

Avaliação do percentual de austenita retida no aço inoxidável martensítico din 1.4110 Com diferentes intervalos de tempo entre o tratamento de têmpera e criogenia

Fábio Júnior Meurer (fabio.meurer@outlook.com.br)

Mestrando em Minas, Metalurgia e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Thaís Morato Bueno (thais.morato@ufrgs.br)

Mestranda em Minas, Metalurgia e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Lírio Schaeffer (schaeffer@ufrgs.br)

Doutor em Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

DOI: 10.18226/25253824.v5.n9.08

Resumo: Este trabalho tem por objetivo avaliar o percentual de austenita que se retém na matriz do aço DIN 1.4110 segundo os processos de têmpera e criogenia em função da alternância do intervalo de tempo entre os dois tratamentos térmicos. Para isso, amostras do aço foram tratadas termicamente em um forno de sete estágios com atmosfera controlada e resfriamento acelerado para realização da têmpera. Definiram-se quatro intervalos diferentes entre os tratamentos térmicos: imediatamente, 6 horas após a têmpera, 12 horas após a têmpera e 24 horas após a têmpera. Realizou-se o tratamento criogênico com os mesmos parâmetros em todas as amostras. Foram utilizados ensaios de dureza e metalografia a fim de caracterizar a liga e o ensaio de difração de raios X para avaliar a quantidade de austenita retida nas amostras. Os resultados obtidos apontam que o tempo de espera entre tratamentos reflete diretamente nos percentuais de austenita retida no aço. Como extremos do ensaio, obteve-se o percentual de 23,6% para criogenia feita 24 horas após o tratamento de têmpera; e o percentual de 11,9% para o tratamento criogênico feito imediatamente após a têmpera.

Palavras-Chaves: Tratamento Térmico. Austenita Retida. Aço Inox. Análise Instrumental.

Abstract: This work aims to evaluate the percentage of austenite that is retained in the matrix of DIN 1.4110 steel, after the processes of tempering and cryogenics due to the alternation of time interval between the two heat treatments. For that, samples of steel were heat treated in a 7-stage oven in controlled atmosphere and ac-celerated cooling to perform the tempering. Four different intervals between heat treatments were defined: immediately, 6, 12 and 24 hours after tempering. Cryogenic treatment was performed with the same parameters for all samples. Hardness tests and metallography were used in order to characterize the alloy and the X-ray diffraction test to evaluate the amount of austenite retained. The results obtained indicate that the waiting time between treatments reflected directly in the percentages of austenite retained in the steel. As extremes of the test, the percentage of cryogenics performed 24 hours after the quenching treatment was 23.6; whereas for the cryo-genic treatment performed immediately after tempering, the percentage of 11.9% was reached.

Keywords: Heat Treatment. Retained Austenite. Stainless Steel. Instrumental Analysis.

1. INTRODUÇÃO

As propriedades com maior relevância retratadas pela literatura relacionada à inserção da etapa de criogenia são: aumento da resistência ao desgaste [1, 2, 3, 4, 5, 6], aumento da tenacidade [7], e aumento na dureza [6, 8, 9], este podendo ser maior para temperaturas subzero que para temperaturas criogênicas [2, 3]. O tratamento criogênico é usualmente classificado por duas categorias: superficial (SCT - 193 K) ou profundo (DCT - 77 K) [10].

Conhecido como tratamento subzero, este consiste no resfriamento da amostra até a temperatura de -80 °C e tem por objetivo a transformação da austenita retida após a têmpera e a melhoria na estabilização da martensita [11]. A precipitação da martensita em temperaturas criogênicas ocasiona precipitados de carbonetos ultrafinos conhecidos como carbonetos η (eta) no revenido, sendo que estes são responsáveis pelas alterações nas propriedades mecânicas do aço [12].

A austenita retida no aço é sensível à transformação em martensita nas operações de ordem de 273 K a 193 K, sendo que entre 193 K e 77 K somente um percentual muito pequeno de austenita se transforma [13]. O tempo de espera pós-tratamento térmico e pré-tratamento criogênico altera propriedades metalúrgicas do material. Nesse contexto, o presente artigo busca avaliar propriedades alteradas, com enfoque na variação

do percentual austenítico do aço DIN 1.4110 pela variação do tempo de espera entre os tratamentos de têmpera e criogenia.

1.1 Aço Inoxidável Martensítico

Define-se, de maneira geral, os aços inoxidáveis como aços ao carbono contendo no mínimo 11% do elemento cromo em sua composição [13]. Relacionado a outras ligas ferrosas, o aço inoxidável é considerado um aço alta liga, conforme demonstra-se na Figura 1. Quando tratado termicamente, possui estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado denominada martensita, sendo a forma de endurecimento por meio de aquecimento rápido. Essa estrutura lhes confere dureza, resistência e ductilidade, sendo possível ser magnetizada [14].

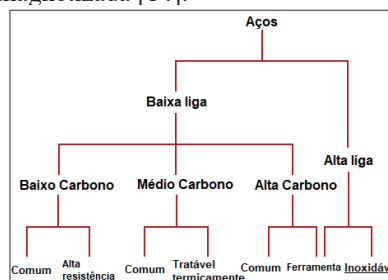


Figura 1: Classificação de ligas ferrosas [10]

A possibilidade de tratar termicamente os aços inoxidáveis martensíticos confere a eles a capacidade de aumentar a resistência à corrosão devido à relação do percentual de carbono com o percentual de cromo e, principalmente, no aumento da resistência mecânica [15]. Uma gama de aços martensíticos apresenta baixo teor de carbono e, conseqüentemente, denota uma limitação de dureza de no máximo 45 HRC. Essa classe de aço recebe tratamento de revenimento a fim de obter uma microestrutura de ferrita e carbonetos esferoidizados de máxima usinabilidade e ductilidade [15].

O aço DIN 1.4110 (X55CrMo14) é um aço inoxidável martensítico com adição do elemento de liga molibdênio [16], possui composição química de acordo com a Tabela 1 e apresenta como principais características uma elevada resistência ao desgaste e uma boa resistência contra a corrosão. Esse tipo de aço apresenta durezas acima dos aços convencionais quando tratado termicamente e passado pelas etapas de revenimento e subzero (tratamento criogênico) [16].

Tabela 1: Composição química especificada para o aço DIN 1.4110

Especificação	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	V
Mínima (%)	0,48	-	-	-	-	13	0,5	-
Máxima (%)	0,60	1,0	0,04	0,015	1	15	0,8	0,15

Utiliza-se o aço inoxidável martensítico DIN 1.4110 extensivamente em cutelaria geral (ou seja, lâminas de processamento de alimentos e ferramentas de corte), devido à sua alta resistência à corrosão e mecânica, tal como alta dureza e resistência ao desgaste [17]. No momento que é esferoidizado, o aço inoxidável DIN 1.4110 mostra uma microestrutura que consiste em carbonetos esferoidizados dispersos em uma matriz ferrítica e resulta numa dureza média de 200 HV [18, 19].

2. PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS.

Como etapa inicial, dimensionam-se amostras de uma bobina de aço DIN 1.4110 com geometria especificada em desenho técnico. Após a etapa de corte, direcionaram-se as amostras à etapa de tratamento térmico. Utilizou-se, nesta, o forno com sete estágios. As peças foram transportadas em uma câmara interna do forno. Realizou-se a movimentação das peças por meio de uma esteira.

Na parte externa da câmara, a ação de aquecimento foi gerada por doze queimadores, sendo estes dispostos com o mesmo distanciamento entre si, distribuídos ao longo dos seis primeiros estágios. Utilizaram-se essas primeiras seis zonas do forno para elevar a temperatura do material até a temperatura de austenitização.

No último setor do forno, resfriaram-se bruscamente as amostras por meio da ação de um turbo ventilador aliado à pulverização de uma solução contendo 60% de nitrogênio e 40% de hidrogênio. O fluxo da mistura de nitrogênio e hidrogênio,

além de ter operado como constituinte de refrigeração para a formação da martensita no processo de têmpera, operou também como elemento de limpeza da atmosfera do forno.

A limpeza ocorreu através do araste de oxigênio para a parte externa dele – tanto pela entrada do forno como pela saída –, e pela própria solução formada pelos gases que reagiram com os óxidos presentes no aço. O intuito de se remover o oxigênio do forno se deu pela prevenção da adição de carepa ou aparição de porosidades na superfície das amostras, além da redução de óxidos já existentes nas peças. A configuração de tempos em cada zona do forno apresenta-se na Figura 2.

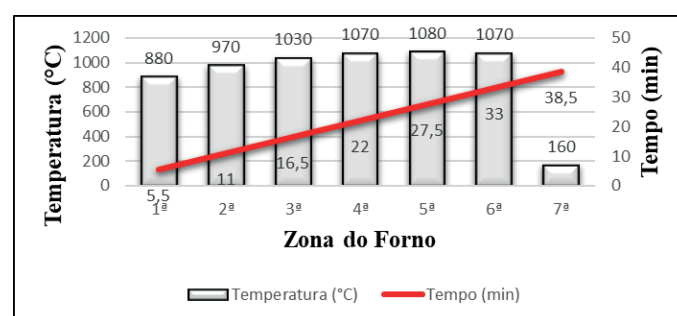


Figura 2: Temperatura e tempo em cada zona do forno de têmpera

Após a etapa de tratamento térmico de têmpera, subdividiram-se as amostras em quatro grupos. A fim de se obter uma melhor identificação, numeraram-se as peças por meio de turbina pneumática.

- 1º grupo: Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico.
- 2º grupo: Tratamento criogênico realizado 6 horas após o tratamento térmico.
- 3º grupo: Tratamento criogênico realizado 12 horas após o tratamento térmico.
- 4º grupo: Tratamento criogênico realizado 24 horas após o tratamento térmico.

Utilizou-se o processo de criogenia raso, realizado a -80 °C, pelo método de nebulização direta. O equipamento utilizado é do modelo *Cryo Ap 700*, produzido pela empresa *Air Products*, que utiliza o nitrogênio como principal insumo. Nele utiliza-se um sistema de nebulização: controlador de temperatura, válvulas de passagem de nitrogênio vaporizado, ventiladores para homogeneização da temperatura e câmara devidamente isolada. O tempo de execução do tratamento criogênico foi de 20 minutos em uma temperatura estável de -80 °C.

2.1 Preparação de amostras

Após os processos de tratamentos térmicos e criogenia, trabalhou-se nas amostras a fim de deixá-las apropriadas para posteriores análises. Nessa etapa, dimensionaram-se as amostras,

por meio de cortes, para possibilitar o trabalho com elas em ensaios laboratoriais. Para que se manuseasse as amostras do aço facilmente, estas foram embutidas em uma bucha de resina termofixa fenólica, comercialmente conhecida como baquelite. Realizou-se o procedimento de embutimento nas amostras na embutidora LaboPress-3 da *Struers*. Logo se iniciou o processo de lixamento e polimento para que a superfície da amostra ficasse livre de riscos indesejáveis. Para essas etapas, os principais parâmetros estão apresentados na Tabela 2. Usou-se como equipamento para lixar as amostras a politriz DP-10 da *Struers*.

Tabela 2: Etapas da preparação metalográfica das amostras de 1.4110

Etapa	Superfície (lixa/pano)	Abrasivo/Lubrificante
Lixamento	Lixa de carbetto de silício (SiC)	320-1000 / Água
Polimento	Pano dureza média/alta DP-Mol	Pasta de diamante de 3µm/DP-Lubrificante Blue

O processo de lixamento foi feito por lixas movimentadas mecanicamente, sendo estas com granulometria de 320 a 1000 (variação do grão), partindo da mais grossa até a mais fina, tomando o cuidado de alterar a direção do lixamento e lavando as amostras a cada troca de lixa. Após iniciou-se o polimento, em que os discos foram cobertos por panos nos quais foram depositados os abrasivos.

2.2 Ensaio de dureza Rockwell

O ensaio baseou-se na medição da profundidade de penetração gerada sob ação de um penetrador, sendo aspectos característicos a rapidez de execução, o maior exatidão e o pequeno tamanho da impressão. O ensaio de dureza Rockwell é normalizado pela ASTM E18-11 (2008) (*Standard methods for Rockwell hardness and Rockwell superficial hardness of metallic materials*).

Trabalhou-se a superfície da peça por meio de limpeza, secagem e posicionamento dela de maneira perpendicular ao penetrador do equipamento. Iniciou-se o processo, liberando-se uma pré-carga sobre a peça, necessária para eliminar a ação de defeitos superficiais, ajudar na fixação da amostra no suporte da máquina e causar uma pequena deformação permanente na peça, para que se evitassem erros provenientes da deformação plástica [25]. Aplicou-se a pré-carga (10 kgf) num tempo de aproximadamente dois segundos, e após, conforme recomendado, aplicou-se a carga total (150 kgf) num período de aproximadamente sete segundos. A carga foi posta na região central da peça.

Utilizou-se um indentador de formato cônico com angulação de 120° elaborado em diamante. A profundidade que o penetrador atinge foi convertida diretamente pelo equipamento a um número arbitrário que apresentou-se no seu próprio visor (conforme Figura

3). Desprezou-se a primeira leitura, que serviu apenas para a acomodação do penetrador em cada amostra.



Figura 3: Durômetro Rockwell com carga aplicada sobre amostra.

O procedimento do ensaio de dureza resume-se conforme a descrição a seguir:

- 1° passo: aproximar a superfície do corpo de prova no penetrador do equipamento;
- 2° passo: aplicar ao corpo de prova a pré-carga do equipamento;
- 3° passo: liberar a carga até o ponteiro estabilizar;
- 4° passo: fazer a leitura do valor indicado no mostrador a partir da escala apropriada e remover a carga.

2.3 Difração de Raios X

Com as amostras elaboradas, estas são direcionadas à análise por difração de raios X. Utilizou-se o difratômetro Seifert Charon XRD M – Research Edition, no qual a produção dos raios X é decorrente da interação entre os elétrons acelerados provindos do catodo com os elétrons dos átomos do anodo do equipamento. No equipamento, a difração de raios X resulta de um processo em que os raios X são dispersos pelos elétrons dos átomos do material em análise, sem alteração do comprimento de onda.

Para a análise, utilizou-se a técnica de medição de tensões residuais Bragg-Brentano, que consiste na diferença do caminho percorrido pelo feixe de raios X, que deve ser um número inteiro de comprimento de onda.

2.4 Microscopia Óptica

As avaliações por microscopia óptica foram realizadas por meio do microscópio óptico da marca Olympus modelo BX60. Avaliaram-se amostras nas condições após a realização do lixamento e do polimento, conforme comentado anteriormente. Na sequência, realizou-se um ataque químico com o Reagente Picral (3 ml solução aquosa saturada de ácido pícrico, 25 ml C₂H₅OH) a fim de revelar-se a microestrutura do material em análise.

3. RESULTADOS E ANÁLISES

3.1 Dureza

A seguir, na Tabela 3, apresentam-se os valores de dureza encontrados no ensaio de dureza realizado. Observou-se, por meio de inúmeras referências bibliográficas, que um dos efeitos da transformação da austenita retida em martensita nas propriedades do aço é o aumento da dureza [5, 7]. Além desta, outras propriedades mecânicas dos aços também sofreram alterações, como a tenacidade e a ductilidade. Realizaram-se três medições por amostra, sendo estas nas extremidades e no centro de cada uma.

Tabela 3: Dureza obtida no ensaio de Rockwell

Número do grupo de amostras	Dureza média das amostras (HRC)
1	60,00
2	59,00
3	60,00
4	60,00
Média entre amostras	59,75

Porém, observou-se, neste caso, que a dureza se manteve igual em todas as amostras avaliadas. Sugeriu-se que a dureza do aço pode ser dependente do tempo de encharque no banho criogênico e da taxa de resfriamento deste [13, 20, 21]. Em todas as amostras os parâmetros do equipamento utilizado na criogenia foram mantidos, dessa forma, é justificável a mesma dureza em todas elas.

3.2 Difratoograma

Através da radiação incidente no material, os feixes difratados para base de dados formaram-se por meio de interferências construtivas. Assim, após a análise por difração de raios X, obtiveram-se os dados de cada amostra expressos nas Tabelas 4, 5, 6 e 7 a seguir, com os quais foram plotados gráficos, demonstrados nas Figuras 4, 5, 6, 7 para apresentação de elementos e seus percentuais contidos na liga.

A avaliação do tamanho de cada pico é o que nos revela a quantidade presente em cada fase do metal. Observou-se que o tempo de intervalo entre os tratamentos apresentou diferenças nos percentuais de austenita retida, sendo que quanto maior o tempo de espera, maior o percentual de austenita retida na matriz do aço.

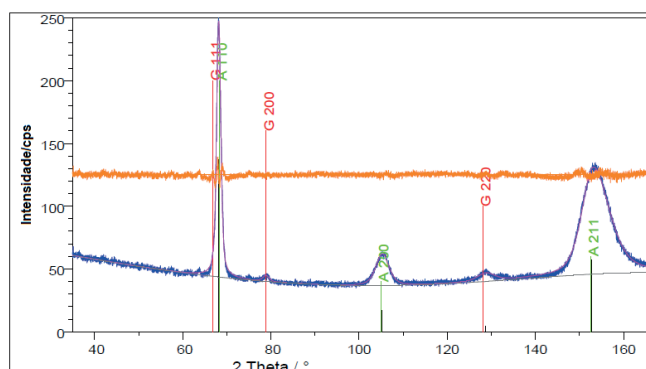


Figura 4: Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico

Tabela 4: Tratamento criogênico realizado imediatamente após o tratamento térmico

Fase	Ângulo (teo)°	Ângulo (calc)°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	78,9946	78,8512	80	6,4	1,6557	36,6	8,5; 5,6; 9,6
γ -Fe	128,1845	128,7016	50	2,2	4,7047	57,1	17,1; 11,6; 18,9
α -Fe	68,2417	68,1398	100	196,6	1,1368	105,0	91,5; 82,9
α -Fe	104,9879	105,2283	20	68,5	3,5098	23,4	94,4; 88,4
α -Fe	152,6134	152,8456	30	390,6	7,2585	237,0	90,4; 81,1
Austenita Retida:							
11,9% (+7,0 %; -6,3 %)							

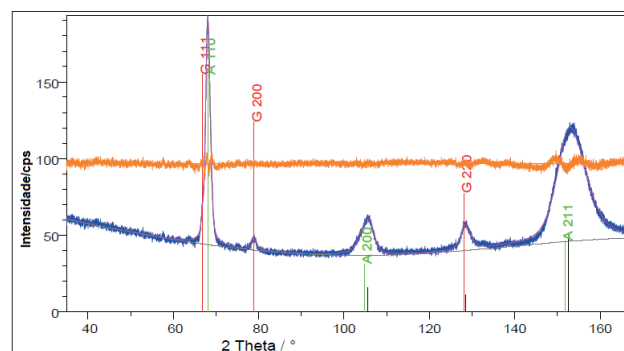


Figura 5: Tratamento criogênico realizado 6 h após o tratamento de têmpera

Tabela 5: Tratamento criogênico realizado 6 h após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)°	Ângulo (calc)°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	66,8477	66,7358	100	2,9	0,3648	77,2	2,4; 1,3; 2,4
γ -Fe	78,9946	78,8594	80	8,4	1,3345	36,6	13,3; 7,5; 13,3
γ -Fe	128,1845	128,4427	50	3,7	2,6841	57,1	28,8; 17,7; 28,8
α -Fe	68,1101	68,0899	100	157,7	1,2814	105,0	97,6; 86,7; 71,2
α -Fe	104,7353	105,6508	20	66,2	3,6866	23,4	98,7; 92,5; 82,3
α -Fe	151,8274	152,5646	30	356,5	7,8736	237,0	97,6; 86,7; 71,2
Austenita Retida: 12,8% (+16,0 %; -11,5 %)							

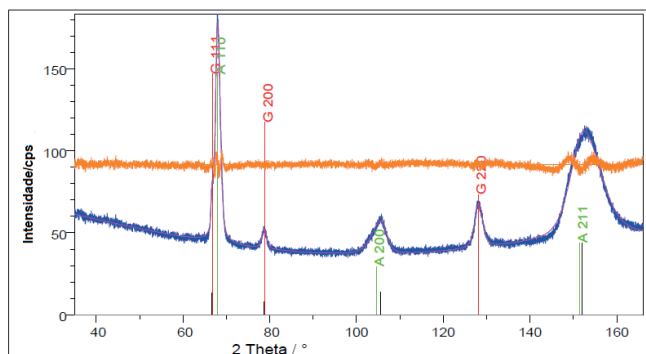


Figura 6: Tratamento criogênico realizado 12 horas após o tratamento de têmpera

Tabela 6: Tratamento criogênico realizado 12 h após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)°	Ângulo (calc)°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	66,8477	66,6478	100	7,7	0,4507	77,2	6,5; 3,7; 6,9
γ -Fe	78,9946	78,6837	80	12,8	1,2782	36,6	19,7; 11,8; 20,6
γ -Fe	128,1845	128,0847	50	47,9	2,1560	57,1	37,1; 24,3; 38,3
α -Fe	68,0593	68,0133	100	149,3	1,3191	105,0	93,5; 88,2; 75,7
α -Fe	104,6377	105,5690	20	61,0	3,9915	23,4	96,3; 88,2; 75,7
α -Fe	151,5291	152,0865	30	319,3	8,1706	237,0	93,1; 79,4; 61,7

Austenita Retida: 18,8% (+19,6%; -15,1%)

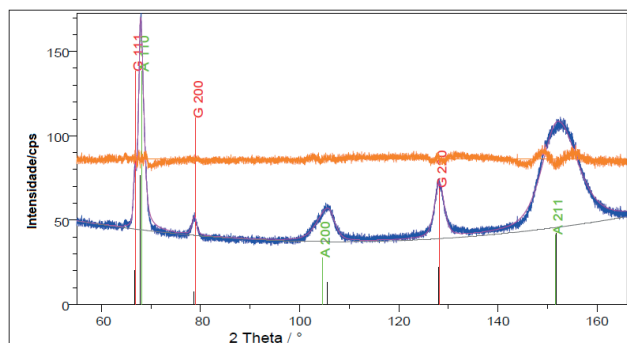


Figura 7: Tratamento criogênico realizado 24 h após o tratamento de têmpera

Tabela 7: Tratamento criogênico realizado 12 h após o tratamento de têmpera

Fase	Ângulo (teo)°	Ângulo (calc)°	I(rel)/%	I(calc)/cps	Fwhm/°	R(Cr)	Quantidade/%
γ -Fe	66,8477	66,6383	100	33,5	1,3670	77,2	29,6; 14,6; 24,9
γ -Fe	78,9946	78,6606	80	10,0	1,0888	36,6	21,0; 9,7; 17,3
γ -Fe	128,1845	128,0518	50	59,7	2,2584	57,1	50,3; 29,2; 44,4
α -Fe	68,0593	67,8406	100	108,4	1,1319	105,0	70,4; 79,0; 49,7
α -Fe	104,6377	105,5995	20	59,5	4,0876	23,4	85,4; 90,3; 70,8
α -Fe	151,5291	151,7964	30	310,4	8,3773	237,0	75,1; 82,7; 55,6

Austenita Retida: 23,6% (+23,6%; -17,0%)

Observa-se, também, que quanto maior o percentual encontrado, maior as suas faixas de tolerâncias. Esse fato é devido ao padrão dos picos da difração, que possuem uma proporção de intensidade diferente dos modelos teóricos da base de dados do *software* utilizado. Constata-se também que o aumento do percentual da austenita retida é relacionado ao tempo de espera, porém não de forma linear. Para a caracterização de uma curva,

entende-se como necessário um número maior de amostras com mais intervalos de tempos entre os tratamentos térmicos.

3.3 Microestrutura

O resultado obtido é observado na Figura 8, cujas subdivisões A, B, C, D e E apresentam magnificação de 500 vezes, enquanto a subdivisão F apresenta ampliação de 1000 vezes.

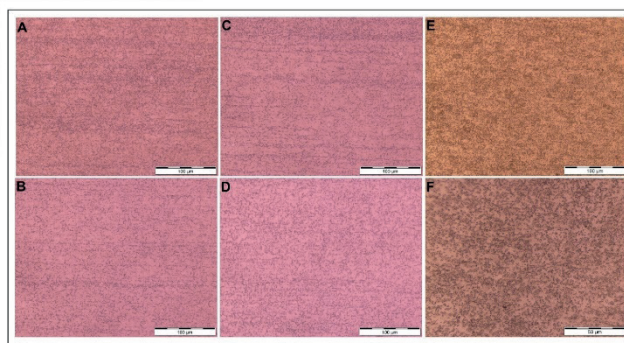


Figura 8: Microestrutura das amostras com tratamento de têmpera e criogenia aplicado (A, B, C, D) e amostras com material cru recebido da siderurgia (E, F)

As microestruturas observadas de todas as amostras com os tratamentos térmicos de têmpera e criogenia realizados não demonstraram diferenças consideráveis entre si, apresentando microestrutura martensítica em ripas em toda a sua extensão e exibindo carbonetos preferencialmente nos contornos de grão, mas também espalhados pelo resto da matriz do aço.

Na microestrutura das amostras cruas (sem tratamentos térmicos) houve uma alta densidade de carbonetos presentes e uma dispersão homogênea em sua matriz. Já relacionando as metalografias tratadas e as não tratadas, as diferenças apresentadas foram observadas no percentual de carbonetos presentes na matriz. Devido aos tratamentos térmicos, os carbonetos secundários visíveis nas amostras cruas são dissolvidos na matriz martensítica, tornando, assim, a sua intensidade menos visível nas amostras pós-tratamento.

3.4 Composição química

Por fim, pelo método de análise qualitativa de espectrometria, identificou-se a composição química da liga com intuito de avaliar se os valores encontrados em norma eram seguidos pelo fabricante da liga. Os valores encontrados estão apresentados na Tabela 8.

Constata-se, nas três análises feitas, que o percentual encontrado se enquadra nos valores comentados em norma. Observa-se, também, que os valores comentados na Tabela 8 referem-se a valores exatos contidos em norma. Assim, ressalta-se que, quando relacionada a possíveis variações contidas na norma, a composição está correta. Para aquisição de dados utilizou-se o

espectrômetro de emissão ótica simultâneo por centelhamento MAXx LMM06 produzido pela empresa Spectro.

porém, quando comparadas ao material cru, fica visível a diferença na intensidade de carbonetos presentes na matriz.

Tabela 8: Composição química do aço DIN 1.4110

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
1	0,48	0,46	0,42	0,027	0,009	14,49	0,56	0,17	0,01
2	0,48	0,49	0,40	0,027	0,009	14,53	0,56	0,17	0,01
3	0,48	0,47	0,41	0,029	0,009	14,52	0,57	0,17	0,01
Média	0,48	0,47	0,41	0,028	0,009	14,51	0,57	0,17	0,01
Desvio Padrão	-	0,01	0,01	0,001	-	0,02	-	-	-
Norma	0,54	1	1,0	0,04	0,015	14	0,65	-	-

Com base nos resultados da difração, é possível concluir que o tempo de espera entre um e outro tratamento térmico pode influenciar diretamente as propriedades mecânicas do aço [13]. No caso avaliado, os percentuais de austenita retida cresceram com os tempos de espera entre os procedimentos térmicos.

Dessa forma, demonstra-se que, a fim de se obter maiores percentuais de martensita na matriz do aço, é aconselhável que intervalos entre tratamentos sejam mais curtos quanto possível [23]. Além disso, pode-se indicar que, apesar de muito tênue, existe uma relação entre a precipitação de carbonetos com o percentual de austenita retida.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este artigo teve como objetivo principal avaliar o percentual de austenita que se retém na matriz ferrítica do aço DIN 1.4110 posteriormente ao processo de têmpera e criogenia. Variou-se o intervalo de tempo entre os tratamentos térmicos para se observar diferenças. Fundamentou-se o estudo por meio da análise instrumental.

Para tal, este estudo se dividiu em quatro etapas: A primeira foi uma revisão de literatura e uma análise de equipamentos disponíveis para futuros processos, que forneceram informações e dados referentes aos principais parâmetros do maquinário relacionando as interações pretendidas com o material a ser estudado; na segunda foram elaboradas as amostras com o material e os tratamentos pretendidos, aliadas às posteriores remoções de imperfeições por meio de lixamento e polimento; na terceira foram utilizados ensaios de dureza, raios X e metalografia a fim de levantar dados relacionados às amostras; por fim, na quarta foram comparados os resultados obtidos através dos ensaios com modelos teóricos existentes a fim de afirmar coerência nos resultados.

Entre as maiores dificuldades encontradas, destaca-se a de detectar as diferenças entre as amostras analisadas na difração realizada via raios X. Devido à pouca diferença temporal e à excelente qualidade de têmpera, as curvas de caracterização de cada elemento apresentaram-se de maneira muito similar em todas as amostras, demonstrando a homogeneidade da matriz do aço. Referências bibliográficas citam como alternativa o reagente químico Beraha para a visualização da austenita retida na matriz do aço [22]. Complementar as técnicas realizadas, o ensaio de microdureza e o ensaio de tração apresenta-se como uma alternativa para apresentar impactos nas propriedades mecânicas das amostras.

A metalografia do material demonstra que as microestruturas obtidas através da análise em microscópio óptico com aumento de 500 vezes não apresentam diferença microestrutural considerável;

5. REFERÊNCIAS

- [1] MENG, F. *et al.* Role of eta carbide precipitations in the wear resistance improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment. **ISIJ International**, Japão, v. 34, n. 2, p. 205-210, 1994.
- [2] BARRON, R. F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. **Cryogenics**, Reino Unido, v. 22, n. 8, p. 409-413, ago. 1982.
- [3] RHYIM, Y.M. *et al.* Effect of deep cryogenic treatment on carbide precipitation and mechanical properties of tool steel. **Solid State Phenomena**, Suíça, v. 118, p. 9-14, 2006.
- [4] PELLIZARI, M.; MOLINARI, A. Deep Cryogenic Treatment of Cold Work Tool Steel. *In: INTERNATIONAL TOOLING CONFERENCE*. 6. Karlstad, **Anais...**, Karlstad, 2002.
- [5] YUGANDHAR, T.; KRISHNAN, P. K. Cryogenic Treatment and its effect on tool steel. *In: INTERNATIONAL TOOLING CONFERENCE*. 6. Karlstad, **Anais...**, Karlstad, 2002.
- [6] GOBBI, S. J. *et al.* Efeito do tratamento criogênico profundo no desgaste microabrasivo do aço AISI D2. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS (CBECiMat)*, 18, Porto de Galinhas, 2008, **Anais...**, Porto de Galinhas, 2008.
- [7] SARTORI, C. H.; YOSHIDA, S.; FAGUNDES, M. G. Efeitos do tratamento criogênico na tenacidade à fratura dos aços AISI M2, AISI D2 e aço para trabalho a frio com 8% de Cr. *In: CONGRESSO ANUAL DA ABM*, 61, Rio de Janeiro, 2006, **Anais...**, Rio de Janeiro, 2006.
- [8] DAS, S.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Effect of deep cryogenic treatment on the carbide precipitation and tribological properties behavior of D2 steel. **Materials and Manufacturing Processes**, Estados Unidos, v. 22, p. 474-480, 2007.

- [9] WIERSZYLLOWSKI, I.; NIEMCZYK, W. The influence of deep cryogenic treatment on precipitation phenomena during tempering and ageing. **Defect and Diffusion Forum**, v. 283-286, p. 65-73, 2009.
- [10] BENSELY, A.; SENTHILKUMAR, D.; MOHAN LAL, D.; NAGARAJAN, G.; RAJADURAI, A. Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17. **Materials Characterization**, São Carlos, v. 58, p. 485-491, 2007.
- [11] HUANG, J. Y.; ZHU, Y. T.; LIAO, X. Z.; BEYERLEIN, I. J.; BOURKE, M. A.; MITCHELL, T. E. Microstructure of cryogenic treatem M2 tool steel. **Materials In: Science and Engineering**, v. 339, p. 241-244, 2003.
- [12] EBONI, G. A. **Efeito do Processamento Criogênico na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Aço SAE M2 Temperado e Revenido**. 2010. 86 f. Dissertação (Mestrado) em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais – Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2010.
- [13] COLLINS, D. N. Cryogenic treatment of tool steels. **Advanced Materials & Processes**, Estados Unidos, v. 12, p. H23-H29, 1998.
- [14] SHACKELFORD, J. F. **Introduction to materials science for engineers**. 8. ed. Global Edition. Uppler Saddle River: Prentice-Hall, 2015.
- [15] CALLISTER, W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2002.
- [16] OUTOKUMPU STAINLESS AB. **Handbook of stainless steel**. Suécia: Outokumpo Oyj, 2013. Disponível em: <https://www.outokumpu.com/choose-stainless/stainless-basics/handbooks>. Acesso em: 17 de jul. 2019.
- [17] VERHOEVEN, J. D.; PENDRAY A. H., CLARK H. F. Wear tests of steel knife blades. **Wear**, Suíça, v. 265, n. 7-8, p. 1093-1099, 2008.
- [18] RAMOS, L. B.; SIMONI, L.; MIELCZARSKI, R. G.; VEGA, M. R. O.; SCHROEDER, R. M.; MAL-FATTI, C. de F. Tribocorrosion and Electrochemical Behavior of DIN 1.4110 Martensitic Stainless Steels After Cryogenic Heat Treatment. **Materials Research**, Cão Carlos, v. 20, n. 2, p. 460-468, 2017.
- [19] SYARIF, J., H.; YOUSUF, M.; SAJURI, Z.; BAGHDADI, A. H.; MERABTENE, M.; OMAR, M. Z. Effect of Partial Solution Treatment Temperature on Microstructure and Tensile Properties of 440C Martensi-tic Stainless Steel. **Metals**, Suíça, v. 10, n. 5, p. 1-14, 2020.
- [20] SARTORI, C. H. **Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2**. 2009. 123 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- [21] YUN, D. X. L. Deep cryogenic treatment of high speed steel: microestrutura and mechanism. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, Reino Unido, v. 2, p. 80-84, 2008.
- [22] MELADO, A.; NISHIKAWA, A.; FUJIOKA, R.; VIEIRA, E.; GOLDENSTEIN, H. Efeito da porcentagem de austenita retida nas propriedades mecânicas de um ferro fundido nodular submetido ao processo de têmpera e partição. *In*: CONGRESSO ANUAL DA ABM – INTERNACIONAL, 70, Rio de Janeiro, 2015, **Anais...**, Rio de Janeiro, 2015.
- [23] CASTILHO W. S. **Tratamentos criogênicos nos metais. Sítio Novo**, Minas Gerais, v. 3, p. 115-126, 2019.