

UNIVERSIDADE DE ESTADO DE SANTA CATARINA

CENTRO DE CIÊNCIAS TECNOLÓGICAS – CCT

PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ANDRÉ RICARDO PRASS

**TRATAMENTO DUPLEX: REVENIMENTO E NITRETAÇÃO POR PLASMA DO
AÇO VF 800AT**

JOINVILLE

2016

ANDRÉ RICARDO PRASS

**TRATAMENTO DUPLEX: REVENIMENTO E NITRETAÇÃO POR PLASMA DO
AÇO VF 800AT**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação de Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade do Estado de Santa Catarina, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

Banca Examinadora:

**Prof. Dr. Abel André Cândido Recco - CCT/UDESC
(Orientador)**

Prof. Dr. César Edil da Costa - CCT/UDESC

Prof. Dr Modesto Hurtado Ferrer – CEM-UFSC

JOINVILLE

2016

RESUMO

No cenário atual onde há necessidade de minimizar impactos ambientais, sociais e econômicos, a busca por novas alternativas de processamento dos aços

surge o aço VF 800 AT para ferramenta de trabalho a frio. Aço que entre muitas ligas de aços conforme classificações vigentes têm múltiplas aplicações em ferramentas para trabalho a frio, pode ser aplicado a processos de tratamentos térmicos como tempera, revenimento, alívio de tensões, subzero, termoquímicos de nitretação por plasma e outros. Possibilita o uso de equipamento, procedimentos distintos para obter a microestrutura e prever as transformações com aplicação de ciclos térmicos convencionais ou modificados. Neste trabalho apresenta-se uma alternativa para tratamento unindo ciclos e etapas antes aplicadas em ciclos térmicos isolados que foram unificados realizando assim duas etapas em um ciclo térmico. Amostras foram preparadas, tratadas termicamente e caracterizadas por análise de microscopia óptica, eletrônica de varredura, caracterização de microdureza e difração de raios-X para avaliar o efeito da modificação do ciclo térmico na microestrutura, com objetivo de elaborar um aço tratado termicamente para aplicação em ferramentas de corte e conformação com a ausência de formação de camada branca para aplicação como substrato de tratamento de filme fino. Através deste trabalho demonstram-se os efeitos da alteração do ciclo térmico no aço, realizando em ciclos simultâneos tratamentos de revenimento e nitretação a plasma no núcleo e na camada nitretada com objetivo de conhecer as modificações e os impactos de incorporar novas tecnologias desenvolvidas em processos de tratamento e revestimento. Os benefícios são a incorporação de novas tecnologias, uma evolução dos processos de fabricação de ferramentas, redução do tempo de fabricação, custo envolvidos e consumo de recursos. Planejar a preparação de substrato de aço ferramenta para trabalho a frio com características para aumentar a vida útil, obter melhor rendimento e usar os recursos com melhor custo benefício.

Palavras-chave: Aço ferramenta VF800 AT, Nitretação por plasma.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Imagem da microestrutura aço ferramenta VF800 AT com carbonetos primários, secundários em matriz martensítica.....
Figura 2. Comparativo de aço VF800AT e D2 austenitizados e revenidos a diferentes temperaturas.....

- Figura 3. Curvavoltagem por corrente entre dois eletrodos e os tipos de descarga luminescentes.....
- Figura 4. Tipo de fases presentes na microestrutura de camada nitretada que pode ser prevista com controle de nitrogênio disponível na mistura de gás ionizado.....
- Figura 5. Curva experimental do aço AISI D2 de início de formação de camada branca em aço nitretado a 520°C em diferentes tempos de nitretação.....
- Figura6 a e 6 b: Potencial das fases presentes na peça nitretada por nitretação iônica controlando a mistura dos gases e controlando a quantidade de nitrogênio disponível na mistura de gases.....
- Figura 7 – Esquema do reator experimental utilizado para o tratamento de nitretação e revenimento em mesmo ciclo térmico.....
- Figura 8 - Microestrutura do aço ferramenta VF800AT® recozido, análise em microscópio óptico. Microestrutura apresenta carbonetos primários irregulares (grandes), carbonetos secundários (pequenos), distribuídos em matriz ferrítica.....
- Figura 9 - Resultado da análise de EDX do MEV da composição química dos carbonetos.....
- Figura 10 - Corpo de prova com dimensões de amostra com ciclo de alta tenacidade e com alívio de tensões com diferentes aumentos.....
- Figura11 - Figura esquemática das etapas e ciclos aplicados nos diferentes grupos de amostras
- Figura12 - Gráfico esquemático do resumo de ciclos térmicos aplicados aos 6 diferentes grupos de amostras
- Figura 13- Montagem das amostras e dos termopares para monitoramento do gradiente de temperatura entre o núcleo e a superfície da amostra no reator.....
- Figura 14– Esquema do reator experimental utilizado para o tratamento duplex: nitretação e revenimento em mesmo ciclo térmico.....
- Figura 15 – Limpeza das amostras em equipamento de ultrasom com álcool etílico a 96%.....
- Figura 16 –Imagem das peças montadas no reator durante o tratamento duplex.....
- Figura 17 a e b –Evolução da temperatura entre núcleo e superfície das amostras.....
- Figura 16a-f – Microestrutura dos 6 grupos de amostras com os ciclos de tratamento térmico conforme tabela 5, ataque nital 10%.....
- Figura 17a-f - Analise de microscopia eletrônica de varredura do núcleo das amostras com diferentes ciclos de tratamento.....
- Figura 18 - Gráfico do perfil de microdureza do núcleo das amostras
- Figura 19 – Análise de difração de raios-X, comparação do núcleo de todos os grupos de amostras.....
- Figura 20 – Ampliação do ponto da Análise de difração de raios-X, comparação de todos os grupos de amostras em região do pico de austenita retida.....
- Figura 21 a-d – Microestrutura da camada nitretada nas amostras onde ocorreu a nitretação.....
- Figura 22 – Espessura da camada nitretada medida por microscopia óptica, por medida da camada via análise do MEV e pela zona endurecida considerando o critério de zona endurecida.....
- Figura 23 a-d – Análise MEV com sonda BSE com aumento de 2000x mostrando a camada nitretada.....
- Figura 24 – Análise do perfil de microdureza da camada nitratada.....
- Figura 25 a e b– Análise de difração de raios-X, comparando os grupos de amostras.

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 Classificação básica dos aços ferramenta.....
Tabela 02 Comparativo de composição química entre aço ferramenta para trabalho a frio VF800 At e D2.....

Tabela 3 Comparação de etapas de revenimento em aço baixa liga e nos aços ferramenta.....
Tabela 4 Composição química do aço ferramenta para trabalha a frio VF 800 AT.....
Tabela 5 Resumo dos ciclos térmicos aplicados aos 6 grupos de amostras.....
Tabela 6 Descrição dos parâmetros usados na nitretação das amostras.....

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....
2.1 AÇOS-FERRAMENTA.....
2.1.1 Elementos de liga nos aços e sua influência.....

2.1.2	Classificação dos aços ferramenta.....
2.1.3	Aços para trabalho a frio.....
2.1.3.1	Os aços para trabalho a frio e suas principais características.....
2.1.3.2	O aço VF800 AT®.....
2.1.4	Tratamentos térmicos e microestruturas dos aços ferramenta para trabalho a frio.....
2.1.4.1	Tratamentos térmicos dos aços ferramenta para trabalho a frio.....
2.1.4.1.1	Pré-aquecimento.....
2.1.4.1.2	Austenitização.....
2.1.4.1.3	Têmpera.....
2.1.4.1.4	Martêmpera.....
2.1.4.1.5	Alívio de tensões.....
2.1.4.1.6	Revenimento.....
2.1.4.1.7	Subzero.....
2.1.4.1.8	Nitretação.....
2.1.4.1.8.1	Nitretação por plasma.....
2.1.4.2	Microestruturas dos aços ferramenta para trabalho a frio.....
2.1.4.2.1	Martensita.....
2.1.4.2.2	Martensita revenida.....
2.1.4.2.3	Microestruturas dos aços nitretados.....
2.1.4.3	Processos de nitretação a plasma.....
2.1.4.4	Cuidados no processo de nitretação a plasma.....
2.1.5	Sistemas de revestimento de superfície Duplex.....

3 MATERIAIS E MÉTODO
3.1 MATERIAL.....
3.1.1 Composição química.....
3.1.2 Corpos de prova.....
3.2 MÉTODO.....
3.2.1 Tratamento térmico.....
3.2.2 Alivio de tensões.....
3.2.3 Subzero.....
3.2.4 Revenimento.....
3.2.5 Montagem das amostras na câmera do reator
3.2.6 Caracterizações das amostras.....
3.2.7 Gradiente térmico entre núcleo e superfície das amostras durante o tratamento duplex.....
3.2.8 Ensaios e caracterizações.....
3.2.8.1 Microscopia Ótica.....
3.2.8.2 Microdureza.....
3.2.8.3 Microscopia eletrônica de varredura.....
3.2.8.4 Difração de raios-x.....
3.2.8.5 Caracterização de dureza Rockwell C do núcleo.....

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES
4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO NÚCLEO DAS AMOSTRAS.....
4.1.1 Microestrutura do núcleo das amostras obtida por microscopia óptica
4.1.2 Microestrutura do núcleo obtida por microscopia eletrônica
4.1.3 Caracterização do perfil de microdureza do núcleo.....
4.1.4 Caracterização de raio-X do núcleo.....
4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA CAMADA NITRETADA.....

4.2.1 Caracterizações de microscopia óptica da camada nitretada.....
4.2.2 Caracterizações por microscopia eletrônica de varredura (MEV)
4.2.3Caracterizações do perfil de microdureza.....
4.2.4Caracterizações por difração de raio x.....
5 CONCLUSÕES.....
6 REFERÊNCIAS.....

1 INTRODUÇÃO

A importância da aplicação correta dos materiais, processos de seleção, fabricação e processamento para obter as propriedades e microestruturas desejadas

a custos competitivos têm sido a orientação para o desenvolvimento do cenário mundial, no conhecimento científico, prático, experimental para a evolução do desenvolvimento.

O presente trabalho se propõe a estudar ao revenimento e a nitretação em mesmo ciclo térmico, efeitos da nitretação sobre a microestrutura do núcleo e superfície visando à preparação do aço para trabalho a frio para substrato de ferramenta a ser revestida com filme fino. O foco deste trabalho é avaliar a possibilidade de realizar revenimento e nitretação a plasma em mesmo ciclo térmico, conhecer a influência na microestrutura do núcleo e superfície nitretada com a justificativa de reduzir o custo do tratamento térmico, o tempo de fabricação, incremento no desempenho da vida útil da ferramenta e a utilização de equipamentos em constante evolução.

O estudo procurou relacionar a microestrutura e a propriedade de dureza do aço VF800 AT para substrato de filme fino na aplicação de ferramentas, conhecer as fases presentes na microestrutura e a resposta na propriedade mecânica.

O tratamento térmico convencional recomendado pelo fabricante foi comparado com ciclos alternativo sugerido. A nitretação a plasma possibilita um controle das variáveis a fim de obter a microestrutura desejada que pode ser planejada para a aplicação proposta. Para minimizar os efeitos do nível de austenita foi incluído no tratamento térmico o tratamento criogênico subzero. A nitretação foi planejada para fornecer ao substrato incremento de resistência ao desgaste no aço em sua aplicação como ferramenta uma vez que este aço é comum sua aplicação em operações de corte e repuxo, também para proporcionar maior adesão, suporte mecânico e menor gradiente de propriedades na interface visando o desempenho em vida útil.

Na busca por competitividade tem se buscado simplificar operações, melhorar o uso dos recursos, minimizar impactos sociais, ambientais, econômicos. Atualmente há uma preocupação cada vez maior com a sustentabilidade dos recursos, manutenção da qualidade e continuidade da vida no planeta visto que se tem consciência que os recursos não são infinitos. Usar o mínimo necessário, questionar a real necessidade de incluir as operações, uso de materiais ao propósito concebido e buscar novas alternativas que satisfaçam as necessidades planejadas são delineadores das atividades produtivas.

Em relação aos aços ferramenta que são utilizados em amplas aplicações na indústria metal-mecânica para a produção de bens e utensílios na produção de punções, cavidades, matrizes, ferramentas de corte, conformação, machos e peças estruturais. Nestes aços em sua aplicação temos o contato direto entre a ferramenta e o material processado. Ocorrem na superfície de contato da ferramenta com a peça fabricada conforme (Mendanha, et al. 2009), esforços mecânicos que geram tensões que causam desgaste pelo contínuo uso, deformações, fraturas, lascamentos ou trincas que podem ser micro trinca que afetam sua vida útil no uso e rendimento. Para evitar falhas prematuras que podem nuclear em sítios que favorecem a nucleação e a propagação de defeitos superficiais, imperfeições na composição da microestrutura como inclusões, porosidades, precipitações de carbonetos ou contaminações no aço é importante um controle do método de fabricação ou a utilização de processos controlados para a obtenção.

A fabricação de aços ferramenta de acordo com (Silva et al 2010), tem seu método convencional a fusão, neste processo pela cinética da solidificação e a presença de elementos de liga ocorre a tendência de segregar os materiais presentes assim que estes forem excedendo o limite de solubilidade na condição de equilíbrio. Ocorre a formando carbonetos que podem precipitar de forma grosseira na microestrutura, assim os lingotes apresentam estrutura heterogênea em sua composição devido a fenômenos de microssegregação e macrossegregação que ocorrem na solidificação do aço. Para minimizar estes efeitos ou melhorar o controle podem ser aplicados processos de fusão e homogeneização de ligas especiais, fusão por indução sob vácuo ou posteriores processos de refino para melhorar as características dos aços e permitir a obtenção de materiais com propriedades excepcionais. Entre os principais processos aplicados a alternativa do refino de aços por processos metalúrgicos que tratam o aço líquido com refusão por processo secundário. Neste processo o aço elaborado é submetido a refusão e solidificação controlada para obter e controlar as condições termodinâmicas, alterar a cinética que não é possível controlar pelo processo primário de produção do aço bem como para melhorar a eficiência pela solidificação gradual que confere estrutura superior ao aço obtido na acaria. Ainda podem ser obtidos aços ferramenta pela técnica da metalurgia do pó, onde o metal líquido solidifica pelo processo de atomização e o pó obtido é compactado por compactação isostática e fundido, que possibilita a

obtenção de estrutura de material mais homogênea, com granulação menor e carbonetos menores que os obtidos pelo processo de fusão convencional.

Os fabricantes de aço ferramenta de forma geral comercializam os aços na condição recozida, com matriz ferrítica, com precipitação de carbonetos em sua microestrutura. Os aços são fornecidos com dureza na faixa de 200 a 320 HB para facilitar usinagem no formato de aplicação definitiva, possibilitar a conformação de forma a melhorar a condição de fabricação de ferramentas. Para serem aplicados como ferramenta na fabricação de bens e utensílios estes aços são tratados termicamente com uma sequência de tratamentos térmicos de pré-aquecimento, austenitização, têmpera, alívio de tensões, subzero, revenimento e endurecimento superficial por processo termoquímico de introdução por difusão de elemento químico endurecedor da superfície, entre outros posteriores que podem ser utilizados ou não, para obter as propriedades projetadas e esperadas a adequação ao uso da ferramenta.

No pré-aquecimento do aço os materiais a serem tratados termicamente são aquecidos a taxas controladas para evitar grandes gradientes térmicos entre o núcleo e a superfície da ferramenta. A etapa posterior chamada austenitização consiste em aquecer até a temperatura de solubilização desejada para posteriormente resfriá-lo rapidamente em meio adequado para evitar a condição de equilíbrio e obter a martensita que é uma estrutura metaestável muito dura e frágil. Em peças críticas pode ser interrompido o rápido resfriamento antes do início da temperatura de transformação martensítica para evitar gradientes entre superfície e núcleo da ferramenta. Posteriormente ocorre o resfriamento brusco até a completa transformação da austenita em martensita, que em alguns aços pela presença de elementos de liga pode ser próximo a temperatura ambiente ou abaixo desta e torna-se necessário a aplicação de tratamento criogênico denominado subzero para completar a transformação. O tratamento térmico de revenimento após este ciclo serve para alterar a estrutura e obter uma estrutura de maior tenacidade aquecendo a ferramenta temperada a temperatura inferior a temperatura eutetóide para possibilitar transformações da microestrutura e posterior resfriamento a temperatura ambiente que pode ser repetida múltiplas vezes ou associado a tratamento termoquímico de endurecimento superficial. No revenimento o aquecimento visa facilitar fenômenos de difusão para obter uma estrutura mais estável e menos frágil, a martensita revenida que busca um balanço de propriedades de dureza e

tenacidade e em alguns aços com elementos de ligas favoráveis promoverem endurecimento secundário do aço ferramenta.

Os elementos de extrema importância na microestrutura do aço ferramenta tratados termicamente em sua condição de uso são a matriz martensítica revenida, ausência de austenita retida ou níveis residuais desta microestrutura e carbonetos primários e secundários. As propriedades mecânicas como dureza e tenacidade são determinantes no desempenho erendimento em sua aplicação, onde a correlação entre microestrutura e estas propriedades não são completamente conhecidos. Na indústria a prática é especificar o tratamento térmico por faixa de dureza final da peça, não tendo uma precisão do comportamento em aplicação do aço ferramenta, pois para mesma faixa de dureza. O resultado é diferentes comportamentos em uso, por variações na microestrutura presente, presença de fases não previstas, diferentes limites de resistência e tenacidade associados ao ciclo térmico, equipamentos e controles utilizados nos tratamentos aplicados ao aço ferramenta. Aplicação de simultâneos tratamentos como revenimento e nitretação a plasma em mesmo ciclo térmico de tratamento do aço conforme (Leskovsek, Podgornik, 2011) em trabalho realizado em aço ferramenta S390 MC permite uso de tecnologia de equipamentos de tratamento térmico dos aços, redução dos custos de fabricação de das ferramentas e redução do tempo de confecção das ferramentas.

O processo de fabricação da ferramenta em todo seu aspecto tecnológico, científico e prático deve ser planejado, executado, controlado adequadamente para que os itens relevantes como microestrutura e propriedades do aço reflitam o desempenho proposto.Processos de endurecimento superficial, redução de coeficiente de atrito e acabamento superficial são imprescindíveis ao aço ferramenta. Tratamentos duplex que consistem em aplicar distintos métodos ou revestimentos associados são alternativas usadas incluindo o processo de nitretação iônica.Na aplicação da nitretação iônica é possível na mistura de gases controlar a microestrutura obtida e evitar microestruturas indesejadas ao propósito de aplicação. Na mistura de gases podem ser aplicadas composições dos principais gases sendo hidrogênio, nitrogênio e argônio de modo a adequar as características do plasma, fornecer nitrogênio para difusão a níveis controláveis, evitar a formação de camada composta e melhorar a difusão melhorando a profundidade da penetração na microestrutura endurecida conforme (Franco JR, 2003).

A busca do conhecimento sobre as transformações metalúrgicas e sua microestrutura visa diminuir o tempo de fabricação e reduzir os custos de tratamento térmico e/ou termoquímico que são necessários para adequar estes materiais às suas aplicações. O objetivo deste trabalho é caracterizar as microestruturas do aço VF800 AT tratado pelo ciclo de tratamento térmico de revenimento recomendado pelo fabricante, comparando com um ciclo térmico alternativo. O qual consiste basicamente na realização simultânea do revenimento e do tratamento termoquímico de nitretação a plasma da superfície considerando o seu efeito sobre a microestrutura com propósito de reduzir o tempo e custo de fabricação unificando em mesmo ciclo térmico duas operações, utilizando processos e tecnologias disponíveis.

2REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A importância dos aços no cotidiano do homem motiva a busca constante por desenvolvimentos de ligas, processos de transformação e tratamentos térmicos. Conhecer as diferentes classes dos aços utilizados na fabricação de ferramentas, os principais constituintes e como eles afetam o processamento, a microestrutura e propriedades são importantes. Determinar os processos aplicados na construção da ferramenta, ciclos térmicos e tratamentos termoquímicos como a nitretação por plasma, a caracterizando as alterações, as modificações na fabricação das ferramentas para trabalho a frio incluindo o aço VF800 AT verificando sua composição, ciclo térmico recomendado e alterado proposto, avaliando o efeito das alterações, pois os elementos de liga presentes alteram as transformações que ocorrem no processamento para prever o desempenho na aplicação.

Os aços são ligas ferro-carbono que em suas composições podem ter concentrações variáveis de outros elementos de ligas que conforme (Mendanha et al. 2009), influenciam a sequência de solidificação, a resposta a têmpera e a nitretação e reações no revenimento a fim de atender o propósito da aplicação ao que são desenvolvidos, transformados e processados. As respostas de seu processamento a uso, a tratamentos térmicos e processos de fabricação estão associadas basicamente à constituição. As propriedades mecânicas são diretamente relacionadas à composição de carbono da liga que em linhas gerais é inferior a 1%. Temos várias classes e subclasses de aço, porém de maneira geral são os aços carbono comuns onde o carbono é o principal elemento da liga com residuais de manganês e outros elementos aparecem como impurezas e o aço liga com maiores concentrações de elementos de liga que são adicionados em concentrações planejadas e específicas ao uso.

2.1 AÇOS-FERRAMENTA

O aço ferramenta é um segmento de aços especiais que exigem em seu processamento um alto grau de qualidade, pois sua estrutura e propriedades que definem seu comportamento e desempenho são de difícil previsão teórica e a influência de vários fatores pode determinar sua capacidade de adequar à aplicação.

É possível, conforme (Silva, et al 2010), prever teoricamente certas variações de propriedades, suas dimensões, seu parâmetro de rede, a formação de segunda fase, dimensões dos precipitados, comportamentos de microestrutura na

solidificação, após tratamento térmico. Algumas variações podem ser verificadas pela medição da sua resistência mecânica, ao impacto, limite de elasticidade, dureza, coeficiente de atrito entre outras.

Pela sua característica de aplicação propriedades desejáveis e importantes para seu desempenho na aplicação temos dureza superficial elevada, alta tenacidade, boa estabilidade dimensional, química para obter pouca variação e fácil usinabilidade para obter precisão dimensional e acabamento superficial. Devem através de sua composição química atendera faixas planejadas para a aplicação desejada para que sua estrutura atenda os requisitos submetidos e suportar esforços no uso.

Para obtenção dos aços-ferramenta as aciarias empregam rotas de fabricação que passam por fusão, refino, transferência em fornos panela onde os aços em estado líquido atingem sua composição química desejada para a classe proposta através de adição de constituintes para posteriormente lingotamento pelo processo convencional ou contínuo com agitadores eletromagnéticos.

Na solidificação de aços ferramenta pela diferença de solubilidade entre o metal líquido e no estado sólido ocorre a segregação de soluto no solvente, pois assim que o metal vai solidificando o líquido se torna mais rico em soluto de maneira que a parte final a solidificar obtém maior concentração de elementos de liga, que resulta no lingote com variação de composição e propriedades físicas em sua extensão. O resultado destes fenômenos será um aço com heterogeneidades devido a anisotropia, que de acordo com (Mendanha, et al. 2009) influencia em carbonetos grosseiros, mal distribuídos, variando características relacionadas ao grau de redução que o aço ferramenta sofreu, a posição e orientação em relação ao bloco de aço inicial, traduzindo-se em partes frágeis e com regiões suscetíveis a desgastes prematuros, entre outras avarias.

2.1.1 Elementos de liga nos aços e sua influência

Os elementos de liga são adicionados ao aço para mudara microestrutura, para modificar suas propriedades físicas, mecânicas e adequar o material a função a desempenhar a função proposta, alterando características de fases presentes, velocidade de transformações. A influênciados elementos de liga de acordo (Chiaverini, 2008; Silva et al 2010) é:

Carbono (C) – É elemento fundamental no aço. A variação no teor de carbono aumenta a resistência e dureza do aço, reduzindo tenacidade e soldabilidade.

Cromo (Cr) – Tem papel importante em várias ligas de aço. Aumenta a dureza, a resistência à tração, atua na redução da variação dimensional durante o tratamento térmico, previne a oxidação durante a têmpera e a temperabilidade do aço. Em teores mais elevados aumenta a resistência à corrosão e oxidação, reduzindo soldabilidade e a tenacidade. É um elemento formador de carbonetos, aumenta a resistência ao desgaste dos aços com elevados teores de carbono. Em aços ao cromo são encontrados dois tipos de carbonetos; Cr_7C_6 (Ortorrômico) e Cr_{23}C_6 (Cúbico complexo) e sua precipitação segue a sequência de precipitação é: Matriz para $(\text{Fe Cr})_3\text{C}$ para Cr_7C_3 para Cr_{23}C_6 . Sendo que esta sequência ocorre em aços com teores de como acima de 7% ou em teores menores com presença de molibdênio. O cromo se difunde na ferrita mais facilmente que a maioria dos elementos metálicos e isso geram endurecimento secundário a temperaturas relativamente baixas (400°C). A adição associada com tungstênio favorece a nucleação de Cr_{23}C_6 . E o vanádio tende a estabilizar o Cr_7C_3 . Como é o Cr_7C_3 que provoca o endurecimento secundário, nos aços ao cromo é preferida adição do vanádio se endurecimento secundário for desejado.

Molibdênio (Mo) - Aumenta a resistência a quente e quando na presença de Níquel e de cromo, aumenta o limite de resistência à tração e o limite de escoamento. Se Molibdênio for elemento predominante no aço favorece a formação de carbonetos estáveis e complexos. Para aços com 4 a 6 % em peso a sequência de precipitação é: Fe_3C para Mo_2C para Mo_6C ; os carbonetos responsáveis pelo endurecimento secundário são Mo_2C . Estes carbonetos também são responsáveis pela alta resistência ao desgaste.

Vanádio (V) – Pequenas adições de vanádio aumentam a dureza a quente, aumenta a resistência à abrasão e diminuem o tamanho de grão. Em aço rápido o vanádio melhora a retenção do corte, aumento o limite de resistência à tração e o limite de escoamento. Em adição de pequenas quantidades provocam precipitação de finas partículas de V_4C_3 na ferrita entre 550 e 650°C , causando endurecimento secundário. Pela sua capacidade de manter os carbonetos sem coalescimento significativo à temperatura de 700°C o vanádio é importante constituinte em aços para altas temperaturas.

Silício (Si) – O Silício aumenta o limite de resistência à tração e o limite de escoamento dos aços, diminuindo um pouco a tenacidade, a condutividade térmica e a usinabilidade. O silício aumenta a densidade dos aços, um aço pode ser considerado ao silício com teores acima de 0,40%. Não é elemento formador de carboneto, porém o Silício estabiliza o carboneto Σ e atrasa sua transformação para cementita. Aços com teor entre 1 a 2% apresentam o carboneto Σ até 400°C e em aços sem silício este carboneto é estável até 200°C.

Enxofre (S) – É encontrado em quase todos os aços como impureza (0,05% max.). Se for adicionado como elemento de liga forma Sulfeto de Manganês que é um composto que melhora usinabilidade do aço. Aços resulfurados e alguns tipos de aço inoxidável utilizam enxofre mais elevado na liga para facilitar usinagem e buscam reduzir o custo final do produto.

Fósforo (P) – O fósforo é uma impureza encontrada e todos os aços sendo consequência de contaminação de matéria prima (0,05% max).

Manganês (Mn) – O manganês aumenta a temperabilidade, soldabilidade e o limite de resistência à tração, com diminuição mínima da tenacidade. Associado ao Carbono e em grandes quantidades aumenta a resistência à abrasão.

Níquel (Ni) – A adição de níquel aumenta a resistência de aços de baixo carbono, aumenta à resistência a corrosão e aumenta a usinabilidade dos aços.

Boro (B) – O boro adicionado em pequenas quantidades (0,001%) nos aços baixo carbono provoca grande aumento da temperabilidade conforme (Dudova, Kaibyshev, 2011) em experiência em aço com 10% de cromo demonstra a forte influência do boro no mecanismo de precipitação, modificando a sequência de precipitação e atuando no refinamento dos carbonetos. Os aços com boro devem ser desoxidados e apresentar baixo teor de nitrogênio, pois se ele não permanecer em solução sólida, formará nitretos e óxidos não contribuindo para a temperabilidade. O teor de Boro deve ser controlado, pois adições acima de 0,008% B em aços com baixo teor de carbono e acima de 0,005% B em aços de alto teor geram perda da ductilidade a quente. Adição de boro eleva o custo do aço.

2.1.2 Classificação dos aços ferramenta

Os aços ferramenta são aplicados na confecção de dispositivos e ferramentas para os mais diversos fins e são classificados basicamente pelo ramo de aplicação. A Tabela01 apresenta a classificação básica dos aços ferramenta.

Tabela 01. Classificação básica dos aços ferramenta.

Classificação básica dos aços-ferramenta		
Grupo	Características	Símbolo AISI
Aços para trabalho a frio	Alto C, Alto Cr	D
	Endurecido ao ar	A
	Endurecido ao Óleo	O
Aços rápidos	Ligado ao W	T
	Ligado ao Mo	M
Aços para trabalho a quente	Ligados ao Cr, W e Mo	H
Aços - ferramenta baixa Liga	Endurecido em H ₂ O	W
Aços Resistentes ao choque	Médio carbono (tenacidade)	S
Aços - ferramenta para moldes	Baixo carbono (estampabilidade)	P

Fonte: Adaptado de Norma AISI

Sendo sua aplicação:

a) Aços Ferramenta para trabalho a frio: Os aços para trabalho a frio são aplicados em condições de severas de solicitações tribológicas e mecânicas que exigem que este tenha boa resistência ao desgaste e tenacidade. São usados como ferramentas, matrizes de processos de corte e conformação de outros materiais a temperatura ambiente ou em temperaturas abaixo de 200°C. Destacam-se as aplicações de corte e conformação de chapas, pentes, rolos laminadores de rosca, ferramentas de cunhagem e forjamento a frio.

b) Aços ferramenta para trabalho a quente: São aplicados na transformação de materiais, especialmente ligas metálicas em altas temperaturas- acima de 500°C que influencia na sua vida útil. São exigidas propriedades de resistênciiaa quente e tenacidade. As aplicações são forjamento a quente de aços, extrusão a quente ou fundição sob pressão de ligas não ferrosas.

c) Aços para moldes de plásticos: Utilizados em moldes para injeção, extrusão ou sopro de polímeros termoplásticos. São exigidas propriedades do

aço ferramenta relacionados a manufatura do molde, para usinagem, polimento acabamento superficial, resposta a tratamento térmico, soldabilidade e para algumas aplicações como polímeros clorados, resistência a corrosão. Aplicação em moldes de injeção de plásticos para obtenção de peças em dimensões finais.

Os aços ferramenta têm propriedades que são levadas ao limite em suas aplicações, diferentemente dos aços de aplicação estrutural.

Uma ferramenta de trabalho a frio é normalmente retirada de operação pelo desgaste ocorrido na região de trabalho, um molde de fundição sob pressão de alumínio sempre possuirá trincas térmicas pelo rigor da sua aplicação e molde de aplicação para injeção de plásticos frequentemente será retrabalhado, polido ou soldado, isso exige que os aços ferramentas sejam aplicados adequadamente a sua classe proposta e melhorias constantes da microestrutura, propriedades para o desempenho proposto.

2.1.3 Aços para trabalho a frio

As ferramentas para trabalho a frio são usadas em operação de corte, conformação (Estiramento, embutimento), rebarbação a temperaturas próximas a temperatura ambiente, calibres, padrões e ferramentas para diversos fins. Características importantes para esta aplicação é a manutenção de gume de corte nas ferramentas de corte, baixo desgaste, boa tenacidade para evitar quebra, estabilidade dimensional, acabamento superficial, resistência à abrasão e ao desgaste. O objetivo é um aço com elevada dureza, após a têmpera e revenimento com pequenas distorções após o tratamento térmico que é obtido com controle da temperatura de austenitização e ajuste da microestrutura final para minimizar variação dimensional. A microestrutura desejada para aços para trabalho a frio é uma matriz de martensita de alto teor de carbono revenida e uma dispersão uniforme de carbonetos duros de pequenas dimensões. A figura 1 demonstra uma imagem de um aço ferramenta VF 800 AT ® após ciclo de tratamento térmico.

Figura 1. Imagem da microestrutura aço ferramenta VF800 AT com carbonetos primários, secundários em matriz martensítica.



Fonte: Análise própria de material tratado termicamente.

O aumento da fração volumétrica de carbonetos no aço ferramenta depende da quantidade de carbono e da quantidade de elementos de liga formadores de carbonetos. A uniformidade da dispersão dos carbonetos depende do estágio do processo onde são formados, do processo de fabricação utilizado quando se aumentam teores de carbono ou formadores de carbonetos se excedem os limites de solubilidade. Em alguns processos não são controlados os tamanhos dos carbonetos formados.

2.1.3.1 Os aços para trabalho a frio e suas principais características

Os aços ferramenta para trabalho a frio são classificados em famílias de acordo com suas características e aplicações propostas. Uma das principais classificações é a da *American Iron and Steel Institute* (AISI) onde os aços para trabalho a frio são classificados nas séries D, O, A e W. Todas as famílias têm alto teor de carbono que confere a eles boa dureza, aumentando a resistência ao desgaste e são diferenciados pelos elementos de liga que afetam a quantidade e distribuição dos carbonetos na matriz. (Silva et al 2010).

Os aços da série D (*Die Steels*) são aços com alto teor de cromo e alto carbono, apresenta elevada resistência ao desgaste pela presença de carbonetos de cromo, pouca distorção no tratamento térmico, como o teor de cromo e carbono elevados. São suscetíveis a segregações na solidificação, que afetam as estruturas de carbonetos, afetam na microestrutura da composição da austenita no tratamento térmico de têmpera pode resultar em quantidades significativas de austenita retida que requer tratamentos adicionais como subzero e múltiplos ciclos de revenimento buscando eliminar a formação desta fase que pode afetar o desempenho do aço em forma de concentrador de tensões potencializando inicio de trincas. Principais aplicações são punções, matrizes de corte e embutimento.

Os aços da série O (*Oil hardening*) são aços com teor de cromo elevado e elementos de liga adequados para ocorrer têmpera completa em óleo. Entre as características desta família temos pequena deformação na têmpera, elevada dureza após a têmpera, boa temperabilidade, pouca tendência de trincas e manutenção de gume cortante. Uso comum em machos, matrizes, punções, pequenas tesouras, guilhotinas, calibres, brocas, matrizes de cunhagem, trefilas e moldes para plásticos.

Aços da série A (*Air hardening*) esta família é caracterizada por teores intermediários de elementos de liga da série D e O, que são suficientes para garantir têmpera no resfriamento ao ar. Apresentam distorção na tempera. Características desta classe são boa resistência a abrasão, boa resistência ao impacto e excelente tenacidade. Aplicações em matrizes para laminação de rosca, matriz de embutimento, matriz de corte e punções.

Os aços da série W (*Water hardening*) nesta família temos aços carbono com pouco elemento de liga, teor de carbono de 0,6 a 1,4%, tem baixa temperabilidade e custo é baixo. Entre as características para baixo carbono resistência ao choque e teores mais altos de carbono maior resistência ao desgaste. Uso em ferramentas com necessidade de têmpera localizada com dureza superficial alta e núcleo mais tenaz como exemplo matriz de conformar cabeças de parafuso a frio.

2.1.3.2 O aço VF800 AT®

Este aço produzido por um tradicional produtor de aços para ferramenta a Villares Metals é uma família de aço que não se enquadra em classes normalizada, conforme o fabricante, este aço se refere a uma classe 0,8% carbono e 8 % cromo.

Surgiu do desenvolvimento de novos materiais com a proposta de reduzir o tamanho e a quantidade dos carbonetos primários M_7C_3 se comparados aos aços da série D, que afetam a dureza de têmpera e aumentam a tenacidade deste aço. A menor dimensão dos carbonetos e melhor distribuição destes traduzem em boa resistência à fadiga, outro aspecto impactado é a redução de micro lascas e micro trincas para operações de trabalho a frio. Tabela 2 demonstra comparativo de composição D2 e VF800 AT® adaptado de catálogo da Vilares Metals.

Tabela 02. Comparativo de composição química entre aço ferramenta para trabalho a frio VF800 At e D2.

Comparação de composição do aço ferramenta para trabalho a frio VF800 AT e D2							
AÇO	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V
VF800 AT	0,85	0,90	0,40	8,00		2,00	0,50
D2	1,40	0,60	0,60	11,0 a 13,00	0,30	1,20	1,10

Fonte: Adaptado de catálogo técnico da Villares Metals.

Com relação de teores de molibdênio e vanádio mais elevados este aço tem maior temperabilidade e incremento no endurecimento secundário que o torna favorável ao revenimento, melhorando alívio de tensões, permite o uso deste material como substrato para aplicações de revestimentos superficiais com boa estabilidade dimensional na ferramenta.

O aço VF800AT ® tem elevada temperabilidade sendo que a têmpera pode ser feita ao ar, em óleo ou com aquecimento em forno a vácuo. Fornecido em estado recocido com dureza máxima de 250HB tem sua aplicação recomendada em matrizes de estampagem, prensagem, extrusão, corte, rolos laminadores de rosca, conformação a frio em processos onde as aplicações de processamento a temperatura inferior a 250°C onde são envolvidas elevadas tensões.

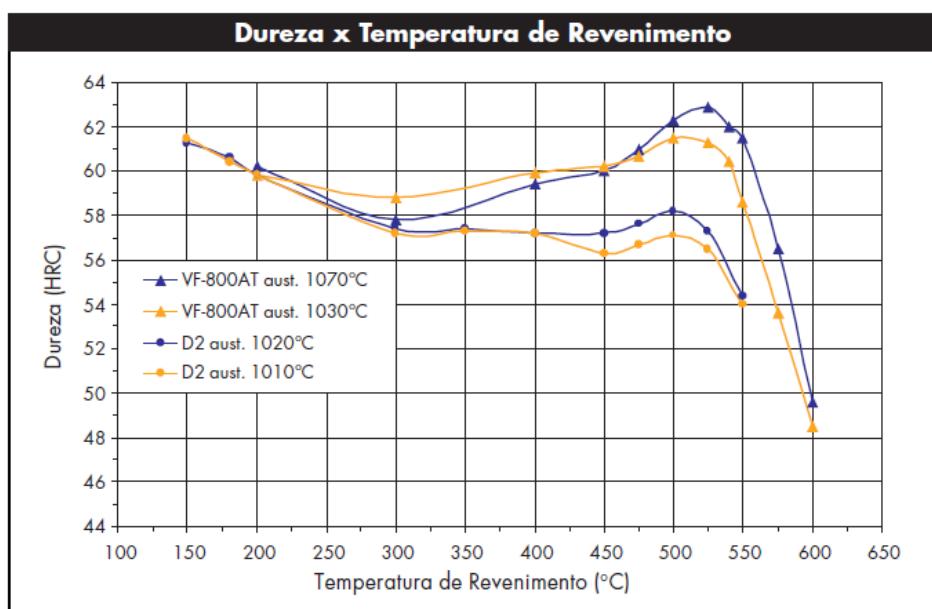
O alívio de tensões é recomendado após usinagem e antes da têmpera em caso de operações agressivas de usinagem com objetivo de minimizar distorções na têmpera. A têmpera é recomendada a temperaturas entre 1020 e 1040°C com pré-aquecimento das ferramentas e o resfriamento recomendado em óleo conforme indicado pelo fabricante com agitação e aquecimento entre 40 e 70°C, banho de sal fundido mantido entre 500 e 550°C ou ar calmo.

O revenimento é recomendado imediatamente após a têmpera assim que o resfriamento atinja 60°C e são recomendados múltiplos revenimento sendo no resfriamento entre cada etapa a peça deve resfriar lentamente até a temperatura ambiente. São recomendadas temperaturas de revenimento de 520 a 600°C

conforme dureza desejada, com tempo recomendado de 2 horas de exposição à temperatura em cada ciclo.

A figura 2 mostra o gráfico comparativo de dureza e efeito de revenimento a diferente temperatura e endurecimento secundário entre os aços D2 e VF 800AT, fonte Villares Metals.

Figura 2. Comparativo de aço VF800AT e D2 austenitizados e revenidos a diferentes temperaturas.



Fonte: Villares Metals.

A figura mostra que o aço VF800AT tem um maior endurecimento secundário e pode ser revenido a temperaturas mais elevadas.

O revenimento a altas temperaturas acima de 520°C é recomendado para obter a máxima tenacidade.

A variação dimensional após têmpera e revenimento é esperado aumento médio de 0,10 % da medida o que deve ser considerado em ferramentas de grandes dimensões e atuado para adequações necessárias que considerando na confecção ou adicionando processos para correção.

2.1.4 Tratamentos térmicos e microestruturas dos aços ferramenta para trabalho a frio

Pela necessidade de usinar o seu formato definitivo de aplicação os aços ferramenta são fornecidos de maneira geral pelos fabricantes na condição de

recozidos e sua aplicação ocorre após aplicação de tratamentos térmicos de têmpera, revenimento e em algumas aplicações com revestimentos posteriores.

A sequência de tratamentos térmicos aplicados aos aços ferramenta como austenitização, têmpera, revenimento, revestimentos posteriores é em função da necessidade das ferramentas resistirem em sua aplicação aos fenômenos de desgaste, adesão de partículas, deformações associadas às operações para obtenção das ferramentas associando dureza e tenacidade.

2.1.4.1 Tratamentos térmicos dos aços ferramenta para trabalho a frio.

Com adição intencional de elementos de liga para obter as propriedades e microestruturas desejadas os aços ferramenta para trabalho a frio seguem uma sequência de operações de aquecimento e resfriamento controlado para busca de desempenho na aplicação proposta. Para o aço VF800AT ® o fabricante recomenda uma sequência de pré-aquecimento das ferramentas, têmpera, martêmpera, alívio de tensões, subzero, revenimento múltiplos e revestimentos como a nitretação a plasma ou aplicação de filme fino.

2.1.4.1.1 Pré-aquecimento

Consiste no aquecimento controlado das peças com taxa de aquecimento a fim de evitar gradientes térmicos (diferença de temperatura entre a superfície e o núcleo da peça) a ser tratada termicamente. Os efeitos de não controlar esta elevação da temperatura pode se traduzirem deformações, distorções dimensionais e surgimento de fissuras ou trincas. Para aços tratáveis ao ar conforme (Chiaverini, 2008) a temperatura de pré-aquecimento antes da austenitização recomendada é 780°C com taxa de aquecimento que pode variar entre 20 a 50°C por minuto.

2.1.4.1.2 Austenitização

É uma etapa importante do tratamento térmico e determinante para a microestrutura desejada bem como o desempenho da ferramenta. Conforme (Callister, 2012) consiste no aquecimento acima da temperatura de transformação da austenita por tempo suficiente para transformar completamente a microestrutura

em austenita. De acordo com (Chiaverini, 2008), promove a completa dissolução do carboneto de ferro no ferro gama e outras fases presentes no aço e onde podemos prever um maior tamanho de grão resultante. Tempo prolongado exige maior controle, pois pode influenciar na oxidação ou descarbonetação do material. A modificação na microestrutura pode ser mais eficaz em casos onde esta temperatura é maior por pequenos períodos favorecida pela mobilidade atômica que se traduz em ganho na microestrutura do aço tratado termicamente.

2.1.4.1.3 Têmpera

A têmpera consiste na operação de resfriar o aço em meio adequado, após a austenitização a uma velocidade suficientemente rápida para evitar transformações em equilíbrio na peça a ser tratada buscando a obtenção de estrutura metaestável denominada Martensita. Importante conhecer as temperaturas de início M_i e final M_f da transformação martensítica para prever e adequar o tratamento para a busca do resultado planejado.

Os fatores que influenciam a tempera conforme (Chiaverini, 1986) são relacionados ao aquecimento e resfriamento da peça a ser tratada, sendo o aquecimento, o tempo de permanência na temperatura, a atmosfera do meio onde o tratamento for realizado e o resfriamento.

A têmpera pode normalmente ser feita em água (pura, com adição de sal ou com adição de polímeros), óleo, ao ar ou em meio gasoso com adição de gases como nitrogênio, hélio, argônio entre outros. Ambos apresentam capacidades diferentes de extração de calor.

Na etapa da têmpera conforme a severidade com que ocorre o resfriamento surge gradientes de temperatura entre o centro da peça e a superfície e esses gradientes induzem tensões internas associadas à contração do aço, a expansão associada à transformação martensítica e outros concentradores de tensões inclusive mudanças bruscas de seção na peça que podem causar deformações plásticas (empenamento da peça), ruptura (trincas) ou tensões residuais.

A Martensita é o produto desejado da tempera e consiste em uma estrutura monofásica fora do equilíbrio termodinâmico que resulta da transformação sem difusão da austenita. Conforme (Callister, 2012) as transformações ocorrem, pois os grãos de Martensita nucleiam e crescem instantaneamente a velocidade do som no

interior da matriz de austenita. É uma transformação que independe do tempo. As transformações que ocorrem no reticulado conforme (Hume-Rothery, 1968) são geradas pelo carbono em solução sólida intersticial modificando a estrutura cúbica por deformar o reticulado. Os grãos de Martensita assumem a forma de agulhas ou de placas.

2.1.4.1.4 Martêmpera

O processo de martêmpera consiste em interromper o resfriamento brusco por alguns instantes a uma temperatura pouco acima da temperatura M_i (temperatura de início da transformação martensítica) para diminuir ou eliminar os gradientes térmicos equalizando a temperatura em toda seção da peça, continuando na sequencia o resfriamento para a formação da Martensita. O propósito conforme (Chiaverini, 2008) é minimizar distorções dimensionais, trincas e tensões residuais. Para utilizar este processo é importante conhecer bem o comportamento do aço. A microestrutura resultante após a martempera é martensita primária. Entre as vantagens temos a redução da tensão residual na peça, pois as maiores variações térmicas da peça ocorrem dentro das condições austeníticas e pelo fato que a transformação final da martensita e demais transformações térmicas ocorrem praticamente ao mesmo tempo em toda seção da peça, permitindo maior controle dimensional do lote de peças, menor perda de peças por empenamento e trincas, porém isso eleva os custos do tratamento térmico.

O equipamento para martempera deve ser adequado ao processo de tempera utilizado, considerando esta compatibilidade o forno é um equipamento trocador de calor, sua função é absorver calor da peça e dissipar pelas regiões próximas para manter a temperatura da peça. A temperatura é medida e controlada por pirômetros conectados e controlados automaticamente para garantir o sistema de resfriamento ou aquecimento programado no equipamento.

2.1.4.1.5 Alívio de tensões

Os aços ferramenta para trabalho a frio sofrem operações de usinagem e acabamento que geram tensões residuais internas e devido as heterogeneidade, pois ocorrem fases distintas em sua estrutura que podem ocasionar distorções

dimensionais e empenamentos se as tensões internas não forem removidas. Uma maneira usual de eliminar estas distorções é fazer um tratamento térmico de alívio de tensões de acordo com (ASM Metals Handbook Heat treatment, 1991) consiste em aquecer a peça até uma temperatura adequada e recomendada para cada tipo de aço, manter nesta temperatura até homogeneizar em toda peça para posteriormente resfriar até a temperatura ambiente. O alívio de tensões é realizado a baixas temperaturas e com isso não afetam os tratamentos térmicos.

Cuidado na taxa de resfriamento de peças com seções onde ocorrem variações de tamanho é importante para evitar que novas tensões sejam geradas.

Devido à difusão do carbono pelo reticulado da Martensita para pontos como defeitos precipitam carbonetos ε semicoerente à matriz com estequiometria $Fe_2.4C$. Em aços com presença de elementos de liga ocorre precipitação de carboneto de estequiometria Fe_5C_2 , estrutura monoclinica, metaestável e considerado intermediário entre o carboneto ε e a cementita Fe_3C , onde se percebe na peça uma redução de volume na peça sendo a matriz Martensita decomposta de estrutura tetragonal de baixo carbono.

O equipamento utilizado para realizar alívio de tensão é normalmente o mesmo utilizado no revenimento alterando apenas as temperaturas de aquecimento e controlando a taxa de resfriamento.

2.1.4.1.6 Revenimento

Para que os valores de resistência mecânica e tenacidade sejam atingidos nos aços ferramenta para trabalho a frio após a têmpera são realizados revenimentos. O revenimento consiste no tratamento térmico de aquecer a peça de forma uniforme a uma temperatura abaixo da temperatura de austenitização, mantendo nesta temperatura por tempo suficiente para equalizar a temperatura e conseguir as propriedades desejadas. Como a Martensita é uma fase metaestável onde o carbono se encontra no interstício da estrutura, o aquecimento fornece energia para difusão (revenimento), o carbono tende a sair da condição de supersaturada e precipitará na forma de carbonetos. Esta precipitação se traduz em diminuição de dureza, contribui para alívio de tensões da têmpera.

Alguns aços de acordo com (Callister, 2012, Chiaverini, 2008) podem sofrer fragilização no revenido se traduzindo em redução da tenacidade, este fenômeno

pode ocorrer em aços susceptíveis, por possuir concentrações apreciáveis de elementos como manganês, níquel ou cromo associado com impurezas como fósforo, antimônio, estanho ou arsênio em baixas concentrações que são revenidas a temperaturas acima de 575°C e resfriadas lentamente ou revenidas entre 375°C e 575°C. Este evento ocorre, pois, a presença destes elementos desloca a transição dúctil-frágil para temperaturas mais elevadas e assim a temperatura ambiente o material tem aumento de sua fragilidade. Como efeito ocorre trinca intergranular (fratura ocorre no contorno de grãos). A fragilização pode ser controlada pelo controle da composição química e pelo ciclo de revenido aplicado.

2.1.4.1.7 Subzero

Devido à alta quantidade de elementos de liga e teor de carbono os aços ferramenta para trabalho a frio possuem a característica de baixar a temperatura de início e final da transformação martensítica o que em alguns casos pode deslocar esta temperatura a temperatura ambiente ou abaixo. Assim o comportamento esperado no tratamento térmico da têmpera que é a transformação da austenita em martensita pode não ser concluído e gera a microestrutura austenita retida em quantidade indesejada ao aço tratado termicamente, pois a austenita é mais mole, afetando propriedades como dureza e resistência ao desgaste, como a austenita é estrutura mais instável e que pode ser transformada pelo revenimento que causa uma alteração de expansão no volume que se transfere em alterações dimensionais que podem gerar distorções dimensionais e trincas indesejadas as ferramentas a saída é eliminar ou reduzir ao máximo a presença da austenita retida.

O tratamento térmico subzero conforme (Chiaverini, 2008) como estabilização é um processo de tratamento térmico onde as ferramentas são submetidas a temperaturas baixas expondo a ferramenta diretamente ou indiretamente a temperaturas entre -60°C a -80°C e se este resfriamento por conduzido até -100°C deixa de transformar somente 8% da austenita. Com objetivo de transformar toda austenita em martensita ou minimizando ao máximo a presença de austenita retida ou residual na microestrutura e aumentar a fração de carbonetos complexos ultrafinos precipitados na matriz martensítica conforme (Das, et al 2010) em estudo realizado em aço ferramenta AISI D2. Conhecido como tratamento criogênico raso

(*Shallow cryogenic treatment*) este tratamento a frio é a busca da temperatura do gelo seco em torno de -80 °C sendo o principal agente resfriador o nitrogênio líquido.

O tratamento utiliza nitrogênio líquido e pode ser feito em contato direto da peça com a imersão da peça no nitrogênio líquido ou com uso de câmaras onde o nitrogênio não entra em contato com a peça, ele circula em galerias que refrigeram a câmara onde a peça é colocada para receber o tratamento.

O processo não altera a aparência da peça, suas dimensões e de maneira geral é indetectável, pois as alterações produzidas são sutis e afetam o material micro estruturalmente. Realizado em atmosfera inerte não ocorre mudança de cor ou oxidação na peça.

Aplica-se em muitas situações onde ocorre desgaste ou fadiga de ferramentas, podendo ser utilizado em diversos setores como estampagem, corte, usinagem entre outras. As ferramentas apresentam maior rendimento em uso com aumento de vida útil.

Os aços submetidos ao subzero apresentam alguns benefícios como aumento da resistência ao desgaste, aumento da vida em fadiga, aumento da tenacidade, aumento da dureza, estabilidade dimensional, redução de tensões residuais. As alterações ocorrem em todas as dimensões da peça, assim se a peça for afiada, ajustada ou usinada mantém as características, pois o tratamento térmico transforma toda a peça, diferente do que ocorre com um tratamento superficial ou revestimento.

Os principais mecanismos não estão estabelecidos de forma clara e conforme (Farina et al, 2002, apud) estão relacionados a transformação martensítica sendo a transformação da austenita retida em Martensita e a transformação da Martensita por decomposição e condicionamento em Martensita revenida ou com a precipitação com aumento da fração volumétrica de carbonetos (eta). Estes mecanismos podem se alterar com variações nos ciclos térmicos onde se alteram a temperatura criogênica, tempo de permanência em temperatura criogênica, posição do revenimento no ciclo térmico, se antes ou após o tratamento criogênico, número de revenimento e aplicação de etapa de alívio de tensões antes do subzero.

2.1.4.1.8 Nitretação

Os múltiplos tratamentos termoquímicos de aços ferramentas aplicados visam a adição de elementos químicos na superfície do aço substrato e diferenciam se

entre si pela presença de distintos elementos químicos que se difundem. A difusão varia em função do tipo e composição do meio externo, do tipo de processos químicos, da técnicas de execução, dos equipamentos utilizados, faixa de temperatura aplicada, ajustes de parâmetros entre outros.

A nitretação é um tratamento termoquímico de endurecimento superficial onde por uma atmosfera contendo nitrogênio, onde o elemento é introduzido na superfície do metal, a uma temperatura conveniente e a uma determinada profundidade. A camada nitretada é formada por zona de compostos e uma zona de difusão.

Estas camadas se formam ou não e sua obtenção está relacionada a concentração de nitrogênio no meio nitretante utilizado, causando alterações na morfologia da microestrutura pela mistura de fases formadas nas distintas regiões.

O processo de transformação da microestrutura está diretamente relacionado com a concentração de nitrogênio e de maneira geral partindo da estrutura martensítica do aço tratado termicamente se evolui para fase Fe_{16}N_2 que é uma fase de transição da Martensita gerada durante o envelhecimento cuja estrutura cfc distorcida para posterior formação do nitreto Fe_4N cuja estrutura é cfc e posteriormente formação de nitreto $\text{Fe}_{2.4}\text{N}$ de estrutura hexagonal.

A dureza superficial alcançada com a nitretação é proporcionada pela formação e precipitação de nitretos e carbonitretos coerentes e semicoerentes, finamente dispersos que distorcem o reticulado na superfície da peça nitretada. A concentração e tamanho dos elementos de liga no material base determinam a dureza da camada obtida. O nitrogênio em solução sólida intersticial distorce o reticulado e aumenta a dureza superficial. O propósito da nitretação é aumento de dureza, resistência ao desgaste da superfície mantendo núcleo mais dúctil, aumenta à resistência a fadiga, a corrosão e a oxidação e altas temperaturas.

A nitretação pode ser realizada por diferentes processos, como nitretação gasosa, em banhos de sais ou a plasma também conhecida por iônica.

2.1.4.1.8.1 Nitretação por plasma

A nitretação por plasma é uma técnica de tratamento que tem por objetivo endurecer a superfície de peças com adição de nitrogênio proveniente de meio gasoso que é adicionado a microestrutura por meio da difusão do nitrogênio na microestrutura do material que está sendo tratado. No vácuo, conforme (O'Brien,

1996), energia elétrica de alta voltagem é utilizada para formar o plasma, através do qual os íons de nitrogênio são acelerados em direção a superfície da peça que está sendo tratada.

A nitretação a plasma foi patenteada em 1931 por J.J Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha, mas só foi utilizada comercialmente após o ano de 1960. A baixa aceitação inicial foi devido ao custo elevado e limitações e dificuldades técnicas de equipamentos com abertura de arcos elétricos e superaquecimento de peças. Atualmente com a evolução da eletrônica de potência, microeletrônica estes problemas foram solucionados.

Entre as vantagens da utilização desta técnica que apresenta um baixo impacto ambiental conforme (Alves, 2001) é a temperatura de tratamento mais baixa. Este processo pode ser conduzido com temperaturas inferiores aos utilizados nos tratamentos térmicos não causando distorções dimensionais adicionais, pode ser controlada a espessura da camada e as fases cristalinas da camada nitretada. O tempo de nitretação pelo processo de plasma é menor, pois a taxa de nitretação é acelerada pela transferência mais efetiva de nitrogênio do plasma para a superfície do metal e a presença de espécies ativas no plasma que melhoram a uniformidade da camada nitretada independente da distância entre eletrodos, é possível nitretar apenas partes da peça protegendo a região com materiais isolantes ou outros materiais metálicos. É mais econômico, pois utiliza menos energia e baixo consumo de gás no tratamento, pois trabalha-se em baixas pressões.

Algumas limitações da utilização desta técnica são o efeito do cátodo oco que ocorre em peças com pequenos furos ou geometria complexa onde em determinadas regiões ocorre o aumento da densidade do plasma que gera aumento da concentração de elétrons secundários. Isto gera um aumento de temperatura na peça e aumento da taxa de bombardeamento na superfície próxima esta região. Outro efeito indesejável é superaquecimento pela relação área e volume gerado em partes da peça com diferente relação de área e volume em peças com geometrias muito diferentes em partes da peça, isso em função do aquecimento da peça ser pelo bombardeamento de íons e espécies neutras energéticas na superfície da peça. Pode ocorrer abertura de arcos catódicos devido ao aumento da densidade de corrente superior à da descarga anômala que irá abrir arcos em pontos da peça favoráveis ao confinamento do plasma, assim que o arco abrir ocorre queda do potencial normalmente inferior à tensão de ruptura e o plasma se extinguirá e se o

equipamento for de alta potência aquecerá a peça e poderá danificar a peça. Outra limitação é a penetração do plasma em furos pequenos, como no processo de formação do plasma ocorre a bainha catódica entre a luminescência negativa, a superfície da peça onde ocorrem as reações dos átomos da superfície com as espécies de plasma e onde os íons são acelerados para bombardear a superfície, ao nitretar peças com furos pequenos existirá um limite que o plasma não penetrara e este diâmetro é aproximadamente duas vezes a largura da bainha catódica e o efeito disso é que a parte interna não irá nitretar. Em caso de não ser interesse a nitretação interna de furos podem ser ajustados o valor de pressão para que a largura da bainha seja ajustada para não penetrar no furo.

A taxa de aquecimento é dependente da pressão da câmara, da temperatura e da densidade de corrente para a descarga anômala. Se a temperatura da peça for baixa ou a pressão do reator for alta ou ambas condições ocorrerem, a faixa de densidade de corrente anômala é estreita e teremos um plasma instável e risco eminente de abertura de arco, por outro lado se a temperatura da peça for alta, a pressão de reator baixa, ou ambas condições ocorrerem a faixa de densidade para descarga anômala será alargada e teremos plasma estável e sem risco de abertura de arco.

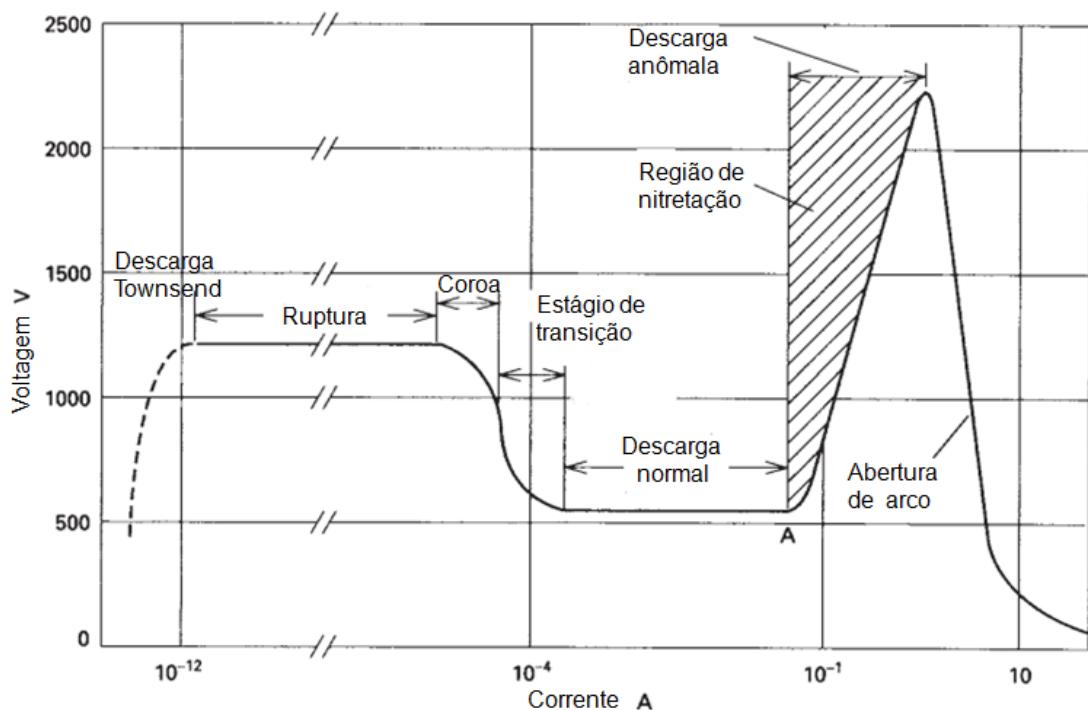
O plasma também denominado descarga elétrica ou descarga gasosa ou descarga luminescente se aplica a um gás que contém espécies neutras e eletricamente carregadas com elétrons, íons positivos, átomos e moléculas. De maneira geral o plasma é eletricamente neutro. Parâmetro importante o grau de ionização é a fração das espécies neutras originais que foram ionizadas. Plasma com grau de ionização menor é considerado plasma frio é o utilizado na nitretação iônica. Outro fator importante é a oscilação do plasma e ocorre quando surge um desbalanceamento de carga no plasma e os elétrons presentes se movem para neutralizar os efeitos do desbalanceamento onde está oscilação em torno da carga gera a frequência do plasma.

O processo de formação do plasma ocorre quando se aplica uma diferença de potencial entre dois eletrodos posicionados em um sistema hermeticamente fechado a uma pressão suficientemente baixa onde elétrons e íons são acelerados pelo campo elétrico, colidindo com outras partículas e assim produzindo íons e elétrons. Assim íons, fótons e partículas neutras bombardeiam o cátodo, produzem elétrons secundários que tornam a descarga auto sustentada, o fluxo destes elétrons

secundários varia com a emissão de acordo com as espécies presentes, as quais interagem com átomos e moléculas do gás residual e por colisão inelástica produzem pares íons elétrons que são acelerados para o catodo e produzem novos elétrons secundários fazendo assim uma descarga auto sustentada, o gás fica brilhante, ocorre queda de tensão tendendo ao mínimo e a corrente tende a aumentar.

Essa produção de cargas gera uma corrente elétrica que oscila com a diferença entre eletrodos conforme a figura 3 a curva adaptada de (Pye, 2003) onde temos uma relação entre a corrente e a voltagem e as características da descarga luminescente.

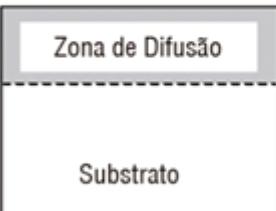
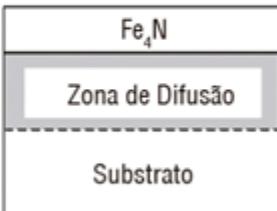
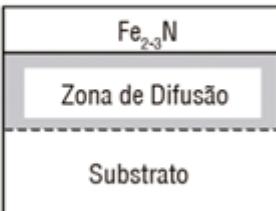
Figura 3. Curvavoltagem por corrente entre dois eletrodos e os tipos de descargas luminescentes.



Fonte: Adaptado de Pye, 2003

Pelo processo de nitretação a plasma é possível controlar a morfologia e fases formadas pelo controle de nitrogênio adicionado a mistura de gases. A composição microestrutural da camada nitretada depende, fundamentalmente do controle de quatro variáveis do processo: temperatura, composição gasosa, pressão, tempo de nitretação, e da composição química do substrato A Figura 4apresenta um potencial das principais fases na microestrutura da superfície nitretada por plasma a partir do controle dos elementos na mistura dos gases.

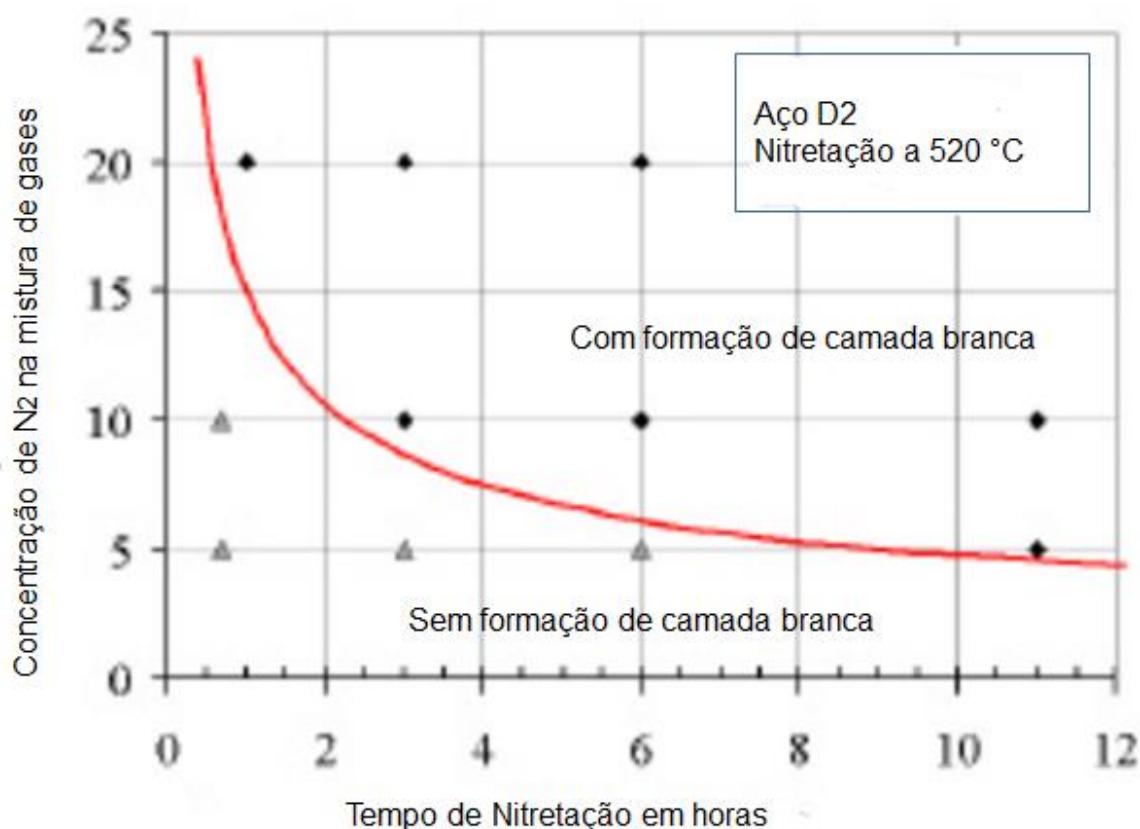
Figura 4. Tipo de fases presentes na microestrutura de camada nitretada que pode ser prevista com controle de nitrogênio disponível na mistura de gás ionizado.

TIPO I	TIPO II	TIPO III
Apenas Zona de Difusão	Camada de Compostos γ' e Zona de Difusão	Camada de Compostos ϵ e Zona de Difusão
		
5% N ₂	10-30% N ₂	60-70% N ₂ 1-3 % CH ₄

Fonte: Adaptado de ASM Metals Handbook, 1985 e Bell et al., 1996.

Com o controle preciso da concentração de nitrogênio na mistura gasosa possibilita, portanto, obter uma superfície nitretada sem a presença de camada de compostos ou controlar qual o nitreto a ser formado nesta camada, direcionando, assim, as propriedades da superfície para as diferentes solicitações. A figura 5 adaptada de (Franco Jr, 2003), apresenta um comparativo dos parâmetros porcentagem de N₂ e tempo de nitretação onde foi levantada a curva experimental em aço AISI D2 para obter o potencial início de formação de camada branca com o intuito de obter uma camada nitretada isenta de camada branca.

Figura 5. Curva experimental do aço AISI D2 de início de formação de camada branca em aço nitretado a 520°C em diferentes tempos de Nitretação.



Fonte: Franco JR, 2003.

O tempo de nitretação também influencia na formação ou não da camada de compostos. Há possibilidade de se suprimir a formação da camada branca o que é importante quando a solicitação de fadiga mecânica ou térmica.

2.1.4.2 Microestruturas dos aços ferramenta para trabalho a frio

Como os aços ferramenta são ligas onde comumente ocorrem eventos de segregações, presença de múltiplas fases, os elementos microestruturais importantes são a matriz metálica, os precipitados finos e as partículas duras envolvidas pela matriz. A matriz é a maior parte da fração volumétrica da microestrutura do aço ferramenta e na condição final após os tratamentos térmicos é normalmente martensita revenida, os precipitados finos são em maior parte coerentes com a matriz, onde temos os carbonetos de endurecimento secundário e fases intermetálicas. As partículas duras conferem a resistência ao desgaste. Os

carbonetos MC, M₂C, M₆C e M₇C₃ são exemplos de partículas duras onde “M” é um elemento da liga metálica.

2.1.4.2.1 Martensita

A transformação martensítica ocorre nos aços e se caracteriza por transformação de fase fora do equilíbrio termodinâmico resultado de um resfriamento brusco da fase austenita, não havendo difusão atômica para evitar a decomposição da austenita que em processo difusional formaria ferrita e perlita. Em equilíbrio termodinâmico ou a baixas taxas de resfriamento, os átomos de carbono podem se difundir fora da estrutura austenítica que é cúbica de face centrada e se transformar em ferrita que é cúbica de corpo centrado. Esta transformação da austenita em ferrita ocorre por processo de nucleação e crescimento e depende do tempo. Com um resfriamento brusco o carbono não tem tempo para se difundir, mesmo que tenha se movimentado e forma uma nova estrutura onde o carbono fica aprisionado é a trétragonal, estrutura supersaturada em carbono chamada de martensita confere alta resistência mecânica, associada com alta dureza e resistência ao desgaste.

A martensita se forma por mecanismo de cisalhamento, que resulta numa rotação do plano horizontal que para os aços ferramenta devido ao seu médio e alto carbono, formam Martensita com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), uma forma distorcida da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Isso ocorre devido aos átomos de carbono nos aços ferramentas ocupar apenas uma das três posições intersticiais possíveis do octaedro.

Os dois mecanismos de deformação plástica são escorregamento e maclação. A Martensita escorregada ocorre com maior frequência em aços com baixo e médio carbono, o plano de hábito pode variar dentro de cada grão e as unidades se formam no contorno das linhas de escorregamento em pacotes. A Martensita maclada ocorre mais em aços com alto carbono, as unidades se formam como placas lenticulares individuais, resultam finas maclas que não se prolongam fora dos limites da placa.

Em aços ferramentas os elementos de liga formadores de carbonetos influenciam a temperatura de início da transformação martensítica, pois elementos como manganês, cromo, níquel, molibdênio, silício e tungstênio reduzem a

temperatura de início da transformação, pois durante a austenitização a austenita se enriquece de carbono e elementos de liga que migram da dissolução dos carbonetos dificultam a transformação martensítica.

2.1.4.2.2 Martensita revenida

Para melhorar as propriedades dos aços com estrutura martensítica aumentando a tenacidade os aços tratados termicamente são revenidos que em resumo é um tratamento térmico subcrítico onde os aços são aquecidos a temperatura a baixo da temperatura eutetóide, mantendo nesta por um período e posteriormente resfriado até a temperatura ambiente, podendo ser repetido várias vezes se necessário. Ocorrem no aço segregação do carbono em defeitos da estrutura cristalina, a precipitação de carbonetos, a decomposição da austenita retida, recuperação e recristalização da estrutura da Martensita. O revenido visa facilitar fenômenos de difusão para obter estrutura estável, menos frágil.

Nos diferentes intervalos de temperatura ao que o aço revenido passa as transformações que ocorrem em determinadas faixas de temperaturas podem ser identificadas como etapas. Conforme (Krauss, 1990, Chaverini, 2008), a faixa de temperatura entre 100°C e 250°C ocorre a primeira etapa onde se percebe um aumento de tenacidade, mas não são percebidas alterações da microestrutura se observado por microscopia ótica. Sugere que nesta faixa de temperatura o carbono pode se difundir pelo reticulado da Martensita, migrando para defeitos, formando aglomerados ou se precipitando na forma de carboneto metaestável ϵ . Nas peças tratadas podemos perceber uma mudança do volume específico no metal semelhante a observada na transformação da austenita para Martensita. Na segunda etapa as frações de austenita retida se transformam em estrutura bainítica em temperaturas entre 100°C a 300°C, onde temos ferrita e carboneto ϵ e teremos na peça importante variação dimensional expansiva. Na terceira etapa do revenido que ocorre entre 200°C e 400°C os carbonetos ϵ se dissociam e o carbono em excesso se difunde para fora da Martensita que altera sua estrutura, perdendo a tetragonalidade e se torna estrutura ferrita encruada e cementita e teremos diminuição do volume do metal. A tabela 3 apresenta comparação das etapas de revenido entre aço baixa liga e de aço ferramenta e respectivas transformações que

o revenimento gera no aço, estas transformações são associadas aos elementos de ligas presentes na liga de aço.

Tabela 3. Comparaçao de etapas de revenimento em aço baixa liga e nos aços ferramenta.

TEMPERATURAS DE REVENIDO	AÇO BAIXA LIGA ⁽¹⁾	AÇO-FERRAMENTA ⁽²⁾
Etapa 1 100 a 250°C ⁽¹⁾ 100 a 200°C ⁽²⁾	Aglomerados de C e Precipitação	Precipitados finos (carbonetos de transição)
Etapa 2 150 a 300°C 200 a 600°C	Austenita retida transformada em bainita	Austenita retida transforma- se em M_3C e ferrita
Etapa 3 200 a 400°C acima 200°C	M_3C Fe_3C	M_3C
Etapa 4 Acima de 400°C	---	Endurecimento secundário (Carbonetos ligados)

Fonte Adaptado de Dudova, et al 2011, Chiaverini, 2008).

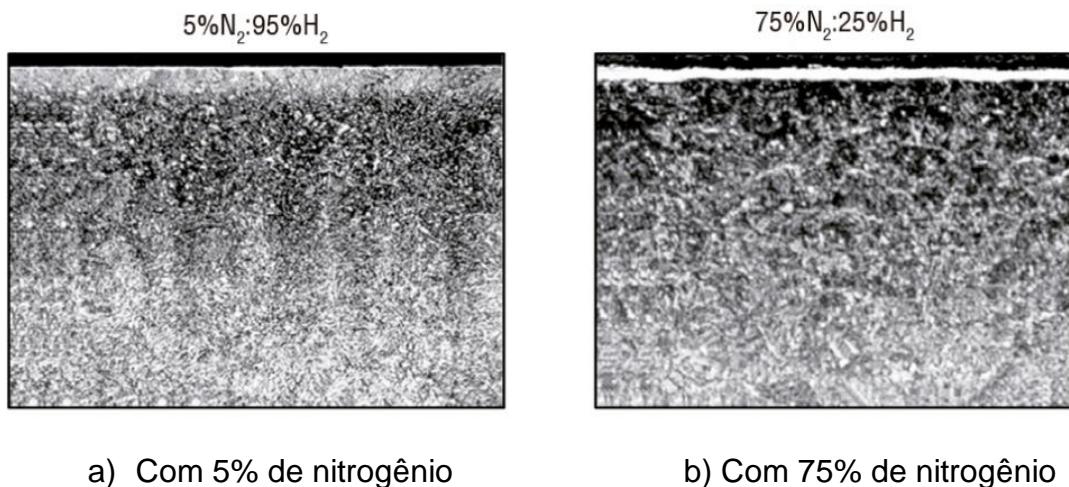
Nos aços ferramenta teremos a precipitação de carbonetos secundários e pode ser considerada a quarta etapa do revenido, ocorre devido à presença de elementos de liga que podem alterar as transformações onde podem surgir precipitados finos, os carbonetos de transição. Nos aços ferramentas as etapas seguintes promovem a formação de carbonetos tipo M_3C onde M é o elemento de liga formador do carboneto. Nos aços ferramenta para trabalho a frio acima de 500°C motivado pelo alto carbono e cromo surge o endurecimento secundário que se avaliar em propriedades mecânicas ocorre retardo da queda das propriedades que se traduz em aumento de dureza. Ocorre devido ao aquecimento uma diminuição no supersaturamento de carbono da estrutura Martensita, pois a elevadas temperaturas do revenido teremos a difusão de átomos de elementos de liga substitucionais que formam a precipitação de carbonetos. A Martensita é importante como matriz e é responsável por manter o carbono na estrutura sendo a fonte de carbono para ocorrer à formação dos carbonetos que geram o endurecimento secundário.

2.1.4.2.3 Microestruturas dos aços nitretados

A nitretação dos aços gera um enriquecimento de nitrogênio na superfície da peça tratada. A temperatura e composição da mistura de gases potencializa ocorrência de difusão no reticulado do aço não formando uma segregação ou iniciando a nucleação de nova fase pela solubilidade do nitrogênio no aço ser ultrapassada gerando um composto intermetálico conhecido como camada composta. O carbono altera a morfologia do processo de nucleação gerando uma mistura de fases que alteram a superfície do aço. A região mais próxima a superfície é a camada composta ou também chamada camada branca onde ocorre a formação de nitretos estáveis gerados pela reação do nitrogênio com elementos formadores de nitretos. Esta camada pode ser controlada sua composição, sua espessura, uniformidade através da composição da mistura de gases, da temperatura de nitretação, da pressão utilizada, do processo, pelo tempo de nitretação e pela taxa do fluxo da mistura de gases. A área mais abaixo da superfície é denominada zona de difusão e consiste de uma solução sólida supersaturada de nitrogênio intersticial onde eventualmente ocorre início de formação de nitretos. Na sequência teremos a área de transição entre a zona de difusão e a matriz que em um aço tratado termicamente será Martensita.

A sequência de formação de nitretos FeN, passando a nitretos Fe₄N e posterior nitretos Fe₂4N que podem alternar sua formação para Fe₃2N. O responsável por determinar a quantidade de nitretos formados e suas proporções é a porcentagem de carbono no aço nitretado. Podemos com a nitretação iônica planejar o resultado esperado para a microestrutura, na figura 5 temos duas microestruturas que podem ser planejadas e suas respectivas concentrações de nitrogênio e hidrogênio.

Figura 6a e 6 b: Potencial das fases presentes na peça nitretada por nitretação iônica controlando a mistura dos gases e controlando a quantidade de nitrogênio disponível na mistura de gases.

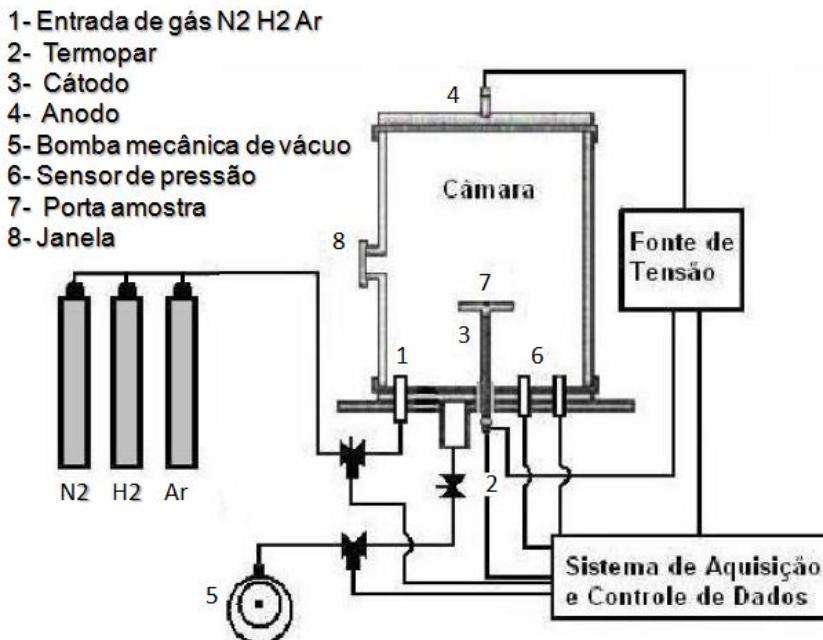


Fonte: Adaptado de (Pye, 2003).

2.1.4.3 Processos de nitretação a plasma

Para a nitretação a plasma ser adequadamente conduzida são importantes o controle de alguns parâmetros como condição do vácuo na câmara do reator, pressão parcial dos gases, temperatura, tempo de trabalho, intensidade do plasma, taxa de aquecimento e resfriamento, onde são garantidas as condições de geração e manutenção do plasma na superfície das peças a serem nitretadas. A figura 7 ilustra esquema de sistema de nitretação a plasma.

Figura 7- Figura esquemática de sistema de nitretação.



Fonte: Adaptado de Gobbi, 2009.

Os reatores utilizados na nitretação podem ser de tipos diferentes. Uma diferença importante dos reatores é a origem da energia necessária para o aquecimento das peças onde podemos definir basicamente dois tipos de reatores.

- Reatores de parede fria, onde a energia gerada pelo plasma é a fonte de aquecimento.
- Reatores de parede quente, onde a energia para aquecimento é compartilhada entre a parede do reator, uma espécie de forno a vácuo e a energia do plasma.

Na aplicação de reatores de câmera quente a vantagem é a uniformidade da temperatura dentro da câmera, assim teremos um perfil térmico homogêneo em todo reator. Nos reatores de parede fria o perfil térmico é dependente da quantidade, tamanho e distribuição da carga, pois a temperatura disponível é a gerada pelo plasma da carga utilizada.

Os reatores de câmera quente são utilizados nos tratamentos onde se deseja tratar qualquer quantidade, peso e geometrias da peça.

2.1.4.4 Cuidados no processo de nitretação a plasma

Para evitar problemas durante a nitretação que possam comprometer o processo de nitretação a plasma e gerar resultados indesejados nas peças, vários cuidados devem ser tomados.

Um importante cuidado é com relação a limpeza da peça a ser nitretada para evitar contaminação de resíduos que possam interagir com a atmosfera do plasma e afetar o resultado do processo. Devem ser eliminados resíduos de óleo de corte, protetivos, resíduos de operação, marcas de manuseio, camadas de óxido e qualquer forma de resíduo que possa gerar porosidades, falhas na formação e uniformidade da camada nitretada ou imperfeições.

A taxa de fluxo de gás aplicada durante o processo deve ser uniforme e constante. Devemos verificar se os equipamentos foram corretamente ligados, ajustados as condições estabelecidas e se estas foram atingidas e verificar o correto funcionamento do sistema e suas condições para o material a ser nitretado.

O processo e o sistema de nitretação, o reator deve ser mantido sempre no vácuo para evitar a contaminação da câmara ou impedir reações indesejadas como descarbonização das peças a serem tratada sem função de uma preparação

incorreta das mesmas possibilitando que a contaminação fragilize o material gerando esfoliação ou escamação das peças tratadas.

Limpeza periódica e adequada das partes da câmara do reator com material adequado para evitar resíduos que possam afetar o resultado da nitretação.

2.1.5 Sistemas de revestimento de superfície Duplex

O conceito de sistema duplex está relacionado a engenharia de superfície de ferramentas com aplicação sequencial de duas ou mais tecnologias de modificação da superfície para obtenção de propriedades não atingidas se usados isoladamente ambas as técnicas.

A aplicação individual de ambos os processos possibilita incrementos parciais de características, propriedades e desempenho que no revestimento a altas temperaturas para o aço ferramenta de trabalho a frio se traduz em precipitação de carbonetos cujo efeito é endurecimento secundário e a nitretação a plasma possibilita incremento de dureza superficial pela difusão de nitrogênio na superfície.

A importância do substrato na fabricação de ferramentas de aço ferramenta para trabalho a frio preparadas para sistemas tribológicos desenvolvidos para suportar carga, reduzir desgaste e atrito são fundamentais considerando a nitretação a plasma deseja-se uma microestrutura constituída de uma zona de difusão com perfil de dureza gradual, sem presença de fragilizantes como precipitação grosseira, em contorno de grãos e ausência de camada branca.

Para que o substrato desempenhe sua função são importantes a dureza, a resistência adesiva e a magnitude de tensões residuais. São requisitos para o substrato capacidade de adesão do filme, dureza para aumentar tensão de escoamento, prevenir deformação e ser quimicamente inerte. O substrato deve suportar a integridade do filme e a adesão entre superfície do substrato e filme ocorre por ancoramento mecânico, ligações físicas (forças de Van der Waals e pontes de hidrogênio) e ligações químicas (iônicas, covalentes ou metálicas). Requisitos que auxiliam a adesão por favorecer a formação de ligações químicas intensas são estrutura cristalina e parâmetro de rede semelhante.

Deseja-se que o substrato sustente o filme sem deformação significativa, a deformação deve permanecer no campo elástico. Se ocorrerem módulos de elasticidade muito diferentes geram-se descontinuidade nas tensões na interface

substrato-revestimento que poderá em regime de carga falhar a sustentação. A nitretação imprime tensões residuais compressivas que é benéfica por diminuir a intensidade das tensões aplicadas e melhorar o comportamento em fadiga.

3 MATERIAIS E MÉTODO

3.1 Material

3.1.1 Composição química

O material utilizado neste trabalho foi o aço ferramenta para trabalho a frio VF800AT® fabricado pela Villares Metals. O qual é fornecido na condição recozida com dureza de 250 HB, na forma de barras cilíndricas com diâmetro de 25,4 mm. A composição química do material está representada na tabela 4.

Tabela 4: Composição química em porcentagem em peso do aço ferramenta para trabalho a frio VF 800 AT

Composição do aço ferramenta para trabalho a frio VF800AT									
Elementos	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni	W	Fe
Especificado	0,85	0,90	0,40	8,00	2,00	0,50			
Encontrado	0,886±0,01	0,976±0,02	0,380±0,006	9,065±0,07	2,771±0,02	0,452±0,01	0,2370,0004	0,329±0,005	4,56±0,04

Fonte: Catálogo de aços da Villares Metals fabricante do aço e análise de composição química da amostra inicial.

A composição química mostrada na segunda linha da tabela 4 corresponde ao valor médio de três medidas de composição química realizada no material como fornecido pelo fabricante. Observa-se que os elementos químicos:carbono, silício, cromo e molibdênio estão com composição química um pouco acima do estipulado pelo fabricante (primeira linha). Os elementos manganês e vanádio um pouco abaixo dos valores informados no catálogo e apresentam ainda valores residuais de níquel e tungstênio que não estão especificados na composição química do fabricante, mas que afetam as propriedades do aço. As variações da composição podem estar associadas a posição do lingote na origem do processamento do material que conforme (Mendanha,et al 2008), associado a condições de solidificação, limitações na deformação entre o núcleo e a superfície dos blocos onde ocorrem variações na composição, propriedades e características metalúrgicas e influenciam na morfologia e distribuição dos carbonetos.

Análise metalográfico do material como fornecido revela a microestrutura do aço recozido; conforme figura 8; que reflete a condição típica de fornecimento deste

material com a matriz ferrítica, carbonetos primários irregulares de formato maior, carbonetos secundários de formato menor e solubilizado na matriz.

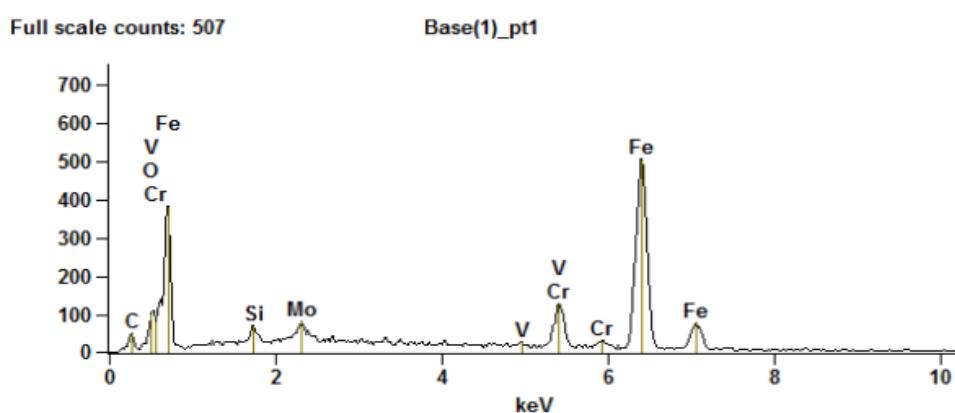
Figura 8: Microestrutura do aço ferramenta VF800AT® recocido, análise em microscópio óptico. Microestrutura apresenta carbonetos primários irregulares (grandes), carbonetos secundários (pequenos), distribuídos em matriz ferrítica. Ataque nital 4%.



Fonte: O autor.

A figura 9 mostra resultados de Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios-x(EDX) que foi utilizada para determinação da composição química dos carbonetos presentes na microestrutura do material. A análise química revela presença de ferro, cromo, vanádio, molibdênio e silício no carboneto.

Figura 9: Resultado da análise de EDX da composição química dos carbonetos.

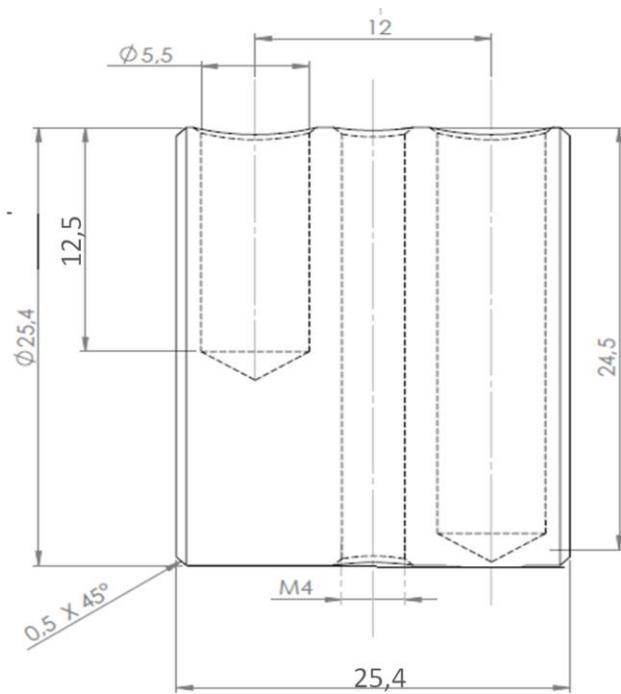


Fonte: O autor.

3.1.2 Corpos de prova

Os corpos de prova foram retirados da barra cilíndrica recozida, usinados no formato de um cilindro com dimensões de 25,4 mm de diâmetro e 25,4 mm de comprimento, com quebra dos cantos vivos, usinado rosca M4 para fixação dos corpos de prova no porta amostra do reator de nitretação. Para cada grupo de amostras foram preparadas 7 amostras. Em uma das amostras foi usinado dois furos conforme mostra a figura 10, para inserir os termopares, um com a profundidade de 12,5 mm e o outro 24,4 mm de profundidade para monitorar a temperatura do núcleo da amostra e a temperatura próxima à superfície da amostra durante o tratamento.

Figura 10: Corpo de prova com dimensões de 25,4 mm x 25,4 mm contendo dois alojamentos para os termopares e rosca de fixação ao suporte da amostra para montagem no reator.



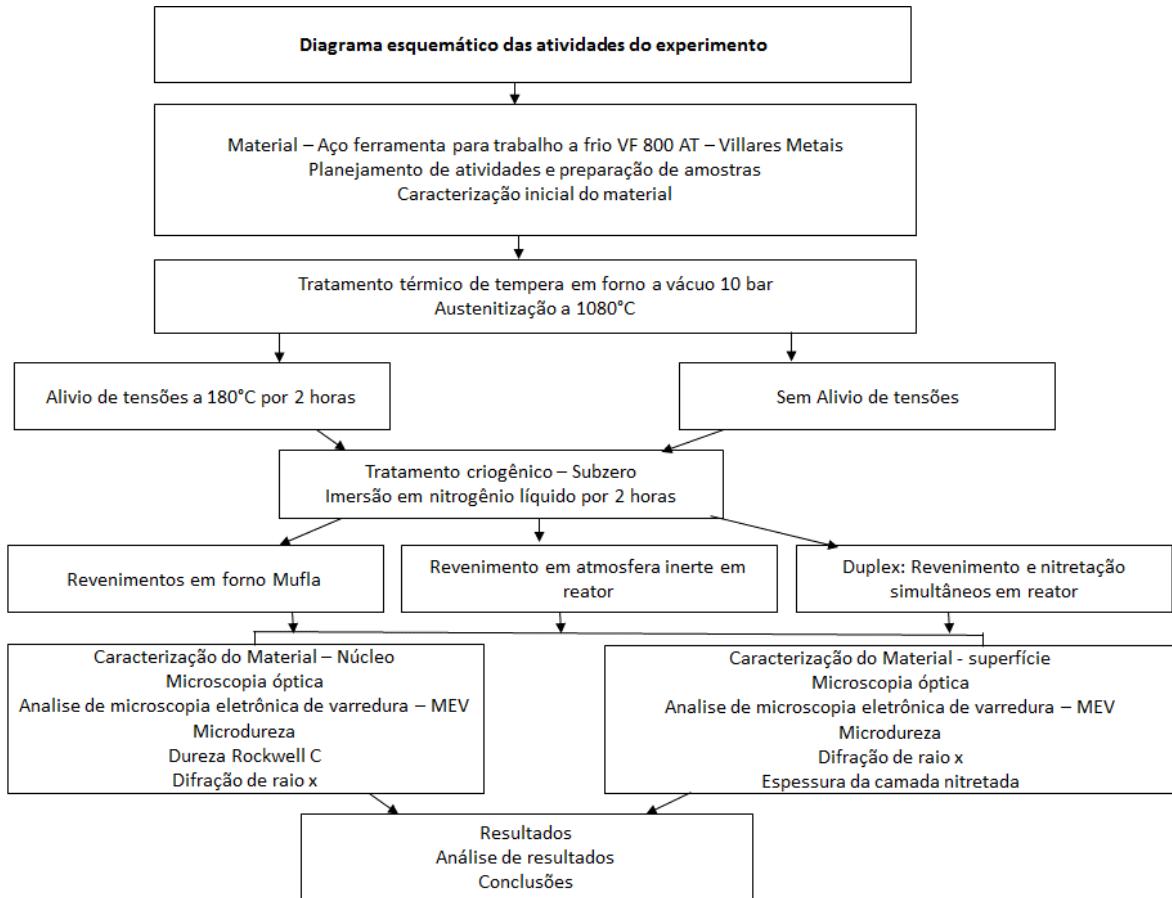
Fonte: O autor.

O objetivo de colocar os dois termopares é medir o gradiente de temperatura entre a superfície e o núcleo da amostra durante o tratamento térmico.

3.2 Método

As etapas realizadas na pesquisa estão esquematicamente representadas na figura 11, as amostras dos seis grupos foram elaboradas do mesmo material o aço VF 800 AT, foram usinadas, retificadas e limpas.

Figura11: Figura esquemática das etapas e ciclos aplicados nos diferentes grupos de amostras



Fonte: O autor.

3.2.1 Tratamento térmico

Após usinagem e preparação das amostras, foram tratadas termicamente em diferentes ciclos térmicos formando 6 grupos diferentes. A tempera foi realizada em forno a vácuo em empresa especializada em serviço de tratamento térmico Tecnotempera com aquecimento a $1080^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ com patamar de 2 horas seguido de resfriamento em Nitrogênio gasoso a uma pressão de 3,5 bar ($3,5 \times 10^5 \text{ Pa}$) até a temperatura de $500^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. A qual foi mantida constante para

realização do tratamento térmico de martêmpera por 30 minutos. Em seguida resfriada com fluxo de ar até a temperatura de 25°C.

Foram monitorados os parâmetros do tratamento térmico entre a superfície e o núcleo da peça com termopar montado na amostra previamente preparada. No tratamento térmico de têmpera o gradiente térmico entre a superfície e núcleo foi de 5°C que pode ser desconsiderado na influência sobre as transformações e microestrutura presentes.

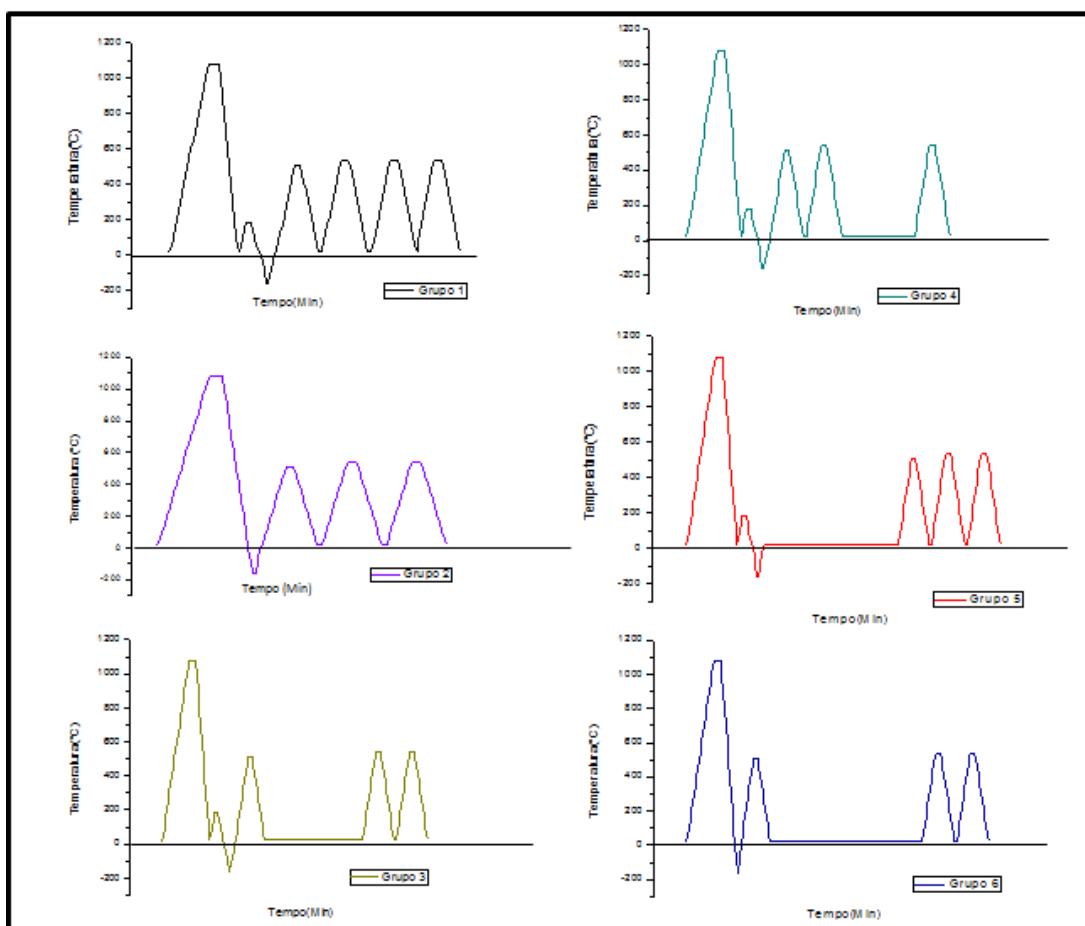
Os ciclos térmicos realizados em cada um dos 6 grupos de amostras são mostrados na tabela 5 e demonstradas esquematicamente na figura 12. As amostras do grupo 1 receberam um ciclo de alívio de tensões, o ciclo de tratamento recomendado pelo fabricante denominado ciclo de alta tenacidade que consiste em um revenimento a 510°C, seguido de 2 revenimentos a 540°C em forno Mufla. O tratamento de nitretação por plasma foi realizado na temperatura de 540°C posterior ao triplo revenimento realizado no reator da UDESC. As amostras do grupo 2 receberam o tratamento conforme ciclo de alta tenacidade recomendado pelo fabricante. As amostras do grupo 3 receberam um ciclo de revenimento a 510°C em forno Mufla e 2 ciclos de revenimento e nitretação simultâneos a 540°C no reator da Udesc. As amostras do grupo 4 receberam um ciclo de alívio de tensões, um ciclo de revenimento a 510°C, um ciclo de revenimento a 540°C em forno Mufla e um ciclo de revenimento e nitretação simultâneos a 540°C no reator da Udesc. Os três revenimentos realizados no Grupo 5 foram feitos com atmosfera inerte no reator a plasma da UDESC. Os parâmetros utilizados foram os mesmos dos demais grupos sendo interrompido o fluxo de nitrogênio durante os ciclos de tratamento térmico. O resfriamento foi feito sob vácuo no interior do reator. As amostras do grupo 6 receberam um ciclo de revenimento a 510°C em forno Mufla e 2 ciclos de revenimento e nitretação simultâneos a 540°C no reator da Udesc.

Tabela 5 Resumo dos ciclos térmicos aplicados aos 6 grupos de amostras.

Tratamento	Alívio de tensões 180°C	1º revenido Forno Mufla 510°C	2º revenido Forno Mufla 540°C	3º revenido Forno Mufla 540°C	1º revenido Simultâneo a nitretação 510°C	2º revenido Simultâneo a nitretação 540°C	3º revenido Simultâneo a nitretação 540°C
Grupo 1	Sim	✓	✓	✓			
Grupo 2	Não	✓	✓	✓			
Grupo 3	Sim	✓				✓	✓
Grupo 4	Sim	✓	✓				✓
Grupo 5	Sim				✓	✓	✓
Grupo 6	Não	✓				✓	✓

Fonte: Autor.

Figura12: Gráfico esquemático do resumo de ciclos térmicos aplicados aos 6 diferentes grupos de amostras.



Fonte: Autor.

3.2.2 Alívio de tensões

As amostras tratadas termicamente foram aquecidas até a temperatura de 180°C, mantidos por 2 horas com fluxo de nitrogênio para evitar oxidação e contaminações da superfície, após as amostras foram resfriadas até temperatura ambiente utilizando fluxo de nitrogênio.

As amostras dos grupos 1, 3, 4 e 5 conforme tabela 5, foram submetidas ao alívio de tensões. As amostras do grupo 2 e grupo 6 não receberam alívio de tensões.

3.2.3 Subzero

Todas as amostras foram submetidas ao tratamento criogênico com imersão em Nitrogênio líquido durante 120 minutos. Este procedimento foi realizado logo após o alívio de tensões para os grupos de amostras do grupo 1, 3, 4 e 5 onde ocorreu o alívio. Para os grupos 2 e 6 o subzero foi realizado imediatamente depois da tempeira, pois, estes grupos de amostras não receberam tratamento de alívio de tensões.

3.2.4 Revenimento

Em todos os seis grupos foram realizados três revenimentos. Para o grupo 5 os 3 ciclos de revenimento foram realizados no reator de nitretação em atmosfera inerte contendo hidrogênio e argônio. O tratamento foi realizado 2 dias após o subzero devido a condições operacionais da pesquisa. Para os grupos 1, 2, 3, 4 e 6 o primeiro revenimento foi feito em forno tipo em mufla, a temperatura do primeiro revenimento foi de $510^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ com fluxo de nitrogênio para evitar oxidação e contaminações da superfície da amostra. O procedimento foi realizado logo após a tempeira e subzero para as amostras do grupo 2 e grupo 6 e posterior o alívio de tensões e subzero para as amostras do grupo 1, 3, 4 e 5. Os outros dois revenimentos foram realizados na temperatura de $540^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ em forno tipo mufla ou durante o tratamento de nitretação por plasma, como mostra a tabela 5 e gráfico esquemático da figura 12.

3.2.5 Montagem das amostras na câmera do reator

As amostras foram montadas no porta amostras sendo que em cada grupo foram inicialmente colocadas 7 amostras e um amostra com os termopares alojados. A figura 13 mostra a disposição das amostras dentro do reator do laboratório de plasma da Udesc – Joinville, SC.

Figura 13: Montagem das amostras e dos termopares para monitoramento do gradiente de temperatura entre o núcleo e a superfície da amostra no reator.

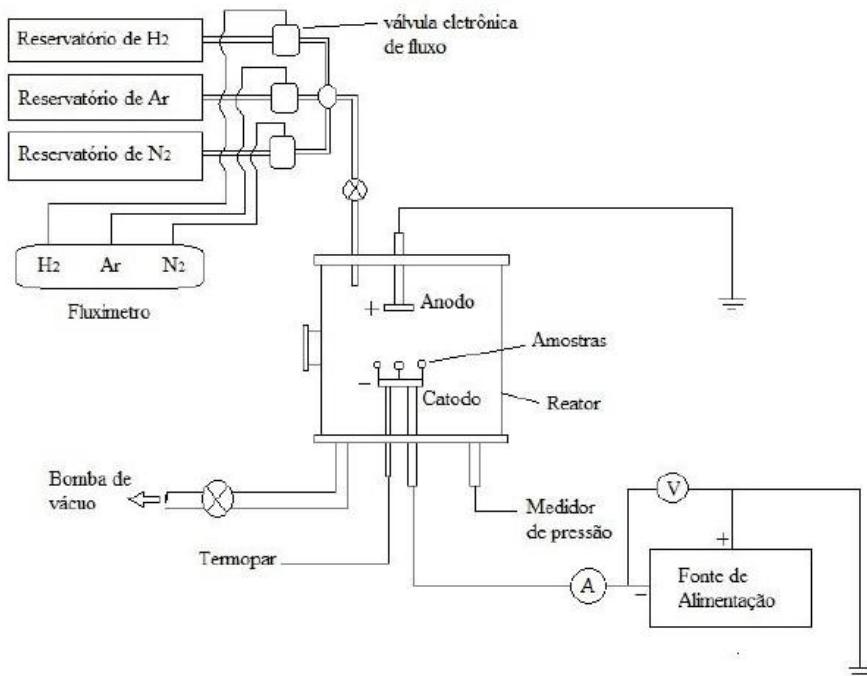


Fonte: O autor.

3.2.6 Tratamento simultâneo de nitretação por plasma e revenimento

A nitretação por plasma foi realizada no reator do laboratório de Plasma (Lab-Plasma) da Universidade do Estado de Santa Catarina-Udesc de Joinville – SC. A figura 12 mostra a representação esquemática do equipamento.

Figura 14 – Esquema do reator experimental utilizado para o tratamento duplex: nitretação e revenimento em mesmo ciclo térmico.



Fonte: O Autor.

O equipamento consiste em um reator (câmera de descarga) feito de aço inox 304 com 300 mm de diâmetro e 300 mm de comprimento. Reator do tipo câmera fria onde as paredes do reator não são previamente aquecidas e mantidas a temperatura para auxiliar na manutenção uniforme da temperatura. Sistema possui uma bomba de vácuo mecânica com capacidade de 18m³/h conectada ao reator, a qual é responsável por produzir vácuo da ordem de 10⁻³ torr; cilindros de gases H₂, N₂ e Ar; fluxímetro para controle da composição química da mistura gasosa; uma fonte de alimentação de corrente contínua e medidores de pressão e temperatura. As peças foram lavadas com detergente neutro, em seguida foram limpas em álcool sob ultrasom durante 15 minutos no laboratório de caracterização de materiais da Udesc, conforme figura 13, secas com ar quente e posteriormente foram montadas no porta amostras.

Figura 15– Limpeza das amostras em equipamento de ultrasom com álcool etílico a 96%.



Fonte: O Autor

A pressão de base no reator foi de 3,2 x 10⁻² Torr. Tabela 6 mostra as condições de nitretação utilizadas neste trabalho. A temperatura foi monitorada com dois termopares alojados na amostra conforme figura 14. O motivo de se utilizar dois termopares foi medir o gradiente térmico gerado na amostra durante o tratamento superficial.

Figura 16 – Imagem descarga elétrica sob as peças durante o tratamento duplex.



Fonte: O Autor

A fonte de tensão contínua (DC) foi utilizada para geração e manutenção do plasma, a qual mantém a descarga na região anômala ou anormal. Após o término do tratamento as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente sob vácuo.

No triplo revenimento do grupo 5 não foi utilizado o N₂ durante o tratamento sendo os demais parâmetros os mesmos utilizados aos demais grupos.

Tabela 6- Descrição dos parâmetros experimentais usados no tratamento de nitretação e/ou revenimento.

F _{N2} (sccm)	F _{H2} (sccm)	F _{Ar} (sccm)	P(Torr)	T(°C)	T(min)
5,5	98,0	16,0	5,0	540,0	120,0

Fonte: Autor

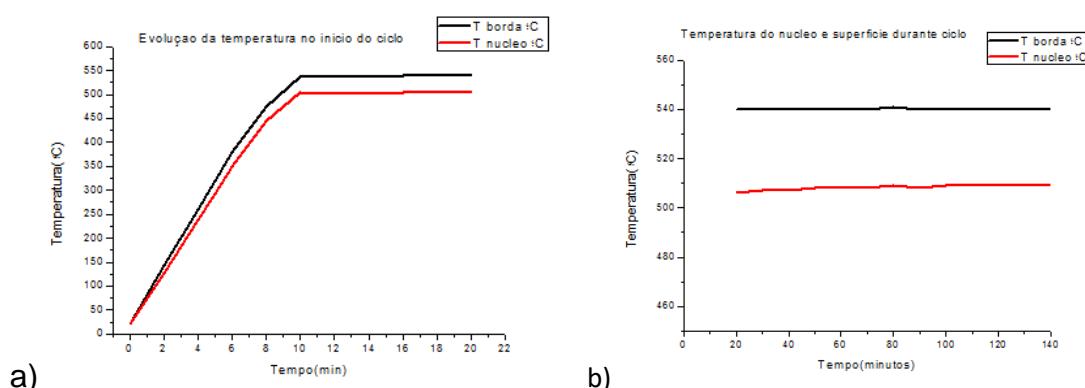
|

3.2.7Gradiente térmico entre núcleo e superfície das amostras durante o tratamento duplex

O tratamento de revenimento ou nitretação quando realizado em reator de parede fria apresenta gradiente térmico entre o núcleo e a superfície a amostra. A fonte de calor responsável pelo aquecimento da peça que está sendo tratada é o próprio plasma, que é gerado pela fonte de tensão contínua. Na figura 15 são mostrados os gráficos da temperatura em função do tempo durante o ciclo de aquecimento e ao longo do tratamento de revenimento ou nitretação. Observa-se a

ocorrência de um gradiente térmico de 30°C entre os 12,5 mm que separam a superfície e núcleo na peça. Este gradiente térmico é um fator determinante nas transformações metalúrgicas nos aços, sendo fundamental conhecer sua influência em fabricações de peças de grandes dimensões.

Figura 17 -Evolução da temperatura entre núcleo e superfície das amostras. Figura 15-a. considerando tempo de aquecimento do tratamento. Figura17 b.Temperatura durante o tratamento nitretação e revenimento.



Fonte: O Autor

Os gráficos apresentam a evolução da temperatura no aquecimento onde nos primeiros minutos surge uma diferença de temperatura entre o núcleo e a superfície que cresce até 30 graus após 10 minutos de aquecimento e se mantém constante durante todo o ciclo de tratamento de revenimento e nitretação.

3.2.8 Ensaios e caracterizações

3.2.8.1 Microscopia Ótica

Para realizar a análise da microestrutura uma amostra de cada tratamento foi cortada a 3 mm da extremidade do corpo de prova utilizando em corte a frio por água, posteriormente esta parte destacada da amostra foi cortada ao meio em 2 seções em máquina de corte a frio ISOMET 4000 com disco de diamante e embutida em baquelite. Para evitar o abaulamento da extremidade da amostra durante sua preparação (lixamento e polimento), antes do processo de embutimento, as duas

metades cortadas foram coladas com as superfícies tratadas dispostas uma contra a outra.

As amostras embutidas foram lixadas com sequência distintas de granulação de lixas para proporcionar a remoção dos riscos, a fim de adequar a superfície para análise e polidas adequadamente, o polimento realizado com solução de alumina 1 micrometro de granulação.

Para caracterizações do núcleo as amostras foram cortadas no centro do corpo de provas a 12,5 mm da extremidade e foram preparadas metalograficamente.

O ataque químico utilizado para revelar a microestrutura foi nital 4,0% durante 2,0 minutos para as amostras onde objetivo foi avaliar a camada nitretada e nital 10,0% durante 3,0 minutos para a microestrutura do núcleo.

A análise por microscopia ótica foi realizada em um microscópio óptico ZEISS Axioskop, instalado no Laboratório de Materiais da Embraco.

3.2.8.2 Microdureza

Para medir a microdureza das amostras, foi utilizado um microdurometro marca Shimadzu HMV-2T, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais do departamento de Engenharia Mecânica da UDESC. O equipamento permite a utilização de cargas previamente especificadas que variam entre 0,294 mN a 16,2N. Através do software é possível obter o comprimento das diagonais principais e do valor da dureza do material. Os perfis da camada tratada obtidos utilizando uma carga de 980,7mN, aplicada durante 10s. A primeira indentação de cada amostra foi feita a 10 μ m da superfície e as medidas seguintes foram realizadas a 20 μ m, 35 μ m, 50 μ m, 60 μ m, 80 μ m, 95 μ m, 110 μ m, 150 μ m e 200 μ m. Esse procedimento foi repetido três vezes para cada amostra em todas as profundidades medidas deslocando 20 μ m entre cada ponto de indentação.

Todos os grupos foram submetidos a este procedimento para obter o perfil de dureza da camada tratada. Os perfis do núcleo das amostras foram obtidos utilizando uma carga de 9,807N, aplicada durante 10s. A primeira indentação de cada amostra ocorreu a 1,0mm da superfície e as medidas seguintes foram realizadas a cada 1,0 mm até a profundidade de 10 mm para caracterizar a variação da superfície em direção ao núcleo da amostra. Esse procedimento foi repetido três

vezes em cada amostra em todas as profundidades medidas deslocando 0,5 mm em cada ponto de endentação para cada profundidade.

3.2.8.3 Microscopia eletrônica de varredura

Para medir a espessura da camada nitretada e a análise da microestrutura das camadas amostras, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura de efeito de campo (FEG) Jeol JSM-6701F pertencente ao Laboratório de microscopia do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da UDESC e um Microscópio Phillips XL30 do Laboratório de Materiais da Empresa Embraco. Os microscópios permitem realizar imagens através da detecção de elétrons por diferentes modos como SEI (imagem por elétrons secundários), LEI (imagem por elétrons secundários de baixa energia) e BSE (detecção por elétrons retroespalhados).

3.2.8.4 Difração de raios-x

Para realizar a análise das fases cristalinas das amostras foi utilizado um difratometro Shimadzu, pertencente ao Departamento de Engenharia Mecânica da UDESC. Foi utilizada radiação de Cobre K α , com comprimento de onda 1,5406 Å. A tensão e corrente utilizadas foram de 40kV e 30mA, respectivamente. A velocidade de varredura utilizada 2 graus por minuto.

3.2.8.5 Caracterização de dureza Rockwell C do núcleo

Para realizar caracterização de dureza Rockwell C(HRC) do núcleo foi utilizado durômetro universal de bancada Reicherter, com calibração aferida e conferido com padrão de medição. As medições foram realizadas no núcleo com cinco indentações em cada amostra.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Resumo do capítulo.

Este capítulo apresenta os resultados de microscopia ótica, microdureza Vickers, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-X e dureza Rockwell C. A pesquisa compara o ciclo de alta tenacidade procedimento aplicado nas rotinas de fabricação de ferramentas para trabalho a frio, acrescentando o tratamento de alívio de tensões e um ciclo posterior de nitretação por plasma. Em outro grupo o revenimento foi realizando em atmosfera inerte com 3 ciclos posteriores a tempera e o Subzero aplicando o mesmo ciclo térmico aplicado ao grupo de amostras onde o revenimento e a nitretação foram realizados simultaneamente interrompendo apenas o fluxo de nitrogênio. Para os demais grupos que foram tratadas ocorreram variações da quantidade de ciclos simultâneos aplicados sendo 1 ou 2 ciclos de tratamento aplicado, alternando com ciclos de revenimento em forno Mufla e ciclo de alívio de tensões.

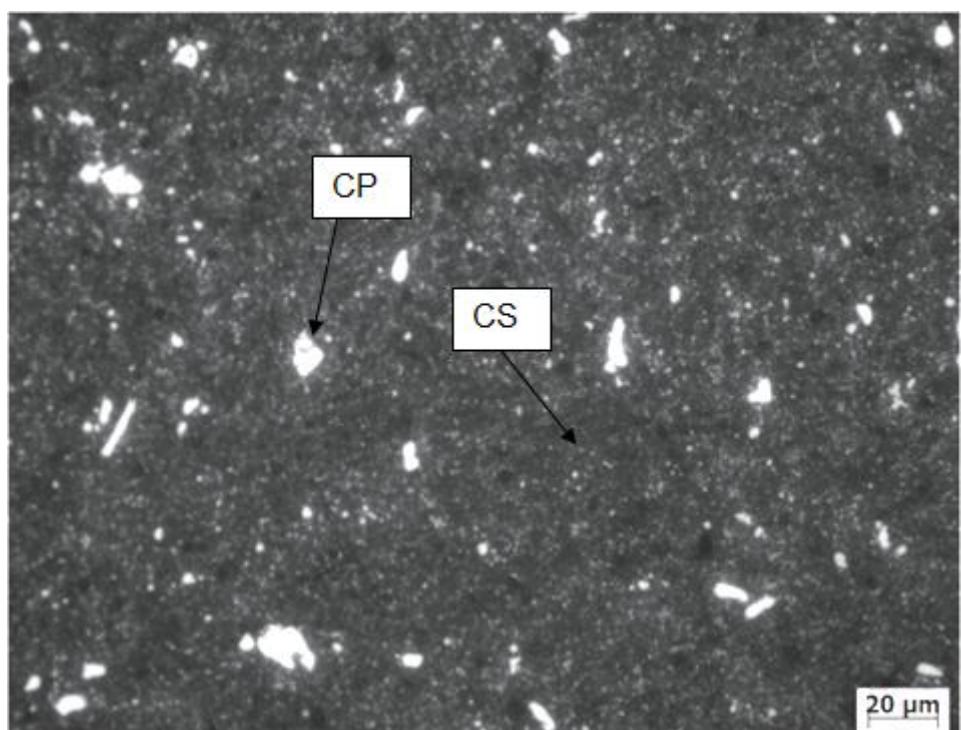
O tratamento Subzero foi aplicado a todos os grupos de amostras com objetivo de aumentar a transformação da martensita, favorecer a precipitação de carbonetos finos e ultrafinos, reduzir a fração de austenita retida residual na microestrutura a níveis mínimos afim de obter um balanço de resistência a ruptura, tenacidade do aço e aumentar a resistência ao desgaste, conforme (Farina, et al 2002, Akhbarizadeh, et al 2009)

4.1 Caracterização da microestrutura do núcleo das amostras

4.1.1 Microscopia óptica.

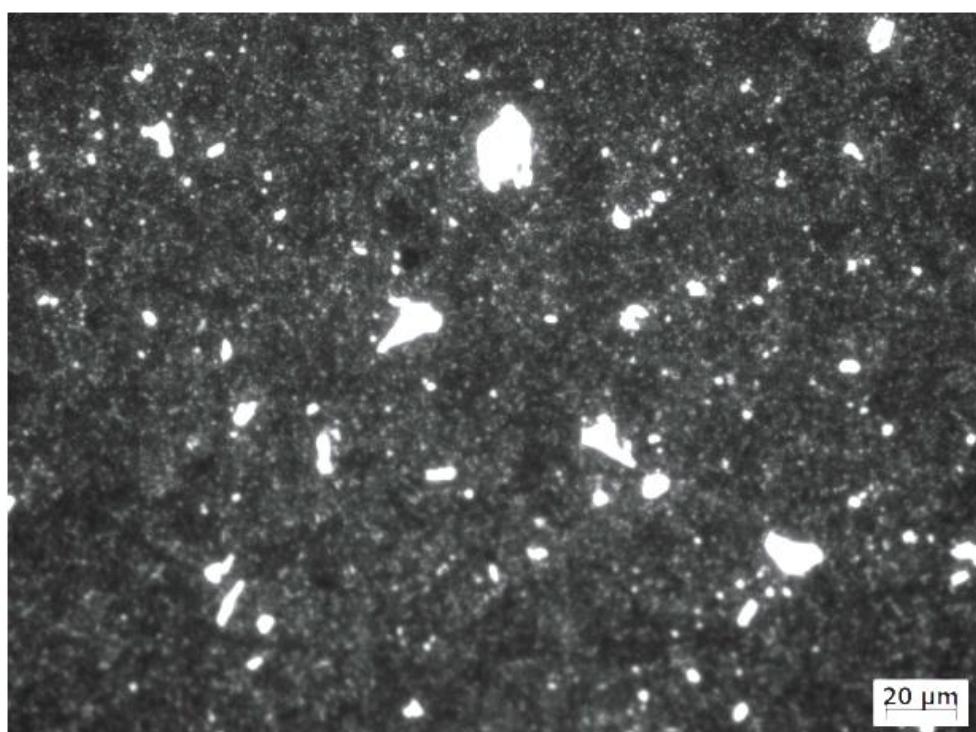
Os resultados de microscopia óptica dos diferentes grupos são mostrados na Figura 18 (a-f).

Figura 18 a – Microestrutura da amostra do grupo 1. Ataque Nital 10%.A



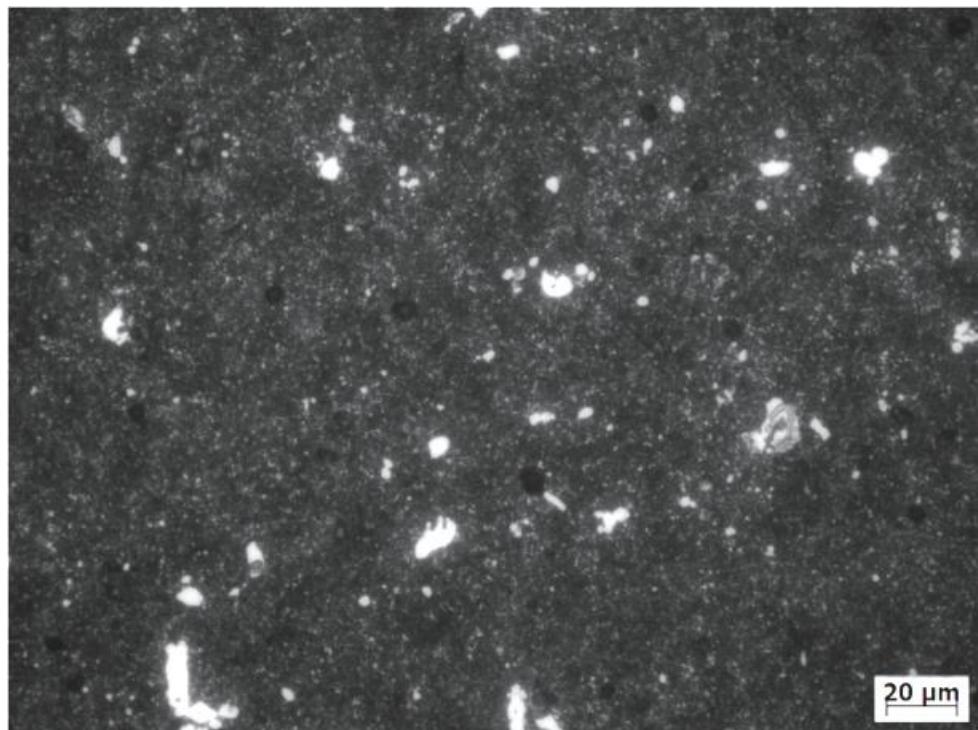
Fonte Análise própria.

Figura 18 b – Microestrutura da amostra do grupo 2. Ataque Nital 10%.A



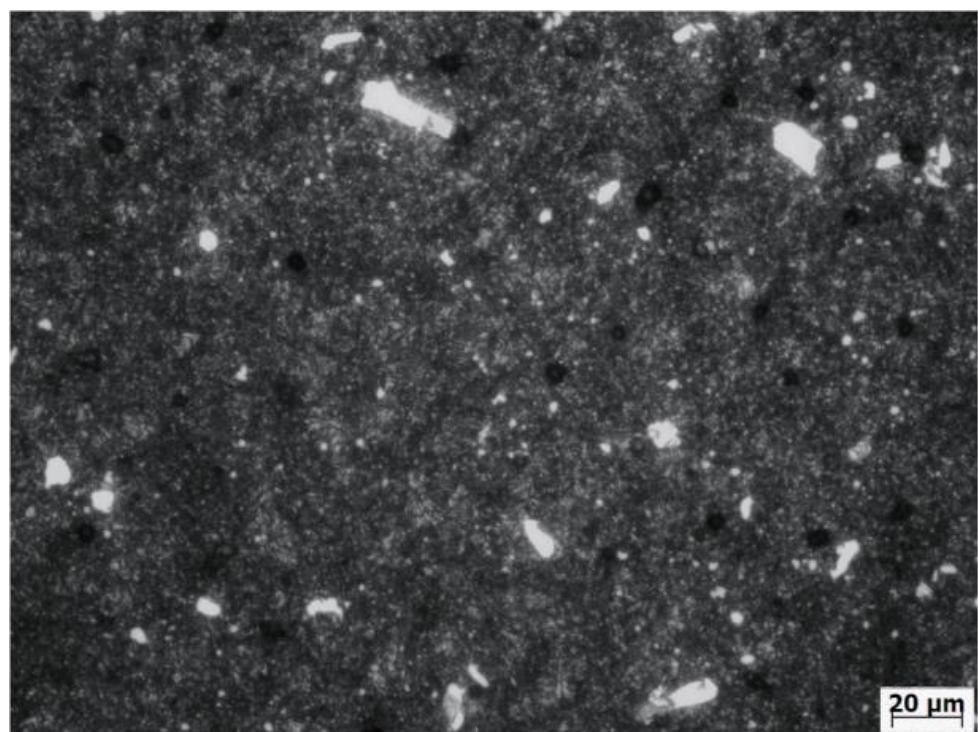
Fonte Análise própria.

Figura 18 c – Microestrutura da amostra do grupo 3. Ataque Nital 10%.A



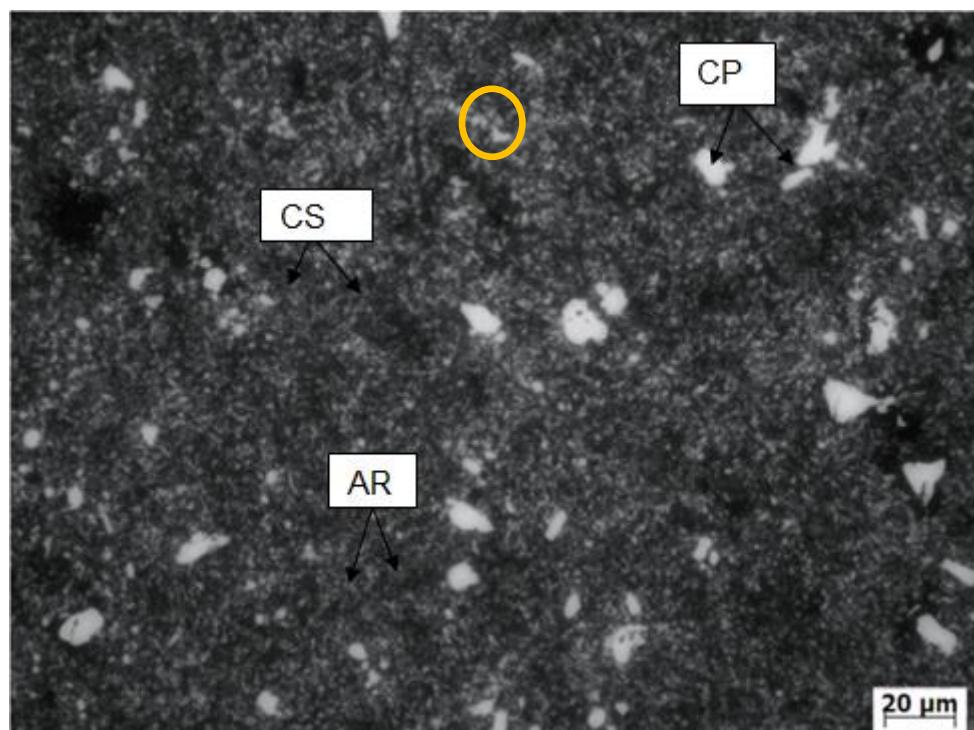
Fonte Análise própria.

Figura 18 d – Microestrutura da amostra do grupo 4. Ataque Nital 10%.A



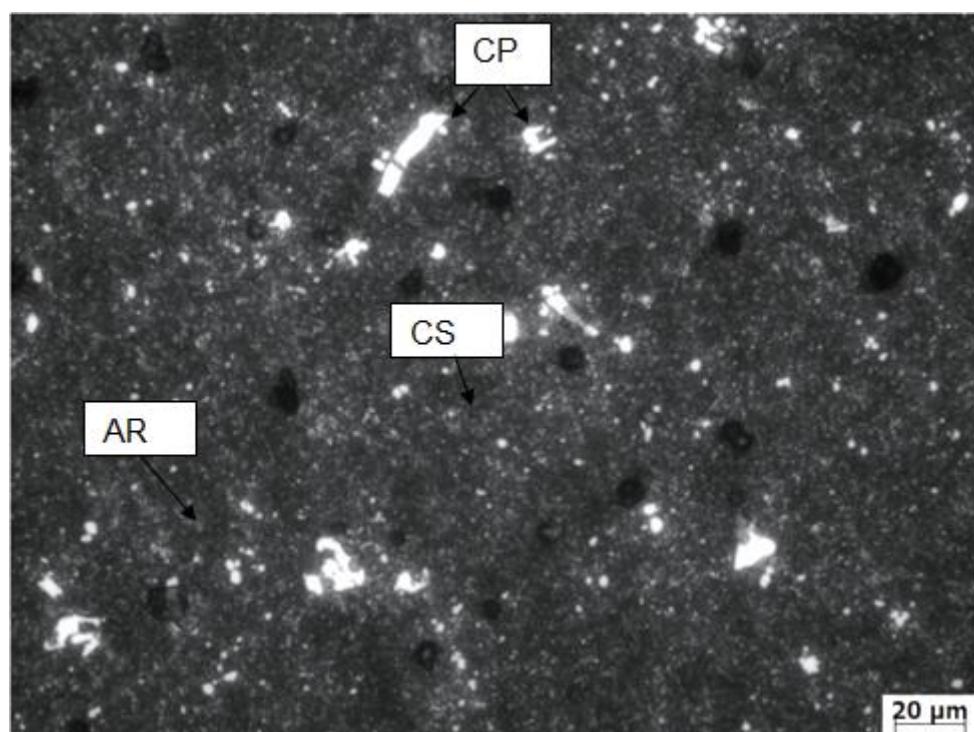
Fonte Análise própria.

Figura 18 e – Microestrutura da amostra do grupo 5. Ataque Nital 10%.A



Fonte Análise própria.

Figura 18 f – Microestrutura do grupo 6. Ataque Nital 10%.A. Remover a AR da figura.



Fonte Análise própria.

A comparação entre os grupos; grupo 1 figura 18a, grupo 2 figura 18b, grupo 3 figura 18c e grupo 4 figura 18d, mostra uma microestrutura semelhante entre os quatro grupos. Formada por uma matriz composta de martensita revenida, carbonetos primários e carbonetos secundários com distribuição uniforme. Microestrutura típica do aço ferramenta VF 800AT tratado térmicamente. Os fatores associados a obtenção desta microestrutura no tratamento térmico são a velocidade de resfriamento, que possibilitou a transformação da austenita em martensita e o tratamento subzero, que reduz a fração volumétrica da austenita retida .(Referências de trabalhos). Observa-se que as microestruturas final dos grupos 3 e 4 são semelhantes. **Discutir sobre o grupo 3 e 4, no grupo 3 dois revestimentos simultâneos a nitretação e no grupo 4 um revestimento simultâneo. NO grupo 4 os carbonetos primários os cantos não mais retos em relação ao grupo 1,2, e 3. E o que difere a forma dos carbonetos primários.**

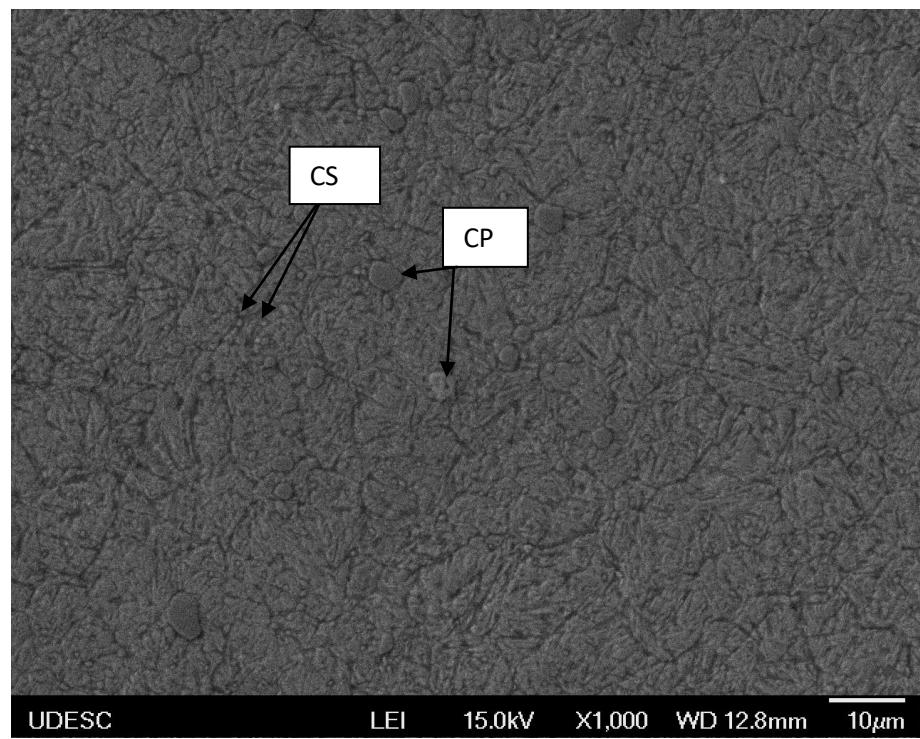
A microestrutura do grupo 5 mostrada na figura 18e, revela uma matriz de martensita, pontos claros que são os carbonetos primários(CP), carbonetos secundários(CS) e austenita retida(AR). Neste grupo de amostra o revestimento ocorreu dentro do reator a plasma utilizando atmosfera inerte($\text{Ar}+\text{H}_2$). O tratamento de revestimento foi realizado dois dias depois da témpera e subzero. (**Referência**). **Discutir e referenciar o que influência na precipitação de CS e quantidade de austenita retida.**

A microestrutura do grupo 6 é mostrada na figura 18-f que é semelhante aos grupos 1-4 (figura 18-a-d), mas observa-se a presença de austenita retida(AR)

4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura.

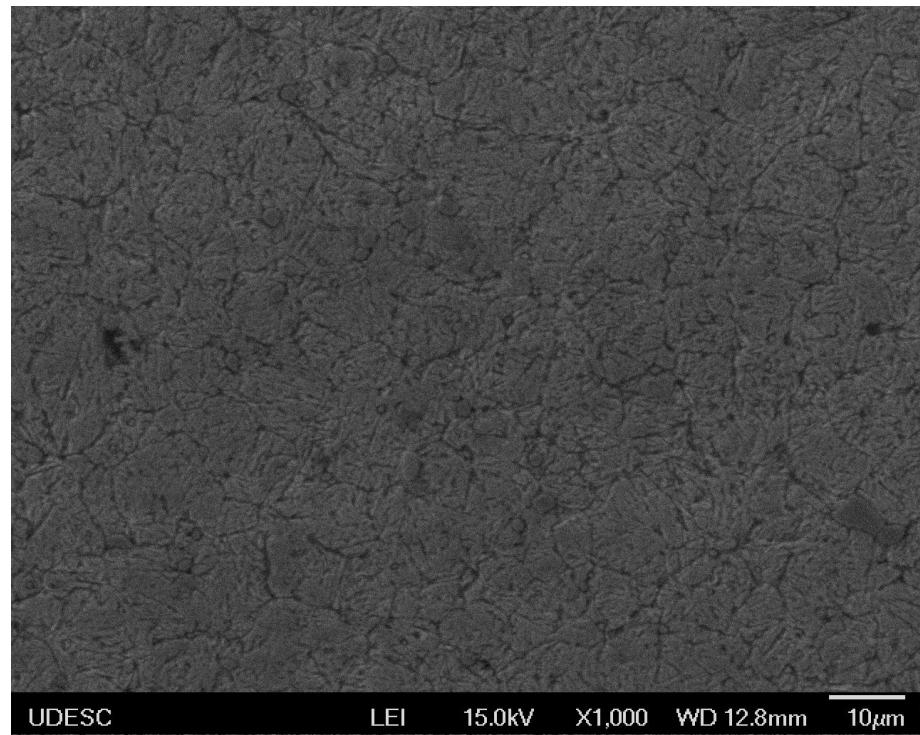
As imagens de MEV da microestrutura do núcleo das amostras dos seis grupos são mostradas nas figuras 19-a-f. As imagens demonstram a matriz martensita típica de aço VF 800 AT tratado termicamente com carbonetos primários(CP), carbonetos secundários(CS).

Figura 19 a: Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 1



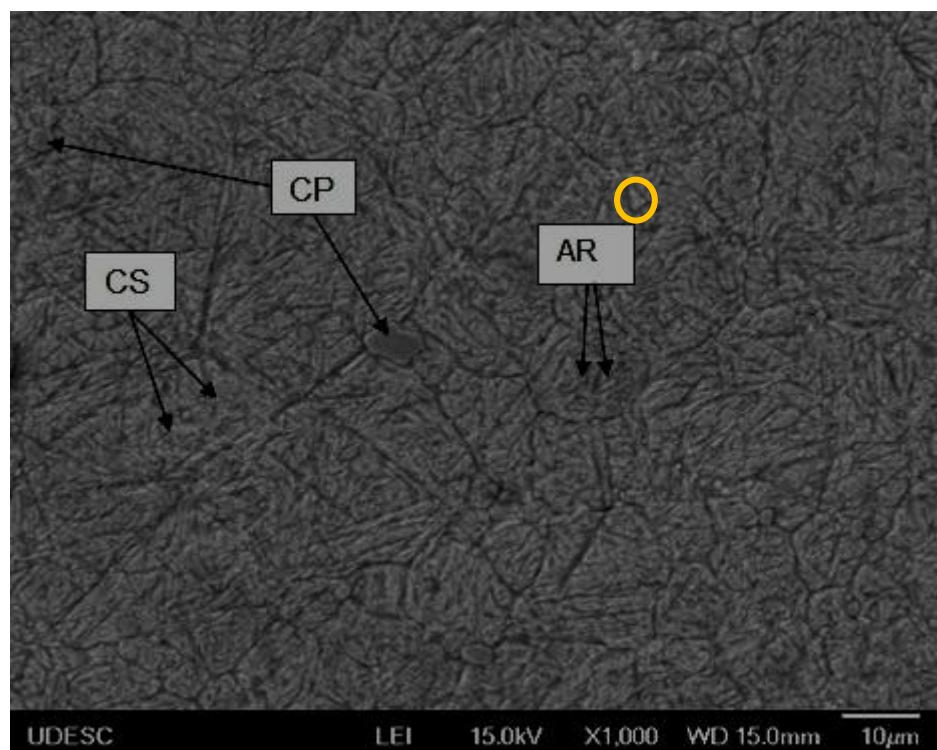
Fonte Análise própria.

Figura 19 b - Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 2.



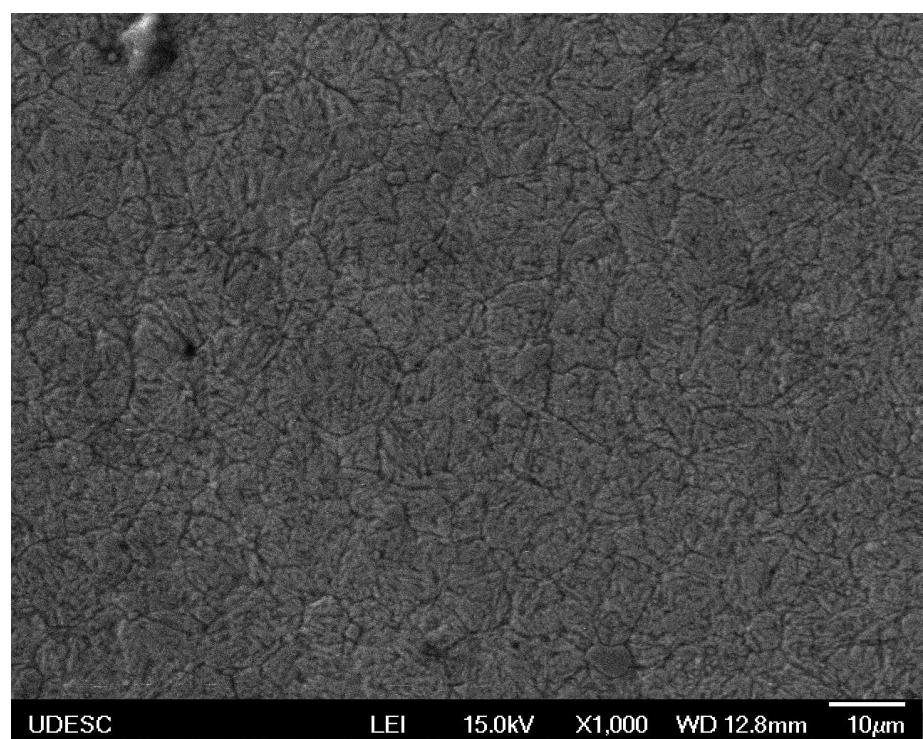
Fonte Análise própria.

Figura 19 c - Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 3.



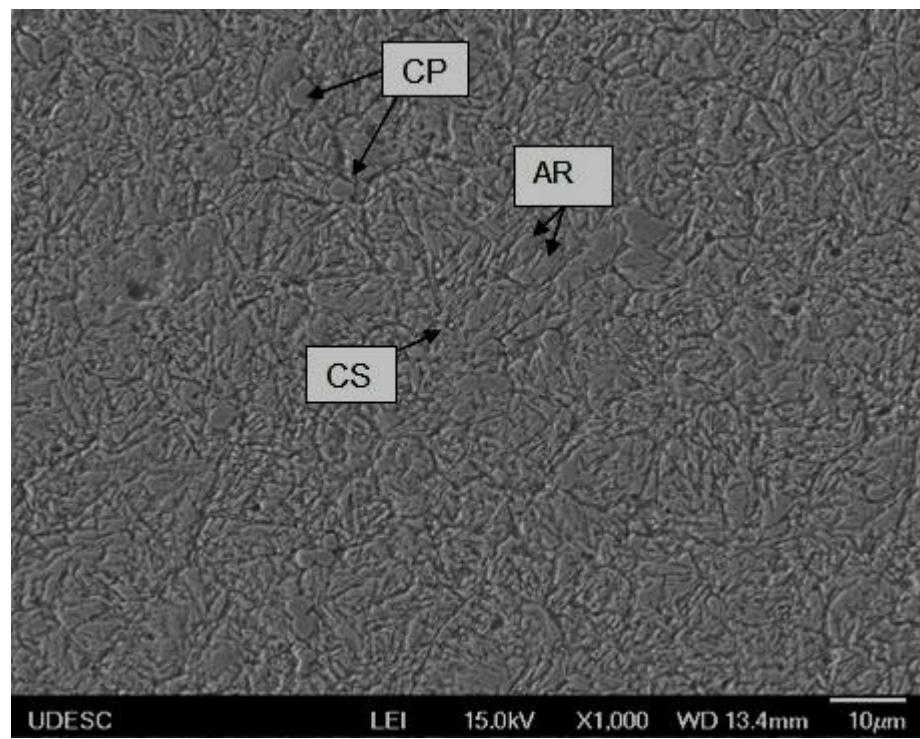
Fonte Análise própria.

Figura 19 d - Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 4.



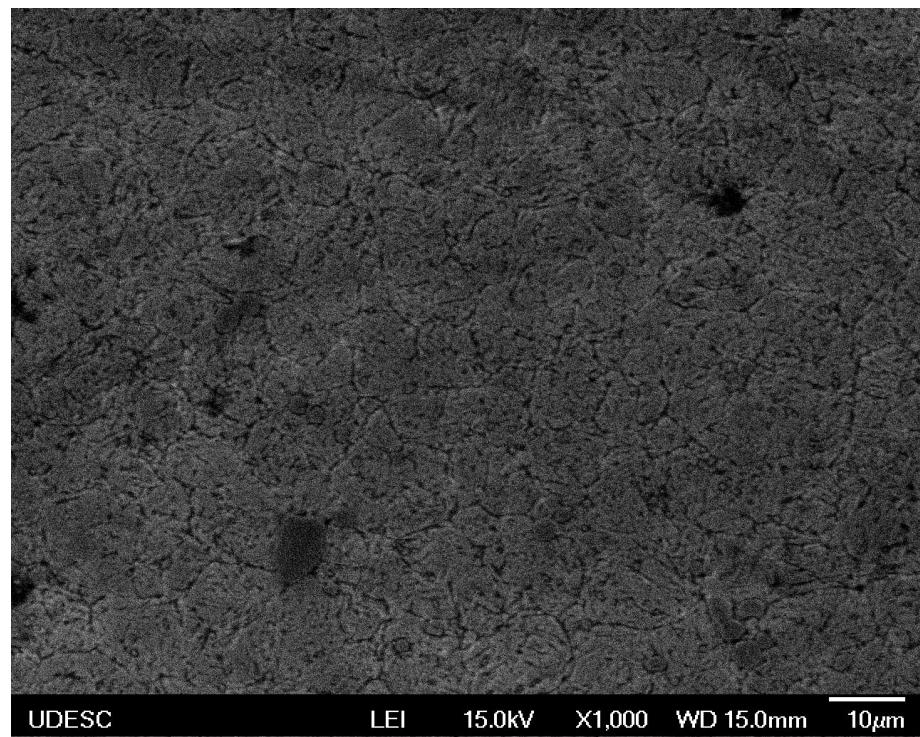
Fonte Análise própria.

Figura 19 e - Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 5.



Fonte Análise própria.

Figura 19 f - Microestrutura do núcleo da amostra do grupo 6.



Fonte Análise própria.

Análise da caracterização por MEV das amostras revela a microestrutura do núcleo do material dos seis grupos de amostras. A microestrutura do grupo 5 figura 19-e revela uma matriz martensítica formada por ripas grosseiras com a presença de austenita retida residual. Sugere que o tempo de interrupção entre a têmpera e o revenimento em atmosfera inerte permitiu estabilizar a austenita e não ocorresse a completa transformação no núcleo com os ciclos de revenimento feitos no reator por plasma com atmosfera inerte. O gradiente térmico entre a temperatura da superfície e o núcleo que é de 30°C inibe a precipitação de carbonetos secundários que são responsáveis pelo endurecimento secundário. Segundo (Krauss,1990) o endurecimento secundário ocorre em temperaturas superiores a 520°C.

Para os grupos 1,2 e 4 a caracterização por MEV revela uma microestrutura martensita revenida(ripas finas), com presença de carbonetos primários com aspectos arredondados, carbonetos secundários solubilizados na matriz, contornos de grãos bem definidos sem a presença de austenita retida.

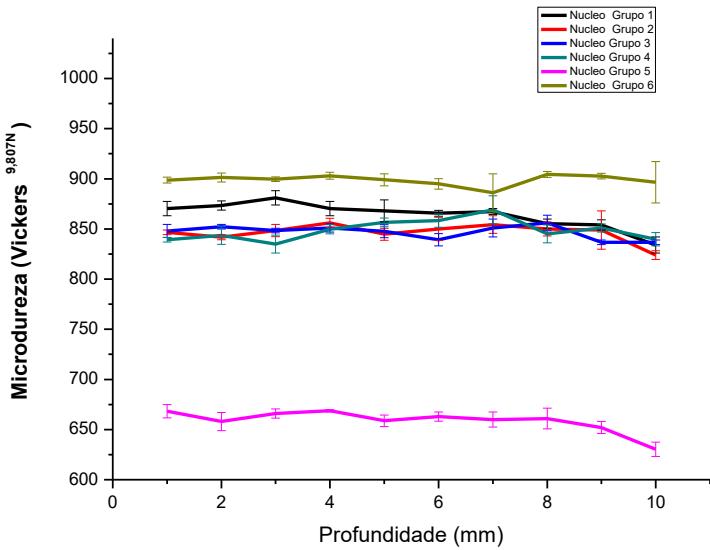
Os grupos 3 e 6 onde foram aplicados 2 ciclos simultâneos de nitretação e revenimento nas amostras. O núcleo apresenta uma matriz martensítica revenida que menos refinada, carbonetos primários e secundários. O efeito da matriz não estar refinada pode estar associado ao gradiente térmico entre o núcleo e a superfície do material, que durante o tratamento térmico foi de 30 °C

A análise do resultado de MEV mostra no grupo 5 a presença de colônias ou ilhas de austenita retida identificados e indicados por setas na figura 19-e.

4.1.3Caracterização do perfil de microdureza do núcleo

A caracterização do perfil de microdureza Vickers do núcleo é mostrado na figura 20 para os seis diferentes grupos de amostras.

Figura 20 – Microdureza Vickers em função da distância da borda em relação ao núcleo da amostra.



Fonte Análise própria.

Os grupos 1, 2, 3 e 4 apresentam uma suave tendência de queda de microdureza a medida que nos aproximamos do núcleo da barra, o que não ocorre para os grupos 5 e 6.

A análise revela uma grande diferença no valor da microdureza entre a amostra do grupo 5 e os demais grupos. Isto está é justificado pela não ocorrência do mecanismo de endurecimento secundário. Que ocorreu devido ao gradiente de temperatura entre a superfície(540°C) e núcleo (500 oC). Segundo Qraus e Dova o início do endurecimento secundário ocorre a partir de 520 oC.

Este evento está relacionado à variação de temperatura entre a superfície e o núcleo das amostras conforme os gráficos da figura 15 (incluir o gráfico do grupo 5- maior gradiente térmico) no aquecimento e durante o tempo do ciclo simultâneo de revenimento e nitretação plasma. Para a amostra do grupo 5 ocorreu uma variação de 35°C. Na distância de 12,5 mm esta variação de 35°C afeta as transformações na microestrutura, não efetivando a precipitação de carbonetos responsáveis pelo incremento de dureza pelo efeito de precipitação secundária de carbonetos. A variação de temperatura é fator importante a ser considerado em peças com dimensões grandes e prever seu efeito sobre as transformações da microestrutura e aplicação práticas são importantes. Para amenizar este efeito estes ciclos devem ser executados em reator de parede quente com aquecimento da câmera por

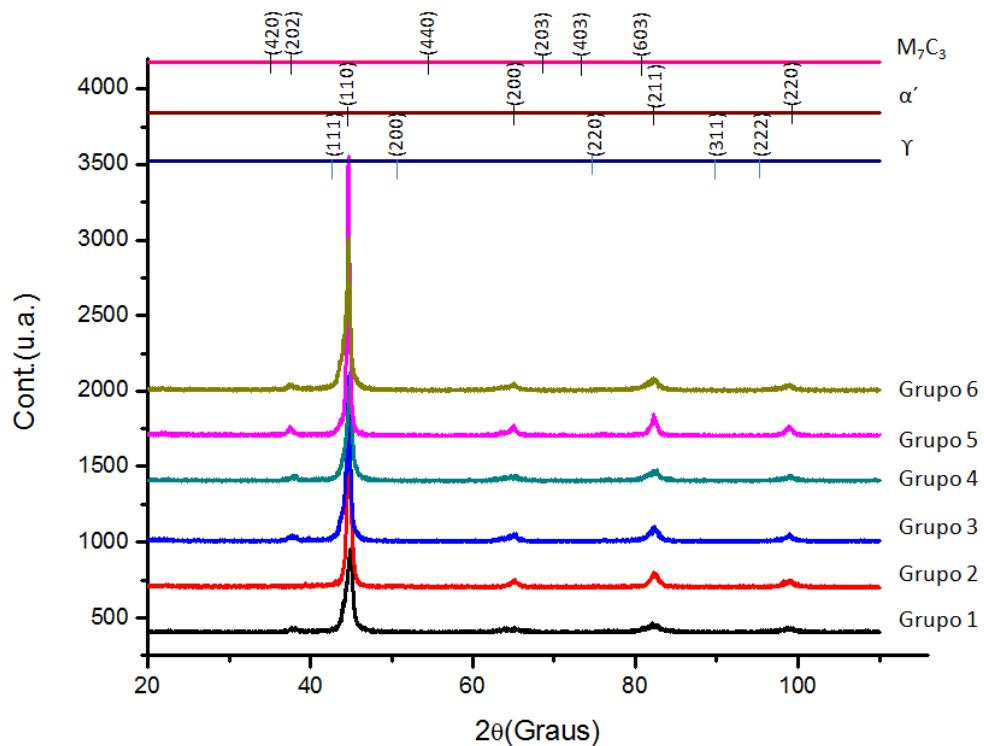
resistências elétricas (PYE-2003) para reduzir esta variação de temperatura e seus efeitos nas transformações da microestrutura.

Para os grupos 1, 2, 3 e 4 a variação de dureza entre os grupos não é estatisticamente significativa. Sugere que o revenimento altas temperaturas foi eficaz e permitiu que ocorresse incremento na dureza da matriz pelo incremento gerado com a precipitação de carbonetos secundários que para o aço de trabalho a frio VF 800 AT está associado a precipitação de carbonetos Mo₂C que a literatura apresenta que iniciam sua precipitação a temperaturas acima de 520°C.(Referências)

4.1.4Caracterização de raio-X do núcleo

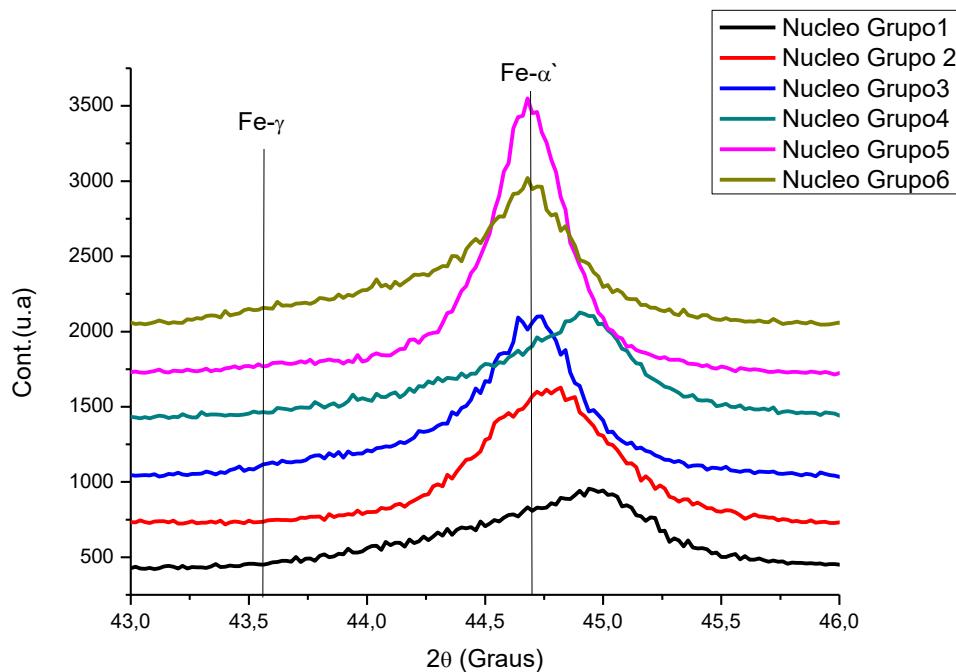
A difração de raios-X do núcleo das amostras dos seis grupos é apresentada na figura 21. Observa-se picos da fase α' e picos dos carbonetos M₇C₃. A ausência de picos da fase gama pode ser melhor observada na figura 22. Que mostra a ampliação do difratograma da região próximo ao pico de 44 graus.

Figura 21 – Análise de difração de raios-X, comparação do núcleo de todos os grupos de amostras.



Fonte Análise própria.

Figura 22 – Ampliação do ponto da Análise de difração de raios-X, comparação de todos os grupos de amostras em região do pico de austenita retida.



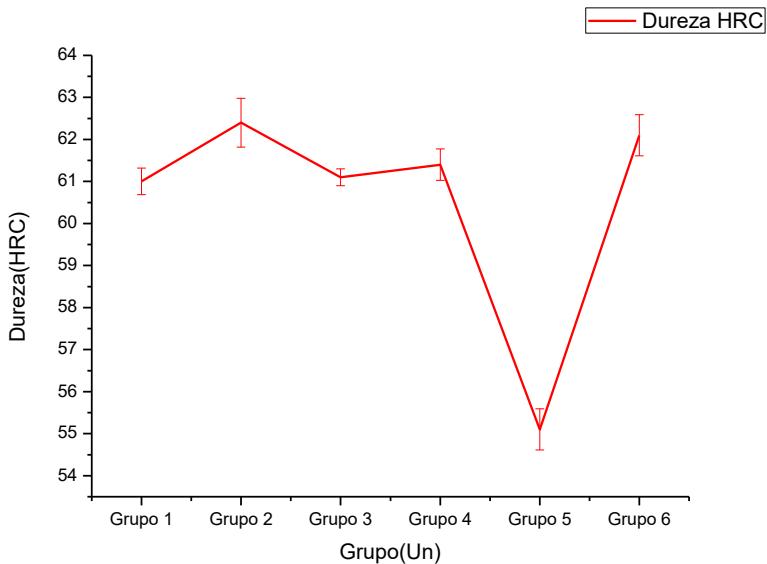
Fonte Análise própria.

A técnica de análise por DRX não consegue detectar frações de austenita retida inferiores a 2% no volume. Se observarmos os difratogramas não parece picos da fase gama para nenhum dos seis grupos. Entretanto, as imagens de MO e MEV indicam sua presença mais claramente no grupo cinco.

4.1.5 Caracterização da dureza Rockwell C do núcleo

Os resultados de dureza Rockwell C(HRC) realizadas no centro geométrico das amostras dos seis grupos são mostrados na figura 23.

Figura 23 –Dureza HRC do centro geométrico dos seis grupos de amostras.



Fonte Análise própria.

A medição de dureza nos diferentes grupos demonstra que os grupos 2 e 6 onde não foi aplicado alívio de tensões mostra um incremento na dureza do centro da amostra. Resultado coerente com trabalho realizado em aço ferramenta mostrando o efeito do revenimento na dureza do aço conforme xxx que demonstra em a influência do revenimento na dureza do aço. Cada ciclo de revenimento impõe transformações, relaxamento de tensões que podem ser avaliadas na dureza que tende a diminuir.

Para os grupos onde foi aplicado alívio de tensões e pelo menos um ciclo de revenimento em altas temperaturas feito no forno Mufla são observados valores de dureza semelhantes o que mostra que não ocorrem significativas alterações na dureza se aplicado o ciclo convencional de alta tenacidade, seguido de um ciclo de nitretação ou ciclos simultâneos de nitretação e revenimento quando aplicado pelo menos um revenimento a altas temperaturas em Mufla.

Para o grupo 5 são observadas alterações significativas na dureza que mostra que o núcleo deste material. Isto ocorre porque não houve o endurecimento secundário nesta amostra, pois a temperatura do centro do corpo de prova foi inferior a 520°C. Esta é temperatura típica de início de efeito de endurecimento secundário que ocorre pela precipitação de carbonetos de molibdênio Mo₂C e vanádio.

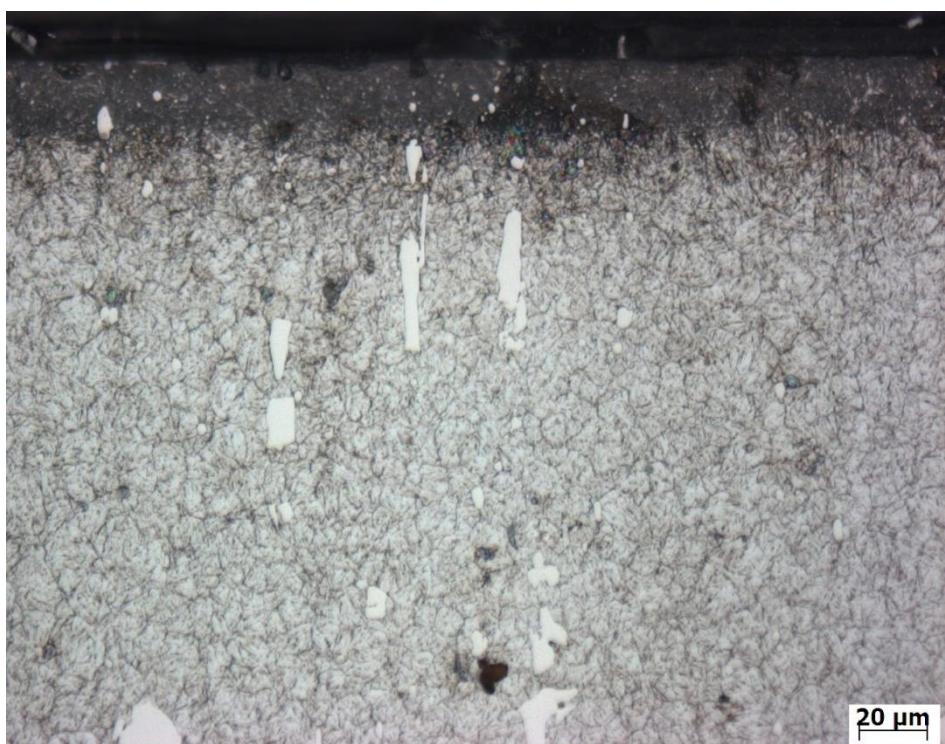
4.2 Caracterizações da camada nitretada

As análises da camada nitretada nos grupos de amostra onde houve a nitretação foram realizadas para as mesmas técnicas utilizadas para o núcleo da amostra. Os grupos analisados foram o grupo 1, grupo 3, grupo 4 e grupo 6.

4.2.1 Microscopia óptica

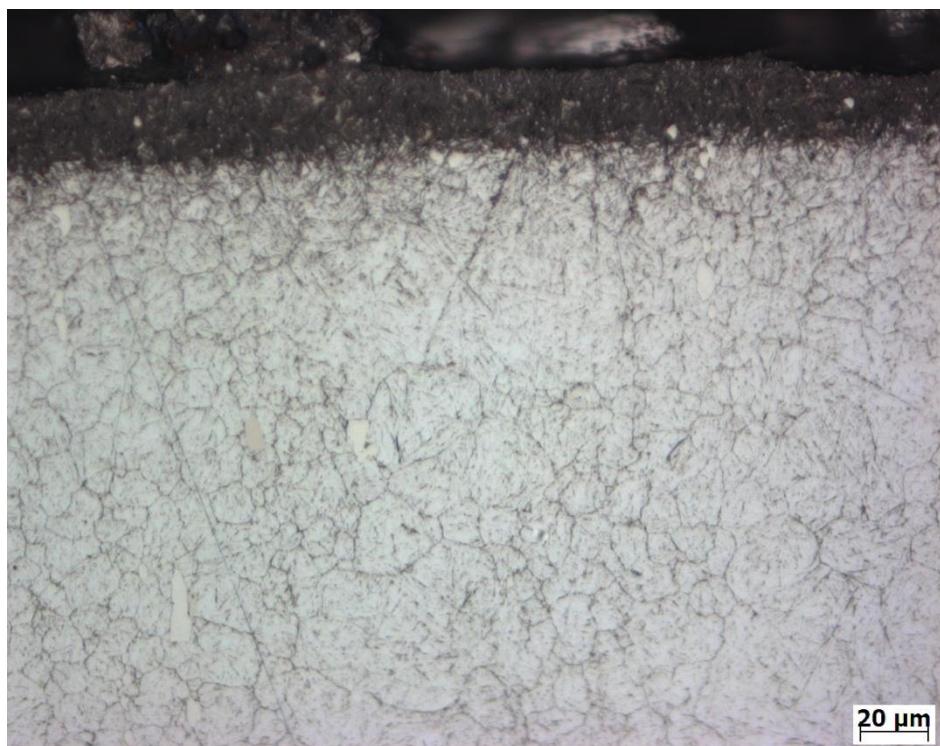
A análise de microscopia óptica conforme figura 24 (a-d), revela as microestruturas da camada nitretada.

Figura 24 a– Microestrutura da camada nitretada na amostra do grupo 1



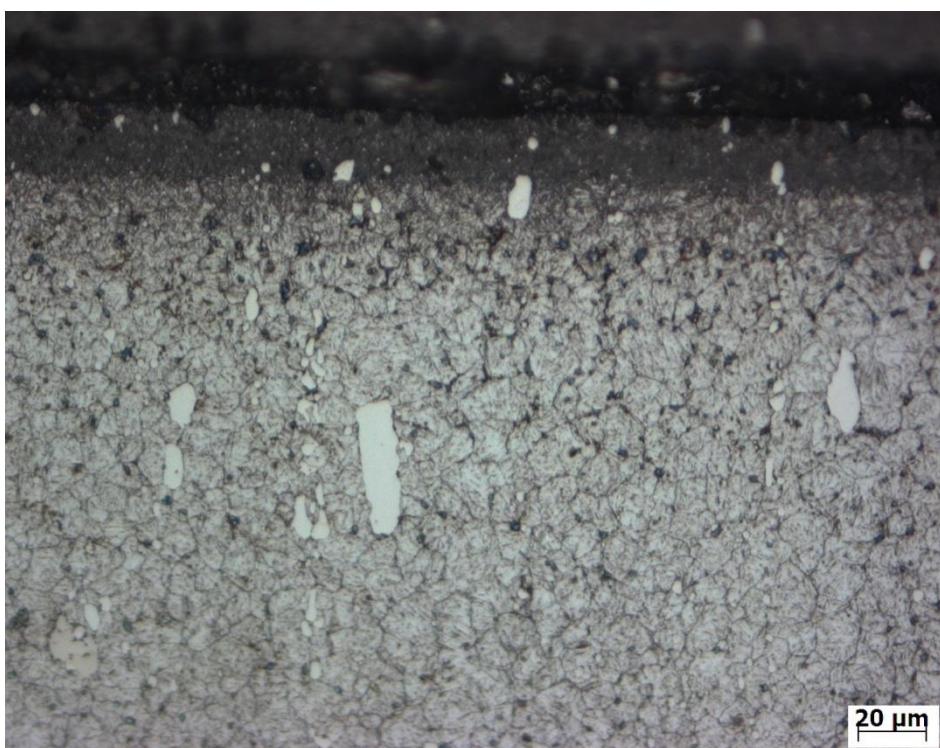
Fonte Análise própria.

Figura 24 b– Microestrutura da camada nitretadana amostra do grupo 3



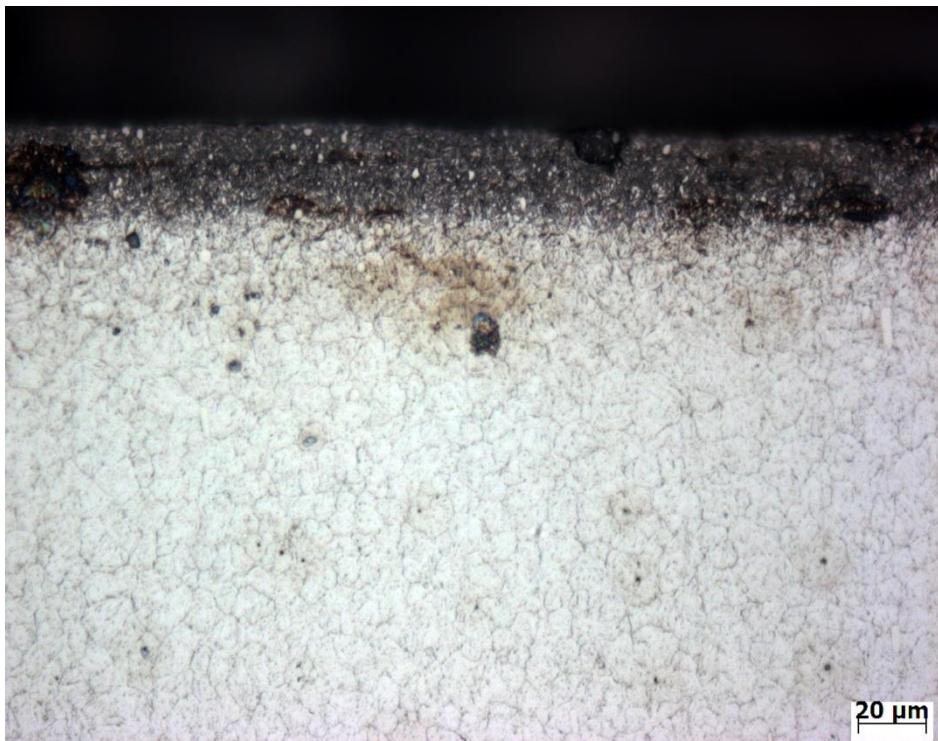
Fonte Análise própria.

Figura 24 c– Microestrutura da camada nitretada na amostra do grupo 4



Fonte Análise própria.

Figura 24 d– Microestrutura da camada nitretada na amostra do grupo 6



Fonte Análise própria.

O resultado revela a matriz martensítica com carbonetos primários e carbonetos secundários dispersos na matriz, uma camada nitretada sem presença de formação da camada branca. A camada nitretada é composta de zona de difusão que comprova a efetiva nitretação da amostra para os respectivos grupos. O resultado é coerente com os resultados apresentados por (Franco Jr, 2003 e Both, 2011), demonstram que quando utilizamos percentagem de 5 % de N₂ não ocorre a formação de camada branca para os tempos de nitretação a plasma aplicados.

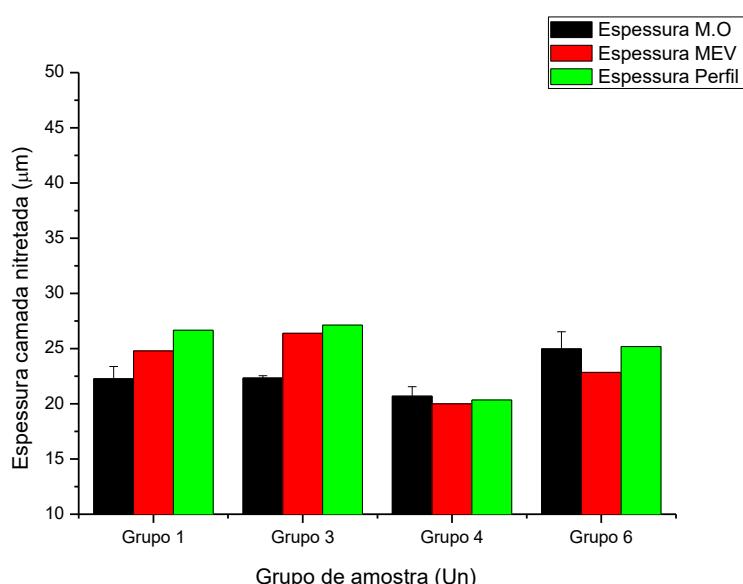
Com a adição de argônio na mistura de gases ocorre um aumento na espessura da camada de difusão que pode ser comprovado se comparado com os valores de espessura de camada mencionados na literatura para aço D2 conforme (ASM Metals Handbook, 1985); que apresenta para os tempos de nitretação utilizados a camada possui espessura média próximo a 15μm. Os valores encontrados com a adição de argônio na mistura de gases foram superiores a 20μm o que confirma que a adição de argônio permite a obtenção de camadas mais espessas, com dureza superficial maior isso se justifica pois a presença de argônio na mistura de gases retarda a formação de nitretos na superfície da amostra permitindo maior penetração por difusão de nitrogênio atômico. Como os átomos de argônio são maiores que os de nitrogênio, pelo bombardeio dos íons contra a superfície ocorrem formação de

maior quantidade de defeitos cristalinos no aço que favorecem a difusão e favorecem aumento da profundidade de difusão.(Referências)

A importância na aplicação prática da não formação da camada branca na preparação do aço VF 800 AT como substrato para uso em ferramentas de trabalho a frio é aumento da adesão entre o substrato e o filme fino, melhor desempenho tribológico e estabilidade do substrato nos tratamento de revestimento de filme fino. A camada branca não é desejada nos aços ferramenta para trabalho a frio, pois em caso de deposição de filmes sobre os substratos com camada branca a temperaturas superiores a de nitretação possibilitam a decomposição da camada branca da superfície em camada preta onde os Nitretos de ferro Fe_4N e $Fe_{2-3}N$ se transformam em ferro alfa durante a etapa de deposição.(referencia)

A espessura da camada nitretada medida está representada na figura 25 sendo respectivamente a espessura medida por microscopia óptica, espessura medida da camada pela análise do MEV e espessura medida pelo perfil de microdureza considerando os critérios de superfície endurecida sendo a média de dureza da matriz somada 10% ser o ponto onde início da zona endurecida(NORMA DIM). Os resultados demonstram uma variação da espessura nitretada para as amostras onde ocorreu a nitretação.

Figura 25– Espessura da camada nitretada medida por microscopia óptica, por medida da camada via análise do MEV e pela zona endurecida considerando o critério de zona endurecida.



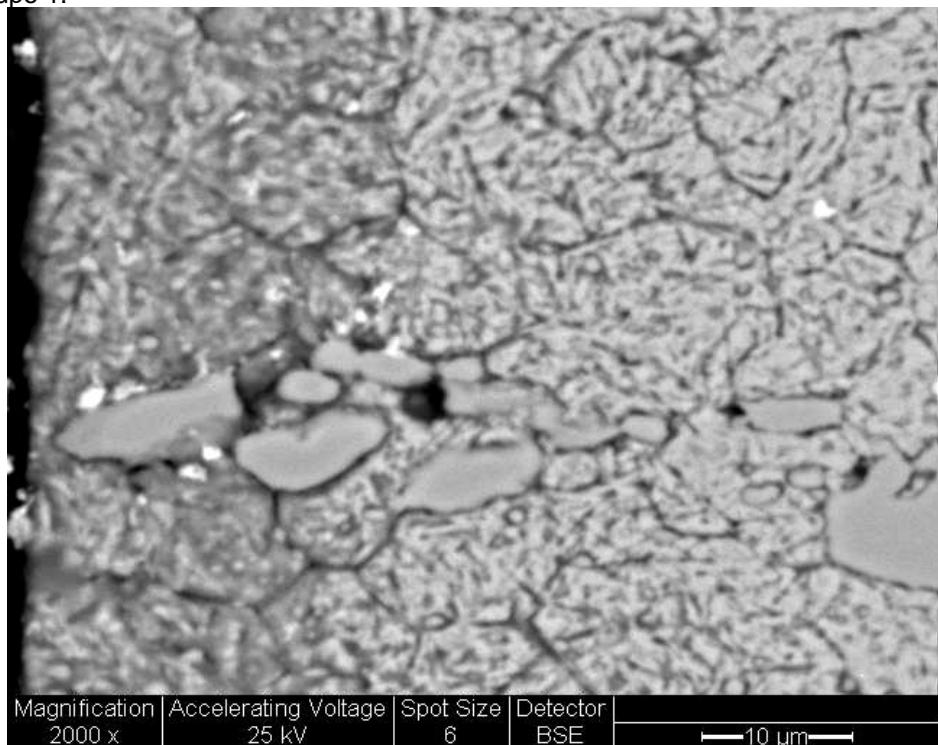
Fonte Análise própria.

As variações na espessura da camada da zona de difusão estão associadas ao método utilizado na obtenção da medida e a preparação metalográfica da superfície das amostras. Mencionar o fato de que o grupo 6 e o grupo 3 tratados com 4 horas de nitretação possui mesma espessura que a amostra do grupo 1 e 4.

4.2.2 Caracterizações por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

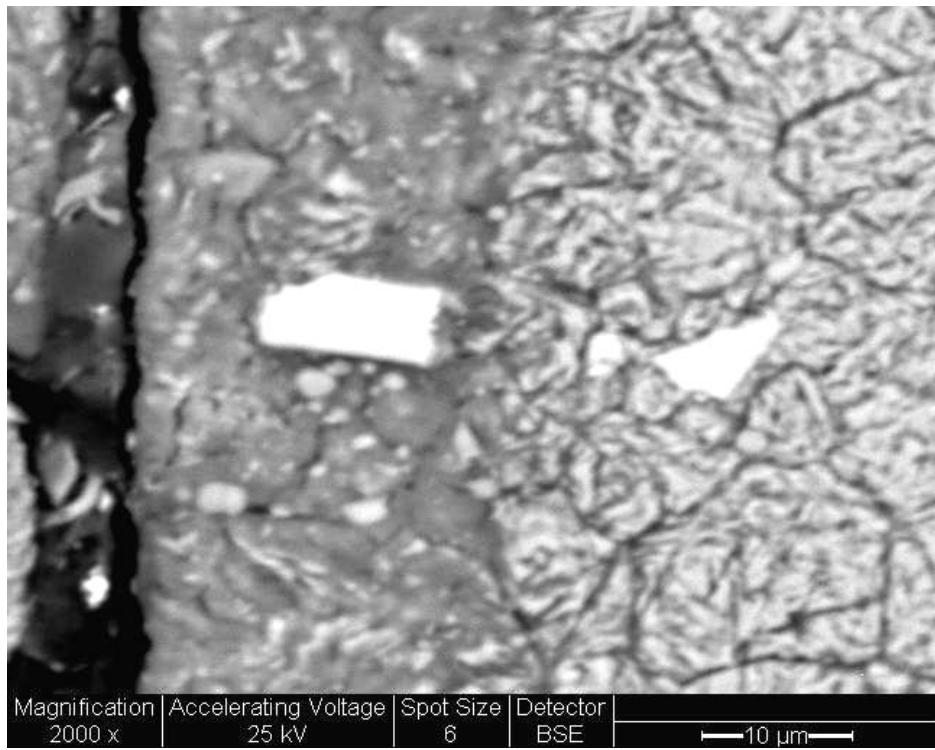
Análise da caracterização por MEV da camada nitretada dos grupos onde ocorreu a nitretação conforme figura 26 (a-d), demonstrando tratamento isento de formação de camada branca, com presença de camada nitretada e zona de difusão sobre a matriz do aço tratado termicamente.

Figura 26 a – Análise MEV com sonda BSE com aumento de 2000x mostrando a camada nitretada na amostra grupo 1.



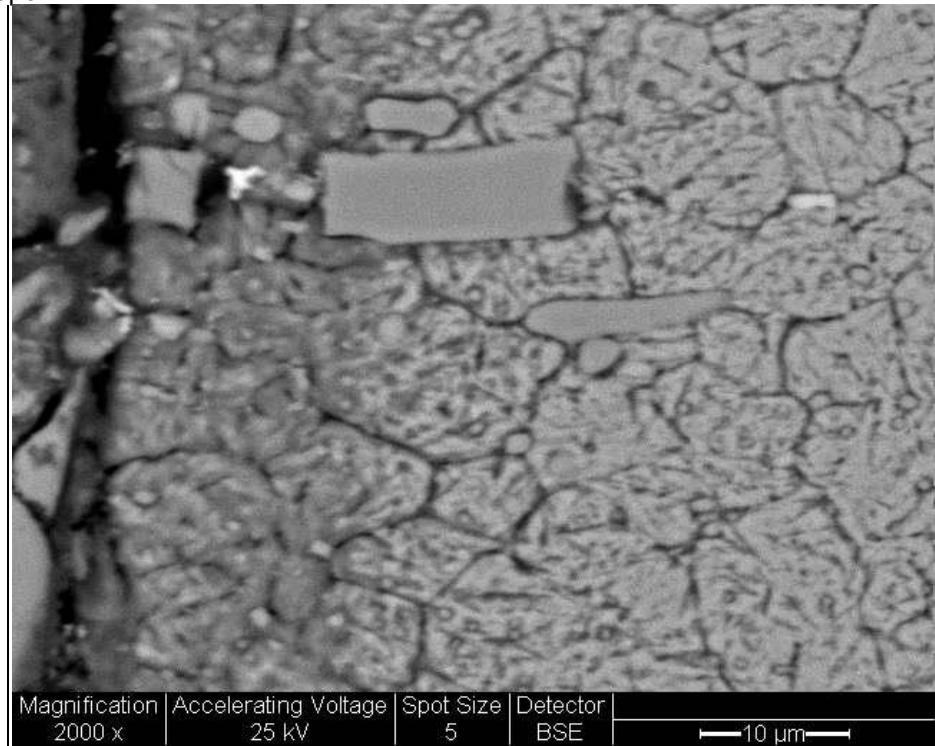
Fonte Análise própria.

Figura 26 b – Análise MEV com sonda BSE com aumento de 2000x mostrando a camada nitretada na amostra grupo 3.



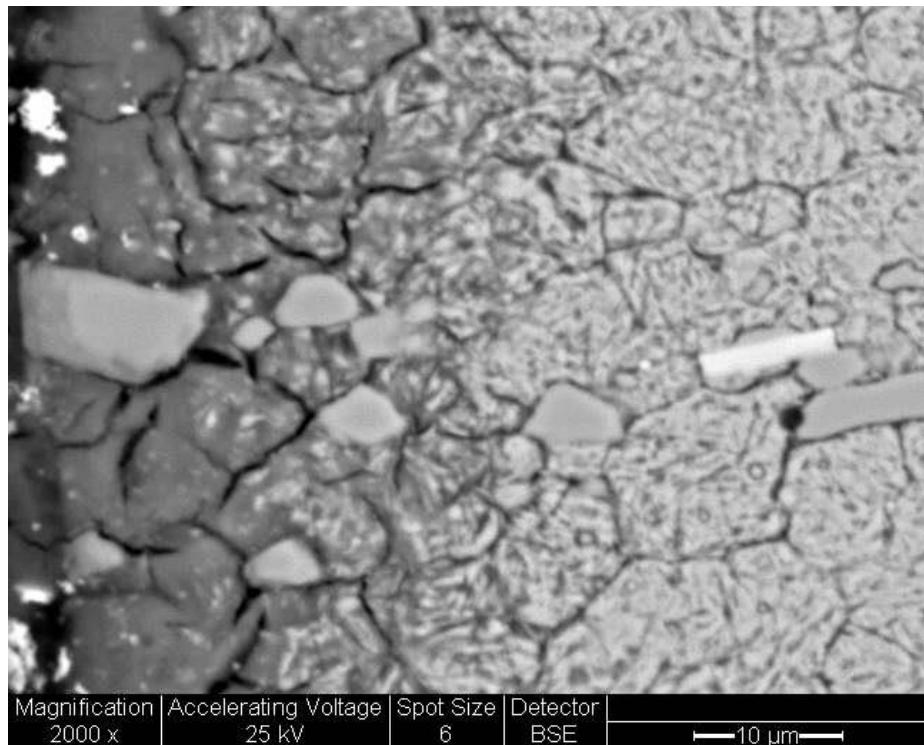
Fonte Análise própria.

Figura 26 c – Análise MEV com sonda BSE com aumento de 2000x mostrando a camada nitretada na amostra grupo 4.



Fonte Análise própria.

Figura 26 d – Análise MEV com sonda BSE com aumento de 2000x mostrando a camada nitretada na amostra grupo 6.



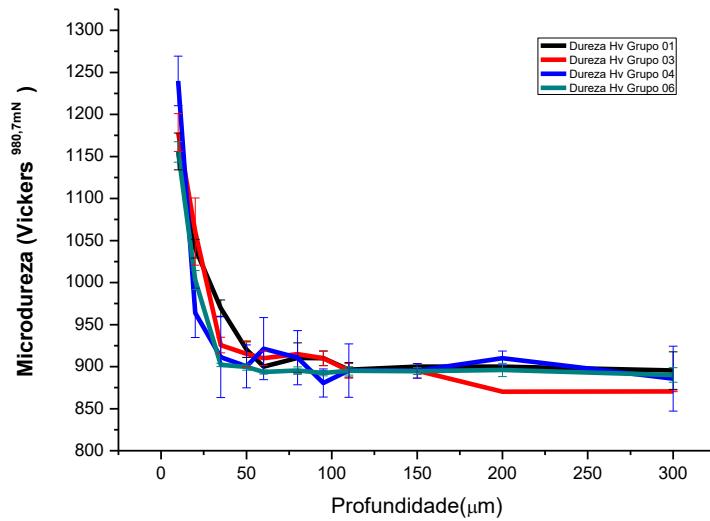
Fonte Análise própria.

Análise da caracterização por MEV da camada nitretada revela em todas os grupos onde ocorreu a nitretação uma camada sem formação de camada branca onde não ocorreu de precipitação de nitretos de acordo com os resultados apresentados por (Franco Jr, 2003) que em experimento realizado em aço D2 similar ao VF800 AT prevê a formação de camada nitretada isenta da formação de camada branca para concentração de nitrogênio de 5% na mistura de gases aplicados na nitretação a plasma.

4.2.3 Caracterizações do perfil de microdureza

A caracterização do perfil de microdureza da camada nitretada conforme a figura 27 revela a espessura da camada nitretada e a dureza do perfil medido.

Figura 27 – Análise do perfil de microdureza da camada nitretada dos grupos onde ocorreu a nitretação.



Fonte Análise própria.

A análise dos grupos onde ocorreu a nitretação revela que ocorreu endurecimento da camada superficial coerente com os resultados apresentados na literatura para os grupos 1,3,4 e 6. A variação da espessura da camada endurecida e o comportamento da zona endurecida são coerentes com os resultados apresentados na literatura conforme (ASM Metals Handbook,1985 e Franco, Jr,2003). Os valores são coerentes com o comportamento do aço ferramenta D2aço similar a este material pesquisado.

No grupo 6 não foi aplicado o alívio de tensões e mesmo sem este tratamento não foi possível evidenciar na caracterização de microdureza adureza maior conforme apresentada na literatura.

Sugere que a alteração da dureza esteja associada ao não completo endurecimento secundário pelo efeito térmico deste grupo pois este grupo foi submetido a 2 ciclos simultâneos no reator e não ocorrer revenimento em altas temperaturas anteriores.

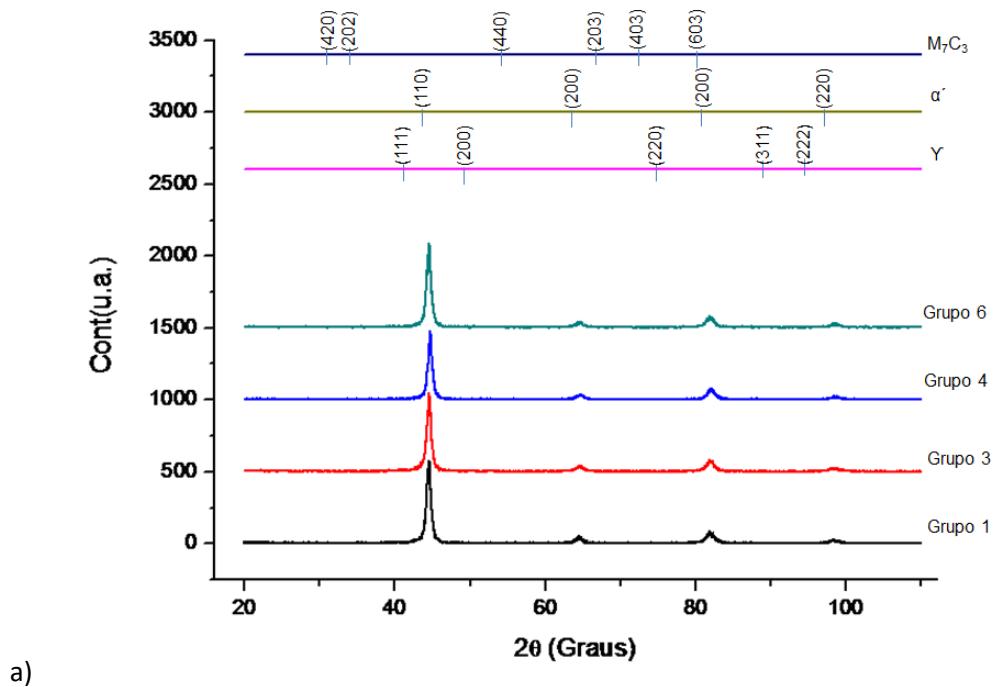
Com a avaliação do perfil de dureza podemos comprovar que a nitretação a plasma provoca aumento de dureza na superfície da amostra nitretada que no substrato do aço ferramenta inibe a deformação plástica e aumenta a resistência a abrasão, induz tensões residuais compressivas que favorecem aumento a resistência de fadiga de baixo ciclo, favorece a ancoragem para revestimentos posteriores como o revestimento de filmes finos. (Sun et al 1995) demonstra que a nitretação proporciona aumento de capacidade de substrato suportar carregamento

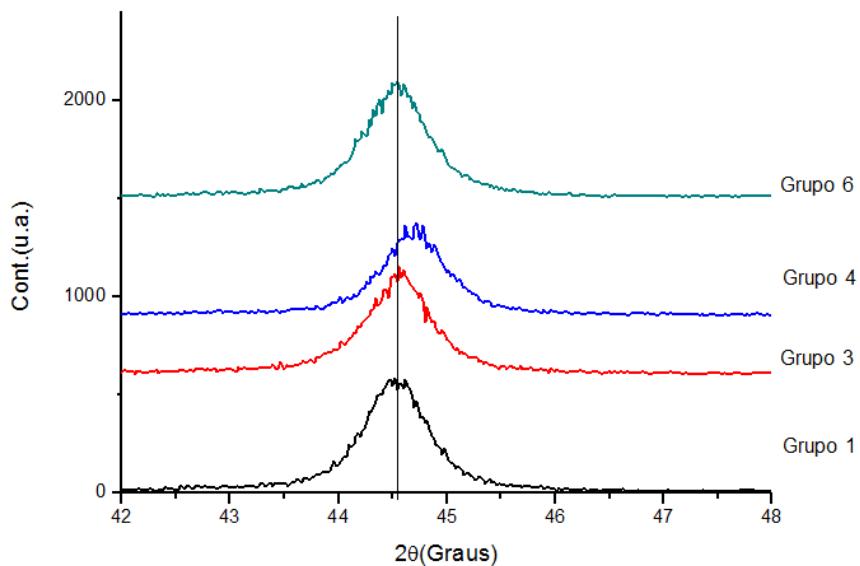
(Load Bering capacity) pelo efeito benéfico que o endurecimento sem a presença de camada branca. O efeito nas amostras será melhor adesão entre substrato e o filme fino em melhor desempenho tribológico.

4.2.4 Caracterizações por difração de raio x

A difração de raios-X da camada nas amostras onde ocorreu a formação da camada nitretada composta de zona de difusão na figura 25 a e b revela picos característicos somente de martensita, sugere que não temos quantidades significativas de austenita retida e não ocorreu a formação de nitretos durante anitretação por plasma nos contornos de grãos e nem formação de camada branca.

Figura 28 – Análise de difração de raios-X, comparando os grupos de amostras onde ocorreu a nitretação na figura 28 a e na figura 28 b detalhe da ampliação da faixa destacando que não aparecem picos característicos para austenita retida.





b)

Fonte Análise própria.

Com a avaliação dos resultados da análise DRX ficou evidenciado picos característicos de formação de martensita, sem formação de nitretos ou precipitação dos nitretos em acordo com o resultado apresentado em resultados de trabalhos em aço D2 similar ao VF800 AT conforme (Franco Jr, 2003; Both,2011).

Pelo uso desta técnica não é possível evidenciar a presença de fração significativa de austenita retida na microestrutura da camada nitretada. É fator conhecido que níveis residuais de austenita retida em aços tratados termicamente sempre são encontrados. O limite de detecção pela técnica de DRX é nível de 2% de peso.

5 CONCLUSÕES

As análises das amostras nos diferentes ciclos térmicos aplicados evidenciam que a tratamento de nitretação a plasma do aço VF 800 AT associado ao ciclo de revenimento ou posterior ao ciclo de alta tenacidade recomendado para este aço ferramenta de trabalho a frio é eficaz quando o primeiro revenimento for executado na sequencia imediata ao tratamento térmico de têmpera.

A principal contribuição deste trabalho de pesquisa foi testar simultâneo tratamento de nitretação e revenimento em mesmo ciclo térmico bem como sua influência nas transformações de microestrutura e propriedade mecânica. Associando a nitretação e o revenimento em mesmo ciclo térmico obtém-se o benefício econômico da redução de consumo de energia, redução do tempo de tratamento térmico, tempo de fabricação de ferramentas e possibilidade de desenvolver novos processos de tratamentos térmicos aplicando tecnologias de evolução de equipamentos que vem sendo desenvolvidos.

A aplicação de temperatura de austenitização de 1080°C para o aço VF 800 AT gera um incremento de dureza devido a maior solubilidade dos carbonetos, porém gera um potencial de maior austenita retida na matriz, que é importante para o equilíbrio de propriedades mecânicas e desempenho do aço ferramenta na aplicação que com tratamento criogênico Subzero reduz a fração residual.

O ciclo de revenimento a altas temperaturas deve ser imediatamente após a témpera para obter melhor eficácia, para evitar a estabilização da austenita e evitar aumento da fração de austenita retida na matriz.

6REFERÊNCIAS

ALVES, Jr. C. **Nitretação em plasma** – Fundamentos e aplicações: EDUFRN, Natal, 2001.

AKHBARIZADEH.A, et al., **Effects of Austenizing time on wear Behavior of D6 Tool Steel after Deep Cryogenic Treatment**, Journal Of iron and Steel research, International, Department of Material Engineering, Isfahan University of Technology, Iran, 2009.

ASM Metals Handbook-**Heat treatment**, Vol.4, ASM International, 1991.

ASM Metals Handbook - **Metallography and microstruct**, Vol. 9, ASM International, 1985.

BELL, T. et al.,**Modelling Plasma Nitriding**, Advanced Metals & Materials, vol. 152, n.8, P. 40-40b, 1996.

BOTH, G.B, **Características e avaliação tribológica de superfícies resistentes ao desgaste em aço ferramenta de conformação a frio**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

CALLISTER, W.D., RETHWISCH.D.G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8th ed, Rio de Janeiro.LTC,2012.

CHIAVERINI,V. **Tecnologia Mecânica**,v.1-3, 2 ed, São Paulo,McGraw-Hill, 1986.

CHIAVERINI,V. **Aços e ferros fundidos**: características gerais, tratamentos térmicos 7 ed.ampl e rev. São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais,2008.

DAS, D., DUTRA, A.K, RAY, K.K. **On The refinement of carbide precipitates by cryotreatment in AISI D2 Steel**. Phylosophical Magazine, V.89, p.55-76, 2010.

DUDOVA, N., KAIBYSHEV, R., **On the precipitation Sequence in a 10% Cr Steel under Tempering**. ISIJ International, vol.51, n.5, pp.826-831, Belgorod, Rússia,2011.

FRANCO JUNIOR, A.R.,**Obtenção de Revestimentos Duplex por Nitretação a Plasma e PVD-TiN em Aços Ferramenta AISI D2 e AISI H13**, Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003

HUME-ROTHERY, W. **Estruturas das ligas de ferro**, Ed. Traduzida, São Paulo: Blucher, 1968.

KRAUSS,G. **Steels: Heat treatment and processing principles**. 2ed., ASM International, Colorado,1990.

LESKOVSEK, V., PODGORNIK, B., **Vacuum heat treatment, deep cryogenic treatment and simultaneous pulse plasma nitriding and tempering of P/M S390MC steel**. Institute of Metals and Technology, Ljubljana, 2011.

MEDEIROS, B., FRANCO JR, A. R. **Efeito dos parâmetros de nitretação na microestrutura e nos perfis de dureza do aço ferramenta VF 800 AT**. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Espírito Santo, 2009.

MENDANHA,A., FRANCO JR, A.R., GOLDENSTEIN, H., TSCHIPTSCHIN, A.P., PINEDO, C.E, **Principais parâmetros metalúrgicos e sua influência na qualidade e desempenho do aço para trabalho a frio AISI D2- Artigo de Revisão**. ABM,São Paulo, 2009.

O'BRIEN, J.M. **Plasma Nitriding**. ASM Handbook; Heat Treatment. 2 ed.Ohio: ASM International, vol.4, p.420-424, 1996.

PYE,D., **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. ASM International, 2003.

DA COSTA SILVA, A. L.V., MEI, P.R. **Aços e ligas especiais.** 3 ed.- São Paulo: Blucher,2010.

FARINA, P.F., FARINA A.B., BARBOSA, C.A., GOLDENSTEIN, H. **Tratamento criogênico e de alívio de tensões em um aço AISI D2.** Tecnol. Metal. Mater. Miner., São Paulo, v.9, n. 2, p.140-147, 2012.

SPALVINS.T, **Ion Nitriding:Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding**, Ohio, ASM International, 1986.

VILLARESMETALS. **Villares Metals.** Villares Metals, 2008.

Disponível em:

<http://www.villaresmetals.com.br/portuguese/files/FT_13_VF800AT.pdf>. Acesso em: 06 fevereiro 2015.