

TRATAMENTO CRIOGÊNICO E DE ALÍVIO DE TENSÕES EM UM AÇO AISI D2

Paula Fernanda da Silva Farina ¹

Alexandre Bellegard Farina ²

Celso Antonio Barbosa ³

Helio Goldenstein ⁴

Resumo

Estuda-se efeito do tratamento criogênico em um aço AISI D2 para trabalho a frio com a técnica de difração de raios X utilizando luz síncrotron. Este trabalho tem por objetivo verificar os efeitos: i) do tempo de permanência à temperatura criogênica (3 horas, 10 horas e 30 horas); ii) da temperatura criogênica (-80°C e -196°C); iii) do alívio de tensões (130°C) antes do tratamento criogênico; iv) do duplo revenimento ($520^{\circ}\text{C}/2$ h cada) após a menor temperatura criogênica (-196°C) e o máximo tempo de permanência a esta temperatura (30 horas), com e sem o alívio de tensões. As difrações de raios X foram realizadas na linha de luz D10B-XPD do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron e o tratamento dos padrões experimentais foi realizado por refinamento de Rietveld utilizando o programa TOPAS Academic em conjunto com cartões ICCD-PDF, da base de 2006, com as estruturas da austenita, martensita e carbonetos M_7C_3 e M_2C . As amostras após revenimento foram caracterizadas por MEV e MEV-FEG. Determinam-se as frações de austenita retida, as mudanças no reticulado cristalino da martensita e da austenita e as frações volumétricas dos carbonetos.

Palavras-chave: Tratamento criogênico; Aço-ferramenta; Difração de raios X; Luz síncrotron.

CRYOGENIC AND STRESS RELIEF THERMAL TREATMENTS IN AN AISI D2 STEEL

Abstract

The effects of cryogenic treatments on an AISI D2 cold work tool steel using X-ray diffraction from synchrotron radiation are studied. The aim of this work is to verify the effects of: i) time at cryogenic temperatures (3, 10 and 30 hours); ii) cryogenic temperatures (-80°C and -196°C); iii) stress relief heat treatment (130°C) before cryogenic treatments; iv) effect of double tempering at 520°C for 2 hours each time, after cryogenic treatment at -196°C for 30 hours, with and without previous stress relief. X-ray diffraction experiments were conducted at the line D10B-XPD of the Laboratório Nacional de Luz Síncrotron and the experimental results were treated using Rietveld refining, with TOPAS Academic in conjunction with cards from the ICCD-PDF 2006 database for austenite, martensite and carbides M_7C_3 and M_2C . Tempered samples were characterized using SEM and SEM-FEG. Volume fraction of retained austenite and carbides, as well as changes in the crystal lattices of martensite and austenite are obtained from the X-ray experiments.

Key words: Cryogenic treatment; Tool steel; X-ray diffraction; Synchrotron light.

¹Doutora em Engenharia Metalúrgica, Membro da ABM, Professora, Fatec 'Arthur de Azevedo' Mogi Mirim – FATECMM, Rua Ariovaldo Silveira Franco, 567, Cep 13801-005, Mogi Mirim, SP, Brasil. E-mail: pfsilva2@gmail.com

²Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Membro da ABM, Pesquisador, Villares Metals S. A., Rua Alfredo Dumont Villares, 155, Cep 13178-902, Sumaré, SP, Brasil. E-mail: alexandre.farina@villaresmetals.com.br

³Engenheiro Metalurgista, Membro da ABM, Diretor de Tecnologia e Pesquisa e Desenvolvimento, Villares Metals S. A., Rua Alfredo Dumont Villares, 155, Cep 13178-902, Sumaré, SP, Brasil. E-mail: celso.barbosa@villaresmetals.com.br

⁴Doutor em Engenharia Metalúrgica, Membro da ABM, Professor Titular, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo – USP, Av. Professor Mello Moraes, 2463, Cep 05508-900, São Paulo, SP, Brasil. E-mail:hgoldens@usp.br

I INTRODUÇÃO

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento térmico com grandes efeitos nas propriedades dos aços ferramenta. A ele são atribuídas melhoras na resistência ao desgaste e na tenacidade desses aços. 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: i) transformação da austenita retida (γ_R) em martensita (α');⁽¹⁻³⁾ ii) decomposição e condicionamento da martensita;⁽³⁻⁵⁾ iii) transformação isotérmica da martensita;⁽⁶⁾ ou com (b) a precipitação^(3,7) ou aumento da fração volumétrica^(4,5) de carbonetos η (eta). Estes mecanismos, no entanto, sobrepõem-se, não ocorrendo de forma isolada.

A literatura técnica apresenta certa confusão em relação às modificações microestruturais que podem ou não ocorrer devido à inserção da etapa criogênica no tratamento térmico de aços, especialmente de aços ferramenta. Em trabalho anterior,⁽⁸⁾ eliminou-se a possibilidade de que carbonetos micrométricos tivessem sua fração volumétrica e distribuição alteradas devido a este tratamento térmico. Mostrou-se que, em relação aos carbonetos, somente poderiam ser modificados carbonetos nanométricos.

Além das dúvidas em relação aos micromecanismos envolvidos no processo de tratamento criogênico, a literatura apresenta também diversas nomenclaturas (que dificultam para o leitor leigo entender de que processo se trata). Este trabalho, buscando ser fiel à língua portuguesa e à literatura técnica, utiliza os termos: i) *tratamento subzero* (TSZ), quando se tratar de temperaturas em torno de -80°C (193 K - temperatura do gelo seco); e ii) *tratamento criogênico* (TC) quando se tratar de temperaturas em torno de -196°C (77 K - nitrogênio líquido).

A literatura propõe diversos ciclos térmicos, variando: i) temperatura criogênica; ii) tempo de permanência à temperatura criogênica; iii) posição do revenimento no ciclo térmico, se antes ou após o tratamento criogênico; iv) número de revenimentos; v) inserção de etapa de alívio de tensões antes do tratamento criogênico.

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 é 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, trinchem devido a gradientes térmicos durante o tratamento térmico.

Os tratamentos TC e TSZ possuem uma parcela dos mecanismos de transformações de fases envolvidos que pode ser atribuída ao envelhecimento da martensita. Taylor e Cohen⁽⁹⁾ definem o envelhecimento como todos os fenômenos relevantes de pré-precipitação de carbonetos (diferentemente do primeiro estágio do revenimento). O principal fenômeno do envelhecimento ocorre quando a martensita virgem se decompõe de forma espinodal formando uma estrutura modulada com regiões coerentes de alto e baixo carbono. O final do envelhecimento é marcado pela precipitação de carbonetos, nas regiões de alto carbono da estrutura modulada. E, por fim, a transformação da austenita retida em martensita não faz parte do processo de envelhecimento da martensita virgem.⁽⁹⁾

Segundo Meng et al.⁽⁷⁾ em temperaturas criogênicas ocorre deformação do reticulado da martensita e a nucleação de carbonetos ocorre de forma heterogênea ao longo das faixas ricas em carbono desenvolvidas durante a decomposição espinodal da martensita.

No entanto, a etapa de alívio de tensões, também denominada por Meng et al.⁽⁷⁾ como envelhecimento, apresenta fenômenos distintos. Speer et al.⁽¹⁰⁾ apresentam um modelo de partição de carbono (C) para a austenita retida após a transformação martensítica, que talvez possa ser aplicado aos fenômenos em questão. Entretanto, eles aplicam esse modelo considerando a ausência de carbonetos secundários dispersos e com a presença de elementos de liga inibidores da precipitação de carbonetos de ferro (como o silício, por exemplo).

Speer et al.⁽¹⁰⁾ apresentam evidências da partição de carbono saindo da martensita em direção à austenita para os finos filmes entre ripas durante o resfriamento ou durante tratamentos isotérmicos realizados após a transformação martensítica, em aços contendo silício. No entanto, a partição de carbono entre a martensita e a austenita, em geral, não é considerada, considera-se que a temperatura (em torno da M_i – temperatura de início da transformação martensítica) é baixa para que ocorra uma quantidade significativa de difusão ou por que a supersaturação da austenita em carbono é considerada como sendo eliminada por processos competitivos, como a precipitação de carbonetos.

O processo chamado de Q&P (têmpera e partição)⁽¹⁰⁾ apresenta um modelo no qual se considera uma interface estacionária entre a ferrita (martensita) e a austenita e requer um potencial químico de carbono uniforme nas duas fases, criando uma condição de equilíbrio metaestável identificada como um *paraequilíbrio forçado* (*constrained paraequilibrium*). O processo Q&P cria uma mistura de martensita menos saturada em carbono com uma austenita enriquecida em carbono.

Nishiyama⁽¹¹⁾ considera que a partição de carbono para interfaces (austenita/martensita) e defeitos do reticulado da austenita retida é o principal mecanismo de estabilização para o caso de tratamentos térmicos abaixo da M_s .⁽¹¹⁾

O objetivo deste trabalho é verificar os efeitos de tempo e temperaturas criogênicas, da inserção da etapa de alívio de tensões e do revenimento no ciclo térmico dos aços ferramenta AISI D2 para trabalho a frio, por meio de análise metalográfica utilizando MEV e MEV-FEG e difração de raios X utilizando luz síncrotron.

2 MATERIAL 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 (utilizados em outros trabalhos) e, além disso, que toda a estrutura bruta de fundição fosse quebrada, obtendo-se carbonetos distribuídos de forma mais homogênea. As amostras foram sempre retiradas do meio raio da barra e sua microestrutura na condição recozida é apresentada na Figura 1. O aço foi produzido pela Villares Metals S.A. (Sumaré – Brasil), sob a nomenclatura VD2 (1,51%C-0,36%Mn-0,35%Si-11,9%Cr-0,78%V-0,73%Mo).

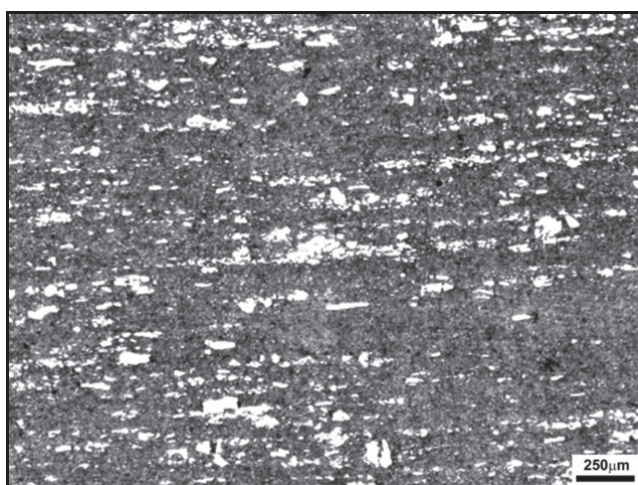
Os tratamentos térmicos foram realizados buscando-se verificar os efeitos: i) do tempo de permanência na temperatura criogênica (3 horas, 10 horas e 30 horas); ii) da temperatura criogênica (-80°C , TSZ, e -196°C , TC); iii) do alívio de tensões (130°C) antes do tratamento criogênico; iv) do duplo revenimento ($520^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$

cada) após a menor temperatura criogênica (-196°C) e o máximo tempo de permanência a essa temperatura (30 horas), com e sem revenimento, por meio de difração de raios X, conforme apresentado na Tabela 1.

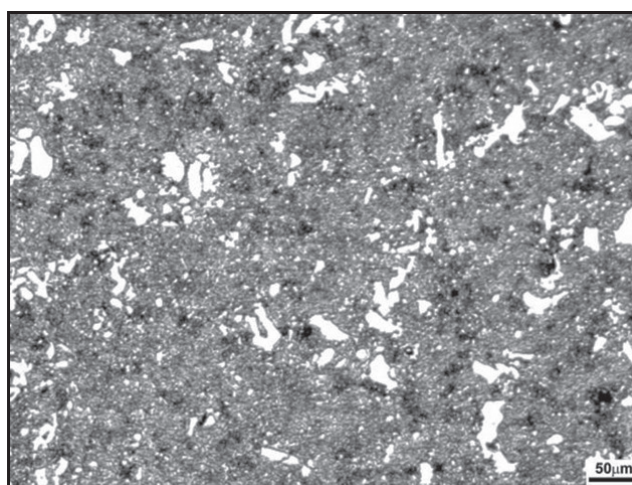
As amostras foram austenitizadas a 1.040°C sob vácuo e temperadas em óleo (temperatura ambiente, calmo). O tratamento criogênico foi realizado por imersão em nitrogênio líquido (-196°C) e o subzero por imersão em gelo seco (-80°C). Os tratamentos de alívio de tensões e de revenimento foram realizados em forno tipo mufla.

A caracterização microestrutural qualitativa foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e com MEV-FEG (MEV com canhão de emissão por efeito de campo). Os corpos de prova foram preparados por técnicas metalográficas convencionais e submetidos a ataque com reagente Vilella por 10 s, o qual ataca a martensita preferencialmente à austenita. Assim, foi possível a identificação da austenita retida e dos carbonetos, os últimos não sendo atacados e ficando em destaque na microestrutura.

As difrações de raios X foram realizadas na linha de luz D10B-XPB do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, em amostras polidas. Os difratogramas foram obtidos com energia de 6,936 keV (compatível com o comprimento de onda da radiação $\text{CoK}\alpha_1 - 1,78901\text{\AA}$). A determinação do comprimento de onda da radiação utilizada foi realizada através do refino Rietveld com o programa TOPAS Academic de um padrão de silício ultrapuro (NIST), cujo parâmetro de rede é conhecido. Da indexação do padrão de silício, também foram determinados os parâmetros instrumentais do difratômetro (por exemplo, o deslocamento dos picos de difração) que foram utilizados nas análises dos difratogramas dessa série de ensaios. Os difratogramas das amostras do aço AISI D2 foram tomados na faixa angular entre 30° e 130° , com passo de $0,02^{\circ}$ e tempo de contagem correspondente a 30 mil detecções pelo



Seção longitudinal



Seção transversal

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

Tabela 1. Identificação das amostras

Identificação		Ciclo térmico
R	(S20)	Recozida
T	(S21)	1.040°C/40 min (óleo) – Temperada
T+TC/3	(S6)	1.040°C/40 min (óleo) + -196°C/3 h
T+TC/10	(S7)	1.040°C/40 min (óleo) + -196°C/10 h
T+TC/30	(S8)	1.040°C/40 min (óleo) + -196°C/30 h
T+TSZ/3	(S9)	1.040°C/40 min (óleo) + -80°C/3 h
T+TSZ/10	(S10)	1.040°C/40 min (óleo) + -80°C/10 h
T+TSZ/30	(S11)	1.040°C/40 min (óleo) + -80°C/30 h
T+AT	(S12)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h
T+AT+TC/3	(S13)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h + -196°C/3 h
T+AT+TC/10	(S14)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h + -196°C/10 h
T+AT+TC/30	(S15)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h + -196°C/30 h
T+AT+TC/30+R	(S16)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h + -196°C/30 h + 2 × 520°C/2 h
T+TC/30+R	(S17)	1.040°C/40 min (óleo) + -196°C/30 h + 2 × 520°C/2 h
T+AT+R	(S18)	1.040°C/40 min (óleo) + 130°C/1,5 h + 2 × 520°C/2 h
T+R	(S19)	1.040°C/40 min (óleo) + 2 × 520°C/2 h

contador do monitor por passo. Adicionalmente, foi escolhido o uso de um cristal analisador de grafita de modo a eliminar o ruído de fundo, tornando possível a avaliação de picos de baixa intensidade, que usualmente se confundem com o ruído de fundo. Após a obtenção dos difratogramas eles foram avaliados com auxílio do programa TOPAS Academic para refino por método de Rietveld, indexação dos picos de difração e determinação dos parâmetros de rede e das frações de fases presentes. Quantificaram-se as frações volumétricas das fases austenita, ferrita e dos carbonetos M_7C_3 e M_2C e identificaram-se também picos de difração em baixos ângulos ($35^\circ < 2\theta < 40^\circ$), que não foram indexados, provavelmente correspondentes a carbonetos presentes no material. Devido à baixíssima fração volumétrica desses precipitados (menor que 0,5%), decidiu-se por não considerá-los nas análises.

3 RESULTADOS

A Figura 2 apresenta a microestrutura da amostra somente temperada (T). Observa-se a presença de carbonetos eutéticos e secundários, de austenita retida e de martensita. Das fases presentes, a martensita é a única atacada pelo reagente Villela.

A Figura 3 apresenta as micro/nanoestruturas das quatro amostras após serem submetidas a duplo revenimento. Nas quatro amostras verifica-se, além dos carbonetos eutéticos e secundários, a presença de carbonetos nanométricos de revenido, que delineiam a estrutura martensítica.

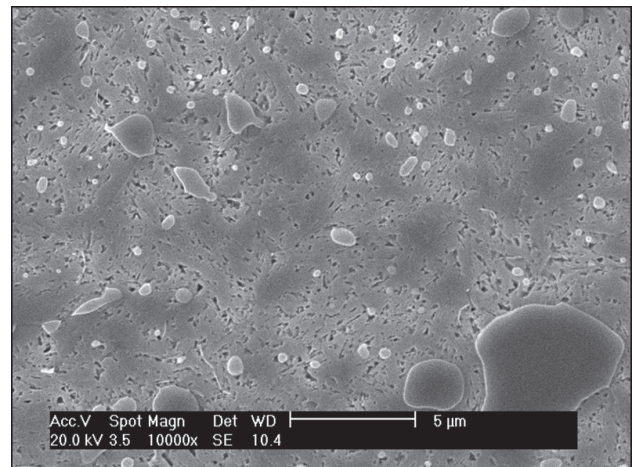


Figura 2. Microestrutura da amostra T (S21), somente temperada, mostrando a presença de carbonetos eutéticos e secundários e de martensita e austenita retida. Ataque: Villela/10 s. MEV – elétrons secundários.

A Figura 4 mostra em detalhe as microestruturas apresentadas na Figura 3b, d, sendo possível observar a morfologia dos carbonetos de revenimento nanométricos.

A Figura 5 apresenta os difratogramas experimentais obtidos por difração de raios X e os calculados obtidos a partir do refinamento por Rietveld. A Tabela 2 apresenta as frações volumétricas da martensita, da austenita e dos carbonetos M_7C_3 e M_2C , bem como a relação c/a da martensita e o parâmetro a da austenita. O erro experimental para as determinações de frações volumétricas das fases é de 0,5% e, para os parâmetros de rede, está na quarta casa decimal.

4 DISCUSSÕES

Da observação da Figura 3 é possível fazer uma análise qualitativa da influência dos diferentes ciclos térmicos sobre a precipitação dos carbonetos nanométricos de revenimento, conforme apresentado na Tabela 3. Os sinais (++++) indicam os maiores refinamento e fração volumétrica (V_v), enquanto (+) indica os menores refinamento e fração volumétrica.

A Tabela 2 apresenta os resultados de fração volumétrica de carbonetos de forma comparativa. Considerando que o erro experimental é de 0,5%, é possível afirmar que, nas quatro amostras sem revenimento, a fração volumétrica do carboneto M_7C_3 é a mesma. Considera-se também que, após o revenimento (amostras de S16 a S19), há aumento na fração volumétrica desse carboneto; porém, quando comparadas entre si, as quatro condições de tratamento térmico têm frações volumétricas equivalentes. No entanto, considerando-se o erro experimental, as amostras com a etapa de alívio de tensões (S16 e S18) têm a mesma fração volumétrica

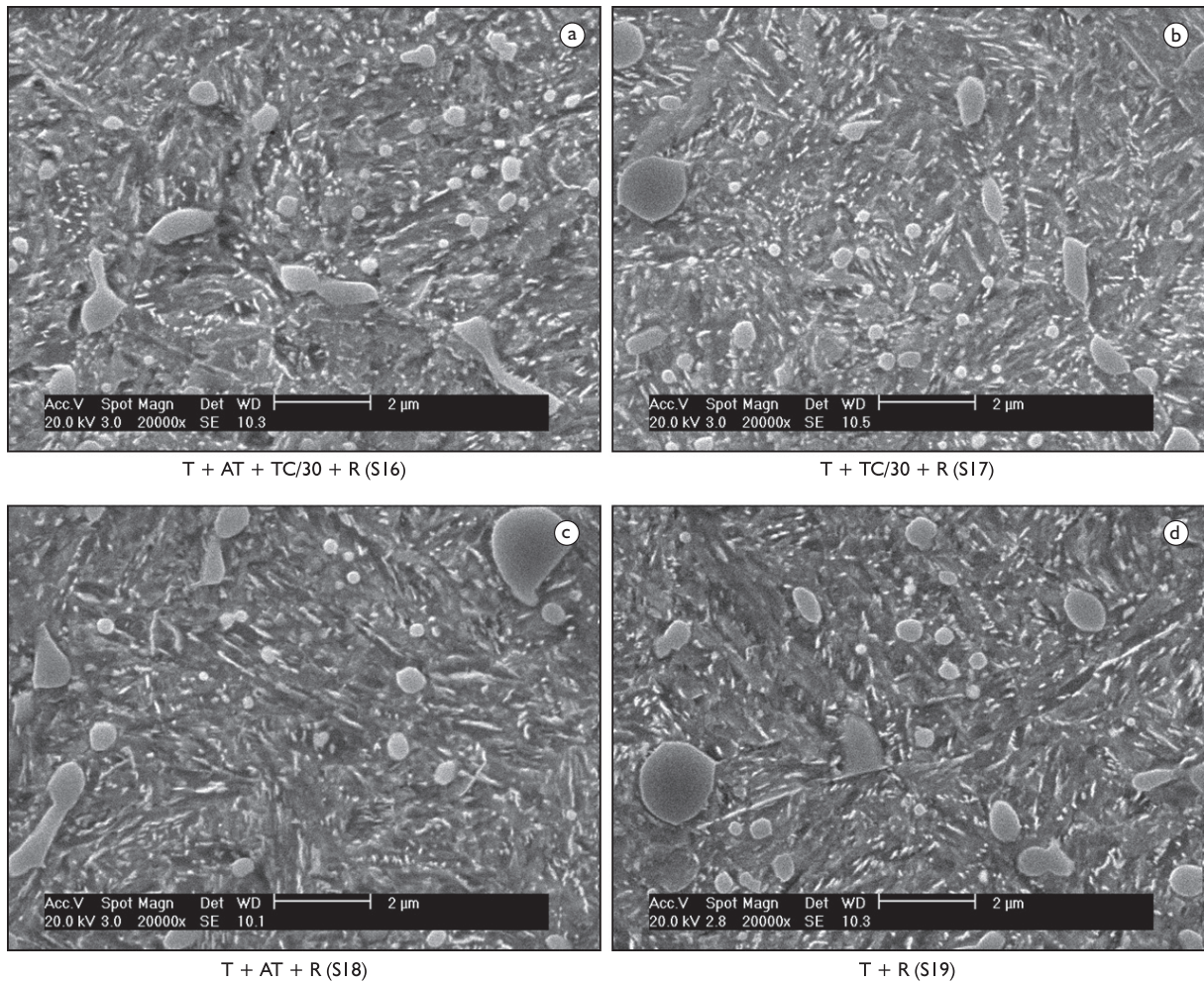


Figura 3. Microestruturas das amostras após duplo revenimento (S16, S17, S18 e S19) mostrando a presença dos carbonetos nanométricos de revenimento, além de carbonetos eutéticos e secundários e possível austenita retida. Ataque: Villela/10 s. MEV – elétrons secundários.

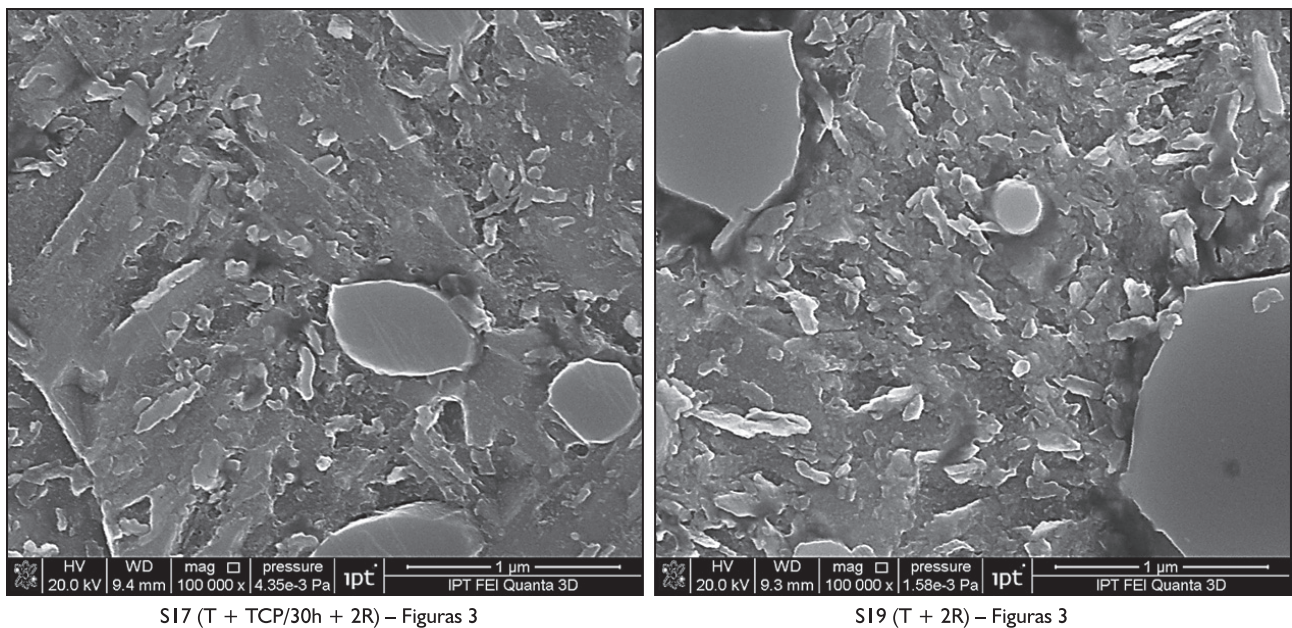


Figura 4. Microestruturas mostrando a distribuição dos carbonetos de revenimento nanométricos, que delineiam a estrutura martensítica e carbonetos secundários (micrométricos). Ataque: Villela/10 s. MEV/FEG – elétrons secundários.

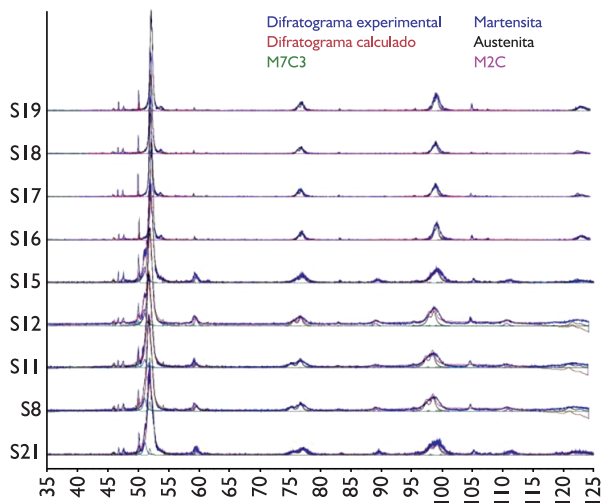


Figura 5. Difratogramas obtidos por difração de raios X (experimental) e difratogramas calculados por análise de Rietveld para as diferentes fases presentes.

de carbonetos M_7C_3 que as amostras sem revenimento, enquanto as amostras S17 e S19 apresentam aumento comprovado na fração volumétrica desse carboneto. Estes resultados indicam que há maior precipitação do carboneto secundário (nanométrico) M_7C_3 nas amostras sem alívio de tensões.

Da mesma forma, para os carbonetos secundários de revenimento (nanométricos) do tipo M_2C , os quais

somente foram identificados após o revenimento, pode-se dizer que as quatro amostras possuem frações volumétricas equivalentes ao ser considerado o erro experimental. No entanto, há uma indicação clara de maior fração volumétrica nas amostras sem a etapa de alívio de tensões (S17 e S19).

As comparações qualitativas da Tabela 3 vão ao encontro das comparações quantitativas da Tabela 2. Estas comparações permitem afirmar que há maior fração volumétrica de carbonetos de revenimento do tipo M_7C_3 e M_2C nas amostras sem alívio de tensões (S17 e S19) e que, na amostra com tratamento criogênico (S19), esta fração volumétrica é ainda maior.

Conforme apresentado na Tabela 2, nas amostras com TSZ (S9 a S11), há menor fração volumétrica de austenita retida (γ_R) do que nas amostras com TC (S6 a S8), indicando haver um comportamento em C na curva de cinética de transformação da γ_R em α' , ou seja, há uma forte indicação de que esteja ocorrendo uma transformação martensítica isotérmica.

Ainda na Tabela 2, são apresentados a relação c/a da martensita, o parâmetro a da austenita e as respectivas frações volumétricas destas duas fases. Observando-se primeiramente as amostras sem revenimento, verifica-se que, para as amostras com a etapa de alívio de tensões (S12 e S15), há: i) diminuição na relação c/a da martensita, ii) aumento no parâmetro a da austenita e iii) aumento na fração volumétrica de austenita.

Tabela 2. Valores dos parâmetros c/a da martensita e do parâmetro a da austenita e frações volumétricas presentes destas fases e dos carbonetos M_7C_3 e M_2C . Para a amostra S20, os valores na coluna da martensita correspondem à fase ferrita

Amostra	Martensita		Austenita		Carbonetos	
	c/a	%	a	%	% M_7C_3	% M_2C
R (S20)	0,9992	90,6	3,612	0,01	9,3	
T (S21)	1,0179	82,8	3,590	11,58	5,7	
T+TC/3 (S6)	1,0189	84,1	3,587	9,01	6,9	
T+TC/10 (S7)	1,0175	83,0	3,588	10,70	6,3	
T+TC/30 (S8)	1,0174	83,7	3,588	10,02	6,2	
T+SZ/3 (S9)	1,0176	86,9	3,587	7,00	6,1	
T+SZ/10 (S10)	1,0168	87,8	3,584	6,13	6,1	
T+SZ/30 (S11)	1,0172	86,6	3,586	7,41	6,0	
T+AT (S12)	1,0133	80,1	3,593	14,59	5,8	
T+AT+TC/3 (S13)	1,0133	80,4	3,591	14,69	4,9	
T+AT+TC/10 (S14)	1,0133	78,2	3,597	15,68	6,1	
T+AT+TC/30 (S15)	1,0133	78,3	3,599	15,56	6,2	
T+AT+TC/30+R (S16)	1,0068	92,3	3,606	<0,05	6,9	0,8
T+TC/30+R (S17)	1,0072	91,4	3,622	<0,05	7,5	1,1
T+AT+R (S18)	1,0076	92,4	3,668	0,45	6,6	0,5
T+R (S19)	1,0071	91,5	3,646	<0,05	7,6	0,9

Tabela 3. Resultados da análise qualitativa das Figuras 3 e 4, ranqueando as amostras quanto ao refinamento e à fração volumétrica dos carbonetos nanométricos observados. Os sinais (++++) indicam os maiores refinamento e fração volumétrica, enquanto (+) indica menores refinamento e fração volumétrica

Amostra	T+AT+TC/30+R (S16)	T+TC/30+R (S17)
Refinamento	++	++++
V_v	++	++++
Amostra	T+AT+R (S18)	T+R (S19)
Refinamento	+	+++
V_v	+	+++

Taylor e Cohen⁽⁹⁾ apresentam a etapa de alívio de tensões como uma etapa de envelhecimento da martensita, na qual precipitariam carbonetos (130°C, seria o primeiro estágio do revenimento) que agiriam como barreiras para o crescimento da martensita, assim estabilizando a austenita retida. No entanto, não há aumento da fração volumétrica de carbonetos, identificados por difração de raios X utilizando luz síncrotron, com a inserção do tratamento térmico de alívio de tensões.

Desta forma, com base no parâmetro de rede da austenita, que aumenta mas em uma ordem que permite que somente átomos intersticiais tenham entrado no seu reticulado, sugere-se que está ocorrendo algo semelhante ao processo de Q&P apresentado por Speer et al.⁽¹⁰⁾ Assim, ocorreria uma partição do carbono (saindo da martensita supersaturada e indo para a austenita) considerando-se que existe uma interface austenita/martensita sem a presença de carbonetos. Nesta interface ocorreria a partição de carbono da martensita para a austenita, reduzindo o M_i da austenita e assim estabilizando-a.

Na Tabela 2 também é possível verificar que o tratamento TSZ é mais eficiente que o TC para a transformação da austenita retida em martensita, confirmando a hipótese de que há uma curva cinética em forma de C para a transformação martensítica, como apresentado em trabalhos anteriores.^(12,13)

Há uma pequena diminuição do parâmetro c/a da martensita nas amostras com tratamentos TSZ e TC (Tabela 2 – S11 e S8, indicando haver envelhecimento da martensita como apresentado na introdução deste trabalho.⁽⁹⁾ Este envelhecimento produziria regiões moduladas, ricas e pobres em carbono, por meio de uma decomposição espinodal. As regiões ricas em carbono produziriam agrupamentos de carbono que agiriam como núcleos para a precipitação de carbonetos. Esta teoria do envelhecimento, aliada aos resultados mostrando queda no valor do parâmetro c/a da martensita, pode explicar o efeito de refinamento dos carbonetos secundários com a inserção do TC (Figura 3, Tabela 3).

Por fim, analisando as amostras revenidas (S16 a S19) na Tabela 2, pode-se afirmar que a etapa de alívio de tensões é capaz de estabilizar a austenita de forma tão intensa que, após dois revenimentos a 520°C, ainda há a presença de alguma austenita retida (enriquecida em carbono – maior parâmetro de rede da austenita) na matriz. Como os carbonetos de revenimento precipitam entre as ripas de martensita, há menor número de sítios para nucleação dos mesmos nas amostras com alívio de tensões. Como há um número de núcleos menores, estes carbonetos crescem mais, apresentando-se mais grosseiros (Tabela 2 e Figura 3).

5 CONCLUSÕES

- Durante o tratamento criogênico ocorre envelhecimento da martensita, propiciando um refinamento dos carbonetos nanométricos precipitados após o revenimento;
- Durante o tratamento térmico de alívio de tensões ocorre partição de carbono entre a martensita e a austenita enriquecendo a austenita em carbono e, conseqüentemente, estabilizando-a;
- A estabilização da austenita retida modifica a sequência/cinética (não verificado em detalhes) de precipitação dos carbonetos de revenido; e
- Há uma indicação de que a transformação da martensita ocorre em uma curva em forma de C.

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*, v. 22, n. 8, p. 409-13, Ago. 1982.
- 2 MOORE, K.; COLLINS, D. N. Cryogenic treatment of three heat-treated tool steels. *Key Engineering Materials*, v. 86-7, p. 47-54, 1993. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.86-87.47>
- 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. 865-8, 1994. [http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X\(94\)90493-6](http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X(94)90493-6)
- 4 YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN., X. Deep cryogenic treatment of high speed steel and its mechanism. *Heat Treatment of Metals*, v. 3, p. 55-9, 1998.
- 5 HUANG, J. Y. et al. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 339, n. 1-2, p. 241-4, Jan. 2003. [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00165-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00165-X)
- 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, n. 14, p. 1949-55, Nov. 2010. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.07.007>
- 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. 205-10, Feb. 1994. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.34.205>
- 8 FARINA, P. F. S.; BARBOSA, C. A.; GOLDENSTEIN, H. Microstructural characterization of an AISI D2 tool steel submitted to cryogenic treatment. In: IFHTSE CONGRESS, 18., 2010, Rio de Janeiro. *Proceedings...* São Paulo: ABM, 2010. p. 5417-26.
- 9 TAYLOR, K. A.; COHEN, M. Aging of ferrous martensite. *Progress in Materials Science*, v. 36, p. 225-72, 1992. [http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425\(92\)90010-5](http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425(92)90010-5)
- 10 SPEER, J. et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. *Acta Materialia*, v. 51, n. 9, p. 2611-22, May 2003. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00059-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00059-4)
- 11 NISHIYAMA, Z. *Martensitic transformation*. New York: Academic Press, 1971.
- 12 SILVA, P. F. et al. Efeito do alívio de tensões na estabilização da austenita antes do tratamento criogênico em um aço AISI D2. In: Congresso Anual da ABM, 64., 2009. Belo Horizonte. *Anais...* São Paulo: ABM, 2009.
- 13 FARINA, P. F. S. et al. Effect of stress relief on the amount of retained austenite after cryogenic treatment and on the wear resistance of a tool steel. In: International Conference on Advanced Materials, 11., 2009. Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: [s.n.], 2009.

Recebido em: 04/10/2011

Aceito em: 13/03/2012