2.24: Comparação entre a razão de resistência ao desgaste para aços tratados a temperaturas criogênicas de -84 <sup>0</sup> C e -196 <sup>0</sup> C em relação ao tratamento convencional. $R_w$ - resistência ao desgaste de aço com tratamento criogênico e $R_w^0$ - resistência ao desgaste de aço sem tratamento criogênico. [1] -----	41
Figura 2.25: Incremento da resistência ao desgaste para o aço rápido AISI T8 em função da taxa de resfriamento no início do DCT. [53] -----	44
Figura 2.26: (a) Incremento na resistência ao desgaste pelo tempo de tratamento a temperatura de -196 <sup>0</sup> C para o aço AISI T8, (b) Incremento na resistência ao desgaste pela temperatura do tratamento criogênico para o mesmo aço. [53] -----	44
Figura 2.27: Efeito da temperatura de austenitização e temperatura do tratamento criogênico na taxa de desgaste do aço AISI D2. [54] -----	44
Figura 2.28: Austenita retida para diferentes tratamentos. [55] -----	46
Figura 2.29: Dureza para os diferentes resfriamentos após tratamento subcrítico. [55] -----	47
Figura 2.30: Relação entre perda de massa e tratamento realizado. [55] -----	47
Figura 2.31: Relação entre a austenita retida e a perda de massa. [55] -----	48
Figura 2.32: Diagrama parcial de transformação isotérmica para aços com diferentes teores de Ni e 13Cr, mostrando a influência do níquel em retardar a precipitação de Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> . [41].-----	50
Figura 2.33: Efeito do C, Si, Mo no tempo em que inicia a precipitação de Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> à 650°C, e a FATT das amostras resfriadas a 50°C/h a partir de 950°C e revenida a 600°C. Material utilizado 13Cr-3,8Ni.[41]. -----	51

Figura 2.34: Efeito do molibdênio, vanádio e do carbono nas propriedades de impacto, em função da temperatura de revenido [77].-----	51
Figura 2.35: Influência da velocidade de aquecimento na temperatura de solubilização total (Acc) [3]. -----	52
Figura 2.36: Porcentagem de Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> relativo à porcentagem total de Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (obtida na amostra recozida e alta velocidade de resfriamento de (50°C/s)) [3]. ---	52
Figura 2.37: Limite de Resistência e tenacidade do aço fundido 13Cr-Ni em função da velocidade de resfriamento a partir da temperatura de austenitização [41]. -----	54
Figura 2.38: Influência da velocidade de resfriamento na precipitação de Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> a partir de duas temperaturas de austenitização (1060 e 1120°C) [3]. -----	54
Figura 2.39: Efeito da temperatura de revenido nas propriedades mecânicas em aços fundidos tipo 13Cr-Ni para diferentes teores de níquel. [41] -----	56
Figura 2.40: Efeito da velocidade de resfriamento a partir da temperatura de revenido sobre a tenacidade [41]. -----	57
Figura 2.41: Quantidade de austenita retida nas amostras temperadas após resfriamento no forno ou na água a partir da temperatura de revenido [41]. -----	57
Figura 2.42: Efeito da temperatura de revenido na solubilidade do carbono na austenita e sobre a variação da FAAT que se mostra aumentar com decréscimo da temperatura [41].-----	58
Figura 2.43: Efeito do molibdênio e silício sobre a tensão limite de escoamento, resistência à tração, e sobre a tenacidade (FATT) [41]. -----	58
Figura 2.44: Influência do tempo de encharque na fratura intergranular [43]. -----	58
Figura 2.45: Influência do tempo de encharque nas temperaturas de revenido indicado sobre a fratura intergranular em porcentagem [41]. -----	59
Figura 2.46: Imagem em 3D de uma cratera de desgaste formada em uma amostra de ferro sinterizado oxidado a vapor, ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa. [75] -----	61
Figura 2.47: Cratera de desgaste gerada em um filme fino de TiN, com espessura de aproximadamente 3 $\mu m$ . -----	61
Figura 2.48: a) Desgaste abrasivo por riscamento; b) desgaste abrasivo por rolamento. [38] -----	63
Figura 2.51: Superfície de uma amostra de aço ferramenta que sofreu desgaste abrasivo por riscamento. [84] -----	63
Figura 2.50: Superfície de uma amostra de aço ferramenta que sofreu desgaste abrasivo por rolamento. [84]. -----	64
Figura 2.51: Partícula idealizada deslizando sobre a superfície de um material dútil.[38] -----	64
Figura 3.1 Fluxograma dos Tratamentos térmicos-----	68

Figura 3.2 Dimple grinder [35a] -----	72
Figura 3.3: Princípio de funcionamento do ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera fixa. -----	73
Figura 3.4: a) Máquina de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa livre b) visão frontal do equipamento (foto cortesia Prof. Dr. J.D.B.Mello – UFU- Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM- Laboratório de Tribologia e Materiais). [75] -----	74
Figura 3.5: a) Vista frontal de uma cratera de desgaste, mostrando o diâmetro “d” da mesma; b) profundidade de penetração “h” da esfera de ensaio. [47] -----	74
Figura 3.6: Variação da taxa de desgaste em função da força normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC [18]. -----	76
Figura 3.7: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC [18]. -----	76
Figura 3.8: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para revestimentos de PA - 11, esferas de aço carbono e partículas abrasivas de SiC [16] - -----	77
Figura 3.9: Variação da taxa de desgaste em função da carga normal, para revestimentos PA – 11, esferas de aço carbono e partículas abrasivas de SiC [16]	77
Figura 3.10: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC [18]. -----	78
Figura 3.11: Cratera de desgaste com borda difusa. [85] -----	79
Figura 3.12: Diferentes estágios de formação de desgaste com as respectivas distâncias de deslizamento. [85]. -----	80
Figura 3.13: Volume de desgaste em função da distância de deslizamento e da força normal. [85]. -----	81
Figura 3.14: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o POM [56] -----	81
Figura 3.15: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o PBT [56] -----	82
Figura 3.16: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o PA- 6,6 [56] -----	82
Figura 3.17: Volume de desgaste em função da porcentagem, em volume, de SiC na pasta abrasiva, para esferas de aço para rolamento e amostras de aço ferramenta. [84] -----	83
Figura 3.18: Relação esquemática entre a taxa de desgaste e a razão $H_A/H_S$ . Os pontos $P_1$ e $P_2$ limitam a região de transição entre os regimes de desgaste. [50], [67] -----	84

Figura 3.19: Alguns formatos de partículas abrasivas. [47] -----	85
Figura 3.20: Volume de desgaste em função do produto da distância de deslizamento pela força normal, para os materiais (a) e (b) da figura 59. [47] -----	86
Figura 3.21: Gráfico exibindo o alcance do regime permanente de desgaste que ocorreu a partir de 25 min de ensaio (Figura cortesia Prof. Dr. J.D.B. Mello – UFU-Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM – Laboratório de Tribologia e Materiais).-----	87
Figura 3.22: Gráfico exibindo o alcance do regime permanente de desgaste que ocorreu a partir de 40 min de ensaio (Figura cortesia Prof. Dr. J.D.B. Mello – UFU-Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM – Laboratório de Tribologia e Materiais). -----	87
Figura 4.1: Ciclo I: Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C. 200 X. -----	93
Figura 4.2: Ciclo II: Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas. 200 X. -----	94
Figura 4.3: Ciclo III: Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas e revenido 565 <sup>0</sup> C por 1 hora e 30 min. 200 X.- -----	94
Figura 4.4: Ciclo IV: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C. -----	95
Figura 4.5: Ciclo V: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas. -----	95
Figura 4.6: Ciclo VI: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas e revenido 565 <sup>0</sup> C por 1 hora e 30 min. -----	96
Figura 4.7: Espectro de Raios X. Ciclo I - Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C. -----	98
Figura 4.8: Espectro de Raios X. Ciclo II - Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas. -----	99
Figura 4.9: Espectro de Raios X. Ciclo III - Austenitização a 965 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C, tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C, por 20 horas, e revenido 565 <sup>0</sup> C, por 90 min.-----	99
Figura 4.10: Espectro de Raios X. Ciclo IV: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C,revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C. -----	100
Figura 4.11: Espectro de Raios X. Ciclo V: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas. -----	100
Figura 4.12: Espectro de Raios X. Ciclo VI: Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C, revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas e revenido 565 <sup>0</sup> C por 90 min.-----	101
Figura 4.13: Superposição dos seis espectros obtidos no ensaio de Difração de Raios X. -----	101
Figura 4.14: Resultado do Valor Médio da Dureza Brinell. -----	102

Figura 4.15: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente do material como recebido da indústria. -----	107
Figura 4.16: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no primeiro ciclo de Tratamento Térmico. -----	108
Figura 4.17: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no segundo ciclo de Tratamento Térmico. -----	108
Figura 4.18: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no terceiro ciclo de Tratamento Térmico. -----	109
Figura 4.19: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no quarto ciclo de Tratamento Térmico. -----	109
Figura 4.20: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no quinto ciclo de Tratamento Térmico. -----	110
Figura 4.21: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio. Mostrando o período de Regime Permanente no sexto ciclo de Tratamento Térmico. -----	110
Figura 4.22: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos I, II e III. Mostrando um k menor em 31,6% para o ciclo II e 26,9 % menor para o ciclo III, quando comparado com o ciclo I. -----	113
Figura 4.23: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos I, II e III. Mostrando o volume desgastado menor em 31,16% para o ciclo II e 29,15 % menor para o ciclo III, quando comparado com o ciclo I. -----	113
Figura 4.24: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos IV, V e VI. Mostrando um k maior em 50% para o ciclo V e 44,11% para o ciclo VI, quando comparado com o ciclo IV. -----	114
Figura 4.25 Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos IV, V, VI. Mostrando o volume desgastado. Maior em 48,8 % para o ciclo V e 44,9% para o ciclo VI, quando comparado com o ciclo IV. -----	114
Figura 4.26: Comparação vertical dos resultados obtidos no coeficiente de desgaste nos seis ciclos de tratamentos. -----	115

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Composição química e propriedades mecânicas do aço ASTM A 743 CA 6 NM [2] -----	66
Tabela 3.2: Composição química e propriedades mecânicas do aço ASTM A 743 CA 6 NM [2] -----	66
Tabela 3.3: Composição química do aço estudado no presente projeto. -----	67
Tabela 3.4: Ciclos de tratamentos térmicos aplicados no aço ASTM 743 CA6NM -	68
Tabela 4.1 Resultados do ensaio de Dureza Brinell. -----	102
Tabela 4.2 Comparação das durezas Brinell e Rockwell C-----	105

## RESUMO

O Tratamento Criogênico Profundo, Deep Cryogenic Treatment (DCT) em inglês, vem sendo muito utilizado na indústria para o melhoramento das propriedades mecânicas dos aços, fundamentalmente a resistência ao desgaste. Neste trabalho foi utilizado tratamento criogênico a  $-190^{\circ}\text{C}$  por 20 horas, após tratamento térmico de têmpera e revenido, no aço inoxidável martensítico do tipo CA6NM, para melhorar a resistência mecânica associada à resistência ao desgaste abrasivo. Os 36 corpos-de-prova, divididos em dois grupos de 18, foram austenitizados por quarenta e cinco minutos a  $965^{\circ}\text{C}$  e  $1065^{\circ}\text{C}$ , respectivamente, com posterior têmpera em óleo a temperatura ambiente e revenimento a  $565^{\circ}\text{C}$  por 90 minutos, com resfriamento ao ar. 24 amostras foram em seguida tratadas criogenicamente, seguindo-se, para uma parte destas, 12 amostras, um novo ciclo de revenimento a  $565^{\circ}\text{C}$  por 90 minutos. Foram realizados os seguintes testes nos corpos tratados com e sem criogenia: Dureza Brinell, Difractometria de Raios X, Metalografia e ensaio de desgaste micro-abrasivo. Foram encontradas variações na microestrutura com melhoria na resistência ao desgaste nas amostras austenitizadas a  $965^{\circ}\text{C}$  e tratadas criogenicamente, em comparação àquelas apenas submetidas ao tratamento convencional. Estas variações devem-se ao efeito positivo do DCT sobre a microestrutura do aço austenitizado a baixa temperatura. A microestrutura passa de ripas de martensita, distribuídas paralelamente formando blocos - obtidos do tratamento convencional -, a pequenos pacotes paralelos ou quase paralelos de finas agulhas formando grãos austeníticos. Encontram-se traços de austenita anterior ou revertida delimitando os grãos. Presume-se a formação de microcarbonetos homogeneamente distribuídos na matriz e nos contornos de grão da austenita revertida.

## ABSTRACT

The Deep Cryogenic Treatment (DCT) has been used in the industry for the improvement of steel mechanical properties, basically the resistance to the abrasive wear resistance. At this work the cryogenic treatment at  $-190^{\circ}\text{C}$  for 20 hours was applied, after conventional head treatment, to the martensitic stainless steel grade CA6NM to improve the mechanical resistance associated to the abrasive wear resistance. The specimens, divided in two groups, had been austenitized for forty and five minutes at  $965^{\circ}\text{C}$  and  $1065^{\circ}\text{C}$ , respectively, then quenched in oil at room temperature. After that they were tempered at  $565^{\circ}\text{C}$  for 90 minutes, then cooled in air. Subsequently some samples were treated cryogenically, and some of them were submitted to a new cycle of tempering at  $565^{\circ}\text{C}$  for 90 minutes. The performed experiment included: Hardness Brinell, Difratometry X ray, Metallography and micro-abrasive wear test. Variations in the microstructure with an improvement in the abrasive wear coefficient were found, in the samples austenitized at  $965^{\circ}\text{C}$ , comparing the cryogenically treated and those only submitted to the conventional treatment. These variations are probably a positive effect of the DCT on the samples' microstructure. The microstructure was transformed blocks of parallel lath martensite to small parallel or almost parallel packages of fine needles forming austenite. Traces of previous or reverted austenite were found delimiting the grains. It is presumed that micro-carbide homogeneously distributed in the matrix and in the grain's contours of the reverted austenite was formed.

## 1. INTRODUÇÃO

Desde a década de 60 têm sido utilizados tratamentos térmicos criogênicos visando à transformação da austenita retida em martensita. Este tratamento, conhecido anteriormente como "Subzero", era realizado a temperaturas próximas a  $-84^{\circ}\text{C}$ , por uma hora, a cada 25 mm de espessura da peça, garantindo uma diminuição das tensões geradas pelos processos de usinagem e fundição. A denominação *tratamento criogênico* começou a ser utilizada há alguns anos com a evolução do processo. As temperaturas utilizadas atualmente atingem  $-196^{\circ}\text{C}$  e são obtidas com o uso de nitrogênio líquido, por um período de 20 a 40 horas. [1]

Inúmeras investigações sobre o efeito do tratamento criogênico nas propriedades dos aços em geral têm sido reportadas, mas apenas alguns poucos trabalhos concentraram esforços em identificar os micromecanismos atuantes nas temperaturas criogênicas. Os mais importantes mecanismos identificados foram: a intensa redução do nível de austenita retida e o aumento expressivo na fração de carbonetos complexos ultrafinos, precipitados na matriz martensítica. [2]

Por ser um fenômeno adifusional complexo de transformação de fase e tendo em vista os baixos valores de temperatura e mobilidade dos átomos, a precipitação de carbonetos a temperaturas criogênicas na ordem de  $-196^{\circ}\text{C}$  é pouco conhecida. O início da formação de carbonetos de transição estequiométrica  $\text{Fe}_2\text{C}$  (carboneto- $\eta$ ), a esta temperatura, foi estudado entre 1980 e 1990. Foi identificado a partir daí um mecanismo através do quais os átomos de carbono saem de suas posições intersticiais originais no reticulado tetragonal do ferro, assumindo o carboneto- $\eta$  uma estrutura ortorrômbica. [3], [4]

Os carbonetos devem ser os responsáveis pelo aumento da resistência ao desgaste, sendo por isso importante o estudo dos seus diversos tipos. Para tanto, utilizou-se a análise por difratometria de raios X, que permite a caracterização química do material. As técnicas tradicionais de microscopia ótica e eletrônica de varredura para caracterização microestrutural são também utilizadas.

Durante anos, têm sido desenvolvidos os aços inoxidáveis martensíticos macios (AIMM) com o objetivo de melhorar sua resistência mecânica e à corrosão, principalmente em relação à necessidade de reduzir os defeitos de solidificação, que ocorriam com frequência nos aços inoxidáveis martensíticos tradicionais.

Os aços inoxidáveis martensíticos são empregados em ambientes onde há exigência de resistência mecânica aliada à resistência à corrosão e à dureza. O aço inoxidável martensítico do tipo CA6NM (com menos de 0,06% de C e a presença de Ni e Mo) encontrou rápida aceitação na fabricação de componentes de grandes seções, como rotores de turbinas hidráulicas e componentes na indústria química e de petróleo, devido às excelentes combinações das propriedades mecânicas, resistência à corrosão e erosão, acompanhadas de alta temperabilidade.

Nessa classe de aço o teor de carbono é menor, em relação aos aços inoxidáveis martensíticos convencionais, necessitando da adição de elementos de liga que promovam a estabilização da fase austenítica, como o Ni. Com a redução do carbono pode-se evitar a precipitação de carbonetos do tipo  $Cr_{23}C_6$ , trazendo efeitos benéficos à resistência à corrosão desses aços. [5]

Dessa forma, as otimizações das propriedades mecânicas e de corrosão se tornaram dependentes da composição química e das temperaturas de revenimento do material.

Entretanto, essas propriedades podem ser seriamente prejudicadas em função da precipitação de fases, em geral ricas em cromo, na temperatura de serviço ou durante o processamento e os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento. Assim, os ciclos térmicos aos quais esses aços são submetidos devem ser realizados sob um controle absoluto.

É muito importante para o bom desempenho dos aços fazer uma boa seleção do tratamento térmico a realizar. Dependendo dele, obtêm-se diferentes propriedades mecânicas que vão melhorar o desempenho do material. O tratamento térmico desses aços consiste de uma têmpera seguida de um revenido simples, cujas condições são otimizadas para proporcionar ao aço a resistência mecânica, dureza e tenacidade necessárias.

O tratamento térmico de têmpera consiste no aquecimento do material dentro do campo austenítico, seguido de resfriamento até uma temperatura abaixo da temperatura  $M_i$ , rápido o suficiente para obtenção de martensita. A martensita é uma fase metaestável, resultante da transformação da austenita. É uma solução sólida supersaturada de carbono no ferro, de estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), que é uma forma distorcida do ferro alfa (ferrita). No entanto, em aços com teores de carbono menores que 0,2%C em peso, que é o caso do aço em estudo ( $< 0,06\%C$  em peso), a relação de que quanto maior o teor de carbono, maior é a tetragonalidade da martensita não se aplica. Assim esse aço tem estrutura cristalina CCC. [6-11]

Os aços CA6NM são austenitizados entre 965-1065°C, temperaturas nas quais ocorrem a dissolução de carbonetos e a decomposição da ferrita delta, oriunda do material bruto. A temperatura de austenitização não deve ser muito baixa, pois pode levar a baixos

valores de tenacidade, devido a não dissolução dos carbonetos, nem deve ser muito alta, para evitar o crescimento acentuado dos grãos austeníticos. Objetiva-se, portanto, uma martensita homogênea que resulte em melhores propriedades mecânicas e de resistência à corrosão.

O tratamento térmico de revenido tem por objetivo uma otimização das propriedades mecânicas e da tenacidade do aço. E os principais fenômenos relacionados com o revenido são: precipitação de carbonetos; recuperação e recristalização da estrutura martensítica e formação de austenita, que permanece retida após resfriamento à temperatura ambiente.

Durante o revenido, pode ocorrer a formação de uma seqüência de precipitações, em função do aumento da temperatura de revenido, como  $M_3C$  a  $300^\circ\text{C}$ . Na faixa entre  $300$  e  $400^\circ\text{C}$  observa-se a presença de austenita retida, já entre  $450^\circ\text{C}$  e  $500^\circ\text{C}$  há uma precipitação fina de  $M_7C_3$  e início da formação de  $M_2C$ . Com o aumento da temperatura acima de  $500^\circ\text{C}$  observam-se uma diminuição da quantidade de austenita retida e uma crescente formação de  $M_{23}C_6$  ( $Cr_{23}C_6$ ), entre as ripas da martensita revenida. [12], [13]

Este trabalho visa avaliar o efeito do tratamento criogênico na resistência ao desgaste abrasivo e na microestrutura do aço martensítico ASTM A743 CA6NM, bem como a realização de ensaios de dureza, desgaste, difração de raios X, e metalográficos.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 LIGAS INOXIDÁVEIS

Na primeira década do século XIX foram desenvolvidos os diferentes tipos de aços inoxidáveis por algumas das grandes potências econômicas e industriais como o Reino Unido, os E.U.A e a Alemanha. [14]

A presença de elementos de liga encarregados de formarem uma película de óxido protetora proporciona a estes materiais boa resistência à corrosão. Nem todos os elementos de liga utilizados são de alto valor econômico. O Cr é o principal elemento que influencia na resistência à corrosão, assim como o Ni e, em menor quantidade, o alumínio, o silício, o cobre e o molibdênio. [15]

Como visto na literatura, a camada de óxido formada pelo Cr é contínua, aderente e estável, o que proporciona boas propriedades anticorrosivas. O teor mínimo em peso de Cr necessário para considerar um aço inox em soluções ácidas ( $0 < \text{ph} < 7$ ) é de 12% dissolvido na matriz. Portanto, quanto maior a acidez do meio onde trabalhará o material, maior deverá ser o teor de Cr a dissolver na liga. A figura 2.1 ilustra o aumento da resistência à corrosão, num ambiente industrial, dos aços inoxidáveis em função do aumento do teor de cromo. [14-16]

Os elementos de liga, tanto o Cr quanto os outros, são os responsáveis por passar a mistura. Esta propriedade depende de vários parâmetros que podem subdividir-se em dois itens. No primeiro, em que aparecem as condições de solicitação externa a que o material está submetido; no segundo, as características do próprio elemento passivante, ou seja, a quantidade presente na liga e a sua distribuição na matriz.

No primeiro item estão tanto as características do ambiente onde se encontra o material, suas composições e concentrações químicas, seu estado físico (líquido, sólido ou gasoso), tipo de radiação, temperatura, velocidade e pressão, como as solicitações sob as que se encontra utilizado, tanto externas quanto internas. As solicitações mecânicas de maneira geral influenciam significativamente no desempenho frente à corrosão dos aços inoxidáveis.

Dependendo do tipo de meio corrosivo, a deterioração do material pode ser mais ou menos rápida. Existem elementos, como o cloro, que quando presentes fazem com que o Cr não seja suficiente como elemento passivante. Ambientes mais quentes, com maior concentração de elementos corrosivos, e cargas trativas diminuem a efetividade dos materiais inox. [17]

Do segundo aspecto pode-se dizer que a resistência à corrosão do material é diretamente proporcional à quantidade de elementos passivantes dissolvidos na matriz. A formação de precipitados, como carbonetos, nitretos, sulfetos, boretos e/ou fases intermetálicas, faz com que diminua o efeito passivante. Quando aquecidos entre 400 a 850°C, os aços inoxidáveis austeníticos, por exemplo, são suscetíveis à corrosão intergranular, devido à precipitação de carbonetos ricos em cromo do tipo M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> nos contornos de grãos. Razão pela qual aparecem áreas próximas aos contornos dos grãos empobrecidas em cromo, fato que provoca menor resistência à corrosão.

Este fenômeno é também conhecido como sensitização. [16]

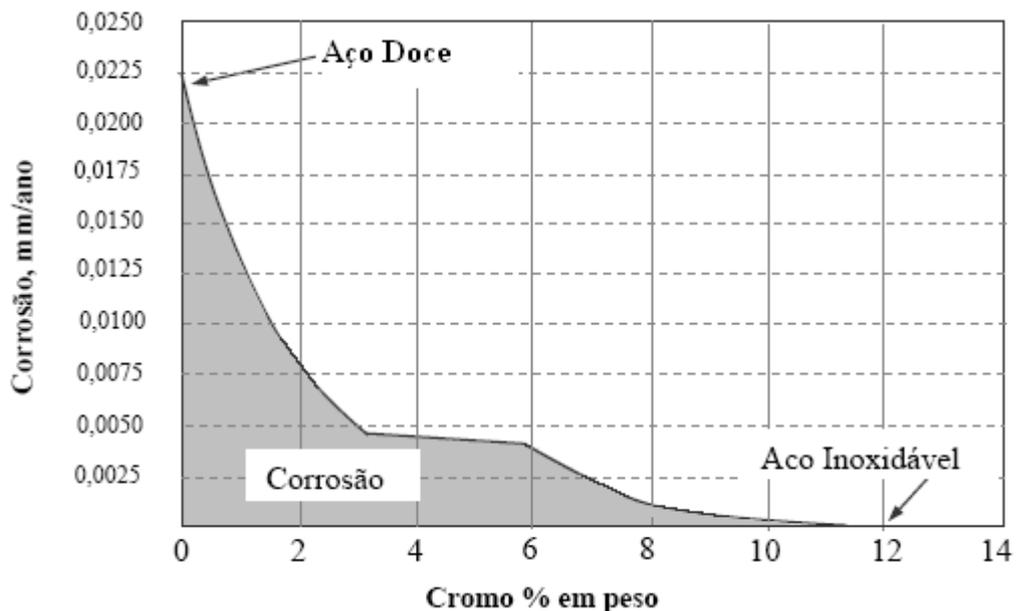


FIGURA 2.1: Gráfico ilustrando a passividade dos aços ao cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial nas temperaturas dos processos específicos. [17]

Podem-se classificar os aços inox em função de sua composição química associada à microestrutura que predomina à temperatura ambiente, em inoxidáveis martensíticos, ferríticos e austeníticos. [15] e [18]

No entanto, novas classes de aços inoxidáveis têm sido desenvolvidas, tais como, os inoxidáveis duplex e os inoxidáveis endurecidos por precipitação.

Com o objetivo de se entender melhor as diferenças entre os aços inoxidáveis e suas características microestruturais, cada um dos grupos e das novas classes de aços inoxidáveis serão descritos brevemente. [16]

Os aços inoxidáveis austeníticos são essencialmente ligas Fe-Cr-Ni - sendo os níveis de cromo da ordem de 16 a 25% e os de níquel, de 7 a 20% - e se caracterizam por apresentarem estrutura cúbica de face centrada à temperatura ambiente. Esse material, apesar de seu alto custo, devido à presença de Ni, é o mais produzido atualmente ocupando um amplo mercado, principalmente pela sua alta resistência à corrosão e oxidação, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade e soldabilidade. Além do níquel, o manganês e o nitrogênio exercem a mesma função de estabilização da austenita, podendo, então, serem usadas pequenas quantidades para reduzir a quantidade de níquel. Não somente a fase austenítica, mas também a presença de martensita induzida por deformação, fases intermetálicas ( $\sigma$ ), carbonetos, nitretos, sulfetos, boretos e ferrita  $\delta$ , determinam as propriedades destes aços. A quantidade, o tamanho, a distribuição e a forma destas fases têm influência decisiva nas propriedades finais do material. As ligas mais comuns são AISI 302, 304 e 316. [14] e [16]

Os aços inoxidáveis ferríticos contêm normalmente 11 a 30% de cromo, baixos teores de carbono e nitrogênio e pequenas quantidades de Mn, Si, Al, Ni, Mo, ou Ti [53], diferenciando-se dos demais grupos de inoxidáveis por apresentarem a mesma estrutura cristalina do ferro à temperatura ambiente, isto é, cúbica de corpo centrado. Devido à pequena solubilidade do carbono e do nitrogênio e às suas altas velocidades de difusão atômica na matriz ferrítica, a suscetibilidade deste material à sensitização é crítica. Para contornar este problema, os teores de carbono e nitrogênio são mantidos tão baixos quanto for economicamente possível e, comumente, são adicionados elementos estabilizadores como o Ti e o Nb que se ligam preferencialmente ao carbono e nitrogênio, deixando o

cromo dissolvido na matriz. A precipitação controlada destes carbonetos e nitretos pode promover um acréscimo do limite de escoamento e de resistência, sem a redução da ductilidade, tenacidade e resistência à corrosão. As ligas mais comuns são AISI 430 e 446, com 17%Cr e 25%Cr, respectivamente. [16]

Os aços inoxidáveis duplex apresentam uma microestrutura composta por duas fases: ferrita e austenita. São ligas pertencentes ao sistema Fe-Cr-Ni que consistem de uma mistura de aproximadamente 50% em volume de “ilhas” de austenita em uma matriz ferrítica. O balanço entre estas duas fases depende do fabricante, porém o teor de austenita varia numa faixa de 45 a 60%.

Essa estrutura é alcançada através de um controle simultâneo da composição química e da temperatura de solubilização. Estes materiais são caracterizados pelo baixo teor de carbono (<0,03%), além da presença de Mo, N, W e Cu, que alteram sua microestrutura e conseqüentemente suas propriedades. Teores típicos de cromo e níquel são 20~30% e 5~10%, respectivamente. Caracterizam-se por apresentar uma boa combinação de resistência mecânica, tenacidade, resistência à corrosão e ao desgaste. As ligas mais comuns são: 2304, 2205 e 2507. [19], [20]

Os aços endurecíveis por precipitação são tratados termicamente para melhorar sua resistência mecânica através da formação de precipitados. Nesta classe encontram-se os inoxidáveis com a maior resistência, assim como com a maior temperatura de trabalho. Existem três classes de aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação: austeníticos, semi-austeníticos e martensíticos. Todas estas classes são endurecíveis por envelhecimento que precipita partículas muito finas de segunda fase a partir de uma solução sólida supersaturada. Esta precipitação introduz distorções no reticulado cristalino e funciona como barreira para movimentação de discordância, produzindo o endurecimento. As ligas mais comuns são 17-7PH e 17-4PH, pertencentes à classe semi-austenítico e martensítico, respectivamente. [16]

Os aços inoxidáveis martensíticos, assim como os ferríticos, são essencialmente ligas Fe-Cr-C, com possibilidade de pequenas adições de outros elementos de liga, tais como: Mo, Ti, N, Ni, Cu, Si, Mn, Al, Nb, W e outros. Porém, o que os difere, é a presença suficiente de elementos gama gênicos no tipo martensítico, que permite a formação da fase

$\gamma$  e, portanto, a transformação martensítica. A sua microestrutura é determinada principalmente pelo percentual de cromo que pode variar de 12 a 17%, de carbono que pode atingir até 1,2%, e pelo tratamento térmico. Os aços inoxidáveis martensíticos apresentam uma maior concentração de C, em relação aos ferríticos. [21]

Os tratamentos térmicos desses aços inox martensíticos são basicamente os mesmos dos aços ao carbono e de baixa liga, i.e., primeiramente o aço é austenitizado, depois é resfriado numa taxa suficientemente rápida para produzir martensita. Depois de obtida a martensita, faz-se o tratamento de revenido para aumentar a ductilidade e aliviar tensões. No entanto, uma diferença significativa entre os aços baixa-liga e os aços inox martensíticos é que o último possui um teor de cromo suficiente para garantir a formação mais homogênea de martensita, mesmo em peças de grandes espessuras. [16]

Na década de 60 foram desenvolvidos os aços inoxidáveis martensíticos macios (AIMM), como por exemplo, os CA6NM que possuem menor teor de carbono e pequenas adições de níquel e molibdênio. Um dos principais fatores que motivaram este desenvolvimento foi a necessidade de se diminuir os defeitos causados durante a solidificação do material, tais como: segregações, formação de trincas à quente e micro-rechupes. Estes problemas resultavam em peças fundidas defeituosas, com baixa soldabilidade, que prejudicavam a soldagem tanto de reparo, durante manutenção, quanto durante a própria construção da peça. O mais conhecido e utilizado aço inox martensítico convencional é o tipo AISI 410, que contém 11,5 a 13,5%Cr e máximo de 0,15%C. [9], [22]

## **2.2 Metalurgia do aço CA6NM**

Na figura 2.2 podem-se encontrar quatro diagramas de fases Fe-Cr onde se observa o efeito austenizante do carbono. A presença do carbono acima de 0,1% aumenta o campo da austenita, o que permite que o teor de Cr, com função ferritizante, possa ser adicionado à liga.

Quanto menor for o teor de carbono, menor será a quantidade de Cr: na primeira figura (2.2a) o cromo não pode exceder 13% para que possa ser temperável. Já na imagem (d) o laço da fase gama é expandido, de forma que o teor de Cr pode chegar até 18% podendo sofrer transformação martensítica. [16]



No diagrama de equilíbrio pseudobinário Fe-Cr da figura 2.3, é encontrada uma proporção de cromo e níquel de 3:1, aproximadamente. Para uma liga como a encontrada nos CA6NM, 13%Cr/4%Ni, a solidificação é completamente ferrítica, encontrando-se a ferrita  $\delta$  na faixa de 1320°C e 1240°C. Por ser um processo difusional, a transformação  $\delta \rightarrow \delta + \gamma \rightarrow \gamma$  tem um progresso relativamente lento e dependente da velocidade de resfriamento.

Para esta liga observa-se como se obtém um balanço perfeito entre os efeitos do Cr e do Ni em abaixar e aumentar a faixa de temperatura onde encontramos a ferrita delta comparativamente ao aço carbono, sendo que ela é estável entre 1534°C e 1390°C, aproximadamente. [17]

Também é possível apreciar no mesmo diagrama (figura 2.3), a estreita faixa de solidificação (Líquido + Fase  $\delta$ ) de aproximadamente 30°C, a qual, como mencionado anteriormente, propicia menores defeitos provenientes da solidificação. Aproximadamente 720°C e 630°C encontram-se a temperatura inicial (Ac3) e final (Ac1) da transformação austenítica, respectivamente. O Ni é o responsável principal em abaixá-la, enquanto o Cr tenta aumentá-la, como é possível observar na figura 2.4.

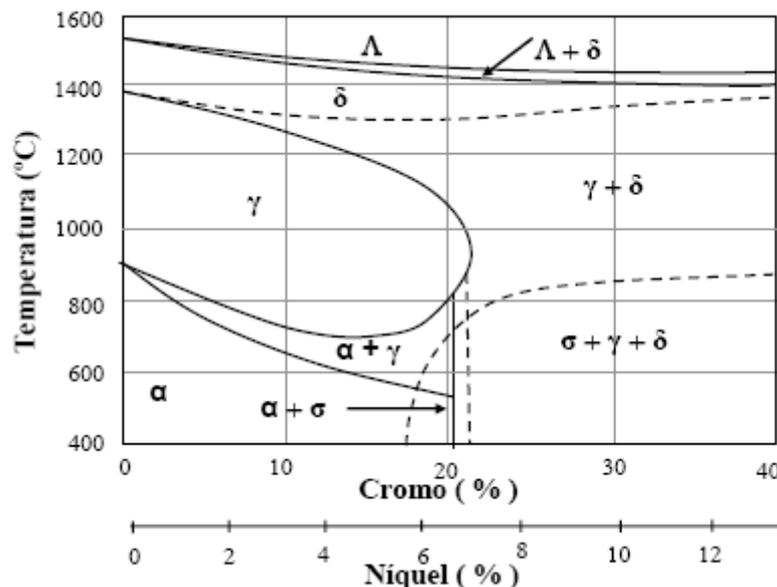


Figura 2.3: Diagrama de equilíbrio pseudobinário de uma liga Fe-Cr. [27]

A formação da fase alfa será possível pelo decréscimo contínuo da temperatura em condições de equilíbrio, a partir do campo austenítico até a temperatura ambiente. Contudo, é preciso uma velocidade de esfriamento muito lenta para se atingir as condições de equilíbrio, como se observa no diagrama TRC (transformação no resfriamento contínuo) da figura 2.5, sendo que mesmo num resfriamento de aproximadamente 26 horas não há formação de outro microconstituente (ferrita, perlita, bainita), além de martensita.

A presença de níquel e cromo permite que peças de grandes seções, de até 1,0 metro de diâmetro, formem martensita em seu núcleo com resfriamento ao ar. Por isto pode-se afirmar que possui uma alta temperabilidade. [28],[26]

A exclusão de elementos como C, Mo, P, S, Cu e N do diagrama da figura 2.3 é uma de suas limitações para seu uso com o CA6NM. Neste caso, outras fases poderiam ser formadas, mesmo em pequenas porcentagens, e exercer influências significativas nas propriedades mecânicas. Além disto, as principais microestruturas após resfriamento do aço CA6NM também não são observadas no diagrama de equilíbrio. Um exemplo claro é a martensita que, como outras fases como o M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e M<sub>2</sub>C, pode ser prevista em diagramas de transformações que inclua o tempo como variável, como os diagramas isotérmicos e os de transformação em resfriamento contínuo (TRC).

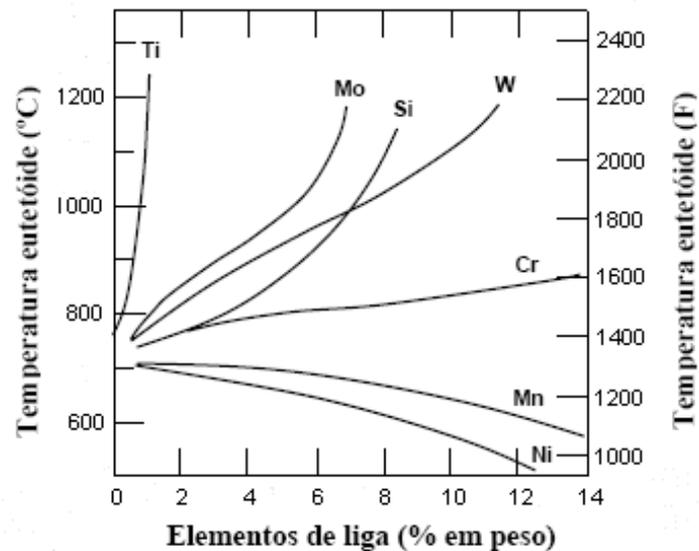


Figura 2.4: Variação das temperaturas do eutetóide em função da concentração em peso dos elementos de liga Ti, Mo, Si, W, Cr, Mn, Ni. [18]

Existe outra limitação que resulta das variações das temperaturas de transformações de fases que também são afetadas pela presença de outros elementos de liga. Esta influência nos aços CA6NM pode ser observada tanto pela variação dos limites da faixa de temperatura onde a ferrita delta é estável, quanto pela variação de Ac1 e de Ac3. Quanto à primeira variação, verifica-se que elementos de liga como o cromo, o silício e o molibdênio, faz com que diminuam os limites da faixa de temperatura onde a ferrita delta é estável, ao passo que elementos de liga como o Ni e Mn fazem com que estes aumentem. O balanço destes elementos nos aços CA6NM é tal que, em condição de equilíbrio, o início e término da transformação da ferrita  $\delta \rightarrow$  austenita se situem em aproximadamente 1300°C e 1200°C, respectivamente. A queda do campo da ferrita delta para temperaturas mais baixas e, sobretudo, devido à cinética de transformação (principalmente dos elementos alfacênicos), propicia que maiores teores de ferrita delta não se transformem em austenita e permaneçam retidos após resfriamento à temperatura ambiente. [29]

Quanto à variação de Ac1, o efeito de diversos elementos de liga pode ser observado na figura 2.4. Além da composição química, estas variações também são sentidas pela velocidade de aquecimento ou resfriamento à qual é submetida a liga. Em estudos realizados com aços inox martensíticos verificou-se grandes variações nas temperaturas Ac1 e Ac3 com a variação das taxas de aquecimento em até 10°C/s, tornando-se quase constantes para taxas superiores, conforme figura 2.6. [8]

Estas variações de temperatura de transformação para o aço CA6NM podem atingir cerca de 100°C. As temperaturas Ac1 e Ac3 podem variar desde 630°C e 720°C (figura 2.3) até 500°C [26] e 820°C [28], respectivamente.

Quando analisada, a figura 2.5 mostra que a temperatura de início ( $M_s$ ) e de fim ( $M_f$ ) da transformação martensítica é de aproximadamente 275°C e 100°C, respectivamente. Como descrito na literatura,  $M_s$  e  $M_f$ , no entanto, sofrem influência direta dos elementos de liga em solução sólida na austenita e podem ser relacionadas, para aços inoxidáveis martensíticos macios, pelas equações 1 e 2. [27]

$$M_s = 492 - 12 \times \%C - 65,5 \times \%M_N - 10 \times \%Cr - 29 \times \%Ni$$

Equação 1
-----------

$$M_f = M_s - 150^\circ C$$

Equação 2
-----------

Observa-se que  $M_s$ , que é dependente de elementos de liga solubilizados na austenita, também se torna função da temperatura de austenitização uma vez que esta variável influencia na dissolução de precipitados e na concentração de elementos de liga em solução. [30]

Como é observado na equação 1, carbono, manganês e níquel são os principais responsáveis pela redução da temperatura  $M_s$ . É válido ressaltar que a equação 1 é uma simplificação e que, na realidade, a maioria dos elementos de liga em solução sólida na austenita abaixam a temperatura  $M_s$ , com exceção do cobalto e do alumínio. [31]

Nota-se na equação 2 que o intervalo de temperatura inicial e final da transformação martensítica é constante e igual a  $150^\circ\text{C}$ . Ao contrário da sensibilidade da temperatura  $M_s$  com a composição química, esta se mostra praticamente invariável em relação às taxas de resfriamento, como é possível observar na figura 2.6, para taxas entre 0 e  $50^\circ\text{C/s}$ .

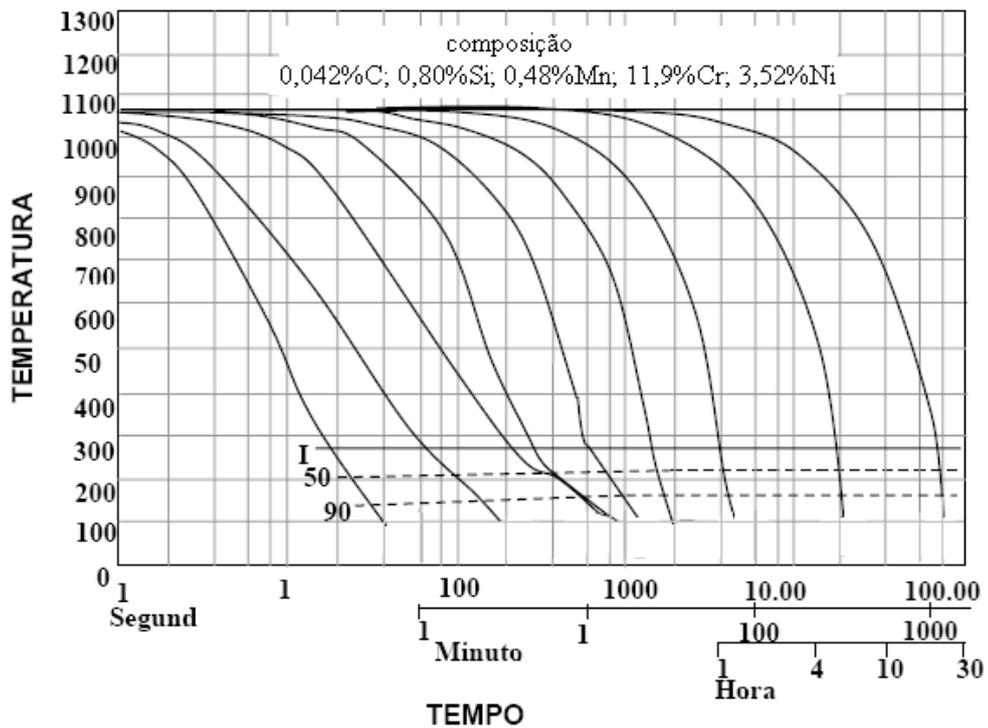


Figura 2.5: Diagrama TRC de um aço CA6NM, mostrando sua alta temperabilidade. [28]

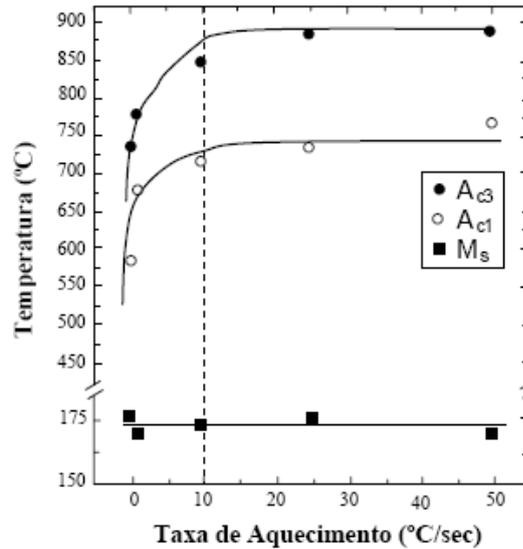


Figura 2.6: Variação das temperaturas de transformação Ac1, Ac3 e Ms. [8]

### 2.3 Resultados depois da solidificação

O cromo equivalente ( $Cre_{qv}$ ) e o níquel equivalente ( $Nie_{qv}$ ) são expressões desenvolvidas para avaliar o efeito dos elementos de liga na microestrutura dos aços inoxidáveis obtida após solidificação, que os agrupam conforme seus efeitos ferritizante e austenitizante. Um dos principais diagramas desenvolvidos a partir dessas expressões é o diagrama de Schaeffler. Com a utilização dele é possível relacionar as ligas Cr-Ni com a formação das principais fases após soldagem. [14]

O diagrama foi diretamente desenvolvido para ser empregado em metais sob rápida velocidade de solidificação (soldagem), mas também pode ser utilizado em situações mais lentas de resfriamento, como é o caso do material fundido, desde que se reconheça que os limites de transformações podem ser deslocados de alguma forma. De uma maneira geral, o diagrama de Schaeffler para os aços inoxidáveis martensíticos fundidos é relativamente preciso e prevê percentualmente a quantidade das principais fases (austenita, ferrita e martensita) que constituirão os aços após solidificação à temperatura ambiente. [32]

Pode-se observar na figura 2.7 que o aço CA6NM se localiza no campo bifásico (martensita + ferrita) próximo da linha 100% martensita. Porém, além de martensita e

ferrita, constataram-se também traços de austenita. A austenita residual provavelmente se forma devido à baixa velocidade de resfriamento do material fundido em relação ao de solda, introduzindo uma menor tensão térmica e, ao mesmo tempo, permitindo a segregação de elementos estabilizadores da austenita, como, por exemplo, carbono e níquel, que diminuem localmente a temperatura de início de transformação da martensita ( $M_s$ ) para valores abaixo da temperatura ambiente. A austenita retida proveniente da solidificação e de têmpera, nos aços CA6NM, é comumente pouco estudada, provavelmente pela pequena utilização deste aço em ambos os estados - fundido e temperado – e, também, devido a sua pequena presença. Esta austenita residual, na soldagem, reduz a tendência à trinca provocada pelo hidrogênio. [33]

No item 2.4.2.2 será abordada a influência da austenita retida depois do revenimento, já que após este tratamento ela é encontrada em maiores quantidades, finamente dispersa na matriz, alterando as propriedades mecânicas. [32], [27], [33]

Analisando a quantidade de ferrita  $\delta$  retida no material fundido verificamos que se encontra em níveis mais baixos que no material soldado. A ferrita consegue se manter na ordem de 5% devido à baixa velocidade de resfriamento e se decompõe transformando-se em austenita e, por conseguinte, em martensita. [32]

Como nos trabalhos com aços inoxidáveis soldados, a redução da porcentagem de ferrita delta com menores velocidades de resfriamento deve-se a tempos mais longos para difusão e, portanto, maior a tendência para que a transformação peritética se complete. [34]

Assim, finalizado o processo de solidificação, encontra-se uma matriz martensítica macia com alguma quantidade de austenita super resfriada e algo de ferrita delta dissolvida nela. [29]

Em quantidades muito pequenas são encontradas algumas outras fases - como carbonetos e carbonitretos – que devem ter se precipitado tanto durante a solidificação, quanto a partir de tratamentos termomecânicos que tenham participado do processo de produção. Em geral, estas fases, nos aços CA6NM, não aumentam significativamente a resistência e a dureza da martensita e podem contribuir para sua fragilização. [32]

A presença de ferrita delta nos aços inoxidáveis, de uma maneira geral, está associada a menores valores de tenacidade. Apesar de a ferrita ser dúctil e tenaz, ela quase não dissolve carbono em sua matriz e durante um resfriamento mais lento pode formar precipitados em seu contorno, sendo esta, na verdade, a principal razão que leva à baixa tenacidade do material. Encontraram-se estudos em aços baixa-liga no estado temperado em que foi constatada a presença de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> de morfologia dendrítica nas interfaces δ/γ anteriores. Os resultados obtidos mostram que o efeito combinado da ferrita δ e dos carbonetos, normalmente, reduz a tenacidade e ductilidade. [35]

Trabalhos onde a presença de carbonetos ou de impurezas não é mencionada associam à presença de ferrita delta a baixa tenacidade e ductilidade, produto da baixa energia de coesão da matriz com esta fase. É possível melhorar estas propriedades com a diminuição da quantidade de ferrita delta. [36]

Por outro lado, o efeito da ferrita delta pode ser benéfico, porque ela previne o crescimento dos grãos em altas temperaturas numa porcentagem de 1 a 5%, assim como reduz a tendência de trinca a quente na soldagem na ordem de 5 a 10%. [30], [33]

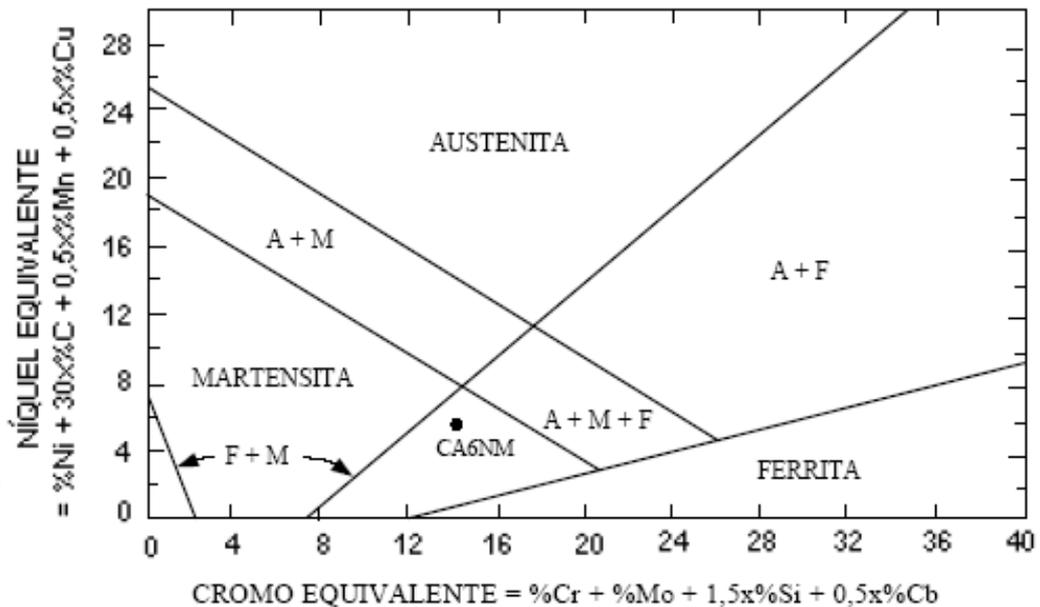


Figura 2.7: Localização aproximada do aço fundido CA6NM no diagrama de Schaeffler. [32]

## **2.4 Diferentes tratamentos térmicos nos aços CA6NM**

Um aspecto essencial para a obtenção das microestruturas necessárias nos aços martensíticos macios, assim como de suas propriedades mecânicas é o tratamento térmico. Um melhor desempenho das propriedades mecânicas, para uma mesma composição química e processo de fabricação, ocorrerá, basicamente, através da otimização dos tratamentos térmicos, sendo que os seus principais parâmetros são: velocidade de aquecimento e resfriamento, temperatura e tempo de encharque. [32]

Serão comentados os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento por serem eles utilizados nos aços CA6NM, dando enfoque, também, às microestruturas obtidas para cada tratamento. Também se tratará da criogenia cuja influência foi testada neste trabalho.

Nestes aços martensíticos são utilizados tratamentos muito similares aos aplicados aos aços baixa-liga. As diferenças mais marcantes são encontradas na fixação dos parâmetros, que influenciam na obtenção das principais propriedades finais.

Quando são estudadas as precipitações dos carbonetos e as impurezas nos contornos dos grãos nota-se sua estreita relação com a fragilização intergranular. Esta fragilização pode ocorrer nos aços CA6NM submetidos a resfriamentos mais lentos, tanto durante o tratamento de têmpera como de revenido. [13]

### **2.4.1 Características da têmpera**

O aquecimento do material dentro da faixa de austenitização, seguido de resfriamento rápido o suficiente (numa velocidade acima da velocidade crítica) até uma temperatura abaixo da temperatura  $M_s$  para obtenção de martensita é a base da têmpera. [9] e [14-18] Os aços CA6NM normalmente são austenitizados entre 950°C e 1050°C. Nestas temperaturas ocorrem a homogeneização dos elementos segregados, a dissolução de carbonetos e a decomposição da ferrita delta oriunda do material bruto de fundição. A temperatura de austenitização não deve ser muito baixa, pois esta conduz a baixos valores de tenacidade devido à não dissolução dos carbonetos e, ao mesmo tempo, não deve ser muito alta, para evitar o crescimento acentuado dos grãos austeníticos. Na figura 2.3 pode-se observar que

a faixa de temperatura de austenitização normalmente utilizada é bem acima de Ac3. Deste modo se objetiva obter uma martensita mais homogênea, o que conduz a melhores propriedades mecânicas, principalmente no ensaio Charpy. [32]

Estudos mostram que durante o envelhecimento ou tratamento térmico de revenido abaixo da temperatura de solubilização pode ocorrer a dissolução dos carbonetos grosseiros provenientes da solidificação. Eles passariam de um tamanho médio da ordem de 2 a 15 µm para carbonetos finos de 100 a 500 Å, melhorando consideravelmente a resistência do material.

Por outro lado, durante o tratamento de austenitização, a dissolução de carbonetos na austenita, principalmente de carbonetos finos – que atuam como barreiras ou âncoras para movimentação dos contornos – faz com que estes deixem de ser efetivos em retardar o crescimento dos grãos, que se tornam grosseiros, prejudicando as propriedades mecânicas. [14]

A dissolução destes carbonetos muitas vezes é complexa e é dependente de sua estabilidade termodinâmica e da cinética, simultaneamente. Se a dissolução de determinado carboneto é possível para uma determinada temperatura de austenitização, então, sob ponto de vista termodinâmico, a dissolução será função apenas da diferença entre a temperatura de início da solubilização do precipitado e a temperatura de austenitização em que foi aquecido o material ( $T_{\text{solub}} - T_{\text{aust}}$ ).

Geralmente, a solubilidade dos carbonetos é descrita por equações do tipo [63]:

$$\log |M| \cdot |C| = A - \frac{B}{T}$$

Equação 3

Onde:

M e C são concentrações de metal e de carbono em solução à temperatura T;

A e B são constantes, independentes da temperatura.

Pode-se notar pela equação 3 que quanto maior a temperatura, menor é o termo (B/T), logo, maior é a concentração de metal e de carbono em solução.

É importante ressaltar que esta equação é deduzida em termos das estabilidades relativas (energias livres) do sistema carboneto/matriz, não sendo considerada a cinética da dissolução. A velocidade de dissolução de carbonetos pode ser relacionada com a taxa de difusão dos elementos constituintes do carboneto na matriz pela equação diferencial parcial de Fick [18]:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right)$$

Equação 4

Onde:

C = concentração (massa/volume, ex: Kg/m<sup>3</sup>)

t = tempo (unidade de tempo, ex: segundos)

x = posição (unidade de comprimento, ex: metros)

D = coeficiente de difusão (Área/tempo, ex: m<sup>2</sup>/s)

A equação 4, também conhecida como segunda lei de Fick, relaciona a variação de concentração com o tempo  $\left(\frac{\partial C}{\partial t}\right)$  como fluxo de difusão  $D\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)$ , o qual é dependente da distância do carboneto ao ponto considerado da matriz  $\left(\frac{\partial}{\partial x}\right)$ . Desta forma, como se pode observar pela equação 4, além do gradiente de concentração  $\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)$  carboneto/matriz a difusividade (D) do material também influencia na cinética de dissolução dos carbonetos. Quanto ao gradiente de concentração, este é a força motriz da reação, sendo que quanto maior este gradiente, maior é a tendência de dissolução do carboneto. [18]

A difusividade é função de dois parâmetros principais, que são a temperatura e o arranjo cristalino da matriz. Quanto maior a temperatura, maior é a difusão atômica, já que maiores são as distâncias interatômicas, contribuindo, portanto, para o aumento da velocidade de dissolução do carboneto. A difusão destes elementos será maior ou menor, dependendo da facilidade que estes encontrarão em se deslocar na própria matriz. [18]

Além da temperatura de solubilização, o resfriamento de têmpera também é um fator importante no tratamento térmico. Nos aços CA6NM geralmente procura-se fazê-lo o mais rápido possível de maneira a evitar a precipitação de carbonetos. Em contrapartida, resfriamentos bruscos podem induzir altas tensões internas na peça, podendo causar defeitos macroscópicos como trincas e empenamento. [13]

A precipitação durante o resfriamento de têmpera para os aços CA6NM que possuem Ms acima da temperatura ambiente pode ocorrer de dois modos distintos.

No primeiro, a precipitação de carbonetos ocorre acima de Ms. Neste caso, a precipitação se deve principalmente à queda de solubilidade de elementos intersticiais (C, N) e de elementos de liga na austenita. Um exemplo disto é o carboneto M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, que é rico em cromo e pode se formar numa faixa de temperatura aproximadamente entre 750°C e 450°C [32]. No entanto, neste caso, necessita-se de baixíssimas velocidades de resfriamento, como no núcleo de peças de grandes seções submetidas ao resfriamento ao ar.

No segundo, a precipitação de carbonetos acontece abaixo de Ms, ou seja, após transformação martensítica. Neste caso, a precipitação ocorre devido a uma acentuada queda de solubilidade de elementos intersticiais, principalmente do carbono, na martensita. Desta maneira, com o resfriamento da martensita a partir de Ms acima da temperatura ambiente, o carbono difunde-se para regiões de mais baixa energia, como contornos de ripa da martensita e discordâncias, formando carbonetos ricos em ferro, ou seja, o auto-revenimento. [7], [9], [30]

#### **2.4.1.1 Características da martensita**

A martensita que é uma fase metaestável produto de uma transformação adifusional da austenita. Vinda de deslocamentos cisalhantes encontra-se a energia envolvida na transformação martensítica. Esta energia pode ser obtida, por exemplo, através de um

resfriamento a partir do campo austenítico ultrapassando a linha Ms, ou então, através de deformação e/ou pressão mecânica externa. [7],[19]

A transformação martensítica pode ser considerada uma mudança estrutural no estado sólido em que há uma movimentação coordenada dos átomos que se movem de maneira organizada com relação aos seus vizinhos. [30]

O resultado é uma solução sólida supersaturada de carbono, de estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) que é uma forma distorcida do ferro  $\alpha$ , onde o carbono ocupa os interstícios octaédricos. A sua tetragonalidade é medida pela relação entre os eixos c e a, mostrados na figura 2.8. Esta relação é descrita na literatura como [31]:

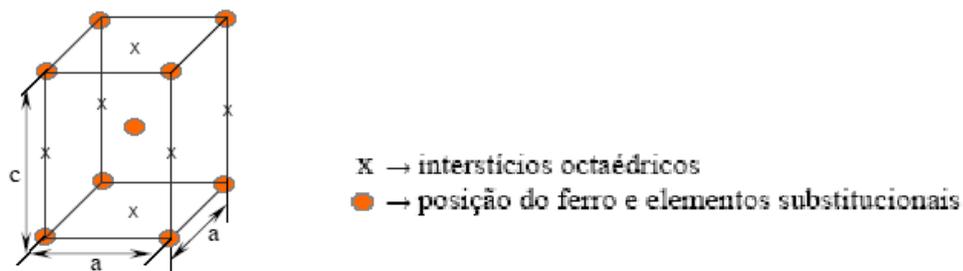


Figura 2.8: Representação esquemática da estrutura tetragonal da martensita. [18]

$$(c/a) = 1 + 0,045(\%C) \text{ em peso}$$

Equação 5

Como se pode observar pela equação 5, quando maior o teor de carbono, maior é a tetragonalidade da martensita. No entanto, em aços com menos de 0,2%C em peso, medidas de resistividade elétrica mostraram que quase 90% do carbono durante a têmpera segregam para os defeitos de rede, principalmente para as discordâncias. Portanto, os aços com teores de carbono menores que 0,2%, não possuem estrutura tetragonal. Assim, nos aços CA6NM (teor de carbono inferior a 0,06% em peso) a martensita tem estrutura cristalina CCC. [16] e [22]

As duas principais morfologias da martensita são: em ripas e em placas. A martensita em ripas ou massiva é formada em aços que apresentam pequenos teores de carbono, não superior a 0,6% em peso, ao passo que na morfologia em placas ou lenticular o teor de

carbono é superior a 1%. Entre 0,6% e 1% C forma-se uma microestrutura mista, como se pode observar na figura 2.9.

A subestrutura característica da martensita em placas é formada por maclas, enquanto que a martensita em ripas é constituída de um denso emaranhado de discordâncias formando células. A subestrutura indica o modo com que ocorreu a acomodação plástica do sistema, com a finalidade de diminuir a energia gerada pela transformação martensítica. [7],[30]

A resistência e a dureza da martensita podem ser atribuídas aos seguintes fatores [16],[30]:

1. Solução sólida de elementos substitucionais;
2. Solução sólida de elementos intersticiais;
3. Endurecimento por precipitação (ex: segregação de carbono nas discordâncias);
4. Efeito do tamanho de grão austenítico;
5. Endurecimento causado pela subestrutura;

Os fatores listados acima não devem ser entendidos como aditivos, pois muitos destes fatores influenciam-se mutuamente. Um exemplo é a segregação de carbono que aumenta a resistência por precipitação, mas que, por outro lado, retira carbono em solução sólida diminuindo a resistência. Da mesma forma, se pode observar com relação aos elementos substitucionais que por um lado aumentam a resistência, mas por outro, afetam a temperatura  $M_s$ , influenciando no auto-revenido da martensita e na quantidade de austenita retida. [30]

Em todo o caso, esforços têm sido realizados no sentido de se avaliar o efeito destes fatores individualmente e os resultados mais relevantes, em linhas gerais, são: [7], [30]

- O carbono é o fator que mais contribui para o endurecimento da martensita. A figura 2.10 mostra a influência do carbono na resistência à deformação, em aço baixo carbono, obtida por diversos pesquisadores.

- O efeito de endurecimento ocasionado por elementos de liga substitucionais em solução sólida é pequeno, sendo da ordem de 10 a 100 vezes menor do que o do carbono.

Tem-se observado que mesmo após revenido, os elementos substitucionais aumentam a dureza da ferrita. [17]

- A segregação de carbono e a sua interação com as discordâncias aumentam sensivelmente a dureza e o limite de escoamento dos aços. Há estudos que assumem que metade do efeito do carbono em solução sólida está associado com a sua segregação. Na ausência de dados mais precisos sobre a quantidade de carbono segregado ou precipitado a partir de solução sólida, não é possível estimar com maior rigor seus efeitos, mas, certamente, nos aços temperados e revenidos a quantidade de carbono em solução será pequena e muito da resistência deve ser por endurecimento por precipitação.

- Apenas grandes variações no tamanho de grão austenítico produzem mudanças significativas na resistência da martensita, como temperada ou revenida, em aços de baixo carbono. Investigações sobre a martensita em aços com 0,12 a 0,4%C relacionaram o limite de escoamento com o tamanho dos pacotes das ripas de martensita através de uma relação de Hall-Petch, sendo observado que o tamanho dos pacotes das ripas de martensita está relacionado com o tamanho de grão austenítico. [30] ]; Norström, citado em [33], propôs uma equação para o limite de escoamento da estrutura martensítica de baixo carbono, assumindo que o limite de escoamento ( $\sigma_y$ ) é resultante da superposição das contribuições do endurecimento por solução sólida de elementos substitucionais, tamanho dos pacotes, tamanho das ripas (que pode ser tratado como um termo referente às discordâncias), e da densidade de discordâncias controlada pela porcentagem de carbono, como mostrado a seguir:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_1 + K_y(\bar{D})^{-1/2} + K_s d^{-1/2} + a \cdot G \cdot b \left[ \rho_0 + K(\%C) + \frac{2\theta}{bd} \right]^{1/2}$$

Equação 6

onde:

$\sigma_0$  = tensão de fricção do ferro  $\alpha$ ;

$\sigma_1$  = endurecimento por solução sólida devido ao Mn;

$K_y(\bar{D})^{-1/2}$  = relação do tipo de Hall-Petch para o tamanho dos pacotes de martensita ( $\bar{D}$ ) e  $K_y$  varia em função do teor de Ni e de Mn do aço;

$K_s d^{-1/2}$  = relação do tipo de Hall-Petch para a largura das ripas de martensita (d);

a = é uma constante = 0,7;

G = módulo de cisalhamento do aço;

b = vetor de Burgers;

$\rho_0 + K(\%C)$  = representa uma relação linear entre a densidade de discordâncias no interior das ripas e a porcentagem de carbono dos aços;

$\frac{2\theta}{bd}$  = contribuição à densidade de discordâncias dos contornos de baixo ângulo, onde:  $\theta$  é o grau de desorientação entre os contornos das ripas.

Os aços CA6NM, que contém baixíssimo teor de carbono, apresentam estrutura martensítica em forma de ripas [37], como mostrado esquematicamente na figura 2.11. Como se podem observar, as ripas se encontram paralelas entre si, contendo mesma orientação cristalográfica, formando blocos. O conjunto de blocos paralelos e quase-paralelos é referido como pacote. Muitos pacotes podem ser encontrados num único grão austenítico. Em relação ao efeito dos pacotes na resistência mecânica, pode-se fazer uma analogia deste com o efeito do tamanho de grão (encontrado nos materiais policristalinos). Pois, ambas as microestruturas definem uma região onde há uma mesma orientação cristalográfica. [18]

A martensita de aços 12%Cr-0,1%C apresenta dureza superior aos aços baixa-liga devido ao aumento do teor de cromo, que causa endurecimento por solução sólida, e pela redução da temperatura  $M_s$  de 450°C (aços baixa-liga) para 300°C. Isto diminui a quantidade de auto-revenimento, deixando mais carbono em solução, tornando-o mais efetivo no endurecimento da martensita. Acrescenta-se que a adição de outros elementos de liga também aumenta o endurecimento, pois atua de maneira similar ao cromo. [38]

Todavia, quando a temperatura  $M_s$  é reduzida para valores abaixo de  $300^\circ\text{C}$ , o efeito do auto-revenimento é pequeno e, neste caso, o maior efeito é devido aos elementos de liga estarem em solução sólida. É importante ressaltar que grande parte dos elementos de liga permanece em solução sólida mesmo após o tratamento de revenido.

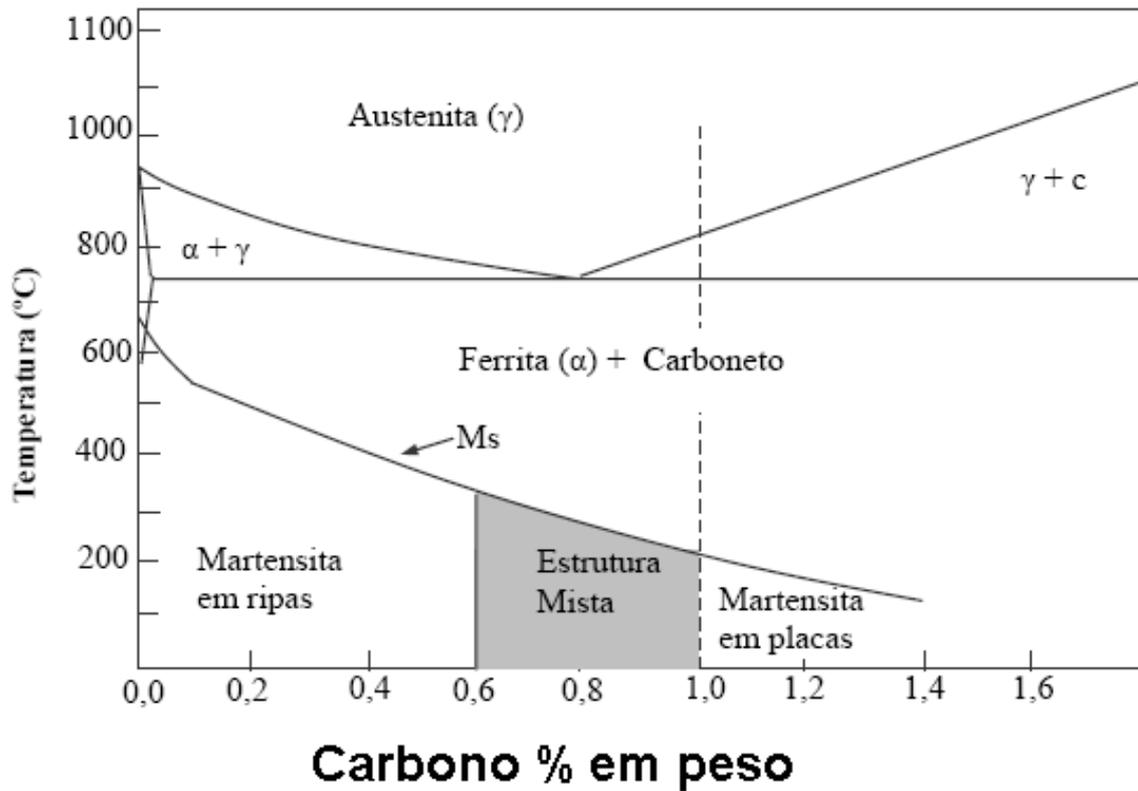


Figura 2.9: Efeito do teor de carbono na temperatura de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) e na morfologia da martensita. [39]

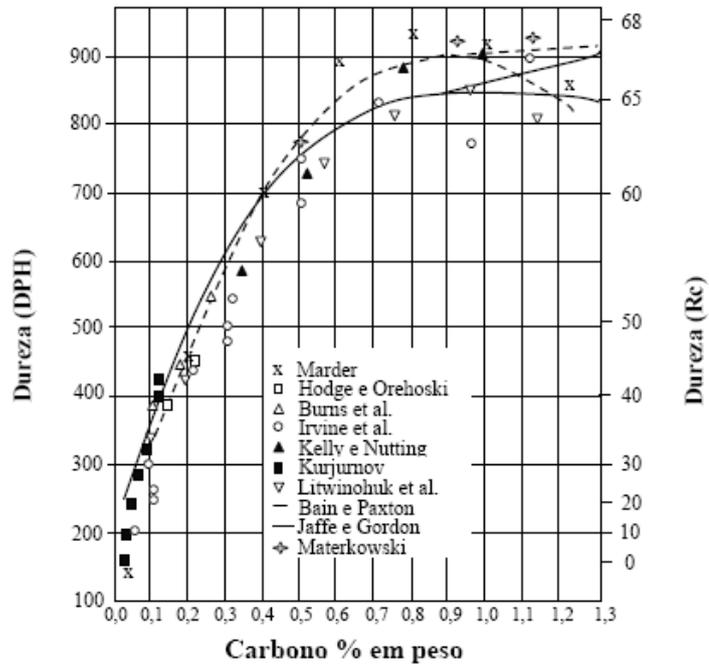


Figura 2.10: Curvas de diversos autores sobre a influência do carbono na dureza da martensita.[7]

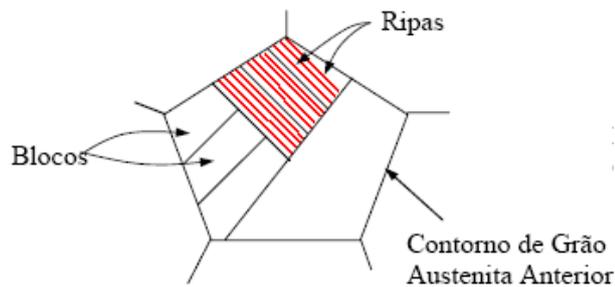


Figura 2.11: Representação esquemática da morfologia em ripas da martensita. [18]

#### 2.4.1.2 Principais precipitados que aparecem após têmpera

Concluída a têmpera é comum encontrar os carbonetos  $M_2C_6$ ,  $M_3C$  e  $MC$  e os nitretos  $MN$  com estrutura CFC.

Nos aços, estes precipitados estão relacionadas com a presença de elementos como  $Ti$ ,  $V$  e  $Nb$  que possuem alta afinidade com o nitrogênio e o carbono. O  $Ti$ ,  $V$  e  $Nb$  são

adicionados ao material para melhorar a resistência mecânica - normalmente associada com decréscimo da tenacidade - e para atuar como estabilizadores. A formação preferencial de carbonetos e nitretos deixam o cromo dissolvido na matriz para evitar a corrosão intergranular e por pitching. No que diz respeito aos aços CA6NM, o uso destes elementos não é previsto, provavelmente pela baixíssima quantidade de carbono e por seu forte efeito ferritizante que estabiliza a ferrita delta a mais baixa temperatura. [14]

Os carbonetos tipo M<sub>3</sub>C, também chamados de cementita, são ricos em ferro e possuem uma estrutura ortorrômbica, contendo 16 átomos por célula unitária. Mais de 1/5 dos átomos de ferro podem ser substituídos por cromo. [40]

Estudos num aço 12%Cr1%Mo mostraram que a têmpera em óleo a partir de 1100°C conduz ao auto-revenido da martensita com precipitação de cementita, rica em ferro do tipo (Fe<sub>4</sub>Cr)<sub>3</sub>C. [41] Também se observou a precipitação de Fe<sub>3</sub>C num aço com 12%Cr, devido ao auto-revenido da martensita. [38]

Carbonetos Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> foram observados após têmpera em óleo a partir de 1050°C num aço 16Cr-2Ni [6]. Foi também identificado Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> nas interfaces dos contornos de grãos anteriores  $\gamma/\delta$ , após as amostras serem resfriadas em óleo a partir de 1330°C, ou seja, dentro do campo ferrítico. Este carboneto possui duas morfologias distintas com diferentes composições químicas, sendo uma equiaxial com uma relação Cr/Fe=2,4 e a outra de morfologia mais fina com relação Cr/Fe=1,2. Em ambos também foram detectados molibdênio e vanádio. [41]

A precipitação ocorre nas interfaces  $\gamma/\delta$  devido à diferença de solubilidade dos elementos que formam o precipitado nestas fases. O cromo tem a tendência de se difundir para ferrita devido a sua baixa solubilidade na austenita, enquanto que o carbono se difunde para a austenita. Quanto à diferença entre as morfologias encontradas, acredita-se que a morfologia mais fina tenha se formado nos primeiros estágios da precipitação e que o subsequente enriquecimento de cromo tenha resultado em seu coalescimento com mudança para a morfologia mais equiaxial. [41]

O M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> é um carboneto rico em cromo, possui estrutura cúbica complexa, contendo 116 átomos por célula. Em aços contendo cromo e molibdênio, a composição do carboneto

pode variar entre Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> e Fe<sub>21</sub>Mo<sub>2</sub>C<sub>6</sub>. O manganês é altamente solúvel tendo inclusive um carboneto isomorfo do M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. O vanádio e o níquel também podem se dissolver no M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. [42]

Este carboneto é associado com a fragilização dos aços inoxidáveis e a sua precipitação não é um meio efetivo de se obter resistência à alta temperatura, devido às partículas serem grandes e crescerem rapidamente. [43]

#### **2.4.2 Processo do tratamento de revenido**

O revenimento dependerá da liga do aço e de sua utilização. Nos aços martensíticos como o CA6NM trata-se de melhorar a ductilidade e a tenacidade.

Os fenômenos relacionados com o revenido são: segregação de carbono para os defeitos de rede e precipitação de carbonetos; recuperação e recristalização da estrutura martensítica, formação de ferrita e carbonetos [16]; e, no caso específico dos aços CA6NM, formação de austenita que permanece retida após resfriamento à temperatura ambiente – através de aquecimento do aço à temperatura ligeiramente acima de Ac<sub>1</sub>. [8], [26-29], [37],

Nos aços CA6NM, o tratamento de revenido pode ser tanto simples quanto múltiplo. Neste último caso, o revenido duplo é o mais usado [28]. O revenido simples é normalmente realizado numa faixa de temperatura em torno de Ac<sub>1</sub> [37]. Em temperaturas ligeiramente acima de Ac<sub>1</sub> se obtém os melhores valores de tenacidade [13], conforme analisaremos no item 2.5.3.

O revenido múltiplo aumenta ainda mais a tenacidade e diminui a dureza do material através de um aumento da quantidade de austenita retida. Normalmente ele é utilizado para refazer o primeiro revenido quando não se atinge a especificação de projeto, ou para diminuir ao máximo a dureza do material. Esta situação ocorre, por exemplo, em aplicações que demandam materiais resistentes à corrosão sob tensão em meios contendo H<sub>2</sub>S (Sulfide Stress Cracking), nos quais, segundo a norma MR-01-75 da NACE [44], a dureza de 22 Rockwell C não pode ser excedida. Dificilmente com um único revenido se alcança este mínimo. [22]

Com o objetivo de diminuir a dureza destes aços, foi proposto que se utilizasse um revenido duplo, com uma temperatura em torno de 670°C no primeiro revenido e de 607°C no segundo. Com este procedimento a quantidade de austenita retida aumentaria mais do que no revenido simples. [45]

O esboço esquemático da figura 2.12 mostra o mecanismo provável do aumento de austenita retida após o segundo revenido. O aquecimento do material a 670°C seguido de resfriamento promove o revenido da martensita, a formação de uma nova martensita - através da austenita instável que se transforma - e ainda, a retenção de alguma austenita. Desta forma, criam-se novas interfaces (martensita revenida/austenita e martensita nova/austenita), conforme sugerido pela figura 2.12(c). Estas novas interfaces funcionam como novos sítios para nucleação de austenita, durante o segundo revenido a 607°C, aumentando significativamente a quantidade de austenita retida. Com isto, como o próprio esboço sugere, além do aumento de austenita retida, há também um refinamento da microestrutura.

A seguir, serão comentadas as principais microestruturas obtidas após tratamento de revenido, que são: a martensita revenida, a austenita retida e os precipitados.

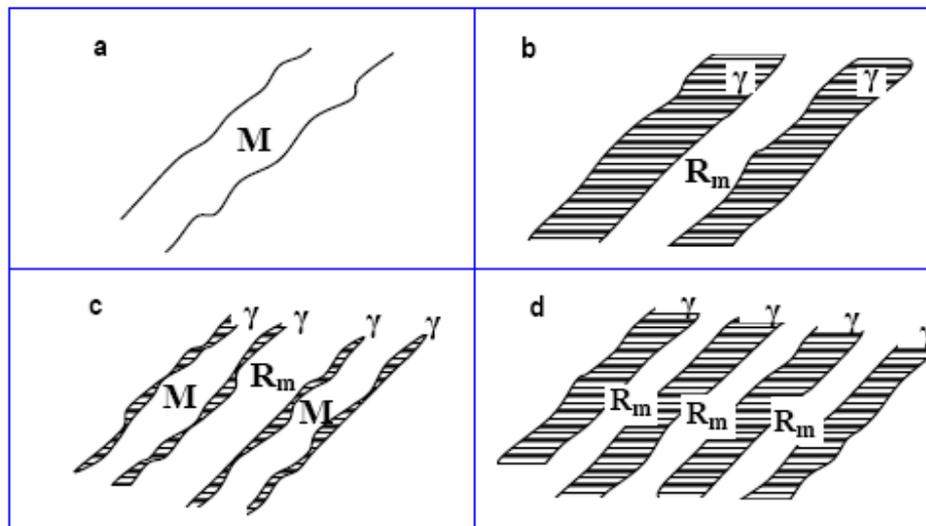


Figura 2.12: Esquema do refinamento da estrutura devido ao revenido duplo: a) 950°C/1h/ar. M: martensita em ripas; b) 950°C/1h/ar + 670°C/durante aquecimento. Rm: martensita revenida, γ: austenita; c) 950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar (depois de resfriar). Rm: martensita revenida, M: martensita em ripas, γ: austenita; d) 950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar + 600°C/2h/ar. [29]

### 2.4.2.1 Características da martensita obtida após revenido

Usualmente, para um aço baixo carbono, o revenido da martensita ocorre numa faixa de temperatura entre 250 °C e 650°C, em que, por um processo difusional, o carbono se precipita nas fases estáveis ferrita e cementita, conforme a reação simplificada [18]:



Assim sendo, a microestrutura da martensita revenida consiste de partículas extremamente finas de cementita dispersas na matriz ferrítica.

Para aços baixo carbono, a morfologia inicial da cementita, que se precipita entre 200°C e 300°C ou na têmpera de peças de grandes seções, é na forma de agulhas. Neste caso, a sua nucleação ocorre nos pontos de maior energia, ou seja, preferencialmente nos contornos de ripas em temperaturas mais baixas ou nos contornos e subcontornos da ferrita em temperaturas mais elevadas (próximas de 300°C). Na faixa de temperatura entre 400°C e 650°C há coalescimento dos carbonetos que tendem a se esferoidizar. A força motriz deste crescimento das partículas de cementita é a redução global da energia de superfície do sistema. [16], [18]

Para aços com carbono superior a 0,2%, dois tipos de precipitados intermediários podem preceder a formação da cementita que, por ordem de formação são: o carboneto  $\epsilon$  (Fe<sub>2</sub>-3C), que se precipita entre 100 e 200°C, e o carboneto de Hägg (Fe<sub>5</sub>C<sub>2</sub>), que se forma em apenas algumas ligas de aço alto carbono. [16]

Em aços ligados, como é o caso do CA6NM, precipitados complexos se formam e serão abordados no item 2.4.2.3.

O revenido da martensita aumenta sensivelmente a tenacidade e ductilidade e, em alguns casos, sem redução substancial da resistência mecânica. A elevada dureza e resistência da martensita revenida estão relacionadas com a alta relação de área entre os contornos de cementita e da matriz. Isto se deve às pequenas e numerosas partículas de cementita que se localizam nos contornos e discordâncias e agem como barreiras à sua

movimentação durante a deformação plástica. Dessa maneira, a matriz que é dúctil é reforçada pela cementita. [18]

Com o aumento das partículas de cementita se diminui a área de contato matriz/cementita e, conseqüentemente, forma-se um material mais macio e menos resistente. Além do carbono, os elementos de liga substitucionais presentes no CA6NM quando em solução também aumentam a dureza e, portanto, a resistência mecânica. Este aumento de resistência não é acompanhado por sensível decréscimo da ductilidade. [17]

#### **2.4.2.2 Análise da austenita retida**

A austenita retida proveniente da têmpera dos aços CA6NM é pouco estudada, provavelmente pela pequena utilização do aço temperado aliada a sua pequena porcentagem, quando não sua completa ausência. Desta maneira, a austenita retida é realmente de maior interesse depois do revenido, pois esta se apresenta em maiores proporções, finamente dispersa na matriz martensítica, atingindo quantidades da ordem de 15 [32] a 30% [27] e influenciando nas propriedades mecânicas. [26], [27], [29]

Apesar de não serem completamente entendidas as razões pelas quais ocorrem a retenções significativas de austenita após o revenido, sabe-se que a fração volumétrica de austenita retida proveniente do revenido depende, além da composição química do aço, da temperatura de revenido, tempo de encharque e da velocidade de resfriamento. [32]

A figura 2.13 mostra a crescente formação de austenita com o aumento da temperatura, num ensaio dilatométrico de um aço CA6NM (13Cr4Ni1Mo). Pode-se observar o início de formação a 550°C e final a 820°C. No entanto, através de ensaios dilatométricos adicionais (figura 2.14), constatou-se que o aumento de austenita retida estável ocorre até cerca de 620°C. Acima desta temperatura há formação de uma austenita instável que se transforma em martensita após resfriamento. [26-28]

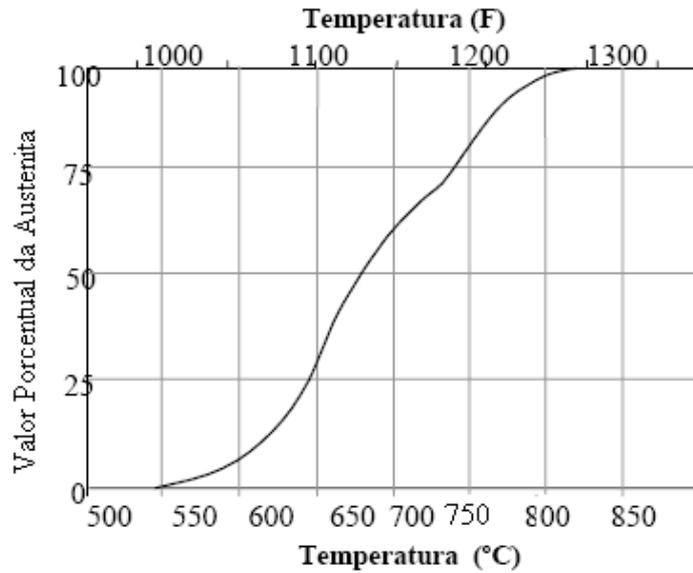


Figura 2.13: Percentual de austenita formada no revenido em função da temperatura de um aço CA6NM. [28]

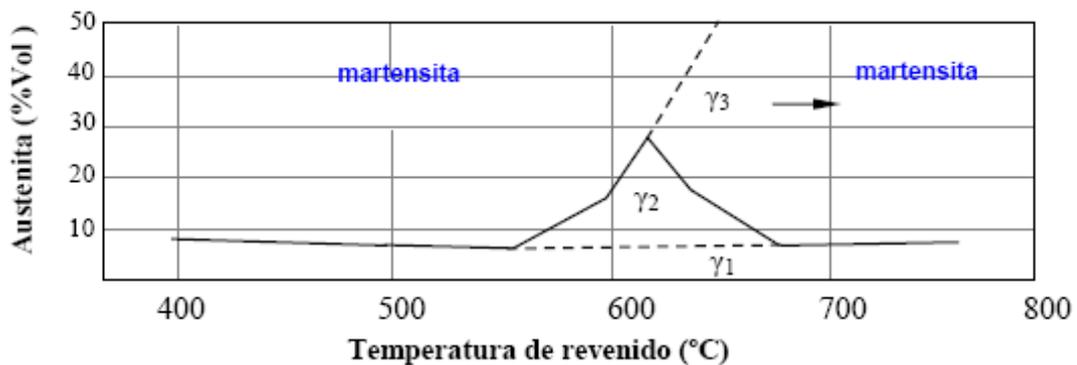


Figura 2.14: Representação esquemática da formação da austenita estável em função da temperatura, de um aço CA6NM.  $\gamma_1$ - austenita residual estável, super-resfriada durante transformação  $\gamma$ -  $\alpha$ ;  $\gamma_2$ - austenita estável formada no revenido;  $\gamma_3$ - austenita instável que se transforma em martensita (não revenida) após revenido. [28]

Há estudos que relacionam a fração volumétrica de austenita que permanece retida após resfriamento à temperatura ambiente ( $V_{RT}^{\gamma}$ ), em diversas temperaturas de revenido, de um aço inoxidável martensítico baixo carbono 13%Cr-7%Ni-3%Si, conforme equação 7. Onde:  $K$  é uma constante;  $V_T^{\gamma}$  é uma função que representa o volume de austenita formada; e  $f_T^S$  é uma função que representa sua estabilidade. [8]

$$V_{RT}^{\gamma} = KV_T^{\gamma} f_T^S$$

Equação 7

As figuras 2.15 e 2.16 mostram o aumento do volume de austenita formada com aumento da temperatura de revenido ( $V_T^{\gamma}$ ) e a variação da concentração de elementos de liga na austenita retida em função da temperatura ( $f_T^S$ ), respectivamente.

As concentrações de Cr, Si, e Ti (figura 2.16) apresentam-se aproximadamente constantes com a temperatura de revenido, ao passo que a de Ni diminui gradualmente com o aumento da temperatura. A diminuição do teor de Ni na austenita indica uma queda de sua estabilidade, pelo aumento da temperatura  $M_s$  local.

A figura 2.17 mostra o gráfico de  $V_{RT}^{\gamma}$  resultante da equação 7. Nota-se a competição entre as duas curvas ( $V_T^{\gamma}$ ,  $f_T^S$ ), resultando numa temperatura correspondente a um valor máximo de austenita retida. Além da temperatura de revenido, a velocidade de resfriamento se tem mostrado um parâmetro importante no volume final de austenita retida, conforme registrado na literatura e ilustrado na figura 2.30. [13]

Em outro trabalho verificou-se, para diversas temperaturas de revenido, substancial aumento de austenita retida nas amostras resfriadas ao forno quando comparadas com as resfriadas ao ar. A figura 2.18 mostra os resultados obtidos. [8]

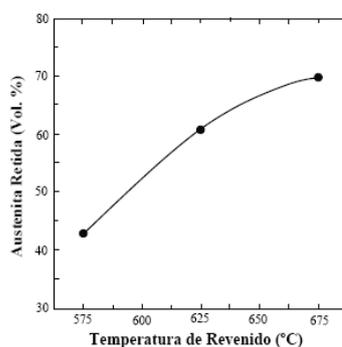


Figura 2.15: Efeito da temperatura de revenido sobre o volume de austenita formada ( $V_T^{\gamma}$ ) em um aço 16Cr2Ni0,2C. [8]

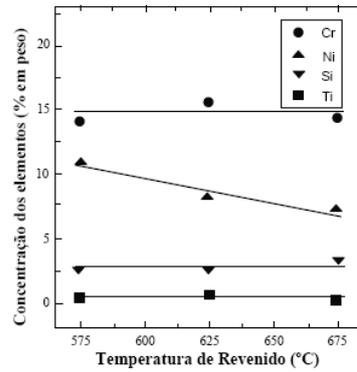


Figura 2.16: Variação da concentração de elementos de liga na austenita retida ( $f_T^S$ ), em função da temperatura de revenido, em um aço 16Cr2Ni0,2C. [8]

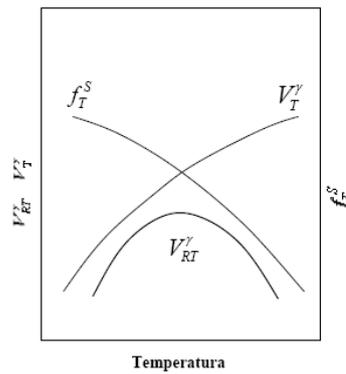


Figura 2.17: Curva  $V_{RT}^S$  em função das variações de ( $V_T^S$ ,  $f_T^S$ ) com a temperatura. [8]

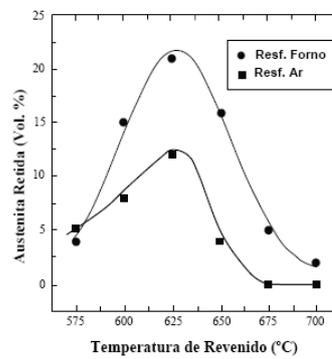


Figura 2.18: Variação de austenita retida em amostras resfriadas no forno e no ar, para diferentes temperaturas de revenido, aço 16Cr2Ni0,2C. [8]

Diversas teorias foram propostas na tentativa de explicar o mecanismo de aumento da tenacidade em materiais com microestrutura similar ao encontrado no CA6NM depois de revenida. Entre estas teorias está o modelo de “crack blunting”, ou modelo da trinca cega. Este modelo sugere que a trinca se propaga através da martensita até encontrar a austenita que é dúctil e estável. Neste ponto, o raio de curvatura de sua ponta aumenta, ou seja, a ponta torna-se cega, dificultando sua propagação. No entanto, novas constatações mostraram que as partículas de austenita retida sofrem transformação martensítica durante a passagem da frente da trinca, atuando como absorvedores de energia. Durante a propagação da trinca o campo de deformação induz a austenita a se transformar em martensita que é mais estável e menos densa. A expansão de volume produzida pela transformação tende a fechar a trinca, e, ao mesmo tempo, a aliviar as tensões em sua ponta, melhorando a tenacidade. [29]

#### **2.4.2.3 Precipitados formados após o revenido**

Durante o revenido de diversos aços com composição química básica de 12Cr0,1C, há formação de uma grande quantidade de Fe<sub>3</sub>C à 300°C, o que resulta numa queda de dureza. Com longos tempos de revenido entre 450 e 500°C, há uma precipitação fina de Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e indícios da formação de M<sub>2</sub>(C,N), o que ocasiona um aumento da dureza de cerca de 10HV. O Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> aparentemente nucleou separadamente e “in situ” a partir da dissolução de Fe<sub>3</sub>C. Neste caso, o M<sub>2</sub>(C,N) é o principal precipitado responsável pelo endurecimento secundário. [38]

A adição de Mo e Ni estabilizam o carboneto M<sub>2</sub>(C,N), aumentando sua quantidade em relação ao Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e causando um endurecimento secundário maior. Com o aumento da temperatura acima de 500°C, observa-se uma crescente formação de M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, que é relativamente grande, e a dissolução de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e M<sub>2</sub>(C,N), que promove o amolecimento do aço.

Em vários trabalhos identificou-se a mesma ordem de formação de precipitados durante o revenido de um aço 16Cr2Ni0,2C, porém observou-se também a presença de austenita retida e, ainda, a sua precipitação na faixa de temperatura entre 300°C e 400°C. As figuras 2.19 e 2.20 mostram, respectivamente, a curva de dureza e porcentagem de

austenita, em função da temperatura de revenido. Na curva de dureza, as amostras sofreram têmpera a partir de 1050°C por 45 minutos, sendo resfriadas ao óleo. Em seguida, as amostras foram aquecidas, nas temperaturas indicadas nos gráficos, por 60 minutos e resfriadas ao ar. Na curva da austenita retida, as amostras foram avaliadas em duas condições. Na primeira, as amostras foram as mesmas usadas nos tratamentos térmicos realizados no ensaio de dureza; e na segunda condição, se fez resfriamento no nitrogênio líquido após têmpera em óleo para avaliar a estabilidade da austenita. [6], [38]

A queda inicial da dureza deve-se à precipitação de M<sub>3</sub>C que causa amolecimento da martensita, pois o carbono é retirado de solução. O endurecimento secundário observado na faixa de 400 a 500°C é decorrente da precipitação de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e M<sub>2</sub>(C,N), conforme observado por Irvine, porém com tempos de revenido bem inferiores (o que antes era da ordem de grandeza de horas passou para minutos) e aumento de dureza secundária bem superior (de 10HV para 50HV). No entanto, o endurecimento secundário ocorre quando o volume de austenita é máximo, fazendo com que o autor conclua que, aparentemente, a precipitação de finas partículas de austenita seja a principal responsável pelo significativo aumento da dureza secundária do aço. [6], [38]

Uma possível justificativa para o aumento da austenita retida, acima de 300°C, seria o fato de o carboneto M<sub>3</sub>C começar a se dissolver e a formar M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. A dissolução de M<sub>3</sub>C pode levar a um enriquecimento localizado de carbono – forte estabilizador da austenita – promovendo nucleação da austenita.

A queda de dureza entre 200°C e 300°C está associada à diminuição de austenita que aparentemente se transforma em M<sub>3</sub>C. Acima de 500°C há uma queda acentuada da quantidade de austenita, ao passo que se observa uma matriz ferrítica com carbonetos Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> coalescidos entre as ripas da martensita anterior.

Deste modo, foi sugerida uma seqüência de precipitação em função do aumento da temperatura de revenido, como segue: M<sub>3</sub>C →  $\gamma_{ppt}$  → (M<sub>2</sub>(C,N), M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>) → M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, onde  $\gamma_{ppt}$  é a austenita precipitada.

Entretanto, os resultados de Balan podem ter sido mascarados pela morfologia da austenita. Em baixas temperaturas de revenido, a austenita se encontra finamente dispersa

entre as ripas de martensita, o que pode ter prejudicado na sua quantificação, realizada por difração de raios X.

Num aço soldado 13Cr5,5Ni0,5Mo com 0,03% de carbono constatou-se a presença de M2(C,N) após o revenido simples (600°C/2horas) e duplo (670°C/2h+600°C/8h). A ausência de carbonetos como M23C6 ou M7C3 provavelmente se deva à presença de nitrogênio e molibdênio, que estabilizam o M2(C,N) em relação aos outros. [29]

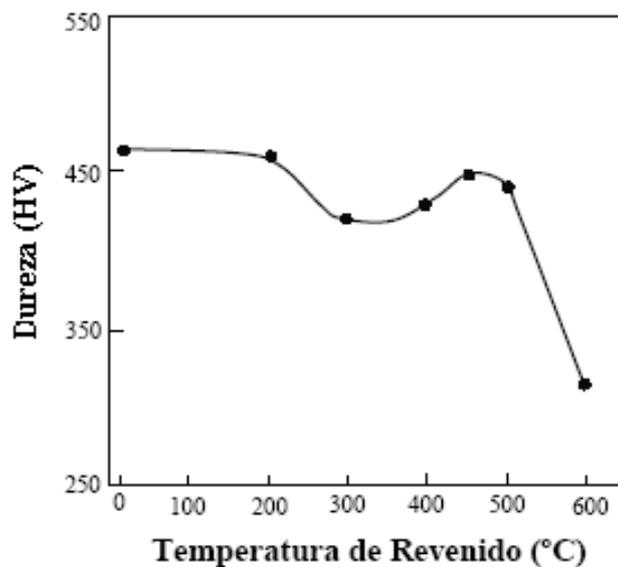


Figura 2.19: Efeito da temperatura de revenido na dureza de um aço 16Cr2Ni0,2C. Têmpera (1050°C/45min/óleo) e revenido por 1 hora e resfriamento ao ar. [6]

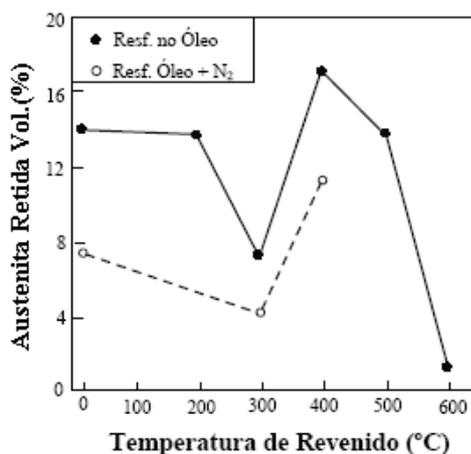


Figura 2.20: Variação da porcentagem de austenita retida para diferentes temperaturas de revenido num aço 16Cr2Ni0,2C, em duas condições: mesma condição da figura 2.19 e resfriado no N<sub>2</sub> líquido após têmpera. [6]

### **2.4.3 Criogenia**

Há muito tempo os benefícios dos tratamentos criogênicos sobre muitos materiais são motivo de polêmica. Ainda em nossos dias encontram-se controvérsias entre os investigadores que buscam incessantemente as melhores combinações de tratamentos térmicos visando obter o melhor de cada material por eles pesquisado. [1]

Tem-se teorizado bastante sobre a causa da melhoria dos diferentes aços sob tratamento criogênico, fundamentalmente sobre os aços rápidos. Felizmente já existem pontos de concordância sobre a transformação da austenita retida em martensita, como tem sido demonstrado desde o começo da utilização do tratamento subzero, que fica na casa dos  $-80^{\circ}\text{C}$ . A utilização de diferentes ensaios sofisticados como MEV, EDS, raios X, assim como da simples microscopia ótica, tem comprovado essa transformação. As melhorias nos materiais também são baseadas no aparecimento de carbonetos, microcarbonetos e micronitretos devido às temperaturas extremamente baixas aplicadas e mantidas. A homogeneização das microestruturas e a redução das tensões internas completam o grupo de argumentos para justificar as gigantescas melhorias dos diferentes materiais. [46], [47]

O chamado Tratamento Criogênico Profundo (DCT, em inglês) consiste no resfriamento a uma taxa muito baixa, da temperatura ambiente até a temperatura do nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ). O ciclo de criogenia pode ser feito em atmosfera gasosa de nitrogênio ou utilizando a imersão direta no líquido. Este esfriamento é mantido durante aproximadamente 24 horas (podendo ser superior) e depois se retorna à temperatura ambiente novamente a taxas igualmente baixas, evitando assim mudanças bruscas de temperatura que possam provocar o aparecimento de trincas e tensões internas. É comum a combinação da criogenia com ciclos de revenimento, que podem ser simples ou múltiplos, obtendo-se diferentes resultados finais. [1], [48]

#### **2.4.3.1 Tratamento criogênico suas aplicações**

Inúmeras pesquisas na utilização da criogenia têm sido realizadas com o fim de melhorar a vida útil de ferramentas de usinagem. Os materiais envolvidos nestas pesquisas, aços-ferramenta, possuem um alto teor de elementos de liga e de carbono na composição.

É esta composição que tem propiciado grandes melhorias ao aço depois de receber o DCT. [3]

O aumento da resistência ao desgaste proporciona um aumento da vida útil das ferramentas de corte em percentual bastante elevado, o que tem sido reportado em algumas pesquisas. [49]. A diminuição de operações no processo produtivo devido à diminuição da frequência de afiamento das ferramentas tem proporcionado elevação na eficiência das indústrias levando a um aumento na utilização do tratamento criogênico.

Não só nos aços-ferramenta como também nos inoxidáveis têm-se encontrado bons resultados. Diferentes famílias de inox têm respondido positivamente aos tratamentos criogênicos como os das séries 300 e 400, sendo que se encontram os melhores resultados naqueles com maiores teores de carbono na composição, pois apresentam valores de resistência melhorados acima de 100%, como é o caso do AISI 440. Também se tem registrado melhorias na resistência à corrosão. Tem sido reportado que nos aços inox utilizados em turbinas hidráulicas ocorre aumento à resistência por erosão em mais de 50%, como é o caso do 17-4 PH. [50]

Em metais não-ferrosos as melhorias são a estabilidade dimensional e a redução de tensões internas devido à usinagem, o que permite eliminar do seu processo produtivo tratamentos de alívios posteriores que poderiam modificar as propriedades mecânicas. Tem sido reportado que o Cu utilizado em eletrodos de solda a ponto tem aumento da vida útil na ordem de 900%, pois aumenta significativamente a condutividade elétrica.

Também os materiais cerâmicos utilizados na elaboração de ferramentas de corte apresentam diminuição do desgaste abrasivo depois de tratados criogenicamente. Atribui-se esta melhoria a uma possível contração dos átomos dos carbonetos, o que provocaria deformações plásticas dos microvazios existentes nos carbonetos. Depois do tratamento estas tensões transformam-se em tensões compressivas na superfície das porosidades, o que diminui a possibilidade de que trincas sejam nucleadas. [48], [50], [51]

## 2.4.3.2 Influência do DCT em algumas propriedades dos aços

### 2.4.3.2.1 Dureza

Quanto à influência da criogenia em diferentes valores de temperaturas, em estudos realizados para vários tipos de aços-ferramenta, como o AISI D2, AISI H13 e Vanadis 4 (nome comercial), verificou-se que a  $-40^{\circ}\text{C}$  não eram encontradas melhorias nos valores de dureza, já entre os tratados a  $-100^{\circ}\text{C}$  e  $-196^{\circ}\text{C}$  encontrou-se aumento maior na dureza, embora não fossem encontradas diferenças significativas entre estas duas temperaturas (figura 2.21). Atribuiu-se esta diferença a uma transformação incompleta da austenita para martensita nos aços tratados a temperaturas mais altas. Foi também comprovado que não existe uma relação direta entre a dureza e a duração do processo criogênico. Considerou-se que este fato é devido à transformação instantânea de austenita em martensita quando o resfriamento ocorre abaixo da temperatura  $M_s$ . [52]

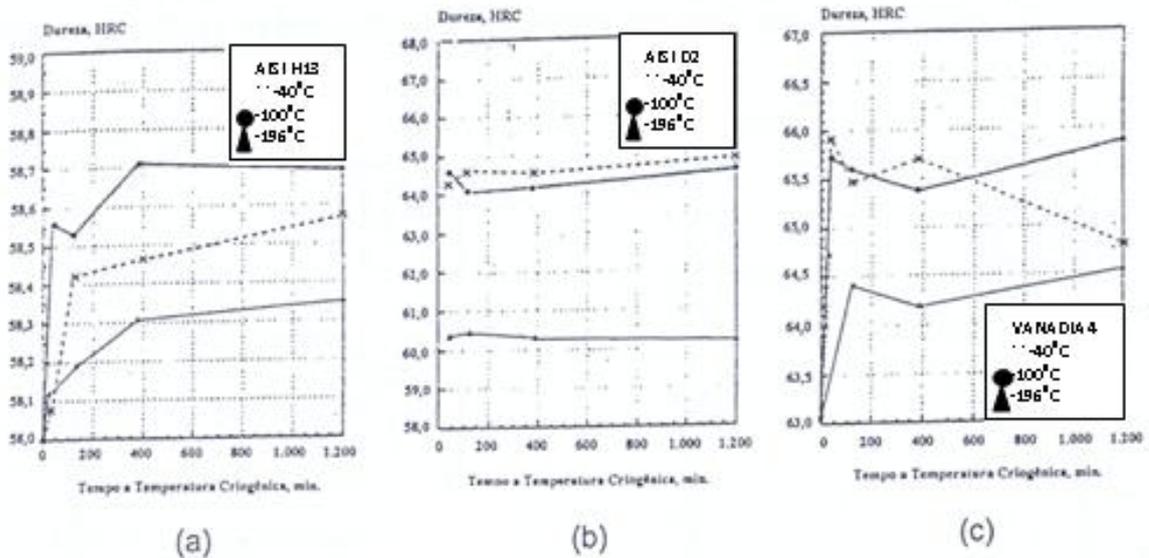


Figura 2.21: Efeito da temperatura e tempo de permanência do tratamento criogênico na dureza de aços ferramentas (a) AISI H13, (b) AISI D2, (c) vanadis 4. [52]

Em outras experiências envolvendo os mesmos materiais tratados com têmpera e têmpera mais DCT, aplicou-se revenimento em diferentes patamares de temperaturas durante duas horas. Com estes ensaios verificou-se a influência da criogenia sobre o endurecimento secundário, provocado pelo revenimento. Observou-se um endurecimento

secundário característico nas amostras só temperadas. Nas criogenicamente tratadas, a dureza registrada foi superior às outras, devido à diferença na quantidade de martensita, embora os valores de dureza secundária fossem menores. Como observado na figura 2.22 [52]

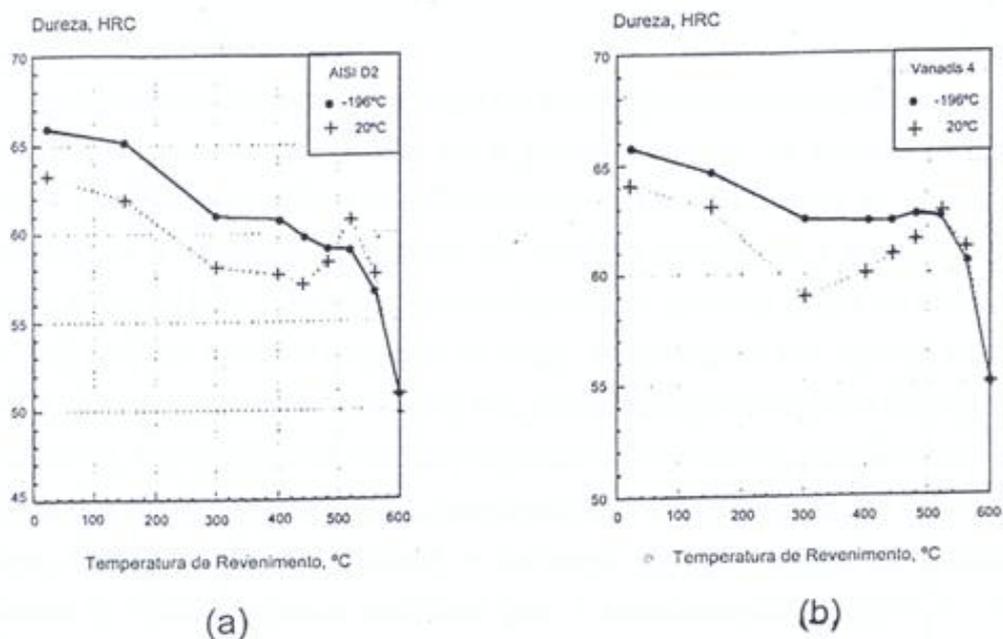


Figura 2.22: Efeito do tratamento criogênico no endurecimento secundário de aços ferramentas (a) AISI D2, (b) Vanadis 4. [52]

Existem estudos onde são reportados pequenos aumentos na dureza depois do tratamento criogênico, na faixa de 1 a 3 pontos da escala Rockwell. O que demonstra que com este objetivo o mencionado tratamento não proporciona grandes vantagens, no entanto a resistência ao desgaste apresenta aumentos significativos. [52]

#### 2.4.3.2.2 Efeito na resistência à corrosão

Encontra-se na literatura referências ao efeito da criogenia nos aços inox assim como em alguns tipos de aços-ferramenta como o S2, M1, inox austeníticos, AISI 316, martensíticos AISI 410 e outros de construção como o Cr-Mo e 4140. Todos os aços foram submetidos à têmpera e revenido comercial, exceto o inox austenítico que foi solubilizado de forma convencional. Algumas amostras foram submetidas a DCT seguindo o ciclo

indicado na figura 2.23. Logo depois todas as amostras foram submetidas à câmara úmida contendo vapor de água saturado com ácido sulfúrico a duas atmosferas de pressão por 30 dias. [4]

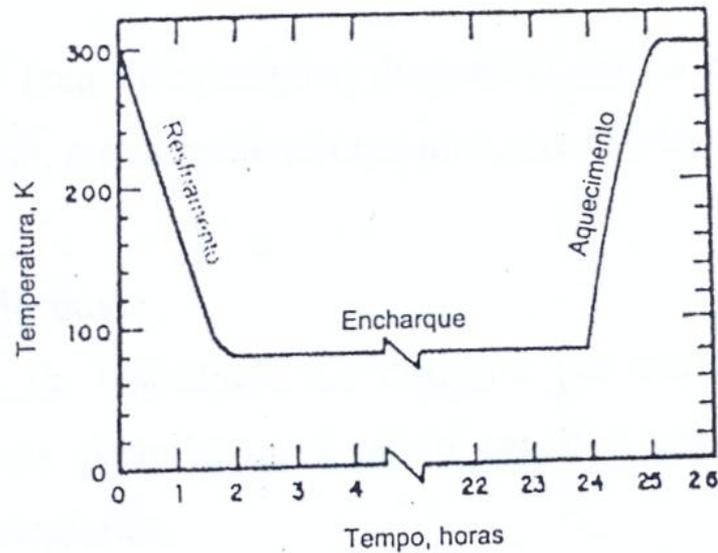


Figura 2.23: Representação de temperatura contra o tempo para o tratamento criogênico. [4]

Todas as amostras tratadas criogenicamente mostraram uma diminuição na taxa de corrosão. O aço inox mostrou uma taxa de 15,8%. O refinamento dos contornos de grão, região de início de corrosão, é o mecanismo sugerido para justificar o efeito positivo da criogenia neste caso.

Outro estudo demonstrou que aços martensíticos com 0,89%C e 0,24%Mn quando tratados criogenicamente apresentam diminuição da espessura dos contornos de grão, que é menor quanto menor for a temperatura do tratamento. Esta diminuição do contorno de grão proporciona uma área microscópica menor para a difusão dos agentes corrosivos no interior do metal, por isto melhora a resistência à corrosão. [4]

#### 2.4.3.2.3 Efeito na resistência ao desgaste

Diversas pesquisas realizadas verificaram aumentos da resistência ao desgaste através de ensaios padronizados de inúmeros aços tais como AISI D2, A2, O1, o rápido M2, assim

como o E52100. Neste estudo foi demonstrada uma diferença significativa entre as amostras tratadas a  $-84^{\circ}\text{C}$  e as tratadas a  $-196^{\circ}\text{C}$ , sendo muito maior a resistência nas amostras tratadas com DCT (figura 2.24). [1]

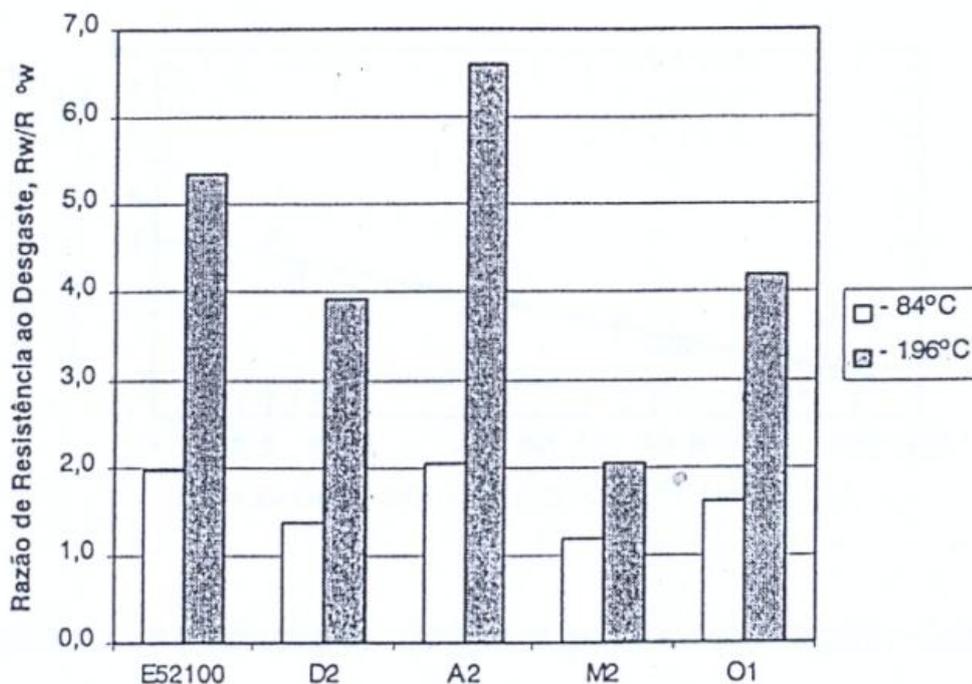


Figura 2.24: Comparação entre a razão de resistência ao desgaste para aços tratados a temperaturas criogênicas de  $-84^{\circ}\text{C}$  e  $-196^{\circ}\text{C}$  em relação ao tratamento convencional.  $R_w$ - resistência ao desgaste de aço com tratamento criogênico e  $R_w^0$ - resistência ao desgaste de aço sem tratamento criogênico. [1]

Os aços AISI 1045 e T8 também foram estudados. Este trabalho visou explicar a relação entre o aumento da resistência ao desgaste e fatores envolvendo o tratamento a temperaturas extremamente baixas, tais como taxa de resfriamento, tempo à temperatura criogênica, a própria temperatura do tratamento, em um total de 16 diferentes condições para cada aço. O estudo concluiu que o maior aumento da resistência ao desgaste é obtido em tratamentos a  $-196^{\circ}\text{C}$ , durante 24 horas, com taxas de resfriamento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . O mesmo estudo revelou que o aumento da dureza com estes tratamentos é insignificante, somente atingiram-se valores de 0,5% para ambos os aços. [53]

Nas figuras 2.25 e 2.26 apresentam-se os gráficos da influência de diferentes temperaturas criogênicas, tempos de tratamento e taxas de resfriamento no aumento da resistência ao desgaste para o aço rápido AISI T8.



Figura 2.25: Incremento da resistência ao desgaste para o aço rápido AISI T8 em função da taxa de resfriamento no início do DCT. [53]

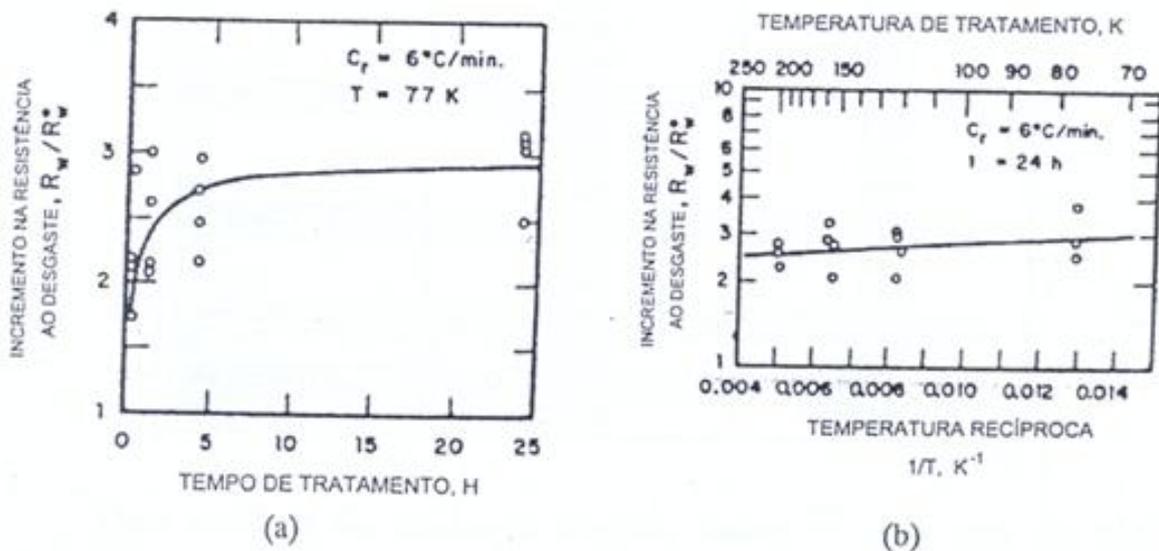


Figura 2.26: (a) Incremento na resistência ao desgaste pelo tempo de tratamento a temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  para o aço AISI T8, (b) Incremento na resistência ao desgaste pela temperatura do tratamento criogênico para o mesmo aço. [53]

Em outro estudo também foram analisados os aços-ferramenta, inox austeníticos, martensíticos e ferríticos, aços ao carbono e outros ligados, assim como ferro fundido cinzento. As amostras foram divididas em dois grupos, um deles foi tratado com resfriamento subzero e o outro com DCT. Este estudo permitiu que se fizesse uma classificação dos aços conforme o efeito do tratamento criogênico no aumento da

resistência ao desgaste. Numa primeira categoria encontram-se os aços-ferramenta, com exceção do M2, tendo em comum um aumento na resistência ao desgaste maior que 10% entre os grupos de amostras. Os valores de aumento da resistência variam entre 42 e 700% nesta primeira categoria. O melhor desempenho foi obtido para a temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  e tempo superior a 20 horas. Na segunda categoria estão os inox, o M2 e o AISI 8620 com aumentos entre 4% e 28%, sendo que a diferença entre os grupos é menor que 10%. Na terceira categoria encontram-se os que não melhoraram a resistência ao desgaste de forma significativa com os tratamentos criogênicos. [3]

Em mais um estudo foi revelado outro fator muito importante para a resistência ao desgaste: a temperatura de austenitização no tratamento térmico. Utilizando o aço D2 a três diferentes temperaturas de austenitização seguidas de DCT, verificou-se que a resistência ao desgaste foi maior no grupo tratado na menor temperatura de austenitização, como é mostrado na figura 2.27. A razão disso reside na maior quantidade de martensita e menor de austenita retida, levando à formação de maior número de carbonetos ultrafinos na microestrutura final, depois de tratamento criogênico e revenimento. Entretanto, concluiu-se também que para uma maior dureza é necessário utilizar a maior temperatura de austenitização possível. Não coincide, portanto, a maior dureza com a maior resistência ao desgaste quando aplicado o tratamento criogênico ao invés do tratamento convencional. Resumindo: é possível obter uma maior resistência ao desgaste, assim como uma maior tenacidade quando utilizada a criogenia após a austenitização à temperatura mais baixa, para uma mesma dureza do aço convencionalmente tratado. [54]

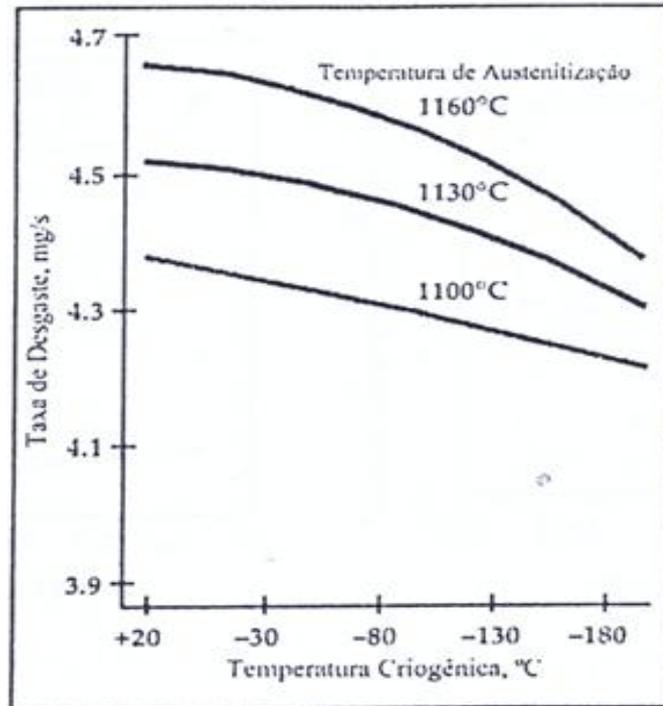


Figura 2.27: Efeito da temperatura de austenitização e temperatura do tratamento criogênico na taxa de desgaste do aço AISI D2. [54]

Em estudo feito com o aço 14Cr2Mn2V, depois de um tratamento subcrítico, um grupo de amostras foi resfriado ao ar e outro tratado criogenicamente. A microestrutura mostrou que nas amostras tratadas criogenicamente os carbonetos apareceram distribuídos uniformemente pela matriz. Nas outras amostras os carbonetos aparecem localizados em algumas regiões. Também se encontrou menor quantidade de austenita retida nas amostras tratadas criogenicamente (figura 2.28). Isso porque a baixas temperaturas a austenita retida é mais instável se transformando em martensita.

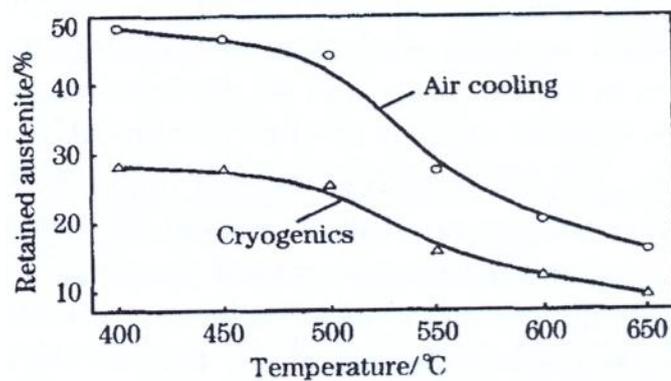


Figura 2.28: Austenita retida para diferentes tratamentos. [55]

Para as amostras tratadas criogenicamente encontrou-se maior dureza HRC em comparação às resfriadas ao ar. O desgaste abrasivo se comportou de forma similar à dureza, apresentando o melhor valor na mesma temperatura que se registrou a maior dureza, decrescendo a partir de esse ponto. As amostras tratadas criogenicamente apresentaram maior resistência ao desgaste que as resfriadas ao ar, para as mesmas temperaturas de tratamento subcrítico. Isto se deve a duas razões: a primeira é que maior quantidade de austenita retida é transformada em martensita durante o tratamento criogênico; e a segunda é a formação de microcarbonetos. [47] Estes fatos podem ser apreciados nas figuras 2.29 e 2.30.

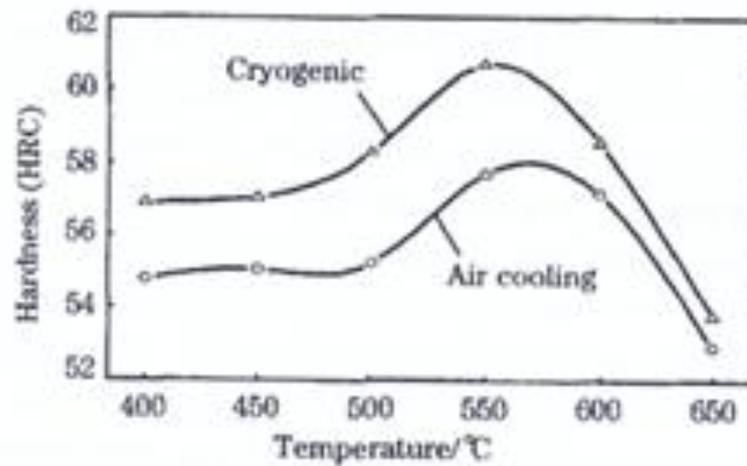


Figura 2.29: Dureza para os diferentes resfriamentos após tratamento subcrítico. [55]

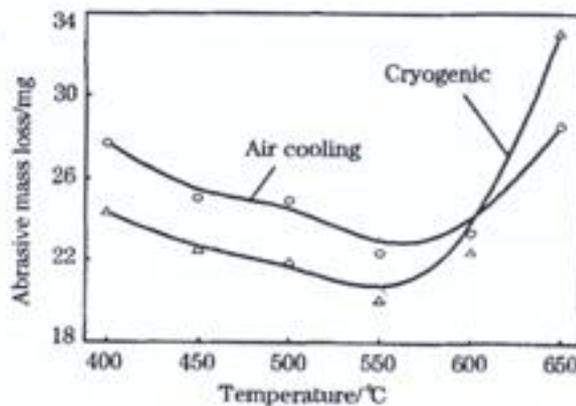


Figura 2.30: Relação entre perda de massa e tratamento realizado. [55]

Constatou-se que a maior resistência ao desgaste ocorreu quando a austenita retida atingiu 15%. O que demonstrou que uma redução indefinida da austenita retida não favorece a resistência ao desgaste (figura 2.31). Concluiu-se que o tratamento criogênico reduz a austenita retida, mas não completamente, promove a precipitação de carbonetos secundários e aumenta a resistência ao desgaste. [55]

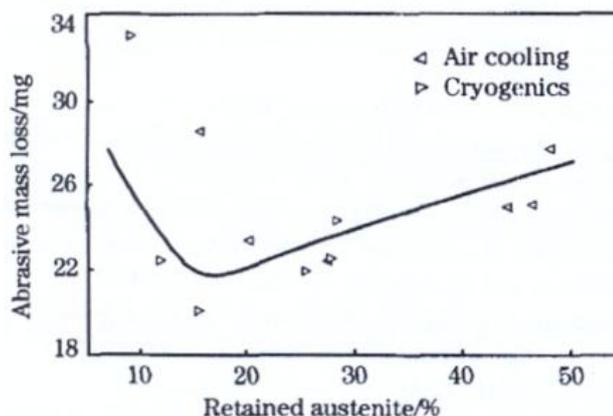


Figura 2.31: Relação entre a austenita retida e a perda de massa. [55]

## 2.5 O fenômeno da fragilização intergranular

A fragilização intergranular é um dos fenômenos importantes que pode ocorrer durante o tratamento térmico dos aços inoxidáveis martensíticos de baixo carbono. [9],[16]

Portanto, quando submetidos a baixas taxas de resfriamentos os aços CA6NM também são suscetíveis a este tipo de fragilização, como é o caso, por exemplo, do resfriamento do núcleo de peças de grandes seções. Pesquisas assinalam que o principal fator desta fragilização é a presença de carbonetos do tipo Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> nas interfaces  $\gamma/\delta$ , nos contornos de grãos austeníticos anteriores e revertidos, ou seja, nos contornos de austenita antes da têmpera e aquela formada no revenido, respectivamente. [13]

A morfologia, o tamanho relativo e a quantidade de carbonetos variam com a velocidade de resfriamento e com o tempo de encharque dentro do campo de fragilização. Além disto, impurezas como fósforo, arsênio, estanho e antimônio também parecem influenciar na fragilização de maneira similar a dos aços baixa-liga. [56]

A baixa energia de coesão entre a interface dos contornos dos grãos com os precipitados e impurezas é um fator que influencia a existência da fragilização intergranular. Neste caso, assume-se que trincas se iniciam ao redor dos carbonetos, localizados nos contornos de grãos e se propagam ligando-se umas às outras. [9],[13], [16], [56]

Como muitas vezes é inevitável um resfriamento mais lento no núcleo de peças de maiores volumes, procura-se otimizar a composição química de modo a minimizar a suscetibilidade a esta fragilização. Elementos como carbono, níquel, silício e molibdênio influenciam na cinética de precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, afetando, portanto, a tenacidade [13] – esta que, normalmente, é referida com o aumento da temperatura de transição dúctil-frágil ou FATT (fracture appearance transition temperature) e a fração de fratura intergranular.

Além da composição química e da velocidade de resfriamento, comentados acima, parâmetros como temperatura e tempo de revenido também têm sido estudados [57] e, para um melhor entendimento de cada um destes fatores, se fará uma breve revisão. As informações contidas na revisão a seguir tratam de experimentos realizados com aços inoxidáveis martensíticos macios do tipo 13Cr-Ni com 0,04% de carbono extraídos da literatura [41], salvo se apontadas outras bibliografias.

### **2.5.1 Influência da composição química do aço**

A cinética das transformações de fases é grandemente influenciada pelo teor de Ni nas ligas, que tem grande participação na definição da microestrutura final. O níquel – forte austenitizante – além de ampliar o campo gama e abaixar a temperatura Ms, retarda a difusão do carbono, o que aumenta a temperabilidade dos aços (para Ms acima da temperatura ambiente). O aumento da tenacidade nos aços CA6NM está diretamente ligado à presença de níquel, que retarda a precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. A figura 2.32 mostra o efeito do teor de níquel na precipitação dos carbonetos e nas linhas de transformações Ms, Ac1 e Ac3.

O efeito de elementos de liga como o carbono, silício e molibdênio na cinética de precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> a 650°C e na temperatura de transição dúctil-frágil (FAAT), para um aço 13Cr-3,8Ni, é demonstrado na Figura 2.33.

A redução de carbono e silício é responsável pelo aumento da tenacidade e pelo atraso na precipitação de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , enquanto que o molibdênio tem efeito oposto. Por ser um dos seus elementos formadores, quanto menor a quantidade de carbono, menor será a precipitação de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . O silício e molibdênio alteram a solubilidade do carbono no ferro: o molibdênio aumenta a solubilidade, diminuindo, assim, a concentração de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ; e o silício tem efeito oposto.

Em aços baixa-liga, o molibdênio melhora a tenacidade, pois este inibe a segregação de fósforo para os contornos, precipitando-se como fosfetos na matriz. [16]

O manganês e impurezas como fósforo, arsênio, estanho e antimônio também parecem influenciar na fragilização dos aços AIMM, assim como reportado em aços baixa-liga. Entretanto, foi verificado um maior efeito do fósforo (P) e do carbono (C). A magnitude da fragilização intergranular é linearmente proporcional ao parâmetro  $(P + C/4)$ . Como descrito na literatura, o fósforo, durante o revenido, segrega separadamente nos contornos da austenita anterior. [56]

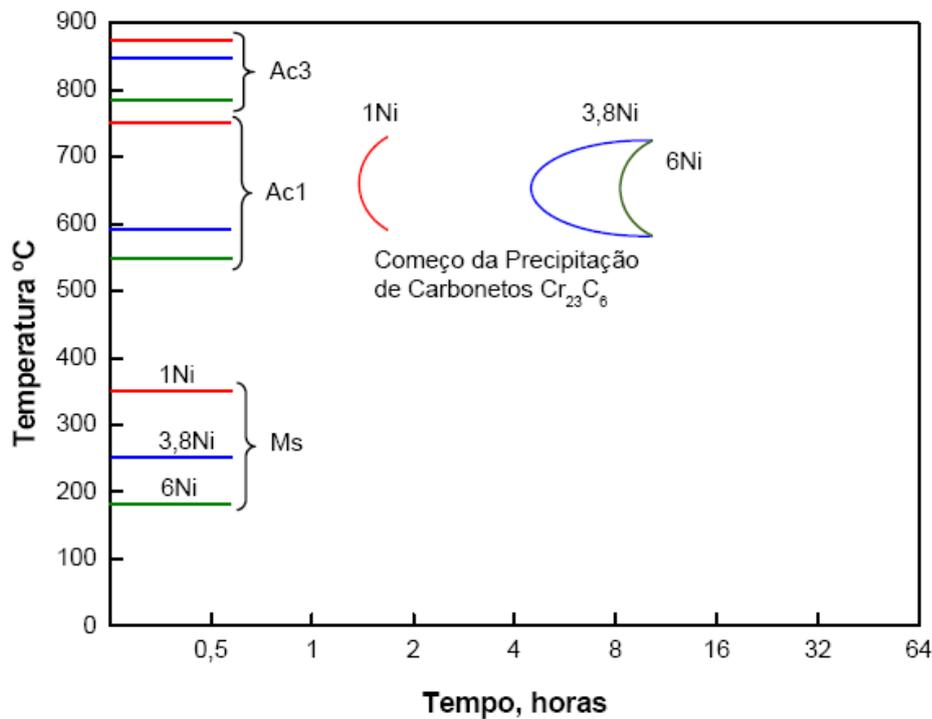


Figura 2.32: Diagrama parcial de transformação isotérmica para aços com diferentes teores de Ni e 13Cr, mostrando a influência do níquel em retardar a precipitação de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . [13]

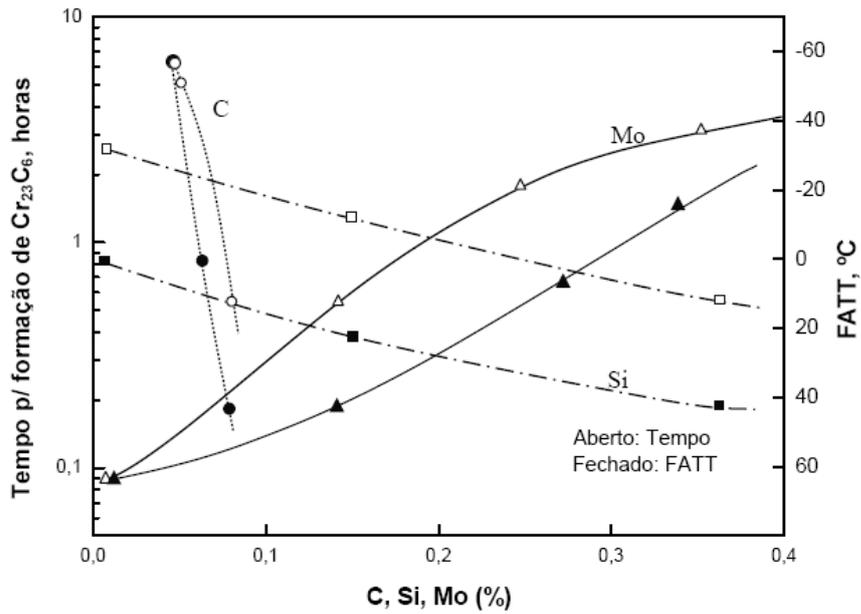


Figura 2.33: Efeito do C, Si, Mo no tempo em que inicia a precipitação de  $Cr_{23}C_6$  à 650°C, e a FATT das amostras resfriadas a 50°C/h a partir de 950°C e revenida a 600°C. Material utilizado 13Cr-3,8Ni. [13]

A figura 2.34 mostra a influência do carbono, do molibdênio e do vanádio na tenacidade de um aço com composição base Fe-12%Cr. As amostras permaneceram por uma hora na temperatura de revenido.

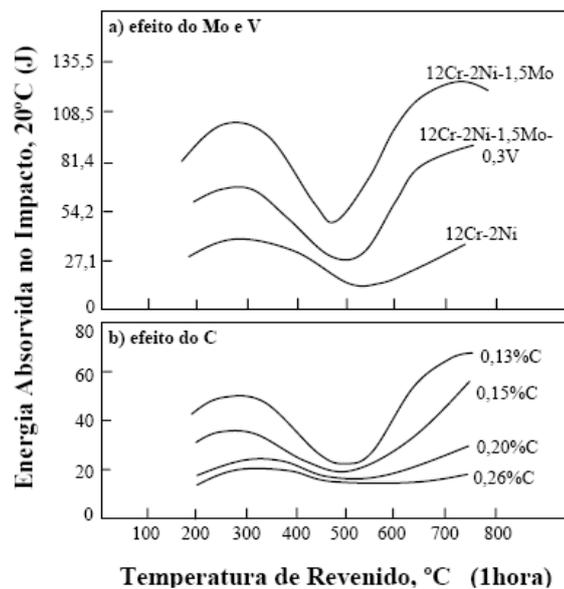


FIGURA 2.34: Efeito do molibdênio, vanádio e do carbono nas propriedades de impacto, em função da temperatura de revenido. [16]

## 2.5.2 Efeito da velocidade de aquecimento e temperatura de austenitização

Um estudo sobre a precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, num aço 13Cr<sub>0,38</sub>Ni<sub>0,45</sub>C, verificou por ensaio de dilatométrica que a temperatura de solubilização total do carboneto Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> na austenita (A<sub>CC</sub>) aumenta com o aumento da velocidade de aquecimento, conforme demonstrado na figura 2.35. A figura 2.36 mostra o decréscimo percentual de carbonetos Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> relativo à sua quantidade máxima (Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>/Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> Máx), em função do aumento da temperatura de austenitização, para uma velocidade de aquecimento igual a 0,5°C/s e de resfriamento rápida o suficiente para evitar precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Verifica-se que a temperatura mínima de austenitização, na qual se inicia a dissolução mais acentuada de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, é 1040°C. Acima desta temperatura a redução de carbonetos não dissolvidos é constante, atingindo níveis mínimos de 10% à 1110°C. [58]

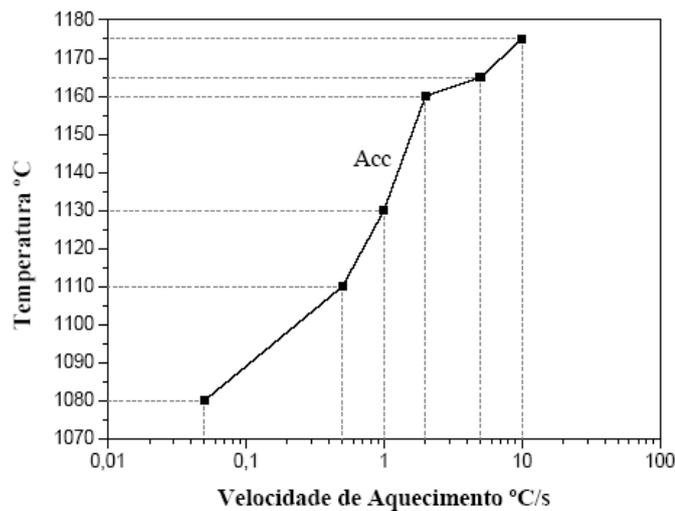


FIGURA 2.35: Influência da velocidade de aquecimento na temperatura de solubilização total (Acc).

[58]

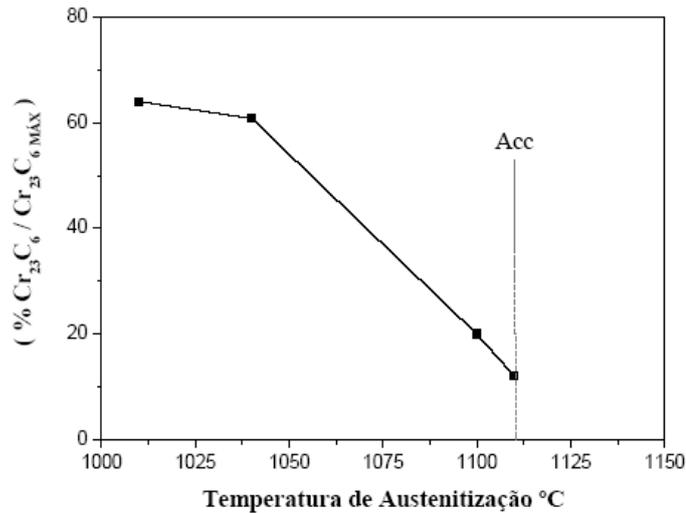


FIGURA 2.36: Porcentagem de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> relativo à porcentagem total de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (obtida na amostra recozida e alta velocidade de resfriamento de (50°C/s)). [58]

### 2.5.3 Efeito da velocidade de resfriamento da têmpera

A taxas de resfriamento abaixo de 50°C/hora, verifica-se uma diminuição na tenacidade e um leve aumento do limite de resistência à tração, quando o resfriamento atinge a temperatura mínima de austenitização de 950<sup>0</sup>C e o tempo de encharque é de 8 horas, como pode ser observado na figura 2.37. É importante notar que com o acréscimo de níquel, aumenta-se o valor de impacto.

No entanto, Andrés [58] verificou no aço 13Cr0,38Ni0,45C que a velocidade de resfriamento influencia na quantidade total de carbonetos somente se a temperatura de austenitização for suficientemente alta para dissolver os carbonetos (próximo à temperatura Acc), caso contrário, estes permanecerão constantes e com concentrações relativamente altas. Isso pode ser observado na figura 2.38, que mostra que para uma temperatura de austenitização de 1120°C, o efeito da velocidade de resfriamento só se torna nulo a partir de velocidades acima de 20°C/s, enquanto que, para a temperatura de austenitização abaixo de 1060°C não há nenhuma influência da velocidade de resfriamento - permanecendo a quantidade de carbonetos alta e constante.

Utilizaram-se como parâmetros para a obtenção desta curva: a velocidade de aquecimento de 0,5°C/s que, conforme figura 2.35, corresponde à temperatura Acc igual 1110°C e o tempo de encharque na temperatura de austenitização igual a 60 minutos.

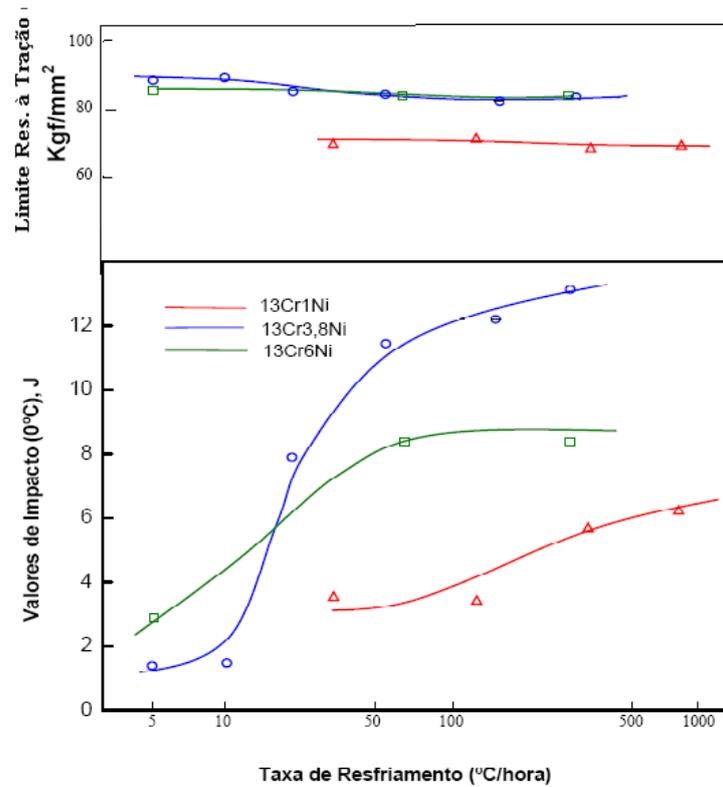


FIGURA 2.37: Limite de Resistência e tenacidade do aço fundido 13Cr-Ni em função da velocidade de resfriamento a partir da temperatura de austenitização. [13]

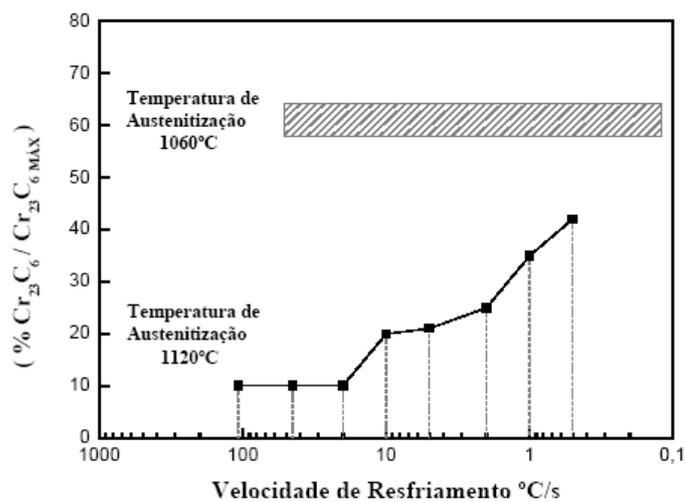


FIGURA 2.38: Influência da velocidade de resfriamento na precipitação de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> a partir de duas temperaturas de austenitização (1060 e 1120°C). [58]

#### 2.5.4 Efeito da temperatura de revenido

A influência da temperatura de revenido e do teor de níquel nas propriedades de impacto e de resistência mecânica é mostrada na figura 2.39. As amostras utilizadas foram temperadas a partir de 950°C (8horas/50°C/h). Como se pode observar, o valor máximo de impacto ocorre numa temperatura que é levemente superior a Ac1 para os três aços estudados. A tenacidade máxima foi associada ao completo revenimento da martensita, à formação de austenita estável que permanece retida após resfriamento, à decomposição dos carbonetos e sua dissolução parcial na austenita revertida [41], assim como, à dissolução das impurezas que se difundem na matriz. [56]

Os valores de tenacidade mínima, possivelmente, estão relacionados com a mesma perda drástica de tenacidade sofrida por aços inoxidáveis martensíticos de baixo carbono, relatado em dois trabalhos, na faixa de temperatura entre 475°C a 550°C e 440°C a 540°C, respectivamente. [9], [16]

É importante ressaltar que ambos os autores mencionam que esta redução drástica da tenacidade acompanha um pequeno pico de endurecimento secundário. Segundo Leslie, esta fragilização deve ser atribuída mais à morfologia do carboneto do que a qualquer fenômeno de segregação de impurezas, enquanto Smith entende que além da influência dos carbonetos e/ou nitretos, provavelmente ocorra também a segregação de impurezas.

Quanto à resistência mecânica, pode-se perceber que esta diminui com o aumento da temperatura de revenido, exibindo um mínimo em Ac1. Acima da temperatura Ac1, a resistência mecânica tende a aumentar um pouco.

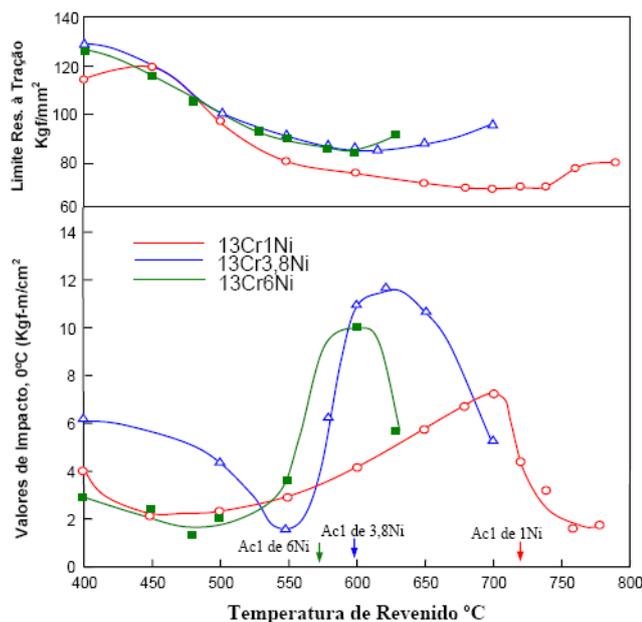


Figura 2.39: Efeito da temperatura de revenido nas propriedades mecânicas em aços fundidos tipo 13Cr-Ni para diferentes teores de níquel. [13]

### 2.5.5 Efeito da velocidade de resfriamento do revenido

O efeito da velocidade de resfriamento de revenido para um aço 13Cr3,8Ni é mostrado na figura 2.40. Foram utilizadas duas condições de resfriamento, uma na água e outra no forno, sendo obtidos maiores valores de impacto para o resfriamento na água. Medições de difração de raios X mostraram que as amostras resfriadas na água possuem menores quantidades de austenita retida do que as resfriadas no forno, vide figura 2.41. Isso indica que o aumento da quantidade de austenita formada deteriora a tenacidade.

No entanto, outro trabalho assinala que quanto maior a quantidade de austenita no material, maior é o valor da tenacidade, desde que esta austenita seja estável. As amostras submetidas a resfriamentos mais lentos formam uma austenita mais instável, que se transforma mais facilmente sob deformação do que a austenita obtida num resfriamento mais rápido. Desta forma, quando a austenita é estável, proveniente de resfriamentos rápidos, maior é a sua eficiência em conter as trincas que levam à ruptura. [13]

Esta menor quantidade de austenita retida nas amostras resfriadas mais rapidamente, provavelmente ocorra devido a (i) uma maior força de cisalhamento gerado pela mais alta taxa de resfriamento e (ii) uma maior concentração de vazios de têmpera na temperatura Ms, que possivelmente aumenta a difusão de elementos estabilizadores da austenita.

Conforme a figura 2.42, a diminuição da estabilidade da austenita durante resfriamentos mais lentos deve-se a uma redução da quantidade de carbono na austenita, uma vez que se observa uma diminuição da solubilidade do carbono nesta com o decréscimo da temperatura. Além disto, esta diminuição da solubilidade favorece uma maior formação de carbonetos nos contornos de grão da austenita, devido a uma maior oferta de carbono nesta região. Pode-se notar também que a variação da FATT (indicativo da tenacidade) acompanha a queda da solubilidade.

Na figura 2.43 demonstra-se o efeito do molibdênio e do silício sobre a tenacidade dos aços do tipo 13Cr-Ni. Torna-se evidente que a adição de molibdênio de 0,2% a 0,4% e a redução de silício melhoram a tenacidade. Estes efeitos parecem estar associados com a mudança da solubilidade do carbono na austenita, ou seja, a adição de Mo e redução de Si aumentam a solubilidade do carbono e, assim, a estabilidade da austenita retida.

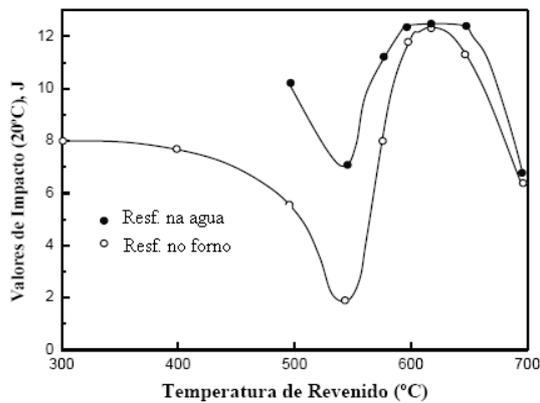


Figura 2.40: Efeito da velocidade de resfriamento a partir da temperatura de revenido sobre a tenacidade. [13]

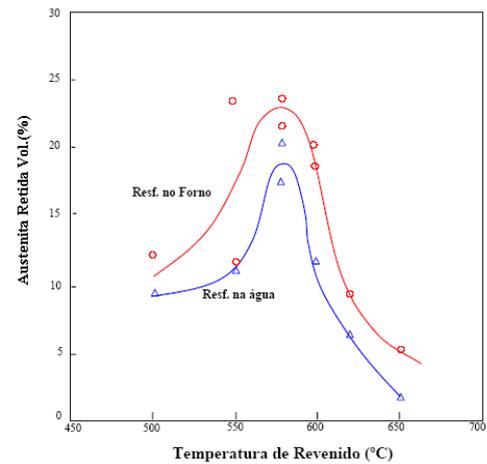


Figura 2.41: Quantidade de austenita retida nas amostras temperadas após resfriamento no forno ou na água a partir da temperatura de revenido. [13]

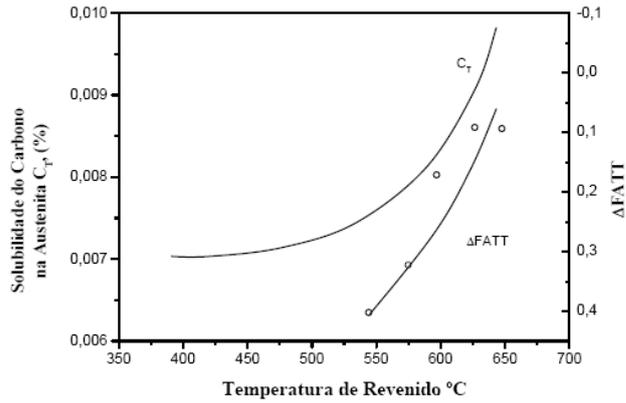


Figura 2.42: Efeito da temperatura de revenido na solubilidade do carbono na austenita e sobre a variação da FAAT que aumentam com o decréscimo da temperatura. [13]

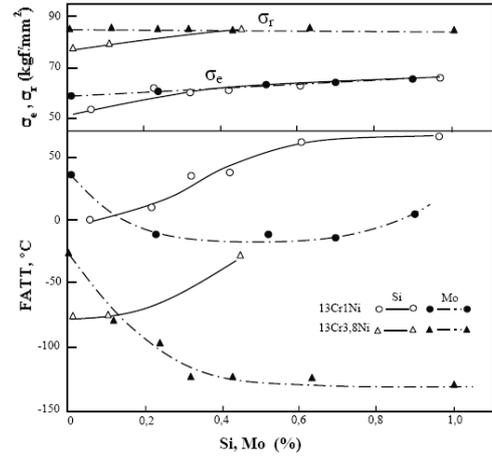


Figura 2.43: Efeito do molibdênio e silício sobre a tensão limite de escoamento, resistência à tração, e sobre a tenacidade (FATT). [13]

### 2.5.6 Efeito do tempo de encharque de revenido

No estudo sobre fragilização em um aço 13Cr3,8Ni constatou-se o aumento percentual de fratura intergranular com o acréscimo do tempo de encharque em 3 diferentes temperaturas de revenido, conforme figura 2.44. O autor observou, neste caso, que a redução da tenacidade é acompanhada de um aumento de volume de precipitados Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. [56]

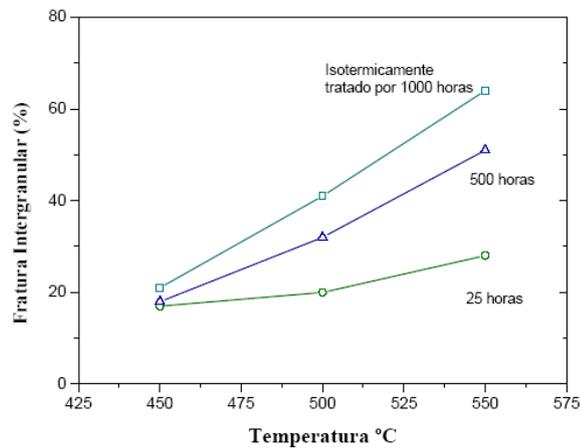


Figura 2.44: Influência do tempo de encharque na fratura intergranular. [56]

## 2.5.7 Reversibilidade da fragilização

Da mesma forma que em aços baixa-liga, a fragilização nos aços 13Cr-Ni também tem se mostrado reversível. Isto significa que aquelas peças que, de alguma forma, foram fragilizadas após os tratamentos térmicos, podem recuperar sua tenacidade através de subsequente tratamento de revenido, seguido de resfriamento mais rápido nesta faixa de temperatura.

A figura 2.45 mostra a reversibilidade para o aço 13Cr-3,8Ni que depois de fragilizado, devido ao resfriamento lento dentro do forno, teve sua tenacidade recuperada após novo tratamento de revenido a 600°C, por 30 minutos, e resfriamento na água.

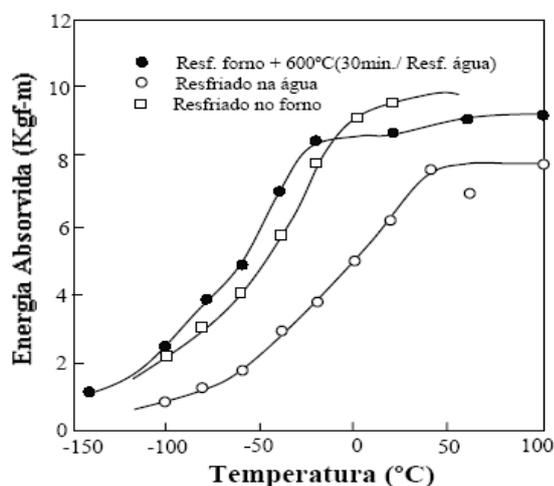


Figura 2.45: Influência do tempo de encharque nas temperaturas de revenido indicadas sobre a fratura intergranular em porcentagem. [13]

## 2.5.8 Difração de raios X

A difração de raios X tem sido amplamente utilizada, sendo que o princípio básico para se determinar o volume de austenita retida consiste na comparação direta das intensidades integradas obtida de cada fase [59-63]. No entanto, simplificações podem ser feitas na determinação da austenita retida quando a quantidade de carbonetos é irrelevante e as duas principais fases são a austenita e a martensita ou ferrita, medindo-se somente, por exemplo, as intensidades integradas dos planos difratados (111) $\gamma$  e (110) $\alpha$ , assumindo que:

$$V_{\gamma} + V_{\alpha} = 1$$

Equação 8

$$V_{\gamma} = \frac{1,4I_{\gamma}}{I_{\alpha} + 1,4I_{\gamma}}$$

Equação 9

Onde  $V_{\gamma}$  e  $V_{\alpha}$  são as frações volumétricas da austenita e martensita, respectivamente, e  $I_{\gamma}$  e  $I_{\alpha}$  são as intensidades integradas dos picos  $(111)_{\gamma}$  e  $(110)_{\alpha}$ , respectivamente. [8]

A quantificação de austenita retida pode ser prejudicada pela textura do material, como, por exemplo, da estrutura martensítica, e valores incorretos podem ser obtidos [63]. Observações realizadas no aço CA6NM também verificaram que a distribuição da austenita retida finamente dispersa entre as ripas de martensita dificulta a precisão da análise. [64]

## 2.6 Desgaste abrasivo

Desgaste pode ser definido como sendo “o dano em uma superfície sólida, envolvendo perda progressiva de massa, devido ao movimento relativo entre a superfície e o contato com outro material ou materiais” [65]

Entretanto, para cada tipo de desgaste, tem-se uma definição específica. O desgaste abrasivo, que é o tipo de desgaste que utilizaremos em nosso trabalho, é definido como sendo “o desgaste devido a partículas duras ou protuberâncias duras forçadas contra e movendo-se ao longo de uma superfície sólida” [66]

Dentro do conceito de desgaste abrasivo, está o desgaste micro-abrasivo (será analisado mais adiante), que pode ser estudado por meio de ensaios de desgaste por micro-abrasão. O “Ball catering abrasion test” (ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa) [67] é um teste bastante difundido no meio acadêmico, embora tenha sido criado pela indústria. Ele consiste no desgaste gerado em um corpo-de-prova por uma esfera e por partículas abrasivas. A Figura 2.46 mostra uma visão tri-dimensional de uma cratera de desgaste, formada em uma amostra de ferro sinterizado oxidado ao vapor, em um ensaio de desgaste por micro-abrasão por esfera rotativa [68]. Maiores detalhes sobre esse tipo de ensaio são apresentados mais adiante.

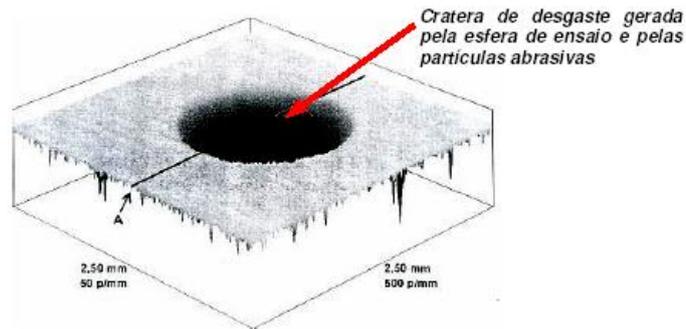


Figura 2.46: Imagem em 3D de uma cratera de desgaste formada em uma amostra de ferro sinterizado oxidado a vapor, em ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa. [68]

Duas crateras de desgaste são apresentadas na Figura 2.47. As mesmas foram obtidas num filme fino de nitreto de titânio (TiN), com espessura de aproximadamente  $3\mu\text{m}$ . Através de medições realizadas em um microscópio óptico observou-se que a calota esférica da direita possuía diâmetro de  $0,2\text{mm}$  e que o desgaste não atingiu o substrato.

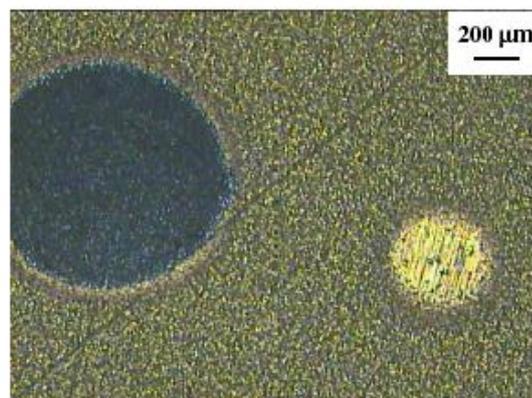


Figura 2.47: Cratera de desgaste gerada em um filme fino de TiN, com espessura de aproximadamente  $3\mu\text{m}$ . [68]

### 2.6.1 Desgaste abrasivo: definição - classificação – terminologia

“Desgaste abrasivo” e “desgaste micro-abrasivo” são termos encontrados em diversos artigos técnicos e científicos. Entretanto, a literatura [66], [69-71] não define separadamente cada um desses termos. Isso porque o “desgaste micro-abrasivo” enquadra-se no conceito de “desgaste abrasivo”.

Alguns parâmetros que podem ser utilizados para diferenciar o “desgaste abrasivo” de “desgaste micro-abrasivo” são a taxa de desgaste (Q) e o coeficiente de desgaste (K).

Enquanto no desgaste micro-abrasivo observam-se valores de  $K$  variando entre  $1.10^{-6}$  e  $2,5. 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  [72-74], no desgaste abrasivo observam-se valores de  $K$  variando entre  $1.10^{-2}$  e  $1,2.10^{-1} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ . [75]

Porém, além do coeficiente de desgaste, há outras maneiras possíveis de diferenciar “desgaste abrasivo” de “desgaste micro-abrasivo”, por exemplo, através do tamanho médio das partículas abrasivas. O desgaste micro-abrasivo ocorre com participação de partículas abrasivas com tamanho médio na ordem de micrômetros. Por exemplo, partículas abrasivas com tamanho médio entre 3 e 6  $\mu\text{m}$  são comumente utilizadas em ensaios de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa [67], [74], [76-78]. Já o desgaste abrasivo é gerado por partículas abrasivas relativamente maiores, entre 50 e 250  $\mu\text{m}$ . [75]

Para que o material sofra desgaste micro-abrasivo não é preciso que o mesmo seja necessariamente submetido a um ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa. Por intermédio de um equipamento com configuração completamente diferente, [79] foram relatados valores de  $k$  similares aos mencionados acima, ou seja, foram produzidos desgastes micro-abrasivos nas amostras.

Tradicionalmente, o contato entre as partículas abrasivas e a superfície que sofre desgaste tem sido classificado de dois modos: (i) desgaste abrasivo a dois corpos e (ii) desgaste abrasivo a três corpos. [75]

Na língua inglesa, os termos “desgaste abrasivo a dois corpos” e “desgaste abrasivo a três corpos” são encontrados, cada um, sob duas denominações: “grooving abrasion” ou “two body abrasive wear” e “rolling abrasion” ou “three body abrasive wear”, respectivamente [74]. Grooving abrasion devido às ranhuras (grooves) que as superfícies apresentam e rolling abrasion devido ao movimento de rolamento que as partículas abrasivas realizam no desgaste.

Na língua portuguesa, os termos “desgaste abrasivo a dois corpos” e “desgaste abrasivo a três corpos” pode ser substituído por “desgaste abrasivo por riscamento” (grooving abrasion) e desgaste abrasivo por rolamento (rolling abrasion) respectivamente. Essa classificação se baseia nas marcas de desgaste geradas pelas partículas abrasivas nas amostras, como será mostrado nas figuras 2.49 e 2.50.

Considerando duas superfícies em movimento relativo, no desgaste abrasivo por riscamento as partículas abrasivas estão incrustadas em uma das superfícies (figura 2.48a). Sendo assim, elas só podem deslizar sobre o contra corpo. No desgaste abrasivo por rolamento, as partículas estão livres entre as duas superfícies, podendo rolar entre as mesmas (figura 2.48b).

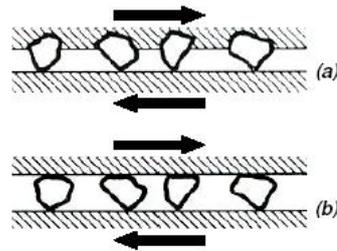


Figura 2.48: a) Desgaste abrasivo por riscamento; b) desgaste abrasivo por rolamento. [75]

A figura 2.49 traz uma imagem típica de uma superfície que sofreu desgaste abrasivo por riscamento durante ensaio de micro-abrasão, com carga relativamente alta e baixa concentração de pasta abrasiva. Nesse ensaio utilizou-se uma força normal de 0,25 N e concentração de pasta abrasiva (de diamante) de 3 mg/cm<sup>3</sup>. A amostra é de um aço-ferramenta e a esfera de ensaio, de aço para rolamento [74]. Observa-se que as ranhuras formadas durante o desgaste são paralelas entre si. Isso mostra que as partículas, durante os ensaios, incrustaram na esfera, produzindo desgaste abrasivo por riscamento.

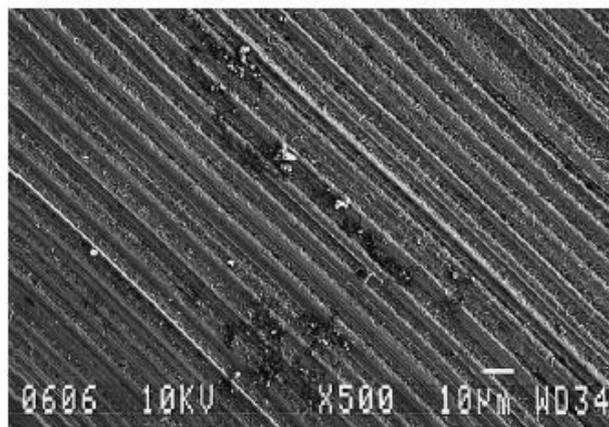


Figura 2.49: Superfície de uma amostra de aço ferramenta que sofreu desgaste abrasivo por riscamento.

[74]

A Figura 2.50 mostra a imagem de uma superfície que sofreu desgaste abrasivo por rolamento durante ensaio de micro-abrasão com uma elevada concentração de pasta abrasiva,  $0,237 \text{ g/cm}^3$ , e baixa força normal de  $0,25 \text{ N}$ . O corpo-de-prova e a esfera são dos mesmos materiais mencionados anteriormente, mas nesta ocasião não foi formado um padrão para as marcas de desgaste. As mesmas formaram-se aleatoriamente. Isso demonstra que as partículas permaneceram livres durante o ensaio.

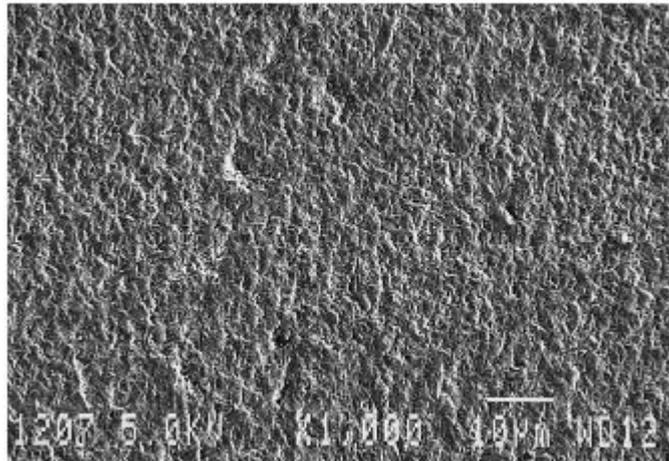


Figura 2.50: Superfície de uma amostra de aço-ferramenta que sofreu desgaste abrasivo por rolamento.

[74]

### 2.6.2 Equação de Archard para o desgaste abrasivo.

Na figura 2.51 tem-se uma partícula cônica deslizando sobre uma superfície plana de um material dúctil e sob a ação de uma carga normal  $\Delta F_N$ .

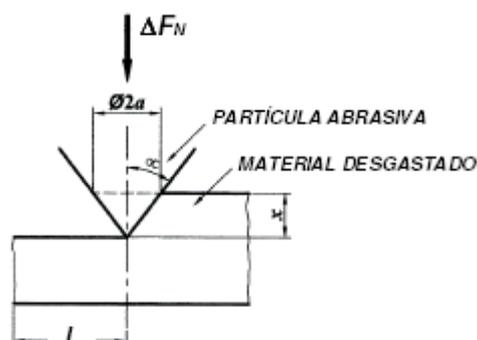


Figura 2.51: Partícula idealizada deslizando sobre a superfície de um material dúctil. [75]

A taxa de desgaste gerada pelas  $n$  partículas abrasivas atuantes no sistema pode ser definida pela equação de Archard para o desgaste abrasivo, conforme Equação 10 [75].

$$Q = K \frac{F_N}{H}$$

Equação 10

Na equação anterior,  $Q$  é a taxa de desgaste, que é interpretada, nesse caso, como o volume de material removido por unidade de distância de deslizamento  $\frac{\text{mm}^3}{\text{m}}$ .  $K$  mede a severidade do desgaste (quanto maior for  $K$ , maior será a taxa de desgaste). É um valor adimensional e sempre é menor que 1. Para o desgaste abrasivo por riscamento,  $K$  está entre  $\cong 0,5 \cdot 10^{-3}$  e  $\cong 5 \cdot 10^{-3}$  [75].  $F_N$  é a força normal total aplicada sobre o sistema e  $H$  é a dureza do material desgastado.

Fazendo  $k = \frac{K}{H}$  e substituindo na equação 10, a equação de Archard para o desgaste abrasivo tem-se:

$$Q = k \cdot F_N$$

Equação 11

Neste caso, o coeficiente de desgaste ( $k$ ) pode ser interpretado como o volume de material desgastado por unidade de força e por unidade de distância de deslizamento  $\left[\frac{\text{mm}^3}{\text{m}}\right]$ . Pode-se dizer, também, que  $k$  é a taxa de desgaste, considerando, além da distância de deslizamento, a força normal.

A equação 11 apresenta algumas limitações: (i) não considera se o desgaste é por riscamento ou por rolamento; (ii) não são considerados a dureza e o tamanho médio das partículas abrasivas; (iii) todas as partículas são consideradas como cones ideais (na prática, as partículas terão formatos variados, desgastando a superfície de maneiras diferentes).

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Caracterização do material

O material utilizado no desenvolvimento desse trabalho foi o aço ASTM 743 CA6NM. Esse aço é usado na fabricação de componentes estruturais que necessitam de elevada resistência mecânica e à corrosão, sendo utilizado na fabricação de pás e componentes imersos de turbinas hidráulicas. Com base em informações das normas do material, a composição química prevista para este aço é listada na tabela 3.2. [23]

Vale observar que tal material possui várias denominações, dependendo da instituição que o nomeia. A tabela 3.1 mostra alguns desses nomes dependendo da norma utilizada. [3], [4]

Tabela 3.1. Designações e Estrutura do Aço em Estudo.

Material	Designações Normalizadas				Estrutura
	DIN	ASTM	UNS	Outras	
1304	10283-1.4317	A743-CA6NM	J91540	AISI 1.4313	Ferrita/Martensita

Tabela 3.2 Composição química e propriedades mecânicas do aço ASTM A 743 CA 6 NM [2]

Composição química	C %	Mn %	Si %	Cr %	Ni %	Mo %	P %	S %	Cu %	W %	V %	
	≤ 0,06	≤ 1,0	≤ 1,0	11,5-14	3,5-4,5	0,4-1,0	≤ 0,04	≤ 0,03	≤ 0,50	≤ 0,10	≤ 0,05	
Propriedades mecânicas	Tensão de escoamento (Mpa)				Tensão de ruptura (Mpa)							
	≥ 550				≥ 760							

Para verificar se o material do presente trabalho é efetivamente o ASTM A 743 CA6NM, retirou-se uma amostra de material de um dos tarugos recebidos para realização de análise química no laboratório de Análises e Ensaios de Materiais S/C Ltda - ANALI 047 de São Paulo , cujos resultados são mostrados na tabela 3.3.

Tabela 3.3. Composição química do aço estudado no presente projeto.

<b>Composição química</b>	C %	Mn %	Si %	Cr %	Ni %	Mo %	P %	S %	Cu %	V %
	0,016	0,7	0,43	12,5	3,7	0,45	0,03	0,016	0,15	0,03
<b>Tolerância</b>	±0,002	±0,01	±0,02	±0,02	±0,01	±0,01	±0,01	±0,001	±0,01	±0,01

É possível afirmar, então, que o material estudado neste projeto tem sua composição química compatível com o aço ASTM A 743 CA6NM descrito na literatura. [24]

Os aços inoxidáveis fundidos são classificados pelo Alloy Casting Institute (ACI) de acordo com sua utilização e composição química. No aço CA6NM a primeira letra refere-se à sua resistência em meios corrosivos (C). A segunda letra indica o valor nominal do teor de níquel. Com o correspondente aumento do teor de Ni, a designação se altera de A a Z. Os números que seguem as duas primeiras letras indicam a percentagem máxima de carbono (% x100). Por último, as letras subseqüentes, correspondem à primeira letra dos elementos de liga presentes no material. Nesse caso níquel (N) e Molibdênio (M). [25]

Dessa maneira, o aço CA6NM é um aço resistente à corrosão com 13% de cromo, ligado ao níquel e molibdênio e contendo no máximo 0,06% de carbono.

### 3.2 TRATAMENTO TÉRMICO

Neste trabalho foram especificadas seis condições de tratamento térmico às quais o aço martensítico de tipo CA6NM foi submetido, associando-se um ciclo de tratamento criogênico a duas temperaturas de austenitização a que foram submetidos os corpos-de-prova, com a finalidade de determinar a influência da criogenia na melhoria da resistência ao desgaste. A seguir descrevem-se os roteiros das seis variantes de tratamento térmico que foram aplicadas nas amostras do aço estudado, conforme detalhado na tabela 3.4. Na figura 3.1 é mostrado o fluxograma dos 6 ciclos de tratamento térmico, detalhando o momento em que são separadas as amostras segundo se vão completando os ciclos correspondentes.

Tabela 3.4. Ciclos de tratamentos térmicos aplicados no aço ASTM 743 CA6NM

Ciclos	Nº de amostras	Roteiro de tratamentos Térmicos
I	6	Austenitização a 965 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min.
II	6	Austenitização a 965 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min. e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas
III	6	Austenitização a 965 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min., tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas e revenido 565 <sup>0</sup> C por 90 min.
IV	6	Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min.
V	6	Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min. e tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas
VI	6	Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C durante 45 min., revenimento entre 565 <sup>0</sup> C e 620 <sup>0</sup> C durante 90 min., tratamento criogênico a -190 <sup>0</sup> C por 20 horas e revenido 565 <sup>0</sup> C por 90 min.

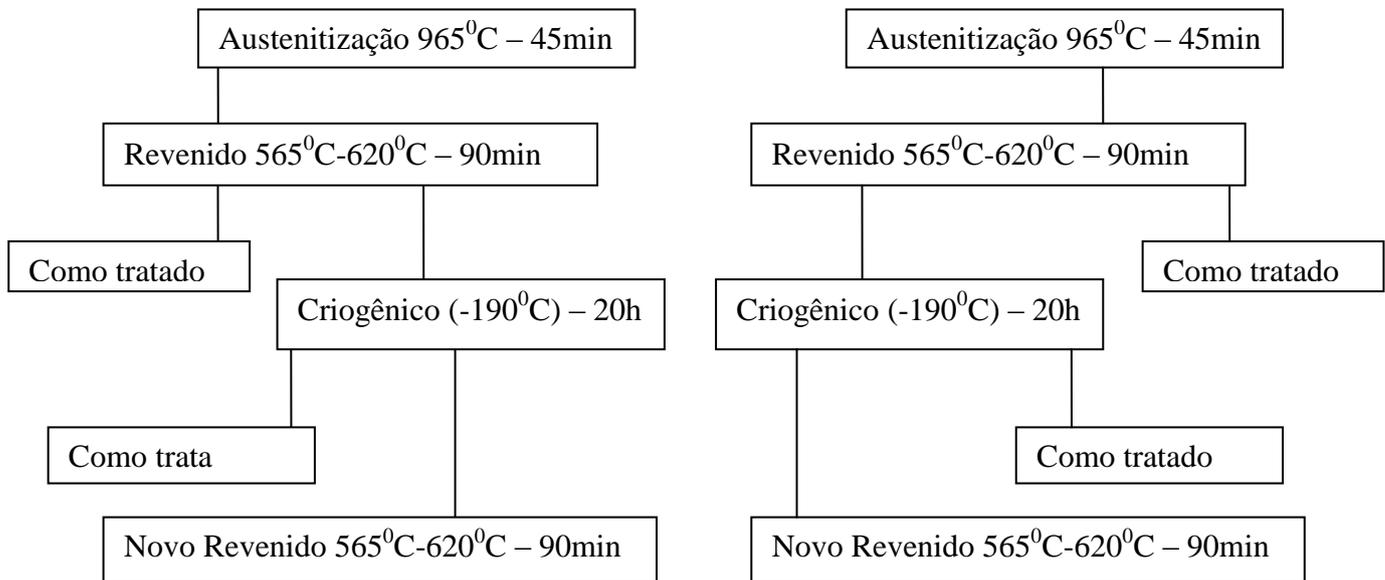


Figura 3.1: Fluxograma dos tratamentos Aplicados

A austenitização foi realizada a 965<sup>0</sup>C em forno de câmara KK 170 SO 1059, com controle automático de temperatura, disponível na oficina mecânica da Faculdade de

Tecnologia da UNB. A precisão do mencionado controle (measurement accuracy) é  $\leq 0.5\%/100\text{ppm}/^{\circ}\text{C}$ .

Todas as amostras foram colocadas juntas em cesta de arame de aço recozido que é obtido por trefilação de fio-máquina com posterior recozimento em fornos de tratamento térmico com temperaturas e tempo controlados. Caracteriza-se pelo elevado grau de ductibilidade, associado a uma resistência à tração de no máximo  $55\text{kgf}/\text{mm}^2$ , conforme norma NBR 5589/82. , garantindo que o processo de têmpera seja homogêneo. A têmpera foi efetuada em óleo automotivo SAE 20W-50 novo, o qual possui boas propriedades de transferência de calor, à temperatura ambiente ( $32^{\circ}\text{C}$ ).

Em seguida, foi realizado o revenimento utilizando-se uma bandeja para colocação das amostras. O esfriamento foi realizado ao ar.

O tratamento criogênico foi realizado na empresa Kryos Tecnologia, utilizando-se equipamento desenvolvido e construído pela referida empresa. As amostras foram submetidas a um tratamento de aproximadamente 72 horas, com o seguinte ciclo: 24 horas para atingir a temperatura de  $-190^{\circ}\text{C}$  com uma taxa média de resfriamento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{h}$ , 20 horas de manutenção na temperatura e mais 24 horas para retornar à temperatura ambiente. Todas as amostras foram tratadas simultaneamente, garantindo homogeneidade ao processo. Foi utilizada uma taxa de esfriamento suficientemente baixa visando garantir que não existiriam mudanças bruscas de temperatura que provocassem choques térmicos com suas respectivas influências. Para o controle digital de temperatura, assim como para o controle dos processos de esfriamento e posterior volta à temperatura ambiente, utilizou-se um software desenvolvido pela Kryos Tecnologia. Sendo que a taxa máxima de variação de temperatura não ultrapassa os  $9^{\circ}\text{C}/\text{h}$ .

Finalmente, foi realizado o último revenido nas amostras do ciclo III e VI (tabela 4). As amostras foram identificadas com marcador numérico, ou seja, cada amostra foi identificada com um número em relevo, visando evitar a mistura dos corpos-de-prova dos diferentes ciclos de tratamento.

### 3.3 Análise metalográfica

Os corpos-de-prova foram preparados utilizando-se disco de corte e líquido refrigerante com vistas a evitar o aquecimento do material na máquina “Discotom” do Laboratório de Metalografia da Faculdade de Tecnologia da UnB. Em seguida, as amostras foram faceadas e retificadas em retífica plana na oficina mecânica da Faculdade de Tecnologia da UnB.

Após aplicação dos diferentes ciclos de tratamento térmico nos corpos-de-prova, tanto o convencional quanto o criogênico, foi realizado o procedimento de lixamento utilizando-se lixas de 180, 220, 360, 400, 600, 1200 *grãos/pol<sup>2</sup>*, nesta seqüência, e girando-se em 90° para retirar os riscos deixados pela lixa anterior. Em seguida, as amostras foram polidas em um feltro utilizando-se pasta de diamante de 3µm e lubrificante azul, obtendo-se uma superfície espelhada, pronta para o ataque químico.

O ataque químico foi realizado com o reagente Vilella modificado possuindo a seguinte composição: 1g de ácido pícrico, 10 ml de ácido clorídrico e 100 ml de álcool etílico. O tempo de ação do reagente foi de 2 minutos para revelar as condições do tratamento térmico. O aço CA6NM pode ser atacado com outros reagentes sugeridos pela literatura [23], mas após vários testes não se logrou revelar a microestrutura.

Foi utilizado um microscópio ótico “OLYMPUS BX51” que possui lentes com aumentos de 100X, 200X, 500X e 1000X. Foram realizadas fotomicrografias com todos os aumentos, mas, como não apareceram estruturas diferentes entre elas, escolheram-se os resultados obtidos no aumento de 200 vezes como amostras representativas, podendo-se identificar nelas a microestrutura obtida com os diferentes ciclos de tratamento.

### 3.4 Difratomia de raios x

A difratometria de Raios X foi realizada no laboratório de Raios X do departamento de Geologia da UnB. Para a obtenção dos espectros de difração utilizaram-se como parâmetros um intervalo angular de  $0^{\circ} \leq 2\theta \leq 100^{\circ}$  e passo angular de  $2^{\circ}$ . As ordenadas dos espectros referem-se a *contagem por segundo* (CPS) e representam uma intensidade relativa. Esta intensidade tem pequenas variações de uma amostra para outra, dependendo da posição (inclinação) em que o raio incide na superfície do corpo-de-prova.

Para a preparação das amostras a serem utilizadas neste teste foi preciso efetuar embutimento em baquelite, para um melhor manuseio das mesmas, pois eram necessárias dimensões específicas por exigências do aparelho a ser utilizado. Todas as amostras foram cortadas a partir do mesmo tarugo. Também, como já descrito, receberam tratamento térmico de forma homogênea. As superfícies a serem analisadas foram preparadas com procedimentos similares de embutimento, lixamento e polimento. Todas as amostras apresentaram as mesmas dimensões e áreas a serem analisadas (20 mm X 13mm). Foram analisadas as superfícies preparadas por lixamento e polimento em todas as amostras. Não foram realizadas análises nas seções transversais.

### **3.5 Dureza Brinell**

A análise de Dureza Brinell foi realizada com o Durômetro Brinell “HPO-250” no Laboratório de Materiais e Metalografia da Faculdade de Tecnologia da UnB.

Os ensaios foram feitos com uma carga de 187,5 kgf, um tempo de 15 segundos e uma esfera de diâmetro igual a 2,5mm. O equipamento possui possibilidades de definir outros parâmetros de carga, escolhendo-se esse como um valor médio dos possíveis a serem utilizados.

Foram realizadas cinco medições na superfície preparada das amostras em pontos desde a borda até o centro de cada um dos ciclos de tratamento.. Em seguida, foram calculadas as durezas médias para cada um dos ensaios e os desvios-padrão, assim como o coeficiente de variação, o que permite fazer uma avaliação da existência ou não de dispersão nos resultados. Com isso podemos conhecer se os valores obtidos mostram repetitividade e são resultados confiáveis.

Tanto a preparação das amostras como a realização dos ensaios foram desenvolvidas pelo mestrando.

### **3.6 Ensaio de desgaste por micro-abrasão**

Atualmente, existem ensaios para os mais diversos estudos de materiais: dureza, tenacidade à fratura, tensão residual, taxa de desgaste etc. [80], [81]. Com o objetivo de

estudar a abrasão de metais, minerais e vidros, Mikhail Lomonosov, membro da Academia Científica de Moscou, realizou um dos primeiros ensaios de abrasão, entre 1745 e 1765. Basicamente, seu equipamento era formado por um rebolo de diâmetro 460 mm fixo a uma manivela. A aplicação da força normal sobre as amostras era realizada através de um sistema peso-morto [82]. O contato entre o rebolo e a amostra gerava uma marca de desgaste.

O ensaio sofreu algumas modificações em 1921, por Brinell. Além da substituição do rebolo por um disco de aço de 100 mm de diâmetro, partículas de quartzo foram inseridas entre a amostra e o disco [82]. Na realidade, Mikhail Lomonosov estava realizando desgaste abrasivo por riscamento, e Brinell, por rolamento. Entretanto, o princípio do ensaio proposto por Brinell permaneceu o mesmo que o realizado por Mikhail Lomonosov.

Em 1949, Haworth realizou o primeiro ensaio de abrasão utilizando um volante de borracha. Nesse mesmo ano, Grodzinski realizou, pela primeira vez, um ensaio de micro-abrasão (por rolamento). Neste caso, foi utilizado um disco de ferro fundido com 25 mm de diâmetro e as forças normais que atuavam sobre a amostra variavam de 0,2 N a 5 N. Entre o disco e a amostra foram inseridas partículas de diamante. [82]

O ensaio de desgaste abrasivo, aplicado em filmes finos, teve um progresso significativo em 1991, quando Kassman utilizou um “dimple grinder” (figura 3.2) determinando, pela primeira vez, os coeficientes de desgaste do revestimento e do substrato de forma independente. [82]

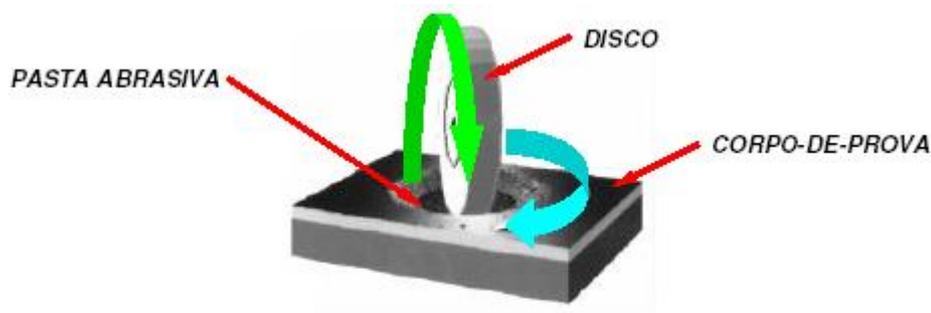


Figura 3.2: Dimple grinder . [83]

Em 1996, foi desenvolvido o ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa. A finalidade dessa nova configuração era apenas medir a espessura de revestimentos. Entretanto, atualmente, pelo potencial do ensaio, o mesmo é aplicado em pesquisas, envolvendo desgaste abrasivo de materiais metálicos e não metálicos, sob várias condições de ensaio [68], [84]. Atualmente, não há nenhuma norma que rege esse tipo de ensaio. Porém, alguns laboratórios europeus estão tentando normalizar o mesmo. [85]

Existem duas configurações de equipamento para o ensaio do desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa: **(i)** máquina de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa fixa e **(ii)** máquina de ensaio micro-abrasivo por esfera rotativa livre.

A figura 3.3 ilustra o princípio de funcionamento do equipamento de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa fixa. Sobre a esfera de ensaio, é aplicada uma força normal ( $F_N$ ), definida pelo usuário. Ao lado da esfera de ensaio, e em contato com a mesma, está a amostra. O contato e o movimento relativo entre esses elementos produzem uma força tangencial (força de atrito),  $F_T$ . Com essa configuração, é possível controlar, também, a rotação da esfera de ensaio ( $n_{ESF}$ ), a distância de deslizamento entre a esfera e a amostra ( $S$ ), a concentração da pasta abrasiva, que é introduzida no contato amostra/esfera, e a vazão da mesma.



Figura 3.3: Princípio de funcionamento do ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera fixa. [68]

No equipamento de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa livre (figura 3.4), a força normal é definida pelo próprio peso da esfera, além da inclinação da amostra e sua posição em relação ao eixo motor. [68]

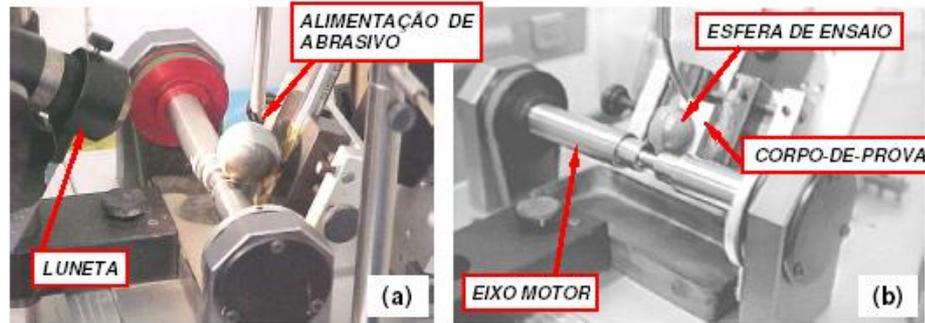


Figura 3.4: (a) Máquina de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa livre (b) visão frontal do equipamento (foto cortesia Prof. Dr. J. D. B. Mello – UFU- Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM- Laboratório de Tribologia e Materiais). [68]

A figura 3.5 mostra uma cratera de desgaste gerada em um ensaio de micro-abrasão.

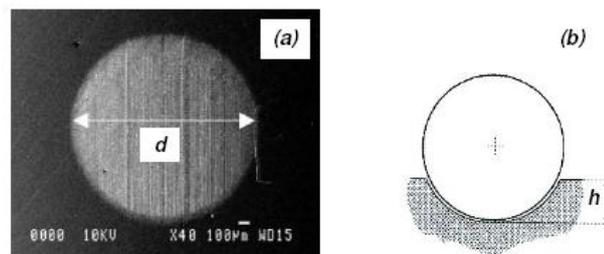


Figura 3.5: (a) Vista frontal de uma cratera de desgaste, mostrando o diâmetro “d” da mesma; (b) profundidade de penetração “h” da esfera de ensaio. [86]

A profundidade de penetração (**h**) da esfera de ensaio e o volume da cratera de desgaste (**V**) são calculados através das equações 12 e 13:

- profundidade de penetração da esfera de ensaio (**h**):

$$h = 12,70 - \sqrt{161,29 - 0,25d^2}$$

Equação 12

Unidades:  $h \Rightarrow [mm]$  e  $d \Rightarrow [mm]$

Volume da cratera de desgaste (**V**):

$$V = \pi \left[ 12,70h^2 - \frac{h^3}{3} \right]$$

Equação 13

Unidades:  $V \Rightarrow [mm^3]$  e  $h \Rightarrow [mm]$

As equações 12 e 13 foram desenvolvidas para uma esfera de ensaio de diâmetro 25,4 mm. [77], [82], [87, 88]

### 3.6.1 Parâmetros do ensaio de desgaste micro-abrasivo

Propriedades, como dureza e tenacidade à fratura, e parâmetros microestruturais, como porosidade e tamanho de grão, influenciam na resistência ao desgaste micro-abrasivo de um material [89], [90]. Entretanto, a resistência ao desgaste abrasivo não é uma propriedade do material. Ela depende, também, dos parâmetros de ensaio. [89], [91]

Conforme mencionado no item anterior, em um ensaio de desgaste microabrasivo por esfera rotativa fixa, os parâmetros que podem ser controlados são: (i) força normal atuando sobre a amostra, (ii) rotação da esfera de ensaio, (iii) distância de deslizamento entre a esfera e a amostra, (iv) concentração da pasta abrasiva e a (v) vazão da pasta abrasiva sobre a amostra/esfera. O tempo de ensaio pode ser considerado um parâmetro dependente, ou seja, é determinado em função da distância de deslizamento e da rotação da esfera. A dureza, o tamanho e o formato das partículas abrasivas, além da concentração da pasta abrasiva, também podem ser escolhidos. A combinação dessas variáveis pode fazer com que, durante ensaios de desgaste por micro-abrasão, ocorra a transição entre os modos de desgaste abrasivo (de riscamento para rolamento, ou de rolamento para riscamento).

A variação desses fatores pode alterar a intensidade do desgaste gerado na amostra. Essa alteração de intensidade do desgaste pode ser verificada pelo aumento ou diminuição da taxa de desgaste e do coeficiente de desgaste ou pelo volume de desgaste da cratera formada, conforme será exposto a seguir.

### 3.6.2 Força normal

A figura 3.6 mostra a variação da taxa de desgaste em função da carga normal aplicada sobre a amostra, em um ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa fixa. O revestimento foi de carbetto de boro, obtido por CVD (Chemical Vapor Deposition) com espessura de 18  $\mu\text{m}$ . Como material abrasivo, utilizou-se SiC (carbetto de Silício) com tamanho médio de 4,3  $\mu\text{m}$ . A concentração da pasta abrasiva ficou definida em  $0,5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  (em água destilada). A esfera de ensaio de aço AISI 52100 possuía diâmetro de 25,4 mm. A rotação de 75 rpm foi

mantida constante durante todo o ensaio. A força normal variou de 0,3 a 2 N. Pela equação de Archard para o desgaste abrasivo (equação 11), mantendo-se  $k$  constante, a taxa de desgaste deve ser proporcional à força normal aplicada. Nota-se que o desgaste, pelos pontos marcados, foi praticamente proporcional à força normal, conforme prediz a teoria.

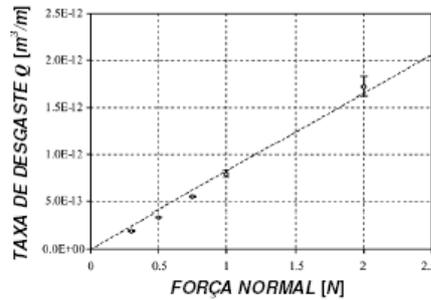


Figura 3.6: Variação da taxa de desgaste em função da força normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC. [92].

Entretanto a figura 3.7 mostra que  $k$  variou com a força normal. Nesse caso,  $k$  aumentou com o aumento da força normal.

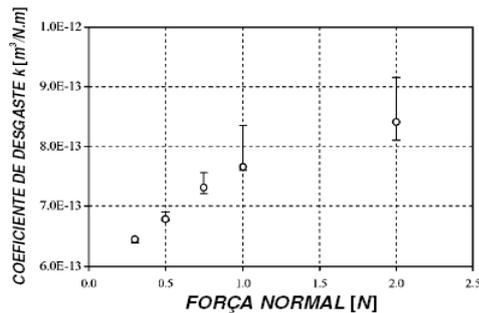


Figura 3.7: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC. [92]

Em ensaios utilizando substratos de aço carbono revestidos com PA-11 (Poliamida - 11), com espessura de  $400 \mu\text{m}$ , [93] relatou-se que  $k$  diminuiu com o aumento da força normal (figura 3.8). Entretanto, assim como na figura 3.6, a taxa de desgaste apresentou uma relação linear com a força normal (figura 3.9). O material abrasivo utilizado foi SiC, com tamanho médio de partícula de  $5 \mu\text{m}$ , a concentração da pasta abrasiva foi de  $0,375 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  e as esferas foram de aço carbono, com diâmetro de 25 mm. [93]

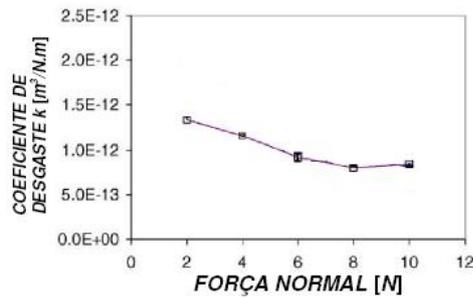


Figura 3.8: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para revestimentos de PA - 11, esferas de aço carbono e partículas abrasivas de SiC. [93]

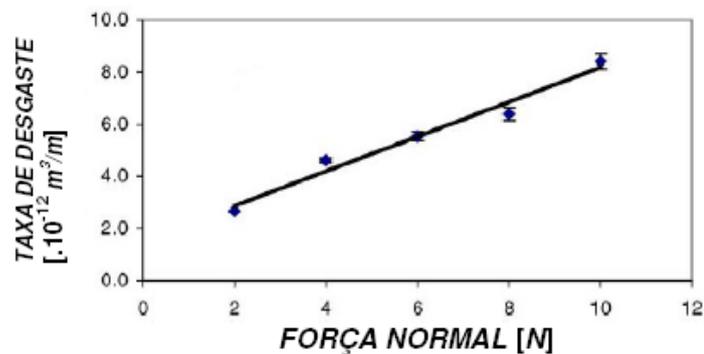


Figura 3.9: Variação da taxa de desgaste em função da carga normal, para revestimentos de PA – 11, esferas de aço carbono e partículas abrasivas de SiC. [93]

Nos casos apresentados nos parágrafos acima, mesmo obtendo-se uma variação linear da taxa de desgaste, em função da carga normal, **k** variou para cada ponto, onde aumentou ou diminuiu (figuras 3.7 e 3.8 respectivamente). **k** não é uma propriedade no material que está sendo desgastado, e, na realidade, depende dos parâmetros do ensaio, conforme será descrito a seguir.

Em ensaio de micro-abrasão, **k** pode ser calculado pelas seguintes equações: [93]

$$k = \frac{d^4}{128 \cdot t \cdot n_{ESF} \cdot F_N \cdot R^2} \quad \text{Equação 14}$$

$$k = \frac{A_t^2}{4 \cdot \pi \cdot F_N \cdot S \cdot R} \quad \text{Equação 15}$$

Na equação 14, **R** é o raio da esfera; **F<sub>N</sub>**, **n<sub>ESF</sub>** e **t** são os parâmetros de ensaio (força normal, rotação da esfera e tempo de ensaio respectivamente). Mantendo-se **R**, **n<sub>ESF</sub>** e **t** constantes, variando-se somente **F<sub>N</sub>**, o diâmetro da cratera de desgaste **d** irá aumentar ou diminuir, com o aumento ou com a diminuição de **F<sub>N</sub>**, respectivamente. **A<sub>t</sub>** é a área projetada total da calota esférica.[93]

Com isso, para alguns materiais,  $d$  pode aumentar em proporção maior do que  $F_N$ , fazendo com que  $k$  aumente, como é o caso da figura 3.7. Nessa situação, o material sofre maior intensidade de desgaste.

Em outros materiais,  $d$  pode aumentar em proporção menor do que  $F_N$ , fazendo com que  $k$  diminua, como é o caso da figura 3.8. Nesse caso, o material apresentará menor intensidade de desgaste.

Entretanto,  $k$  também pode permanecer constante. Mesmo que  $F_N$  aumente ou diminua, o aumento ou a diminuição de  $d$  pode ser tal que o valor de  $k$  não se altere. Logo, pode-se dizer que a intensidade de desgaste permanecerá constante.

### 3.6.3 Rotação da esfera de ensaio

De forma diferente ao comportamento apresentado por  $k$  em função da carga normal, em ensaios de micro-abrasão em filmes finos de carbeto de boro, obtidos por CDV, o coeficiente de desgaste variou linearmente com a rotação da esfera de ensaio (figura 3.10).

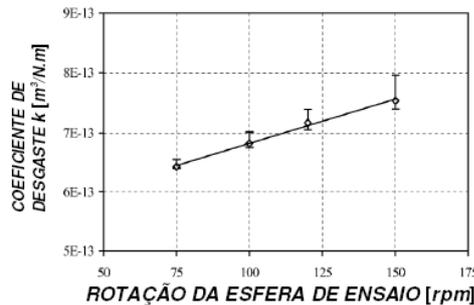


Figura 3.10: Variação do coeficiente de desgaste em função da carga normal, para um revestimento de carbeto de boro, esfera de aço AISI 52100 e partículas abrasivas de SiC. [92]

Nota-se que, conforme a rotação da esfera aumentou, o valor de  $k$  aumentou proporcionalmente. Isso mostra que o revestimento apresentou maior intensidade de desgaste com o aumento da rotação da esfera. Entretanto, não é certo supor que todo revestimento apresenta esse comportamento.

### 3.6.4 Distância de deslizamento entre a esfera e a amostra

Em um ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa, a distância de deslizamento entre a esfera e a amostra tem influência fundamental para que o desgaste atinja, ou não, o regime permanente. Entende-se por regime permanente quando a taxa de

desgaste, para uma condição de ensaio particular, permanece constante ao longo do tempo. Além disso, a distância de deslizamento é um parâmetro que pode definir a completa formação da calota esférica.

Caso a distância de deslizamento definida para o ensaio seja relativamente baixa ( $\cong 6 m$ ), a cratera de desgaste poderá apresentar em sua borda um aspecto difuso [78]. Isso pode ser um indício de que o ensaio não alcançou o regime permanente de desgaste. A figura 3.11 mostra uma cratera de desgaste em que o regime permanente de desgaste não foi atingido. [81]

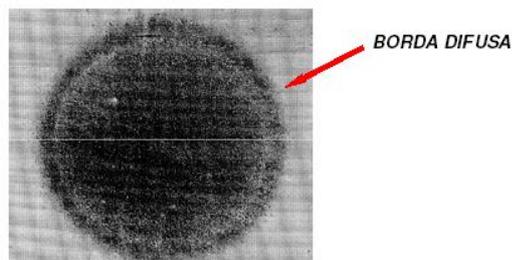


Figura 3.11: Cratera de desgaste com borda difusa. [81]

Porém, mesmo que (i) o regime permanente de desgaste não tenha sido obtido e (ii) a calota esférica apresente borda difusa, ela pode ter formação completa, caracterizada pelo contorno tendendo a uma circunferência, como é o caso da própria figura 3.11.

A figura 3.12 mostra uma cratera de desgaste nos estágios de formação, com suas respectivas distâncias de deslizamento. Nota-se que, conforme a distância de deslizamento aumenta, a forma da cratera torna-se mais definida. A amostra é de alumínio comercialmente puro e a esfera, de AISI 52100, sob a ação de uma força normal de 0,25N [81]. O material abrasivo foi SiC com tamanho de partícula de 4,25  $\mu m$ .

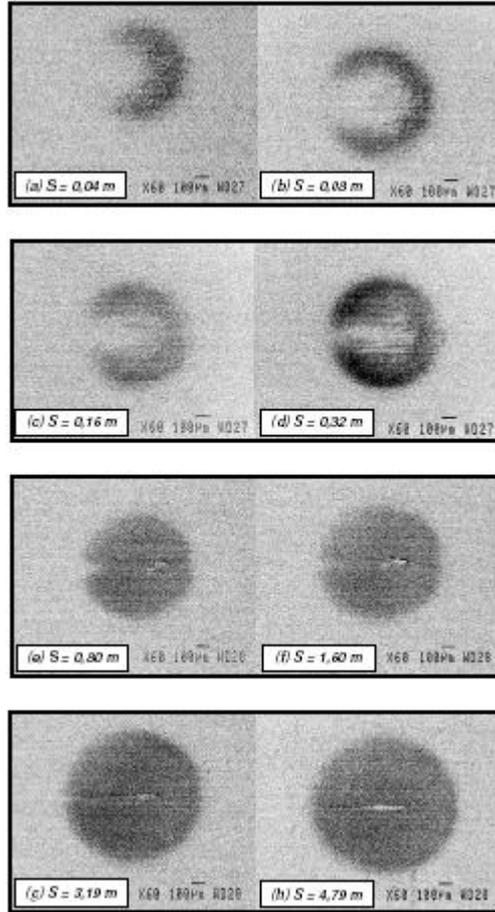


Figura 3.12: Diferentes estgios de formao de desgaste com as respectivas distncias de deslizamento. [81]

A figura 3.13 apresenta um grfico do volume de desgaste em funo do produto da distncia de deslizamento pela fora normal [81]. A relao linear entre  $V$  e  $S \cdot F_N$  est de acordo com a equao 16 [87], [88], onde o volume de desgaste  funo do coeficiente de desgaste, distncia de deslizamento e fora normal.

$$V = k \cdot S \cdot F_N$$

Equao 16

O material da amostra foi PMMA (polimetacrilato de metila). Com o uso da esfera de ao AISI 52100, ocorreu desgaste abrasivo por rolamento. Entretanto, nos dois casos o volume de desgaste apresentou uma variao linear em funo do produto  $S \cdot F_N$

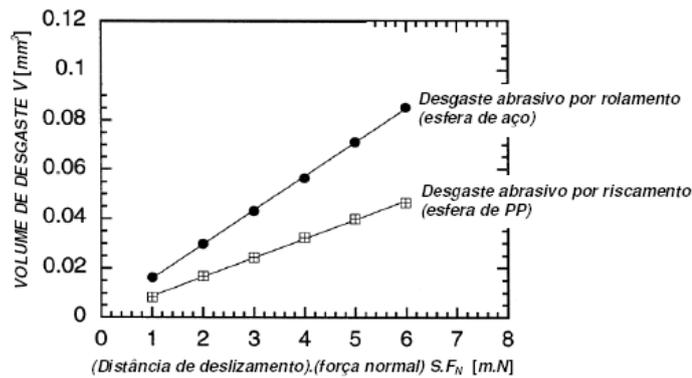


Figura 3.13: Volume de desgaste em função da distância de deslizamento e da força normal. [81]

### 3.6.5 Concentração da pasta abrasiva

Foram feitos estudos da variação de **k** em função da concentração da pasta abrasiva para o PA-6,6 (poliamida 6,6), PBT (politereftalato de butileno) e POM (Polióxido de metileno). A esfera de ensaio possuía as mesmas características descritas anteriormente. Foi utilizado o mesmo material abrasivo com iguais especificações e as concentrações foram de 0,175, 0,35 e 0,7  $\frac{g}{cm^3}$ . Os valores das forças normais foram de 0,5 e 2 N e a rotação da esfera foi fixada em 80 rpm. Para esses mesmos materiais e condições de ensaio, foram verificadas variações lineares da taxa de desgaste, em função da força normal. [94]

As figuras 3.14, 3.15 e 3.16 mostram a variação de **k** em função da concentração da pasta abrasiva, para o POM, PBT e PA-6, 6, respectivamente.

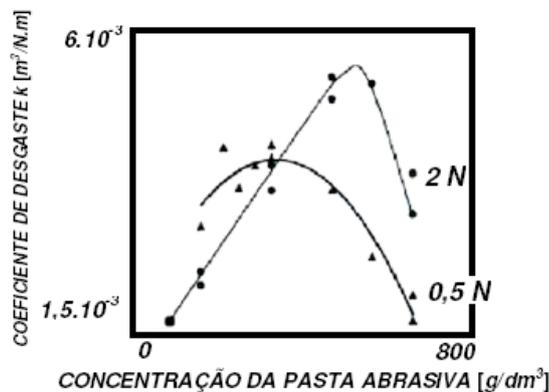


Figura 3.14: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o POM. [94]

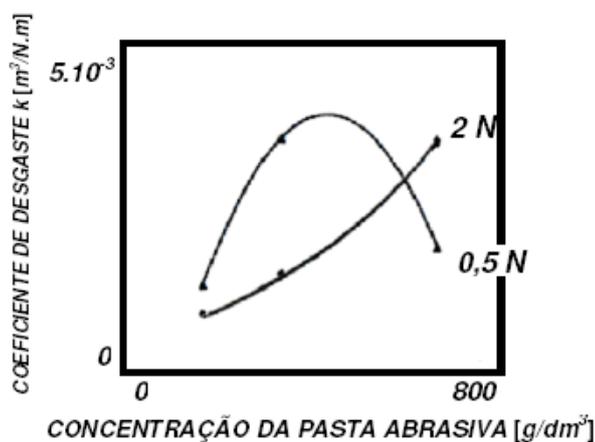


Figura 3.15: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o PBT. [94]

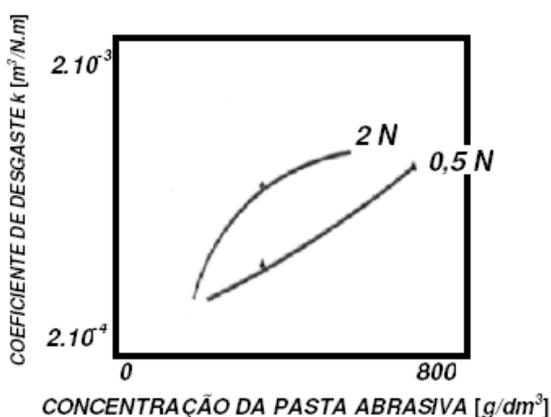


Figura 3.16: Variação do coeficiente de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva para o PA-6,6. [94]

As curvas levantadas para cada material e para cada valor de força normal se diferenciaram bastante. Embora as condições de ensaio tenham sido as mesmas, cada material apresentou uma curva característica.

A Figura 3.17 mostra outro exemplo da variação do volume de desgaste em função da concentração da pasta abrasiva. O abrasivo utilizado foi SiC com tamanho médio de partícula  $4,25 \mu\text{m}$ , em água destilada, junto com esferas de aço para rolamento e amostras de aço-ferramenta.

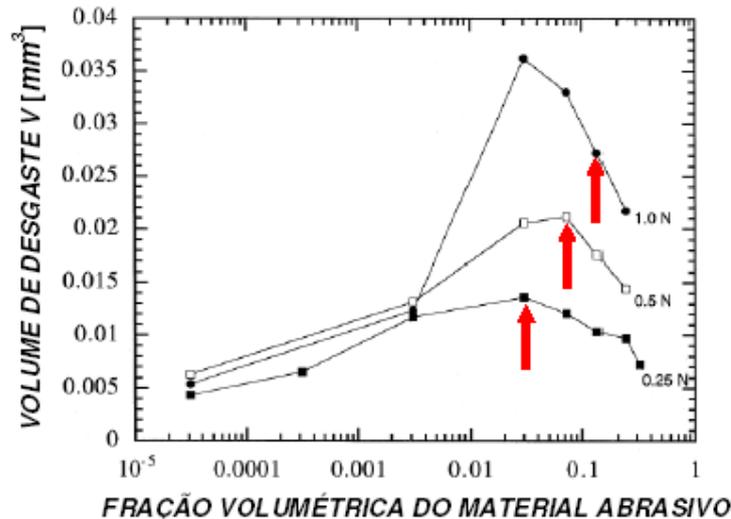


Figura 3.17 Volume de desgaste em função da porcentagem, em volume, de SiC na pasta abrasiva, para esferas de aço para rolamento e amostras de aço-ferramenta. [74]

### 3.6.6 Dureza, forma e tamanho das partículas abrasivas

#### 3.6.6.1 Dureza

A dureza do abrasivo desempenha papel fundamental durante o processo de desgaste. Para uma mesma dureza da superfície  $H_s$ , quanto maior a dureza do abrasivo,  $H_A$ , maior a taxa de desgaste da superfície e quanto menor a dureza do abrasivo, menor a taxa de desgaste. Entretanto, mesmo que  $H_s > H_A$ , ocorrerá desgaste.

A razão  $\frac{H_A}{H_s}$  pode ser utilizada para prever os regimes de desgaste abrasivo [95], [96]. Se

$\frac{H_A}{H_s} > 1,2$ , o regime de desgaste abrasivo será classificado como severo, ou abrasão dura [38]. As taxas de desgaste envolvidas no regime severo de desgaste abrasivo são relativamente maiores que as taxas de desgaste apresentadas no regime moderado de desgaste abrasivo.

A variação da taxa de desgaste em função de  $\frac{H_A}{H_s}$  pode ser esquematizada através de um gráfico, conforme figura 3.18.

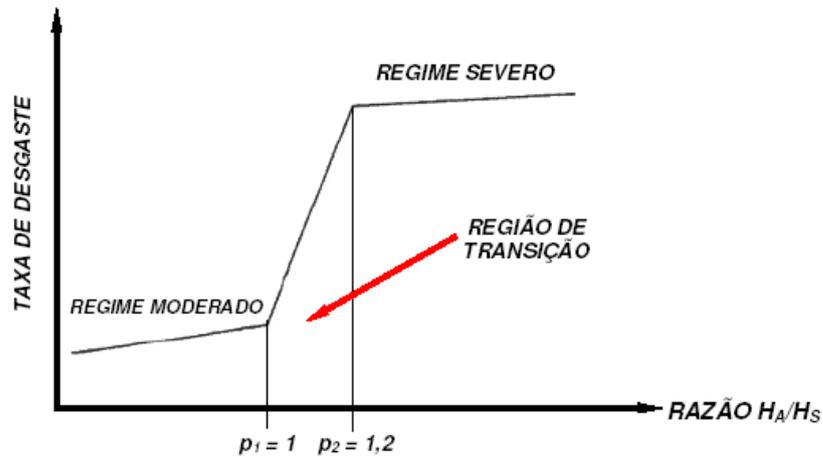


Figura 3.18: Relação esquemática entre a taxa de desgaste e a razão  $H_A/H_S$ . Os pontos  $p_1$  e  $p_2$  limitam a região de transição entre os regimes de desgaste. [95], [96]

Na figura 3.18, observa-se uma região de transição entre os dois regimes de desgaste abrasivo, limitada pelos pontos  $p_1$  e  $p_2$ , nos quais a razão  $\frac{H_A}{H_S}$  vale 1 e 1,2 respectivamente.

[95], [96]

No regime moderado de desgaste abrasivo  $\frac{H_A}{H_S} < 1$ , a dureza do material que sofre desgaste é sempre maior que a dureza do abrasivo. Logo, se mantendo  $H_A$  constante há pouca variação da taxa de desgaste com o aumento de  $H_S$  (aumentando-se  $H_S$ , a razão  $\frac{H_A}{H_S}$  diminui). Isso demonstra que, nessa região, a variação de  $H_S$  apresenta pouca influência no processo de desgaste.

Na região de desgaste abrasivo severo  $\left[ \frac{H_A}{H_S} > 1,2 \right]$ , é observado um efeito semelhante.

Entretanto, aqui, o material abrasivo apresenta uma dureza, no mínimo, 20% maior que a dureza do material que sofre desgaste. Mantendo-se  $H_S$  constante, é observada baixa variação da taxa de desgaste com o aumento de  $H_A$ . Nesse caso, o aumento da dureza do abrasivo apresenta pouca importância no processo de desgaste da superfície.

### 3.6.6.2 Forma

A forma dos abrasivos é importante no processo de desgaste, pois partículas pontiagudas podem ocasionar taxas de desgaste bem maiores do que partículas com pontas arredondadas. [75]

Na figura 3.19 vemos alguns formatos de partículas abrasivas de sílica e na figura 3.20, o volume de desgaste em função da distância de deslizamento pela força normal. Evidencia-se a diferença de desgaste devido à forma da partícula. [86]

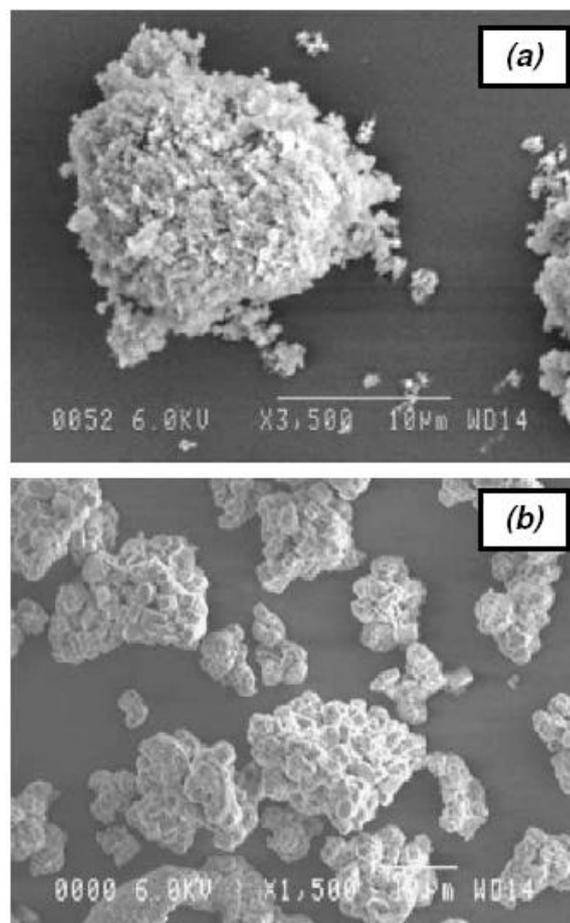


Figura 3.19: Alguns formatos de partículas abrasivas. [86]

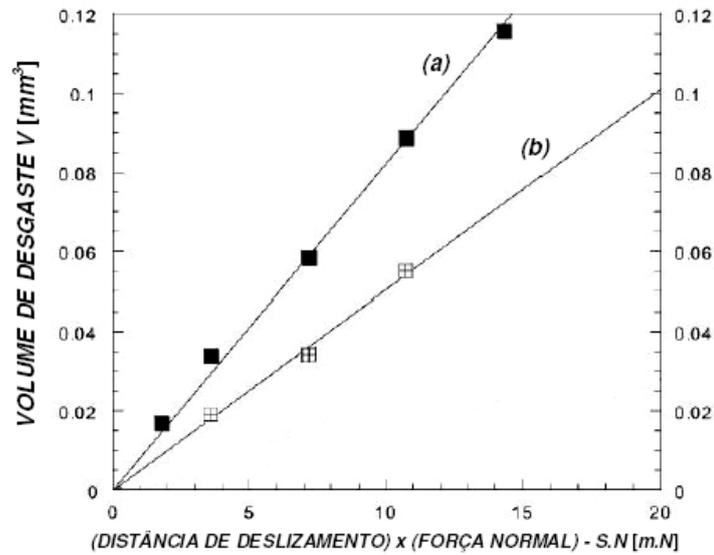


Figura 3.20: Volume de desgaste em função do produto da distância de deslizamento pela força normal, para os materiais (a) e (b) da figura 2.59. [86]

### 3.6.6.3 Tamanho

Quando analisado o efeito do tamanho do grão, se definem duas regiões. Na primeira, a taxa de desgaste é diretamente proporcional ao tamanho médio das partículas abrasivas ( $D_p$ ) até que este atinja o chamado tamanho crítico ( $D_c$ ). Na Região II, observa-se uma taxa constante de desgaste independentemente do tamanho dos grãos abrasivos desde que maior que  $D_c$ . Este valor  $D_c$  é de aproximadamente  $50 \mu m$ . [79]

### 3.6.6.4 Regime permanente de desgaste

Podemos nos referir a regime permanente de desgaste só quando o coeficiente de desgaste atinge um valor estável ao longo do tempo.

Nas figuras 3.21 e 3.22 podemos apreciar situações em que o regime permanente de desgaste foi atingido.

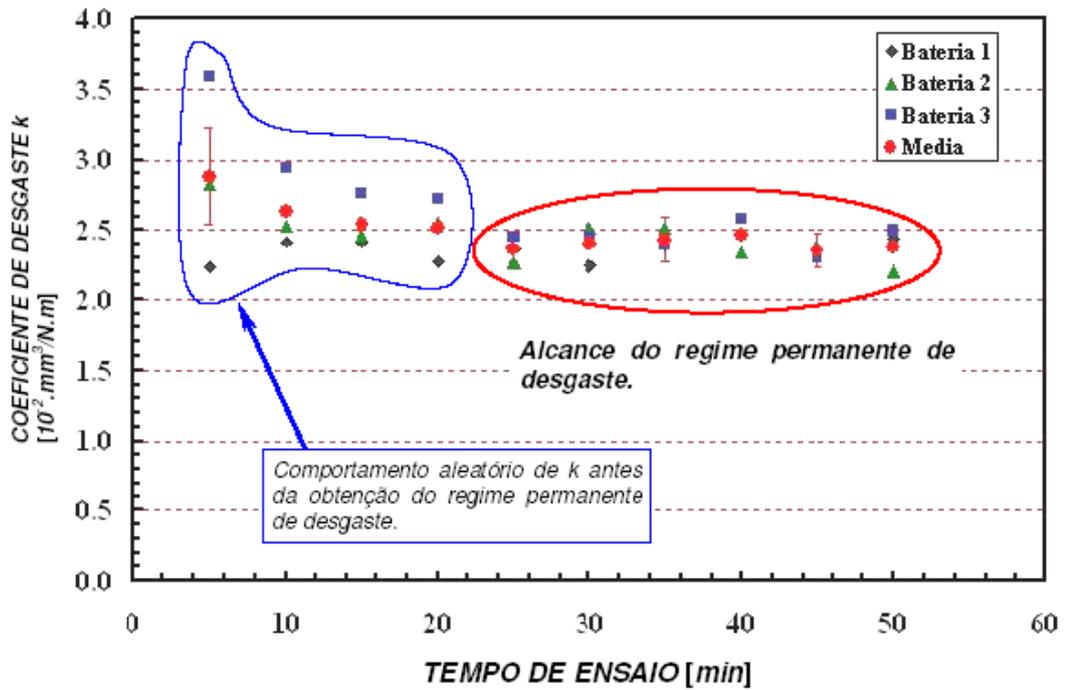


Figura 3.21: Gráfico exibindo o alcance do regime permanente de desgaste que ocorreu a partir de 25 min. de ensaio (Figura cortesia Prof. Dr. J. D. B. Mello – UFU- Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM – Laboratório de Tribologia e Materiais). [68]

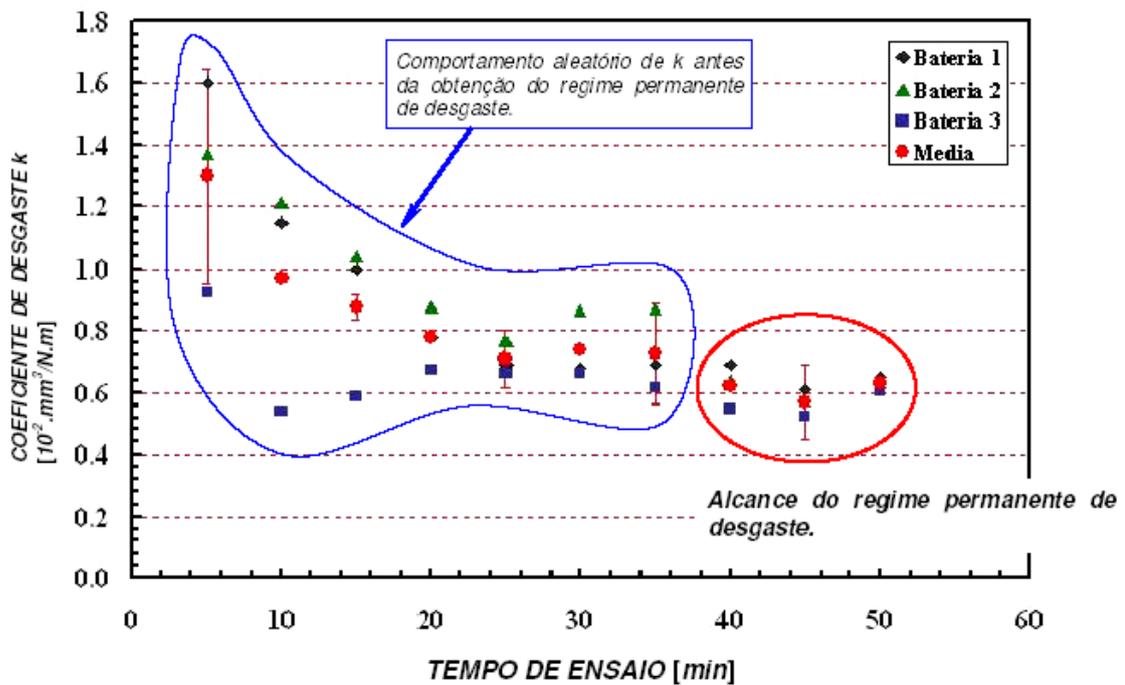


Figura 3.22: Gráfico exibindo o alcance do regime permanente de desgaste que ocorreu a partir de 40 min. de ensaio (Figura cortesia Prof. Dr. J. D. B. Mello – UFU- Faculdade de Engenharia Mecânica – LTM – Laboratório de Tribologia e Materiais). [68]

Enquanto não seja atingido o regime permanente, pode-se encontrar qualquer tipo de comportamento neste tipo de gráfico, não existindo tempo ou distância de deslizamento padrão. Vários elementos - o material da amostra e da esfera de ensaio, a força normal, as características das partículas abrasivas, a concentração da pasta abrasiva e sua vazão - podem influenciar na obtenção do regime permanente de desgaste.

#### **3.6.6.5 Descrição dos parâmetros e realização do ensaio.**

Os ensaios de desgaste micro-abrasivo deste trabalho foram realizados pelo próprio mestrando no micro-abrasômetro CAOLOWEAR no laboratório de Tribologia e Materiais da Universidade Federal de Uberlândia.. Para tanto foi realizada uma preparação diferenciada das superfícies, sendo efetuadas no laboratório de materiais e metalografia da Faculdade de Tecnologia da UFU. Primeiro foram embutidas as amostras para garantir uma boa colocação no porta-amostra do equipamento, garantindo paralelismo das superfícies. Em seguida ao embutimento foi realizado novo polimento, utilizando-se uma seqüência de três granulometrias de pasta abrasiva de diamante de 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m, 1/4 $\mu$ m. Garantindo desta forma uma superfície muito mais polida, o que tem influência nos resultados destes ensaios.

Para os ensaios foi definida a carga entre 0,4 e 0,6 N que é controlada por uma célula de carga acoplada à porta-amostra do equipamento que possui deslocamento horizontal, sendo possível também ajustar a inclinação em relação ao eixo motor. A esfera utilizada é de aço AISI 52100 com um diâmetro de 25,4mm. A velocidade de rotação do eixo motor foi fixada e mantida em 150 *rpm*.

O abrasivo utilizado foi o carboneto de silício (SiC) na concentração de 10% em peso de SiC para 90% de água destilada. O abrasivo é mantido em constante movimento, para evitar a decantação do carboneto de silício, por meio de um agitador magnético acoplado ao equipamento. O gotejamento desta lama foi fixado e mantido em 3 gotas por segundo.

Foram realizadas medições da calota formada no processo de desgaste a cada 5 min. até atingir o regime permanente de desgaste. Para realizar as medições é detido o ensaio,

retira-se a esfera e se limpa o corpo de prova com ajuda de água destilada e algodão. O equipamento conta com uma luneta com lente óptica acoplada que possui uma lâmpada regulada por potenciômetro garantindo a intensidade de luz necessária para fazer as leituras. Também tem acoplada uma escala graduada e giratória que permite fazer medições no eixo X e Y. São estes os dados utilizados para o cálculo do diâmetro da calota. Em seguida se coloca novamente a esfera, corrigem-se os parâmetros descritos anteriormente e se prossegue com o ensaio.

Conforme se vão obtendo resultados é preenchida uma tabela preparada em Microsoft Excel para a realização dos cálculos necessários. Igualmente são gerados os respectivos gráficos de tempo de ensaio versus coeficiente de desgaste; distância de deslizamento versus Coeficiente de desgaste etc. O ensaio é mantido até atingir o regime de desgaste permanente, como descrito no item anterior.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **4.1 Análise metalográfica e a influência da temperatura de austenitização.**

Um dos elementos que influencia diretamente as características microestruturais é a temperatura de austenitização. Isto porque afeta a difusividade dos elementos e a estabilidade dos precipitados. O tamanho do grão austenítico e o teor de precipitados solubilizados são as principais variáveis microestruturais suscetíveis a modificações.

Nas figuras 4.1 a 4.6, identificam-se agulhas de martensita características do tratamento térmico de têmpera e revenido em aços com essa composição. Também é possível identificar os grãos da estrutura que apresentam diferenças no tamanho das agulhas para os diferentes tratamentos. Além disso, aparecem diferenças na distribuição das agulhas de martensita e nos tamanhos dos grãos austeníticos.

Embora não seja possível quantificar nem as ripas de martensita (a espessura e o comprimento), nem os seus blocos e pacotes - que são parâmetros importantes que influenciam nas propriedades mecânicas – pode-se perceber que as agulhas de martensita do material austenitizado na temperatura de  $1065^{\circ}\text{C}$  (figuras 4.4 a 4.6) são maiores e mais grosseiras quando comparadas com as das amostras austenitizadas a  $965^{\circ}\text{C}$ . Na figura 4.7 se mostram as ripas de martensita com um aumento de 1000 vezes em micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Na micrografia apresentada na figuras 4.1 (ciclo I), a martensita está disposta na forma de ripas paralelas com a mesma orientação cristalográfica, formando blocos. Não sendo distinguível nessa microfotografia a austenita retida.

Já na micrografia apresentada na figura 4.2 (ciclo II) pode-se apreciar o efeito do tratamento criogênico. Observam-se finas agulhas de martensita dispostas de forma homogênea. Também se observam finos traços de austenita retida entre os limites dos conjuntos de martensita.

Na micrografia apresentada na figura 4.3 (ciclo III), como no ciclo II, são claramente reconhecíveis as agulhas de martensita e a maior quantidade de austenita retida nos contornos da martensita distribuída de forma homogênea.

Quando é aumentada a temperatura de austenitização há um acréscimo do tamanho do grão austenítico e um aumento na dissolução de carbonetos. Depois da transformação martensítica, o tamanho da austenita prévia determinará características importantes da martensita, como o tamanho dos pacotes e dos blocos [30], que terão influência direta nas propriedades mecânicas.

Os pacotes e blocos de martensita serão menores quanto menores forem os grãos austeníticos, resultando numa martensita mais refinada. Sendo assim, maior será o valor da resistência ao desgaste e de outros parâmetros da resistência mecânica, pois o refino do grão atua da mesma maneira que no material policristalino, aumentando a resistência do material. Este efeito do refinamento da martensita também é encontrado no material temperado [7, 30]. Esta relação é possível porque dentro dos pacotes de martensita existe a mesma orientação cristalográfica semelhante ao que ocorre com os grãos do material policristalino. As relações tipo Hall-Petch, verificadas nos materiais policristalinos, que associam a resistência do limite de escoamento ( $\sigma_Y$ ) com o tamanho médio do pacote de martensita ( $\bar{D}$ ), mostram-se válidas em relação ao tamanho dos pacotes, como é possível apreciar na equação de Norström.[33]

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_1 + K_y (\bar{D})^{-1/2} + K_s d^{-1/2} + a \cdot G \cdot b \left[ \rho_0 + K(\%C) + \frac{2\theta}{ba} \right]^{1/2}$$

onde:

$\sigma_0$  = tensão de fricção do ferro  $\alpha$ ;

$\sigma_1$  = endurecimento por solução sólida devido ao Mn;

$K_y (\bar{D})^{-1/2}$  = relação do tipo de Hall-Petch para o tamanho dos pacotes de martensita ( $\bar{D}$ ) e  $K_y$  varia em função do teor de Ni e de Mn do aço;

$K_s d^{-1/2}$  = relação do tipo de Hall-Petch para a largura das ripas de martensita (d);

a = é uma constante = 0,7;

G = módulo de cisalhamento do aço;

$b$  = vetor de Burgers;

$\rho_0 + K(\%C)$  = representa uma relação linear entre a densidade de discordâncias no interior das ripas e a porcentagem de carbono dos aços;

$\frac{2\theta}{b\bar{d}}$  = contribuição à densidade de discordâncias dos contornos de baixo ângulo, onde:  $\theta$  é o grau de desorientação entre os contornos das ripas.

Quando analisadas as micrografias obtidas neste trabalho em função dos grãos da austenita prévia, se observa que, nas amostras tratadas na maior temperatura de austenitização (Figuras 4.4 a 4.6) formaram-se grãos de maiores tamanhos e melhor definidos que nas amostras tratadas a 965°C (figuras 4.1 a 4.3), sendo perfeitamente definidos os contornos dos grãos austeníticos pela da austenita prévia (contornos pretos contínuos). Fazendo uma contagem comparativa identificaram-se aproximadamente 20 grãos austeníticos na micrografia da figura 4.1 e aproximadamente 10 grãos austeníticos na micrografia da figura 4.4.

Fazendo-se uma comparação vertical dos resultados da micrografia dos ciclos I e IV, que não sofreram DCT, observa-se que no ciclo IV se obteve agulhas de martensita muito mais finas que no ciclo I, definindo uma estrutura mais parecida à obtida no ciclo II. Usando como base a escala das microfotografias, que é a mesma para todas as imagens pode-se apreciar as diferenças entre tamanhos das agulhas e tamanhos dos grãos.

Nas figuras 4.2 e 4.5 observam-se diferenças marcantes quando analisados o refinamento da martensita, a distribuição e tamanho dos pacotes de agulhas de martensita, a quantidade de austenita retida e o tamanho dos grãos austeníticos.

Quando comparadas as micrografias das figuras 4.3 e 4.6, as diferenças encontradas são maiores, pois a martensita obtida no ciclo III (figura 4.3) foi a mais refinada formando-se um grão emaranhado de pequenos pacotes dentro dos grãos austeníticos, enquanto no ciclo VI formaram-se grandes grãos austeníticos compostos por grosseiras agulhas de martensita agrupadas em blocos.

Já a microestrutura dos ciclos V e VI é semelhante à do ciclo I apresentando ripas distribuídas paralelamente formando blocos. Isto demonstra que para o aço CA6NM

tratado a temperaturas de austenitização mais altas ( $1065^{\circ}\text{C}$ ) o tratamento criogênico não influencia no tipo de martensita a se obter.

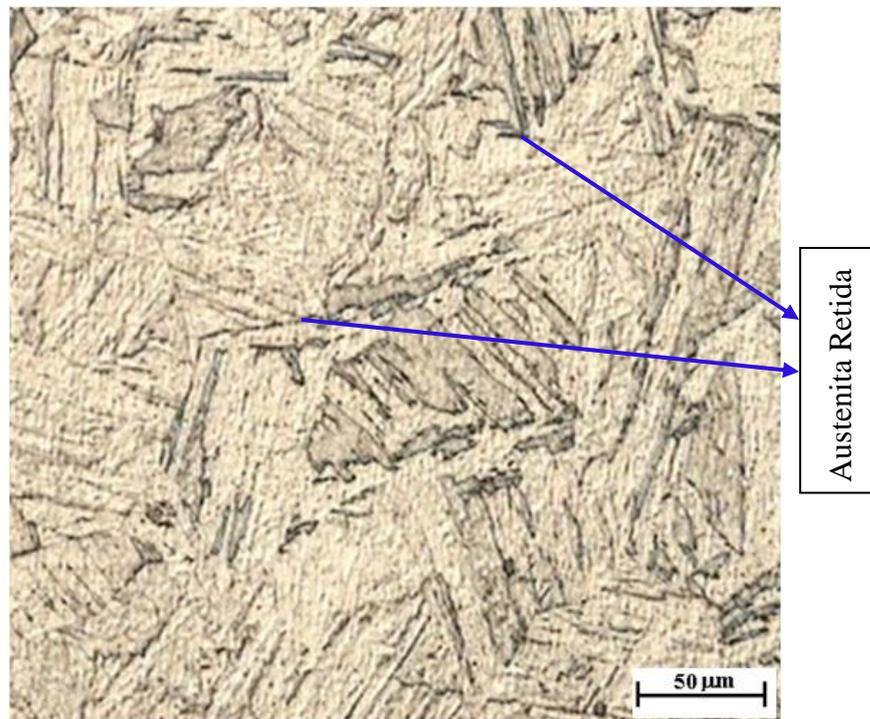


Figura 4.1: Ciclo I - Austenitização a  $965^{\circ}\text{C}$ , revenimento entre  $565^{\circ}\text{C}$  e  $620^{\circ}\text{C}$ . 200 X.

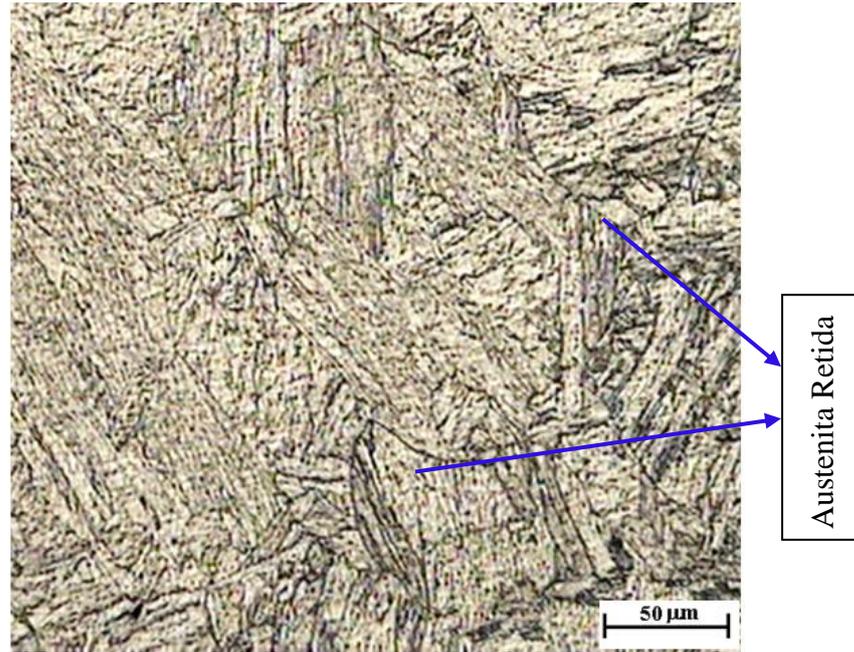


Figura 4.2: Ciclo II - Austenitização a  $965^{\circ}\text{C}$ , revenimento entre  $565^{\circ}\text{C}$  e  $620^{\circ}\text{C}$  e tratamento criogênico a  $-190^{\circ}\text{C}$ , por 20 horas. 200 X.

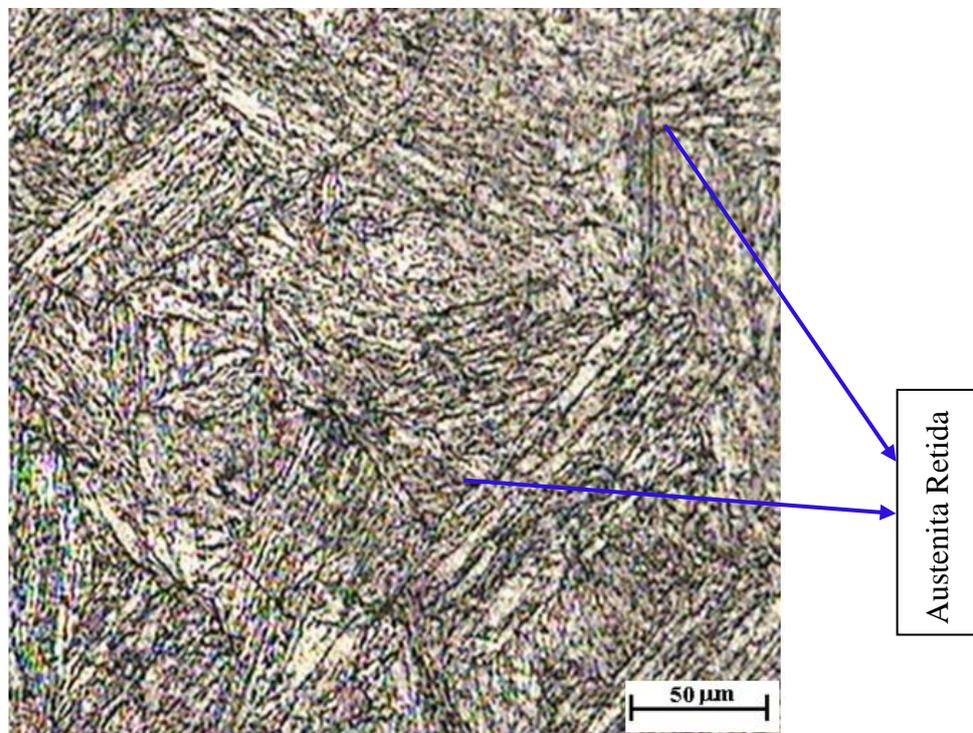


Figura 4.3: Ciclo III - Austenitização a  $965^{\circ}\text{C}$ , revenimento entre  $565^{\circ}\text{C}$  e  $620^{\circ}\text{C}$ , tratamento criogênico a  $-190^{\circ}\text{C}$ , por 20 horas, e revenido  $565^{\circ}\text{C}$ , por 90 min. 200 X.

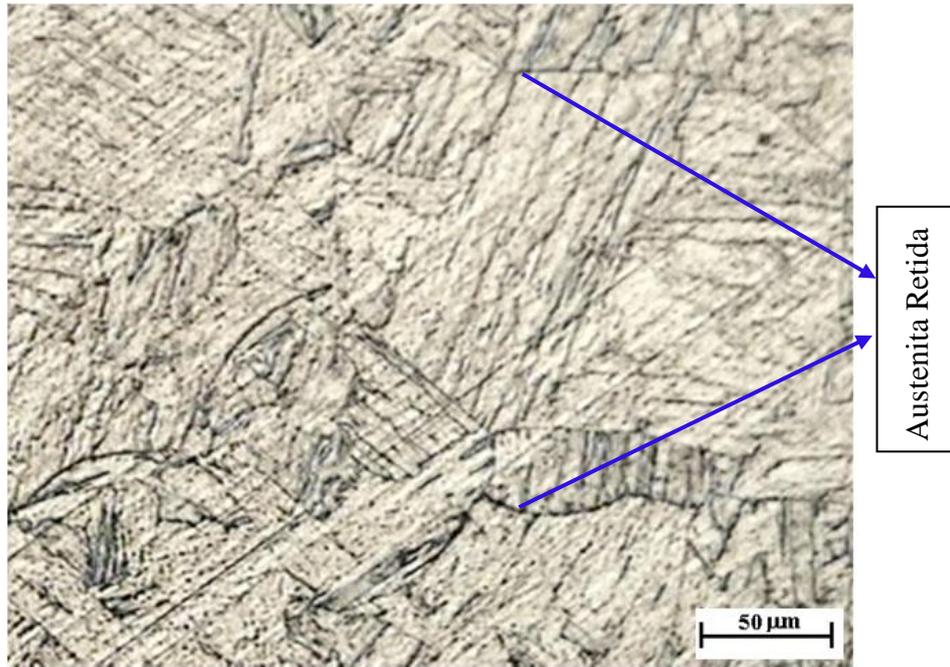


Figura 4.4: Ciclo IV: Austenitização a 1065<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C. 200 X.

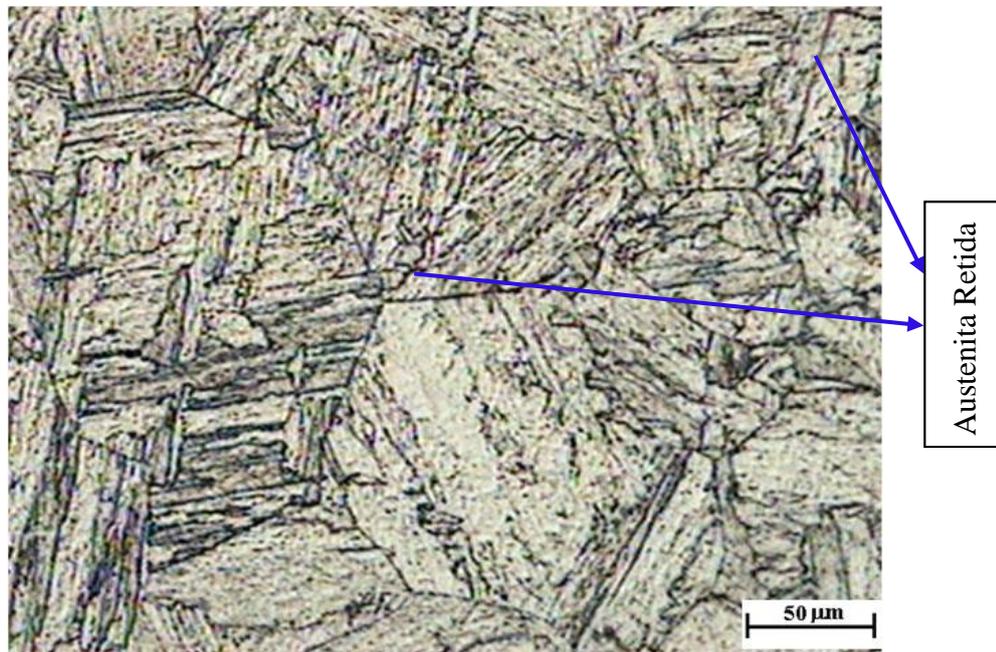


Figura 4.5: Ciclo V: Austenitização a 1065<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C e tratamento criogênico a -190<sup>0</sup>C por 20 horas. 200X

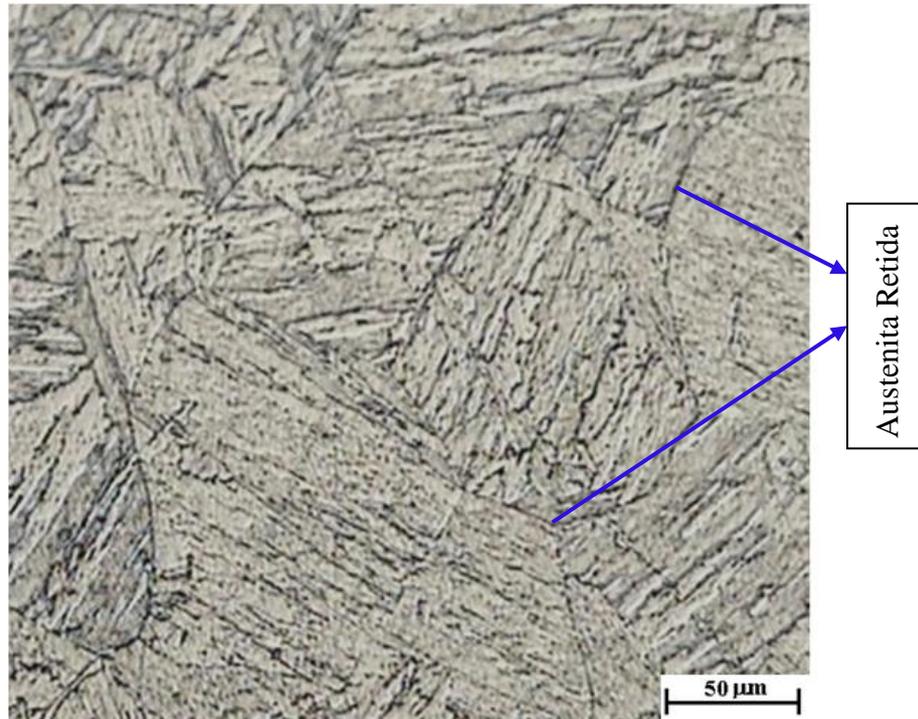


Figura 4.6: Ciclo VI: Austenitização a  $1065^{\circ}\text{C}$ , revenimento entre  $565^{\circ}\text{C}$  e  $620^{\circ}\text{C}$ , tratamento criogênico a  $-190^{\circ}\text{C}$  por 20 horas e revenido  $565^{\circ}\text{C}$  por 90 min. 200 X.

Segundo os estudos de Meng et al o fato de que um contínuo resfriamento ocasionasse uma elevação na energia de deformação martensítica, aumentando sua instabilidade e, possivelmente, afetando sua estrutura de discordância à medida que a rede cristalina do ferro sofresse contração em diferentes direções atômicas para um tempo suficientemente longo, os átomos de carbono seriam forçados para fora das posições aonde formariam a estrutura de um carboneto de transição de dimensões submicroscópicas. Estas estruturas formadas em grandes quantidades na matriz martensítica atuariam como núcleos para a formação de finos carbonetos estáveis quando do aquecimento a temperatura ambiente ou no revenimento. Então parece razoável pensar que esta mesma energia pode estar influenciando o refinamento da martensita.

#### 4.2 Análise da difratometria de Raios X.

As amostras utilizadas nestes ensaios, como descrito no item 3.4 Difratometria de Raio X, apresentaram dimensões específicas devido aos requisitos do porta-amostra. A

superfície utilizada no ensaio foi preparada por lixamento e polimento. As dimensões e a preparação das superfícies utilizadas foram as mesmas para todos os corpos de prova.

Como se observa nas figuras 4.7 a 4.13, apareceram três picos nos espectros obtidos nos ensaios, que foram identificados pelo software acoplado ao difratômetro como ferrita, também se identificou a fase  $\gamma$ , embora, em menores intensidades, devido, supostamente, a sua pouca quantidade. Também não foram identificados picos referentes a carbonetos, o que pode ter sido causado por vários fatores: primeiro, o limite de detecção do difratômetro, já que se trata de um equipamento muito antigo e concebido para análise de outro tipo de materiais como solos, minérios e similares; segundo, o limitado ângulo que o aparelho varre entre  $0^{\circ}$  e  $100^{\circ}$ , sendo reportados em outros estudos detecção de carbonetos em ângulos de incidência entre  $130^{\circ}$  e  $160^{\circ}$ ; depois, a possibilidade de os carbonetos formados serem de tamanhos inferiores aos que poderiam ser identificados pelo equipamento; e, finalmente, se identificados, o equipamento não possui ferramentas que permitem processar os possíveis carbonetos formados.

Como se pode observar tanto nos espectros das figuras 4.7 a 4.12 quanto na figura 4.13, onde aparece uma superposição de todos os espectros, os picos da fase  $\alpha$  apareceram nos mesmos ângulos de incidência em todas as amostras (todos os ciclos de tratamento). Já os picos da fase  $\gamma$  apareceram de forma mais distribuída.

Em estudos feitos por Bilmes, Solari e Llorente [29] no aço 13CrNiMo, após o primeiro revenimento aplicado a  $670^{\circ}\text{C}$  mostraram-se resultados similares na análise da difratometria de raios X, Os autores, na análise de seus resultados, corroboram os resultados de outros autores no referente à presença de austenita retida depois do revenido.

Tendo em vista estes resultados, pode-se afirmar que se formou austenita retida no aço CA6NM utilizado neste trabalho, como se evidencia também na análise da metalografia. Mesmo não havendo picos identificados como carbonetos, acredita-se que microcarbonetos foram formados durante o processo de criogenia, responsáveis pela melhoria na resistência ao desgaste, como também descrito na literatura. [32]

Apesar de não ter sido objetivo desse trabalho a quantificação de austenita retida formada durante o revenimento, mediante a análise dos espectros, é possível apreciar que

nas amostras tratadas à menor temperatura de austenitização (950<sup>0</sup>C) a intensidade difratada de austenita chega ate valores relativos próximos a 1500 C.P.S. conforme figuras 4.7 a 4.9. No entanto as amostras tratadas na maior temperatura de austenitização (1065<sup>0</sup>C) atingiram intensidade maiores até a faixa de 2000 C.P.S. conforme figura 4.10 a 4.12.

Como descrito por Mijovilovich no seu estudo sobre detecção de austenita em aços contendo múltiplas fases, a utilização de raios X pode causar fortes desvios do valor real de austenita contido no material, sendo que a tendência é detectá-la em menor quantidade do que a existente. Um dos motivos deste desvio pode ser a técnica de preparação da amostra, como por exemplo, o tipo de polimento utilizado, assim como a microestrutura do material, sua textura e interação entre as fases presentes. [60]

A superfície das amostras, quando polida mecanicamente, é sujeita a deformação plástica induzindo a austenita a se transformar por deformação. Assim, já que o polimento dos corpos-de-prova foi do tipo mecânico, sugere-se que a possível pequena quantidade de austenita existente sofreu transformação, reduzindo-se a níveis inferiores a 1% e dificultando a sua detecção.

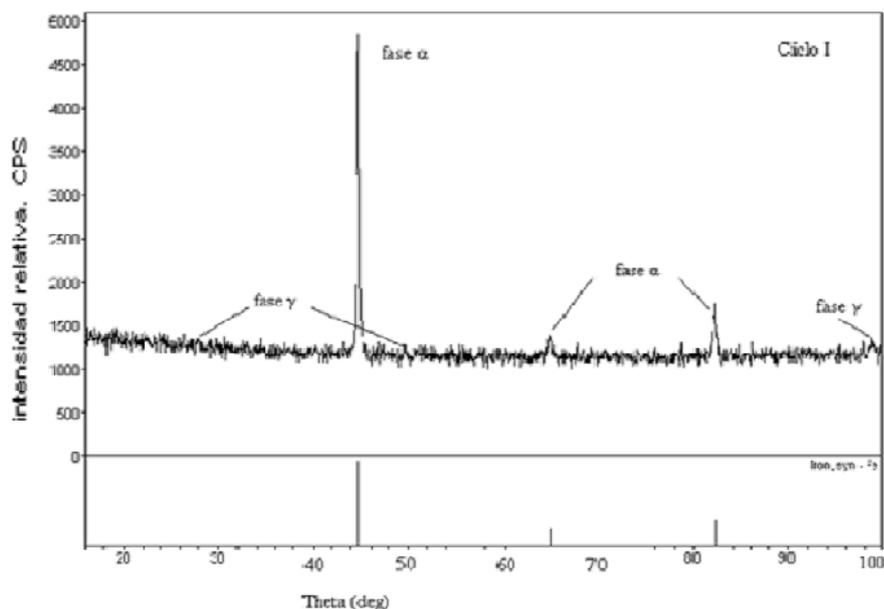


Figura 4.7: Espectro de Raios X. Ciclo I - Austenitização a 965<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C.

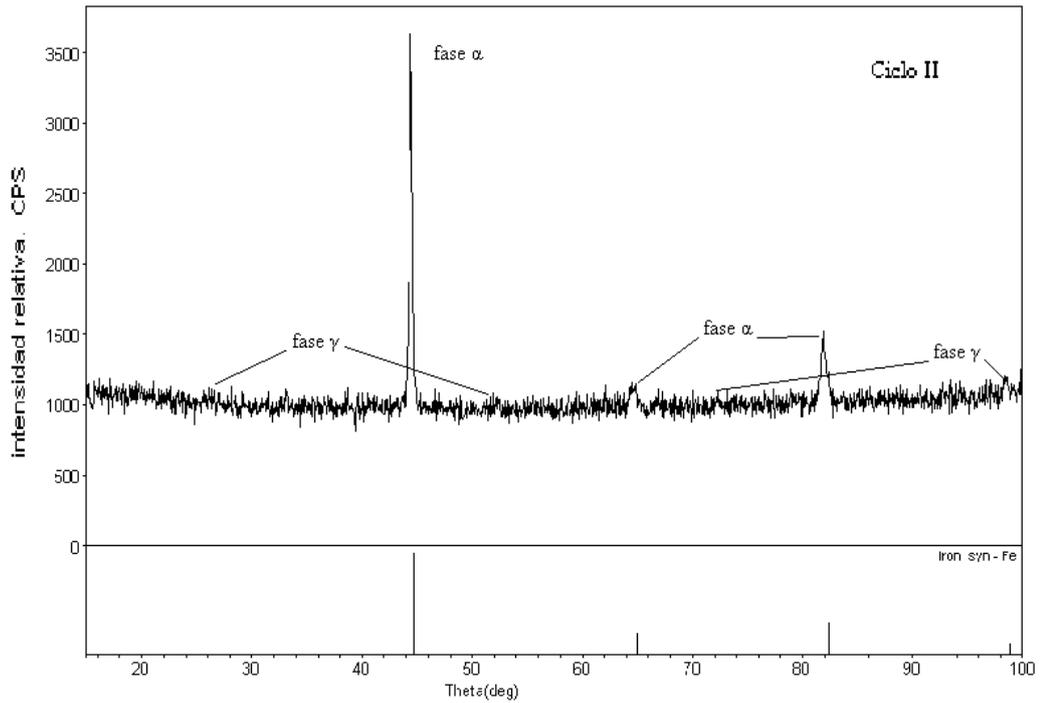


Figura 4.8: Espectro de Raios X. Ciclo II - Austenitização a 965<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C e tratamento criogênico a -190<sup>0</sup>C por 20 horas.

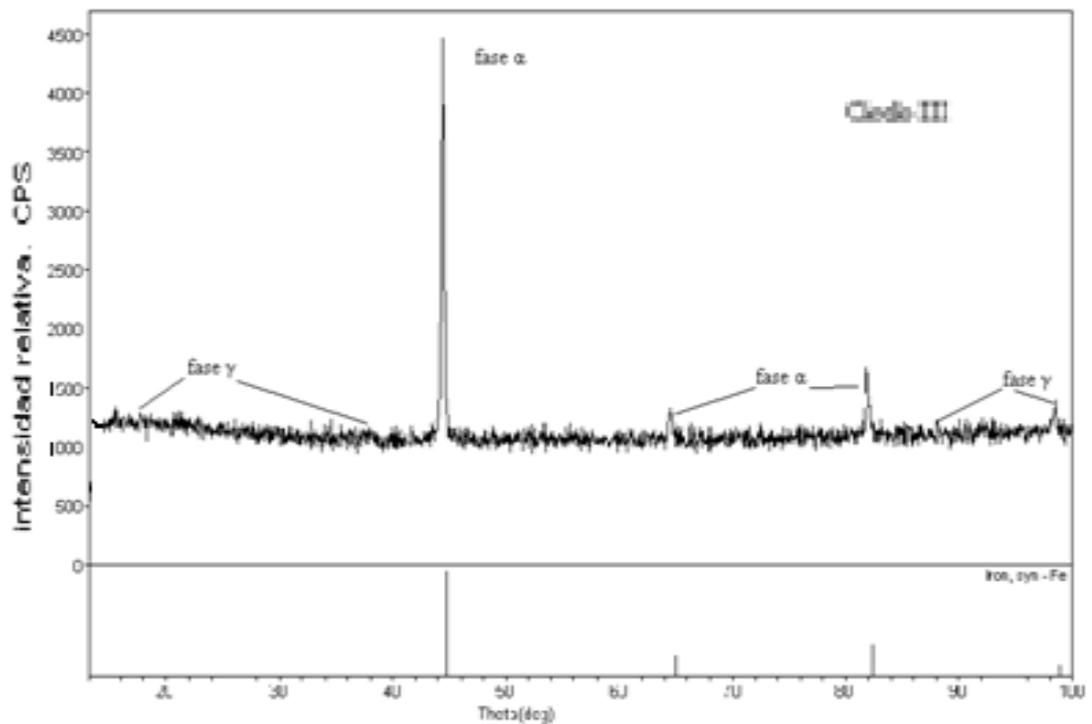


Figura 4.9: Espectro de Raios X. Ciclo III - Austenitização a 965<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C, tratamento criogênico a -190<sup>0</sup>C, por 20 horas, e revenido 565<sup>0</sup>C, por 90 min.

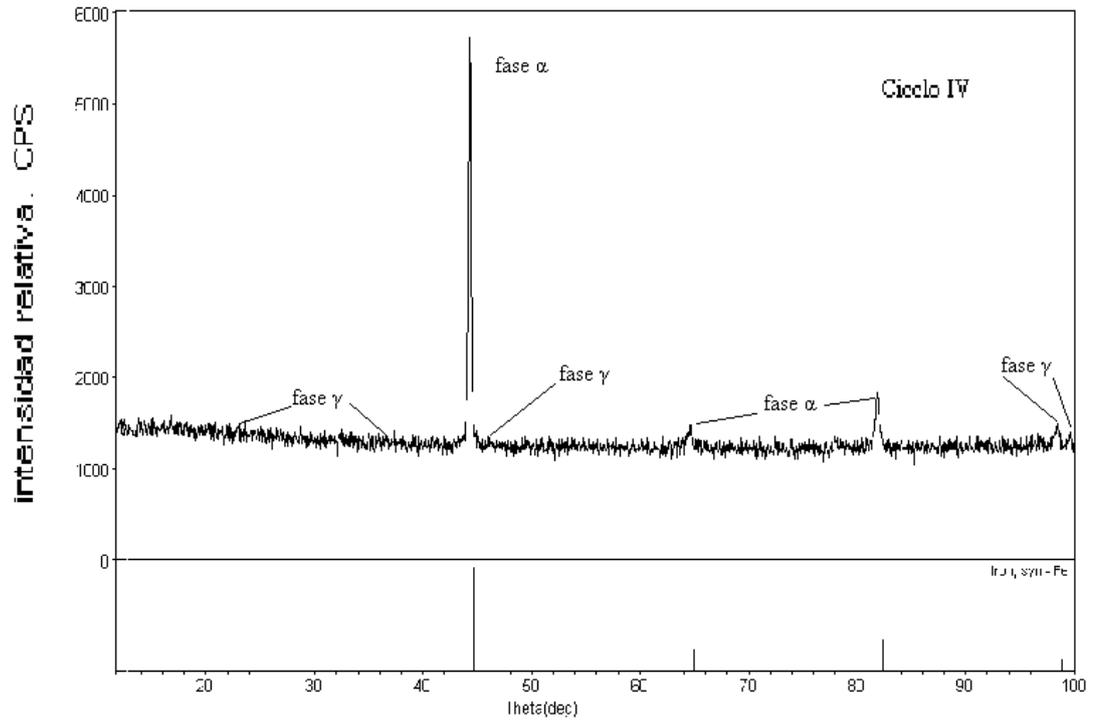


Figura 4.10: Espectro de Raios X. Ciclo IV: Austenitização a 1065<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup> C

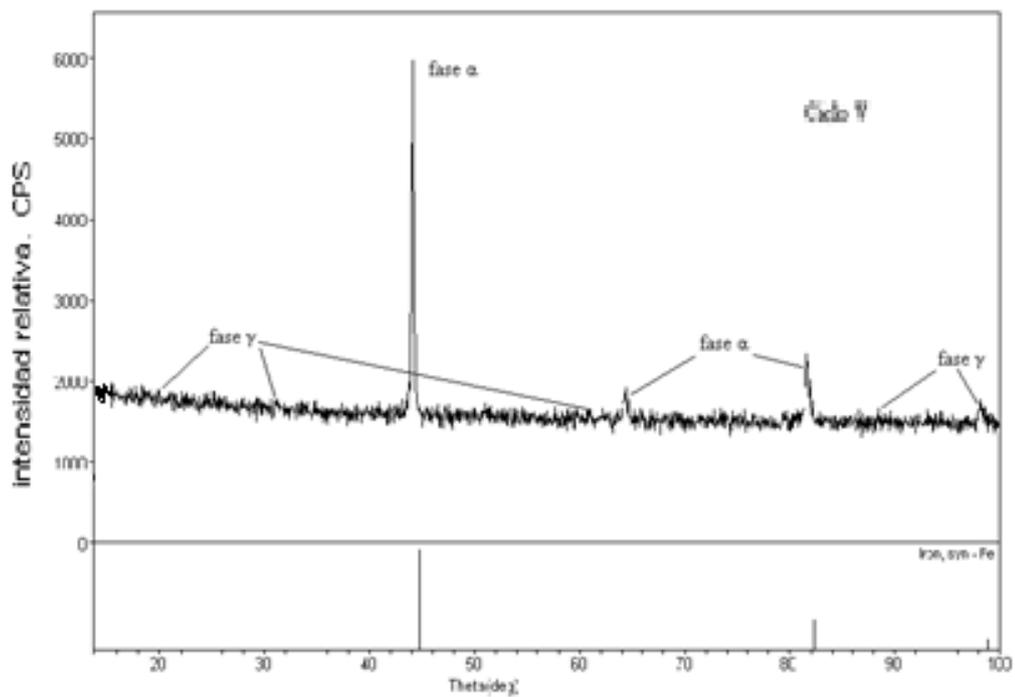


Figura 4.11: Espectro de Raios X. Ciclo V: Austenitização a 1065<sup>0</sup>C, revenimento entre 565<sup>0</sup>C e 620<sup>0</sup>C e tratamento criogênico a -190<sup>0</sup>C por 20 horas

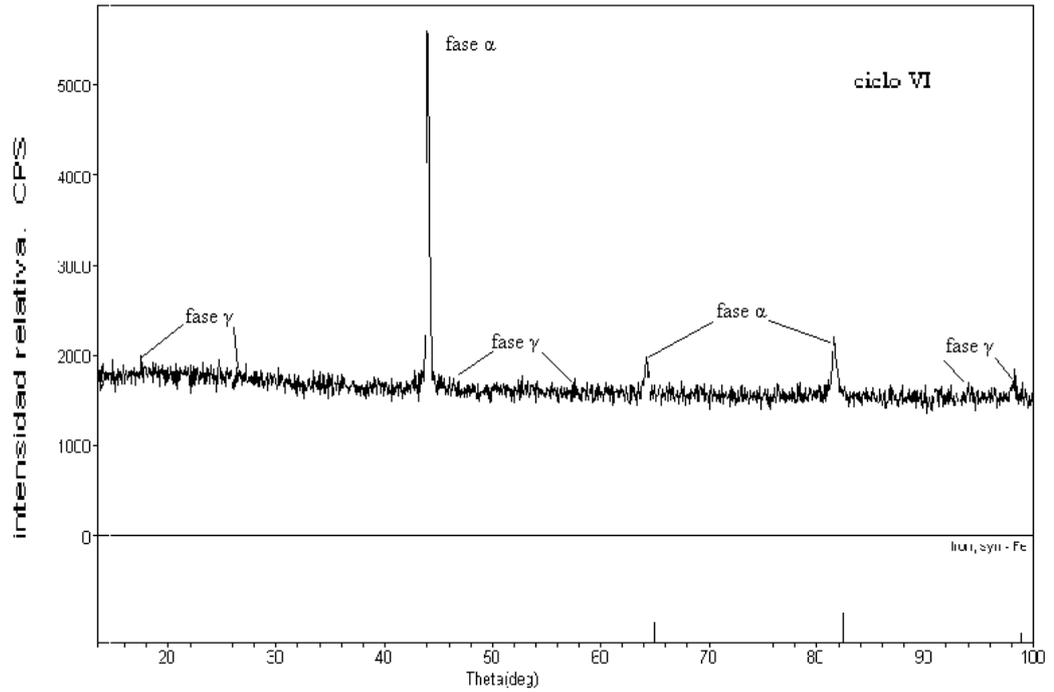


Figura 4.12: Espectro de Raios X. Ciclo VI: Austenitização a  $1065^{\circ}\text{C}$ , revenimento entre  $565^{\circ}\text{C}$  e  $620^{\circ}\text{C}$  e tratamento criogênico a  $-190^{\circ}\text{C}$  por 20 horas e revenido  $565^{\circ}\text{C}$  por 90 min.

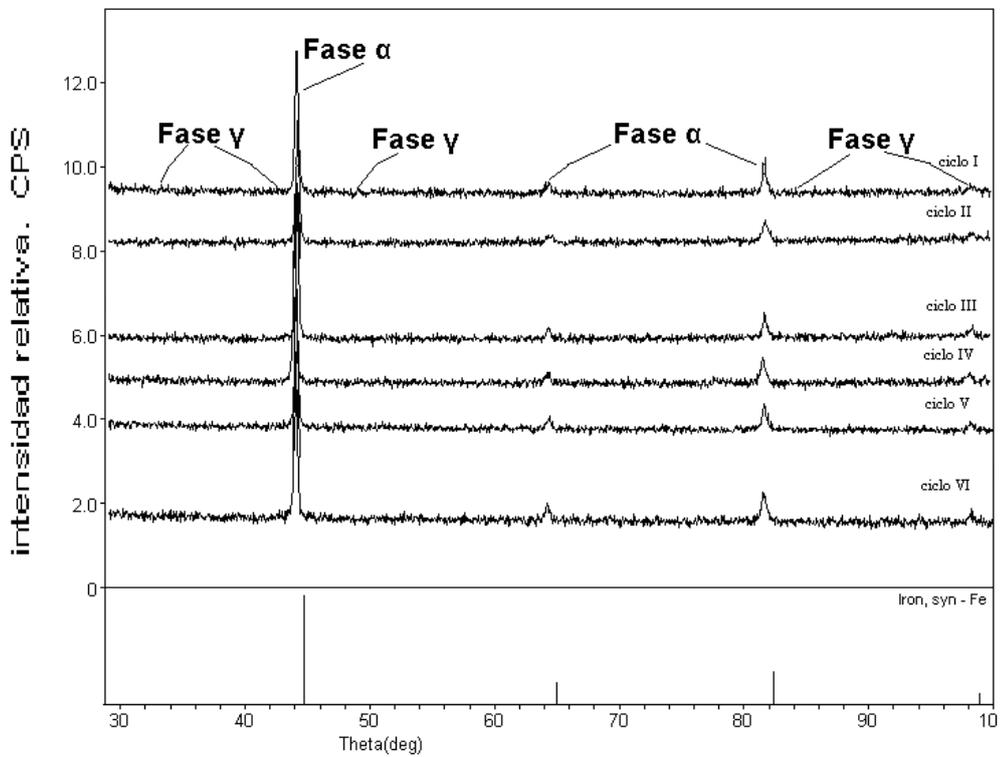


Figura 4.13: Superposição dos seis espectros obtidos no ensaio de Difração de Raios X.

Nesse último gráfico (figura 4.13) observa-se a coincidência dos pontos onde foi encontrada a ferrita, demonstrando a homogeneidade obtida na microestrutura com os diferentes ciclos de tratamento.

### 4.3 Análise de dureza Brinell

Tabela 4.1. Resultados do ensaio de Dureza Brinell.

Resultados das Medições da Dureza Brinell (HB)						
	Austenitização a 965 <sup>0</sup> C			Austenitização a 1065 <sup>0</sup> C		
	Ciclo I	Ciclo II	Ciclo III	Ciclo IV	Ciclo V	Ciclo VI
	266	285	292	272	255	272
	266	285	285	266	266	272
	272	272	285	266	260	260
	255	272	292	260	260	266
	266	272	285	272	266	278
Valor Médio	265	277,2	287,8	267,2	261,4	269,6
Desvio Padrão	6,16	7,12	3,83	5,02	4,66	6,84
Coef. Variação %	2,32	2,57	1,33	1,88	1,77	2,54

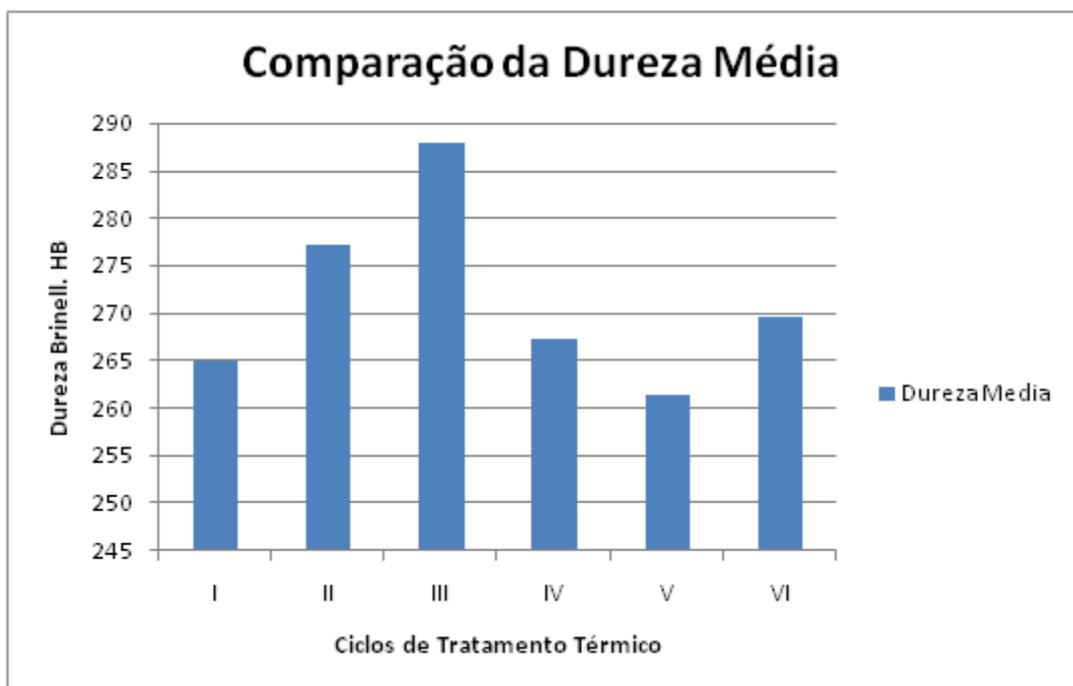


Figura 4.14: Resultados do Valor Médio da Dureza Brinell

Com os resultados obtidos nestes testes, apresentados na tabela 4.1, observa-se que, para as amostras austenitizadas a 1065<sup>0</sup>C, após a aplicação dos diferentes ciclos de tratamento térmico não ocorreram mudanças significativas na dureza do material - no ciclo IV diminuiu  $\approx 6$  HB e no ciclo VI aumentou  $\approx 2$ HB - que, segundo a norma TDS Technical Delivery Specification for Martensitic Stainless Steel ASTM A 743 CA6NM que consta do apêndice A, deve ser  $\leq 285$  de dureza Brinell. Já as amostras tratadas a 965<sup>0</sup>C sofreram uma variação modesta, sendo que no ciclo II a dureza aumento na faixa de 12 HB, aproximadamente 4% com um valor de 277,2 HB e no ciclo III aumentou aproximadamente 14 HB, na ordem de 8% com um valor de 287,8 HB, quando comparados com o ciclo I (ciclo de referência) que registrou uma Dureza Brinell de 265,0 HB. Esse material é tratado termicamente no processo de fabricação, onde recebe têmpera e revenido, segundo o relatório de tratamento térmico entregue pelo fornecedor do material que consta do apêndice B.

Na última linha da tabela 4.1 são mostrados os resultados do coeficiente de variação, ao analisá-los podemos comprovar que os resultados das medições realizadas apresentaram um comportamento homogêneo, podendo-se considerar que os ensaios tiveram uma grande repetibilidade. Na análise dos resultados do primeiro grupo austenitizado a 965<sup>0</sup>C pode-se afirmar que existiram aumentos modestos da dureza, pois os incrementos são maiores que os valores do coeficiente de variação. Quando estudados os resultados das amostras austenitizadas na maior temperatura (1065<sup>0</sup>C) observa-se que a diminuição no ciclo V de 2%, com um valor de 261,4 HB, e o aumento no ciclo VI de 0,9%, atingindo 269,6 HB, são inferiores à dispersão das medições, portanto se pode afirmar que não houve mudanças na dureza destes corpos de prova se comparados com seu ciclo de referência (ciclo IV) em que foram medidos 267,2 HB.

Na análise dos resultados na tabela 5 encontrou-se uma pequena diferença de dureza entre as amostras aquecidas a 965<sup>0</sup>C não tratadas criogenicamente (ciclo I) e as que receberam este tratamento (ciclo II e III). Como se pode observar no ciclo I o valor da dureza é menor cerca de 5 a 7%. Pode-se atribuir esta variação à mudança sofrida pela microestrutura possivelmente pela ação do DCT. A mesma passou de agulhas de martensita organizadas paralelamente formando blocos (figura 4.1) a finas agulhas de

martensita distribuídas uniformemente (figura 4.2 e 4.3). No gráfico da figura 4.14 são mostrados comparativamente os valores médios da dureza Brinell.

Outro fator interessante, mesmo, não aparecendo nas micrografias, é a possível formação de microcarbonetos dispersos numa matriz macia. Estes carbonetos, por serem mais duros que a matriz, podem influenciar negativamente a medição, registrando-se um valor de dureza menor que o real, mas que teria uma influência positiva na resistência ao desgaste.

As variações da dureza observadas nos ciclos I e II, decorrentes do tratamento criogênico e das alterações nas etapas de revenimento mostraram-se compatíveis com os resultados relatados por Barron e Collins [49, 53, 54], que indicaram um aumento máximo de dureza para amostras tratadas criogenicamente não maior que dois pontos na escala Rockwell C em comparação ao tratamento convencional.

Tabela 4.2 Comparação das durezas Brinell e Rockwell C

Ciclos de Tratamento	Dureza Brinell	Dureza Rockwell C	Variação
I	265	26,2	---
II	277,2	29,0	3,2
III	287,8	30,2	4
IV	267,2	26,5	--
V	261,4	25,6	1,1
VI	269,6	28,1	1,6

Na tabela 4.2 são mostrados de forma comparativa os valores de dureza Brinell obtidos e as respectivas conversões à dureza Rockwell C. Pode-se observar que para as amostras tratadas na menor temperatura de austenitização (ciclos I, II, III) existiu um aumento modestamente superior ao sugerido por Barron e Collins, compatível com o modesto aumento encontrado na dureza Brinell. Já nos outros ciclos (IV, V, VI) tratados a 1065<sup>0</sup>C o aumento foi menor de 2 pontos na escala Rockwell C, como previsto pelos autores antes citados.

No terceiro ciclo, onde foi realizado mais um revenimento, aparentemente parte destes microcarbonetos foi dissolvidos, permitindo que o carbono que fazia parte deles retornasse para a matriz, o que implicou num valor de dureza ligeiramente superior ao do segundo ciclo. Esse resultado, porém, deverá influir na resistência ao desgaste.

As amostras austenitizadas a 1065<sup>o</sup>C (Ciclos IV, V e VI) praticamente não apresentaram variação de dureza, que ficou entre 261,4 a 269,6 HB. A existência deste patamar de dureza comum aos 3 ciclos de tratamento térmico demonstra que para estes aços martensíticos macios austenitizados no limite superior de temperatura recomendada, as etapas posteriores de tratamento criogênico e diferentes procedimentos de revenido não parecem apresentar efeito significativo sobre a sua propriedade de dureza. Presume-se que o nível de dureza dos aços martensíticos macios austenitizados em temperaturas elevadas é predominantemente determinado por esta etapa do tratamento térmico, devido à grande solubilização de elementos de liga e carbono na matriz, gerando elevada quantidade de austenita retida. Parece muito pouco provável que a posterior transformação desta austenita residual para martensita, durante a etapa de revenimento ou no próprio tratamento criogênico, seja o fator que, grosso modo, controle o nível de dureza do aço, sem que seja verificado o efeito mais sutil da precipitação de carbonetos.

Acredita-se que nos contornos da martensita, e mesmo na matriz, existam pequenos microcarbonetos distribuídos uniformemente que parecem ter sido parcialmente dissolvidos após o segundo ciclo de revenido aplicado depois do tratamento criogênico (ciclo III). Este tratamento possivelmente provocou a saída de átomos de carbono que foram novamente dissolvidos na matriz, provocando um leve endurecimento desta e um pequeno aumento na dureza das amostras em comparação às do ciclo II, embora tenha também diminuído a resistência ao desgaste. Este achado é compatível com o que já foi descrito na literatura. [32]

#### **4.4 Influência dos precipitados e da solubilização nas propriedades mecânicas**

As propriedades mecânicas são diretamente influenciadas pelos precipitados, chegando a modificá-las profundamente, sendo que os principais fatores que as influenciam são: grau de coerência precipitado/matriz, tamanho, localização, distribuição e quantidade de

precipitados na matriz. De maneira geral, estas variáveis são avaliadas através de seus efeitos sobre o grau de dificuldade que impõem na movimentação de discordâncias.

Já que é muito complexo avaliar a influência destas variáveis isoladamente sobre as propriedades mecânicas, devido a seus efeitos estarem inter-relacionados, elas são avaliadas em conjunto.

A solubilização dos precipitados promove dois efeitos distintos sobre a microestrutura martensítica. O primeiro se refere à redução da quantidade de precipitados, e o segundo é decorrente do aumento da concentração de elementos de liga em solução na austenita.

O aumento da concentração de elementos de liga tem influência direta sobre a temperatura de transformação  $M_s$ , e portanto, sobre outras variáveis, como o auto-revenimento da martensita e a retenção de austenita retida [30]. Assim, quanto maior a solubilidade dos precipitados, maior é a quantidade de elementos de liga que influenciarão para que a temperatura de início da transformação martensítica seja menor, o que faz com que diminua o auto-revenido e aumente a quantidade de austenita retida. A austenita retida tende a aumentar, uma vez que o valor de  $M_f$  tende a abaixar junto com  $M_s$ , dificultando o sucesso da transformação martensítica, principalmente quando  $M_f$  fica abaixo da temperatura ambiente.

A solubilização dos precipitados tem ação direta sobre o tamanho do grão austenítico, já que os precipitados atuam como barreiras ao seu crescimento. Como visto nos estudos de Chiaverini [15], o tamanho de grão também influencia na quantidade de austenita retida em proporção direta, quanto maior é o tamanho do grão maior é a quantidade de austenita retida. Segundo o autor, isto é devido ao mecanismo de transformação martensítica que se inicia nos contornos de grãos e é propagado para o seu centro, fazendo com que grãos grandes retenham mais austenita no seu interior, pois possuem uma relação área por volume menor.

Mesmo não tendo conseguido verificar a presença de precipitados nas micrografias mostradas anteriormente e, devido à ausência de equações de solubilidade específicas para o aço em estudo neste trabalho (CA6NM), será estimado o efeito deles através dos resultados obtidos nos ensaios de Desgaste Abrasivo e Dureza Brinell.

#### 4.4.1 Resultado e discussão do desgaste micro-abrasivo.

Nas figuras 4.15 a 4.21 são mostrados os gráficos do coeficiente de desgaste podendo-se apreciar o ponto a partir do qual o desgaste entra em regime permanente, requisito indispensável para a análise dos resultados. Neles é mostrado o valor do coeficiente de desgaste no momento que é atingido esse valor, assim como a linha de tendência dos resultados. Também é mostrada a distância de deslizamento em cada ensaio para esse momento.

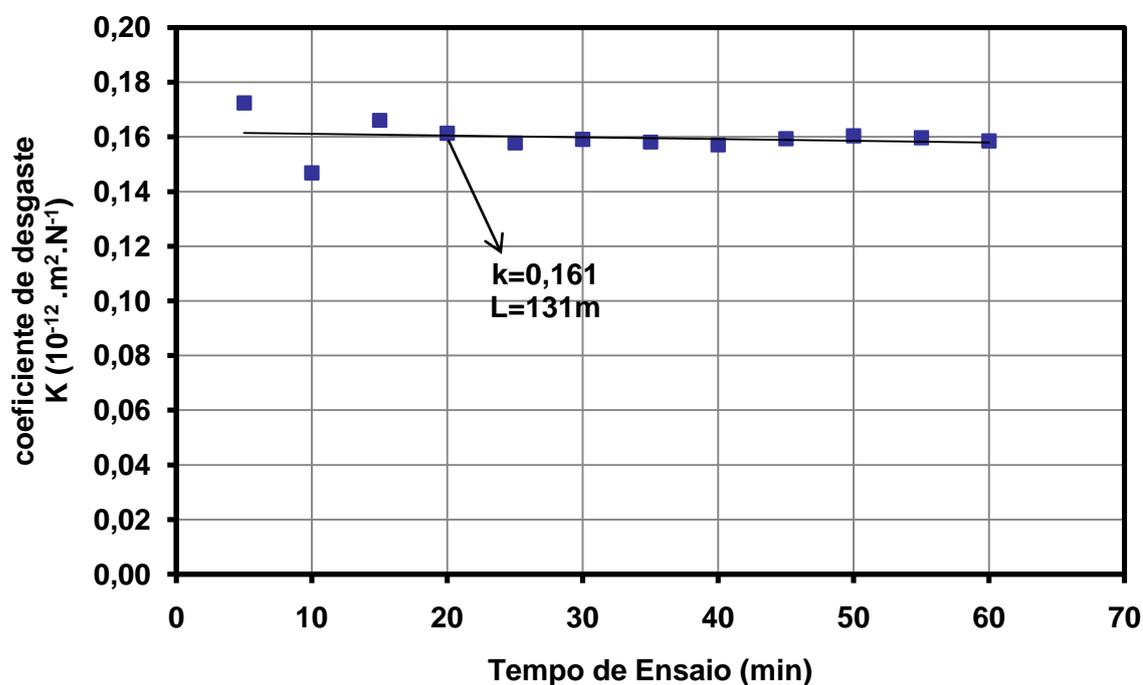


Figura 4.15: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente do material como recebido da indústria.

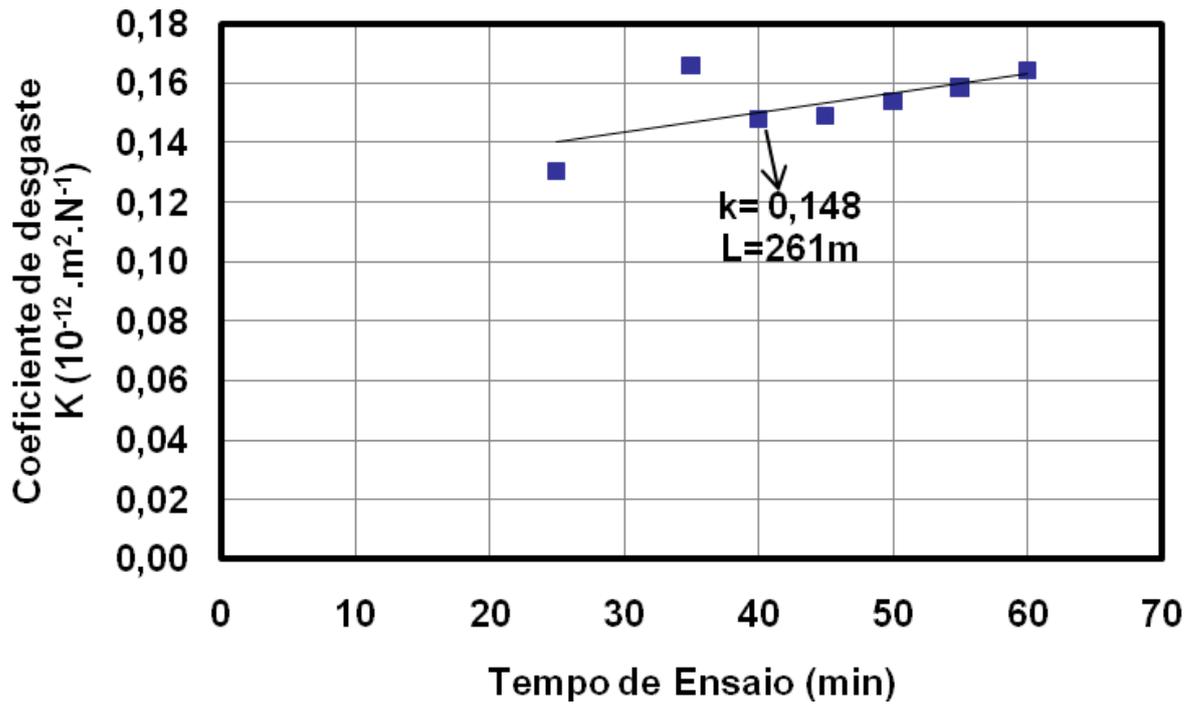


Figura 4.16: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no primeiro ciclo de Tratamento Térmico.

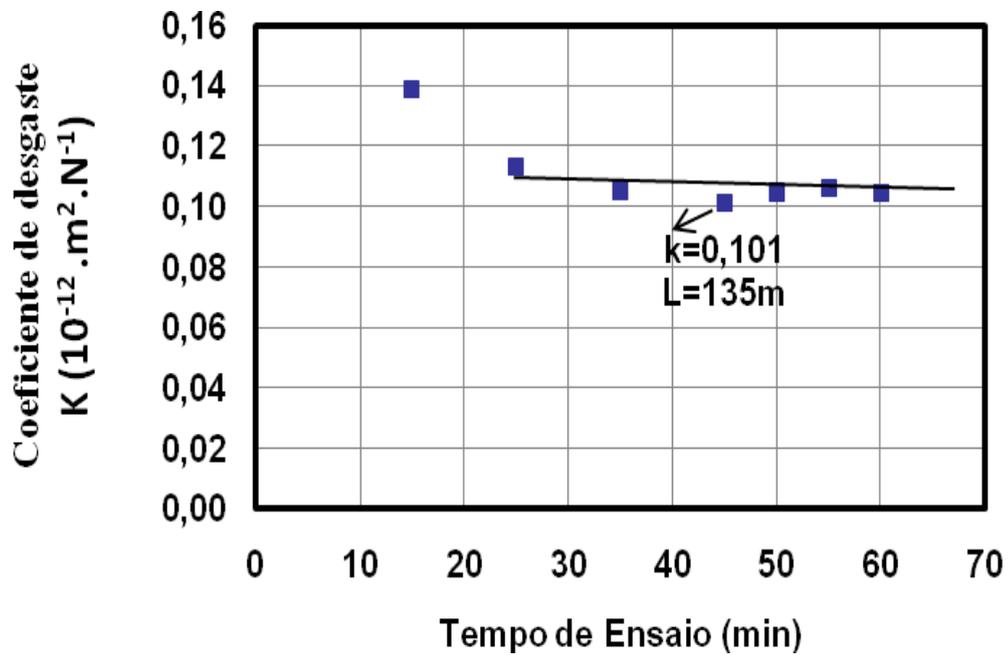


Figura 4.17: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no segundo ciclo de Tratamento Térmico.

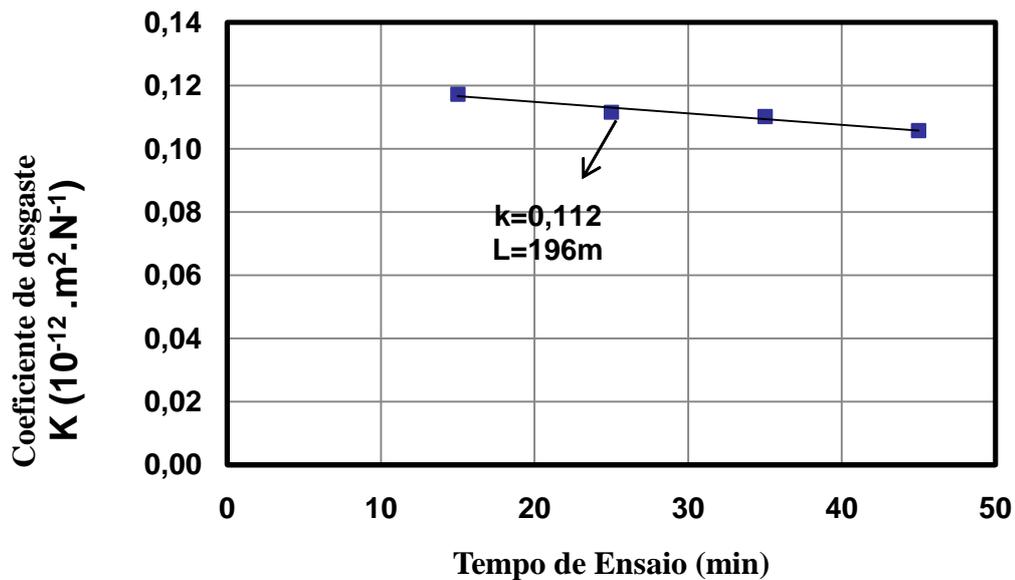


Figura 4.18: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no terceiro ciclo de Tratamento Térmico.

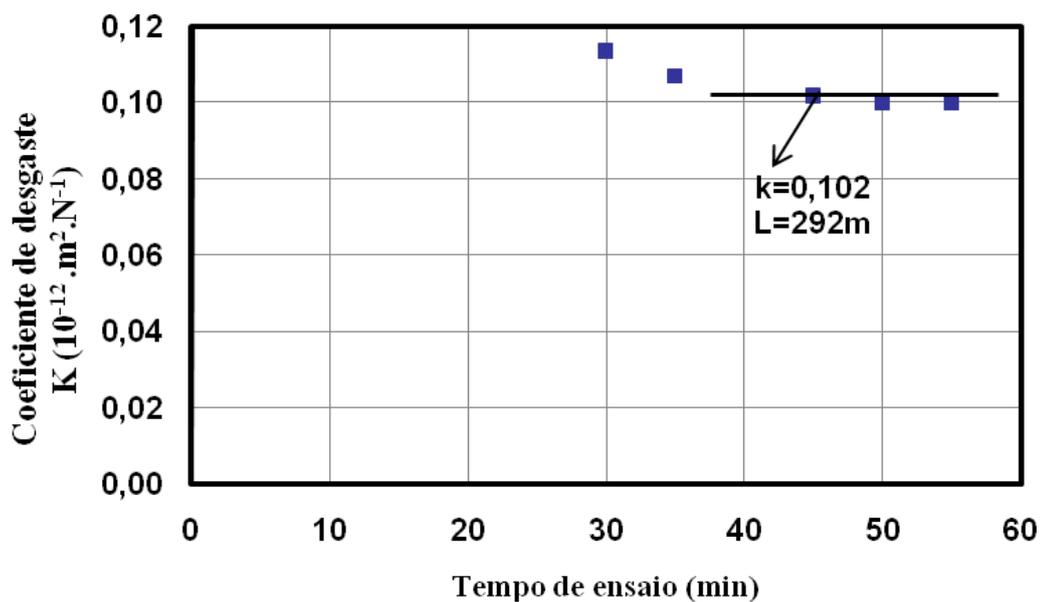


Figura 4.19: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no quarto ciclo de Tratamento Térmico.

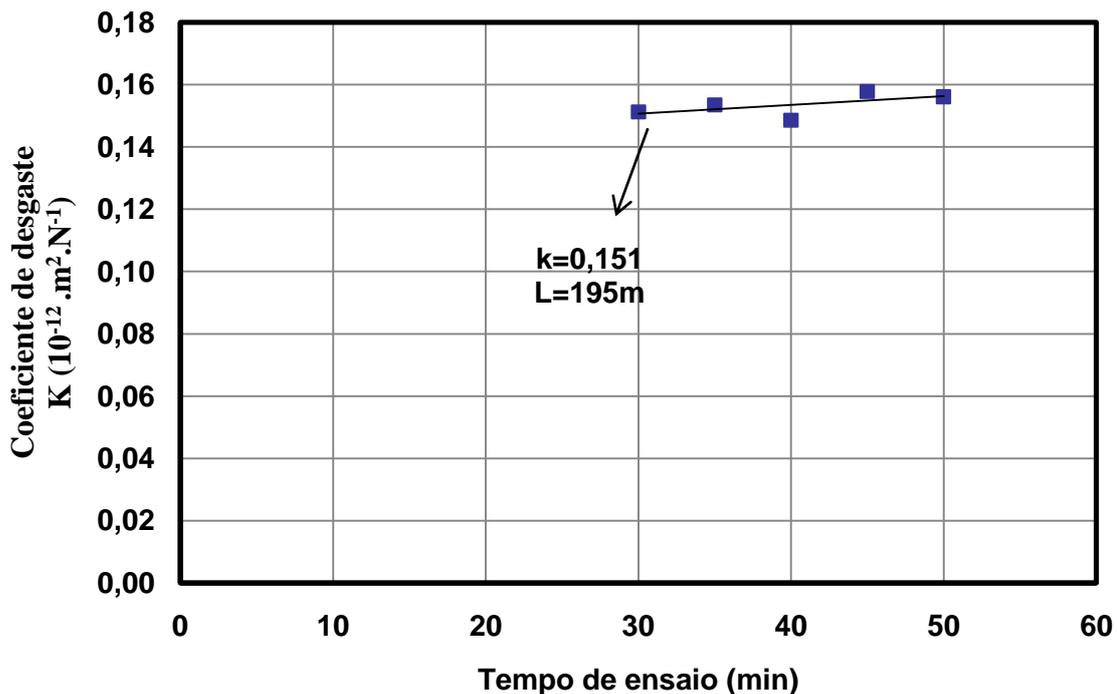


Figura 4.20: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no quinto ciclo de Tratamento Térmico.

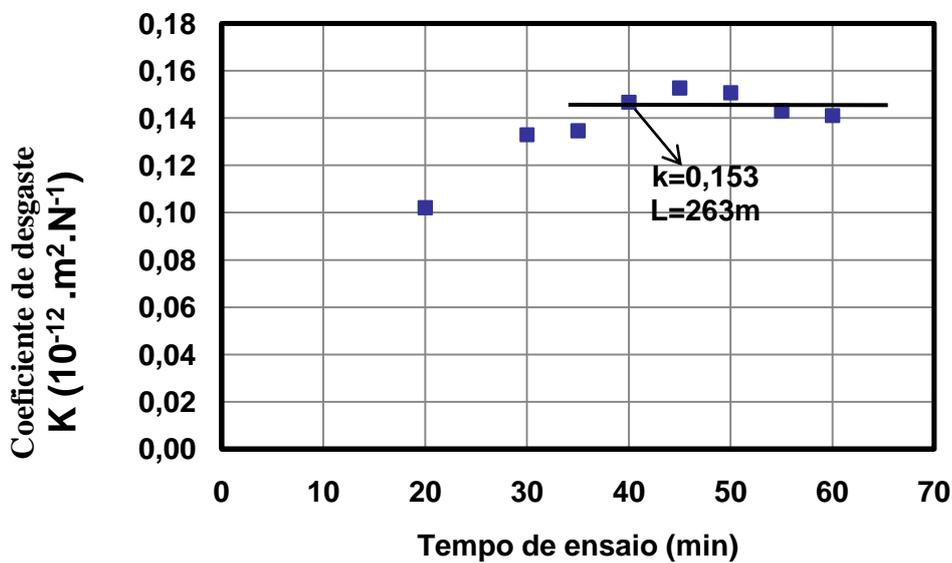


Figura 4.21: Gráfico da relação Coeficiente de Desgaste contra o Tempo de ensaio mostrando o período de Regime Permanente no sexto ciclo de Tratamento Térmico.

Os resultados do ensaio de desgaste por micro-abrasão dos corpos-de-prova do aço martensítico fundido A 743 tipo CA6NM propiciaram a verificação do efeito dos

diferentes tratamentos térmicos, observando especialmente a etapa de tratamento criogênico na resistência ao desgaste desse material.

Na figura 4.15 mostra-se o resultado do ensaio micro-abrasivo no material como fabricado. Pode-se constatar que o mesmo apresenta um coeficiente de desgaste a micro-abrasão (K) de  $0,16 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$ , entrando em regime permanente de desgaste depois de 20 minutos com uma distância de deslizamento de 131 m. O material nestas condições apresentou uma resistência relativamente baixa e manteve um comportamento estável durante o ensaio. Como será observado mais adiante, esta estabilidade não foi observada nas amostras tratadas, com ou sem criogenia, apresentando nos regimes permanentes pequenos desvios, mesmo dentro dos parâmetros esperados, na ordem de 4%.

Analisando as figura 4.16 a 4.18 observa-se o comportamento em desgaste das amostras dos ciclos I a III austenitizados a  $965^{\circ}\text{C}$ . Na condição de tratamento térmico de referência, denominado ciclo I (sem tratamento criogênico), foram obtidos uns valores do coeficiente de desgaste próximos aos da condição convencional de utilização como mostrado na figura 4.15.

Na condição II, na qual foi aplicado o tratamento criogênico depois do tratamento convencional, já é encontrado um valor menor do coeficiente de desgaste de 31% em relação ao tratamento convencional, demonstrando um aumento da resistência ao desgaste nesse valor.

No ciclo III, que consistiu em aplicar mais um ciclo de revenimento depois do material ser submetido ao tratamento criogênico, também é encontrada uma diminuição do coeficiente de desgaste (k) na casa dos 29%, demonstrando que também houve um aumento da resistência ao desgaste, no entanto menor que no ciclo II. Nas condições II e III, que apresentam importantes alterações do ciclo de tratamento térmico em relação à condição de referência I, pode-se observar uma diminuição nas quantidades de material removido no ensaio, da ordem de 31% e 29% respectivamente.

A introdução do tratamento criogênico depois do tratamento convencional nestes dois últimos ciclos parece ser responsável pela melhoria da resistência ao desgaste abrasivo no

ação martensítico A 743 tipo CA6NM. Especialmente quando aplicado após o tratamento convencional, como é o caso do ciclo II, onde apareceram as maiores melhorias.

Os resultados do ensaio de desgaste para os corpos-de-prova dos ciclos IV, V e VI, os quais foram austenitizados a 1065<sup>0</sup>C, demonstraram não haver efeito do tratamento criogênico no aumento da resistência ao desgaste. Foi observado que após o tratamento criogênico nestas amostras a resistência ao desgaste caiu, o que pôde ser comprovado na análise das figuras 4.20 e 4.21 (ciclos V e VI), as amostras que foram submetidas ao tratamento criogênico, apresentaram aumento no valor do coeficiente de desgaste na ordem de 49% e 44% respectivamente em relação ao ciclo de referência.

Este comportamento distinto das amostras austenitizadas a 965<sup>0</sup>C em relação àquelas austenitizadas a 1065<sup>0</sup>C está relacionado à precipitação de finos carbonetos em decorrência do tratamento criogênico.

Conforme foi descrito anteriormente, nos corpos-de-prova do ciclo I, parecem não ter precipitado microcarbonetos com o tratamento convencional de têmpera e revenido. Entretanto, nos corpos-de-prova do ciclo III onde foi encontrado um menor aumento do coeficiente de desgaste, presume-se uma dissolução de parte dos microcarbonetos provocando a saída de átomos de carbono que passaram a fazer parte da matriz deixando o material menos resistente ao desgaste.

Na figura 4.23 são mostrados de forma comparativa os resultados de volume de material arrancado para os corpos-de-prova dos ciclos I, II e III, encontrando-se resultados compatíveis aos dos gráficos do coeficiente de desgaste, ou seja, nos ciclos II e III apreciam-se perdas de massa menores que as mostradas pelo ciclo I. Isto demonstra que nesses corpos-de-prova a microestrutura sofreu modificações que permitiram o aumento da resistência ao desgaste micro-abrasivo. No entanto, no ciclo I os valores de perda de massa são similares aos dos corpos-de-prova do material como recebido da indústria.

Nos gráficos das figuras 4.24 e 4.25 são mostrados comparativamente os resultados horizontais dos corpos-de-prova tratados nos ciclos IV a VI. Na figura 4.24 evidencia-se que houve um aumento do coeficiente de desgaste nas amostras tratadas criogenicamente em comparação à amostra de referência desse bloco de tratamentos com temperatura de

austenitização mais elevada. Já na figura 4.25 mostra-se um aumento do valor da perda de material nesses ciclos, sendo este resultado compatível com o descrito anteriormente.

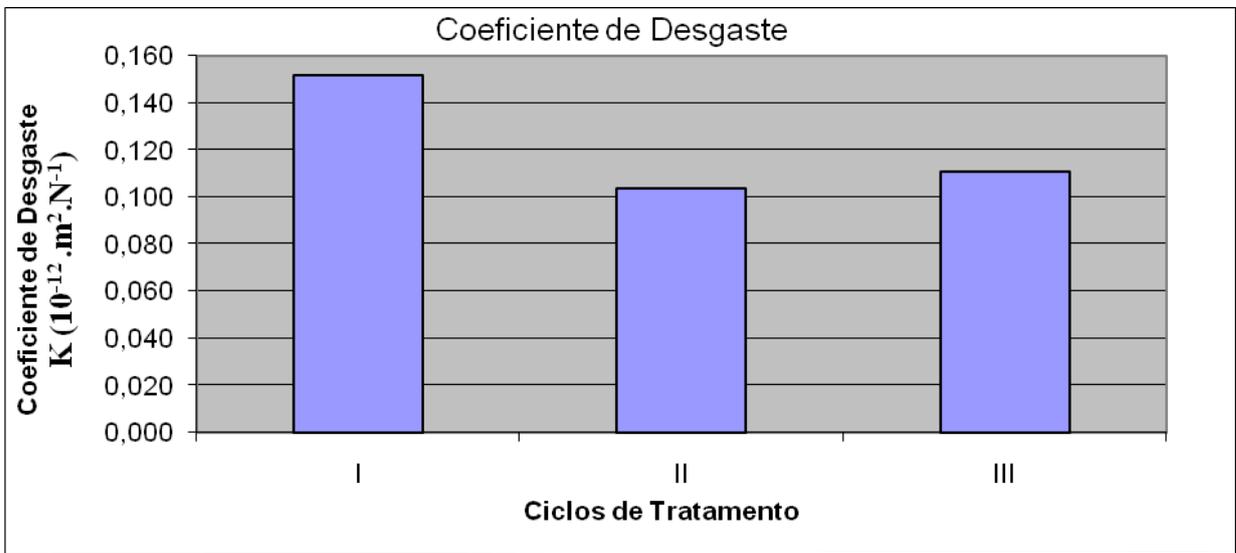


Figura 4.22: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos I, II e III.

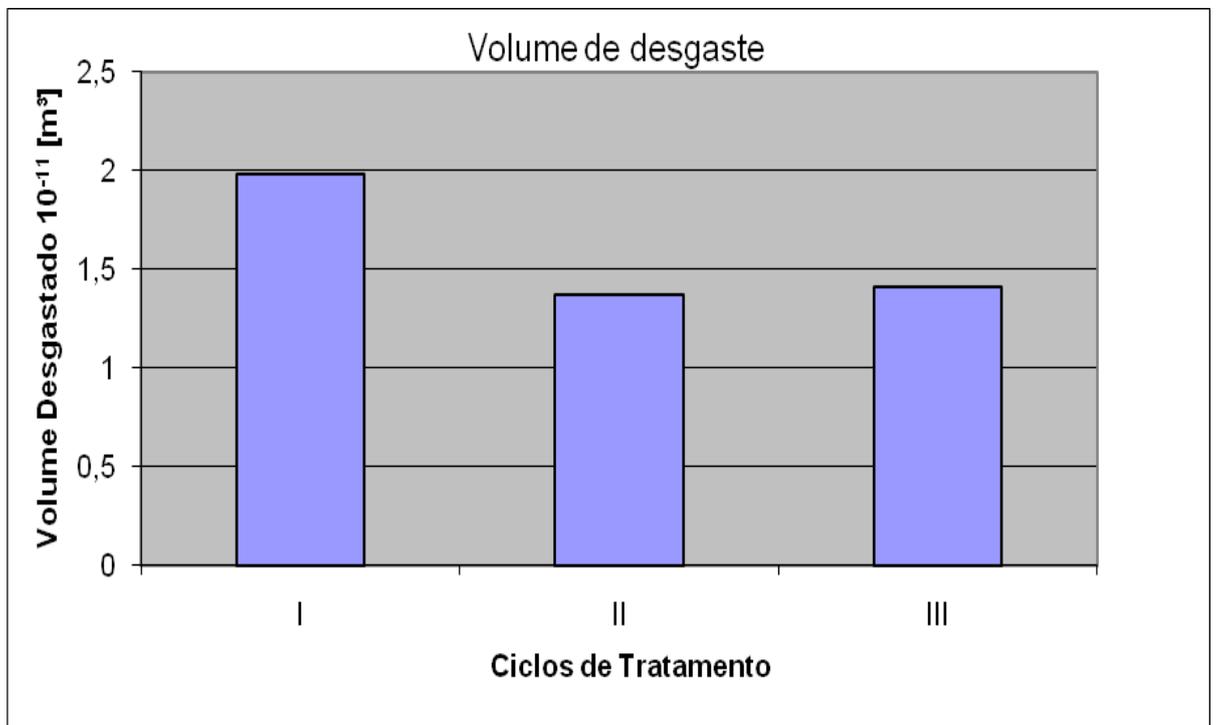


Figura 4.23: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos I, II e III.

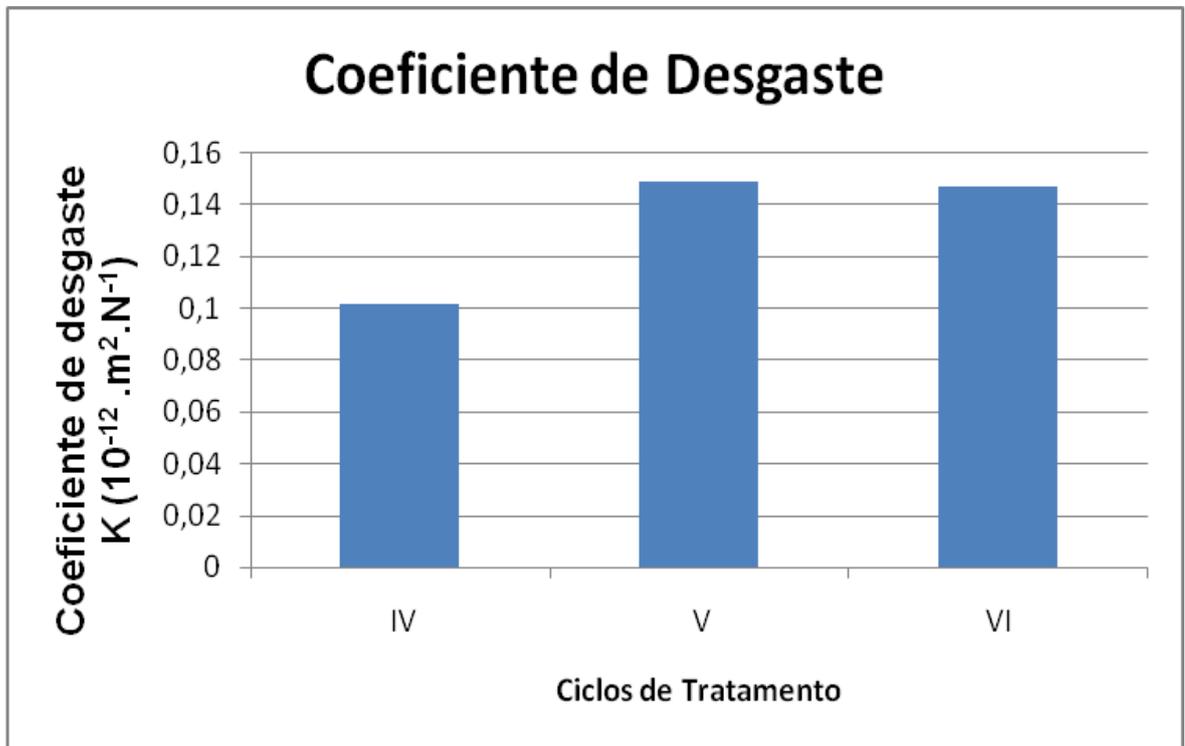


Figura 4.24: Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos IV, V e VI.

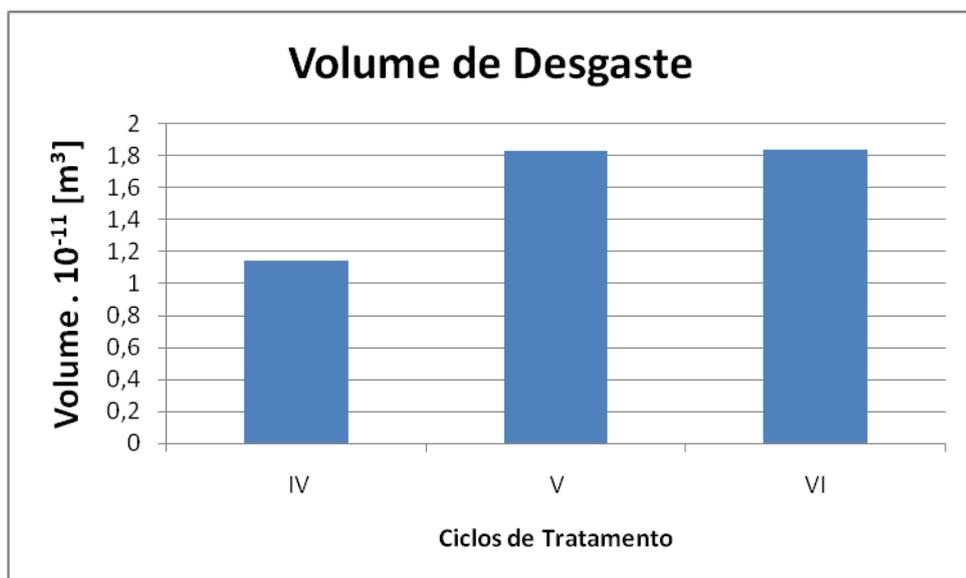


Figura 4.25 Comparação dos resultados obtidos no ensaio de desgaste nos ciclos IV, V, VI.

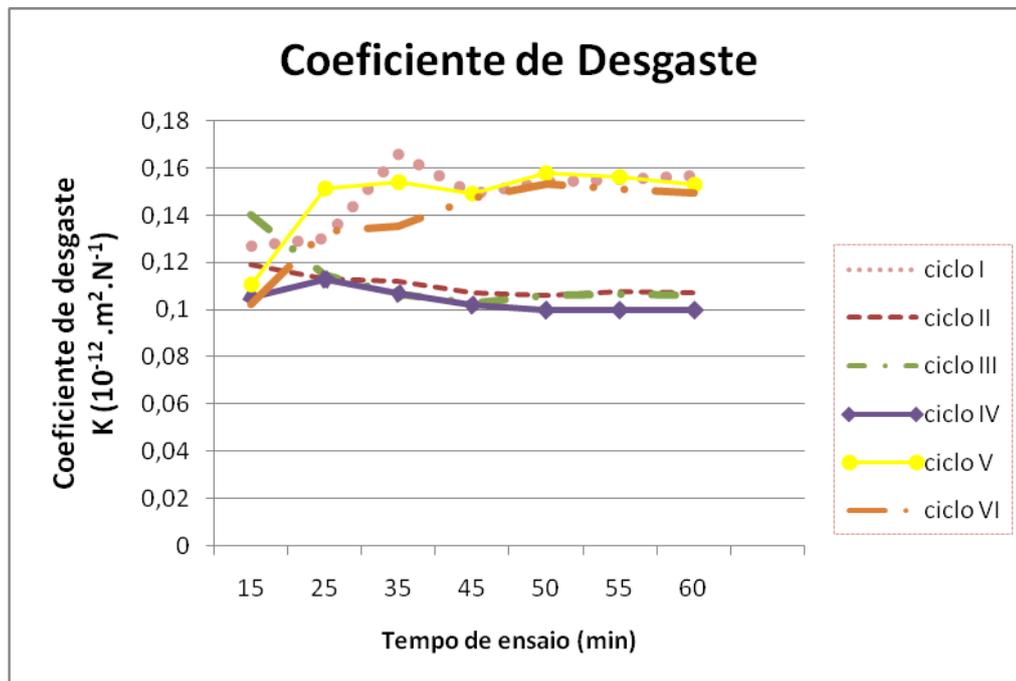


Figura 4.26: Comparação vertical dos resultados obtidos no coeficiente de desgaste nos seis ciclos de tratamentos.

No gráfico da figura 4.26 é mostrada a comparação vertical do resultado do coeficiente de desgaste abrasivo podendo-se verificar mais facilmente o que foi explicado até agora. Em seguida será analisada a inter-relação entre os resultados obtidos para as diferentes temperaturas de austenitização.

A diferença observada para os grupos austenitizados nos limites inferior e superior de temperatura está provavelmente relacionada, como já descrito anteriormente, ao nível de austenita residual na microestrutura do aço na condição de somente temperado. Como foi reportado por Moore e Collins [52, 54], os aços-ferramenta, quando austenitizados a mais baixas temperaturas apresentam melhor resposta ao tratamento criogênico no que se refere à resistência ao desgaste, devido a maior quantidade de martensita e menor quantidade de austenita residual. Estes mesmos resultados foram obtidos nesse trabalho, podendo-se fazer uma analogia para com os aços martensíticos macios. Meng et al [97], que determinaram os micro-mecanismos de precipitação de carbonetos em temperaturas criogênicas, reportaram que a formação dos *clusters* dos carbonetos submicroscópicos do tipo  $Fe_2C$  acontece a partir da transformação da estrutura tetragonal da martensita, dando origem a uma estrutura

ortorrômbica dos pré-carbonetos. Portanto, parece coerente afirmar que uma maior quantidade de martensita tetragonal possibilita a formação de uma maior quantidade de clusters no tratamento criogênico e, conseqüentemente, maior precipitação de finos carbonetos. Embora a austenita residual seja instantaneamente transformada na estrutura tetragonal da martensita quando resfriada próximo da temperatura  $M_f$  do aço, parece estar sendo cada vez mais comprovado que essa porção da martensita na microestrutura não responde ao tratamento criogênico da mesma forma que a martensita proveniente da têmpera. Segundo Pen-Li Yen [98], a martensita formada no resfriamento criogênico apresenta uma razão dos parâmetros de rede  $c/a$ , *da estrutura tetragonal mostrada na figura 2.8*, maior que o da martensita originada na têmpera, indicando que estas estruturas distintas podem apresentar diferentes capacidades de se decomporem, originando carbonetos- $\eta$ .

## 5. CONCLUSÕES

No que se refere à microestrutura:

A análise da micrografia permitiu constatar a influência da criogenia sobre a microestrutura das amostras submetidas a austenitização de 965<sup>0</sup>C. Demonstrou-se que após a criogenia a microestrutura passa de ripas de martensita distribuídas paralelamente formando blocos - obtidos do tratamento convencional - a pequenos pacotes paralelos ou quase paralelos de finas agulhas formando grãos austeníticos. Encontram-se traços de austenita anterior ou revertida delimitando os grãos. Concluindo-se que certamente existe uma transformação na morfologia desta martensita quando tratada a temperaturas criogênicas.

No que se refere à dureza:

Concluiu-se que, devido a uma redução da dureza da matriz ao liberar átomos de carbono para formação de microcarbonetos, houve uma menor dureza média nas amostras depois de tratadas criogenicamente no ciclo II. Depois da aplicação de um segundo revenimento, obteve-se uma dissolução de parte dos carbonetos o que devolveu parte do carbono cedido pela matriz, porém endurecendo-se e obtendo maiores valores de dureza Brinell.

No que se refere ao desgaste abrasivo:

Devido à maior quantidade de martensita e menor quantidade de austenita retida nos corpos-de-prova austenitizados à menor temperatura (965<sup>0</sup>C), encontra-se melhor resposta ao tratamento criogênico destas amostras quando comparadas com as tratadas na temperatura de austenitização mais elevada (1065<sup>0</sup>C), pois estes mantêm retida maior quantidade de austenita que dificulta a transformação a martensita na direção do interior dos grãos austeníticos.

Devido à mudança na microestrutura onde se formaram finas agulhas de martensita e à presunção de formação de microcarbonetos homogeneamente distribuídos na matriz e nos contornos de grão da austenita retida ocorreu um aumento na resistência ao desgaste nas amostras tratadas criogenicamente sendo este tratamento criogênico, em seguida a uma austenitização a baixas temperaturas, o responsável por esse resultado.

## **RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Baseado nos estudos realizados sobre os precipitados formados no aço CA6NM e tendo em vista os resultados obtidos neste trabalho, recomenda-se realizar estudos que permitam a quantificação e a caracterização dos precipitados formados em seguida ao tratamento criogênico, presumidamente responsáveis pelo aumento da resistência ao desgaste junto à mudança na microestrutura no grupo austenitizado a 965<sup>0</sup>C. Assim como a possível variação de propriedades mecânicas das amostras austenitizadas a diferentes temperaturas com e sem tratamento criogênico.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASM Metals Handbook (1969). Heat Treating. Cold treating and cryogenic treatment of steel. Earl A. Carlson, Lindberg ed. Heat Treating Company. Vol. 4, Ninth Edition. Ed. Lyman Taylor, Metals, USA.
- [2] Falks Broker B.  
[http://www.falkbrok.se/tabeller/stainless\\_heat\\_resistent\\_steel.htm](http://www.falkbrok.se/tabeller/stainless_heat_resistent_steel.htm). Acesso: 02/02/2008.
- [3] Barron, R.F. (1982). Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. *Cryogenics*, **22**(8): p409–413.
- [4]. Barron, R.F. & Thompson, R.H. (1990). Effect of cryogenic treatment on corrosion resistance, *Advances in Cryogenic Engineering*, **36**: 1375–1379.
- [5] Newman, R.C. (2001). Understanding the corrosion of stainless steel. *Corrosion*, **57**(12): p1030-1041.
- [6] Balan, K.P. Reddy, A.V. & Sarma D. S. (1998) Austenite precipitation during tempering in 16Cr-2Ni martensitic stainless steels. *Scripta Materialia*, **39**(7): p901–905.
- [7] Krauss, G. (1999). Martensite in steel: strength and structure. *Materials Science and Engineering A*, **273-275**: p40–57.
- [8] Leem, D. S., Lee Y. D., Jun J. H. & Choi C. S. (2001). Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel. *Scripta Materialia*, **45**(7): p767–772.
- [9] Leslie, W. C. (1981). *The physical metallurgy of steels*. McGraw-Hill series in Material Science and Engineering. USA.
- [10] Rodrigues, J.G.G., Martinez, G.B. & Bravo, V.M. (2000). Effect of heat treatment on the stress corrosion cracking behavior of 403 stainless steel in NaCl at 95°C. *Materials Letters*, **43**: p208–214.
- [11] Vlack, V. L. H. (1984), *Princípios de ciência e tecnologia dos materiais*, 4ª Edição, Editora Campus, RJ, 576p.
- [12] Strobel, E., Pereira, A. D. L. & Mariano N. A. (2007). Efeito do tratamento térmico na caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico do tipo 13Cr5Ni0,02c. *Revista Escola de Minas* [online], **60**(1): p123–127.
- [13] Iwabuchi, Y. & Sawada. S. (1982). Metallurgical characteristics of a large hydraulic runner casting of type 13Cr-Ni stainless steel. Melilli AS ed Stainless steel castings, p332–354. [Resumo online ASTM STP 756].
- [14] Padilha, A. F. & Guedes, L.C. (1994). *Aços inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades*. Hemus Editora Limitada, SP.
- [15] Chiaverini, V. (1977). *Aços e ferros fundidos*, 4ª ed., São Paulo, ABM.
- [16] Smith, W. F. (1993). *Structure and properties do engineering alloys*. 2ª ed. McGraw- Hill, Singapore.
- [17] Chiaverini, V. (1965). *Aços-carbono e aços-liga: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos*. 2ª edição. Associação Brasileira de Metais, SP.

- [18] Callister, W. D. (1999). *Materials science and engineering: an introduction*. 5<sup>th</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- [19] Reick, W. Pohl, M. & Padilha, A. F. (1992). O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. *Metalurgia e Materiais – ABM*, **48**(409): p551–563.
- [20] Suutala, N., Takalo T. & Moision T. (1980). Ferrite-austenite solidification mode in austenite stainless steel welds. *Metallurgical Transaction A*. **11**: p717–725.
- [21] Welding Handbook. (1998). Vols.4, 8, American Welding Society, U.S.A:
- [22] Nalbone, C.S. (1982). Effects of carbon content and tempering treatment on the mechanical properties and sulfide stress corrosion cracking resistance of aod-refined CA6NM. Melilli AS ed. *Stainless Steel Casting*, p315–331. [Resumo online *ASTM STP 756*].
- [23] ASM Metals Handbook (1985). Metallography and microstructures. Vol. 9, 9th Edition, ASM International, USA, p357–388.
- [24] ASTM A (1998). Standard specification for castings, iron- chromium, iron-chromium-nickel, corrosion resistant, for general application. Designation 743/A743M In: *Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia.
- [25] ASM Metals Handbook (1984). *Properties and Selection of Metals*. Vol. 1, 9th Edition, Ed. Lyman, Taylor, Materials Park, Ohio, 1.300 p.
- [26] Straube, H. (1988) Developments for additional improvement of low carbon martensitic Cr-Ni stainless steels. Conference on Materials Development in Turbo Machinery Design. p12–14. Cambridge, UK.
- [27] Folkhard, E. (1988). *Welding metallurgy of stainless steels.*– Wiem: Springer Verlag, New York: p98, 181.
- [28] Crawford, J. D. (1974) “CA6NM an update”. In; 29th Annual Steel Founder's Society of America Technical and Operating Conference. p 1-13.
- [29] Bilmes, P.D. Solari M. & Llorente C. L. (2001) Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-nimo martensitic steel weld metals. *Materials Characterization*, **46**(4): 285–296.
- [30] Petty, E. R. (1970). *Martensite: fundamentals and technology*. Longman Group Ltd, London. p11, p119-136 e 174.
- [31] Honeycombe, R.W.K. (1981). *Steels metallurgy and materials science*. Edward Arnold Ltd., London.
- [32] Crawford, J.D. Rohrig K. & Bechet S. (1982). “High-strength cast stainless steels with enhanced corrosion resistance” *Stainless Steel Casting*. Behal and A. S. Melilli eds. 355–368 p [Resumo online *ASTM STP 756*].
- [33] Pereira, S. A. (2000). Desenvolvimento de procedimento de reparo por soldagem em aços inoxidáveis martensíticos com metal de adição similar sem TTP. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Florianópolis.
- [34] Pereira, O.J. & Beech, J. (1980). *Solidification technology in the foundry and cast house*. In: Conventry. Metal Society, London. p. 315.
- [35] Schäfer, L. (1998). Influence of delta ferrite and dendritic carbides on the impact and tensile properties of a martensitic chromium steel. *Journal of Nuclear Materials*, **258–263** part 2: p336–1339.

- [36] Tani, F. et al. (1988). Definition of experimental cycles for reducing the amount of delta ferrite in precipitation-hardening martensitic stainless steels. *Quaderni Pignone*, **45**: p17–45.
- [37] Gooch, T. G. (1995). Heat treatment of welding 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steel for sour service. *Welding Research*, **74**(7): 213–222.
- [38] Irvine, K. J., Crowe, D. J. & Pickering, F. B. (1960). The physical metallurgy of 12% chromium steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*. **195**(8): p386–405.
- [39] Marder, A.R. & Krauss, G. (1978). Hardenability concepts with applications to steels. *AIME*. p238.
- [40] Ridal, K.A. & Quarrel, A.G. (1962). *Journal of the Iron and Steel Institute*, (200): p359.
- [41] Janovec, J., Svoboda, M. - Blach, J. (1998). Evolution of secondary phases during quenching and tempering 12%Cr steel. *Materials Science and Engineering A*, **249**: p184–189.
- [42] Baker, R. & G., Nutting, J. (1959). *Journal of the Iron and Steel*, **64**: p1–22.
- [43] Honey, C., R.W.F., Edmonds, D.V. (1978). Precipitation processes in solids. *TMS-AIME, Warrendale*, p121.
- [44] NACE Standard MR-01-75 (1980). Sulfide stress cracking resistant metallic material for oil field equipment, *National Association of Corrosion Engineers*.
- [45] Crawford, J.D. & Redmond, J. D. (1972). *Steel foundry facts*. N° 330, p56–58.
- [46] Davisson, J. (1995). Turret press tooling, *Tooling and Production*, p. 36–41.
- [47] Reasbeck, R. B. (1992). Improved tool life by the cryotough treatment, *Metallurgia*: p178–179.
- [48] Albert, M. (1992). Cutting tools in the deep freeze. *Modern Maching Sho.*, **64**(8): p54–61.
- [49] Barron, R.F. (1974). Cryogenic treatment produces cost saving for slitter knives. *Tappi Journal*, **57**(5): p137–139.
- [50] Miller, P. C. (1986). Cryogenics: deep cold solves. *Tooling and production*: p 82–86.
- [51] Walmann, C. (1994). Cryogenic tempering extends tool life. *Advances Materials and Processes*, **146**(2): p63–64.
- [52] Moore, K. & Collins, D. N. (1993). Cryogenic treatment of three heat-treated tool steels. *Key Engineering Materials*, **86–87**: p47–54.
- [53] Barron, R.F (1980). Cryogenic treatment of AISI T8 and C1045 steels. *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, **26**: p171–179.
- [54] Collins, D. N. (1998). Cryogenic treatment tool steels. *Advanced Materials and Processes*, **154**(6): p23–29.
- [55] Liu, H. H., Dong H., Wang G. & Yang J. (2006). Effect of cryogenic treatment on property of 14Cr2Mn2V high chromium cast iron subjected to subcritical treatment. *Journal of iron and steel research, International*, **13**(6): p43–48.
- [56] Iwabuchi, Y. (1995). Intergranular embrittlement of 13%Cr-4%Ni steels on slow cooling from tempering. *The 38th Japan Congress on Materials Research*: p109–116.

- [57] Iwabuchi, Y. (1994). Intergranular failure along prior austenite grain boundary of type CA6NM stainless cast steel. *Transactions JPN. Foundrymen's Soc.* **13**: p1–12.
- [58] Andrés, C. G., Caruana G. & Alvarez L. F. (1998). Control of  $M_{23}C_6$  in 0,45C-13Cr martensitic stainless steel by means of three representative heat treatment parameters. *Materials Science and Engineering A*, **241**(1–2): p211–215.
- [59] Durnin, J. & Ridal, A. (1968). Determination of retained austenite in steel by X-Ray diffraction. *Journal of the Iron and Steel Institute*. p60–67.
- [60] Mijovilovich, A., Vieira A. G, Paniago R., Pfannes H. D., Gonzalez B. M. (2000). Mössbauer study of retained austenite phase in multiphase steels. *Materials Science and Engineering A*, **283**(1–2): p65–69.
- [61] Wu, W., Hwu L. Y., Lin D. Y. & Lee J. L. (2000). The relationship between alloying elements and retained austenite in martensitic stainless steel welds. *Scripta Materialia*, **42**(11): p1071–1076.
- [62] Zhang, M. X. P., Kelly M., Bekessy L. K. & Gates J. D. (2000). Determination of retained austenite using an X-Ray texture goniometer. *Materials Characterization*, **45**(1): p39–49.
- [63] Zhao, L., van Dijk N., Brück H, E., Sietsma J. & van der Zwaag S. (2001). Magnetic and X-Ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in trip steels. *Materials Science and Engineering A*, **313**(1–2): p145–152.
- [64] Thomas, G. (1978). Retained austenite and tempered martensite embrittlement. *Metallurgical Transaction A*, **9**(3): p439–50.
- [65] ASTM TMG77-91 (1998). *Standard Method for Ranking Resistance of Materials to Sliding Wear Using Block-on-Ring Wear Test*: p1–14
- [66] ASTM G40-96. Standard terminology relating to wear and erosion.
- [67] Adachi, K., Hutchings, I M. (2003). Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. *Wear*, **255**(1–4): p23–29.
- [68] Silva Jr., W. M. (2003). Efeito da pressão de compactação e tamanho do pó de ferro na micro-abrasão do ferro sinterizado oxidado a vapor. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 98p.
- [69] ASM International (1998) – The materials information society.
- [70] Coutinho, C. B. (1992). *Materiais metálicos para engenharia*. 1<sup>a</sup> edição. Fundação Christiano Ottoni, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- [71] Ohring, M. (1995). *Engineering materials science*. San Diego: Academic Press.
- [72] Kattamis, T. Z., Chen, M., Skolianos, S. & Chambers, B. V. (1994). Effect of residual stresses on the strength, adhesion and wear resistance of sic coatings obtained by plasma-enhanced chemical vapor deposition on low alloy steel. *Surface and coatings Technology*, **70**(1): p43–48.
- [73] Shipway, P. H. & Howell, L. (2005). Micro-scale abrasion-corrosion behaviour of WC-Co hard metals and HVOF sprayed coatings. *Wear*, **258**(1–4): p303–312.
- [74] Trezona, R. I. Allsopp, D. N. & Hutchings I. M. (1999). Transition between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the micro-scale abrasive wear test. *Wear*, **225–229** part 1: p205–214.

- [75] Hutchings, I. M. (1992). Tribology – friction and wear of engineering materials. 7<sup>th</sup> edition. Edward Arnold Ed. London.
- [76] Adachi, K. & Hutchings, I. M. (2005). Sensitivity of wear rates in the micro-scale abrasion test conditions and material hardness. *Wear*, **258**(1–4): p318–321.
- [77] Baptista, A. M., Ferreira, J., Pinto, N. (2000). Ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa. 7<sup>a</sup> *Jornada Portuguesa de Tribologia*. 29 e 30 de junho, Porto, Portugal.
- [78] Cozza, R. C., Souza, R. M. & Tanaka, D. K. (2005). Wear mode transition during the micro-scale abrasion of Wc-Co P20 and M2 tool steel. *COBEM 2005 – 18<sup>th</sup> International Congress of Mechanical Engineering*. 6 a 11 de novembro, Ouro Preto – MG. Anais em CD ROM.
- [79] Sasada, T., Oike M. & Emori, N. (1984). The effect of abrasive grain size on the transition between abrasive and adhesive wear. *Wear*, **97**(3): 291–302.
- [80] Kennedy, D. M., Hashmi, M. S. J. (1998). Methods of wear testing for advanced surface coatings and bulk materials. *Journal of Materials Processing Technology*, **77**(1–3): p246–253.
- [81] Trezona, R. I., Hutchings, I. M. (1999). Three-body abrasive wear testing of soft materials. *Wear*, **233**(1–4): p209–221.
- [82] Rutherford, K. L. & Hutchings, I. M. (1997). Theory and application of micro-scale abrasive wear test. *Journal of Testing and Evaluation*, **25**(2): 250–260.
- [83] Hogmark, S., Jacobson, S. & Larsson, M. (2000). Design and evaluation of tribological coatings. *Wear*, **246**(1–4): p20–33.
- [84] Kusano, Y., Hutchings, I. M. (2005). Sources of variability in the free-ball micro-scale abrasion test. *Wear*, **258** (1–4):313–317.
- [85] Gee, M. G., Gant, I. M., Hutchings, Y., Kusano, K., Schiffman, K., Van Acker, S., Poulat, Y., Gachon, J., von Stebut, P., Hatto & G. Plint (2005). Results from an inter-laboratory exercise to validate the micro-scale abrasion test. *Wear*, **259** (1–4): p27–35.
- [86] Kelly, D. & Hutchings, I. M. (2001). A new method for measurement of particle abrasivity. *Wear*, **250** (1–4): p76–80.
- [87] Hutchings, I. M. (1998). Abrasive and erosive wear tests for thin coatings: a unified approach. *Tribology International*, **31**(1–3): p5–15.
- [88] Rutherford, K. L. & Hutchings, I. M. (1996). A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. *Surface and Coatings Technology*, **79**(1–3): p231–239.
- [89] Dogan, C. P. & Hawk, J. (2001). Microstructure and abrasive wear in silicon nitride ceramics. *Wear*, **250** (1–4): p256–263.
- [90] Erickson, L. C., Hawthorne, H. M. & Troczynski, T. (2001). Correlations between micro-structural parameters, micromechanical properties and wear resistance of plasma sprayed ceramic coatings. *Wear*, **250** (1–4): p569–575.
- [91] Kato, K. (2000). Wear in relation to friction – a review. *Wear*, **241**(2): p151–157.
- [92] Bose, K. & Wood, R. J. K. (2005). Optimum test conditions for attaining uniform rolling abrasion in ball cratering tests on hard coating. *Wear*, **258**(1–4): p322–332.

- [93] Bello, J. & Wood, R. J. K. (2005). Micro-abrasion of filled and unfilled Polyamide 11 coatings. *Wear*, **258**(1–4): p294–302.
- [94] Mergler, Y. J. & Huis in 't Veld, A. J. (2003). Micro-abrasive wear of semi-crystalline polymers. In: Dalmaz, G. and Lubrecht, A., editors, *Tribological Research and Design for Engineering Systems: Proceedings of the 29th Leeds–Lyon Symposium on Tribology held In Leeds, UK 3rd–6th September 2002*, Tribology and Interface Engineering Series, Amsterdam: p165–173.
- [95] Kruschov, M. M. (1957). Resistance of metals to wear by abrasion as related to hardness. *Conference on Lubrication and Wear: Proceedings, Institution of Mechanical Engineering*, London: p655–659.
- [96] Pintaúde, G. (2002). Análise dos regimes moderado e severo de desgaste abrasivo utilizando ensaios instrumentados de dureza. *Teste de Doutorado – EPUSP – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo*.
- [97] Meng, F., Tagashira K., Azuma R. & Sohma H. (1994). Role of Eta-carbide precipitations in the wear resistance improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1,4C tool steel by cryogenic treatment. *ISIJ International*, **34**(2): p205–210.
- [98] Yen, P. L. (1997). Formation of fine Eta-carbides in special cryogenic and tempering process key to improve properties of alloy steels. *Industrial heating*. **14**: p40–44.

## **APÊNDICES**

# APÊNDICE A: TECNICAL DELIVERY SPECIFICATION FOR MARTENSITIC STAINLESS STEEL ASTM A 743 CA6NM

## TECHNICAL GROUP STANDARD

### TDS Technical Delivery Specification for Martensitic Stainless Steel

*ASTM A 743 Grade CA-6 NM*

This document is available also in German.

Index		Page
1	Design	2
2	Pattern	2
3	Material Properties	2
4	Mechanical Test	2
5	Post Weld Heat Treatment	3
6	Non-destructive Test	3
7	Welding Repairs	3
8	Visual and Dimensional Inspection	3
9	Cleaning and contamination Control	3
10	Identification	3
11	Certificate	4
12	Acceptance	4

Rev.	Date	REVISION	Author	Approved		Name	Date
0	03.06.97		J. Kehrlé	R. Secret	Drawn	J. Kehrlé	14.05.97
1	28.05.98	Mecanical Testing	J. Kehrlé	G. Kräft	Sign.	<i>G. Kräft</i>	
2	03.06.98	General revision	J. Kehrlé	M. Wüst			
					Checked	G. Kräft / L. Müller	16.05.97
					Sign.	<i>L. Müller</i>	
					Approved	R. Secret	28.05.97
					Sign.		
<i>Copy Right by Voith.</i>							
<b>VOITH SIEMENS</b> HYDRO POWER GENERATION			TDS 4.90-3075 e		Technical Delivery Specification for Martensitic Stainless Steel		

K:\e\_Tds3075.doc / wb 6939 Keh / 2002-08-29

1

**Material :           ASTM A 743 Grade CA-6NM**

**Martensitic Stainless Steel Casting - according to ASTM A 743 Grade CA-6NM.**

**Design**

Cast and machined according to the referenced drawing. In each case the foundry is responsible that the casting meets the required dimensions. The Foundry shall take all measures necessary to meet the requirements agreed upon.

The casting must be of uniform quality, free from clustered porosities large non-metallic inclusions and cracks. The casting shall be marked with the supplier's identification. The test certificates and the pertinent castings must be match-marked with the supplier's identification.

Before machining the casting shall be measured carefully and the results shall be recorded. Stock material shall be equal on all surfaces.

**Pattern**

If the pattern is to be manufactured at the foundry the buyer will furnish a sufficient drawings showing the requirements for the castings. These drawings are to be checked by the foundry, whether their conditions regarding shape, casting, finish and testing have been considered.

If the buyer makes the pattern, the foundry shall state the shrinkage allowances and all other moulding and casting pattern requirements. In each case, the foundry is responsible that the casting meets the drawing requirements.

**Material Properties ASTM A 743 Grade CA - 6 NM**

Chemical Composition	C %	Mn %	Si %	Cr %	Ni %	Mo %	P %	S %	Cu % *	W % *	V % *	sRes % *
	≤ 0,06	≤ 1,00	≤ 1,00	11,5-14,0	3,5 - 4,5	0,4-1,0	≤ 0,04	≤ 0,03	≤ 0,50	≤ 0,10	≤ 0,05	≤ 0,50
Mechanical Properties	Rm	Rp0.2	A4	Z	Av	Av	HB					
	MPa	MPa	%	%	J	(CHARPY) °C						
	≥ 755	≥ 550	≥ 15	≥ 35	≥ 54	20	≤ 285					

**Mechanical Testing**

Test coupon size, location and quantity shall be determined by the foundry unless otherwise specified, and they shall be removed after normalizing and tempering.

Mechanical testing shall be determined from blocks representing each heat. Testing required in each block shall be 1 tension test specimen, and 3 impact test specimen, according to ASTM A 370.

Supplementary requirements include the following:

**Impact**

Charpy impact tests per ASTM A 370 and E 23 are required. The „V“ notch impact test specimens shall have 54 joules (40 ft-lbs) energy absorption at 20°C.

**Hardness Test**

Three hardness checks per ASTM A 370 are required. These may be taken from the end of tensile test specimen or from the actual component. The maximum allowable hardness shall be 285 HB unless otherwise specified.

The requirement of the chemical composition refers to each heat of materials and shall conform to the requirements prescribed in ASTM A 743 Grade CA 6 NM. The steel shall be by the electric arc furnace process and be vacuum or argon oxygen decarburized.

<b>VOITH SIEMENS</b> HYDRO POWER GENERATION	<b>TDS</b> <b>4.90-3075 e</b>	<b>Technical Delivery Specification</b> <b>for</b> <b>Martensitic Stainless Steel</b>
--	----------------------------------	---

### **Post Weld Heat Treatment**

All heat treatments shall be recorded and test records shall be prepared.

### **Non Destructive Examination**

Areas, procedures and acceptance criteria shall be in accordance with specific **Quality Sheet**.

Non Destructive Examination shall be performed in accordance with approved supplier procedures, based on CCH 70.3 and ASME Code Section V and by qualified personnel, according to the practical recommendation SNT TC 1A, by Level I and/or II or similar qualified personnel.

### **Welding Repairs according WP 4.90-3078e**

Welding repairs shall be done with procedures and welders qualified according to ASME Section IX using filler metals similar to the base material.

All excavations prepared by welding repairs shall be examined by MT according to ASTM E 709 and ASME Section VIII appendix 7 as follows:

<b>Defect Type</b>	<b>Grade</b>
Linear discontinuity	None
Shrinkage	1
Inclusions	3
Chills and Chaplets	None
Porosity	1

Classification of defects (foundry excavations or welding repairs for dimension correction) according to **WP 4.90-3078e**. Necessity of Post Weld Heat Treatment (PWHT) in welding repair according to **WP 4.90-3078e** Contact Voith to avoid double PWHT in case of further repairs after first PWHT.

All repaired areas shall be examined by MT according to acceptance criteria of base material. If PT, UT and RT are required, examination and acceptance criteria shall be in accordance of respective **Quality Sheet**.

### **Visual and Dimensional Inspections**

Visual examination according to **EP 4.90-3076e**

Dimensional and hydraulic inspection according to respective drawing.

### **Cleaning and Contamination Control**

According to **EP 4.90-3080e**

### **Identification**

Each casting shall be marked for identification according to drawing.

<b>VOITH SIEMENS</b> HYDRO POWER GENERATION	TDS 4.90-3075 e	Technical Delivery Specification for Martensitic Stainless Steel
--	--------------------	--

### **Certificates**

The following certificates shall be furnished to customer according to **DIN EN 10204**.

- |                           |              |
|---------------------------|--------------|
| - Chemical composition    | - type 2.3   |
| - Mechanical properties   | - type 3.1.C |
| - Heat treatments         | - type 3.1.B |
| - Major defects map       | - type 3.1.B |
| - Dimensional record      | - type 3.1.C |
| - Non-destructive results | - type 3.1.C |

### **Acceptance**

The final acceptance shall be after receipt of all certificates, as mentioned above are received by Voith. We reserve the right to attend a raw casting acceptance inspections.

<b>VOITH SIEMENS</b> HYDRO POWER GENERATION	TDS 4.90-3075 e	Technical Delivery Specification for Martensitic Stainless Steel
--	--------------------	--

K:\e\_Tds3075.doc / wb 6939 Keh / 2002-08-29

4

# APÊNDICE B: RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO DO AÇO CA6NM FORNECIDO PELO PROVEDOR.

<b>KUERNER</b> <b>S.C. I.M.G.B. S.A.</b>		<b>HEAT TREATMENT REPORT No. .... 63</b>				Customer: Order No.: <b>9844</b>
PRODUCT: P.O.:		Specific No.: <b>T31/2002 RW-02</b>				Specific No.: <b>T31/2002 RW-02</b>
MATERIAL Steel grade <b>CA6NM</b>	Dimensions	Heat treatment <b>B.H.T</b>	Heating v (°C/h)	Maintaining T (°C)    t (hr, min)		Cooling In furnace    (°C)
				SPECIFIC No.: <b>T31-2002 RW-02</b>		
<b>RECORD OF HEAT TREATMENT</b>						
Prepared by: <i>Nicola V. ...</i>	Heat treatment shop: <i>EXE - Oliveira</i>	QC Control Chief <i>S. ...</i>		Date: <b>21.05.2001</b>		
1. Name of article: <b>RUNNER 2400</b>			2. Drawing No.: <b>TFU 1484032-20/14-02</b>			
3. Heat number + article number: <b>3557 + 21016</b> <b>105443-3</b>						