



ESTUDO DA EVOLUÇÃO DO REVENIMENTO APÓS TRATAMENTO CRIOGÊNICO DE UM AÇO FERRAMENTA AISI D2 POR MEIO DE POTENCIAL TERMO-ELÉTRICO¹

Paula Fernanda da Silva Farina²

Celso Antonio Barbosa³

Michel Perez⁴

Hélio Goldenstein⁵

Resumo

Neste trabalho foi realizado um estudo da sequência de precipitação de carbonetos de revenido por meio da técnica global de potencial termo-elétrico. As amostras foram austenitizadas a 1.040°C e temperadas em água. Após a têmpera as amostras seguiram rotas distintas previamente ao revenimento: i) somente têmpera; ii) têmpera + alívio de tensões + tratamento criogênico por 24 horas; e iii) têmpera + tratamento criogênico por 2 horas; e iv) têmpera + tratamento criogênico por 24 horas. O estudo do revenimento foi realizado determinando-se o valor do potencial termo-elétrico da amostra para tempos crescentes de permanência à temperatura isotérmica. As temperaturas de revenimento foram: 130°C, 210°C, 350°C, 450°C e 520°C. Verificou-se que, no primeiro estágio do revenimento, ocorre a precipitação de maior número de carbonetos nas amostras com têmpera + tratamento criogênico e que as reações deste primeiro estágio são fortemente atrasadas devido à inserção da etapa de alívio de tensões. No último estágio do revenimento, verificou-se que o crescimento dos carbonetos de revenido é favorecido quando não há a etapa de tratamento criogênico ou a mesma é antecedida pelo tratamento térmico de alívio de tensões.

Palavras-chave: Tratamento criogênico; Carbonetos de revenido; Potencial termo-elétrico.

A STUDY OF THE TEMPER EVOLUTION OF AN AISI D2 TOOL STEEL AFTER CRYOGENIC TREATMENT BY THERMO-ELECTRIC POWER MEASUREMENTS

Abstract

In this work it was studied the temper carbides precipitation path by the global technique of thermo-electrical power. The samples were austenitized at 1.040°C for 40 minutes and quenched in water. After quench the samples followed different paths previously to temper: i) just quenched; ii) quench + stress relief + cryogenic treatment for 24 hours; iii) quench + cryogenic treatment for 2 hours; and iv) quench + cryogenic treatment for 24 hours. The temper study was carried out by the determination of the thermo-electric power value for the rising holding times at isothermal temperature. The temper temperatures were: 130°C, 210°C, 350°C, 450°C and 520°C. It was verified that, in the first stage of tempering, in the samples with quench + cryogenic treatment occurs a faster precipitation of carbides and that in the specimens with the stress relief treatment the reactions of this first temper stage are delayed. In the last stage of tempering, it was verified that the growth of the carbides is facilitated by a smaller number of carbides (without the cryogenic treatment or with stress relief treatment previously to cryogenic treatment).

Key-words: Cryogenic treatment; Temper carbides; Thermo-electric power.

¹ Contribuição técnica ao 9º Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, 10 e 11 de agosto de 2011, São Paulo, SP.

² Dra., membro da ABM, Professora da Faculdade de Tecnologia Arthur de Azevedo, Mogi Mirim – SP, Brasil, e-mail: pfsilva2@gmail.com

³ Engenheiro Metalurgista, membro da ABM, Gerente de Tecnologia da Villares Metals S. A., Sumaré - SP, Brasil, e-mail: celso.barbosa@villares.com.br.

⁴ PhD, Professor Titular do Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, França, e-mail: Michel.Perez@insa-lyon.fr

⁵ Dr., membro da ABM, Professor Titular do Departamento de Eng. Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Brasil, e-mail: hgoldens@usp.br

1 INTRODUÇÃO

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento térmico com grandes efeitos nas propriedades dos aços tratados termicamente, especialmente em aços ferramenta. A ele são atribuídas melhoras na resistência ao desgaste e na tenacidade dos aços ferramenta. No entanto, os micromecanismos propostos para explicar os fenômenos que ocorrem na microestrutura durante a permanência em temperaturas criogênicas e no aquecimento subsequente (até a temperatura ambiente ou revenimento) não estão estabelecidos de forma clara.

Os principais mecanismos propostos estão relacionados com a: (a) transformação martensítica, sendo eles: transformação da austenita retida (γ_R) em martensita (α')⁽¹⁻³⁾ decomposição e condicionamento da martensita,⁽³⁻⁵⁾ transformação isotérmica da martensita;⁽⁶⁾ ou com (b) a precipitação^(3,7) ou aumento da fração volumétrica^(4,5) de carbonetos η (eta).

São descritos resultados na literatura nos quais é atribuído ao tratamento criogênico um refinamento dos carbonetos secundários micrométricos.⁽⁸⁾ No entanto, em trabalho anterior, foi verificado que, como previsto metalurgicamente, não há tempo suficiente para a precipitação de tais carbonetos em temperaturas criogênicas ou no revenimento subsequente.⁽⁹⁾

Além das dúvidas em relação aos micromecanismos envolvidos no processo de tratamento criogênico, a literatura apresenta diferentes nomenclaturas (as quais dificultam para o leitor leigo entender de que processo se trata), como pode ser observado na Tabela 1.

Tabela 1. Nomenclaturas apresentadas na literatura para o tratamento criogênico

-60°C a -80°C	-125°C a -196°C	Referência
Tratamento Criogênico	Tratamento Criogênico	(1)
Tratamento a Frio (Cold Treatment)	Tratamento Criogênico Profundo - TCP (Deep Cryogenic Treatment - DCT)	(10)
Tratamento Subzero	Tratamento Criogênico Profundo - TCP	(11)
Tratamento Criogênico Raso – TCR (Shallow Cryogenic Treatment – SCT)	Tratamento Criogênico Profundo - TCP	(12)

O dicionário Larousse da Língua Portuguesa⁽¹³⁾ define:

i) criogenia como: “Parte da física que se dedica à produção e manutenção de baixas temperaturas e ao estudo das propriedades da matéria e dos sistemas a elas submetidos.”; e ii) criotemperatura como: “Temperatura baixa, inferior, por convenção, a 120 K” (120 K = -153°C). Assim, buscando ser fiel à língua portuguesa e à literatura técnica, propõe-se a utilização dos termos: i) tratamento subzero (TSZ) quando tratar de temperaturas em torno de -80°C (193 K - temperatura do gelo seco); e ii) tratamento criogênico (TC) quando tratar de temperaturas em torno de -196°C (77 K - nitrogênio líquido).⁽¹⁴⁾

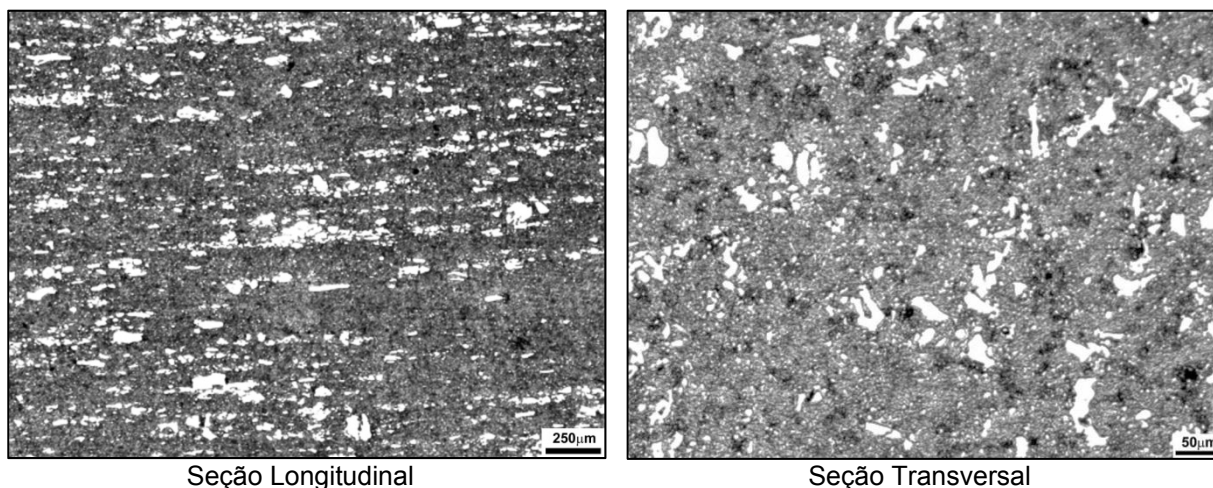
A inserção da etapa de alívio de tensões, apesar de não ser tratada isoladamente pela literatura sobre tratamentos criogênicos, aparece em alguns trabalhos, inclusive no trabalho de Meng et al.⁽⁷⁾ que vem sendo o trabalho mais citado nesta área. A etapa de alívio de tensões é importante no procedimento industrial para evitar que matrizes com geometrias complexas, onde o custo da usinagem muitas vezes sobressai ao custo do material, trinquem devido a gradientes térmicos durante o tratamento térmico.



Este trabalho tem por objetivo estudar por meio de uma técnica global (ensaio de potencial termo-elétrico) o revenimento do aço AISI D2, com diferentes condições pré-revenimento, visando identificar as possíveis mudanças na cinética de precipitação de carbonetos de revenido em amostras com e sem tratamento criogênico e com e sem alívio de tensões entre a têmpera e o tratamento criogênico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os experimentos foram realizados com amostras do aço ferramenta AISI D2 para trabalho a frio, lingotado convencionalmente e laminado a quente até o diâmetro de 52 mm com grau de deformação de aproximadamente 90 vezes. O diâmetro da barra foi escolhido de forma que fosse possível retirar os diversos tipos de corpos de prova e, além disso, que toda a estrutura bruta de fundição fosse quebrada, com carbonetos distribuídos de forma mais homogênea. As amostras foram sempre retiradas do meio raio da barra e a microestrutura inicial é apresentada na Figura 1. O aço foi produzido pela Villares Metals S.A. (Sumaré – Brasil) sob a nomenclatura VD2, e sua composição química é apresentada na Tabela 2.



Seção Longitudinal

Seção Transversal

Figura 1. Microestrutura do aço AISI D2. Estado inicial na condição recozida. Microscopia ótica. Ataque: Villela.

Tabela 2. Composição química do aço AISI D2 em % peso, Fe - balanço

C	Mn	Si	Cr	V	Mo
1,51	0,36	0,35	11,9	0,78	0,73

Para realização dos ensaios de TEP (*Thermo-Electric Power*, Potencial Termo-Elétrico) foram utilizadas amostras com as seguintes dimensões: 50x4x1 mm. As amostras foram submetidas a quatro ciclos iniciais, diferentes entre si, conforme a Tabela 3.

Tabela 3. Identificações dos ciclos térmicos realizados previamente aos tratamentos isotérmicos em temperaturas de revenimento

Ciclo 1	1040°/ 40min (água) + tratamento isotérmico
Ciclo 2	1040°/ 40min (água) + -196°C/ 2h + tratamento isotérmico
Ciclo 3	1040°/ 40min (água) + -196°C/ 24h + tratamento isotérmico
Ciclo 4	1040°/ 40min (água) + 130°C/ 1,5h + -196°C/ 24h + tratamento isotérmico

Os ensaios de TEP (ou efeito *Seebeck*) foram realizados no laboratório Mateis do INSA-Lyon, conforme procedimento experimental apresentado por Perez, Massardier e Kleber.⁽¹⁵⁾ A determinação do TEP foi feita de forma cumulativa, ou seja, para um dado ciclo inicial e uma dada temperatura de tratamento isotérmico, a amostra foi submetida ao tratamento isotérmico por tempos crescentes para a mesma amostra (ou seja, 1 min; 2 min = condição anterior + 1 min, e assim por diante). As temperaturas de tratamento isotérmico foram: 130°C, 210°C, 350°C, 450°C e 520°C.

A Figura 2a apresenta a vista geral do equipamento utilizado para determinação do TEP e a Figura 2b apresenta a representação esquemática da amostra com respectivos blocos de cobre. As amostras foram colocadas no equipamento e fixadas aos dois blocos do metal de referência (cobre). Os dois blocos são mantidos às temperaturas T (15°C) e $T + \Delta T$ (25°C). As temperaturas das duas junções são determinadas por um termopar ultra-fino localizado logo abaixo da superfície do bloco de referência. O TEP relativo é dado pela temperatura média das duas amostras.

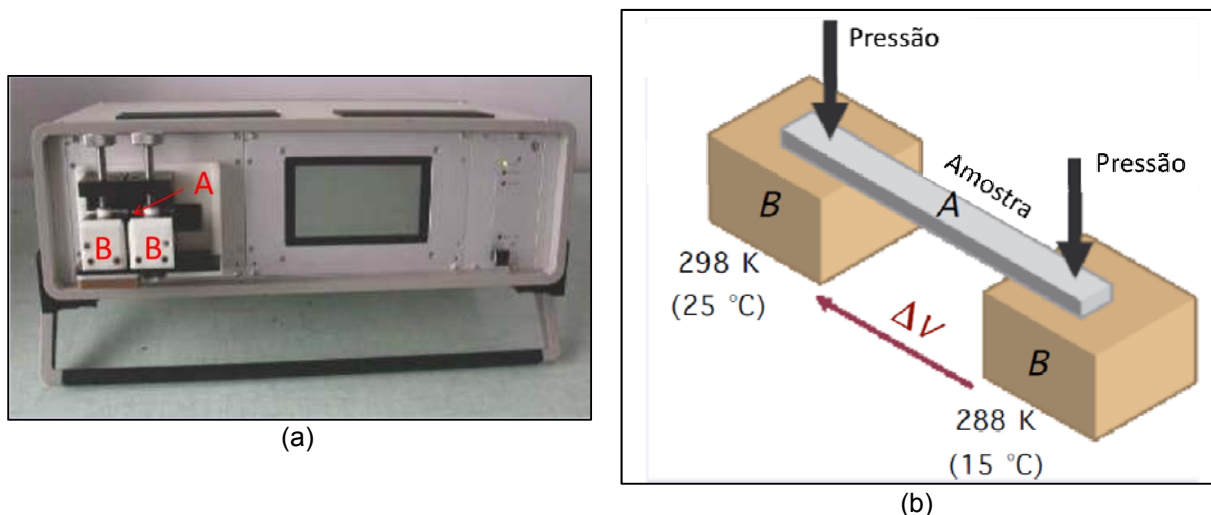


Figura 2. (a) vista geral do equipamento utilizado para determinação do TEP, ou coeficiente de *Seebeck*; e (b) representação esquemática da amostra (A) e dos blocos de cobre (B), com as respectivas diferenças de temperatura que causam uma diferença de potencial ΔV .⁽¹⁵⁾

Para a determinação do TEP, considere um circuito aberto B/A/B composto por dois metais A e B (Figura 2b). Se for criada uma diferença de temperatura entre as duas junções A/B deste circuito, surgirá uma diferença de voltagem (ΔV) entre os dois segmentos B. O TEP (S_{AB}) de tal circuito, também conhecido como coeficiente de *Seebeck*, é definido por:

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T}$$

S_{AB} é o TEP relativo do metal A em relação ao metal B, ou seja, é a diferença entre o TEP absoluto dos dois metais:

$$S_{AB} = S_A^* - S_B^*$$

3 RESULTADOS

A Figura 3 apresenta os valores de Δ TEP obtidos em função do tempo de permanência nas diferentes temperaturas de tratamento isotérmico: (a) 130°C; (b) 210°C; (c) 350°C; (d) 450°C; e (e) 520°C.

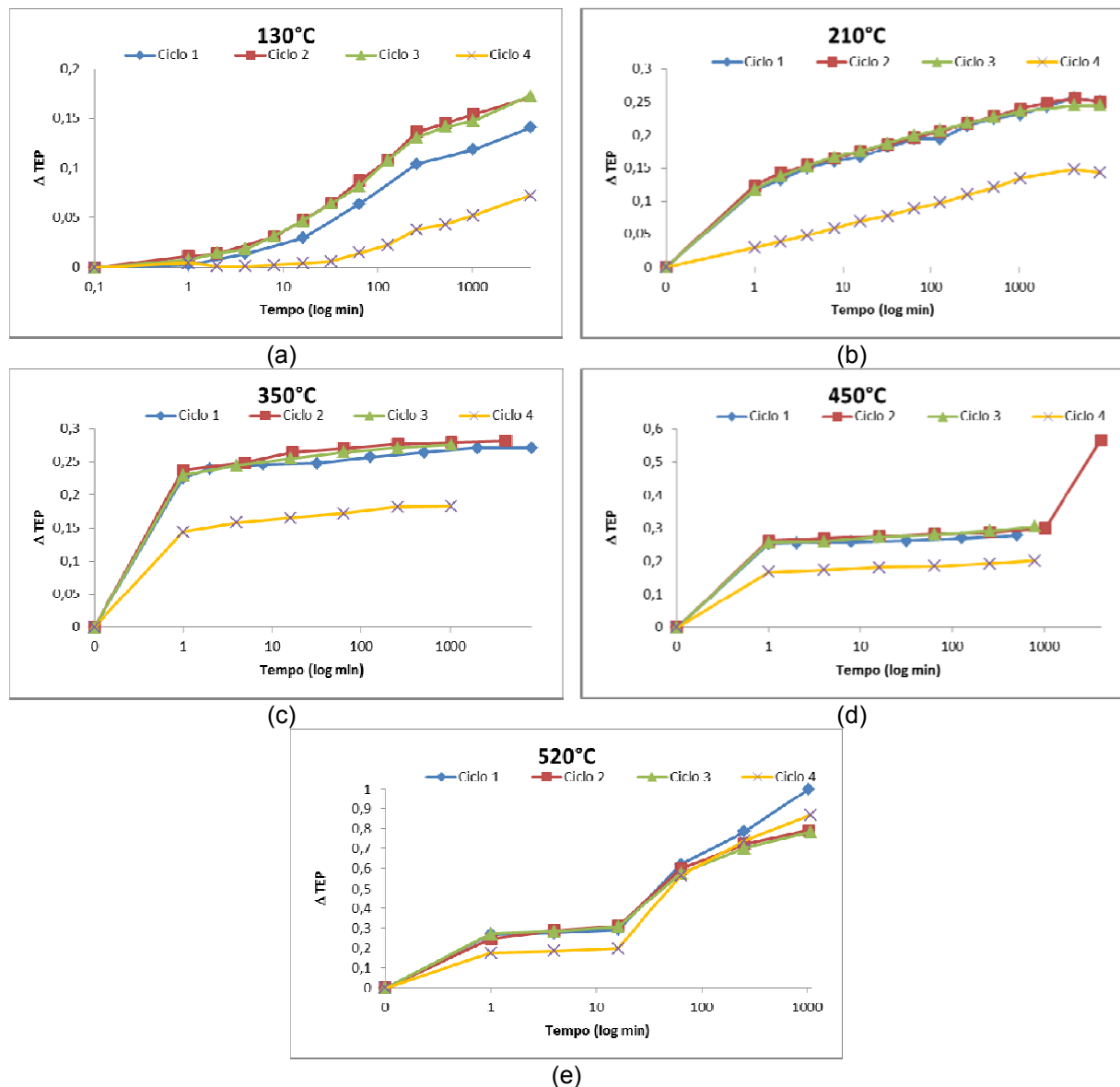


Figura 3. Evolução do Δ TEP em função do tempo de permanência à temperatura isotérmica. (a) 130°C; (b) 250°C; (c) 350°C; (d) 450°C; e (e) 520°C. Curvas com o tempo em escala logarítmica, mostrando a característica sigmoideal das mesmas. Ciclo 1: T + Tisotérmico; Ciclo 2: T + TC/2h + Tisotérmico; Ciclo 3: T + TC/24h + Tisotérmico; Ciclo 4: T + AT + TC/24h + Tisotérmico. Aço AISI D2.

Observa-se na Figura 3, que:

- A 130°C os valores de Δ TEP para o ciclo 4 (com alívio de tensões e tratamento criogênico) são os menores e são seguidos pelo ciclo 1 (somente temperados). No entanto, a forma das curvas é a mesma para os quatro ciclos.
- Na temperatura de 250°C, os valores de Δ TEP do ciclo 4 continuam sendo os mais baixos se comparados aos demais ciclos. Ao mesmo tempo em



que os valores de Δ TEP para o ciclo 1 atingem os mesmos valores dos ciclos 2 e 3 (tratamento criogênico por 2 h e 24 h).

- A 350°C observa-se o mesmo comportamento que a 250°C em relação à posição das curvas, com o ciclo 4 apresentando valores inferiores para o Δ TEP. No entanto, surge um patamar após o aumento inicial nos valores de Δ TEP.
- A 450°C observa-se comportamento similar ao de 350°C. Note que o último ponto do ciclo 2 não é comparável aos demais ciclos (por corresponder a um tempo maior), no entanto, mostra que, para tempos crescentes ocorreria uma mudança na inclinação das curvas.
- Para a temperatura de 520°C, após o patamar, observa-se 3 novas inclinações das curvas. Na primeira observa-se que os valores de Δ TEP do ciclo 4 atingem valores iguais aos dos demais ciclos. Nas inclinações subsequentes, observa-se que os valores de Δ TEP do ciclo 4 ultrapassam os valores dos ciclos 2 e 3 e que o ciclo 1 apresenta os maiores valores. Na terceira inclinação, observa-se também que para os ciclos 2 e 3 há uma tendência de estabilização dos valores de Δ TEP.
- Para todas as temperaturas, os valores de Δ TEP das amostras dos ciclos 2 e 3, tratadas criogenicamente por 2 h e 24 h, apresentaram os mesmos valores.

4 DISCUSSÃO

A Figura 4 apresenta os valores de Δ TEP em função do parâmetro empírico de Hollomon-Jaffe (P) – $P = T (k + \log t)$; onde T é a temperatura em Kelvin; k é a constante de Hollomon-Jaffe que depende do material, sendo 20 o valor mais comumente utilizado para aços⁽¹⁶⁾ (e utilizado neste trabalho) e t é o tempo em minutos de permanência à temperatura isotérmica. O parâmetro de Hollomon-Jaffe é uma relação clássica entre tempo e temperatura em reações de revenido.⁽¹⁷⁾

A queda abrupta na curva em torno de $P=9.500$ pode ser devido ao não ajuste com o parâmetro P utilizado ou devido a uma modificação no fenômeno que está ocorrendo. Neste trabalho será considerada a segunda opção, mudança de mecanismo (que pode estar associada ao ajuste imperfeito da curva).

Na Figura 4a observa-se o comportamento geral para os cinco ciclos térmicos, apresentando curvas sigmoidais (curva típica de transformações de fases em função do tempo e da temperatura). É possível separar cada curva em cinco estágios, de acordo com a inclinação das curvas, sendo eles:

- estágio 1: P variando de ~7.500 até ~9.500;
- estágio 2: P variando de ~9.500 até ~11.500;
- estágio 3: P variando de ~11.500 até ~16.500;
- estágio 4: P variando de ~16.500 até ~17.200; e
- estágio 5: P acima de 17.200.

No estágio 1 (Figura 4b), fica evidente a diferença entre os ciclos com TC e sem AT (ciclos 2 e 3) e os demais. Aparentemente todos os ciclos possuem curvas com a mesma forma, indicando que os mesmos fenômenos devem estar ocorrendo, no entanto, com cinética diferente. O ciclo com AT (ciclo 4) apresenta a menor inclinação no estágio 1, sendo provavelmente o AT responsável por inibir o mecanismo predominante. O ciclo 1 nitidamente tem sua cinética neste tempo inicial atrasada em relação aos ciclos 2 e 3. Ao estágio 1 foi atribuído o agrupamento de átomos de carbono e nucleação de carbonetos.

Nos estágios 2 e 3 (Figuras 4b e 4c), a curva do ciclo 1 atinge os mesmos valores das curvas dos ciclos 2 e 3, indicando que neste segundo estágio a cinética é a mesma para os três ciclos. A curva do ciclo 4 continua com valores de Δ TEP inferiores. Ao estágio 2 foi atribuído o crescimento dos carbonetos do primeiro estágio do revenimento e ao estágio 3 a transformação *in situ* dos carbonetos do primeiro estágio do revenimento para cementita (além disso, atribui-se a este estágio a transformação da austenita retida em martensita).⁽¹⁸⁾

No estágio 4 (Figura 4d), a curva do ciclo 4 apresenta maior inclinação atingindo os valores de Δ TEP dos demais ciclos. Tendo sido atribuído a este estágio a transformação *in situ* da cementita para carbonetos de liga.

E, por fim, no estágio 5 (Figura 4d), as curvas dos ciclos 1 e 4 ultrapassam as curvas dos ciclos 2 e 3, indicando que neste estágio a cinética é favorável aos ciclos 1 e 4. A este estágio foi atribuído o crescimento dos carbonetos de liga.

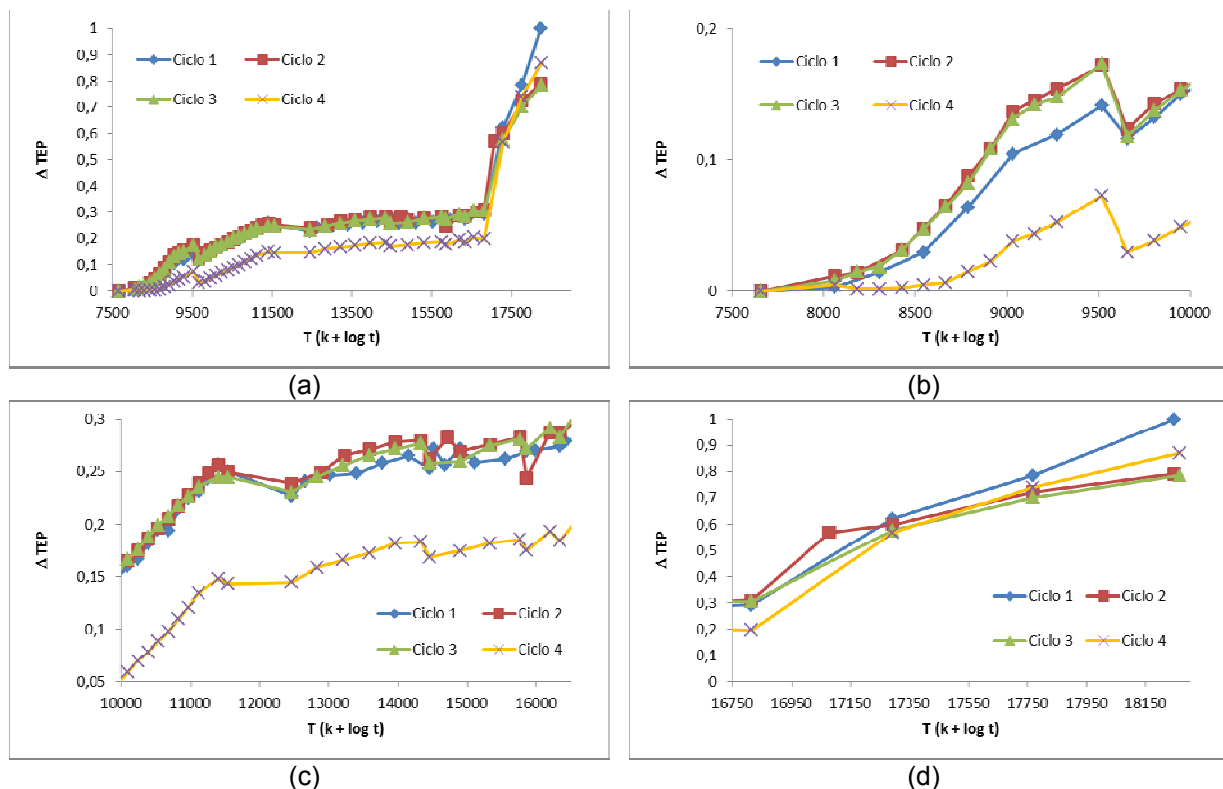


Figura 4. Evolução do Δ TEP em função do parâmetro de Hollomon-Jaffe. (a) curvas completas; (b) destaque para os tempos iniciais; (c) destaque para os tempos intermediários; e (d) destaque para os tempos finais. Ciclo 1: T + Tisotérmico; Ciclo 2: T + TC/2h + Tisotérmico; Ciclo 3: T + TC/24h + Tisotérmico; Ciclo 4: T + AT + TC/24h + Tisotérmico. Aço AISI D2.

Comparando-se as curvas de evolução do Δ TEP com resultados anteriores,^(12,16) apresentados de forma resumida na Figura 5 e na Tabela 4, foi proposto um mecanismo de evolução dos carbonetos (Figura 6). Este mecanismo baseia-se na generalização da hipótese de que os carbonetos de equilíbrio precipitados no revenido a 520°C precipitam-se *in situ* nucleando sobre os carbonetos metaestáveis precipitados anteriormente, como demonstrado recentemente em aços para trabalho a quente.⁽¹⁹⁾ Assim os carbonetos M_7C_3 precipitam-se sobre os carbonetos M_3C que por sua vez precipitam-se sobre os carbonetos metaestáveis de baixa temperatura (ϵ ou ϵ').

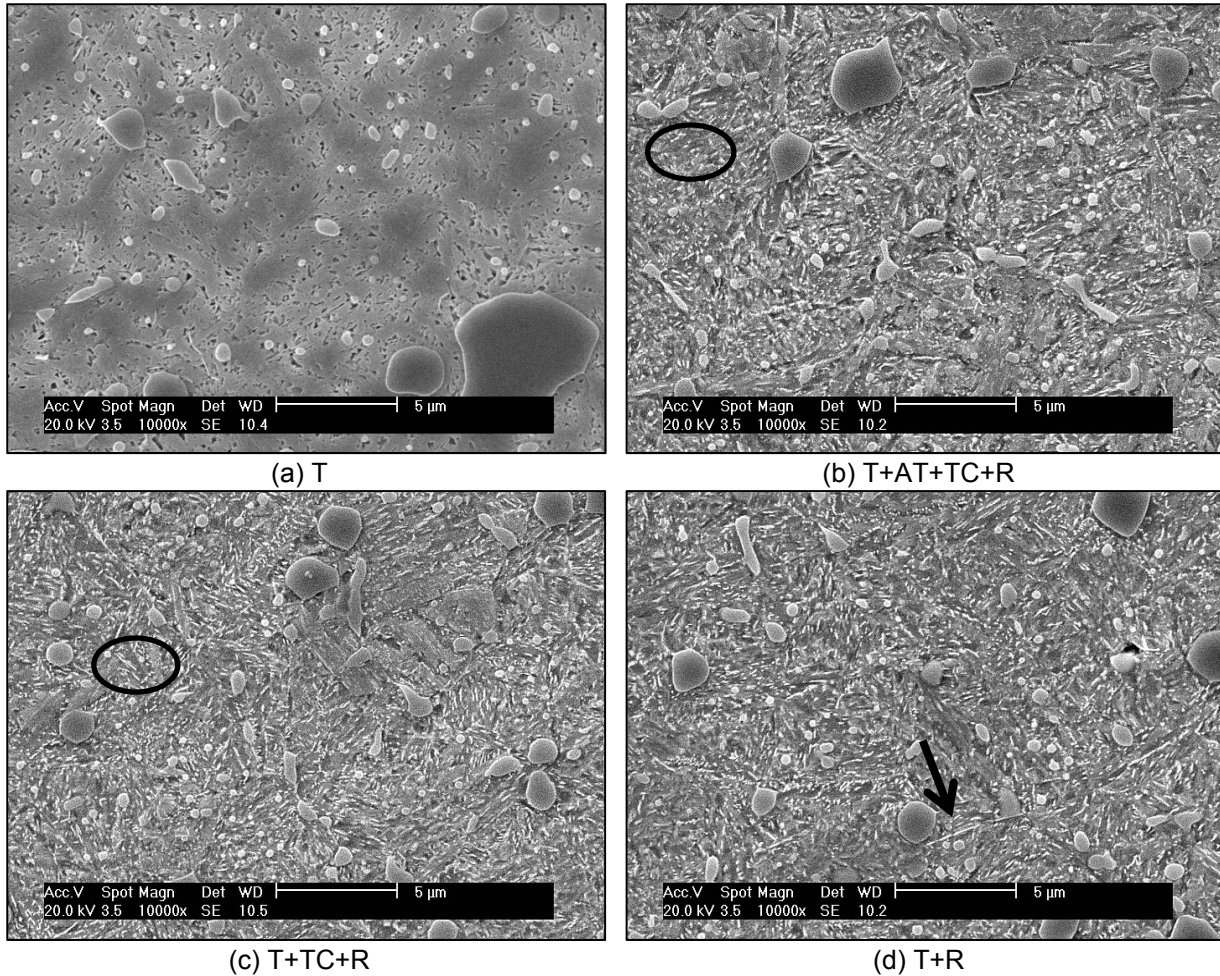


Figura 5. Microestruturas das amostras como temperada e após duplo revenimento mostrando a presença dos carbonetos nanométricos de revenido, além de carbonetos eutéticos e secundários e possível austenita retida (a). Todas as amostras foram austenitizadas a 1.040°C por 40 minutos e resfriadas em óleo (T), todos os duplos revenimentos foram realizados a 520°C/2h cada (R), o alívio de tensões foi realizado a 130°C/90min (AT), o tratamento criogênico foi realizado por imersão em nitrogênio líquido por 30 horas (TC). Ataque: Villela/10s. MEV – elétrons secundários. Aço AISI D2.^(14,20)

Tabela 4. Fração volumétrica de austenita retida, parâmetro a da austenita, relação c/a dos parâmetros da martensita e fração volumétrica de carbonetos de revenido. T: temperado (1040°C/40min, resfriamento em óleo); TC: tratamento criogênico (imersão em nitrogênio líquido por 30 horas); e AT: alívio de tensões (130°C/90min). Resultados obtidos por meio de análise de Rietveld dos difratogramas obtidos por radiação com luz síncrotron no LNLS. Aço AISI D2^(14,20)

Condição	Condição Pré-Revenimento				Condição Pós-Revenimento*		
	%γ _R	aγ (Å)	%Cγ**	c/a α'	Carbonetos de Revenido		
					M ₇ C ₃	M ₂ C	Total
T	11,58	3,590	0,59	1,0179	1,83	0,93	2,76
T+TC	10,02	3,588	0,45	1,0174	1,71	1,10	2,81
T+AT+TC	15,56	3,599	0,66	1,0133	0,88	0,48	1,36

* Duplo revenimento a 520°C/2h cada; ** Porcentagem de carbono na austenita calculada com a equação: $a\gamma = 3,564 + 0,044 \times \%C$.

Na condição inicial representada na Figura 6, é apresentada uma α' enriquecida em carbono, contendo defeitos internos no reticulado cristalino. No estágio 1, temperaturas de 130°C e 210°C, ocorre o agrupamento de C seguido da precipitação de carboneto de Fe (η ou ϵ). Neste primeiro estágio, a diferença de



comportamento dos ciclos 1 e 2 foi atribuída à maior fração volumétrica de austenita retida presente na condição pré-revenimento e também a uma estrutura modulada da martensita mais grosseira. Com base nos dados da literatura^(7,21) pode-se fazer a hipótese de que em temperaturas criogênicas está ocorrendo um envelhecimento da α' virgem. Este envelhecimento produz uma estrutura modulada (devido à decomposição espinodal) com regiões enriquecidas em carbono. Da mesma forma, ocorre envelhecimento da α' nas amostras sem TC. No entanto, este envelhecimento é mais pronunciado nas amostras com TC produzindo uma estrutura modulada mais fina, que por sua vez influenciará na precipitação, produzindo uma maior população de carbonetos na 1ª etapa do revenimento.

No estágio 2 ocorre o crescimento deste carboneto de ferro. A diferença de comportamento do ciclo 4 foi atribuída ao forte efeito de estabilização da austenita retida causada pelo tratamento térmico de alívio de tensões, que dificultou o crescimento dos carbonetos. O ciclo 1, no entanto, apesar de conter menor população de carbonetos, não apresentou restrições para o seu crescimento.

No estágio 3, provavelmente ocorre uma etapa intermediária entre os estágios 2 e 4 em relação aos carbonetos com a precipitação de cementita e ocorra também a decomposição da austenita retida (não total).

No estágio 4, temperaturas de 450°C e 520°C, ocorre a precipitação de carbonetos de liga, carbonetos secundários de revenido. No estágio 5 é representado um crescimento deste carboneto de liga. As maiores inclinações das curvas dos ciclos 1 e 4 indica maior crescimento destes carbonetos para as condições de pré-revenimento.

Neste modelo proposto, assume-se que a sequência de precipitação de carbonetos ocorre sempre *in situ* nos carbonetos pré-existentes, o que justificaria o efeito do TC de refinar os carbonetos. Há evidências na literatura⁽²²⁾ de que em ligas contendo cromo (em um aço baixa liga) a cementita precipita a partir de um carboneto M_2C formado no primeiro estágio do revenido (poderia ser considerado o $\eta\text{-Fe}_2\text{C}$).

Os resultados aqui apresentados, aliados aos resultados anteriormente apresentados^(14,20) e às evidências da literatura (de que ocorre um envelhecimento da martensita com decomposição espinodal da mesma em temperaturas criogênicas) podem explicar o refinamento e maior fração volumétrica dos carbonetos de revenido com a inserção do tratamento criogênico ao ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2. Ou seja, devido ao envelhecimento da martensita, com regiões enriquecidas e empobrecidas em carbono (decomposição espinodal), no tratamento criogênico, haverá mais sítios para nucleação de carbonetos. O maior número de carbonetos facilitará a difusão de elementos substitucionais, os carbonetos crescerão e o TC propiciará maior fração volumétrica dos mesmos. No entanto, nas amostras em que o número de carbonetos precipitados é menor, haverá maior crescimento dos mesmos.

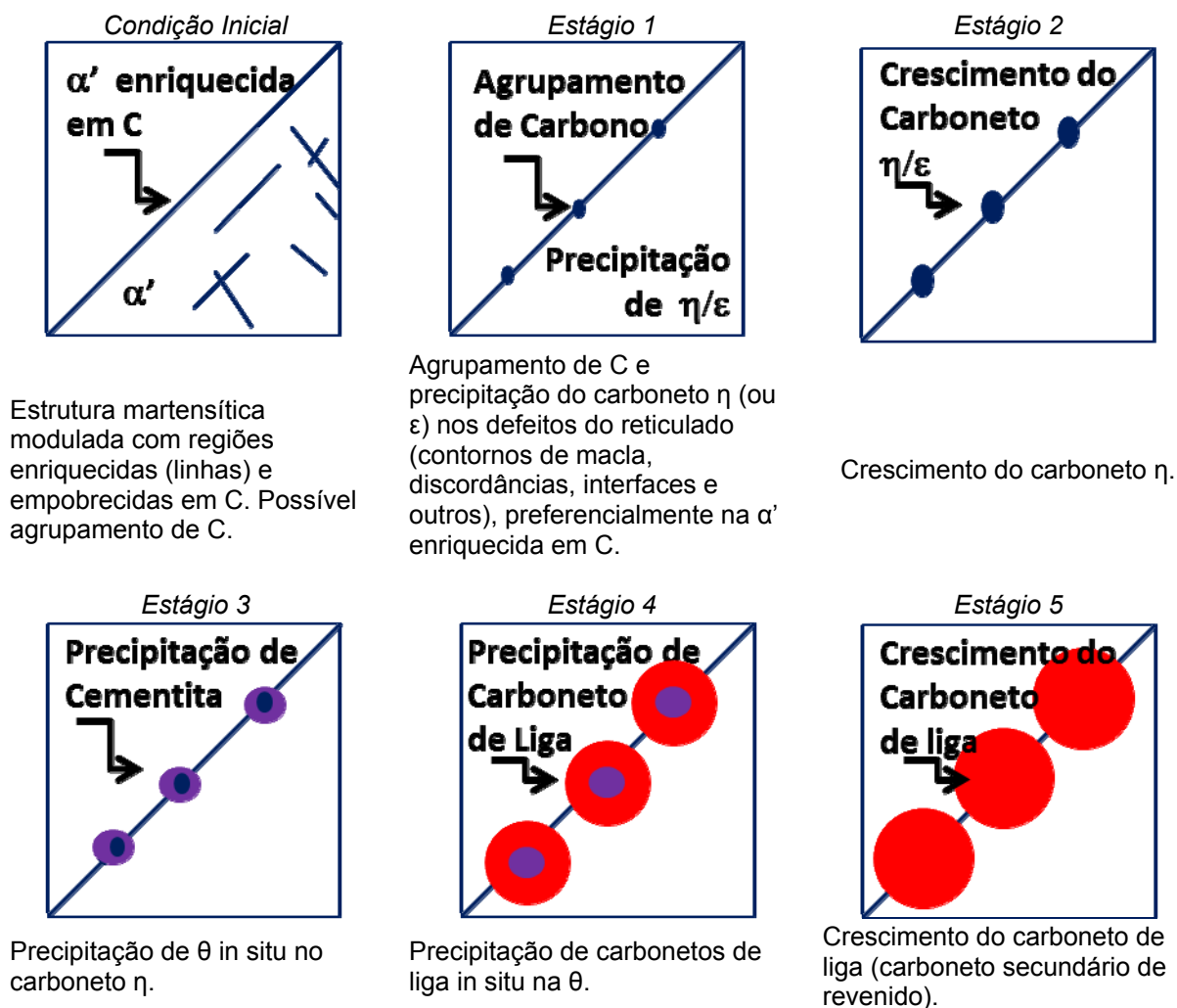


Figura 6. Representação esquemática dos mecanismos propostos para a evolução do Δ TEP em função do tempo e da temperatura.

Note que para um revenimento duplo a 520°C/2h cada, o valor do parâmetro de Hollomon-Jaffe é de 17.750. Para este valor, o Δ TEP da amostra sem AT e sem TC é o mais alto. Assim, os carbonetos da amostra sem AT e sem TC (ciclo 4) deveriam ser mais grosseiros do que os da amostra com AT+TC, o que não é observado na Figura 5. No entanto, o TEP foi realizado de forma cumulativa (tratamento isotérmico + resfriamento em água + medição do valor de TEP + tratamento isotérmico + etc.). Ou seja, provavelmente houve uma desestabilização da γ_R com os sucessivos aquecimentos e resfriamentos. Diferentemente do apresentado por Perez et al.,⁽¹⁵⁾ não houve estabilização do valor de Δ TEP, indicando que os carbonetos continuaram crescendo. Para haver estabilização do valor de Δ TEP deveria ter sido feito um tratamento isotérmico com temperatura superior às utilizadas ou tempos muito longo, ou seja, não foi atingida a saturação. No entanto, na Figura 6, para maiores valores do parâmetro P, há uma tendência a estabilização na evolução das curvas para os ciclos 2 e 3, indicando uma tendência à saturação. Assim, o tratamento criogênico apresenta-se também como um inibidor para o processo de super-revenimento.

Desta forma, este trabalho vem clarear e ajudar a desmistificar os fenômenos que ocorrem devido à inserção das etapas de criogênia e alívio de tensões ao ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2.



5 CONCLUSÕES

A cinética de precipitação de carbonetos no primeiro estágio do revenimento é facilitada com a inserção da etapa de tratamento criogênico entre a têmpera e o revenimento.

A inserção da etapa de alívio de tensões entre a têmpera e o tratamento criogênico provoca um atraso nas reações do primeiro estágio do revenimento, resultando em menor número (menor população) de carbonetos.

Devido ao maior número de carbonetos precipitados no primeiro estágio do revenimento, com a inserção da etapa de tratamento criogênico, os mesmos crescerão menos e ficarão mais finamente dispersos na matriz. Para tal afirmação, assume-se que a sequência de precipitação de carbonetos no revenido ocorre *in situ*, sendo: η (ou ϵ) \rightarrow θ \rightarrow M_7C_3 e M_2C .

Agradecimentos

Esta pesquisa foi financiada pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e pelo Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.

REFERÊNCIAS

- 1 BARRON, R. F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. **Cryogenics**, p. 409-413, Agosto 1982.
- 2 MOORE, K.; COLLINS, D. N. Cryogenic treatment of three heat-treated tool steels. **Key Engineering Materials**, v. 86-87, p. 47-54, 1993.
- 3 MENG, F.; TAGASHIRA, K.; SOHMA, H. Wear resistance and microstructure of cryogenic treated Fe-1.4Cr-1C bearing steel. **Scripta Metallurgica e Materialia**, v. 31, n.7, p. 865-868, 1994.
- 4 YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN, X. Deep cryogenic treatment of high speed steel and its mechanism. **Heat treatment of metals**, v. 3, p. 55-59, 1998.
- 5 HUANG, J. Y. et al. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 339, p. p. 241-244, 2003.
- 6 OPPENKOWSKI, A.; WEBER, S.; THEISEN, W. Evaluation of factors influencing deep cryogenic treatment that affect the properties of tool steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 210, p. 1949 - 1955, 2010.
- 7 MENG, F. et al. Role of eta carbide precipitations in the wear resistance improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment. **ISIJ International**, v. 34, n.2, p. 205-210, 1994.
- 8 DAS, D.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. On the refinement of carbide precipitates by cryotreatment in AISI D2 steel. **Philosophical Magazine**, v. 89, p. p. 55-76, 2010.
- 9 FARINA, P. F. S.; BARBOSA, C. A.; GOLDENSTEIN, H. Microstructural characterization of an AISI D2 tool steel submitted to cryogenic treatment. **Journal of ASTM International**, v. 8. ISSN 5.
- 10 COLLINS, D. N. Cryogenic treatment of tool steels. **Advanced Materials & Processes**, v. 12, p. H23-H29, 1998.
- 11 RHYIM, Y.-M. et al. Effect of deep cryogenic treatment on carbide precipitation and mechanical properties of tool steel. **Solid State Phenomena**, v. 118, p. 9-14, 2006.
- 12 BENSELY, A. et al. Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment. **Cryogenics**, v. 45, p. 747-754, 2006.



- 13 LARROUSSE ilustrado da língua portuguesa. 1a. ed. São Paulo: Larrousse do Brasil, 2004.
- 14 FARINA, P. F. S. **Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2.** São Paulo: Tese de Doutorado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2011.
- 15 PEREZ, M.; MASSARDIER, V.; KLEBER, X. Thermoelectric power applied to metallurgy: principle and recent applications. **International Journal of Materials Research**, v. 100, p. 1461-1466, out. 2009.
- 16 CANALE, L. C. F. et al. A historical overview of steel tempering parameters. **Int.J. Microstructure and Materials Properties**, v. 3, p. 474-525, 2008.
- 17 GORNI, A. G.; MEI, P. R. **Equivalência entre tempo e temperatura durante o envelhecimento de aços HSLA e ULCB.** 62º Congresso Anual da ABM. Vitória - ES: ABM. 23-27 de julho de 2007. p. 3273-3279.
- 18 SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering of Steel. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p. 1043-1054, 1972.
- 19 FARINA, A. B. et al. **Thermodynamic modelling of carbide precipitation in hot work tool steels with different silicon contents.** Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials (PTM). Avignon, France: [s.n.]. 6-11 june, 2011.
- 20 FARINA, P. F. S. et al. **ESTUDO DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO E DO ALÍVIO DE TENSÕES EM UM AÇO AISI D2 UTILIZANDO DIFRAÇÃO COM LUZ SÍNCROTON.** Trabalho a ser apresentado no 66º Congresso Anual da ABM. [S.l.]: [s.n.]. jul - 2011.
- 21 TAYLOR, K. A.; COHEN, M. Aging of ferrous martensite. **Progress in Materials Science**, v. 36, p. 225-272, 1992.
- 22 THOMSON, R. C.; MILLER, M. K. Carbide precipitation in martensite during the early stages of tempering Cr- and Mo-containing low alloy steels. **Acta Materialia**, v. 46, p. 2203-2213, n. 6 1998.