

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA**

**ROMULO NIESWALD**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO AISI  
H13 SUBMETIDO AO TRATAMENTO CRIOGÊNICO E NITRETAÇÃO A PLASMA**

**Alegrete**

**2023**

**ROMULO NIESWALD**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO AISI  
H13 SUBMETIDO AO TRATAMENTO CRIOGÊNICO E NITRETAÇÃO A PLASMA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientador: Dr. Marco Antônio Durlo Tier

**Alegrete**

**2023**

**ROMULO NIESWALD**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TRIBOLÓGICAS DO AÇO AISI H13  
SUBMETIDO AO  
TRATAMENTO CRIOGÊNICO E NITRETAÇÃO À PLASMA**

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Monografia defendida e aprovada em: 10 de julho de 2023.

Banca examinadora:

---

Prof. Dr Marco Antonio Durlo Tier  
Orientador  
(UNIPAMPA)

---

Prof. Dr. Tonilson de Souza Rosendo  
(UNIPAMPA)

---

Prof. Me. Maurício Paz França  
(UNIPAMPA)



Assinado eletronicamente por **TONILSON DE SOUZA ROSENDO, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 10/07/2023, às 15:23, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **MAURICIO PAZ FRANCA, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 10/07/2023, às 15:24, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **MARCO ANTONIO DURLO TIER, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 10/07/2023, às 15:24, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1172188** e o código CRC **8CFF7255**.

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos  
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do  
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais) .

N676a Nieswald, Romulo

Análise das propriedades mecânicas e tribológicas do aço  
AISI H13 submetido ao tratamento criogênico e nitretação a  
plasma / Romulo Nieswald.

60 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação)-- Universidade  
Federal do Pampa, ENGENHARIA MECÂNICA, 2023.

"Orientação: Marco Antônio Durlo Tier".

1. Criogenia. 2. Nitretação a Plasma. 3. Aço para trabalho  
a quente. 4. Tratamento Térmico. I. Título.

Dedico este trabalho à Deus, ao meu pai Osmar,  
minha mãe Noeli, minha irmã Geovana  
Nieswald e meus amigos.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer à Deus por ter me dado força, saúde e persistência para poder chegar até aqui.

Agradeço aos meus pais, Osmar e Noeli, e minha irmã por terem me dado todo o apoio, suporte e incentivo durante toda a graduação, sem vocês nada disso seria possível.

Gostaria de agradecer ao meu orientador, professor Dr. Marco Antônio Durlo Tier, por ter me dado a oportunidade dessa pesquisa, por todos os ensinamentos, valores e tempo dedicado para a orientação. Fica meu sentimento de gratidão por todo o apoio prestado durante a graduação.

Gostaria de agradecer ao professor Dr. Aldoni Gabriel Wiedenhöft por disponibilizar tempo para usinagem nas amostras utilizadas no trabalho.

Gostaria de agradecer ao Mestre Dieson Gabbi Fantineli por toda orientação e suporte para realização dos processos abordados no estudo.

Gostaria de agradecer ao professor Flávio da URI, pela disponibilidade do laboratório para realizar o ensaio de impacto Charpy.

Gostaria de agradecer ao professor Alexandre da UFRGS, pela realização da nitretação a plasma e medições das tensões residuais.

Gostaria de agradecer à professora Patricia da Unijui, por disponibilizar o laboratório para realizar a metalografia das amostras.

Gostaria de agradecer ao colega e amigo Lissandro Soltau pelo auxílio na realização do ensaio de desgaste.

Gostaria de agradecer aos colegas e amigos Eduardo Jung, Klaus Mello, Lissandro Soltau e João Vitor Carvalho pela parceria e amizade formada durante a graduação.

Aos meus amigos Wesley, Marcos, Felipe, Luis e Victor, que apesar da distância sempre estiveram me apoiando, fortalecendo cada vez mais a amizade.

Gostaria de agradecer à UNIPAMPA pelo excelente curso de graduação, contribuindo para o meu desenvolvimento profissional e pessoal.

“Os sonhos são como uma bússola, indicando os caminhos que seguiremos e as metas que queremos alcançar. São eles que nos impulsionam, nos fortalecem e nos permitem crescer.”

Augusto Cury



## RESUMO

Os aços ferramentas para trabalho a quente são amplamente utilizados na fabricação de moldes de injeção, matrizes e ferramentas de forjamento devido a sua capacidade de manter suas propriedades mecânicas quando expostos a condições de trabalho em altas temperaturas. Diante disso, a fim de melhorar ainda mais as propriedades mecânicas e tribológicas dos aços, os tratamentos de criogenia e nitretação a plasma combinados com a têmpera e revenido apresentam-se como uma excelente alternativa para aumentar a vida útil das ferramentas. A partir disso, o presente trabalho tem como objetivo avaliar e comparar o desempenho das propriedades mecânicas e tribológicas do aço ferramenta H13 submetido aos tratamentos térmicos convencionais em conjunto com a criogenia e nitretação a plasma, variando a sequência de realização dos tratamentos. A metodologia utilizada para a realização do trabalho foi a pesquisa experimental, em que se variou a sequência de realização dos tratamentos. A temperatura de austenitização utilizada nas amostras foi 1030°C e resfriadas em óleo, o revenido foi realizado em 500°C durante 2h, a criogenia atingiu -180°C por um período de 24h com rampa de resfriamento e aquecimento de 0,5°C/min e a nitretação a plasma foi realizada em 440°C durante 90 minutos utilizando uma mistura gasosa de N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>. Feito isso, realizou-se os ensaios mecânicos e a análise microestrutural para avaliar as mudanças nas propriedades mecânicas e tribológicas do aço. Os resultados obtidos mostram que a aplicação da criogenia combinada com a realização da nitretação a plasma no final dos ciclos de tratamento contribui significativamente para o aumento da resistência ao desgaste, microdureza e das tensões residuais compressivas, entretanto reduziram a tenacidade ao impacto quando comparada com a rota T/2R. Para a dureza os resultados obtidos mostram que a nitretação a plasma não tem influência significativa na dureza do núcleo do material, mas sim na camada superficial. Para as rotas com criogenia e nitretação a plasma, pode-se verificar que as rotas em que o revenido foi realizado depois da nitretação apresentaram a camada branca, que é formada por nitretos de ferro que fornecem uma superfície dura e frágil para o material.

Palavras-Chave: Criogenia, Nitretação a Plasma, Aço para trabalho a quente, Tratamento Térmico.

## ABSTRACT

Hot work tool steels are widely used in the manufacture of injection molds, dies and forging tools due to their ability to maintain their mechanical properties when exposed to high temperature working conditions. In view of this, in order to further improve the mechanical and tribological properties of steels, cryogenic and plasma nitriding treatments combined with quenching and tempering present themselves as an excellent alternative to increase tool life. Based on that, the present work aims to evaluate and compare the performance of the mechanical and tribological properties of H13 tool steel submitted to conventional heat treatments in conjunction with cryogenic and plasma nitriding, varying the sequence in which the treatments are performed. The methodology used to carry out the work was experimental research, in which the sequence of treatments was varied. The austenitizing temperature used on the samples was 1030°C and cooled in oil, tempering was done at 500°C for 2 hours, cryogenics reached -180°C for 24 hours with a cooling and heating ramp of 0.5°C/min, and plasma nitriding was done at 440°C for 90 minutes using a gas mixture of N<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>. After that, mechanical tests and microstructural analysis were performed to evaluate the changes in the mechanical and tribological properties of the steel. The results obtained show that the application of cryogenics combined with plasma nitriding at the end of the treatment cycles contributes significantly to the increase in wear resistance, microhardness and compressive residual stresses, however reduced impact toughness when compared to the T/2R route. For hardness the results obtained show that plasma nitriding has no significant influence on the hardness of the core material, but rather on the surface layer. For the cryogenic and plasma nitriding routes it is observed that there was a refinement of the microstructure when compared to the T/2R route. In addition, it can be seen that the routes in which tempering was performed after nitriding presented the white layer, which is formed iron nitrides that provide a hard and brittle surface for the material.

Keywords: Cryogenics, Plasma Nitriding, Hot work steel, Heat Treatment

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Curva de revenimento aço H13.....	19
Figura 2: Microestrutura do aço AISI H13 observada em microscopia eletrônica de transmissão: a) têmpera e duplo revenido; b) têmpera + criogenia + duplo revenido. ....	22
Figura 3: Curva da tensão x corrente para diferentes regimes de descarga.....	24
Figura 4: Representação dos principais componentes de um reator de nitretação a plasma. ....	24
Figura 5: Procedimentos realizados para elaboração deste trabalho .....	28
Figura 6: Dimensões corpo de prova conforme ABNT NBR ISO 148-1:2013 .....	29
Figura 7: Forno utilizado para têmpera e revenido.....	30
Figura 8: Equipamento utilizado para realização da criogenia.....	31
Figura 9: Câmara utilizada para nitretação a plasma.....	32
Figura 10: Imagem do Durômetro utilizado no Trabalho.....	32
Figura 11: Imagem do Microdurômetro utilizado no trabalho .....	33
Figura 12: Equipamento para ensaio de Impacto Charpy utilizado no trabalho. ....	33
Figura 13: Equipamento para ensaio de desgaste utilizado no trabalho.....	34
Figura 14: Balança de precisão utilizada no trabalho.....	35
Figura 15 Equipamento para medição de tensões residuais .....	36
Figura 16: Resultado Teste de dureza.....	38
Figura 17: Resultado Ensaio de Microdureza.....	40
Figura 18: Resultados Ensaio de Impacto Charpy.....	42
Figura 19 - Ensaio de Desgaste .....	43
Figura 20 - Resultado das Tensões Residuais.....	45
Figura 21 – Análise de Fases .....	46
Figura 22 - Microscopia Óptica AISI H13: T/2R - 400X. Ataque Nital 3%. ....	47
Figura 23 - Microscopia Óptica AISI H13: T/2R - 1000X. Ataque Nital 3%. ....	48
Figura 24- Microscopia Óptica AISI H13: T/C/2R/N - 400X. Ataque Nital 3%. ....	48
Figura 25 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/2R/N - 1000X. Ataque Nital 3%. ....	49
Figura 26 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/N/R - 400X. Ataque Nital 3%.....	49
Figura 27 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/N/R - 1000X. Ataque Nital 3%.....	50
Figura 28 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/R/N - 400X. Ataque Nital 3%.....	50
Figura 29 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/R/N - 1000X. Ataque Nital 3%.....	51
Figura 30 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/N/2R - 400X. Ataque Nital 3%. ....	51
Figura 31 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/N/2R - 1000X. Ataque Nital 3%. ....	52

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Classificação dos Aços Ferramenta .....	16
Tabela 2: Composição química aço AISI H13.....	18
Tabela 3: Rotas de tratamentos realizados.....	29
Tabela 4: Resultados evolução da dureza em HRC.....	37
Tabela 5: Resultado Ensaio de Dureza .....	37
Tabela 6: Resultados evolução da microdureza HV <sub>0.5</sub> .....	39
Tabela 7: Resultado Ensaio de Microdureza HV <sub>0.5</sub> .....	39
Tabela 8: Resultados Ensaio de Impacto Charpy.....	41
Tabela 9 - Resultado do Ensaio de Desgaste .....	43
Tabela 10 - Resultado das Tensões Residuais.....	44

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
1.1	Objetivos Geral.....	15
1.2	Objetivos Específicos.....	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1	Aços Ferramentas.....	16
2.1.2	Aço Ferramenta para Trabalho a Quente.....	17
2.2	Tratamentos Térmicos.....	18
2.2.1	Têmpera.....	18
2.2.2	Revenido.....	19
2.2.3	Criogenia.....	20
2.2.3	Nitretação a Plasma.....	23
2.3	Estudos Correlatos.....	25
3.	METODOLOGIA.....	28
3.1.	Preparação das Amostras.....	29
3.1.	Tratamentos Térmicos das Amostras.....	29
3.1.1.	Têmpera e Revenido.....	30
3.1.2.	Tratamento Criogênico.....	30
3.1.3.	Nitretação a Plasma.....	31
3.2	Ensaio Mecânicos.....	32
3.3	Análise Microestrutural.....	35
3.3.1	Microscopia óptica.....	35
3.4	Tensões Residuais.....	35
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
4.1.	Ensaio de Dureza.....	37
4.2.	Ensaio de Microdureza.....	38
4.3.	Ensaio de Impacto Charpy.....	40
4.4.	Ensaio de Desgaste.....	42
4.5.	Tensões Residuais.....	44
4.5.	Análise de Fases.....	46
4.6.	Análise Microestrutural.....	47
4.5.1	Microscopia Óptica.....	47
5.	CONCLUSÕES.....	54
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	56

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços ferramenta fazem parte do grupo de aços especiais de alta liga que são muito utilizados na indústria por possuírem características como elevada dureza, elevada resistência ao desgaste, elevada resistência mecânica entre outras características. Dentro dessa classe, têm-se os aços para trabalho a quente, que são utilizados em ferramentas de forjamento, matrizes e moldes de injeção, visto que são aços que mantêm suas propriedades mecânicas quando expostos a elevadas temperaturas e tensões acentuadas.

Com o objetivo de aumentar a vida útil das ferramentas e, assim diminuir os custos de fabricação, faz-se necessário buscar alternativas que alteram propriedades específicas do material para obter maior resistência em sua aplicação.

De acordo com Bayramoglua, Polat e Geren (2008), em um processo de forjamento do tipo matriz fechada, o custo da matriz está diretamente relacionado com a vida útil desta, que pode ser determinado conforme a quantidade de produtos produzidos com a mesma ferramenta. À vista disso, conforme Lavtar et al. (2011), as despesas com moldes de forjamento a quente podem variar de 8 e 15% do custo final do produto.

Diante disso, os tratamentos térmicos de têmpera e revenido são realizados para potencializar propriedades como dureza, resistência mecânica e resistência ao desgaste. De acordo com Soares (2006), como o aço ferramenta possui carbono e elementos de liga na forma de carbeto, é possível formar martensita de elevada estabilidade térmica, através de um resfriamento rápido após a austenitização, de forma a aprisionar carbono e elementos de liga na célula unitária, dando origem a célula tetragonal de corpo centrado. Conforme Fantinelli (2015), o revenido é realizado após a têmpera para aliviar as tensões na martensita e, alcançar uma maior quantidade de martensita através da transformação da austenita retida.

Para melhorar ainda mais as propriedades mecânicas e tribológicas dos aços ferramentas é possível utilizar tratamentos criogênicos em temperaturas próximas à do nitrogênio líquido com o objetivo de se obter um menor percentual de austenita retida e carbeto mais finos e uniformemente distribuídos, resultando em uma estrutura mais homogênea.

Segundo Podgornik (2015), o tratamento criogênico é classificado como um processo extra aos tratamentos térmicos convencionais, realizado após a têmpera ou, entre a têmpera e o revenido através do resfriamento do material em temperaturas próximas de  $-196^{\circ}\text{C}$  por até 40h com retorno até temperatura ambiente de forma controlada.

Como as ferramentas de trabalho a quente estão sujeitas a um desgaste acentuado, pode-se empregar também os tratamentos superficiais, os quais são utilizados para buscar um aumento de dureza na superfície do aço onde ocorre o desgaste. Neste sentido, segundo Sturla (2002), a nitretação a plasma é uma excelente alternativa devido ao potencial para aumentar a dureza e coeficiente de fricção dos aços melhorando assim, as propriedades tribológicas da ferramenta, além de respeitar o meio ambiente.

Um aspecto inovador do trabalho é o uso simultâneo da criogenia e da nitretação a plasma, processos que normalmente são empregados isoladamente nos aços ferramentas. Neste sentido, um dos aspectos a ser investigado é as melhores sequências de tratamentos térmicos a partir dos diferentes processos estudados.

### **1.1 Objetivos Geral**

Este trabalho tem como objetivo comparar o desempenho mecânico e tribológico de amostras de aço ferramenta H13 submetidas aos tratamentos térmicos de têmpera, revenido criogenia e nitretação a plasma combinados aos tratamentos convencionais de têmpera e revenido em relação ao aço submetido apenas a têmpera e revenido.

### **1.2 Objetivos Específicos**

- Avaliar a resistência ao desgaste e as propriedades mecânicas do aço H13 em amostras com criogenia e nitretação e amostras sem;
- Definir entre as rotas de tratamentos utilizadas, a que apresentou melhor desempenho;
- Avaliar a evolução da dureza e microdureza em cada tratamento realizado;
- Avaliar a microestrutura do aço AISI H13 após aplicação dos tratamentos térmicos, criogênicos e nitretação a plasma.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção, é apresentada a fundamentação teórica utilizada para a elaboração do trabalho com base na revisão bibliográfica de assuntos como: aços ferramenta de trabalho a quente, tratamentos térmicos e pesquisas sobre tratamento criogênico e nitretação a plasma.

### 2.1 Aços Ferramentas.

O aço é uma liga de Ferro-Carbono que apresenta teor de carbono que pode variar de 0,008% a 2,11%. Além do carbono, pode-se adicionar outros elementos de liga como cromo, vanádio, molibdênio e tungstênio, a fim de obter propriedades específicas conforme a aplicação desejada.

Os aços ferramentas são uma classe de aços de alta liga que são muito utilizados para a fabricação de ferramentas de corte, matrizes e moldes. Diante disso, conforme Fantinelli (2015), esse grupo de aços necessita apresentar características como elevada dureza, resistência ao desgaste, boa tenacidade, resistência mecânica, usinabilidade e temperabilidade, as quais são obtidas pela composição química e pelos tratamentos térmicos aplicados.

De acordo com Vielmo (2016) a classificação dos aços ferramenta é feita de acordo com a sua composição, aplicação e meio de resfriamento, e pode ser vista na Tabela 1.

Tabela 1: Classificação dos Aços Ferramenta

CLASSE	CARACTERÍSTICA
<b>W</b>	Temperáveis em água
<b>S</b>	Resistentes ao choque
Aços para fins especiais	
<b>L</b>	Baixa liga
<b>F</b>	Carbono-Tungstênio
<b>P</b>	Para moldes
Aços para trabalho a frio	
<b>O</b>	Temperáveis em óleo
<b>A</b>	Temperáveis ao ar
<b>D</b>	Alto carbono, alto cromo
Aços para trabalho a quente	
<b>H1 - H19</b>	Ao cromo
<b>H20 - H39</b>	Ao tungstênio
<b>H40 - H59</b>	Ao molibdênio
Aços rápidos	
<b>T</b>	Ao tungstênio
<b>M</b>	Ao molibdênio

Fonte: próprio autor.



### 2.1.2 Aço Ferramenta para Trabalho a Quente

Os aços ferramenta para trabalho a quente são empregados na fabricação de matrizes, moldes e punções, visto que possuem a capacidade de manter a resistência mecânica quando submetidos a longos períodos de trabalho em alta temperatura. De acordo com Froehlich (2003), essa classe de aços é utilizada quando as temperaturas de trabalho são superiores a 200°C em que envolvem processos de moldagem e conformação do metal a alta temperatura.

Conforme Mei e Silva (2010), esses aços necessitam das seguintes propriedades: resistência ao desgaste a altas temperaturas, resistência ao impacto, resistência à erosão, resistência à deformação no tratamento térmico, boa usinabilidade e resistência a trincas a quente.

De acordo com Gouvêa (2014), os aços ferramentas de trabalho a quente estão subdivididos em três subgrupos conforme o principal elemento de liga utilizado, sendo os mais usuais e comerciais os ligados ao Cromo (Cr), principalmente H11, H12 e H13. Segundo Mei e Silva (2010), os aços para trabalho a quente ligados ao cromo geralmente possuem 5% de cromo, bem como outros elementos de liga como silício, molibdênio e vanádio em quantidades menores.

Conforme Young (1979) um dos aços mais utilizados do grupo H é o AISI H13, o qual é empregado na confecção de moldes de injeção e extrusão de metais a quente, assim como para a conformação a quente, compreendendo mais de 90% das matrizes para fundição, visto que possui médio teor de carbono e concentração elevada de cromo e outros elementos de liga em sua composição que proporcionam bom desempenho nestas condições.

De acordo com Krauss, (2005); a concentração elevada de cromo e outros elementos de liga, bem como o teor de carbono médio faz com que o aço H13 apresente boa tenacidade e alta dureza mesmo em condições de trabalho a alta temperatura até 600°C. Além disso, essa boa resistência em altas temperaturas é obtida através do controle dos parâmetros dos tratamentos térmicos, os quais definem a microestrutura final do aço.

Segundo Roberts; Krauss; Kennedy, (1998) o teor médio de carbono presente no aço AISI H13 confere uma dureza que varia de 38 a 53 HRC combinando resistência ao desgaste com tenacidade. A presença do cromo possibilita uma maior temperabilidade ao aço e resistência à oxidação. O molibdênio ajuda o aço a manter a dureza em elevadas temperaturas de trabalho e evita a fragilização quando exposto por período muito longo à essa condição de trabalho. Já o vanádio ajuda refinar o grão austenítico, aumentando a tenacidade do aço. (BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991).

A composição química do aço AISI H13 pode ser verificada na tabela 2.

Tabela 2: Composição química aço AISI H13.

	C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S
Mínimo	0,32	0,2	0,8	4,75	1,1	0,8		
Máximo	0,45	0,6	1,25	5,5	1,75	1,25	0,03	0,03

Fonte: ASTM A681 – 08 (2008)

## 2.2 Tratamentos Térmicos

De acordo com Chiaverini (1986) os tratamentos térmicos são um conjunto de operações controladas de aquecimento e resfriamento do material que visam alterar a microestrutura dos aços para obter melhores propriedades mecânicas e tribológicas. Entretanto, para cada classe de aço ferramenta os parâmetros de tratamentos térmicos variam em função da composição e da aplicação.

Como os aços para trabalho a quente são utilizados para fabricar ferramentas, matrizes e moldes, sempre estão sujeitos às tensões térmicas e mecânicas. Diante disso, as principais propriedades para o componente suportar as condições severas de trabalho segundo Young (1979) são: estrutura uniforme, boa usinabilidade, boa temperabilidade, estabilidade dimensional no tratamento térmico, boa tenacidade, resistência ao desgaste e resistência a trincas, as quais são obtidas com a realização de um conjunto de tratamentos térmicos.

### 2.2.1 Têmpera

O tratamento térmico de têmpera consiste em aquecer o aço até a temperatura de austenitização e resfriá-lo rapidamente em óleo, ar ou banho de sais. A têmpera tem o objetivo de endurecer o material obtendo martensita a partir do resfriamento brusco. O procedimento é realizado a partir de um resfriamento brusco para evitar que ocorra uma transformação da fase perlítica ou a formação de bainita, o que faria perder sua estrutura metaestável martensítica e consequentemente suas propriedades (ZUPPO, 2011)

De acordo com Parcianello (2016), quando o material chega próximo da temperatura de austenitização, aproximadamente 850°C, ocorre a transformação de fases, em que a austenita se transforma em martensita. De acordo com Leonardi (2019) a temperatura de austenitização é um parâmetro muito importante para os tratamentos térmicos, visto que está ligada diretamente à transformação da austenita em martensita. No processo de austenitização dos aços evita-se o crescimento de grão, visto que fragilizaria a martensita e facilitaria o surgimento de trincas. Diante disso, para os aços ferramentas está temperatura elevada, em torno de 1030°C,

tem o objetivo de romper a ligação entre os elementos de liga para facilitar a dissolução dos carbeto de cromo e molibdênio presentes nos contornos de grãos e assim, garantir um tamanho de grão pequeno da martensita após o resfriamento. Desse modo, o tratamento térmico de têmpera confere ao aço propriedades como elevada dureza, grande fragilidade e aumento da resistência a tração.

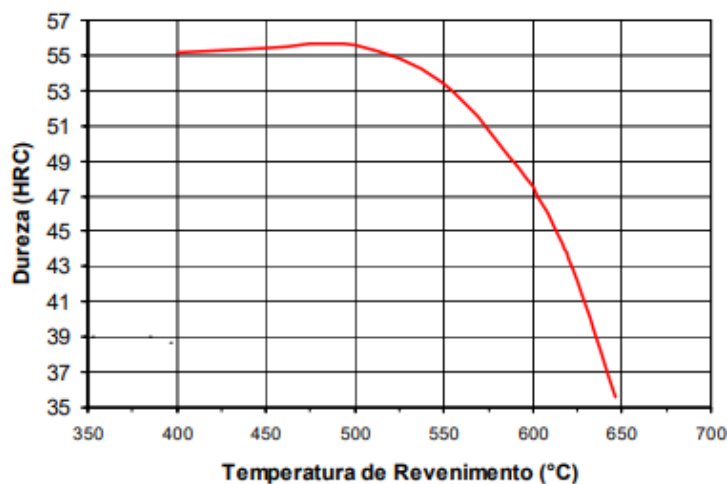
### 2.2.2 Revenido

O tratamento térmico de têmpera eleva a dureza do material, entretanto, sua estrutura é fragilizada devido as tensões que são criadas. Sendo assim, aplica-se o tratamento térmico de revenimento com o objetivo recuperar uma parte da tenacidade, aliviando as tensões sem comprometer a dureza do metal, conforme Ruchert (2019).

Segundo Chiaverini (2003), o revenido consiste em aquecer o material até a temperatura abaixo de sua linha crítica de forma que não ocorra a austenitização. De acordo com Speich; Leslie (1972), o revenimento envolve segregação de carbono para os defeitos da rede e a precipitação de carbonetos, transformação da austenita retida em martensita, recuperação e recristalização da estrutura martensítica.

A curva do revenimento do aço H13 pode ser verificada na Figura 1, em que apresenta um pico de dureza próximo da temperatura de 500 °C, o qual é conhecido como endurecimento secundário, conforme Gouvêa (2014). O principal elemento responsável pelo endurecimento secundário é o vanádio que precipita na forma de carbonetos de vanádio do tipo MC<sup>1</sup>, onde a letra M representa coletivamente todos os tipos de átomos de metais (THELNING, 1984).

Figura 1: Curva de revenimento aço H13.



Fonte: Catálogo Villares Metals (2006, pg 2).

O aço H13 necessita de dois revenimentos, visto que no primeiro ocorre a precipitação de carbonetos secundários e no segundo ocorre a transformação da martensita transformada no primeiro revenido em martensita revenida. Pode-se ainda realizar um terceiro revenido para obter maior ductilidade e tenacidade no material (VALES, 2010). A aplicação do duplo revenido nos aços para trabalho a quente ao cromo busca obter uma dureza entre 44 e 53 HRC. Para ferramentas em que sua aplicação está sujeita a choques extremos, a dureza deve ser entre 40 e 44 HRC, conforme Gouvêa (2014).

### 2.2.3 Criogenia

A criogenia é um método inovador que surgiu para potencializar as propriedades mecânicas dos aços. De acordo com Fantineli (2015), a criogenia pode ser definida como um resfriamento de material em temperaturas muito baixas, entre  $-80^{\circ}\text{C}$  e  $-196^{\circ}\text{C}$  por um determinado período e após, elevar a temperatura até a temperatura ambiente. Ainda de acordo com o autor, a técnica de imersão direta em nitrogênio líquido já foi muito utilizada, visto que é um método simples que não possui umidade e que o material chega na temperatura desejada de  $-196^{\circ}\text{C}$ . Entretanto, esse método apresenta elevada taxa de resfriamento que ocasiona a fragilização dos materiais devido ao choque térmico. Diante disso, foram avaliados outros métodos para obter uma taxa de resfriamento mais controlada de modo a evitar choques térmicos e conseqüentemente a fragilização dos materiais. Desse modo, pode-se utilizar o método da imersão indireta, no qual as peças são posicionadas dentro de uma câmara e mergulhadas de forma gradual utilizando um sistema com regulagem de altura. Neste método, a câmara que comporta as peças é confeccionada com materiais específicos para obter um gradiente de temperatura.

O tratamento criogênico é separado em dois grupos, sendo eles o tratamento sub-zero e tratamento criogênico profundo, os quais são diferenciados conforme a temperatura mínima atingida. No tratamento sub-zero, os aços são submetidos a temperaturas próximas a  $-80^{\circ}\text{C}$  por um período utilizando gelo seco, por exemplo, e após o material é aquecido até a temperatura ambiente, conforme Barron (1982) e Bailey (1971). Conforme Fantineli (2015), a utilização deste tratamento era bastante expressiva antes da década de 60, visto que era difícil conseguir atingir temperatura menores e os equipamentos não possuíam um controle preciso de temperatura. De acordo com Collins (1996), este tratamento é indicado para aços em que sua aplicação necessita de estabilização dimensional, visto que auxilia nas transformações cristalográficas da austenita retida em martensita.

O tratamento criogênico consiste na utilização de temperaturas próximas à do nitrogênio líquido (-196 °C), com o objetivo de obter propriedades como aumento de dureza, resistência ao desgaste e tenacidade (MOREIRA *et al* 2009).

No Tratamento Criogênico Profundo (DCT) o material é resfriado até a temperatura do nitrogênio líquido a uma taxa muito baixa, normalmente próxima a -196°C, o qual é mantido nessa temperatura por um determinado período, geralmente 24h, e após, é reaquecido de forma lenta e controlada até a temperatura ambiente, a fim de evitar mudanças bruscas na temperatura que possam provocar surgimento de trincas e tensões internas.

De acordo com Baldissera (2008), o tratamento criogênico é realizado com um resfriamento gradual do material até a temperatura definida, mantendo-o por um tempo de permanência com o intuito de obter características como, transformação completa da austenita retida em martensita, precipitação de carbeto dispersos finos e remoção de tensões residuais.

A criogenia é um tratamento extra realizado para complementar os tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenido, com o objetivo de transformar a austenita retida em martensita melhorando assim, as propriedades mecânicas e tribológicas dos aços. Segundo Mohan Lal *et al.* (2001), o DCT é um tratamento com custo relativamente baixo que diferente dos revestimentos, afeta todas as partes do material, ou seja, altera a microestrutura global do aço.

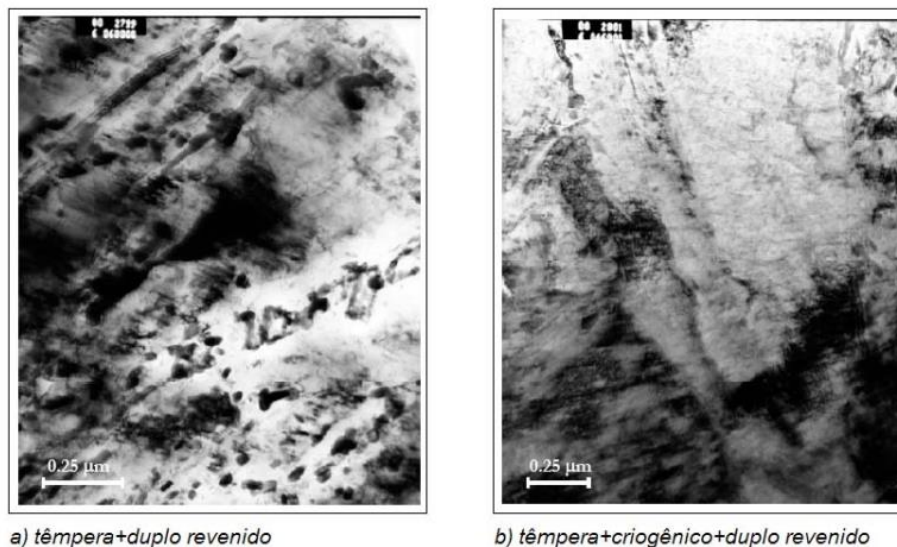
Conforme Huang (2003), o DCT facilita a formação de carbeto, bem como promove uma distribuição mais homogênea destes carbeto, que pode influenciar no aumento da resistência ao desgaste. De acordo com Tier (1998), a maior resistência ao desgaste abrasivo é obtida com estrutura martensítica com carbeto finamente distribuídos e uma quantidade pequena de austenita residual.

Em seus estudos, Da Silva *et al.* (2006) utilizaram difração por raios X para verificar a porcentagem da austenita retida em suas amostras. Diante disso, pode-se verificar que as amostras não tratadas com DCT apresentaram um volume de 25% de austenita retida, enquanto as amostras tratadas com DCT o volume ficou próximo de 0%.

De acordo com Fantineli (2015), os melhores resultados de resistência ao desgaste e na tenacidade foram obtidos quando o tratamento criogênico foi realizado entre a têmpera e os revenidos. Em seus estudos, Vales (2010) afirmou que o tratamento criogênico realizado no aço AISI H13 em conjunto com os tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenido aumentou a tenacidade em 12% e 7% a resistência ao desgaste.

A figura 2 apresenta a microestrutura do aço H13 após o processo de revenimento.

Figura 2: Microestrutura do aço AISI H13 observada em microscopia eletrônica de transmissão: a) têmpera e duplo revenido; b) têmpera + criogenia + duplo revenido.



Fonte: PELLIZZAR, M.; MOLINARI, A.; GIALANELLA, S.; STRAFFELINI, G, (2001).

Conforme a figura 2a, após os tratamentos convencionais de têmpera e revenido a matriz apresenta-se rica em precipitados secundário ( $Fe_3C$ ) de tamanho um pouco grosseiro, e que a precipitação tende ao contorno das placas martensíticas que pode formar um filme contínuo de cementita. Na microestrutura com tratamento criogênico entre a têmpera e o revenido (figura 2b), os filmes de cementita ainda estão presentes, entretanto, em quantidade e espessura menores, apresentando uma microestrutura mais homogênea.

Os parâmetros para realizar o DCT como taxa de resfriamento e tempo de imersão foram estudados a fim de obter os melhores resultados para o material. Diante disso, conforme estudos realizados por Diekman (2013), a taxa de resfriamento deve estar entre  $0,25^\circ C/min$  e  $0,5^\circ C/min$  enquanto para Firouzdor, Nejati e Khomamizadeh (2008), a taxa deve ser em torno de  $0,5^\circ C/min$ .

Em seus estudos, Özbek *et al.* (2014) investigou os efeitos de diferentes tempos de encharque no tratamento criogênico, sendo 12, 24, 36, 48 e 60 horas, e observou que para o tempo de 24 horas, o material obteve melhor resistência ao desgaste e maiores valores de microdureza. Além disso, o autor ainda constatou que a microdureza aumento com o aumento do tempo de encharque de 24h, após esse tempo começa a diminuir.

Desse modo, o tratamento criogênico apresenta vantagem em relação aos tratamentos superficiais pelo fato de modificar toda a microestrutura do aço e não só apenas a camada superficial. Além disso, sua utilização vem crescendo pelo fato de melhorar a dureza, tenacidade, resistência ao desgaste, bem como a estabilidade dimensional do aço.

### 2.2.3 Nitretação a Plasma

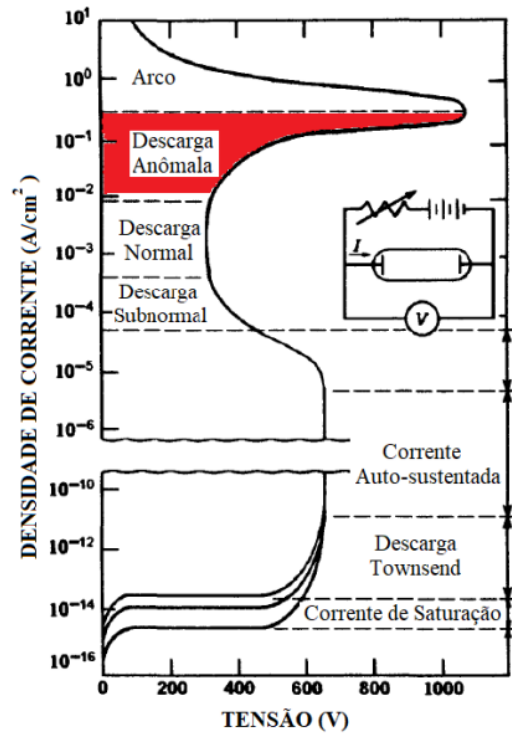
A nitretação é um tratamento superficial que busca o endurecimento superficial e que não causa distorções para as peças fabricadas em aço. De acordo com Tier (1998), com os materiais temperados e revenidos corretamente, pode-se obter elevada dureza superficial e um núcleo tenaz, melhorando assim, a resistência à fadiga e as características tribológicas. Conforme Nucci (2022), a nitretação é um método em que ocorre a difusão de nitrogênio, na forma atômica, da superfície para o núcleo das peças, geralmente em temperaturas inferiores a 590 °C. Para ligas ferrosas o processo é classificado como um tratamento termoquímico ferrítico, pois é realizado em temperaturas inferiores a 590°C, a temperatura eutetóide do sistema Fe-N (BELL, REES KOROTCHENKO, 1977). Conforme Tier (1998), a austenita não é formada e assim, evita-se distorções resultantes do aumento de volume em virtude da mudança de fase do substrato. O nitrogênio atômico reage com os elementos de liga contidos nos aços formando nitretos de elevada dureza e resistência ao desgaste (KRAUSS, 2005).

A nitretação a plasma é um método de tratamento superficial em que o material a ser tratado é colocado em uma câmara contendo gás, geralmente N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>, hermeticamente fechada a baixa pressão 100 a 1000 Pa. Aplica-se então uma diferença de potencial entre dois eletrodos sendo eles, cátodo e ânodo. Conforme Pinedo (2000) o cátodo atua como a parede do reator e o ânodo atua como a peça a ser nitretada. Segundo Tier (1998), através da aplicação de um campo elétrico, esse gás é ionizado formando um estado plasmático composto por íons, elétrons e átomos neutros. Os íons positivos no plasma são acelerados pelo campo elétrico em direção a peça, se chocam com sua superfície com elevada energia cinética, provocando assim, o aquecimento que possibilita a difusão do nitrogênio. O bombardeio iônico com uma densidade de corrente da ordem de 0,5 a 3mA/cm<sup>2</sup> produz aquecimento no componente garantindo a difusão do nitrogênio (JONES *et al.*, 1975).

De acordo com Thelning (1984), a difusão do nitrogênio à presença de ferro e outros elementos de liga, forma nitretos que alteram propriedades mecânicas e físicas da superfície do material. Conforme Tier (1998), com o sistema de controle de potência, a temperatura de tratamento é mantida constante na faixa de 400 a 550°C. Atualmente, a maioria dos reatores de nitretação a plasma emprega corrente contínua de arco pulsado para gerar o plasma (PYE, 2003) e evitar a formação de arco elétrico.

A figura 3, apresenta uma curva com regimes de descarga. Na região de descarga anômala ocorre a nitretação a plasma e outros processos termoquímicos como: deposição de filmes finos, oxidação, carbonetação, entre outros, (MUÑOZ RIOFANA 1997).

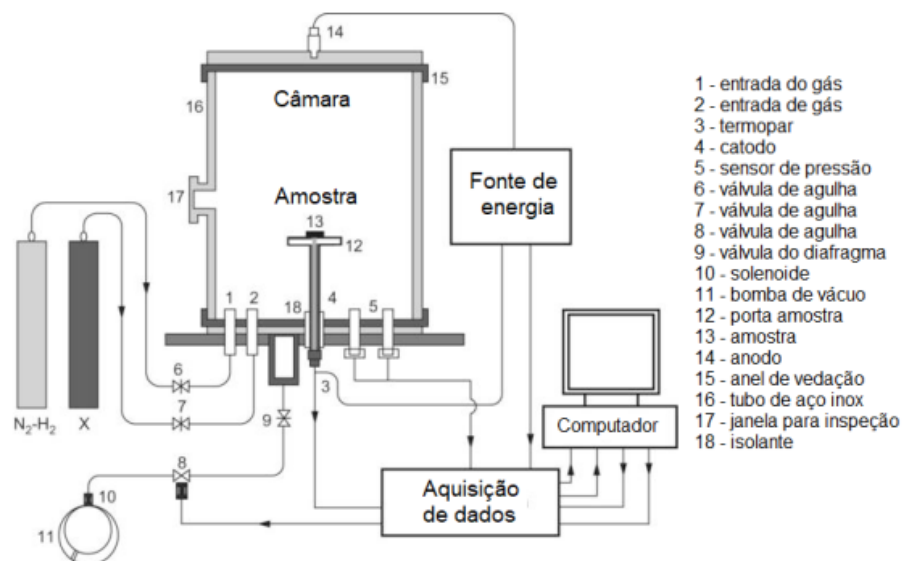
Figura 3: Curva da tensão x corrente para diferentes regimes de descarga.



Fonte: adaptado de Nasser (1971)

Uma característica do plasma é que seu efeito é uniforme em toda a superfície da peça, que afeta poucos milímetros da superfície e pode penetrar em imperfeições na peça, como furos. Na figura 4, tem-se a representação dos principais componentes de um reator de nitretação a plasma.

Figura 4: Representação dos principais componentes de um reator de nitretação a plasma.



Fonte: CASTELETTI, NETO E TOTTEN (2014)



O processo de nitretação a plasma confere ao metal uma alta dureza superficial, alta resistência ao desgaste, alta resistência à fadiga por flexão alternada, boas propriedades de deslizamento e alta precisão dimensional (STURLA, 2002). Ainda segundo Sturla (2002) para definir a temperatura do tratamento de nitretação a plasma deve-se levar em consideração a temperatura do revenido aplicada, visto que se recomenda que seja em torno de 30°C abaixo da temperatura do revenido.

Em seus estudos, Gonçalves (2012), analisou três tipos de aços ferramentas, AISI H13, AISI H11 e AISI H10 utilizando três temperaturas diferente (480, 520, e 580°C), três tempos diferentes de nitretação a plasma (3h30, 6h e 8h30) e três composições de atmosfera. Diante desse estudo, a autora observou que quanto maior o tempo, ou a temperatura, ou a concentração de nitrogênio na atmosfera gasosa de nitretação, maior é a profundidade da camada nitretada. Outro ponto observado foi que a máxima tensão residual de compressão ocorre próximo do final da camada nitretada. Por outro lado, se a temperatura de nitretação for baixa, a máxima tensão residual ocorre próximo à superfície, além de formar uma camada de composto.

De acordo com Alves (2001), a nitretação a plasma apresenta algumas vantagens em relação aos processos convencionais de nitretação, sendo elas:

- Baixa temperatura de tratamento, em que ocorre entre 320 e 550 °C.
- Controle da camada, a qual pode ser controlada através das variáveis do processo, como, tempo de tratamento, quantidade de nitrogênio presente no volume do gás e temperatura de tratamento.
- Tempo de tratamento inferior aos processos de nitretação convencionais, que se deve à transferência mais efetiva de nitrogênio do plasma para a superfície do metal e à presença de outras espécies ativas no plasma
- Uniformidade na espessura da camada
- Nitretação de partes da peça, ou seja, as partes da peça que não se pretende tratar podem ser isoladas.
- Mais economia de energia em comparação com os processos convencionais, visto que trabalha em baixa pressão e fluxo de gás muito baixo (<25 sccm).

### **2.3 Estudos Correlatos**

Existem vários trabalhos na linha dos tratamentos criogênicos e nitretação a plasma no aço H13. Gecu (2022), apresentou os efeitos do tratamento criogênico e revenido nas

características microestruturais e tribológicas do aço AISI H13. Neste trabalho as amostras foram submetidas ao tratamento criogênico sub-zero e ao tratamento criogênico profundo (DCT), em que foi realizado revenido simples em um grupo de amostras e revenido duplo em outro. Diante disso, pode-se observar que as amostras com DCT realizado a  $-196^{\circ}\text{C}$  aumentaram a dureza aumentando a quantidade de martensita. Por outro lado, o revenimento reduziu a dureza devido ao alívio de tensões. Além disso, após o revenido ocorreu a precipitação de carbonetos e alguns retidos de austenita transformaram novamente. Verificou-se, também, que as amostras tratadas com criogenia e revenido apresentaram melhores resultados de resistência ao desgaste devido ao aumento de carbonetos e distribuição mais fina.

Em seus estudos, Lópes *et al.* (2023), analisou a influência dos tratamentos criogênicos antes do tratamento de pré-revenimento, na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço ferramenta H13. Esse aço foi submetido ao tratamento criogênico sub-zero em temperatura de  $-80^{\circ}\text{C}$  por um período de 24h e pelo tratamento criogênico profundo (DCT) em temperatura de  $-185^{\circ}\text{C}$  por um período de 24h entre os processos de endurecimento e pré-revenimento a  $650^{\circ}\text{C}$  por 15 minutos. Em paralelo a isso, algumas amostras do aço foram submetidas apenas aos tratamentos de têmpera e pré-revenido. Após a conclusão dos tratamentos, pode-se verificar que após a têmpera o aço H13 apresentou a formação de cristais finos de martensita em forma de ripa, enquanto o pré revenido posterior formou uma microestrutura de martensita com ripas mais largas que o estado temperado. Já os tratamentos sub-zero e DCT auxiliaram na transformação da martensita, bem como o refinamento das ripas de martensita e a precipitação de carbonetos grandes e finos dispersos. Além disso, as amostras tratadas criogenicamente apresentaram melhoras na dureza e aumento na resistência ao desgaste entre 17 e 25% em comparação com as amostras expostas apenas ao tratamento de pré-revenido.

Shinde (2019), avaliou em seus estudos a influência do tamanho das partículas de carboneto no desgaste do aço H13 tratado criogenicamente. Nesse trabalho, a têmpera foi realizada a  $1020^{\circ}\text{C}$ , em óleo, seguido de duplo revenido a  $520^{\circ}\text{C}$  por duas horas. Logo após, as amostras foram submetidas ao tratamento criogênico na temperatura de  $-185^{\circ}\text{C}$ , variando os tempos de encharque, sendo eles 8, 12, 16, 20, 24 e 32 horas com taxa de resfriamento de  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Após a criogenia e as amostras atingirem a temperatura ambiente, elas foram aquecidas suavemente a  $100^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora para aliviar as tensões geradas durante o tratamento.

Com isso, o autor pode verificar que na microestrutura das amostras com criogenia realizadas até 16h ocorreu um aumento da precipitação de carbonetos, e após esse tempo essa

precipitação diminui. Durante a criogenia o material está sob ação de tensões residuais compressivas devido ao choque térmico e a transformação da austenita retida em martensita. Diante disso, a tensão residual compressiva atua como uma força motriz para a precipitação de carbonetos finos. O tratamento de aquecimento após a criogenia aumenta a precipitação de carbonetos finos com distribuição mais homogênea na matriz da martensita temperada. Além disso, o tamanho médio das partículas de carbonetos aumenta e a dureza diminui para períodos maiores de 16 horas de criogenia. Dessa forma, o autor conclui que o tamanho das partículas de carboneto controla a taxa de desgaste até o período de 16 horas de criogenia que é atribuído ao aumento da dureza e densidade do carboneto. Com isso, o aumento da dureza e os carbonetos de menor tamanho impedem o fluxo de material, reduzindo o desgaste em quase 50% quando comparado com amostras tratadas com tratamentos térmicos convencionais.

Em seus estudos sobre nitretação a plasma, Fernandes (2020) avaliou o desgaste e a corrosão do aço H13. O aço foi austenizado a 1050° por um período de 2h e resfriado em óleo. Logo após realizou-se o revenido a 590°C por um período de 2 horas e assim, nitretado na condição revenida em três diferentes temperaturas (450, 550 e 650°C) e pressões por 5 horas. A nitretação a plasma no aço H13 temperado causa mudanças significativas na microestrutura e nas propriedades de desgaste e corrosão. Na temperatura de 450°C a nitretação produz uma zona de difusão, enquanto a 550 e 650°C produzem uma camada superior de composto na superfície. Pode-se verificar, também, que quanto maior a temperatura de nitretação, menor é a dureza superficial do material. Com a difração de raios X se observou que o aumento da temperatura de tratamento causa a diminuição na quantidade de  $\epsilon$ -nitreto, bem como um aumento no sinal de fase  $\gamma'$ -nitreto, CrN e  $\alpha$ -Fe. Além disso, o aumento da temperatura de nitretação causa um aumento da resistência ao desgaste e resulta uma redução na adesão nas faixas de desgaste. Em relação à corrosão a nitretação nas temperaturas de 450 e 550°C proporciona maior passividade, maiores potenciais de corrosão e menores densidades de corrente de corrosão, quando comparado com aços que possuem apenas têmpera.

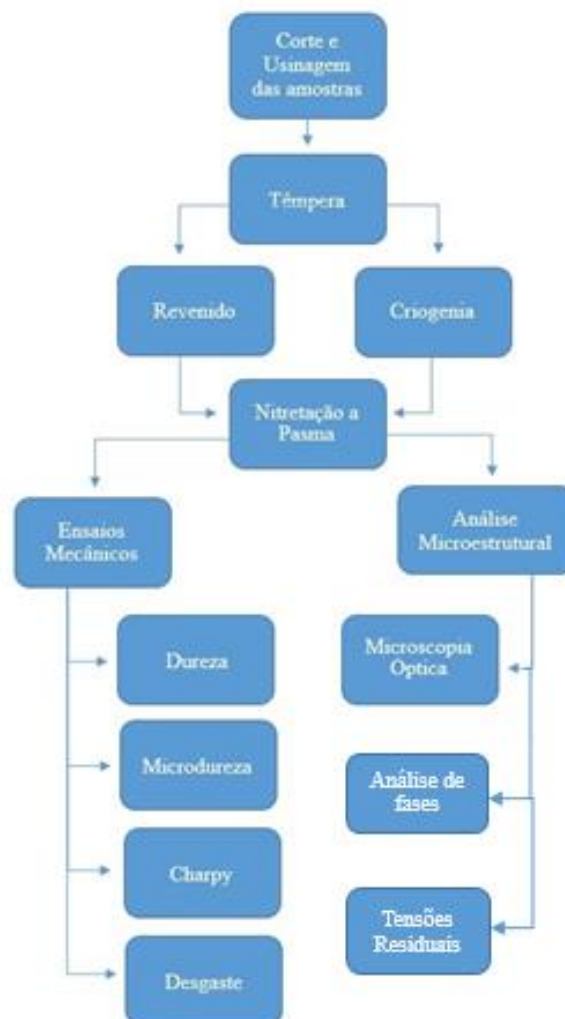
Peng (2022) avaliou o desempenho tribológico do aço ferramenta H13 nitretado a plasma em elevadas temperaturas. Em seus resultados pode-se verificar que a camada nitretada é composta pelas fases  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, em que aumentou a dureza do substrato em 111%. A amostra nitretada a plasma em temperatura de 800°C apresenta uma redução de atrito superior e resistência ao desgaste. O mecanismo de desgaste é o oxidativo, o qual contribui para a camada protetora resistente ao desgaste.

### 3. METODOLOGIA

Nesta seção são apresentados os procedimentos realizados para elaboração do trabalho. A metodologia utilizada para realização do trabalho foi pesquisa experimental, visto que segundo GIL (2008), caracteriza-se quando é determinado um objeto de estudo, identificando as variáveis que são capazes de influenciá-lo e definindo maneiras de controle e de análise dos efeitos que as variáveis produzem no objeto de estudo.

A figura 5 apresenta o fluxograma das etapas de realização do trabalho.

Figura 5: Procedimentos realizados para elaboração deste trabalho

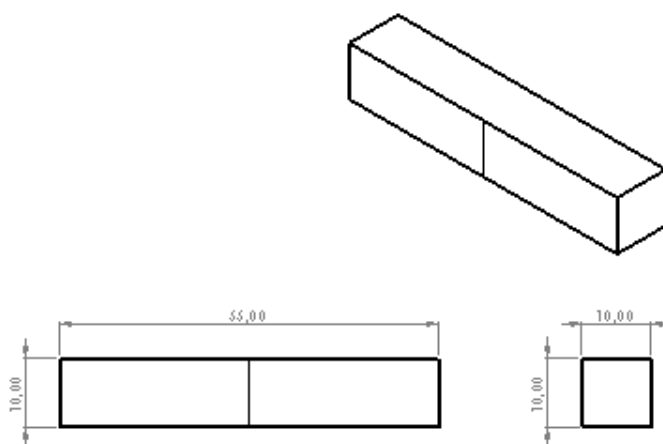


Fonte: Próprio autor.

### 3.1. Preparação das Amostras

Foram usinadas 27 amostras para as dimensões finais de 55 mm de comprimento e seção transversal de 10 x 10 mm a partir de uma barra de aço AISI H13 de seção circular de 5/8" polegadas conforme a Norma ABNT NBR ISO 148-1:2013, padrão para o ensaio de impacto Charpy. Após finalizar os ciclos de tratamentos nas amostras, realizou-se um risco com ferramenta de cortar vidro na superfície nitretada de todas as amostras, conforme a figura 6.

Figura 6: Dimensões corpo de prova conforme ABNT NBR ISO 148-1:2013 .



Fonte: próprio autor.

### 3.1. Tratamentos Térmicos das Amostras

A tabela 3 apresenta as rotas de tratamentos escolhidas para elaboração deste trabalho

Tabela 3: Rotas de tratamentos realizados.

ROTA	TRATAMENTOS REALIZADOS
T/2R	Têmpera + Duplo Revenido
T/DCT/2R/N	Têmpera + Criogenia + Duplo Revenido + Nitretação
T/R/DCT/N/R	Têmpera + Revenido + Criogenia + Nitretação + Revenido
T/R/DCT/R/N	Têmpera + Revenido + Criogenia + Revenido + Nitretação
T/DCT/N/2R	Têmpera + Criogenia + Nitretação + Duplo Revenido

Fonte: Próprio autor.

### 3.1.1. Têmpera e Revenido

O próximo passo foi realizar os tratamentos térmicos de têmpera e revenido, os quais foram realizados no laboratório da UNIPAMPA – Campus Alegrete em um forno da marca INTI, modelo QR 100-3, conforme a figura 7. Para a realização da têmpera, utilizou-se temperatura de austenitização de 1030°C com tempo de encharque de 7 minutos e resfriamento em óleo. Após a têmpera realizou-se o tratamento de revenimento duplo e simples em algumas rotas, sendo utilizado temperatura de 500°C com tempo de 2 horas cada e resfriamento ao ar.

Figura 7: Forno utilizado para têmpera e revenido



Fonte: Próprio autor.

### 3.1.2. Tratamento Criogênico

A próxima etapa foi submeter as amostras ao tratamento criogênico, o qual foi realizado no Laboratório de Metalografia da Unipampa – Campus Alegrete. Este tratamento foi realizado através da imersão de um protótipo de cápsula de PVC e poliuretano em um tanque de nitrogênio líquido, conforme a figura 8. As amostras submetidas ao tratamento criogênico foram inseridas dentro da cápsula, com o objetivo de obter uma taxa de resfriamento mais lenta. A taxa de resfriamento utilizada foi 0,5°C/min e a temperatura da criogenia foi -180°C por 24 horas. Após esse período a cápsula foi lentamente removida do tanque de nitrogênio líquido até a temperatura ambiente respeitando a taxa de 0,5°C/min.

Figura 8: Equipamento utilizado para realização da criogenia



Fonte: Próprio autor.

### 3.1.3 . Nitretação a Plasma

A nitretação a plasma foi realizada no laboratório da UFRGS utilizando o equipamento ilustrado na figura 9. A nitretação foi feita em duas corridas com 10 amostras cada e primeiramente, fez-se a evacuação da câmara até a pressão de 0,0044 mbar e logo após ocorreu a injeção da mistura gasosa de 200 sccm de H<sub>2</sub> e Ar para aquecimento e sputtering a 1 mbar. Feito isso, acionou-se a fonte de potência que desencadeou a descarga de plasma com aumento de tensão e pressão gradual até chegar nos parâmetros de 400°C e 3 mbar. A etapa de sputtering ocorreu durante 20 minutos nestas condições. Na sequência realizou-se a troca dos gases para a mistura de tratamento de 80 sccm de N<sub>2</sub>, 320 sccm de H<sub>2</sub> em 3 mbar. A mistura gasosa foi mantida em fluxo na câmara na pressão de 3 mbar e a potência elétrica foi ajustada gradualmente até chegar na temperatura de tratamento de 440°C, permanecendo por 90 minutos com a temperatura estável. Finalmente, as amostras resfriaram em vácuo.

Figura 9: Câmara utilizada para nitretação a plasma.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2 Ensaios Mecânicos

Os ensaios mecânicos realizados foram dureza, microdureza, ensaio de impacto Charpy e desgaste, realizados na Unipampa – Campus Alegrete, exceto o ensaio de impacto Charpy, o qual foi feito na URI – Campus Santo Ângelo. As medições de dureza HRC foram realizadas após cada tratamento térmico com cinco medições em cada etapa, utilizando um durômetro da marca Beijing TIME High Technology, modelo TH500, conforme figura 10.

Figura 10: Imagem do Durômetro utilizado no Trabalho

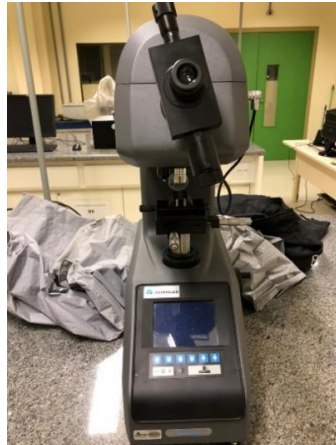


Fonte: Próprio autor.

Similar ao ensaio de dureza, o ensaio de microdureza foi realizado em cada etapa dos tratamentos térmicos feitos nos corpos de prova para todas as rotas. A figura 11 apresenta o equipamento utilizado para medir a microdureza, o qual foi um microdurômetro da marca Buehler, modelo Micromet 6010, utilizando pré-carga de 500 gramas e escala Vickers



Figura 11: Imagem do Microdurômetro utilizado no trabalho



Fonte: Próprio autor.

O ensaio Charpy foi realizado para avaliar a tenacidade das amostras que foram usinadas para dimensões 10x10 mm x 55 mm de comprimento. O equipamento utilizado no ensaio foi o RMU Testing Equipment com martelo de 300J, conforme a Figura 12.

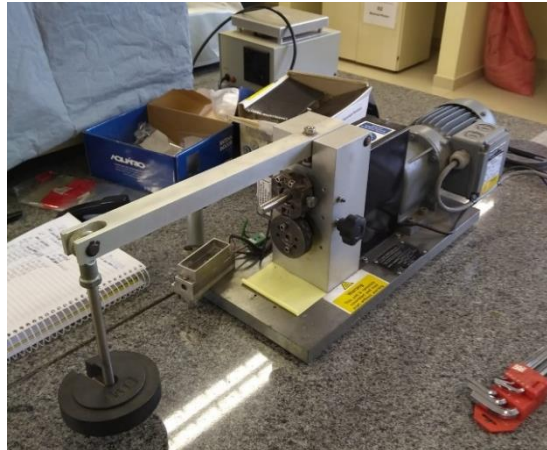
Figura 12: Equipamento para ensaio de Impacto Charpy utilizado no trabalho.



Fonte: Próprio autor.

O ensaio de desgaste foi realizado no laboratório de metalografia da Unipampa, Campus Alegrete utilizando o equipamento Phoenix Tribology, modelo TE 53 SLIM (fig. 13). Nesse ensaio se utiliza o princípio do bloco sobre o anel, que consiste em posicionar a amostra sobre um disco em que é fixado a lixa. Na extremidade da haste do equipamento, se adiciona uma massa de modo a aplicar a força na amostra.

Figura 13: Equipamento para ensaio de desgaste utilizado no trabalho



Fonte: Próprio autor.

Para a realização do ensaio, as amostras foram cortadas no comprimento de 12,7 mm. Optou-se em fazer o desgaste tanto na superfície nitretada, quanto na superfície sem nitretação, variando apenas os ciclos. Os parâmetros utilizados para realizar o desgaste na camada nitretada da amostra foram: disco com diâmetro de 60 mm com face de contato revestida com lixa de granulometria de 320 grãos/pol<sup>2</sup>, rotação de 50 rpm, carga de 1kg e número de ciclos igual a 100. Nas outras três faces em que não havia nitretação, variou-se apenas os ciclos, sendo eles: 100, 200 e 300 ciclos.

Para determinar a perda de massa das amostras, utilizou-se uma balança de precisão da marca Marte modelo AY 220 (fig 14), com resolução de 0,001g, verificando a massa das amostras antes e após o ensaio e assim, utilizando a Equação 1 pode-se avaliar o desgaste das amostras.

$$\text{Perda de Massa} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

Onde:

$m_i$  = massa inicial

$m_f$  = massa final

Figura 14: Balança de precisão utilizada no trabalho



Fonte: Próprio autor.

### 3.3 Análise Microestrutural

Para analisar a microestrutura do aço AISI H13 adotado no trabalho, foi utilizado a microscopia óptica (MO).

#### 3.3.1 Microscopia óptica

Através da análise da microscopia óptica, pode-se avaliar a microestrutura do aço H13 submetido aos tratamentos térmicos convencionais combinados com a criogenia e nitretação a plasma. Para realizar essa análise as amostras foram cortadas e embutidas em baquelite e após, passou pelo processo de lixamento com lixas de granulometria: 120, 220, 320, 400, 600, 1200, 2000, 2500 grãos/pol<sup>2</sup> e polido em pasta diamantada de 9 $\mu$ m e 3 $\mu$ m. O próximo passo foi realizar o ataque químico utilizando Nital 3% por um período de 30 segundos. A análise da microestrutura foi realizada no microscópio óptico da marca Kontrol modelo IM713.

### 3.4 Tensões Residuais

Para verificar as tensões residuais presentes nas amostras, utilizou-se o método de difração de raios X em que o modo de inclinação é lateral (tensão transversal) e o cálculo de tensões é feito a partir do método  $sen^2\psi$ . O ensaio foi realizado no laboratório da UFRGS

utilizando o equipamento de medição GE – Seifert Charon XRD M – Research Edition, conforme figura 15.

Figura 15 Equipamento para medição de tensões residuais



Fonte: próprio autor

Os parâmetros utilizados no procedimento experimental foram:

- Elemento do tubo de raios-X: Cr
- Comprimento de onda  $k\text{-}\alpha$ : 2,2897 Å
- Tensão no tubo: 30 kV
- Corrente: 30 mA
- Detector: Meteor 1D
- Ângulos PSI utilizados:  $-60^\circ$  até  $60^\circ$ , Chi ( $\psi$ ) = 11 passos.
- Tempo de escaneamento: 5 segundos
- Passo:  $0,2^\circ$
- Colimador: 2mm
- Pico de difração utilizado:  $\alpha\text{-Fe}$ :  $\{2\ 1\ 1\}$   $\{h\ k\ l\}$  2-Ângulo teta [ $156,08^\circ$ ]
- Variação do ângulo de difração: [ $147^\circ$  - $166^\circ$ ]
- $1/2S_2$ :  $5.810 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$
- $-S_1$ :  $1.270 \cdot 10^{-6} \text{ Mpa}^{-1}$
- Módulo de Young:  $220.264 \cdot 10^3 \text{ MPa}$
- Coeficiente de Poisson: 0,280

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção, será discutido e apresentado os resultados obtidos a partir dos ensaios mecânicos e a análise microestrutural.

##### 4.1. Ensaio de Dureza

Para o ensaio de dureza foram realizadas 5 medições de dureza para cada amostra. Para poder verificar o comportamento da dureza, realizou-se as medições em cada etapa dos tratamentos. A tabela 4 apresenta os valores médios da dureza para cada etapa de tratamento em todas as rotas.

Tabela 4: Resultados evolução da dureza em HRC.

TRATAMENTOS REALIZADOS	DUREZA - HRC				
T/2R	T			2R	
	54,7			53,632	
T/C/2R/N	T	T/DCT	T/DCT/2R	T/DCT/2R/N	
	54,36	54,84	52,62	52,72	
T/R/C/N/R	T	T/R	T/R/DCT	T/R/DCT/N	T/R/DCT/N/R
	54,34	52,24	52,72	52,56	52,04
T/R/C/R/N	T	T/R	T/R/DCT	T/R/DCT/R	T/R/DCT/R/N
	54,44	52,74	53,4	53,14	52,9
T/C/N/2R	T	T/DCT	T/DCT/N	T/DCT/N/2R	
	53,46	54,36	53,38	51,6	

Fonte: próprio autor

Ao analisar a tabela 4, pode-se observar que os maiores valores de dureza do aço H13 ocorreram quando o tratamento criogênico foi realizado entre a têmpera e o revenido e entre dois revenido. Para a nitretação a plasma não se observou um aumento da dureza do material. Este fato pode ser explicado devido a camada extremamente fina resultante da nitretação, que é perfurada pelo indentador durante aplicação da carga de 150 Kg.

Na tabela 5 são apresentados os valores de dureza média com o desvio padrão para cada rota de tratamento térmico.

Tabela 5: Resultado Ensaio de Dureza

ROTA	MÉDIA DUREZA (HRC)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)	AUMENTO DE DUREZA EM RELAÇÃO À T/2R
T/2R	53,63	0,612	1,14	
T/C/2R/N	52,72	0,409	0,78	-1,70
T/R/C/N/R	52,04	0,713	1,37	-2,97
T/R/C/R/N	52,9	0,6	1,13	-1,36
T/C/N/2R	51,6	0,632	1,22	-3,79

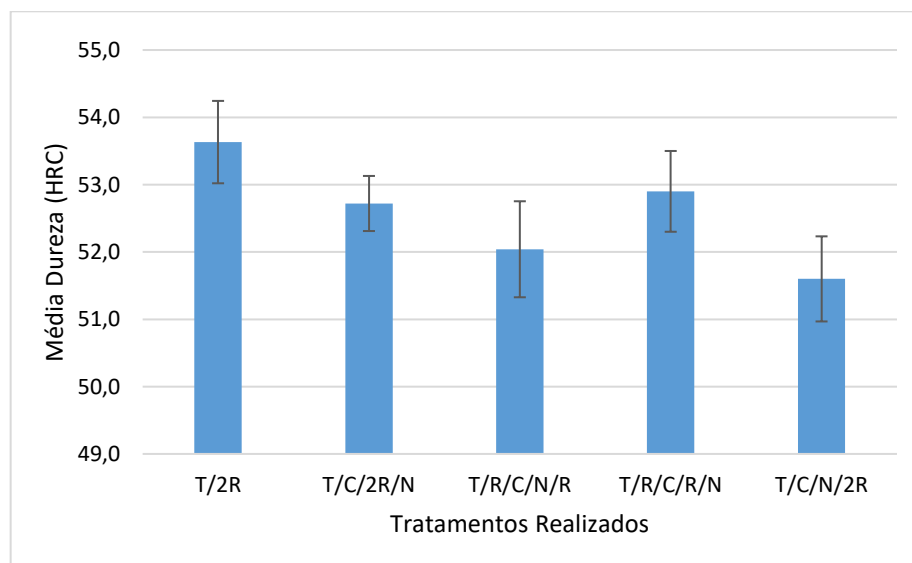
Fonte: próprio autor.

Após a realização completa dos tratamentos térmicos, não se verificou um aumento

significativo na dureza do aço quando comparado com os tratamentos convencionais de têmpera e duplo revenido. Pelo fato do aumento da dureza estar relacionado à transformação da austenita retida em martensita, este resultado já era esperado, visto que devido a composição química do aço AISI H13 a quantidade de austenita retida é baixa e assim, não causando grande influência na dureza. Além disso, como o aço H13 possui baixa concentração de carbono, o processo de criogenia não forma grandes quantidades de carbonetos, e assim, a variação da dureza é pequena.

A figura 15 apresenta os valores da tabela 5 em forma de gráfico.

Figura 16: Resultado Teste de dureza



Fonte: próprio autor.

Conforme a Figura 16 e a Tabela 5 pode-se verificar que as amostras submetidas ao DCT entre a têmpera e o duplo revenido apresentaram menor desvio padrão, que indica que a microestrutura do material é mais homogênea. Além disso, as amostras que possuem tratamento criogênico e nitretação a plasma no final do ciclo, apresentam uma taxa de variação menor quando comparadas com T/2R.

#### 4.2. Ensaio de Microdureza

Para o ensaio de microdureza foram realizadas 5 medições para cada amostra. A tabela 6 apresenta os valores médios da microdureza para cada etapa de tratamento em todas as rotas.

Tabela 6: Resultados evolução da microdureza HV<sub>0,5</sub>

TRATAMENTOS REALIZADOS	MICRODUREZA – HV <sub>0,5</sub>				
	T/2R	T			2R
522,72			536,55		
T/C/2R/N	T	T/DCT	T/DCT/2R	T/DCT/2R/N	
	525,74	538,2	531,19	1165,06	
T/R/C/N/R	T	T/R	T/R/DCT	T/R/DCT/N	T/R/DCT/N/R
	540,82	547,74	554,16	1152,07	1182,19
T/R/C/R/N	T	T/R	T/R/DCT	T/R/DCT/R	T/R/DCT/R/N
	543,07	538,72	569,93	552,9	1185,84
T/C/N/2R	T	T/DCT	T/DCT/N	T/DCT/N/2R	
	539,96	544,91	1168,54	1178,88	

Fonte: próprio autor

Ao analisar a tabela 6 pode-se observar a evolução da microdureza em cada tratamento do aço H13. É possível verificar que o tratamento criogênico contribui para o aumento da microdureza, entretanto, é o tratamento superficial de nitretação a plasma que apresenta um ganho significativo na microdureza do material.

A tabela 7 apresenta os valores médios de microdureza para todas as rotas de tratamento

Tabela 7: Resultado Ensaio de Microdureza HV<sub>0,5</sub>

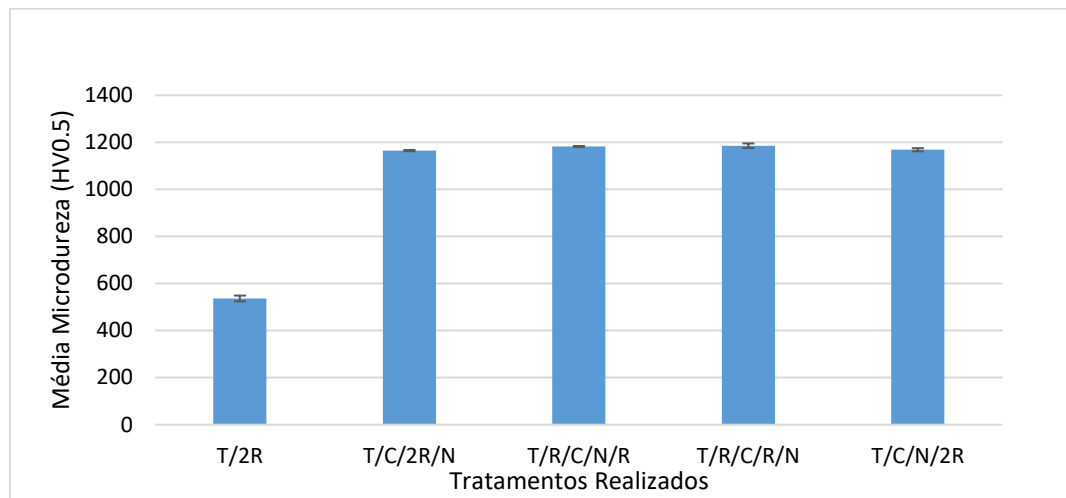
ROTA	MÉDIA MICRODUREZA (VICKERS)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)	AUMENTO DE DUREZA EM RELAÇÃO À T/2R
T/2R	536,55	12,26	2,28	
T/C/2R/N	1165,06	2,71	0,23	117,14
T/R/C/N/R	1182,19	2,3	0,19	120,33
T/R/C/R/N	1185,84	9,6	0,81	121,01
T/C/N/2R	1168,54	6,58	0,56	117,79

Fonte: próprio autor.

Ao analisar a tabela 6, pode-se perceber que as amostras que possuem nitretação apresentam um ganho significativo de microdureza, destacando-se a rota T/R/C/R/N com o maior ganho de microdureza. Além disso, observa-se que o desvio padrão e o coeficiente de variação dessas amostras é menor quando comparado com a rota de T/2R.

A figura 17 apresenta os resultados em forma de gráfico.

Figura 17: Resultado Ensaio de Microdureza.



Fonte: próprio autor.

Ao analisar o a figura 17 pode-se verificar que as amostras com nitretação ficaram com valores próximos de microdureza. A partir disso, as rotas em que a criogenia foi realizada entre os revenidos e a nitretação no final, apresentaram maior microdureza com um aumento de 120% a 121% quando comparado com a rota de T/2R. No processo de nitretação, o material é recoberto por uma camada de revestimento superficial que está atribuído a esse aumento significativo da microdureza. Além disso, outro fator que influencia no aumento da microdureza é o tratamento criogênico, visto que as amostras não são tratadas com criogenia contêm austenita retida em sua microestrutura. Conforme ZHOU *et al.* (2018), o aumento da microdureza a partir do tratamento criogênico é efeito do aumento da tensão residual compressiva do material.

### 4.3. Ensaio de Impacto Charpy

Como algumas amostras apresentaram um valor de energia absorvida muito baixa ou muito alta em relação às demais amostras da mesma rota, optou-se em eliminar o maior e o menor resultado de cada rota para melhorar a análise dos resultados. Os resultados obtidos para o ensaio de impacto Charpy estão expressos na tabela 8, apresentando a média e o desvio padrão da energia absorvida em cada rota.



Tabela 8: Resultados Ensaio de Impacto Charpy.

ROTA	MÉDIA (kgf.m)	DESVIO PADRÃO	TAXA DE VARIACÃO (%)	AUMENTO DE ENERGIA ABSORVIDA
T/2R	29,98	1,06	3,53	
T/C/2R/N	9,35	4,23	45,26	-68,82
T/R/C/N/R	6,29	2,64	42,05	-79,02
T/R/C/R/N	14,92	8,58	57,47	-50,23
T/C/N/2R	7,72	0,16	2,02	-74,26

Fonte: próprio autor

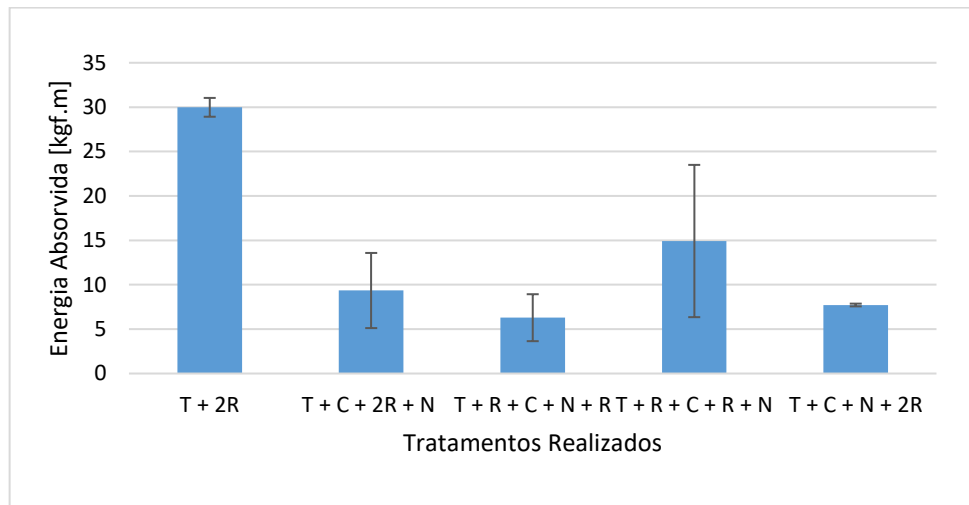
Analisando os resultados da tabela 8, observa-se que a rota com T/2R apresentou valores elevados de energia absorvida. Um fator que pode ter influenciado no resultado da tenacidade desta rota é a inexistência do entalhe, apenas o risco feito com ferramenta marcadora de vidro. Diante disso, a partir da tabela 8 pode-se verificar que após a rota com os tratamentos convencionas de T/2R, as rotas T/C/2R/N e T/R/C/R/N, as quais a nitretação a plasma foi realizada no final dos ciclos, apresentaram os maiores valores de tenacidade, especialmente a amostra em que os ciclos de revenido foram realizados entre a criogenia.

De acordo com Nucci (2022), a nitretação a plasma pode influenciar na tenacidade do material, dependendo das condições utilizadas na nitretação. Durante esse processo, ocorre a formação de uma camada de nitretos de ferro que podem aumentar a dureza e a resistência ao desgaste do material, porém, em alguns casos, pode diminuir a tenacidade do material pelo fato de que a formação da camada de nitretos pode resultar no aumento da fragilidade do material.

Os resultados obtidos nos sugerem que a nitretação a plasma combinada com a criogenia reduziram a tenacidade do aço H13 quando comparado com a rota T/2R. Essa redução pode estar relacionada à nitretação a plasma, visto que esse tratamento resulta em uma camada superficial com alta dureza que ocasiona maior fragilidade. Entretanto, a combinação desses dois tratamentos melhora a resistência ao desgaste do H13 devido a transformação completa da austenita retida em martensita no tratamento criogênico e pelo aumento da dureza superficial causada pela nitretação a plasma.

Na figura 18 os resultados obtidos no ensaio de impacto charpy são apresentados em formato gráfico.

Figura 18: Resultados Ensaio de Impacto Charpy.



Fonte: próprio autor.

Comparando os resultados da tenacidade com os resultados da dureza, pode-se verificar que o aumento da tenacidade está relacionado ao aumento da dureza do material, visto que no ensaio de dureza as rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final da sequência de tratamentos apresentaram as maiores durezas, resultado esse que pode ser observado para a tenacidade. Contudo, as rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final do ciclo de tratamentos apresentaram um maior desvio padrão, dificultando afirmar sobre a melhora da tenacidade.

A partir da análise da figura 18, pode-se verificar que a rota T/C/N/2R não apresentou o maior valor para a absorção de energia, entretanto, observa-se um menor desvio padrão e menor taxa de variação, aproximadamente 2%, quando comparado com as demais rotas de tratamento realizadas. Essa menor variação pode estar relacionada com a realização do duplo revenido após a nitretação a plasma, visto que o revenido permite aliviar as tensões residuais e estabilizar a camada nitretada, equilibrando assim a tenacidade do aço.

#### 4.4. Ensaio de Desgaste

Na tabela 9 estão expostos os valores médios em porcentagem de perda de massa, desvio padrão e a taxa de variação para o ensaio de desgaste realizado na face com nitretação a plasma utilizando lixa com granulometria de 320 grãos/pol<sup>2</sup>.

Tabela 9 - Resultado do Ensaio de Desgaste

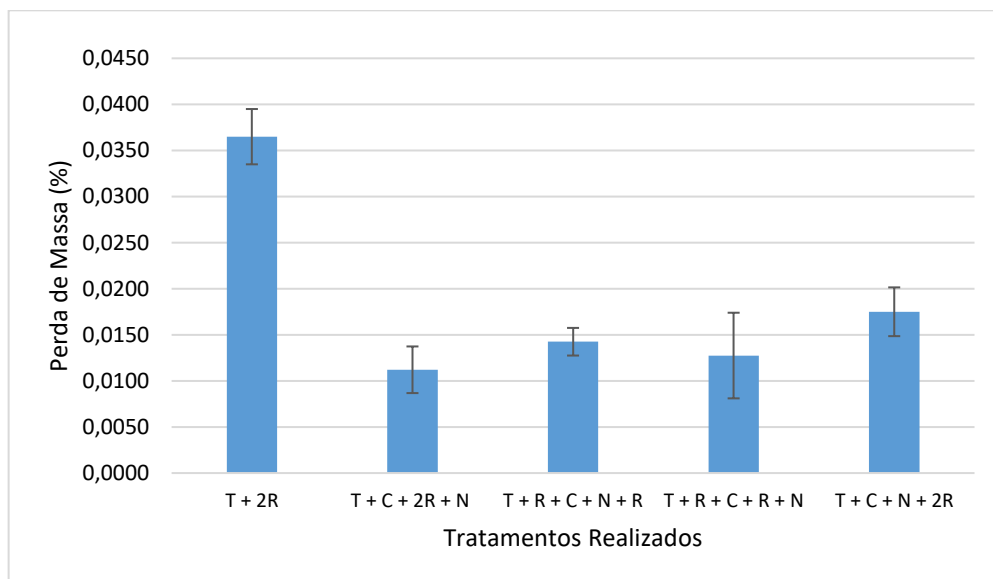
ROTA	MÉDIA PERDA DE MASSA (%)	DESVIO PADRÃO	TAXA DE VARIACÃO (%)	AUMENTO DE RESISTÊNCIA AO DESGASTE
T/2R	0,0365	0,00300	8,22	
T/C/2R/N	0,0112	0,00253	22,57	69,29
T/R/C/N/R	0,0143	0,00150	10,53	60,96
T/R/C/R/N	0,0128	0,00465	36,44	65,07
T/C/N/2R	0,0175	0,00265	15,12	52,05

Fonte: próprio autor

Ao analisar a tabela 9, pode-se perceber que os resultados obtidos no ensaio de desgaste evidenciam um aumento na resistência ao desgaste nas rotas tratadas com criogenia e nitretação a plasma. Entretanto, as rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final da sequência de tratamentos apresentou os melhores resultados. A rota T/C/2R/N e a rota T/R/C/R/N apresentaram um aumento de 69,29% e 65,07 %, respectivamente na resistência ao desgaste quando compara com a rota de T/2R.

A partir da figura 19 é possível observar em forma de gráfico a influência dos tratamentos de criogenia e nitretação a plasma no comportamento do aço H13 no ensaio de desgaste variando a sequência de realização dos tratamentos.

Figura 19 - Ensaio de Desgaste



Fonte: próprio autor

Analisando a tabela, pode-se perceber que a rota T/2R apresentou uma redução expressiva de massa quando comparada com as amostras tratadas criogenicamente e com nitretação a plasma. Esse desgaste acentuado pode estar atrelado à presença de carbonetos mais grosseiros e a presença de austenita retida.

Com a criogenia, o material obtém uma microestrutura mais refinada e homogênea devido a transformação completa da austenita retida em martensita. Essa microestrutura mais refinada melhora a resistência ao desgaste do material. Já a nitretação forma uma camada de nitretos de ferro na superfície do aço com alta dureza, contribuindo para o aumento da resistência ao desgaste.

Diante disso, pode-se verificar que a rota em que a criogenia foi realizada antes do revenido e a nitretação a plasma no final do ciclo de tratamentos apresentou o melhor resultado para o desgaste. Isso vai de acordo com os estudos realizados por Yun.*et.al* (1998) em que sugeriram que a eficiência do tratamento criogênico é maior quando realizado antes do revenido. Por fim, a nitretação a plasma cria uma dura camada de nitretos de ferro que protege a superfície do material contra agentes que causam o desgaste.

Com isso, a combinação entre a criogenia e a nitretação a plasma resulta em um material com maior resistência ao desgaste, reduzindo a perda de massa e assim, proporcionando uma maior vida útil à ferramenta em condições severas de desgaste no trabalho.

#### 4.5. Tensões Residuais

A tabela 10 apresenta os resultados das medições de tensões residuais realizadas nas amostras de cada rota de tratamentos.

Tabela 10 - Resultado das Tensões Residuais

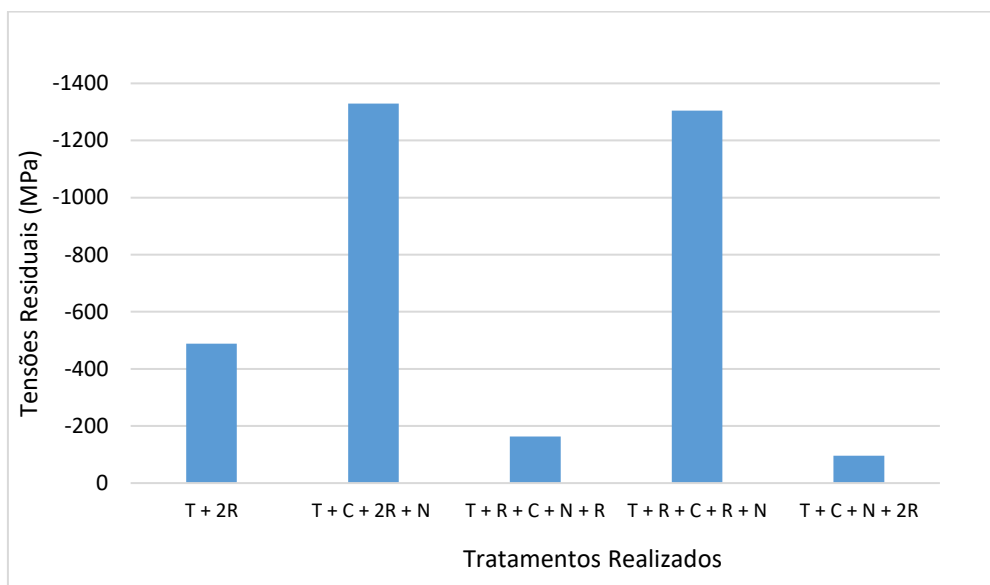
ROTA	TENSÃO RESIDUAL (MPa)	VARIAÇÃO PERCENTUAL (%)
T/2R	-488,40	
T/C/2R/N	-1328,70	+172,05
T/R/C/N/R	-163,50	-66,52
T/R/C/R/N	-1304,60	+167,12
T/C/N/2R	-96,40	-80,26

Fonte: próprio autor.

A partir da tabela 10 pode-se observar que as rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final dos ciclos de tratamento apresentaram os melhores resultados para as tensões. A rota T/C/2R/N apresentou tensões de -1328,7 MPa, que representa um ganho de 172% em tensões compressivas quando comparada com a rota de T/2R, e a rota T/R/C/R/N apresentou um aumento de 167% na tensão residual compressiva.

A figura 20 apresenta os resultados das tensões residuais em formato gráfico.

Figura 20 - Resultado das Tensões Residuais



Fonte: próprio autor

De acordo com a figura 20, pode-se observar que houve um aumento das tensões residuais compressivas na superfície das rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final. Esse aumento ocorre devido à mudança na microestrutura do aço que acontece durante a nitretação com a difusão de nitrogênio e a formação de uma camada de nitretos de ferro. Diante disso, essas tensões compressivas contribuem para melhorar a resistência ao desgaste e à fadiga.

Pode-se notar, também, que a realização do revenido após a nitretação a plasma não traz resultados positivos quanto ao aumento das tensões residuais compressivas. A rota T/R/C/N/R e T/C/N/2R reduziram 66,52% e 80,26 % respectivamente quando comparado com a rota T/2R. Durante o tratamento de revenimento os átomos se movimentam em virtude do aquecimento do material que ocorre em temperaturas intermediárias. A partir disso, com o resfriamento lento que ocorre posteriormente, a estrutura cristalina do aço se ajusta fazendo com que as tensões residuais sejam aliviadas. Nota-se que a rota T/C/N/2R apresentou a maior redução nas tensões residuais compressivas em razão da realização do duplo revenido no final do ciclo de tratamentos.

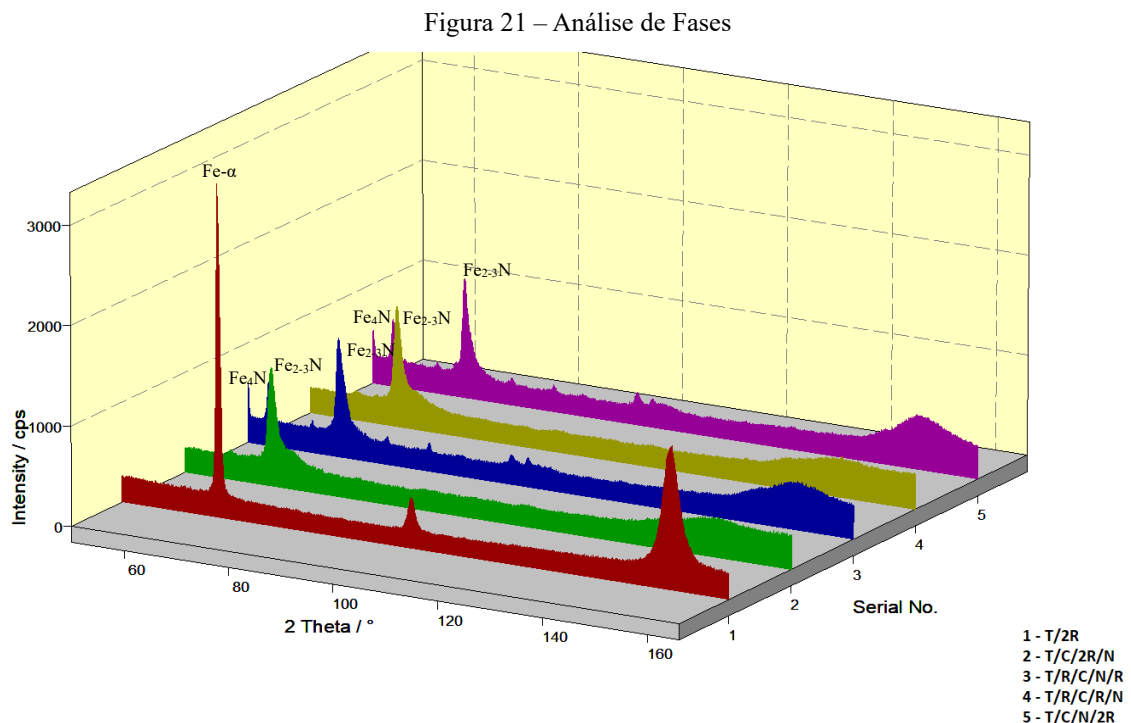
Ao comparar as tensões residuais com a resistência ao desgaste do aço H13, pode-se verificar que as amostras em que a nitretação a plasma foi realizada no final apresentaram maiores tensões residuais compressivas e melhores resultados na resistência ao desgaste. Essa relação ocorre porque que as tensões residuais compressivas dificultam a propagação de trincas e assim, reduzir o desgaste da superfície. Já as tensões residuais trativas facilitam o surgimento

e propagação de trincas que deixam o material mais suscetível ao desgaste.

De acordo com Garzón; Tschiptschin (2005), as tensões residuais compressivas têm efeito benéfico na tenacidade do material. Isso ocorre visto que as tensões compressivas atuam de forma a comprimir a camada superficial do material e assim, retardar a propagação de possíveis trincas. Essa relação pode ser verificada nos resultados do trabalho, em que as amostras que a nitretação a plasma foi realizada no final apresentaram maiores tensões residuais compressivas e maior absorção de energia quando comparada com as amostras com revenido no final dos ciclos de tratamento.

#### 4.5. Análise de Fases

A figura 21 apresenta a análise de fases das rotas utilizadas para a realização do trabalho. Para a rota T/2R é possível observar os picos que se referem ao Fe- $\alpha$  (martensita revenida). Nota-se que para alguns pontos possui um afinamento que se deve ao alívio de tensões.



Fonte: próprio autor

Para as amostras em que o revenimento foi aplicado no final dos ciclos de tratamento, observa-

se a presença de picos de  $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \epsilon$  e  $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$  formadas durante o processo de nitretação que caracterizam a formação da camada branca. Já nas amostras em que a nitretação a plasma foi realizada no final, nota-se a presença de nitretos de ferro  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ . Em seus estudos, Júnior (2003), verifica que quando o tratamento de nitretação a plasma é realizado com 20% de  $\text{N}_2$  na mistura gasosa, a precipitação de nitretos de ferro inicia antes de uma hora para o aço H13.

#### 4.6. Análise Microestrutural

Nesta seção será apresentado o comportamento da microestrutura do aço H13 submetido a tratamentos térmicos de têmpera e revenido, criogenia e nitretação a plasma. A partir da microestrutura, é possível analisar a camada nitretada e as fases presente no material.

##### 4.5.1 Microscopia Óptica

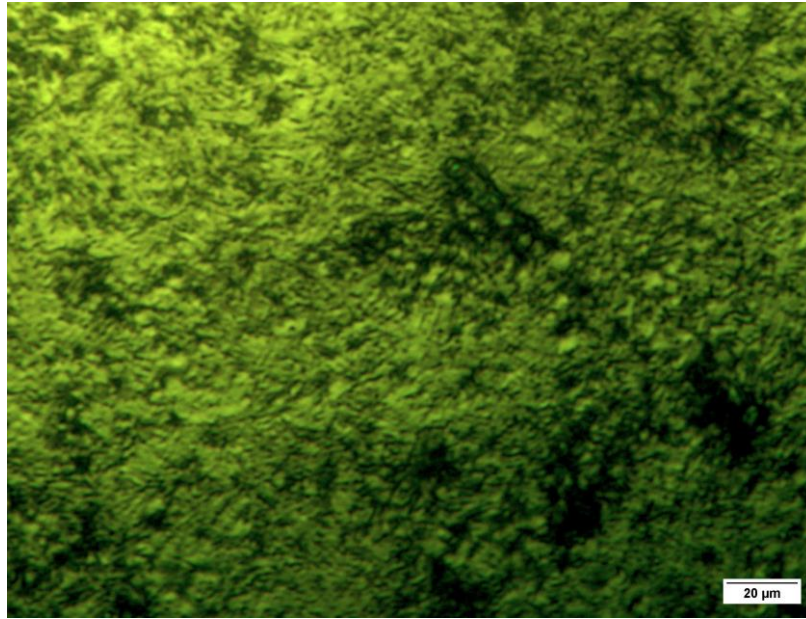
Na figura 22 e 23 é possível analisar a microestrutura do aço AISI H13 com tratamento térmico de têmpera e duplo revenido. É possível observar a presença da martensita revenida, entretanto a precipitação de carbonetos não foi verificada. Além disso, não foi possível verificar com clareza os contornos de grão.

Figura 22 - Microscopia Óptica AISI H13: T/2R - 400X. Ataque Nital 3%.



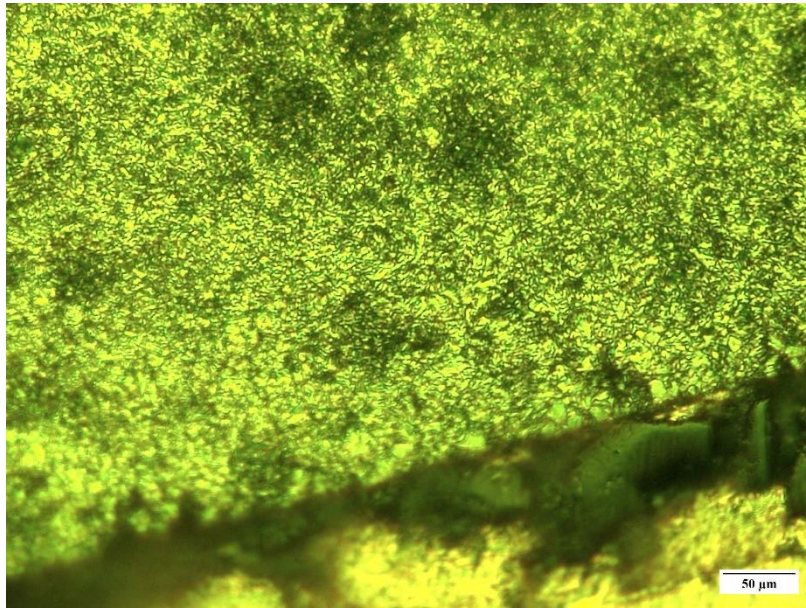
Fonte: próprio autor

Figura 23 - Microscopia Óptica AISI H13: T/2R - 1000X. Ataque Nital 3%.



Fonte: próprio autor

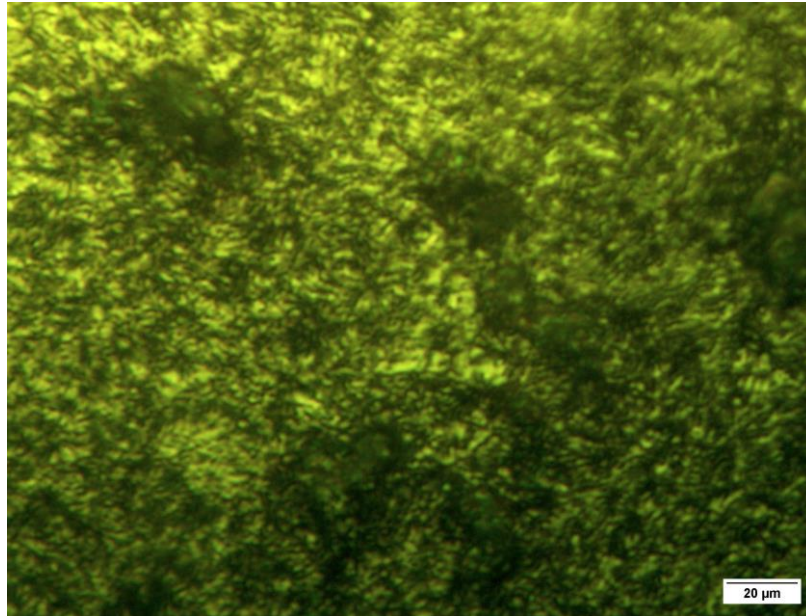
Figura 24- Microscopia Óptica AISI H13: T/C/2R/N - 400X. Ataque Nital 3%.



Fonte: próprio autor



Figura 25 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/2R/N - 1000X. Ataque Nital 3%.



Fonte: próprio autor

Figura 26 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/N/R - 400X. Ataque Nital 3%.



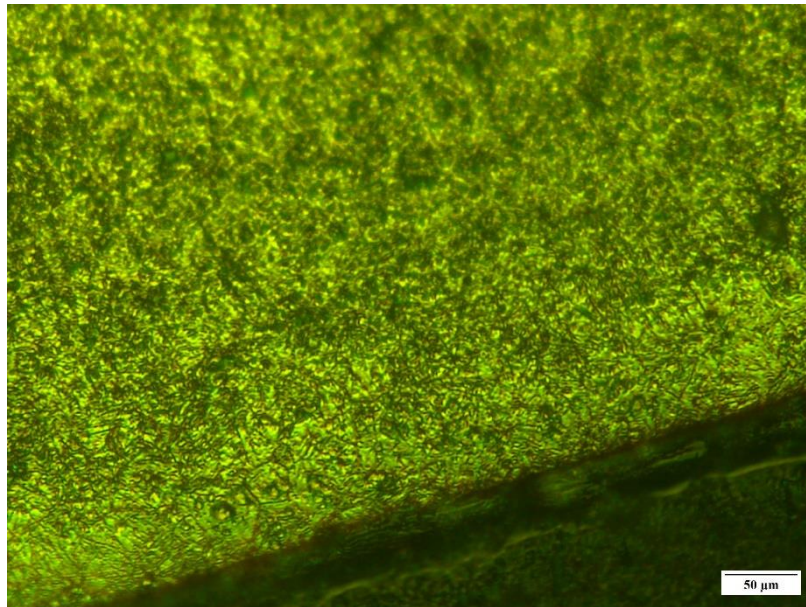
Fonte: próprio autor

Figura 27 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/N/R - 1000X. Ataque Nital 3%.



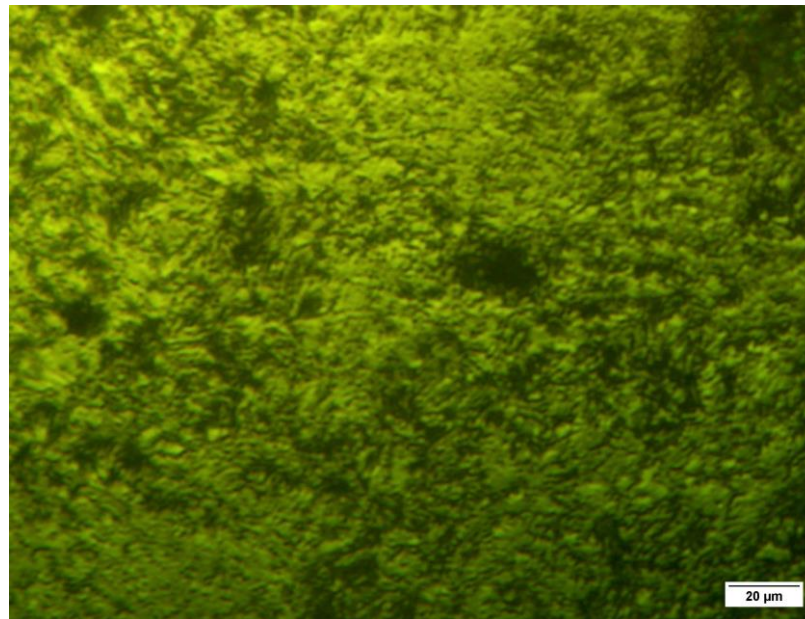
Fonte: próprio autor

Figura 28 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/R/N - 400X. Ataque Nital 3%.



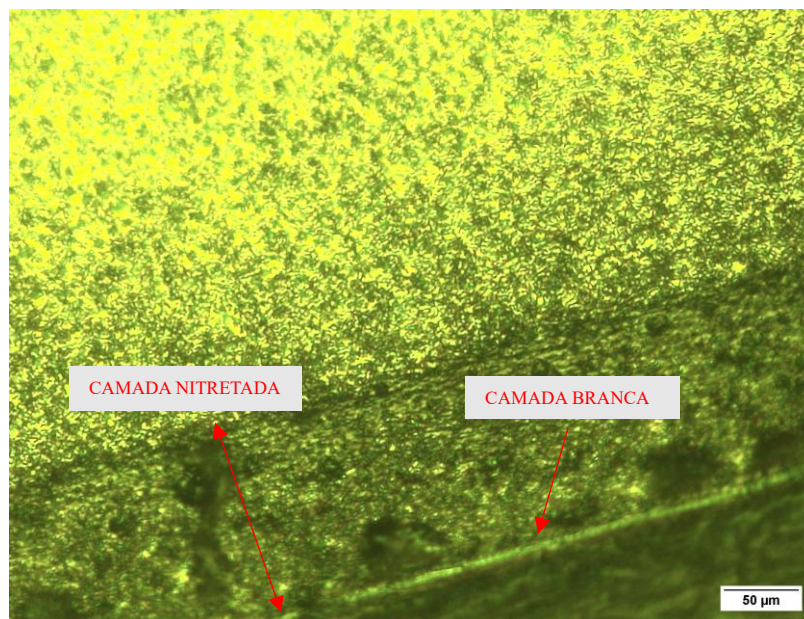
Fonte: próprio autor

Figura 29 - Microscopia Óptica AISI H13: T/R/C/R/N - 1000X. Ataque Nital 3%.



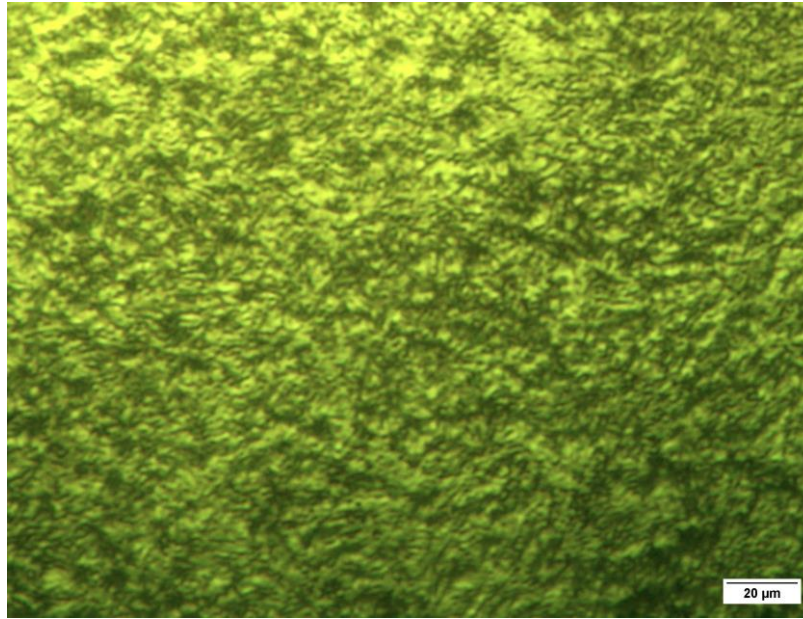
Fonte: próprio autor

Figura 30 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/N/2R - 400X. Ataque Nital 3%.



Fonte: próprio autor

Figura 31 - Microscopia Óptica AISI H13: T/C/N/2R - 1000X. Ataque Nital 3%.



Fonte: próprio autor

Ao analisar as amostras com criogenia e nitretação a plasma, não pode-se observar com clareza um refino da microestrutura quando comparada com a rota T/2R. Além disso, não foi possível verificar a austenita retida devido ao baixo teor de carbono do aço H13 e assim, com a aplicação da criogenia, a austenita retida presente se transforma em martensita.

As figuras 26 e 30 apresentam a microestrutura das amostras com T/R/C/N/R e T/C/N/2R, respectivamente, em que se pode verificar a presença da camada branca na superfície. A camada branca é composta principalmente por nitretos de ferro que fornecem uma superfície dura e frágil para o material, facilitando a descamação e o trincamento. Dessa forma, observa-se que essa camada pode ser responsável pela redução da tenacidade obtida para essas rotas de tratamento, visto que contribui para a fragilidade do material. Conforme Gontijo et al. (2004), a espessura da camada branca varia de acordo com o tempo de nitretação, sendo essa camada composta por uma camada fina de  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N sobre uma camada mais espessa de  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N.

Além disso, nas rotas em que o revenido foi realizado no final dos ciclos de tratamento, não foi possível observar a presença de alguns nitretos precipitados. Em seus estudos, Ferreira (2001) conclui que a precipitação de nitretos é diretamente influenciada pelo teor de nitrogênio na mistura gasosa. De acordo com Zagonel *et al.* (2006) realizando a nitretação a plasma no aço H13 em temperaturas intermediárias, próximas de 420°C, o nitrogênio promove a precipitação de nitreto metálico nos limites dos grãos, e assim, a dureza do aço é aumentada moderadamente.

Nas rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final dos ciclos de tratamento não foi possível verificar a presença da camada branca. Na figura 24 pode-se verificar que a zona de difusão não ficou bem definida. Já na figura 28 a zona de difusão pode ser observada, entretanto apresenta-se com uma distribuição não uniforme, diferente das rotas em que o revenido foi realizado no final dos ciclos de tratamento que apresentaram a zona de difusão com distribuição uniforme. Para as rotas em que a zona de difusão ficou bem distribuída, pode-se verificar que a espessura da camada nitretada foi de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ .

## 5. CONCLUSÕES

A partir desse trabalho, pode-se verificar que a aplicação dos tratamentos convencionais em conjunto com a criogenia e nitretação a plasma apresentam uma excelente opção para melhorar propriedades mecânicas e tribológicas do aço ferramenta AISI H13. Os resultados obtidos nas rotas com tratamento criogênico e nitretação a plasma foram comparados à rota de tratamentos convencionais de têmpera e duplo revenido. Diante disso, pode-se realizar algumas conclusões sobre as propriedades do material.

- No ensaio de dureza pode-se verificar que a rota que apresentou a melhor média, depois dos tratamentos convencionais foi a rota T/R/C/R/N. Entretanto, como o aço H13 possui baixa concentração de carbono, o processo de criogenia não causa grandes mudanças na dureza. Além disso, pode-se constatar que a nitretação a plasma não tem influência na dureza do material e sim na microdureza.
- A rota em que o tratamento criogênico foi realizado entre a têmpera e o duplo revenido apresentou menor desvio padrão no resultado de dureza, indicando assim, um material com microestrutura mais homogênea.
- Para o ensaio de microdureza, a rota T/R/C/R/N apresentou um aumento de 121% quando comparado com a rota T/R.
- Todas as rotas com nitretação a plasma foi realizada apresentaram aumento da microdureza.
- No ensaio de impacto Charpy, a rota T/R/C/R/N apresentou a maior média de absorção de energia logo após a rota T/2R, entretanto, apresentou maior desvio padrão e taxa de variação.
- Os resultados obtidos no ensaio de desgaste evidenciaram um aumento da resistência ao desgaste em todas as rotas com criogenia e nitretação a plasma.
- As rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final apresentaram o maior aumento na resistência ao desgaste quando comparado com a rota T/2R.
- Na medição das tensões residuais, as rotas em que a nitretação a plasma foi realizada no final apresentou o maior ganho de tensões compressivas. As rotas T/C/2R/N e T/R/C/R/N tiveram um aumento nas tensões compressivas de 172 e 167%, respectivamente, em comparação com a rota T/2R.

- Nas rotas em que o revenido foi realizado no final dos ciclos de tratamento pode-se verificar a presença da camada branca, a qual é formada por nitretos que aumentam a dureza superficial e a fragilidade a superfície do material, reduzindo a tenacidade.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALVES, JR. C. **Fenomenologia da nitretação iônica: fundamentos e aplicações**. Natal, EDUFRN, 2001.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL (ASTM). **ASTM A681 – 08**: Standard Specification for Tool Steels Alloy. United States, 2008.
- ASM HANDBOOK (1990), **Properties and Selection Irons Steels and High Performance Alloys**. ASM International. v. 1, 1990.
- BAILEY, C. A. **Advanced Cryogenics**. 3. ed. New York: Plenum Publishing Co., 1971.
- BALDISSERA, P; DELPRETE, C. **Deep cryogenic treatment: a bibliographic review**. The open mechanical engineering journal 2 p 1-11, 2008.
- BARRON, R.F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. **Cryogenics**, v. 22, n. 8, p. 409-13, ago. 1982
- BAYRAMOGLUA, M.; POLAT, H.; GEREN, N. (2008). Cost and performance evaluation of diferente surfasse treated dies for hot forging process, **Journal of Materials Processing Technology**, v. 205, p. 394-403. 2008.
- CASTELETTI, L. C.; NETO, A. L.; TOTTEN, G.E. (2014) Nitriding of stainless steels, In: **ASM Handbook**: Heat treating of irons and steels. V. 4D, p. 418-438, 2014.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia mecânica**. 2 ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986
- CHIAVERINI, V., 2003, Tratamento térmico das ligas metálicos, São Paulo, Associação Brasileira de metalurgia.
- DA SILVA, F. *et al.*, **Performance of cryogenically treated HSS tools**. Wear 261 p 674-685, 2006.
- DIEKMAN, F. **Cold and Cryogenic Treatment of Steel**. ASM Handbook, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes, Vol 4 A p382-386, 2013.
- FANTINELI, D. G. **Influência do Tratamento Criogênico nas Propriedades Mecânicas e Tribológicas do Aço ABNT M2**. 2015. Disponível em: <<http://dspace.unipampa.edu.br:8080/jspui/handle/rii/777>>.
- FERNANDES, F. A. P. et al. On the wear and corrosion of plasma nitrided AISI H13. **Surface and Coatings Technology**, v. 381, p. 125216, 2020.
- FERREIRA, Gustavo Emiliano Falcão et al. Avaliação da resistência à fadiga térmica do aço



AISI H13 nitretado pelos processos gasoso e por plasma. 2001.

FIROUZDOR, V; NEJATI, E; KHOMAMIZADEH, F. **Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill.** Journal of materials processing technology 206 p 467-472, 2008.

FROEHLICH, André Ronaldo. **Tratamento superficial DUPLEX com TiN e CrN de aços ferramenta da classe AISI H13 para matrizes de injeção de ligas de alumínio.** 2003.

GARZÓN, C. M.; TSCHIPTSCHIN, A. P. (2005). Nitretação gasosa em alta temperatura de aços inoxidáveis. Revista Matéria, Rio de Janeiro, v. 10, n. 4, p. 502–525. 2005.

GECU, Ridvan. Combined effects of cryogenic treatment and tempering on microstructural and tribological features of AISI H13 steel. **Materials Chemistry and Physics**, v. 292, p. 126802, 2022.

GIL, A. C. Métodos e Técnicas de Pesquisa Social. 6. ed. São Paulo: Atlas, 2008.

GONTIJO, L. C. et al. Characterization of plasma-nitrided iron by DRX, SEM and XPS. *Surface & Coatings Technology*, v. 183, p. 10-17, 2004.

GONZALEZ-MORAN, A. K. et al. Improved mechanical and wear properties of H13 tool steel by nitrogen-expanded martensite using current-controlled plasma nitriding. **Journal of Materials Research and Technology**, 2023.

GOUVÊA, Eber de Santi. **Estudo da influência de tratamentos térmicos sobre microestrutura de aços H13.** 2014. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Maringá.

HUANG, J. Y. et al. Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel. **Materials Science & Engineering**, v. 339, n. 1-2, p. 241-244, 2003

JÚNIOR, Franco; RIBEIRO, Adonias. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13.** 2003. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

KRAUSS, G. **Steels - Processing, Structure, and Performance.** Ohio: ASM International, 2005.

LAVTAR, L.; MUHIC, T.; KUGLER, G.; TERCELJ, M. (2011). Analysis of the main types of damage on a pair of industrial dies for hot forging car steering mechanisms. **Engineering Failure Analysis**, v. 18, Issue 4, p. 1143 – 1152. 2011.

López-Leyva, A., Luis-Pantoja, G., Juárez-Islas, JA *et al.* **Influência de Tratamentos**

**Térmicos e Criogênicos no Comportamento de Desgaste Abrasivo do Aço Ferramenta H13.** *J. de Materi Eng e Perform* (2023)

MEI, P. R.; SILVA, A. L. V. D. C. **Aços e ligas especiais, 3º Ed.** 4º. ed. São Paulo: Blucher, 2010.

MOHAN LAL, D., RENGANARAYANAN, S., KALANIDHI. A. (2001); **Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steel.** In: *Cryogenics*, v.41, p.149-155.

MOREIRA, J.C. et al. **Influência do tratamento criogênico na usinabilidade do aço rolamento ABNT 52100 temperado.** Revista matéria 14 p 932-946, 2009.

MUÑOZ RIOFANO, R. M. (1997). **Efeito das variáveis de nitretação por plasma na resistência à abrasão de um aço “MARAGING”.** 1997. 131 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1997.

NASSER, E. (1971) **Fundamentals of Gaseous Ionization and Plasma Electronics** John Wiley & Sons, Inc., New York, 1971.

NUCCI, José Eduardo. **Uma investigação da têmpera e revenimento após nitretação no aço ferramenta AISI H13.** 2022. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

ÖZBEK, N. A; ÇIÇEK, A.; GÜLESIN, M.; ÖZBECK, O. Investigation of the effects of cryogenic treatment applied at diferente holding times to cemented carbide inserts on tool wear. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, vol. 86, p. 34-43, 2014.

PARCIANELLO, C. T., **Estudo das propriedades mecânicas e tribológicas do aço modificado ABNT M2 através da otimização de tratamentos térmicos e criogênicos.** 2016.

PENG, Li; DEJUN, Kong. Tribological performance of plasma nitrided H13 mould steel at elevated temperatures. **Materials Science and Technology**, p. 1-8, 2022.

PINEDO, C. E. (2000) **Estudo morfológico e cinético da nitretação por plasma pulsado do aço inoxidável martensítico AISI 420,** 200. 176 P. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologias do Combustível Nuclear) –Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

PODGORNIK, B. *et al.*, **Deep cryogenic treatment of tool steels.** *Journal of Materials Processing Technology* 229, 398–406, 2016

ROBERTS, George Adam; KENNEDY, Richard; KRAUSS, George. **Tool steels.** ASM

international, 1998.

SHINDE, Tarang; DHOKEY, N. B. Influence of carbide density on surface roughness and quasi-stable wear behaviour of H13 die steel. **Surface Engineering**, v. 33, n. 12, p. 944-952, 2017.

SOARES JUNIOR, Edmo. **Efeito do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços-ferramenta para trabalho a frio**. 2006. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering of Steel. **Metallurgical Transactions**, vol. 3, p. 1043-1054, 1972.

STURLA, A. E. (2002). **Tratamientos térmicos de los aceros – teoria y práctica**, 1st. Ed. Buenos Aires: Nueva Librería, 2002. 159 p.

THELNING, K. E. **Steel and its Heat Treatment**. 2. ed. Grã-Bretânia: Mackays of Chatham, 1984.

TIER, M. A. D. **Avaliação da Resistência ao Desgaste do Aço AISI M2 Nitretado a Plasma**. Tese de doutorado em Engenharia Metalúrgica e Materiais. UFRGS - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1998

VALES, S. R., **Estudo da influência do tratamento criogênico no aço AISI H13**.

VIELMO, D. D., **Efeito dos Tratamentos Sub-Zero e Criogênico Nas Propriedades Mecânicas e Tribológicas do Aço Rápido ABNT M2**. Trabalho de Conclusão de Curso, UNIPAMPA – Universidade Federal do Pampa, 2016.

VILLARES METALS. Aços para trabalho a quente Disponível em: <<https://www.villaresmetals.com.br>>

YOUNG, W. Why Die Castings Die Fail – **Transactions of the Tenth International Die Casting Congress** – 1979; pag. 1-8 Society of Die Casting Engineers.

YUN, D., XIAOPING, L., HONGSHEN, X., **Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism**, Heat Treatment of Metals, v. 2, pp. 55-59, March 1998.

ZAGONEL, Luiz Fernando et al. **Tratamentos de superfícies de uma liga ferrosa por íons de nitrogênio**. 2006. Tese de Doutorado. Instituto de Física “Gleb Wataghin.

ZHOU, Jianzhong et al. Influence of cryogenic treatment prior to laser peening on mechanical properties and microstructural characteristics of TC6 titanium alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 718, p. 207-215, 2018.

ZUPPO, R. M. **Análise Comparativa do Efeito da Têmpera e Revenimento e da Austêmpera Seguida ou não de Conformação a Frio na Microestrutura e nas Propriedades do Aço SAE 4140H.** 156f. Dissertação de Mestrado (Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas – Unicamp. Campinas/SP 2011.