

Universidade Estadual de Maringá



**CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

EBER DE SANTI GOUVÊA

**Estudo da influência de tratamentos térmicos sobre a microestrutura de
aços H13**

PEM
Pós-Graduação
em Engenharia Mecânica | UEM

Maringá

2014

EBER DE SANTI GOUVÊA

**Estudo da influência de tratamentos térmicos sobre a microestrutura de
aços H13**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, do Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia da Universidade Estadual de Maringá, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Cleber Santiago Alves

Coorientador: Prof. Dr. Ivair Aparecido dos Santos

Maringá

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(Biblioteca – IFPR, Instituto Federal do Paraná – Câmpus Paranavaí)

Gouvêa, Eber de Santi
G719e Estudo da influência de tratamentos térmicos sobre
microestrutura de aços H13/ Eber de Santi Gouvêa. –Maringá,
2014.

73 f. : il. Color.

Orientador: Prof. Dr. Cleber Santiago Alves. Coorientador:
Prof. Dr. Ivair Aparecido dos Santos. Dissertação (Mestrado) –
Universidade Estadual de Maringá, Centro de Tecnologia,
Departamento de Engenharia Mecânica, Programa de de Pós-
Graduação em Engenharia Mecânica.

1. Aço – tratamento térmico 2. Metais – tratamento térmico
3. Engenharia mecânica. I. Alves, Cleber Santiago. II. Santos, Ivair
Aparecido dos. III. Universidade Estadual de Maringá, Centro de
Tecnologia, Departamento de Engenharia Mecânica, Programa de
de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
. IV. Título.

CDD 23.ed. 620.17
671.36

Bibliotecária responsável – Zineide Pereira dos Santos CRB 9/1577




Este é o exemplar definitivo da Dissertação apresentada por **Eber de Santi Gouvêa**, perante a Comissão Julgadora do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica em 30 de janeiro de 2015.

COMISSÃO JULGADORA



Cleber Santiago Alves
Presidente – PEM/UEM



Sílvia Luciana Fávoro Rosa
Membro – PEM/UEM



Nivaldo Eloi de Souza
Membro – IFPR/Paranavai

AGRADECIMENTOS

- Primeiramente a Deus, por sua existência e por ter dado saúde e força para superar as dificuldades permitindo que tudo isso acontecesse.
- A minha esposa Kattlin pelo amor, apoio, paciência, dedicação, incentivo e compreensão, pois sem isto não conseguiria mais esta conquista em minha vida.
- A minha filha Antonella, pelo amor, carinho e paciência.
- Ao meu filho Anthony, pois mesmo não nascido ainda já faz parte da minha vida.
- Aos meus Pais, Elias e Mara, pelo apoio e incentivo.
- A minha irmã Meire e seu esposo Alberto pelo apoio e incentivo.
- Ao meu irmão Ezequiel (*in memoriam*), pois sei que se estivesse entre nós me daria total apoio.
- Aos meus sogros, Mariza e Benedito.
- Aos meus orientadores Dr. Cleber Santiago Alves e Dr. Ivair Aparecido dos Santos pelo empenho dedicado para realização deste trabalho.
- Aos meus amigos Msc. Flávio Clareth Colman e Msc. Jean Rodrigo Bocca pela grande ajuda nesta caminhada.
- Os professores Dra. Silvia Luciana Fávaro e Dr. Nivaldo Eloi de Souza pela ajuda na caracterização das amostras.
- Ao Edson Castilho da Villares Metals S/A pela análise da composição química dos materiais.
- A todos os professores do programa de mestrado do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Maringá.
- A Jordina, secretária do PEM, pela ajuda e apoio no que foi preciso.
- Aos meus amigos Msc. Antônio Rodrigo Valentim e Msc. Ricardo Gouveia Teodoro pelo apoio e incentivo.
- A toda equipe do Instituto Federal do Paraná, Campus Paranavaí pelo incentivo e cooperação para que isto pudesse ser alcançado.

RESUMO

Os aços ferramenta com denominação AISI H13 são encontrados em grande aplicação na fabricação de moldes para fundição, ferramentas de extrusão a quente, matrizes de forjamento e todo tipo de matrizes para trabalhos de conformação a quente. Nestes processos de fabricação é de suma importância que os aços possuam propriedades e características como resistência à deformação na temperatura de uso, resistência ao impacto, resistência à erosão, resistência à deformação no tratamento térmico, boa usinabilidade e resistência a trincas a quente (*Heat Cracking*), a fim de evitar falhas por deformação plástica, pela propagação de trincas e por fadiga térmica. Este trabalho tem como objetivo o estudo de diferentes tratamentos térmicos em ligas AISI H13 utilizadas na fabricação de matrizes de forjamento a quente. A motivação do estudo reside na baixa durabilidade do material de origem nacional em comparação com o de origem estrangeira, quando empregados na fabricação de matrizes de forjamento. Na tentativa de identificar a razão desta diferença de vida útil, estudamos a influência de tratamentos de recozimento, têmpera e duplo revenimento – que são os tratamentos empregados na produção de matrizes de forjamento - sobre a microestrutura e propriedades mecânicas destes materiais. Foram utilizadas amostras de aços de origem nacional e estrangeira. As técnicas de caracterização empregadas na análise das amostras tratadas foram a microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e ensaio de dureza Rockwell C. Foram também realizadas medidas de difração de raios-X a fim de empregar a técnica de Williamson-Hall para estimar microdeformações e tamanho de cristalito dos corpos de prova tratados e a técnica de excitação por impulso, a partir da qual foram analisados o módulo elástico e o módulo de amortecimento destes materiais.

Palavras-chave: Tratamentos térmicos, Microestrutura, Aço Para Trabalho a Quente

ABSTRACT

The tool steels with AISI H13 name are found in large applications in the manufacture of molds for casting, hot extrusion tools, forging dies and all kinds of dies for hot forming of work. In these manufacturing processes is of paramount importance that the steels have properties and characteristics such as resistance to deformation in the use of temperature, impact resistance, erosion resistance, creep resistance in heat treatment, good machinability and hot cracking resistance (Heat Cracking) in order to avoid failure due to plastic deformation, and the propagation of cracks by thermal fatigue. This work aims the study of different heat treatments on AISI H13 alloys used in the manufacture of hot forging dies. The motivation of this study is the low durability of national origin material compared to the foreign origin, when used in the manufacture of forging dies. In an attempt to identify the reason for this lifetime difference, we studied the influence of annealing treatment, quenching and tempering double - which are the treatments used in the production of forging dies - on the microstructure and mechanical properties of these materials. Samples of domestic and foreign origin steels were used. The characterization techniques used in the analysis of the treated samples were optical microscopy, scanning electron microscopy and hardness testing Rockwell C. were also held diffraction measurements of X-rays in order to employ the Williamson-Hall technique to estimate and microdeformations crystallite size of the treated specimens and the impulse excitation technique, analyzed from which the elastic modulus and damping modulus of these materials.

Keywords: Heat treatment, Microstructure, Hot-Work Die Steel

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Exemplo Matriz Fechada	3
Figura 2 - Exemplo peça forjada em matriz fechada.....	3
Figura 3 - Diagrama TTT típico de um aço ferramenta	11
Figura 4 - Diagrama Fe-C.....	12
Figura 5 - Profundidade de têmpera do aço ferramenta H12	13
Figura 6 - Curva dureza x aços ferramentas	13
Figura 7 - % Vol de carbonetos primários, na matriz do aço H13 x temperatura de austenitização.....	13
Figura 8 - Índice ASTM tamanho de grão austenítico H13 x temperatura austenitização.....	15
Figura 9 - Diagrama TTT H13 austenitizados a 1030 °C	16
Figura 10 - Diagrama TTT aço AISI H13	17
Figura 11 - Dureza pós têmpera x temperatura e tempo austenitização	17
Figura 12 - Curva de revenimento H13	18
Figura 13 - Curvas de revenimento H13 em função da temperatura de austenitização para resfriamento ao ar. Diâmetro das amostras (a) 12,5 mm (b) 150 mm (c) 300 mm	19
Figura 14 - Efeito da temperatura de revenimento nas alterações dimensionais de alguns aços ferramentas	20
Figura 15 - Curva transformação martensita	21
Figura 16 - Influência de elementos de liga na quantidade de austenita retida em aço temperado (1% C).....	22
Figura 17 - Influência dos elementos de liga na formação da martensita em aços com 0,6 e 1% C	22
Figura 18 - Modelo de amostra, exemplo do material W302 H13 – BOHLER	26
Figura 19 - Visão forno resistivo com atmosfera controlada - Labmat - DEM.....	27
Figura 20 - Representação de dois picos de raios-X. A - representação de um cristal livre de deformação. B - Representação dos picos de cristais deformados	33
Figura 21 - Ilustração mostrando uma rede cristalina	33
Figura 22 - Varredura superfície amostra e espectro raios-X.....	34
Figura 23 - Exemplo de macrotensão e microtensão.....	34
Figura 24 – Exemplo Gráfico Williansom-Hall	35
Figura 25 - (A) Visão Geral equipamento (B) visão do microfone.....	37

Figura 26 - Representação do modo de flexão em barras retangulares.	37
Figura 27 - Esquema básico medição TEI.....	38
Figura 28 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado nital 2%. Carbonetos secundários distribuídos em matriz ferrítica. Aumento 1000x.....	41
Figura 29 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado nital 2%. Estrutura perlítica (lamelar) e ferrítica. Aumento 1000x	41
Figura 30 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Contorno de grãos bem definidos. Aumento 1000x	42
Figura 31 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Formação de uma fase perlítica. Aumento 1000x	42
Figura 32 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Formação de uma fase perlítica. Aumento 1000x	43
Figura 33 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado	43
Figura 34 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado LePera. Microestrutura bainítica. Aumento 500x	44
Figura 35 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado LePera. Microestrutura bainítica. Aumento 1000x	44
Figura 36 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Melhor distribuição dos carbonetos na matriz ferrítica. Aumento 1000x	45
Figura 37 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Aumento 500x	45
Figura 38 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Aumento 500x	45
Figura 39 - Aço H13 estrangeiro recozido atacado LePera. Aumento 500x.....	45
Figura 40 - Aço H13 nacional recozido atacado com LePera. Aumento 1000x	46
Figura 41 - Aço H13 estrangeiro recozido atacado LePera. Aumento 1000x.....	46
Figura 42 - Aço H13 nacional temperado atacado nital 2%. dissolução dos carbonetos. Aumento 1000x	47
Figura 43 - Aço H13 estrangeiro temperado atacado nital 2%. Aumento 1000x.....	47
Figura 44 - Aço H13 nacional temperado atacado LePera. Aumento 1000x	47
Figura 45 - Aço H13 estrangeiro temperado atacado LePera. Aumento 1000x.....	47
Figura 46 - Aço H13 nacional temperado atacado LePera. Aumento 500x	49
Figura 47 - Aço H13 nacional temperado atacado metabissulfito de sódio 10%. Aumento 1000x	49
Figura 48 - Aço H13 nacional duplo revenido atacado metabissulfito de sódio 10%.....	49

Figura 49 - Aço H13 nacional duplo revenido atacado LePera. Estrutura martensitica revenida. Aumento 1000x.....	49
Figura 50 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado nital 2%. Homogeneidade da microestrutura Aumento 500x.....	50
Figura 51 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado nital 2%. Homogeneidade da microestrutura Aumento 1000x.....	50
Figura 52 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado LePera.....	51
Figura 53 - Difratoograma H13 Nacional.....	52
Figura 54 - Difratoograma H13 Estrangeiro.....	53
Figura 55 - Gráfico Williamson-Hall - Nacional (A) material como recebido (B) recozido (C) temperado (D) duplo revenido.....	54
Figura 56 - Gráfico Williamson-Hall - Estrangeiro (A) material como recebido (B) recozido (C) temperado (D) duplo revenido.....	55
Figura 57 - Gráfico Tamanho Cristalito (nm) - Nacional.....	56
Figura 58 - Gráfico Tamanho Cristalito (nm) - Estrangeiro.....	57
Figura 59 - Gráfico deformação relativa - Nacional.....	57
Figura 60 - Gráfico deformação relativa - Estrangeiro.....	58
Figura 61 - Gráfico Dureza HRC - Nacional.....	58
Figura 62 - Gráfico Dureza HRC - Estrangeiro.....	59
Figura 63 - Comparativo dureza Nacional x Estrangeiro.....	59
Figura 64 - Curva de Revenimento - W302 - BOHLER - Nacional.....	60
Figura 65- Curva de Revenimento - 2367 EFS - Schmolz - Estrangeiro.....	60
Figura 66 – MEV: Amostra como recebido, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	61
Figura 67 - MEV: Amostra como recebido, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	61
Figura 68 - MEV: Amostra recozida, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	61
Figura 69 - MEV: Amostra recozida, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	61
Figura 70 - MEV: Amostra temperada, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	62
Figura 71 - MEV: Amostra temperada, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	62
Figura 72 - MEV: Amostra revenida, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	62
Figura 73 - MEV: Amostra revenida, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	62
Figura 74 - MEV: Amostra como recebido, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	63
Figura 75 - MEV: Amostra como recebido, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	63
Figura 76 - MEV: Amostra recozida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	63

Figura 77 - MEV: Amostra recozida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x.....	63
Figura 78 - MEV: Amostra temperada, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	64
Figura 79 - MEV: Amostra temperada, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x.....	64
Figura 80 - MEV: Amostra revenida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x	64
Figura 81 - MEV: Amostra revenida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x	64
Figura 82 - Gráfico comparativo modulo elástico.....	66
Figura 83 - Gráfico comparativo tempo de amortecimento em segundos.....	66

LISTA DE TABELAS/ GRÁFICOS

Tabela 1 - Classificação AISI Aços Ferramenta	5
Tabela 2 - Classificação Aços para Trabalho a Quente conforme AISI.....	5
Tabela 3 - Composição Química Aço AISI H13	8
Tabela 4 - Tabela de materiais recebidos H13	25
Tabela 5 - Composição Química H13 - Catálogos	25
Tabela 6 - Separação amostras cortadas	26
Tabela 7 - Composição química real material H13 - W302 – BOHLER - Nacional	40
Tabela 8 - Composição química real material H13 - 2367 EFS – Schmolz - Estrangeiro	40
Tabela 9 - Valores das propriedades vinculadas ao amortecimento.....	67

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Composição química Aços Trabalho a Quente - AISI.....	7
Quadro 2 - Propriedades mecânicas obtidas na caracterização mecânica das amostras em relação a frequência natural de vibração	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI – American Iron and Steel Institute

AR – Austenita Retida

ASTM - American Society for Testing and Materials

CLP – Controlador Lógico Programável

COMCAP/UEM - Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa da Universidade Estadual de Maringá

DEM – Departamento de Engenharia Mecânica

DRX – Difração de Raios-X

HRC – Dureza Rockwell na escala C

IFPR – Instituto Federal do Paraná

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MEV – Microscopia Eletrônica por Varredura

MO – Microscopia Óptica

NADCA - North American Die Cast Association

TEI – Técnica de Excitação por Impulso

TTT – Tempo, temperatura e transformação

UEM – Universidade Estadual de Maringá

LISTA DE SÍMBOLOS

ζ - taxa de amortecimento

ω_0 - Frequência natural de vibração, rad/s

μ - Coeficiente de Poisson

δ - Decremento logarítmico

E - Módulo de Elasticidade ou Módulo de Young

G - Módulo de Rigidez

M_s – Início transformação Martensita

M_f – Final da transformação Martensita

λ – Comprimento de onda

d – espaçamento plano cristalino

θ – ângulo de difração

d_{hkl} – espaçamento interplanar

D - tamanho médio do cristalito

ε - deformação do cristalito

β - largura à meia altura de um pico de difração

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 O PROCESSO DE FORJAMENTO.....	3
2.2 AÇO FERRAMENTA	4
2.3 AÇO FERRAMENTA PARA TRABALHO A QUENTE.....	6
2.3.1 Aço Ferramenta para Trabalho a Quente – AISI H13.....	8
2.4 TRATAMENTO TÉRMICO AÇO FERRAMENTA	9
2.4.1 Recozimento – AISI H13	11
2.4.2 Têmpera – AISI H13	12
2.4.3 Revenimento – AISI H13	18
2.4.4 Austenita Retida – AISI H13	20
2.5 OBJETIVO	24
2.6 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	24
3 METODOLOGIA.....	25
3.1 AÇO FERRAMENTA UTILIZADO	25
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	26
3.2.1 Tratamentos Térmicos – AISI H13	26
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA.....	28
3.3.1 Composição Química H13	29
3.3.2 Microscopia Óptica	29
3.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura	31
3.3.4 Difração de raios-X – XRD.....	32
3.3.5 Ensaio de dureza – Rockwell C.....	36
3.3.6 Técnica Excitação por Impulso	36
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	40

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA H13	40
4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA – MO	41
4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	51
4.3.1 Williamsom-Hall.....	54
4.4 ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL C - HRC.....	58
4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV	61
4.6 TÉCNICA EXCITAÇÃO POR IMPULSO.....	65
5 CONCLUSÕES	68
6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	70
REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

Os aços com classificação H são usualmente utilizados na fabricação de ferramentas para trabalho a quente. Eles foram desenvolvidos para suportar condições combinadas de calor, pressão e abrasão associadas com puncionamento, cisalhamento ou conformação de metais em alta temperatura. Os aços do grupo H têm concentração médias de teores de carbono que variam de 0,35 a 0,45%, e teores combinados de cromo, tungstênio, molibdênio e vanádio entre 6 e 25%. O grupo é subdividido em aços ao cromo, ao tungstênio e ao molibdênio. (MEI e SILVA, 2010)

Neste trabalho, estudamos os aços com designação AISI H13, enquadrado no grupo de aços ao cromo. Os aços AISI H13 são amplamente utilizados na fabricação buchas, pistões e camisas para prensas de extrusão, matrizes de forjamento e estampagem a quente, moldes de fundição sob pressão de não-ferrosos, facas para corte a quente, dentre outras aplicações.

Para melhorar as características mecânicas destes aços, os tratamentos térmicos são amplamente utilizados, como o recozimento, têmpera e o revenimento, além de tratamentos termoquímicos como nitretação.

Dados provenientes de uma empresa do setor metalúrgico da região de Maringá-PR indicam que matrizes que são fabricadas em aço H13 de origem nacional apresentam uma vida útil menor, cerca de 10 vezes, em comparação com a fabricada em H13 de origem estrangeira.

Estudos científicos e técnicos mostram que a durabilidade destas matrizes está diretamente ligada a rotina de tratamentos térmicos empregada em sua preparação, uma vez que eles têm estreita relação com a microestrutura do material e, conseqüentemente, com as suas propriedades mecânicas.

Ambos os fabricantes, nacional e estrangeiro, realizam em seus aços tratamentos térmicos de recozimento, que aumenta a ductibilidade, têmpera para se obter uma estrutura martensítica com aumento da dureza e redução da ductibilidade e revenimento (duplo ou triplo), para se obter uma combinação equilibrada de dureza, ductibilidade, tenacidade e resistência estrutural. Com base nesta informação, realizamos estes mesmos tratamentos térmicos em amostras de H13 de origem nacional e estrangeira, que posteriormente foram caracterizadas pelas técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (DRX), onde foram estudadas as microdeformações e tamanho

médio de cristalito pelo método de Williamson-Hall, ensaio de dureza Rockwell C, e por fim, análise do módulo elástico e amortecimento pelo método de excitação por impulso (TEI).

Com estas análises procurou-se identificar a influência destes tratamentos térmicos sobre as propriedades estruturais e mecânicas das matrizes fabricadas com ligas H13 de origem nacional e estrangeira, a fim de compará-las e apontar possíveis causas da falha prematura do material nacional.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

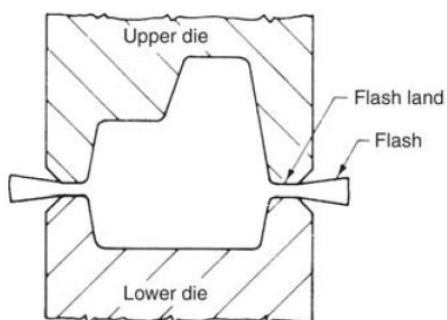
2.1 O PROCESSO DE FORJAMENTO

Forjamento é o processo de conformação mecânica através do qual se obtém a forma desejada de uma peça por martelamento ou aplicação gradativa de pressão. Em princípio, existem duas categorias principais de equipamentos de forjamento: os martelos de forja ou martelos de queda e as prensas. Os martelos de forja provocam deformação no metal por impacto e golpes rápidos e as prensas submetem o metal a uma força de compressão em uma baixa velocidade. (FILHO, DA SILVA, *et al.*, 2011)

O processo de forjamento subdivide-se em duas classes: forjamento em matriz fechada e o forjamento livre, também conhecido como forjamento em matriz aberta.

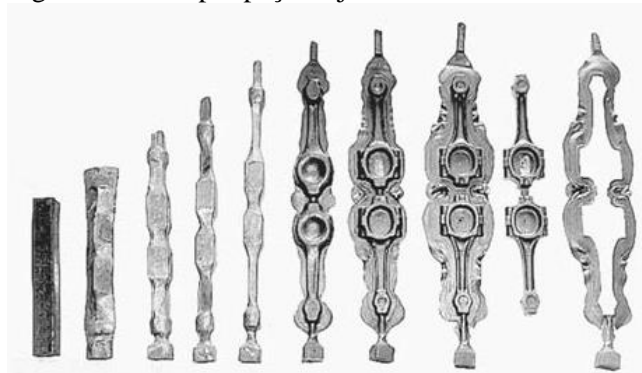
No processo de forjamento em matriz fechada, o metal é deformado entre duas metades de matrizes que fornecem à peça a forma desejada, conforme Figura 1. A deformação ocorre sob alta pressão em uma cavidade fechada e com isto obtêm-se peças com tolerâncias dimensionais mais estreitas, como pode ser visto na Figura 2. É um processo de elevado custo e para isto é necessário um grande volume de produção de peças para justificar o alto investimento. É importante, neste processo, utilizar material em quantidade suficiente para que a cavidade da matriz seja completamente preenchida e como é difícil determinar exatamente essa quantidade, o material é dimensionado com um excesso, conforme também pode ser visto na Figura 2. Ao final do processo de forjamento este excesso de material sai da cavidade da matriz, sendo a última operação a remoção desta rebarba. (FILHO, DA SILVA, *et al.*, 2011)

Figura 1 - Exemplo Matriz Fechada



Fonte: (ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004).

Figura 2 - Exemplo peça forjada em matriz fechada



Fonte: (ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004).

O processo de forjamento pode ser realizado a quente e a frio. A quente implica o uso de temperaturas acima das de recristalização do metal, a frio, abaixo. A máxima temperatura de forjamento corresponde aquela em que pode ocorrer fusão incipiente, ou seja, um ponto menor de fusão, ou aceleração da oxidação e a mínima temperatura correspondente abaixo da qual poderá começar o encruamento.

Para aços ao carbono, por exemplo, a faixa usual de temperaturas varia de 800 °C a 1000 °C. Em aços-liga, as temperaturas empregadas são mais elevadas, devido à estrutura do material. (CHIAVERINI, 1986).

A empresa paranaense que utiliza estes materiais aplica o processo de forjamento de matriz fechada, empregando como material de fabricação destas matrizes o aço AISI H13, que é o aço estudado neste trabalho.

2.2 AÇO FERRAMENTA

Uma definição precisa de aço-ferramenta, satisfatória tanto para o usuário como para o produtor é praticamente impossível. Para o leigo qualquer aço utilizado na fabricação de uma ferramenta é um aço-ferramenta, para o produtor uma grande parte dos aços-ferramentas vendidos é utilizada em aplicações diversas e não somente a de fabricar ferramentas. (MEI e SILVA, 2010).

Embora exista uma quantidade elevada de aços ferramentas, normalizados internacionalmente e desenvolvidos com a finalidade de suprir as mais diversas aplicações e solicitações, a indústria de ferramentaria utiliza uma quantidade reduzida de tipos de aços, os quais apresentam propriedades e desempenho consagrados ao longo do tempo.

Os processos que envolvem a produção desses aços visam atingir um elevado padrão de qualidade para serem aplicados em operações que envolvam a modificação do formato do material tais como: cisalhamento, afiação, forjamento, conformação e injeção.

Esses aços são caracterizados por apresentarem elevadas dureza e resistência à abrasão, normalmente aliados à boa tenacidade e manutenção das propriedades de resistência mecânica, em temperaturas elevadas. Essas características normalmente se mantêm com adição de altos teores de carbono e ligas como W, Mo, V, Mn e Cr. (MEI e SILVA, 2010)

São fabricados por forjamento, pela metalurgia do pó ou por fundição de precisão e são produzidos em quantidades relativamente baixas em fornos elétricos, com rigoroso controle de composição química e homogeneidade do material.

A *American Iron and Steel Institute* - AISI criou um sistema de classificação especialmente para os aços ferramenta. Neste sistema, eles são classificados por grupos de acordo com a sua utilização e/ou composição química e/ou propriedades e/ou método de têmpera. Por exemplo, os aços ferramenta de corte rápido (que têm propriedades mecânicas em comum), os aços ferramenta temperáveis em água, os aços ferramenta para trabalho a frio de alto carbono e alto cromo (que têm composições químicas e aplicações idênticas). Na Tabela 1, podem ser observados os nove grupos criados pelo AISI e seus respectivos símbolos.

Os aços ferramenta para trabalho a quente foram ainda divididos em três subgrupos dependendo do elemento de liga principal. Todos eles contêm cromo em quantidades que podem variar entre os 2 e 12 % e como o próprio nome do grupo indica, são utilizados em aplicações a temperaturas elevadas de trabalho, conforme pode ser observado na Tabela 2.

Tabela 1 - Classificação AISI Aços Ferramenta

Grupos	Símbolo
Aços Ferramenta Temperáveis em Água (Water)	W
Aços Ferramenta Resistentes ao choque (Shock)	S
Aços Ferramenta para Trabalho a Frio Temperável em Óleo (Oil)	O
Aços Ferramenta para Trabalho a Frio Temperável ao Ar (Air)	A
Aços Ferramenta para Trabalho a Frio de Alto C e alto Cr	D
Aços Ferramenta para Moldes	P
Aços Ferramenta para Trabalho a Quente (Hot Working)	H
Aços Ferramenta de Aço Rápido ao W (Tungstênio)	T
Aços Ferramenta de Aço Rápido ao Mo (Molibdênio)	M

Fonte: Adpatado (MEI e SILVA, 2010)

Tabela 2 - Classificação Aços para Trabalho a Quente conforme AISI

Aço Ferramenta para Trabalho a Quente	Símbolo
Ao Cromo	H1 – H19
Ao Tungstênio	H20 – H39
Ao Molibdênio	H40 – H59

Fonte: Adpatado (MEI e SILVA, 2010)

2.3 AÇO FERRAMENTA PARA TRABALHO A QUENTE

Os aços ferramenta para trabalho a quente têm em comum a capacidade de manter a resistência mecânica quando sujeitos, em períodos longos ou repetitivos, a altas temperaturas, como os utilizados em processos de fundição ou trabalho a quente de outros materiais. Em geral emprega-se para trabalho a quente aços de média ou alta liga e na maior parte das vezes com médio teor de carbono (0,25 – 0,60%).

São propriedades necessárias a aços para trabalho a quente (MEI e SILVA, 2010):

- 1- Resistência ao desgaste a altas temperaturas;
- 2- Resistência ao impacto;
- 3- Resistência à erosão;
- 4- Resistência à deformação no tratamento térmico;
- 5- Boa usinabilidade;
- 6- Resistência a trincas a quente (*Heat Cracking*).

Os aços ferramenta do grupo H estão subdivididos em três subgrupos de acordo com o principal elemento de liga utilizado para conferir dureza à alta temperatura. São mais usuais e mais comerciais os ligados ao Cromo (Cr), principalmente H11, H12 e H13. São aplicações típicas dos aços H10 – H13: moldes para fundição, matrizes de forjamento, ferramentas para extrusão a quente, tesouras e todo tipo de matrizes para trabalho a quente envolvendo choque, onde é um fator preponderante a resistência ao impacto. Os aços ferramenta para trabalho a quente ligados ao cromo contêm normalmente 5% de cromo e quantidades significativas de outros elementos, como silício, molibdênio e vanádio. (MEI e SILVA, 2010)

Nos aços ferramentas ao tungstênio e ao molibdênio também são adicionados outros elementos de liga, de modo a se obter um desempenho superior ao dos aços ferramentas para trabalho a quente ao cromo. No Quadro 1 encontram-se as composições químicas típicas de alguns aços ferramenta para trabalho a quente.

Quadro 1 - Composição química Aços Trabalho a Quente - AISI

AISI	Aços para Trabalho a Quente (% massa)							
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V
Aços ferramenta para trabalho a quente - ao Cromo								
H10	0,35-0,45	0,25-0,70	0,80-1,20	3,00-3,75	Máx. 0,30	2,00-3,00	-	0,25-0,75
H13	0,32-0,45	0,20-0,50	0,80-1,20	4,75-5,50	Máx. 0,30	1,10-1,75	-	0,80-1,20
H14	0,35-0,45	0,20-0,50	0,80-1,20	4,75-5,50	Máx. 0,30	-	4,00-5,25	-
Aços ferramenta para trabalho a quente - ao Tungstênio								
H21	0,26-0,36	0,15-0,40	0,15-0,50	3,00-3,75	Máx. 0,30	-	8,50-10,00	0,30-0,60
H25	0,22-0,32	0,15-0,40	0,15-0,40	3,75-4,50	Máx. 0,30	-	14,00-16,00	0,40-0,60
Aços ferramenta para trabalho a quente - ao Molibdênio								
H42	0,50-0,70	0,15-0,40	-	3,75-4,50	Máx. 0,30	4,50-5,50	5,50-6,75	1,75-2,20

Fonte: (TOTTEN, 2006)

Os aços ferramenta para trabalho a quente ao Cromo (H10 - H19) têm uma boa resistência a altas temperaturas inclusive sob condições de impacto. A temperatura de trabalho preserva a resistência mecânica e resistência à fadiga térmica. Este conjunto de características, típicos de moldes de fundição, forjamento ou outro tipo de conformação a quente, é conseguido através de uma composição química com um médio teor de carbono e uma concentração relativamente elevada de cromo e outros elementos de liga formadores de carbonetos. O médio teor de carbono promove boa tenacidade, limitando o teor de carbono da martensita e a quantidade dos carbonetos de elementos de liga. A boa resistência a altas temperaturas é conseguida através da realização de uma têmpera acima dos 1000 °C o que permite a formação de precipitados de carbonetos de cromo, vanádio e molibdênio, estáveis, finos e dispersos após revenido. Estes carbonetos coalescem muito lentamente à temperatura de trabalho. O alto teor em elementos de liga também permite uma excelente temperabilidade, permitindo o endurecimento de seções espessas resfriadas ao ar. (TOTTEN, 2006)

Para minimizar o choque térmico, as ferramentas devem ser aquecidas cuidadosamente antes de iniciarem as operações para as quais foram desenvolvidas. O tempo de vida da ferramenta pode ser aumentado, mantendo a ferramenta quente durante o período no qual está inativa. É imprescindível uma refrigeração adequada para prevenir um aquecimento localizado excessivo, permitindo que esta trabalhe durante mais tempo a uma temperatura uniforme e mais baixa. No caso de matrizes para fundição, é comum utilizar-se arrefecimento interno através de circulação de água. No caso de matrizes para forjamento, este arrefecimento pode ser conseguido através de pulverização com água, óleo ou com jatos de ar. O último método é o mais suave e a pulverização com água o mais severo. Devem ainda ser

tomados alguns cuidados no armazenamento das ferramentas após utilização para a prevenção contra a corrosão. (TOTTEN, 2006)

2.3.1 Aço Ferramenta para Trabalho a Quente – AISI H13

Esses aços constituem a família H e são ligados principalmente ao cromo, com adições de molibdênio e vanádio em quantidades menores. Formam um grupo especial de aços de alta liga, destinados a fabricação de peças metálicas em altas temperaturas, normalmente acima de 500 °C. O mais utilizado dessa família é o AISI H13, numa faixa ampla de dureza, entre 38 – 53 HRC, devendo ser especificada para as condições de aplicação da ferramenta. (ASM HANDBOOK, 1991).

O aço H13 foi desenvolvido para moldes de injeção e extrusão de metais o quente como alumínio, cobre e zinco, bem como para a conformação a quente em prensas e martelos.

Devido a sua composição química, as principais características apresentadas pelo aço AISI H13 são: elevada temperabilidade, elevada resistência ao amaciamento pelo calor, boa resistência ao desgaste em temperaturas elevadas, excelente tenacidade, boa usinabilidade entre os aços-ferramenta, excelente resistência a choques térmicos devidos aos aquecimentos e resfriamentos contínuos, fazendo com que o surgimento de trincas térmicas seja reduzido.

As propriedades finais do aço não dependem somente da dureza após o tratamento térmico, mas da qualidade do material no estado de fornecimento. A NADCA “*North American Die Cast Association*” prevê a qualidade tanto no que se refere ao material, como fornecido, quanto ao tratamento térmico.

Segundo (ASM HANDBOOK, 1991) o aço ferramenta AISI H13 deve possuir a composição química apresentada na Tabela 3:

Tabela 3 - Composição Química Aço AISI H13

Material	%C	%Cr	%Si	%Mn	%Mo	%V
AISI H13	0,32-0,45	4,75-5,50	0,80-1,20	0,20-0,50	1,10-1,75	0,80-1,20

Fonte: Adaptado (ASM HANDBOOK, 1991)

O teor de carbono garante uma faixa de dureza de 38 - 53 HRC combinando resistência ao desgaste com tenacidade. O silício (Si) ajuda a elevar o limite de escoamento do material. O manganês (Mn) atua como desoxidante durante o processo de elaboração do aço no forno elétrico, diminuindo o potencial do oxigênio e efetuando a retirada de uma escória própria de alta basicidade. O cromo (Cr) aumenta a temperabilidade do aço e sua resistência à oxidação.

O molibdênio (Mo) melhora consideravelmente a retenção de dureza do aço em temperaturas elevadas e evita a fragilização quando o aço fica exposto à temperaturas elevadas por um longo período de tempo. O vanádio (V) ajuda no refino do grão austenítico, aumentando a tenacidade do aço. (BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991)

2.4 TRATAMENTO TÉRMICO AÇO FERRAMENTA

Tratamentos térmicos são operações de aquecimento e resfriamento controlados que visam alterar as características de aços e ligas especiais. Uma faixa de temperatura muito ampla engloba o tratamento térmico de aços e ligas especiais, que vai desde o tratamento subzero (temperaturas abaixo de zero °C), até a tratamentos de austenitização de aços rápidos, em torno de 1280 °C, além das diversas taxas de resfriamentos que são empregadas visando a obtenção de estruturas desejadas.

Segundo (MEI e SILVA, 2010) os principais tratamentos térmicos aplicados nos aços da família H13 são:

- RECOZIMENTO - É dividido em recozimento pleno, recozimento subcrítico/alívio de tensões e esferoidização. Tem a finalidade reduzir a dureza do aço, aumentar sua usinabilidade, facilitar o trabalho a frio e atingir a microestrutura ou propriedades desejadas.
- NORMALIZAÇÃO – Consiste na austenitização completa do aço, seguida de resfriamento ao ar. Este tratamento é indicado para homogeneização da estrutura após o forjamento e antes da têmpera ou revenimento.
- TÊMPERA - Consiste no aquecimento do aço até a temperatura acima da linha M_1 (Austenitização) com posterior resfriamento do aço, a uma velocidade rápida o suficiente para que se evitem as transformações perlíticas e bainíticas na peça. A estrutura obtida pelo processo é metaestável conhecida por martensita. Devido às curvas TTT (temperatura, tempo e transformação) serem diferentes para os diversos tipos de aço, a taxa mínima de resfriamento necessário (velocidade crítica) para evitar transformações bainíticas e perlíticas varia em faixa bastante larga. Os fatores que afetam a temperabilidade são: elementos de liga dissolvidos na austenita (exceto o cobalto), granulação grosseira da austenita, homogeneidade da austenita, ausência de inclusões ou precipitados, para dificultar a nucleação de compostos difusionais.

- REVENIMENTO – Após o processo da têmpera e com a formação da martensita que é extremamente dura e frágil corre-se o risco de peças trincarem, sendo necessária a realização do revenimento para se atingir valores adequados de resistência mecânica e tenacidade. Este tratamento consiste em aquecer uniformemente até uma temperatura abaixo da austenitização, mantendo-se esta temperatura por tempo suficiente para a equalização de temperatura para obtenção das propriedades desejadas. Aços como o aço ferramenta, de alta temperabilidade, são normalmente revenidos duas vezes. O primeiro revenimento objetiva o alívio de tensões, revenimento da martensita e precipitação dos carbonetos na austenita retida e o segundo revenimento tem a função de revenir esta nova martensita. O tratamento de duplo revenimento é muito eficiente na estabilização dimensional de ferramentas.
- TRATAMENTO SUBZERO (TRATAMENTO REALIZADO ABAIXO DE 0 °C) - Trata-se do resfriamento de um aço a uma temperatura abaixo de zero grau para que a austenita retida se transforme em martensita. Este tratamento é indicado em peças onde a variação dimensional, em trabalho, se limita à variação determinada pelo coeficiente de dilatação térmica do aço, isto é, sem acrescentar as variações dimensionais acarretadas quando ocorrem as transformações cristalográficas da austenita em martensita. (COLLINS, 1996)

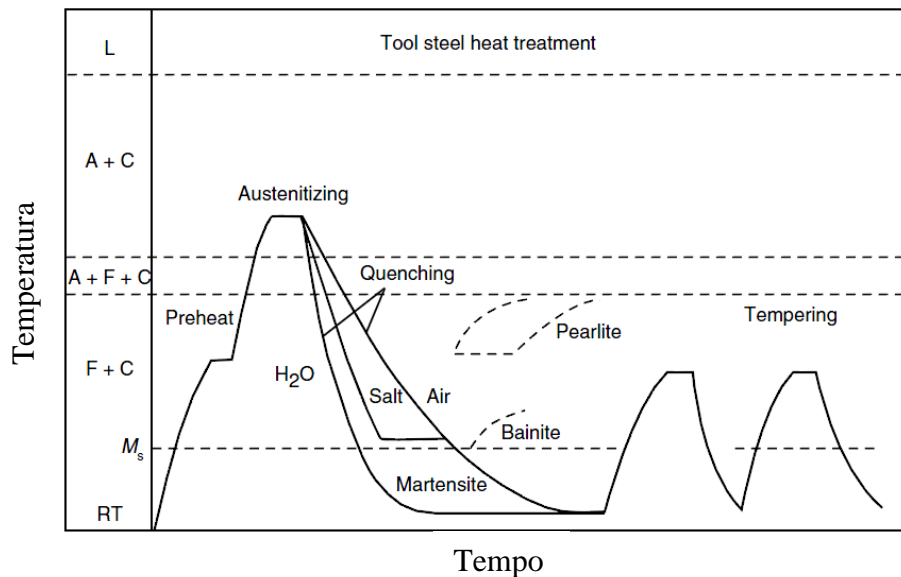
A combinação de propriedades dos vários grupos de aços ferramentas é substancialmente em função do tratamento térmico determinado para cada um. Invariavelmente, o tratamento térmico final de um aço ferramenta é constituído por três fases: Aquecimento até a fase austenítica, resfriamento para transformar a austenita em martensita (ou bainita) e revenimento para eliminar a eventual austenita retida (residual), alívio das tensões internas e formar carbonetos na martensita.

A microestrutura típica endurecida de um aço ferramenta consiste em martensita revenida, contendo vários carbonetos de ferro dispersos e de elementos de liga. O teor de carbono e elementos de liga aumenta a temperabilidade, promovendo a formação de martensita no resfriamento. Quanto maior o teor em carbono e elementos de liga sobressaturados na austenita, maior a quantidade de carbonetos que se formarão no resfriamento. Quanto maior for o teor em carbono da martensita e a quantidade de carbonetos

nela presente, maior será a dureza e a resistência ao desgaste da microestrutura, diminuindo, por consequência, a sua tenacidade. (MEI, 2010; TOTEN,2006)

A Figura 3 apresenta um diagrama TTT típico de tratamento térmico de um aço ferramenta para trabalho a quente. Podemos observar que para atingirmos a microestrutura desejada é necessário elevar até a temperatura de austenitização (entre os 980 e 1050 °C) e resfriá-lo ao ar, água, óleo ou banho de sais.

Figura 3 - Diagrama TTT típico de um aço ferramenta

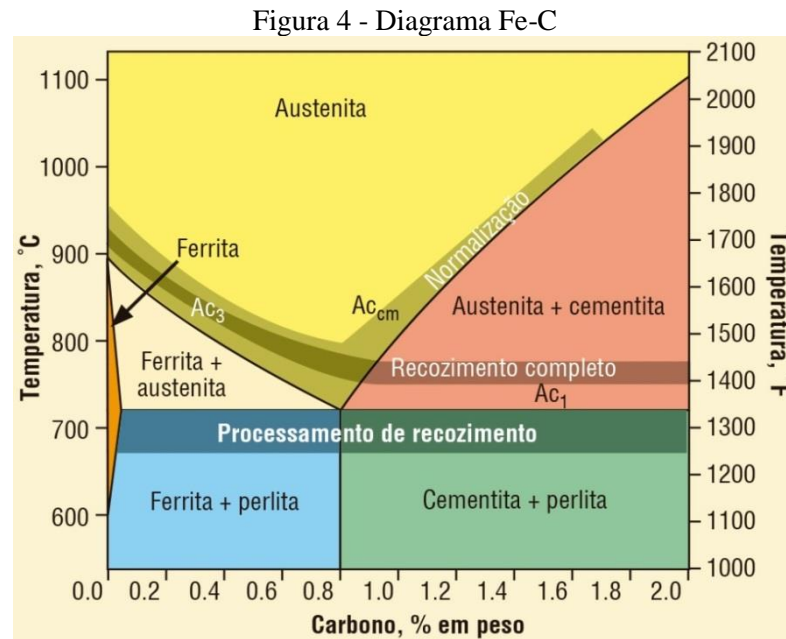


Fonte: (TOTEN, 2006)

2.4.1 Rezoimento – AISI H13

Como já mencionado anteriormente, existem três tipos de recozimento. O recozimento pleno, o recozimento subcrítico para alívio de tensões e a esferoidização. O recozimento pleno em aços ferramenta AISI H13 é realizado a uma temperatura entre 845 a 900 °C em um forno com atmosfera controlada, ou com parte de um composto neutro, a fim de evitar decarbonização. Ao atingir esta temperatura a mesma deve permanecer durante certo tempo para equalizar a temperatura da peça, sendo resfriada em duas etapas: primeiro lentamente, dentro do forno, até cerca de 480 °C e em seguida ao ar, à temperatura ambiente. Este tratamento deve resultar em uma microestrutura completamente esferoidizada sem contorno de grão. (KRAUSS, 2005)

O recozimento subcrítico para alívio de tensões ocorre a uma temperatura menor, bem abaixo da linha AC_1 , como pode ser visto na Figura 4, seguido de resfriamento lento ao forno até 600 °C, com posteriormente resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. (ASM HANDBOOK, 1991)

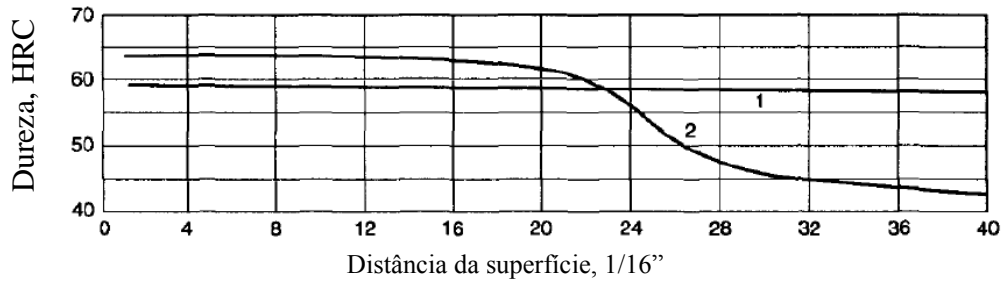


Fonte: Adaptado (CALLISTER, 2008)

2.4.2 Têmpera – AISI H13

Todos os aços ferramenta tipo H têm boa temperabilidade. Na Figura 5 observam-se duas curvas de dureza após a têmpera em função da distância da superfície de dois aços ferramenta ao cromo, com e sem molibdênio. É sabido que o tungstênio tem pouca influência na temperabilidade, porque na temperatura de austenitização este elemento encontra-se sob a forma de carbonetos estáveis. Portanto, o aumento da temperabilidade se deve ao cromo e ao molibdênio. O Silício eleva os limites de escoamento de resistência dos aços. Prejudica o alongamento, a tenacidade e a condutividade térmica. Reduz a formação de carbonetos porque de certa forma auxilia a decomposição da cementita em ferrita. (ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004)

Figura 5 - Profundidade de têmpera do aço ferramenta H12

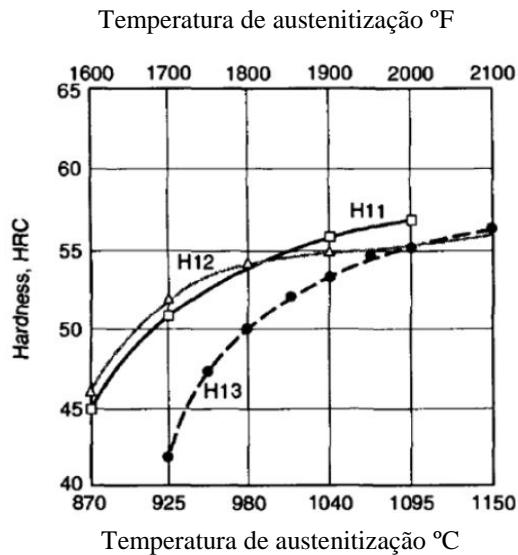


Curve	Type	Composition, %					Austenitizing temperature	
		C	Si	Cr	W	Mo	°C	°F
1	H12	0.35	0.92	4.76	1.42	1.45	1010	1850
2	...	0.96	0.29	3.93	1010	1850

Fonte: (GEORGE ROBERTS, 1998)

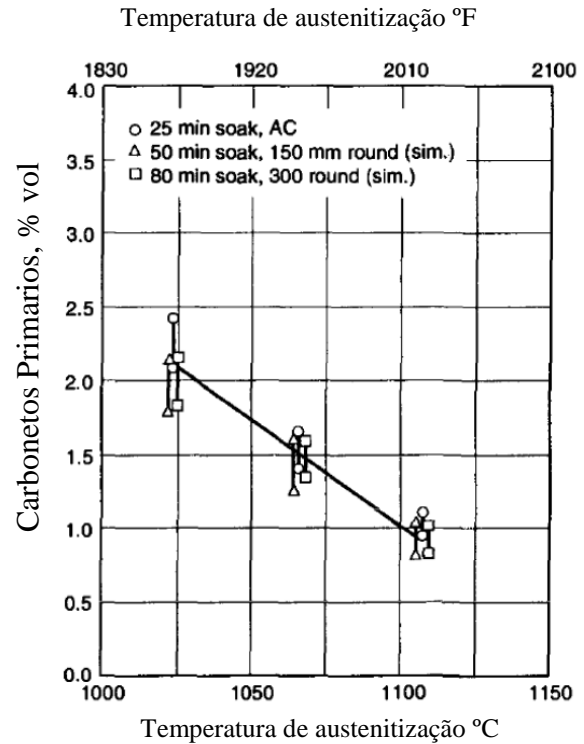
Na Figura 6, pode-se observar o efeito da temperatura de austenitização na dureza de alguns aços ferramenta para trabalho a quente, temperados ao ar. Para temperaturas de austenitização mais baixas, a dureza é inferior, devido estar associada a uma austenita mais pobre em elementos de liga e consequentemente menos temperável.

Figura 6 - Curva dureza x aços ferramentas



Type	Composition, %						Specimen size
	C	Si	Cr	W	Mo	V	
H11	0.38	1.00	5.25	...	1.35	0.50	1 (diam) × 3 in.
H12	0.35	1.00	5.00	1.30	1.60	0.30	...
H13	0.40	1.00	5.25	...	1.20	1.00	...

Figura 7 - % Vol de carbonetos primários, na matriz do aço H13 x temperatura de austenitização.



Fonte: (KRAUSS, 2005)

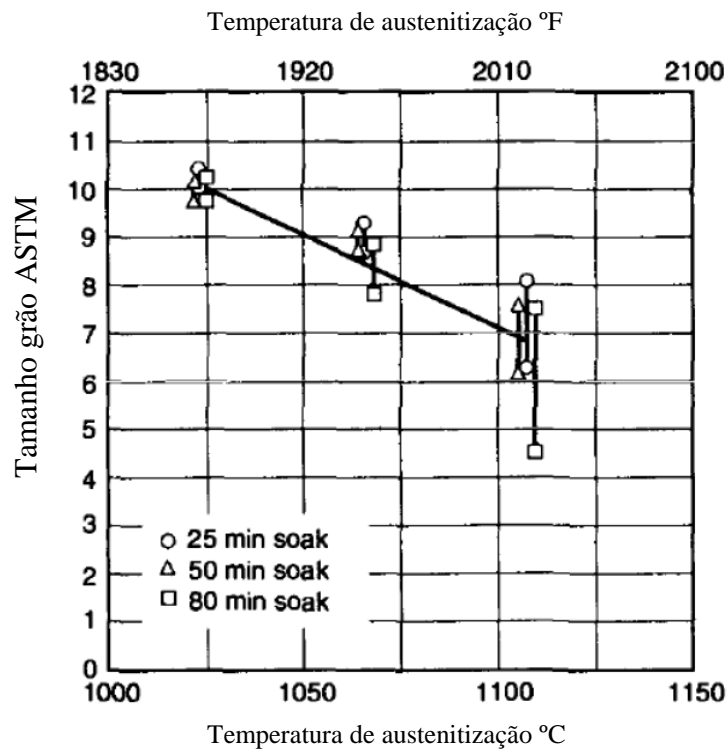
A temperatura de austenitização do aço é de fundamental importância nas propriedades do mesmo após tratamento térmico. No sentido de se obter uma maior tensão de escoamento, deve-se procurar evitar um crescimento de grão no processo de austenitização já que isto levaria a uma fragilização da martensita e possíveis surgimentos de trincas. A presença de vanádio atua positivamente no controle do tamanho de grão da austenita, assim sendo, a temperatura de austenitização deve garantir a dissolução dos elementos cromo e molibdênio, porém deve evitar a total dissolução do vanádio. Desta forma, se garante um pequeno tamanho de grão da martensita após o resfriamento do aço. No tratamento térmico de revenido se busca então, através da precipitação de carbonetos secundários, obter as propriedades desejadas, ou seja, elevada tensão de escoamento associada ao máximo de ductilidade. (TOTTEN, 2006)

A dissolução de carbonetos durante a austenitização é maior, quanto maior a temperatura de austenitização e a manutenção nesta temperatura, para o aço ferramenta H13, como ilustrado na Figura 7. Relativamente à microestrutura recozida inicial, a fração de carbonetos diminui para 2% após austenitização a 1025 °C e para 1% após austenitização a 1105 °C.

Para temperaturas de austenitização mais baixas podem ser encontrados três tipos de carbonetos: carbonetos de vanádio, do tipo MC; carbonetos de molibdênio / ferro, do tipo M_6C e carbonetos de cromo / ferro, do tipo M_7C_3 . (GEORGE ROBERTS, 1998)

Para temperaturas de austenitização mais altas, rondando os 1100 °C, apenas os carbonetos de vanádio MC permanecem na microestrutura, sendo os restantes dissolvidos. Contudo, a dissolução de carbonetos provocada pela temperatura de austenitização mais alta é acompanhada por um aumento do tamanho de grão austenítico. A Figura 8 mostra o aumento do tamanho de grão austenítico com o aumento da temperatura de austenitização para o aço H13 – quanto maior o índice ASTM, menor o tamanho de grão. O tempo de austenitização tem pouca influência no tamanho de grão para as temperaturas de austenitização próximas dos 1000 °C e o uso de altas temperaturas de austenitização além de reduzir a ductilidade e a tenacidade, causam aumento do tamanho de grão, porém a utilização de tempos de encharque reduzidos tendem a minimizar esses efeitos (TOTTEN, 2006; GEORGE ROBERTS, 1998)

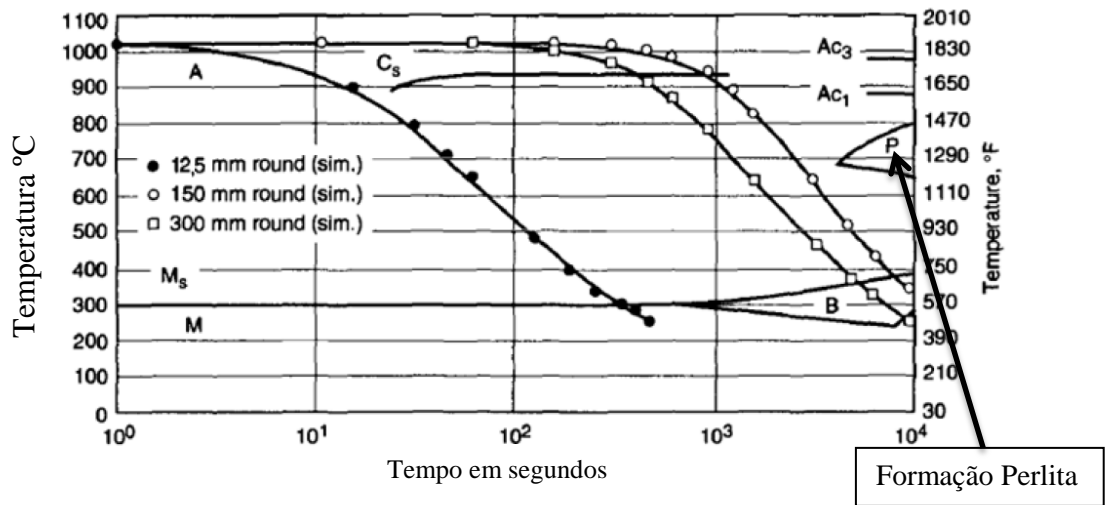
Figura 8 - Índice ASTM tamanho de grão austenítico H13 x temperatura austenitização



Fonte: (ASM HANDBOOK, 1991)

Embora os aços ferramenta para trabalho a quente ao cromo tenham boa temperabilidade, não significa que esta possa produzir uma estrutura inteiramente martensítica em ferramentas de seções muito espessas. No diagrama TTT que pode ser visualizado na Figura 9, de amostras de seção circular de aços H13 austenitizados a 1030 °C, nas seções maiores a microestrutura predominante é bainítica ao invés de martensítica, devido a sua menor taxa de resfriamento. Já a amostra de menor seção, 12,5 mm de diâmetro obtém-se uma microestrutura inteiramente martensítica, por sua alta taxa de resfriamento. (GEORGE ROBERTS, 1998; KRAUSS, 2005)

Figura 9 - Diagrama TTT H13 austenitizados a 1030 °C

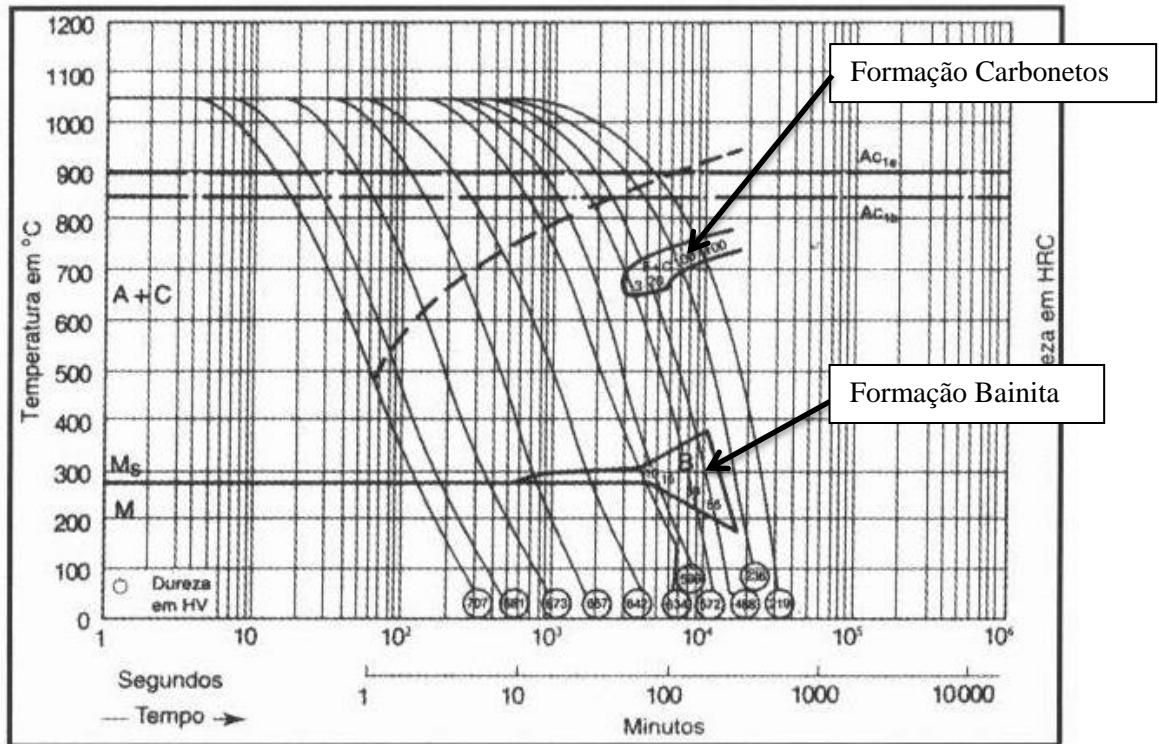


Fonte: (GEORGE ROBERTS, 1998; ASM HANDBOOK, 1991)

Na Figura 10, temos um diagrama TTT de um aço AISI H13 demonstrando todas as microestruturas que podem ser formadas em função da temperatura.

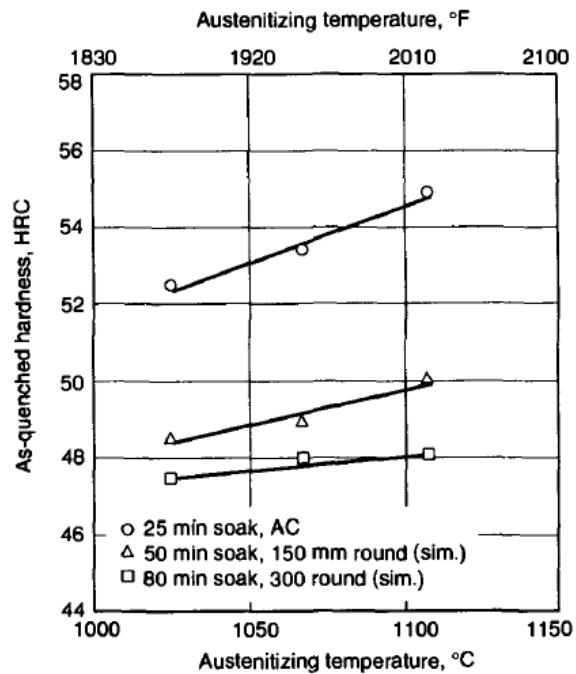
Na Figura 11, podemos analisar a dureza após a têmpera do aço H13 em função da temperatura de austenitização e diâmetro da amostra. A dureza superior das amostras de menor espessura é consistente com a microestrutura inteiramente martensítica e aumenta com o aumento da temperatura de austenitização e à medida que mais carbono e elementos de liga estão sendo dissolvidos na austenita, que conseqüentemente ficam aprisionados na martensita durante o resfriamento. Também se espera maior quantidade de austenita retida nas amostras austenitizadas a uma temperatura mais elevada, no entanto isto não é suficiente para fazer diminuir a dureza. A dureza da microestrutura bainítica das amostras mais espessas é significativamente menor, podendo-se afirmar que nestes casos a dureza da bainita é pouco afetada pela temperatura de austenitização. (GEORGE ROBERTS, 1998; KRAUSS, 2005).

Figura 10 - Diagrama TTT aço AISI H13



Fonte: (UDELLHOLM, 2014)

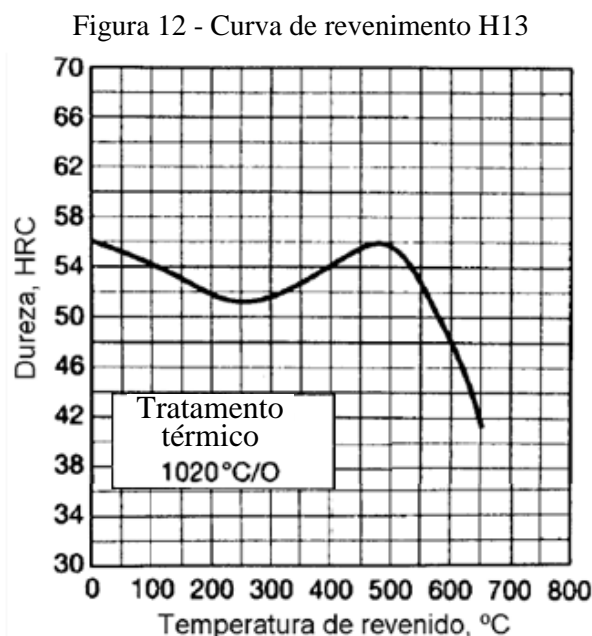
Figura 11 - Dureza pós têmpera x temperatura e tempo austenitização



Fonte: (GEORGE ROBERTS, 1998)

2.4.3 Revenimento – AISI H13

Os aços ferramenta para trabalho a quente ao cromo têm uma boa resistência ao amaciamento durante o revenido, uma característica que se traduz num bom desempenho no trabalho. A dureza do aço H13 em função da temperatura de revenimento está apresentada na Figura 12. A curva de revenimento deste aço inicia-se com uma dureza semelhante à dureza após têmpera, apresentando um pequeno pico de dureza próximo dos 500 °C. Este pico é conhecido como endurecimento secundário. O principal elemento responsável pelo endurecimento secundário é o vanádio que precipita na forma de carbonetos de vanádio do tipo MC^1 , onde a letra M representa coletivamente todos os tipos de átomos de metais. (THELNING, 1984). Ocorrem ainda precipitações de outros carbonetos, como a cementita, que se forma a partir da austenita retida para temperaturas inferiores à do pico de endurecimento e carbonetos de cromo do tipo M_7C_3 e de molibdênio do tipo M_6C a temperaturas superiores à do pico de endurecimento. Os carbonetos formados, com exceção dos carbonetos de vanádio, crescem rapidamente e não contribuem significativamente para a resistência ao amaciamento a quente. (GEORGE ROBERTS, 1998; KRAUSS, 2005)



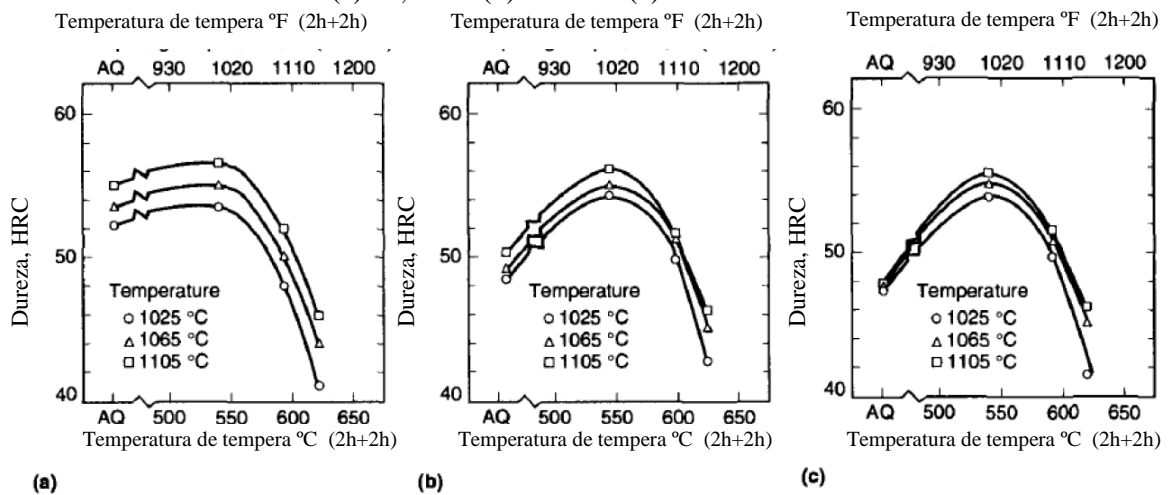
Fonte: (JÚNIOR, 2003)

¹ MC – carboneto rico em vanádio, podendo conter molibdênio e tungstênio, em baixa concentração, dissolvidos

Os aços para trabalho a quente ao cromo são normalmente revenidos duas vezes, a fim de se obter uma dureza entre 44 e 53 HRC. Para aplicações onde a ferramenta está sujeita a choques extremos, a sua dureza deve estar no intervalo de 40 e 44 HRC. Para se obter estas durezas, o revenido deve ser realizado a uma temperatura superior à do pico de endurecimento.

O revenimento de microestruturas bainíticas, formadas no resfriamento mais lento de seções espessas, também produz endurecimento secundário. Na Figura 13, se pode observar o efeito da temperatura de austenitização em relação ao revenimento de amostras com diferentes diâmetros. As amostras de menor diâmetro, 12,5 mm, apresentam uma microestrutura martensítica após têmpera. O aumento da dureza produzido pelo aumento da temperatura de austenitização persiste ao longo de toda a gama de temperaturas de revenimento, atingindo um valor máximo no intervalo de 500 a 550 °C. Este endurecimento ocorre devido à precipitação de carbonetos do tipo MC ricos em vanádio. Há um reforço da precipitação de carbonetos quando se utilizam temperaturas de austenitização mais elevadas. (GEORGE ROBERTS, 1998; KRAUSS,2005)

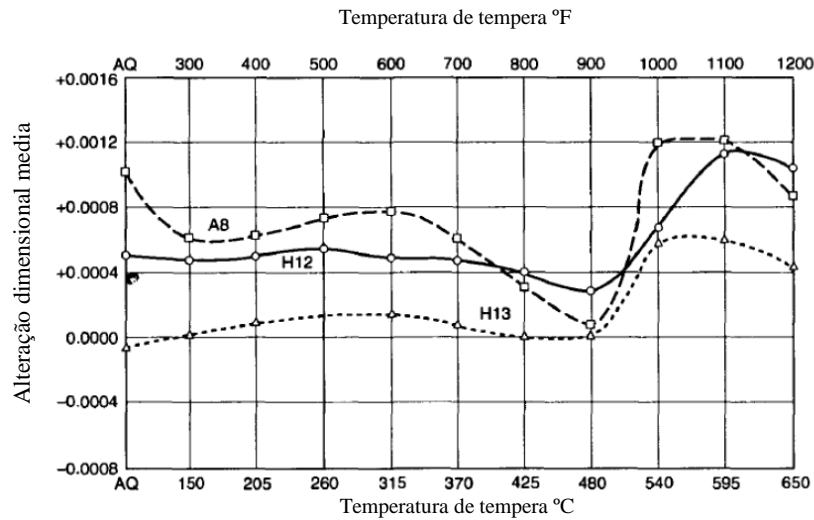
Figura 13 - Curvas de revenimento H13 em função da temperatura de austenitização para resfriamento ao ar. Diâmetro das amostras (a) 12,5 mm (b) 150 mm (c) 300 mm



Fonte: (GEORGE ROBERTS, 1998)

As alterações dimensionais médias produzidas durante o tratamento térmico do aço ferramenta H13 podem ser observadas na Figura 14. Dentre os aços ferramentas testados, o H13 é que apresenta a menor variação dimensional, que ocorre mais significativamente em tratamentos de revenimento realizados acima dos 480 °C, o que é consistente com a transformação de expansão da austenita residual. (BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991)

Figura 14 - Efeito da temperatura de revenimento nas alterações dimensionais de alguns aços ferramentas



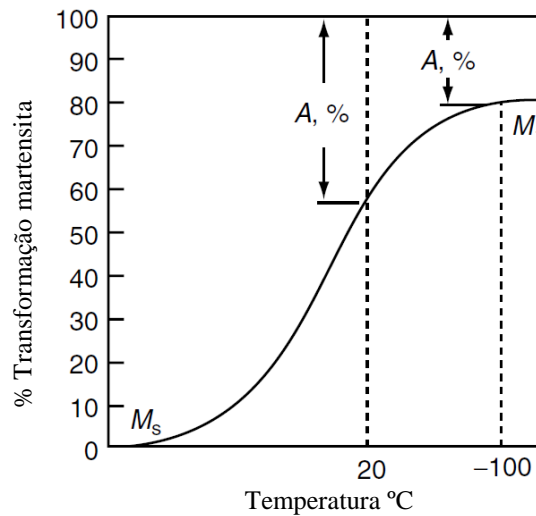
Fonte: (GEORGE ROBERTS, 1998)

O tratamento adequando dos aços ferramenta para trabalho a quente é aquele que resulta na dureza e na tenacidade pretendidas, com uma microestrutura constituída por martensita revenida e carbonetos finos e uniformemente distribuídos. (GEORGE ROBERTS, 1998; KRAUSS,2005)

2.4.4 Austenita Retida – AISI H13

Uma característica da transformação martensita em aços é que a transformação da austenita em martensita nunca é completa. A Figura 15 mostra a quantidade de martensita formada em função da diminuição da temperatura M_s - M_f (curva martensita). A transformação começa no ponto M_s , e a quantidade de martensita aumenta com a diminuição da temperatura. O fim da transformação corresponde à temperatura M_f . A esta temperatura uma quantidade de austenita ainda resta (A,%). (TOTTEN, 2006; ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004)

Figura 15 - Curva transformação martensita



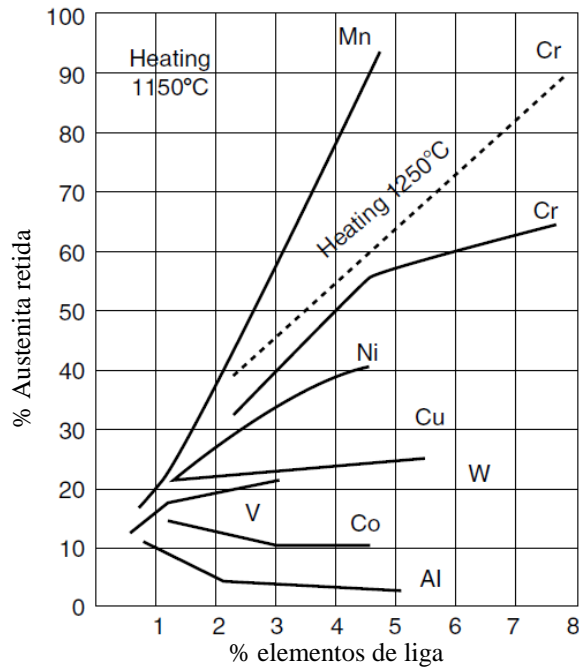
Estudos mostram que as curvas da martensita de diferentes tipos de aço, aço carbono e aços de ligas com diferentes elementos e em quantidades diferentes, apresentam aproximadamente o mesmo comportamento. De acordo com a Figura 15, se a temperatura final da martensita é inferior à temperatura ambiente, a quantidade de austenita retida deve, em geral, ser mais elevada, quanto menor for o ponto da martensita M_s (inicial). Estritamente falando, a quantidade de austenita retida depende do intervalo de temperatura onde se forma a martensita, ou seja, da diferença de temperatura M_s - M_f . (TOTTEN, 2006; ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004; BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991)

Conforme CHIAVERINI, 2008 as curvas de transformação da martensita (M_s e M_f) também são afetadas dependendo dos elementos de liga ou da quantidade de carbono presentes em um aço liga. Quando isto ocorre, uma nova estrutura pode aparecer quando o resfriamento se dá até a temperatura ambiente, pois ocorre um rebaixamento da linha M_f e a transformação total da austenita não ocorre, podendo formar a chamada austenita retida.

Outro aspecto importante é a influência dos elementos de liga na formação da austenita retida formada durante a têmpera dos aços, e que deve corresponder à sua influência sobre a posição da martensita inicial – M_s . Os dados experimentais disponíveis mostram que elementos de liga podem abaixar e levantar a linha da martensita inicial, diminuindo a quantidade de austenita retida. (Figura 16). Além disso, uma determinada sequência na disposição dos elementos de liga é observada a partir do ponto de vista da sua influência quantitativa. Nota-se que a maior quantidade de austenita retida, em conformidade com a sua influência sobre a posição do ponto de martensita inicial, está relacionada com a presença de

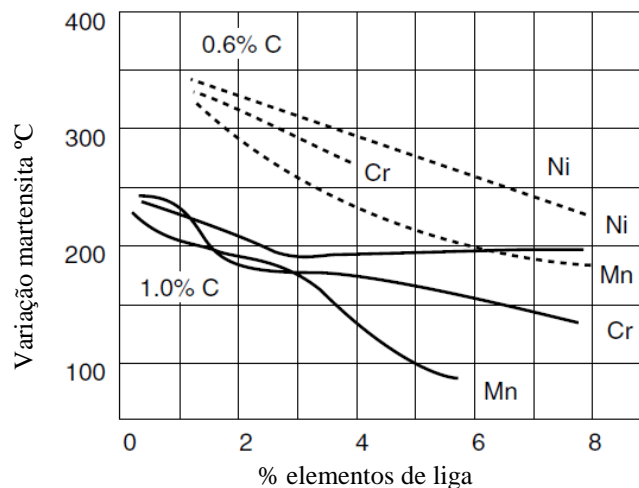
elementos de liga como o Mn, Cr, Ni, etc. A Figura 17 e 17 mostram a influência destes elementos sobre a formação de martensita. (TOTTEN, 2006)

Figura 16 - Influência de elementos de liga na quantidade de austenita retida em aço temperado (1% C)



Fonte: (TOTTEN, 2006)

Figura 17 - Influência dos elementos de liga na formação da martensita em aços com 0,6 e 1% C



Fonte: (TOTTEN, 2006)

Nos aços liga, o ponto da martensita M_s diminui mais, deixando mais estreito o alcance da martensita sob a influência do carbono. Por conseguinte, a influência do carbono na

quantidade de austenita retida é muito mais forte do que a dos elementos de liga. Um aumento no percentual de C nos aços cromo-níquel de 0,4-0,6% aumenta a quantidade de austenita retida aproximadamente 8,5% após têmpera. Um aumento no teor em Ni do mesmo aço de 1 a 4% traz a quantidade de austenita retida a aproximadamente 6% apenas. O fato de que o carbono promove a maior retenção de austenita durante têmpera é especialmente desfavorável para aços ferramenta de baixa liga. (ALTAN, NGAILE e SHEN, 2004)

Em vários aços liga um dado elemento favorece a formação de uma maior quantidade de austenita retida do que somatória sugere. No entanto, em vários aços ligas a relação entre a redução do ponto de martensita sob a influência de um determinado elemento e um aumento na quantidade de austenita retida causada pelo mesmo elemento persiste. (BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991)

Outro ponto importante é que além do teor de carbono e elementos de liga, outros fatores podem influenciar a quantidade de austenita retida formada durante a têmpera. O mais importante destes é a velocidade de resfriamento abaixo do ponto da martensita M_s , seguido da temperatura da realização da têmpera.

A taxa de resfriamento do aço não tem qualquer influência sobre a posição do ponto de martensita, mas afeta o processo de transformação da martensita de uma determinada maneira. Um pouco abaixo do ponto de M_s , com o resfriamento mais lento, verifica-se um aumento da transformação da austenita em martensita. A capacidade da austenita isotermicamente se transformar em martensita a temperaturas um pouco mais baixas do que o ponto M_s é observada nesta região de transição. A temperaturas próximas da temperatura final da martensita M_f , mas dentro do intervalo de M_s - M_f , quando uma quantidade significativa de martensita já foi formada, a aceleração do resfriamento favorece uma transformação mais completa. Aqui, um fenômeno chamado de estabilização da austenita entra em jogo. Na região da temperatura final da martensita M_f , a transformação da austenita é menos propensa. Com o resfriamento lento dos processos de estabilização da austenita a sua transformação prossegue mais lentamente. A estabilização da austenita está associada com o estresse de relaxamento. Quanto maior for o tempo de retenção, maior é a relaxação de tensão e tanto maior deve ser o grau de resfriamento do metal necessário para acumular tensões requeridas para a transformação de a martensita continuar. (TOTTEN, 2006)

2.5 OBJETIVO

Estudar a relação entre a microestrutura, as propriedades mecânicas e os tratamentos térmicos empregados em aços H13 de dois fabricantes distintos, utilizados na fabricação de matrizes para forjamento a quente.

2.6 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar tratamentos térmicos: recozimento, têmpera e duplo revenimento em amostras como recebidas dos fabricantes;
- Avaliar através das técnicas de caracterização, microscopia óptica - MO, microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (DRX), Dureza Rockwell e técnica de excitação por impulso (TEI) o comportamento dos aços H13 de origem nacional e estrangeira antes e após os tratamentos térmicos.

3 METODOLOGIA

3.1 AÇO FERRAMENTA UTILIZADO

O aço estudado tem designação AISI H13 e foi adquirido da empresa Schmolz + Bickenback com a designação comercial de THYROTHERM 2367 EFS, de origem estrangeira, e da empresa Bohler Uddelholm com a designação comercial de W302 B-U H13, de origem nacional, conforme dimensões descritas na Tabela 4.

Tabela 4 - Tabela de materiais recebidos H13

Fabricante	Material	Dimensão Fornecida	Origem
Schmolz + Bickenback	Thyrotherm 2367	Diam. 26,5 x 150 mm	Estrangeira
Bohler Uddelholm	W302 B-U H13	Diam. 25,8 x 150 mm	Nacional

Fonte: Arquivo Próprio (2014)²

A Tabela 5 apresenta as composições químicas dos materiais enviados pelos fornecedores juntamente com a composição química de um material AISI H13, conforme norma (ASM HANDBOOK, 1991). Comparando a composição química dos materiais recebidos, com a do aço AISI H13, verifica-se que as mesmas encontram-se dentro dos limites estabelecidos.

Tabela 5 - Composição Química H13 - Catálogos

Material	%C	%Cr	%Si	%Mn	%Mo	%V
Thyrtherm 2367	0,37	5,00	0,40	0,45	3,00	0,60
W302 B-U H13	0,39	5,20	1,10	0,40	1,40	0,95
AISI H13 - Norma	0,32-0,45	4,75-5,50	0,80-1,20	0,20-0,50	1,10-1,75	0,80-1,20

² Todas as tabelas, figuras e gráficos cujas fontes não são citadas no trabalho são de autoria própria.

3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Os materiais recebidos foram cortados em cortadeira Metalográfica marca Teclago, modelo CM 60, pertencente ao Laboratório de Materiais do IFPR – Campus Paranaíba, em espessura de 5 mm e posteriormente cortados em 4 partes, onde foram numeradas para controle, conforme Figura 18.

Figura 18 - Modelo de amostra, exemplo do material W302 H13 – BOHLER



3.2.1 Tratamentos Térmicos – AISI H13

Após cortadas, as amostras foram separadas para serem tratadas termicamente, Tabela 6. Esta rotina foi replicada para os dois tipos de materiais recebidos, sendo realizadas duplicatas destas amostras na realização dos tratamentos térmicos. Para os tratamentos térmicos foi utilizado um forno resistivo com atmosfera controlada disponível no Labmat – DEM, forno que foi desenvolvido no laboratório GPCM da Unicamp, Figura 19.

Tabela 6 - Separação amostras cortadas

Nº Amostra	Tratamento Recebido
01	Sem tratamento
02	Recozimento
03	Recozimento + Têmpera
04	Recozimento + Têmpera + Duplo Revenimento

Figura 19 - Visão forno resistivo com atmosfera controlada - Labmat - DEM



Para a realização dos tratamentos térmicos, as amostras foram colocadas em um recipiente de alumina para evitar contato com o tubo de quartzo, material utilizado na câmara do forno. Este tratamento térmico foi realizado sob atmosfera rica em argônio. Para garantir este ambiente, foram realizadas duas “lavagens” da atmosfera da câmara do forno, seguindo o seguinte procedimento: foi realizado o vácuo na câmara do forno até pelo menos 3×10^{-3} mmHg por 20 minutos, então se injetou argônio até a pressão interna alcançar cerca de 1 atm. Repetiu-se este procedimento por mais uma vez com o tempo de permanência sob vácuo de 10 minutos. Após isto se injetou argônio até a pressão de 500 mmHg, finalizando-se o processo para início do tratamento térmico.

Conforme fabricantes dos materiais, o aço AISI H13 deve passar por duplo ou triplo revenimento. Neste caso foi escolhido o duplo revenimento pois a empresa em questão opta para tal procedimento.

3.2.1.1 Reozimento

O fornecedor nacional orienta que o recozimento seja feito em uma temperatura entre 750 a 800 °C, com resfriamento lento e controlado dentro do forno a uma velocidade de 10 a 20 °C até 600 °C, e após isto se resfria ao ar. O estrangeiro orienta que seja feito entre 730 a 800 °C, com resfriamento dentro forno. Diante destes aspectos definiu-se que o recozimento ocorreria a uma temperatura de 750 °C com resfriamento dentro do forno até 600 °C e temperatura de resfriamento controlada, para que ambos os materiais pudessem ser tratados de forma idênticos.

Nesta temperatura de 750 °C ocorre um recozimento subcrítico para alívio de tensões. (MEI e SILVA, 2010)

O recozimento foi realizado na temperatura já mencionada, a uma taxa de aquecimento de 10 °C / min, programado através de CLP. Alcançada esta temperatura, foi mantida por 30 minutos e o forno foi programado a resfriar até 600 °C, a uma taxa de resfriamento de 10 °C/min. Atingido o final deste ciclo de resfriamento, o forno foi desligado automaticamente, sua tampa foi aberta e a amostra foi resfriada dentro da câmara forno até a temperatura ambiente.

3.2.1.2 Têmpera

Após o processo de “lavagem” da atmosfera interna do forno, a têmpera ocorreu na temperatura de austenitização de 1050 °C, a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, programado através de CLP. Alcançada esta temperatura, as amostras foram mantidas por 30 minutos e o forno foi aberto e as amostras submersas rapidamente em óleo de têmpera, para alcance da fase martensita.

3.2.1.3 Revenimento

Como dito anteriormente, foi realizado um duplo revenimento em todas as amostras. O primeiro revenimento ocorreu a uma temperatura de 620 °C, com o forno sendo aquecido a uma taxa de 10 °C/min, programado através de CLP. Alcançada esta temperatura foram mantidas as amostras neste ambiente por 15 minutos, o forno foi desligado e as amostras resfriaram dentro do forno até a temperatura ambiente. O segundo revenimento ocorreu a uma temperatura de 420 °C, com o forno sendo aquecido a uma taxa de 10°C/min, sendo o processo de resfriamento idêntico ao do primeiro revenimento.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA

A caracterização das amostras se deu através das análises de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (DRX) e exame de dureza Rockwell C e a Técnica de Excitação por impulso (TEI), onde foi analisado o módulo de elasticidade e o amortecimento destes materiais. Antes de iniciar todos os testes, também foi medida a composição química das amostras nacional e estrangeira que nos foram concedidas.

3.3.1 Composição Química H13

Para confirmação das composições químicas dos materiais H13 recebidos, foram enviadas amostras destes materiais, em formato idêntico ao da Figura 18, sem serem cortadas, para *Villares Metals S/A*, onde foram analisadas em Espectrômetro de Emissão Óptica – Marca: Thermo Scientific – Modelo ARL 4460.

Na espectrometria de emissão óptica, a energia elétrica é transmitida a uma amostra de metal e os átomos vaporizados são excitados para se obter espectros de emissão única para os elementos. Estes espectros de emissão são separados por um monocromador e um detector (tubo fotomultiplicador) detecta a presença e intensidade de cada um para a quantificação e qualificação dos elementos contidos na amostra. Este método de análise não requer nenhum pré-tratamento complexo e dele são obtidos valores quantitativos para várias dezenas de elementos em um material. O tempo para a realização deste método é rápido e leva em torno de um minuto para começar a análise, sendo que o resultado da análise é revelado em pouco mais de dez segundos depois de início.

3.3.2 Microscopia Óptica

De acordo com COLPAERT, 2008, a técnica de um ensaio micrográfico pode ser dividida nas seguintes etapas:

- a) Escolha e localização da seção a ser estudada;
- b) Preparação de uma superfície plana e polida;
- c) Exame ao microscópio sem ataque químico para a observação das ocorrências visíveis;
- d) Ataque químico da superfície por um reagente químico adequado;
- e) Exame ao microscópio pós-ataque químico para observação da textura revelada e;
- f) Obtenção das imagens para estudo dos aspectos observados;

Para este trabalho foi seguido todas as etapas, que serão descritas a seguir.

3.3.2.1 Obtenção de uma superfície plana e polida

Após o corte das amostras, a preparação de uma superfície plana e polida ocorreu utilizando-se uma lixadeira Metalográfica rotatória Polipan-2 da Pantec, sob resfriamento e

lubrificação com água, com a seguinte sequência de lixas de carboneto de silício, conforme o tamanho das partículas abrasivas: #220, #400, #600, #800 e #1200, das seguintes marcas: Metalprisma (lixas de 220 e 600), ATM-Hermes (lixas de 600 e 800), 3M (lixas de 400) e Buehler (lixas de 1200).

A avaliação qualitativa da superfície lixada foi controlada através de um microscópio óptico de bancada, marca ZEISS modelo AXIOSKOP 2 MAT, que pertence ao Laboratório de Microscopia do DEM. A cada mudança de lixa as amostras sofreram rotação de 90°, passando-se para uma lixa com menor tamanho de grão dos abrasivos somente quando a superfície observada apresentava-se isenta de riscos gerados pelo processo anterior de lixamento. Nesta etapa, a cada interrupção do lixamento para análise da superfície, a limpeza das amostras foi feita em água corrente e secagem com jato de ar quente, proveniente de um secador.

Após o lixamento, foi iniciado o polimento com pasta de diamante na sequência: Diamante 6 µm, 3 µm e 0,7 µm, respectivamente. Cada interrupção do polimento para análise da superfície, a limpeza foi feita em água corrente e limpeza com acetona e secagem ao ar quente.

3.3.2.2 Exame ao microscópio sem ataque químico

Conforme COLPAERT, 2008, o exame ao microscópio antes da realização de qualquer ataque tem duas funções. A primeira permite avaliar a qualidade do polimento e a segunda detectar possíveis estruturas que são visíveis nesta condição, tais como trincas, inclusões não metálicas, porosidades, etc.

Nesta etapa, após o último polimento de 0,7 µm, foi verificada a superfície das amostras, a fim de garantir que o processo foi realizado com sucesso.

3.3.2.3 Exame ao microscópio com ataque químico

Para o exame com ataque químico foi utilizada a técnica de tríplice ataque, onde foram aplicados três tipos de ataques nas amostras. Com estes ataques foi possível realizar a caracterização microestrutural e foram utilizados os seguintes reagentes químicos:

- a) Nital 2% (2 mL de HNO₃ diluído em 96 mL de álcool etílico): para a separação da ferrita e austenita retida (claras) das fases martensita e bainita (escuras) e ataque dos

contornos de grãos. As amostras foram atacadas por um tempo entre 10 e 20 segundos, sendo secadas após cada ataque com um secador a uma distância de 50 cm para não queimar a superfície atacada.

Conforme COLPAERT, 2008, a concentração mais usual é 2% e embora seja de uso geral, não é ideal para perlita, por não atacar uniformemente este constituinte. O ataque excessivo da perlita ou ataque à perlita fina resulta em áreas perlíticas muito escuras ou pretas causando confusão na visualização das lametas.

- b) Metabissulfito de Sódio 10% (8,889 g de metabissulfito sódio diluído em 80 mL H₂O destilada): este ataque tem por objetivo destacar a fração volumétrica de austenita retida no aço multifásico. Ao ser atacada, ocorre um escurecimento de toda amostra (tons de cinza e marrom) com exceção da austenita retida que permanece branca. Este ataque permite avaliar a porcentagem de austenita presente na amostra. As amostras foram submersas neste reagente em um Becker por 60 segundos e logo após isto foram deixadas para secar em temperatura ambiente.
- c) Le Pera: neste ataque químico são utilizados dois reagentes: I – solução de 1 g de metabissulfito de sódio diluído em 100 mL de água destilada e II – 4 g de ácido pícrico diluído em 100 mL de etanol, misturando na proporção 1:1. Este reagente possibilita distinguir principalmente a fase bainita (marrom) da fase ferita (azul ou marrom clara). A fase martensita e a austenita retida (denominadas neste trabalho por constituintes MA) aparecem com coloração clara. As amostras foram atacadas neste reagente por um tempo de 20 segundos dentro de um Becker, após a reação foram lavadas com álcool etílico e secas por um secador.

Para COLPAERT, 2008, este reagente é utilizado em diversas aplicações em aços bifásicos e multifásicos.

Para cada um dos ataques químicos realizados foi efetuadas a captura das imagens através do microscópio óptico com uma câmera Canon, modelo G5, acoplada ao mesmo.

3.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Um microscópio eletrônico de varredura (MEV) utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico convencional, o que permite solucionar o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca.

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto,

por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o ânodo. Ele é, em seguida, focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas com um spot menor que 4 nm. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores adequados e convertidas em um sinal de vídeo. (DEDAVID, GOMES e MACHADO, 2007).

As microscopias eletrônicas de varredura foram realizadas pelo microscópio SS-550 da Shimadzu, na COMCAP-UEM. As amostras foram atacadas com Nital 2% com tempo entre 10 e 20 segundos e analisadas sem deposição de metal condutor, uma vez que o H13 é material metálico e condutor.

3.3.4 Difração de raios-X – XRD

Quando um feixe monocromático de raios X, com comprimento de onda λ , incidem num ângulo θ num conjunto de planos cristalinos com espaçamento d , ocorrerá uma difração se a distância extra percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ , seguindo a lei de Bragg, conforme Equação 1.

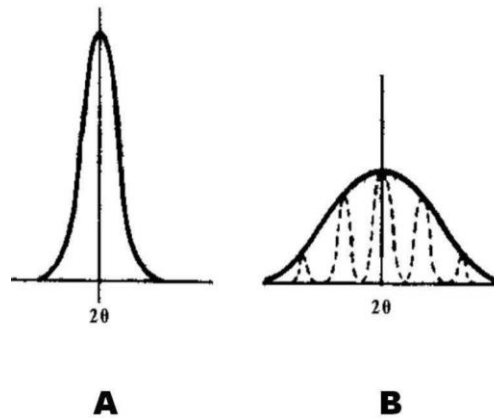
$$n \lambda = 2 d \operatorname{sen} \theta \quad \text{Equação 1}$$

Segundo CALLISTER, 2008, a magnitude da distância entre dois planos, onde ocorrerá a difração, de átomos adjacentes e paralelos, o espaçamento interplanar d_{hkl} , é uma função dos índices de Miller (h, k e l), assim como dos parâmetros da rede cristalina. As direções nas quais ocorre a difração são determinadas pela geometria do reticulado. Os espaçamentos entre os planos (h k l) estão relacionados com os parâmetros de rede e ângulos do reticulado. Para sistemas cúbicos é válida a equação

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \text{Equação 2}$$

Num cristal livre de deformações, o resultado da difração, respeitando a lei de Bragg, é um pico bem definido. Já em um material deformado, campos de compressão fazem com que haja o aumento do ângulo 2θ , enquanto campos de tração fazem com que diminua o ângulo 2θ . Devido à presença desses campos, ocorre a diminuição da intensidade e o alargamento dos picos, conforme a Figura 20.

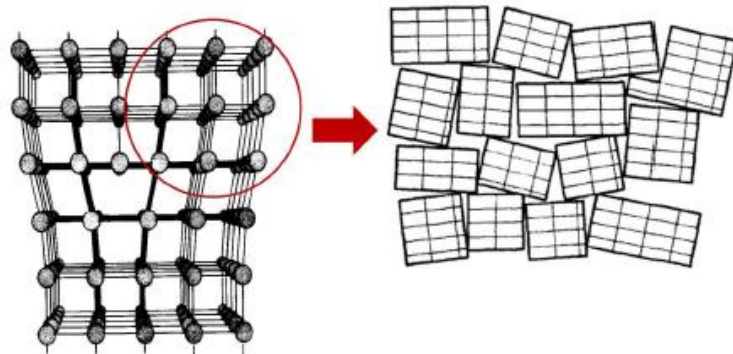
Figura 20 - Representação de dois picos de raios-X. A - representação de um cristal livre de deformação. B - Representação dos picos de cristais deformados



Fonte: (CULLITY, 1978)

Uma representação esquemática de uma rede cristalina e de um cristal mostra que ele é constituído de diversos blocos sobrepostos contendo um pequeno desalinhamento de um em relação ao outro, conforme pode ser observado na Figura 21. (CALLISTER, 2008)

Figura 21 - Ilustração mostrando uma rede cristalina



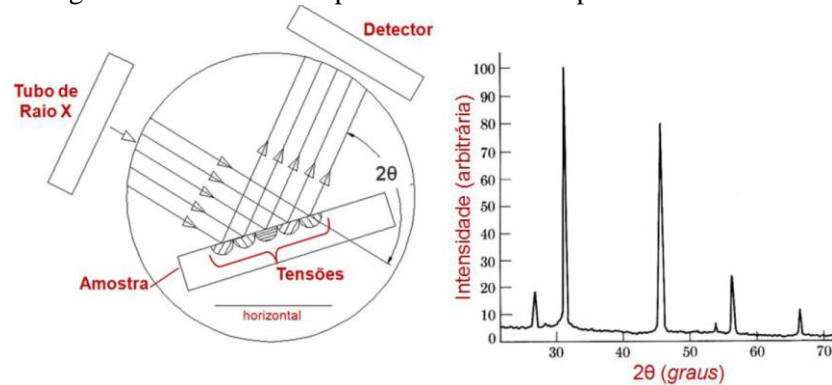
Fonte: Adaptado (CALLISTER, 2008)

O nome de cristalito é dado a cada um desses pequenos blocos individuais. Cristalito também pode ser definido como um conjunto de células sistematicamente agrupadas para formar um domínio coerente de difração. Cada partícula de um material policristalino é

constituída por inúmeros cristalitos, justapostos uns aos outros com diferentes orientações. Em metalurgia, outro termo muito comum usado para designar esses blocos (ou cristalitos) é grão, sendo e que a região entre eles, são as paredes constituídas de discordâncias. Tanto o tamanho de cristalitos quanto as microdeformações residuais são responsáveis pelo alargamento dos picos de difração.

Quando é feita a varredura da superfície de um material utilizando esse método, é obtido um espectro que mostra os picos de difração os quais são característicos para cada material, conforme Figura 22.

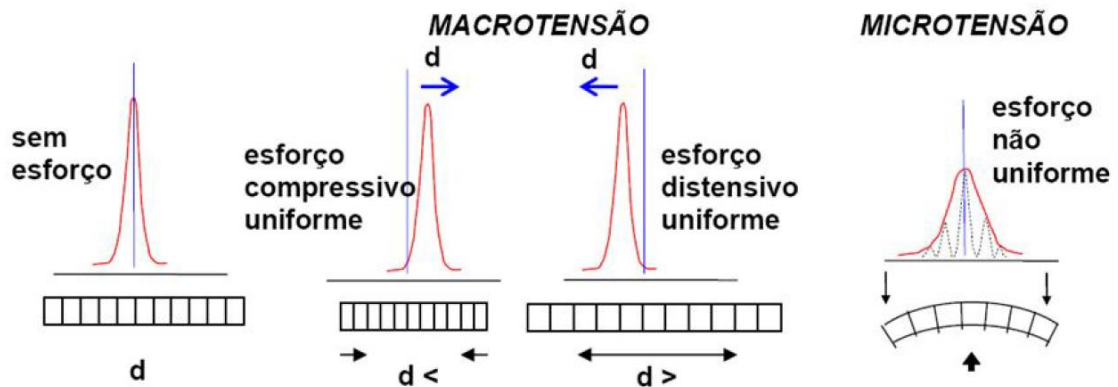
Figura 22 - Varredura superfície amostra e espectro raios-X



Fonte: Adaptado (CALLISTER, 2008)

Se for feita uma comparação entre os picos de um mesmo material, sendo um sem deformação e o outro com deformação plástica (Figura 23), este último poderá aparecer de diversas formas que podem ser formados por ângulos maiores, menores ou simplesmente mais largos. Para ângulos maiores, a distância interplanar é menor quando comparado com o padrão (material sem deformação plástica), logo a tensão residual será de compressão. No entanto, se os ângulos forem menores a distância interplanar será maior, logo a tensão residual será de tração.

Figura 23 - Exemplo de macrotensão e microtensão



Fonte: (JÚNIOR, 2003)

Uma maneira de estimar o tamanho dos cristalitos e simultaneamente a microdeformação é utilizar o gráfico de Williamson-Hall, que é baseado na Equação 3.

$$\beta \cos \theta = \frac{K\lambda}{D + 4\varepsilon \sin \theta} \quad \text{Equação 3}$$

onde $K=0,9$, λ é o comprimento de onda, D é o tamanho médio do cristalito, ε é a deformação, β é a largura à meia altura de um pico de difração e θ é o ângulo (em radianos) referente a cada pico.

Na sequência, é realizado o cálculo conforme Equação 4.

$$\beta = \beta_{medido} - \beta_{instrumental} \quad \text{Equação 4}$$

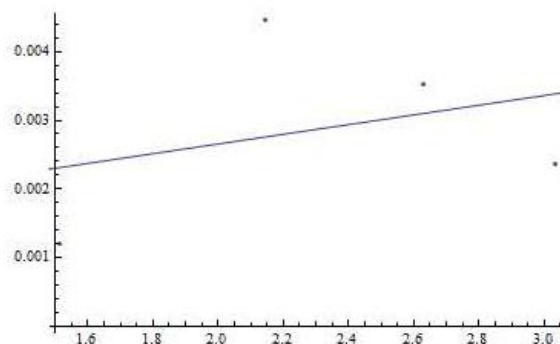
Onde,

$$\beta_{instrumental} = (U \tan^2 + V \tan^2 + W)^{1/2} \quad \text{Equação 5}$$

e, para os valores de U, V e W , foram utilizados os dados experimentais obtidos do Si, que são $U=0,0070$, $V = -0,0055$ e $W = 0,0169$ e o β_{medido} foi obtido analisando cada pico separadamente.

Após isto, monta-se o gráfico $\beta \cos \theta \times 4 \sin \theta$, ordenada e abscissa respectivamente, conforme pode ser visto no gráfico apresentado na Figura 24.

Figura 24 – Exemplo Gráfico Williansom-Hall



Comparando com $y = a x + b$, percebe-se que $y = \beta \cos \theta$, $x = 4 \sin \theta$, $a = \varepsilon$ e $b = K \lambda / D$. Com o ajuste linear dos pontos do gráfico $\beta \cos \theta \times 4 \sin \theta$, obtemos ε e D .

Os padrões de difração foram obtidos com um difratometro Shimadzu XRD-7000, com radiação de $\text{Cu-K}\alpha$. A análise da amostra foi realizada no intervalo 2θ de 10° a 100° , com

passos de $0,02^\circ$, e o padrão de difração obtido foi estudado a partir da análise individual dos picos de difração observados empregando-se uma rotina matemática desenvolvida pelo Dr. Alexandre Magnus G. Carvalho, do Laboratório Nacional de Luz Síncroton.

3.3.5 Ensaio de dureza – Rockwell C

Empregamos o ensaio de dureza para compararmos os valores obtidos em nossas amostras, tratadas e não tratadas termicamente, com os valores fornecidos pela literatura, conforme (ASM HANDBOOK, 1991) e os catálogos fornecidos pelo fabricante dos materiais. Desta forma, poderíamos identificar se as amostras como fornecidas e após tratadas, apresentavam propriedades mecânicas compatíveis com as esperadas.

O ensaio de dureza foi realizado no durômetro digital FR-1e da Future-Tech Corp., conforme, ajustados à escala Rockwell C, com uma carga de 150 kg e com penetrador cônico de diamante 120° , pois a faixa de dureza deste material varia entre 10 e 70 HRC, englobando assim todos os valores possíveis de dureza para aços AISI H13.

Para cada amostra foram realizadas oito medições, calculando as médias e desvio padrão das mesmas.

3.3.6 Técnica Excitação por Impulso

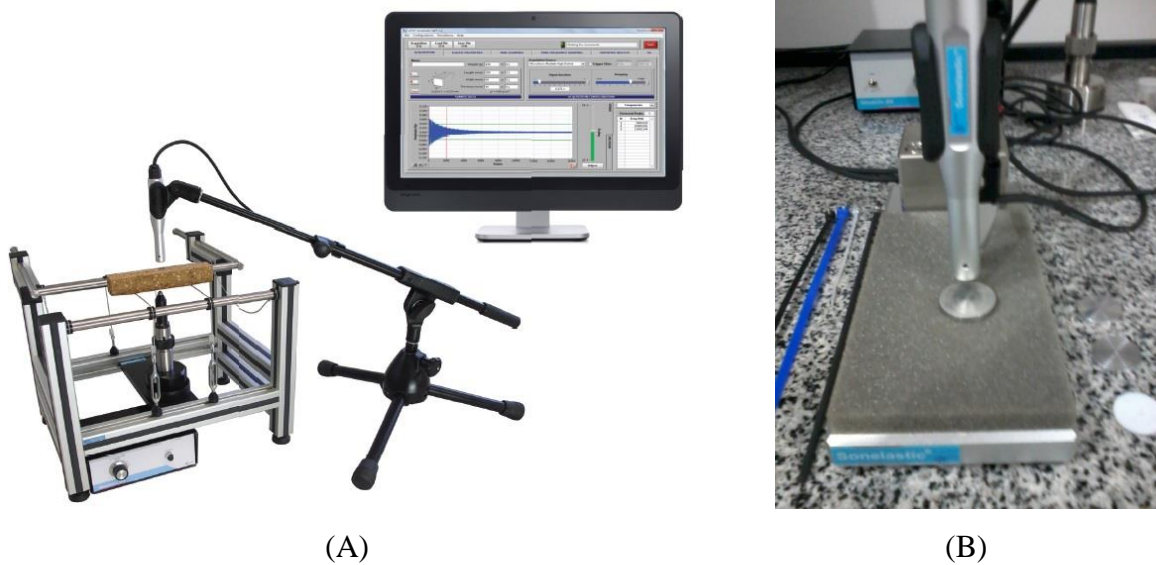
O ensaio de Excitação por Impulso é baseado nas Normas ASTM E 1875 e ASTM E 1876. A técnica é relacionada com a Norma ASTM E 1876 abrange a determinação das propriedades elásticas do material à temperatura ambiente. É possível diante de algumas adaptações nos equipamentos, também, realizar testes em temperaturas criogênicas e altas temperaturas, com modificações nos cálculos para compensar as dilatações e contrações térmicas.

Utilizarmos esta técnica em nossas amostras para verificar as diferenças nas características mecânicas de ambos os materiais, considerando-se os módulos de elasticidade e de amortecimento.

Para esta medição utilizou-se o equipamento Soneslatic® produzido pela ATCP Engenharia Física que mede o módulo de Young, o módulo de cisalhamento e o coeficiente de Poisson de qualquer material rígido em formatos regulares, como barras retangulares, cilindros, anéis ou discos, de acordo com a ASTM E1876-09.

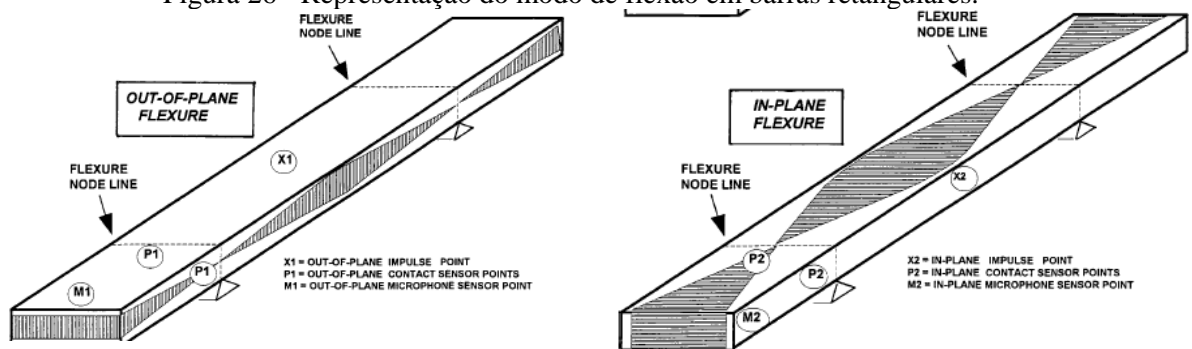
O equipamento consiste de um software, um suporte, um microfone e um pulsador eletromagnético automático, como podem ser vistos na Figura 25.

Figura 25 - (A) Visão Geral equipamento (B) visão do microfone



O módulo de elasticidade pode ser determinado através das frequências de ressonância no modo de flexão, conforme pode ser visto na Figura 26, ou longitudinal de vibração. O módulo de cisalhamento, ou módulo de rigidez, pode ser obtido através dos modos de vibração torcionais. Os Módulos de Young e de cisalhamento são utilizados para calcular o coeficiente de Poisson.

Figura 26 - Representação do modo de flexão em barras retangulares.

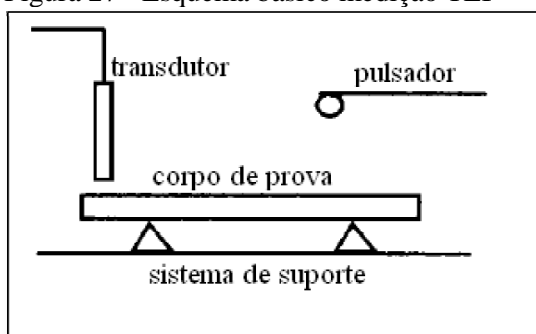


Fonte: Adaptado (ASTM E1876, 2009)

A técnica de excitação por impulso tem por determinar a frequência fundamental de ressonância do corpo de prova, de acordo com as condições de contorno impostas, por excitação mecânica utilizando um dispositivo eletromagnético que pode ser acionado manual

ou mecanicamente. Um transdutor, em contato com o acelerômetro, detecta a vibração mecânica resultante e a converte em sinais elétricos. Estes sinais são analisados e a frequência fundamental de ressonância é isolada e medida pelo analisador que proporciona a leitura numérica que é proporcional, ou a frequência ou ao período de vibração da amostra, conforme modelo da Figura 27. (PEREIRA e CASSOLINO, 2010)

Figura 27 - Esquema básico medição TEI



Fonte: (CASSOLINO e PEREIRA, 2010)

Uma das propriedades medidas por esta técnica é o amortecimento, ou atrito interno, que é uma das propriedades mais sensíveis de materiais e estruturas, tanto em escala macro quanto microscópica, sendo particularmente sensível à presença de trincas e micro-trincas.

O amortecimento de um sistema ou material pode ser classificado de três formas principais: interno, estrutural e fluídico. O interno está associado aos defeitos na microestrutura, granularidade e impurezas do material e a efeitos termoelásticos causados por gradientes locais de temperatura. Já o estrutural está associado a perdas de energia por atrito em juntas, parafusos e articulações semi-rígidas. Por último, o fluídico ocorre por resistência ao arraste em meio fluídico, por exemplo, a conversão de energia cinética de um pêndulo em energia térmica para o ar. (PEREIRA e CASSOLINO, 2010)

O amortecimento ou taxa de amortecimento (ζ) é um fenômeno pelo qual a energia mecânica de um sistema é dissipada (principalmente pela geração de calor e/ou energia). O amortecimento determina a amplitude de vibração na ressonância e o tempo de persistência da vibração depois de cessada a excitação.

Existem diversos métodos para determinação do amortecimento, os quais podem ser obtidos basicamente por dois caminhos: mediante a duração da resposta do sistema a uma excitação transitória (exemplo: método do decremento logarítmico) e em função da resposta do sistema em função da frequência (exemplo: método da largura de meia banda de potência).

O método do decremento logarítmico calcula o amortecimento a partir da atenuação da resposta acústica do material ou estrutura após uma excitação por impulso. O método da largura de meia banda de potência calcula o amortecimento através da análise da frequência do sinal oriundo da vibração, a partir da relação entre a largura de banda e a frequência central de uma ressonância. Ambos os métodos consideram um modelo para os cálculos, normalmente o modelo de amortecimento viscoelástico. A escolha do método depende principalmente da faixa do amortecimento e da frequência de vibração. O método usado neste trabalho é o decremento logarítmico.

O princípio do método de varredura de frequência consiste no estímulo do corpo de prova, mecanicamente ou manualmente, com frequência variável e na busca das frequências de ressonância de vibração dessa amostra. Por meio de relações matemáticas, determinam-se os módulos elásticos a partir das frequências de ressonância. O formato e tamanho da amostra e os tipos de excitação da vibração devem satisfazer as soluções matemáticas estabelecidas e para isto, a geometria mais comum é a com forma de barra de seção transversal quadrada e circular, excitadas longitudinal, flexional e torcionalmente. O tamanho da amostra, geralmente depende do material a ser testado e as dimensões devem ficar em uma faixa de valores, de maneira que as frequências de ressonância estejam dentro dos limites que o equipamento possa medir, principalmente os transdutores.

Este tipo de técnica possui uma incerteza na medida menor que 2%. (CASSOLINO e PEREIRA, 2010)

Para nosso trabalho utilizamos uma amostra de seção circular, idêntica ao da Figura 188, onde foram realizadas três (03) medições em cada amostra, com o pulsador manual. Após isto foram retiradas as médias dos resultados que serão apresentados no próximo capítulo.

A frequência fundamental de ressonância, dimensões e massa dos corpos de prova foram usadas para calcular o Módulo de Young (E) e o módulo de amortecimento.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA H13

A Tabela 7 mostra um comparativo da composição química real medida por um espectrômetro de emissão ótica, com o valor fornecido na ficha técnica do fornecedor do material H13 – W302 – BOHLER de origem nacional. Nota-se que há uma diferença relativamente grande nos percentuais de alguns elementos de liga, o que pode influenciar de forma negativa na vida útil do material. Segundo (MEI e SILVA, 2010)

Tabela 7 - Composição química real material H13 - W302 – BOHLER - Nacional

Elemento	%C	%Cr	%Si	%Mn	%Mo	%V
Valor Ficha Técnica	0,39	5,2	1,1	0,4	1,4	0,95
Valor Real Medido	0,42	5,13	0,94	0,34	1,24	0,88
Diferença	7,7 %	-1,3 %	-14,5 %	-15 %	-11,4 %	-7,4 %

Tabela 8 - Composição química real material H13 - 2367 EFS – Schmolz - Estrangeiro

Elemento	%C	%Cr	%Si	%Mn	%Mo	%V
Valor Ficha Técnica	0,37	5	0,4	0,45	3	0,6
Valor Real Medido	0,36	4,98	0,41	0,37	2,94	0,44
Diferença	-2,7 %	-0,40 %	2,5 %	-17,8%	-2%	-26,7%

Em comparação com a composição química que estes aços deveriam possuir, de acordo com a norma internacional de classificação destes aços (ASM HANDBOOK, 1991), observa-se que o da empresa alemã possui concentrações de Si, Mo e V distantes dos que classificariam esta liga como sendo da família H13. Outra diferença importante entre a liga nacional e a estrangeira é o percentual de molibdênio. Conforme análise, o aço H13 de origem estrangeira apresenta uma concentração de Mo 137% maior que a do aço H13 de origem nacional. Este elemento de liga tem como principais finalidades o refino do grão e aumento da resistência à deformação causada por altas temperaturas. (TOTTEN, 2006)

O silício tem como característica elevar os limites de escoamento de resistência dos aços, porém prejudica o alongamento, a tenacidade, a condutividade térmica e a usinabilidade. Aços com um percentual de silício acima de 0,40% apresentam boa capacidade de têmpera, por ter reduzida velocidade crítica de resfriamento.

Pequenas adições de vanádio proporcionam um efeito de endurecimento secundário muito forte na têmpera, por conseguinte, aumenta a dureza a quente. O vanádio atua

fortemente como refinador de grão e é um forte formador de carbonetos. Também aumenta a resistência ao desgaste e a resistência a altas temperaturas. (TOTTEN, 2006)

4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA – MO

Nas Figura 28, Figura 30, Figura 32 e **Erro! Fonte de referência não encontrada.** destacam-se a microestrutura do aço H13 de origem nacional no estado como recebido. As **Erro! Fonte de referência não encontrada., Erro! Fonte de referência não encontrada., REF _Ref388913724 \h Erro! Fonte de referência não encontrada. e Erro! Fonte de referência não encontrada.** apresentam a microestrutura do aço H13 de origem estrangeira no estado como recebido.

Ao analisar a imagem da Figura 28, observa-se uma microestrutura atacada pelo reagente nital 2%, onde estão presentes partículas precipitadas numa matriz ferrítica e com contornos de grãos não muito definidos. Essas partículas são os carbetos presentes na microestrutura do aço.

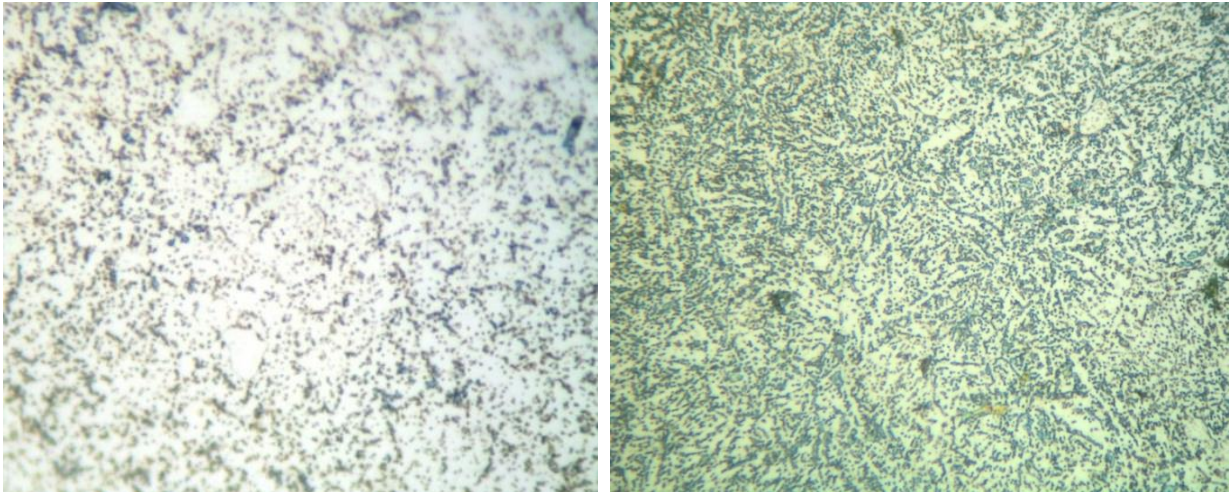
Nota-se na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** a presença de carbonetos (partículas escuras espalhadas por todo material) em forma mais homogênea envolvidos numa matriz ferrítica e perlítica (lamelar) e com contornos de grãos não muito definidos.

Comparando as imagens Figura 28 e Figura 29, percebemos que o material de origem estrangeira possui uma estrutura mais homogênea.

Figura 28 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado nital 2%. Carbonetos secundários distribuídos em matriz ferrítica.

Aumento 1000x

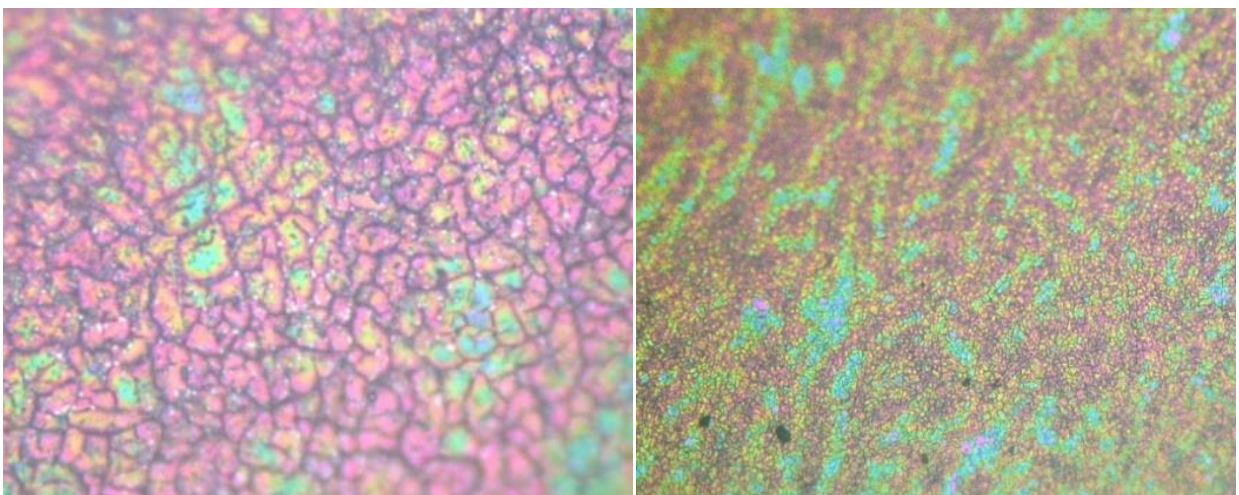
Figura 29 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado nital 2%. Estrutura perlítica (lamelar) e ferrítica. Aumento 1000x



Na Figura 30 observa-se uma microestrutura com grãos bem definidos, aparentemente grandes. Nota-se a ausência de austenita retida (grãos claros) nestas amostras pois não foi atingida a temperatura de austenitização, indicando que não houve formação desta fase, ou que ela se formou em quantidade insignificante.

Figura 30 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Contorno de grãos bem definidos. Aumento 1000x

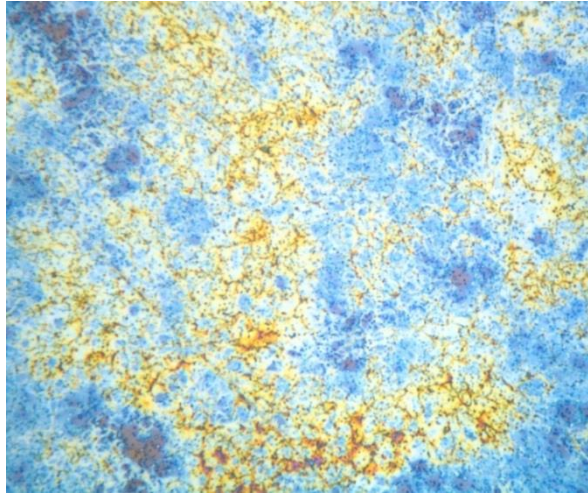
Figura 31 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Formação de uma fase perlítica. Aumento 1000x



Na Figura 32 percebe-se a formação de uma fase perlítica no material. (HASHIMOTO, *et al.*, 2012)

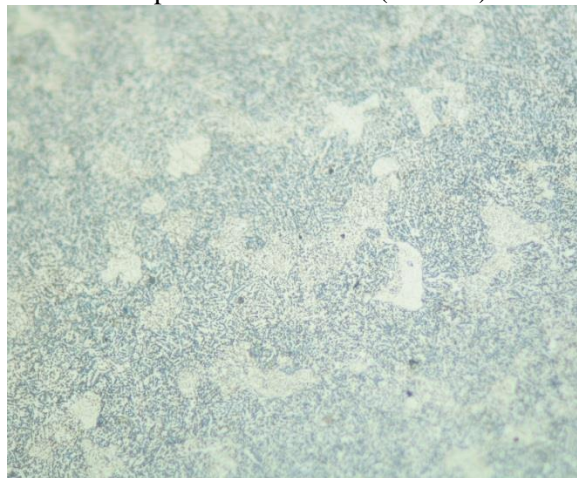
Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** nota-se a presença de ferrita (azul e arrom claro) e de bainita (marrom escuro). (HASHIMOTO, *et al.*, 2012)

Figura 32 - Aço H13 nacional conforme recebido atacado com metabissulfito de sódio 10%. Formação de uma fase perlítica. Aumento 1000x



Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** observa-se uma microestrutura perlítica ferrítica (grãos brancos) aparentemente grandes. Nota-se a ausência de austenita retida (grãos claros), pois provavelmente nestas amostras não foi atingida a temperatura de austenitização.

Figura 33 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado nital 2%. Microestrutura perlítica e ferrítica (brancos). Aumento 500x

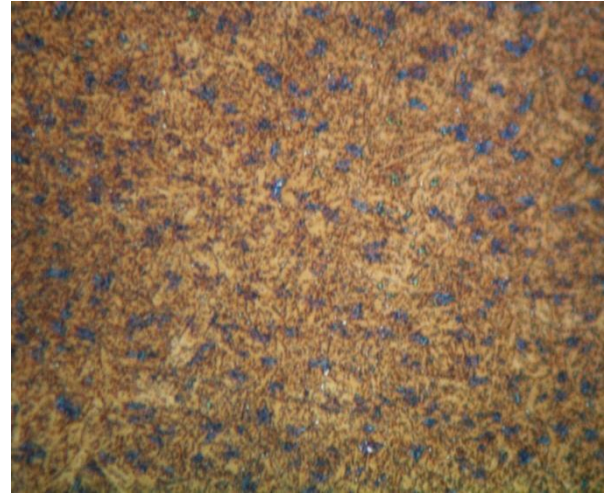


Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** e **Erro! Fonte de referência não encontrada.** também nota-se a predominância de bainita (marrom escuro) e de ferrita (azul), esta em menor concentração. Tudo indica que esta fase, bainita, foi formada no processo, pois o material sofreu um tratamento térmico que pode ter permitido sua formação.

Figura 34 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado LePera. Microestrutura bainítica. Aumento 500x



Figura 35 - Aço H13 estrangeiro estado como recebido atacado LePera. Microestrutura bainítica. Aumento 1000x



Na Figura 36, Figura 37 e Figura 40 destaca-se a microestrutura do aço H13 de origem nacional no estado recozido. A **Erro! Fonte de referência não encontrada., Erro! Fonte de referência não encontrada.** e **Erro! Fonte de referência não encontrada.**1 destaca-se a microestrutura do aço H13 de origem estrangeira no também no estado recozido.

Nota-se na Figura 36 e Figura 37 uma melhor distribuição dos carbonetos na matriz ferrítica após o recozimento em comparação com o estado como recebido, tornando-a mais homogênea e os carbonetos na condição de esferoidizados. (ASM HANDBOOK, 1991)

Na Figura 37 a microestrutura ficou mais homogênea e com dissolução de carbonetos na matriz ferrítica, em comparação com o estado como recebido.

Figura 36 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Melhor distribuição dos carbonetos na matriz ferrítica. Aumento 1000x

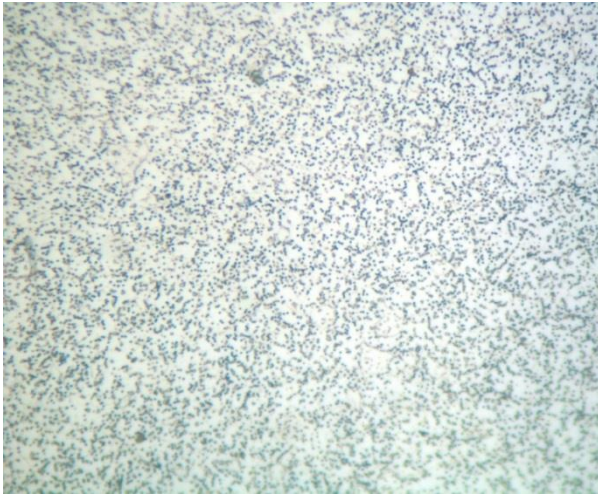


Figura 37 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Aumento 500x

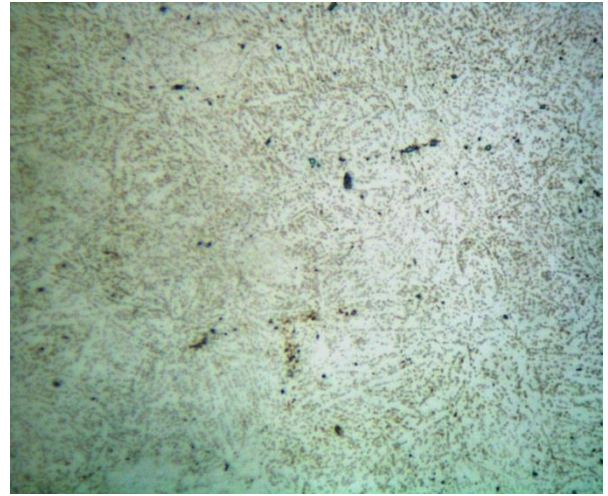


Figura 38 - Aço H13 nacional recozido atacado com nital 2%. Aumento 500x

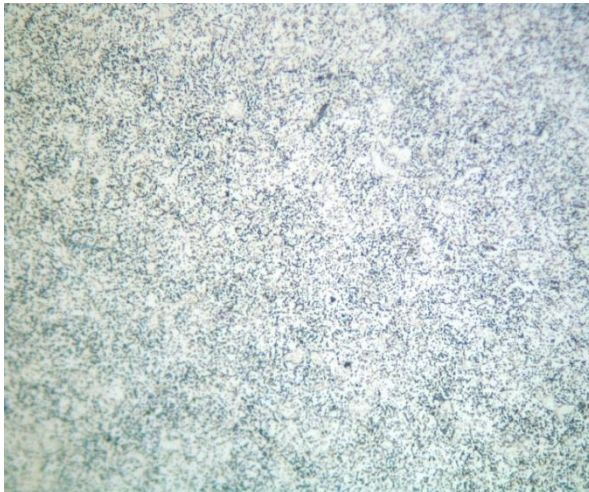


Figura 39 - Aço H13 estrangeiro recozido atacado LePera. Aumento 500x



Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, com este tipo de ataque, revela-se a predominância da fase bainítica.

Na Figura 40 nota-se presença de ferrita (azul e marrom claro), bainita (marrom escuro) e acredita-se que há austenita retida na matriz (pontos brancos brilhantes identificados com AR na figura), formada pelo recozimento, o que indica que parte da microestrutura se transformou em austenita.

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** nota-se a predominância da fase bainítica (marrom escuro) e nota-se a existência da austenita retida (pontos brancos brilhantes

identificados com AR na figura), formada pelo recozimento, devido uma parte da microestrutura ter se transformado em austenita pela temperatura de recozimento.

Figura 40 - Aço H13 nacional recozido atacado com LePera. Aumento 1000x

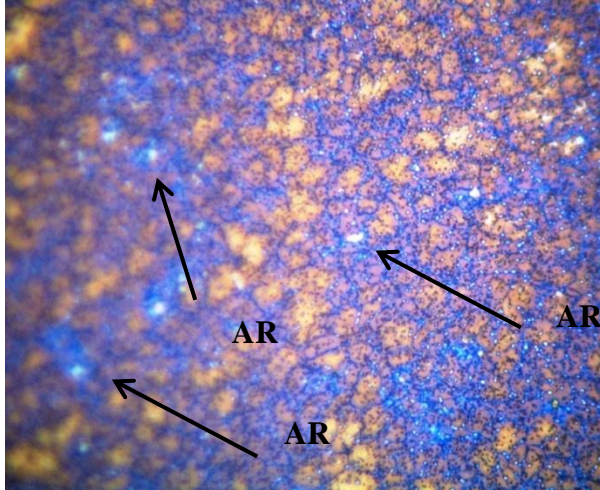
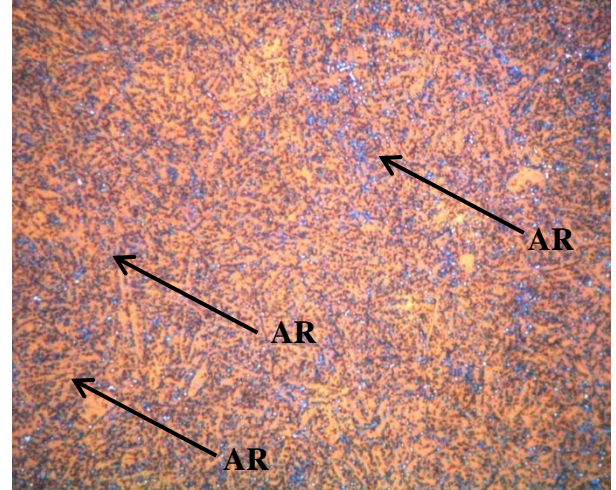


Figura 41 - Aço H13 estrangeiro recozido atacado com LePera. Aumento 1000x



A Figura 42,

Figura 44, Figura 46 e Figura 47 destaca-se a microestrutura do aço H13 de origem nacional temperado. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** e **Erro! Fonte de referência não encontrada.** destaca-se a microestrutura do aço H13 de origem estrangeira temperado.

Na Figura 42 observa-se a microestrutura do aço H13 de origem nacional temperado com uma matriz martensítica (clara) e a dissolução dos carbonetos na matriz.

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** observa-se a amostra temperada. Os arbetos não dissolvidos durante a etapa de austenitização controlam a textura da martensita obtida. Dessa forma, a martensita formada é muito fina, sendo de difícil observação junto ao

microscópio ótico. (THELNING, 1984). Nota-se também a ausência de austenita retida nesta etapa, que possivelmente tenha se decomposto na estrutura após a têmpera.

Figura 42 - Aço H13 nacional temperado atacado nital 2%. dissolução dos carbonetos. Aumento 1000x

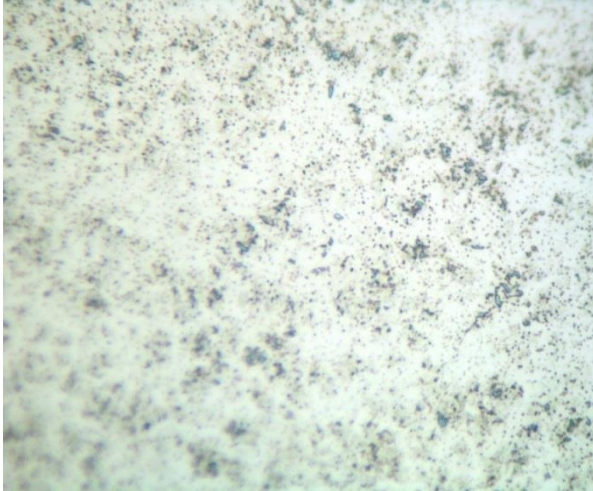
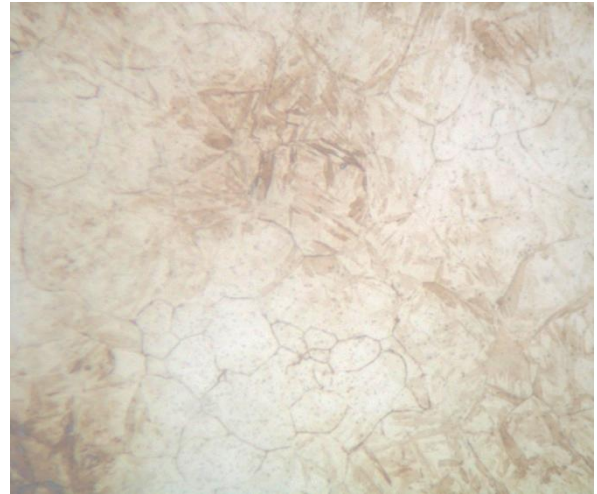
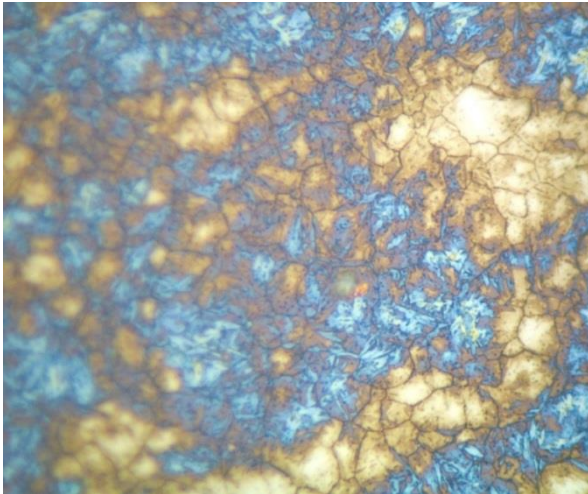


Figura 43 - Aço H13 estrangeiro temperado atacado nital 2%. Aumento 1000x



Figura 44 - Aço H13 nacional temperado atacado LePera. Aumento 1000x

Figura 45 - Aço H13 estrangeiro temperado atacado LePera. Aumento 1000x



Na

Figura 44, observamos a amostra temperada. Os carbeto não dissolvidos durante a etapa de austenitização controlam a textura da martensita obtida. Dessa forma, a martensita formada é muito fina, sendo de difícil observação junto ao microscópio ótico. Percebe-se também a presença da ferrita (azul) na matriz martensítica. (THELNING, 1984)

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** nota-se a formação da fase de artensítica (clara), o que era esperado. Não foi destacada neste ataque a presença de ferrita, conforme visualizado na amostra nacional. O que indica que a transformação martensítica ocorreu totalmente no tratamento de têmpera.

Na Figura 46 nota-se ferrita (azul e marrom claro) ainda presente na estrutura após a têmpera. A fase martensítica também se encontra presente (clara). Na microestrutura percebe-se a ferrita circundada por bainita (marrom escuro).

Na Figura 47, nota-se a presença da martensita (clara) e das demais fases (escuras).

Figura 46 - Aço H13 nacional temperado atacado LePera. Aumento 500x

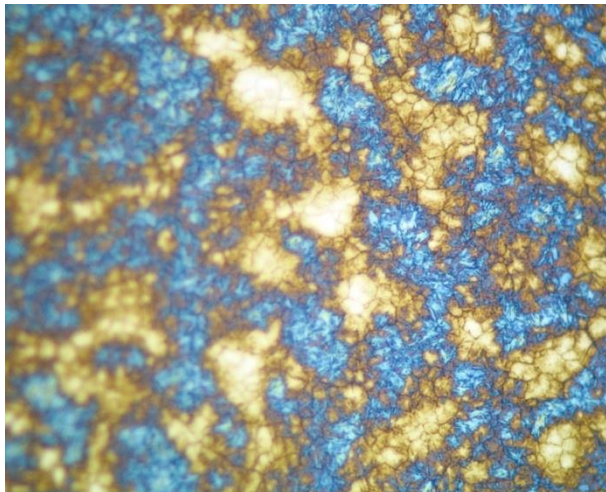
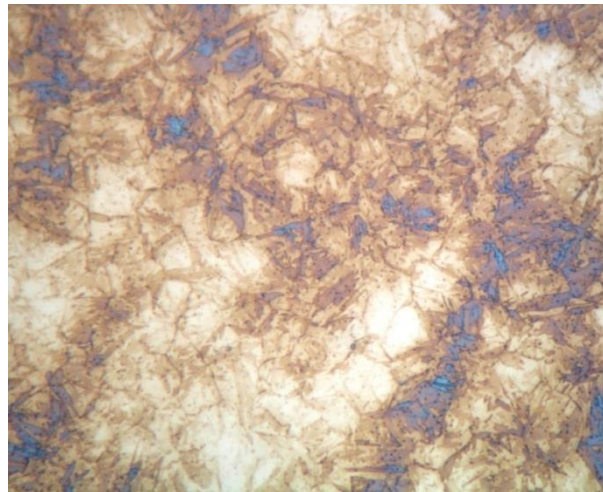


Figura 47 - Aço H13 nacional temperado atacado metabisulfito de sódio 10%. Aumento 1000x



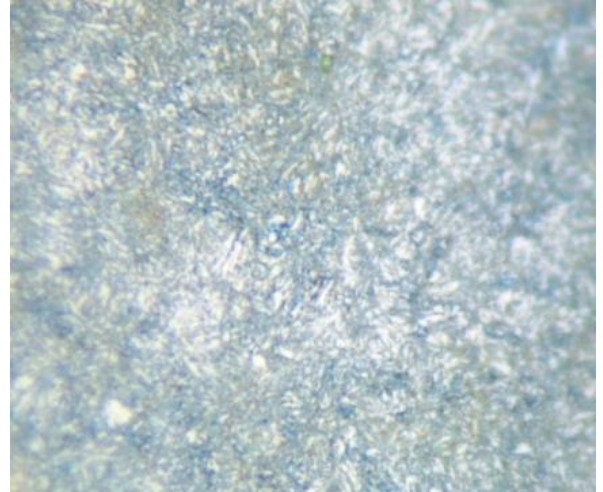
Nas Figura 48 e Figura 49 são apresentadas as microestruturas do aço H13 de origem nacional após o duplo revenimento.

Na Figura 48 a microestrutura esperada era a martensita revenida, que foi evidenciada pelo perfil das “fagulhas” formadas pela martensita, só que menos acentuadas, ou seja, com as bordas mais arredondadas.

Na Figura 49 podemos também verificar a existência da martensita revenida (clara). A bainita também fica evidenciada, só que em pequena quantidade, sendo destacadas na forma de pontos marrons escuros, ao lado da ferrita, na forma de pontos azuis. (JÚNIOR, 2003)

Figura 48 - Aço H13 nacional duplo revenido atacado metabisulfito de sódio 10%. Aumento 1000x

Figura 49 - Aço H13 nacional duplo revenido atacado LePera. Estrutura martensítica revenida. Aumento 1000x



As Figura 50, Figura 51 e Figura 52 apresentam a microestrutura do aço H13 de origem estrangeira após o duplo revenimento.

Em todas as figuras é observado o constituinte martensita revenida distribuído de forma homogênea em todo o material em comparação com o material nacional, o que se deve ao fato da estrutura estrangeira ser mais refinada que a nacional.

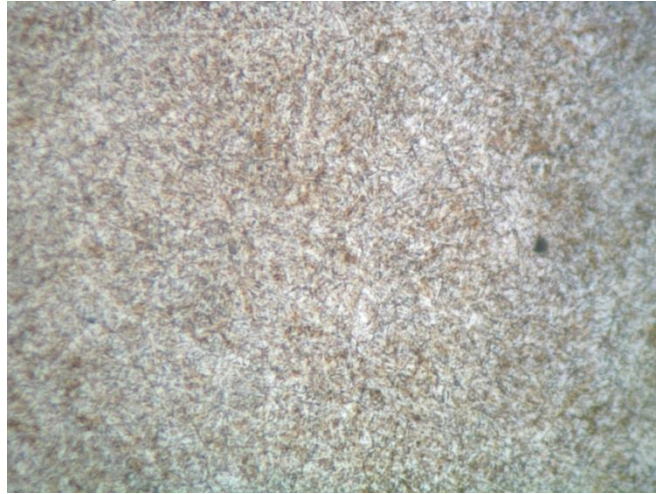
Figura 50 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado nital 2%. Homogeneidade da microestrutura Aumento 500x



Figura 51 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado nital 2%. Homogeneidade da microestrutura Aumento 1000x



Figura 52 - Aço H13 estrangeiro revenido atacado LePera.
Homogeneidade da microestrutura Aumento 1000x



4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A Figura 53 e Figura 54 mostram os difratogramas das amostras de H13 de origem nacional e estrangeira respectivamente. Foram realizados os ensaios de RX em amostras como recebidas, recozidas, temperadas e revenidas.

Observa-se a manutenção das características principais dos picos de difração nestas amostras, tanto das ligas de origem nacional quanto de origem estrangeira, desde como recebida até o revenimento, como se pode observar nas figuras 53 e 54. Também não houve identificação de novos picos quando se comparam a amostra do material como recebido com as amostras após tratadas termicamente, o que indica, em princípio, a não formação de outras fases no material. O que se percebe é que houve uma variação no alargamento nos picos das amostras temperadas e revenidas, em comparação com a amostra como recebida, que pode ter como causa a microdeformação e/ou diminuição do tamanho do grão na rede cristalina. Acredita-se que esta microdeformação tenha sido provocada pela têmpera do material, que não foi completamente recuperada no processo de revenimento.

Figura 53 - Difratoograma H13 Nacional

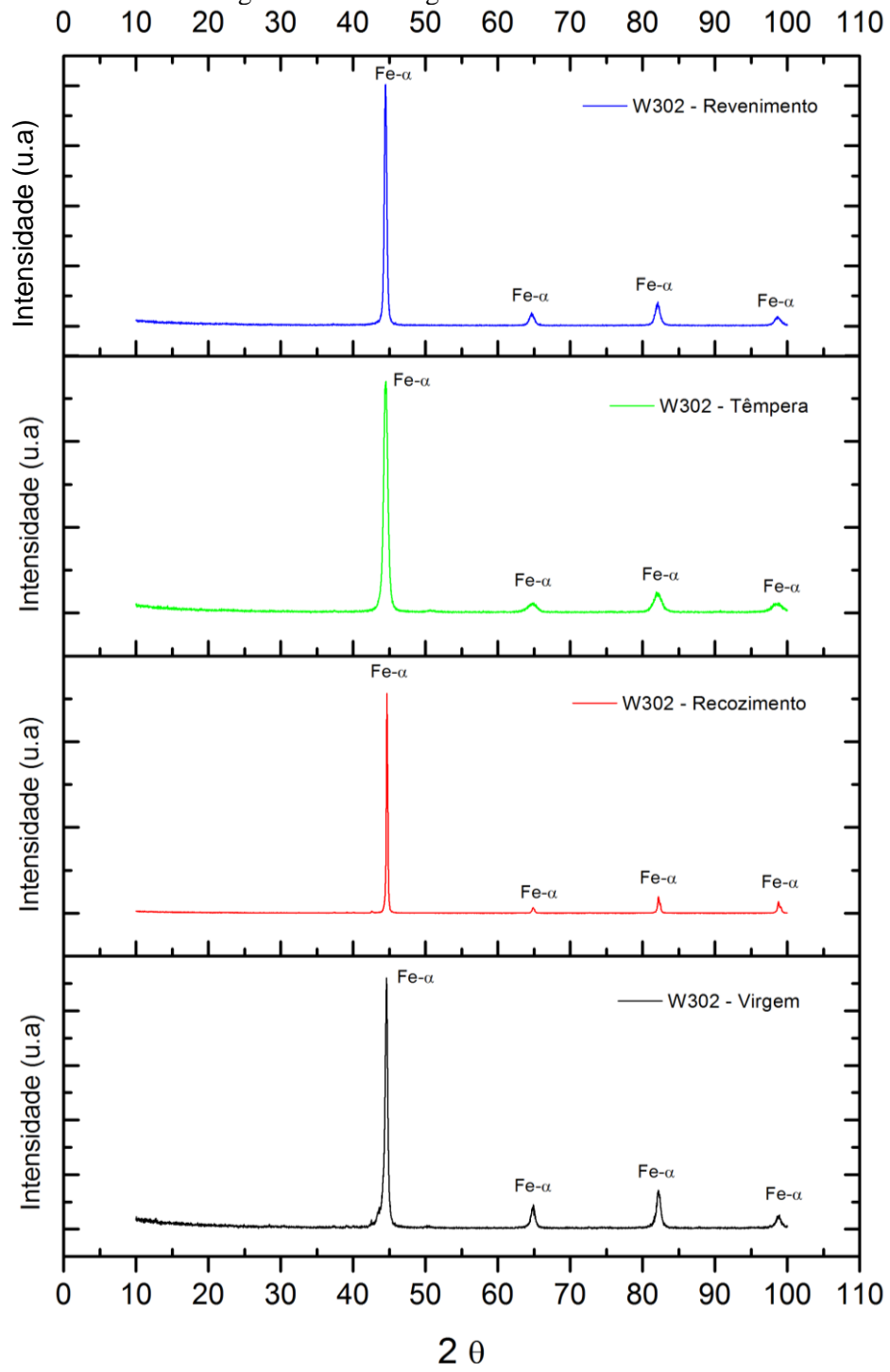
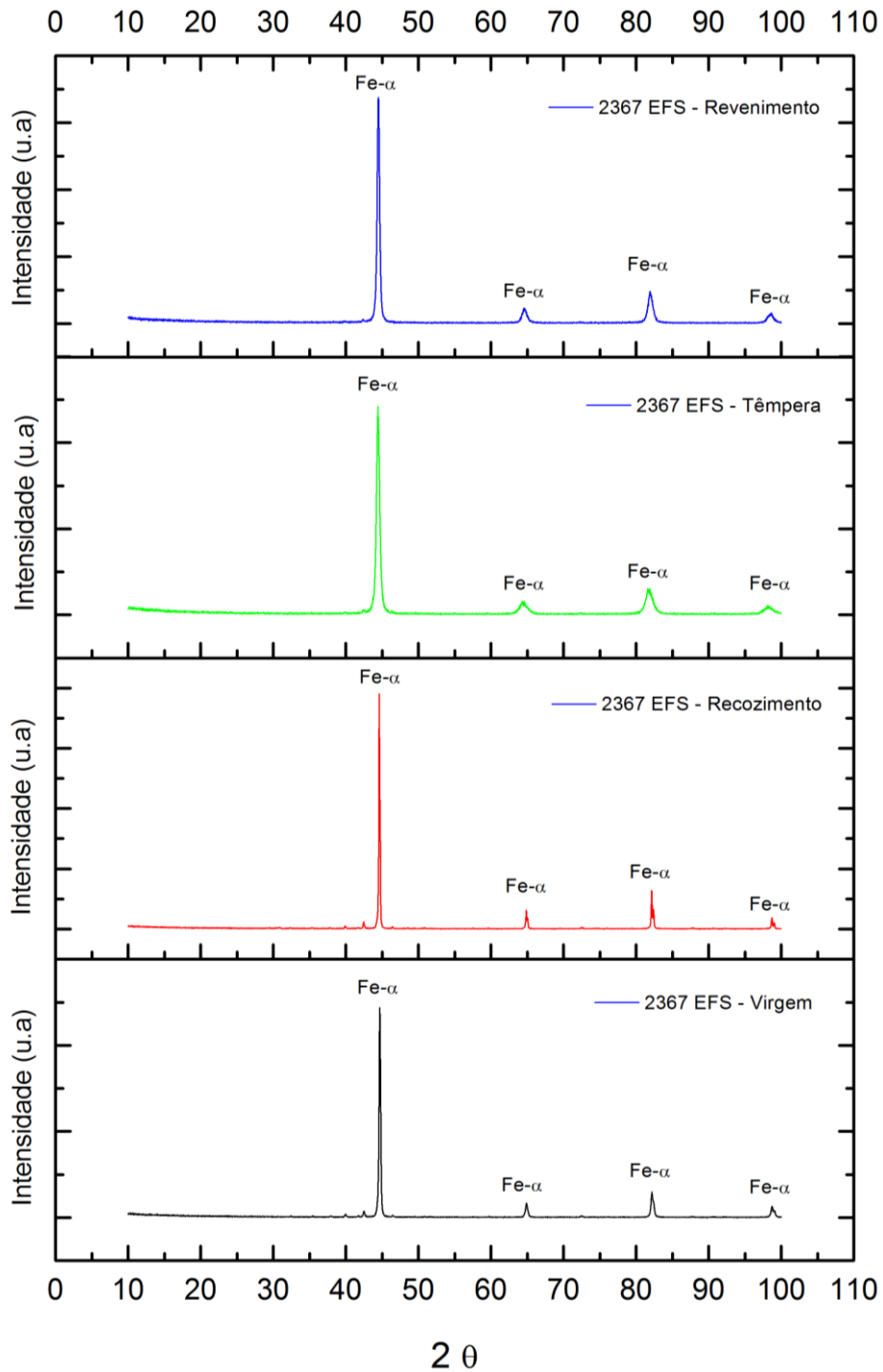


Figura 54 - Difratograma H13 Estrangeiro



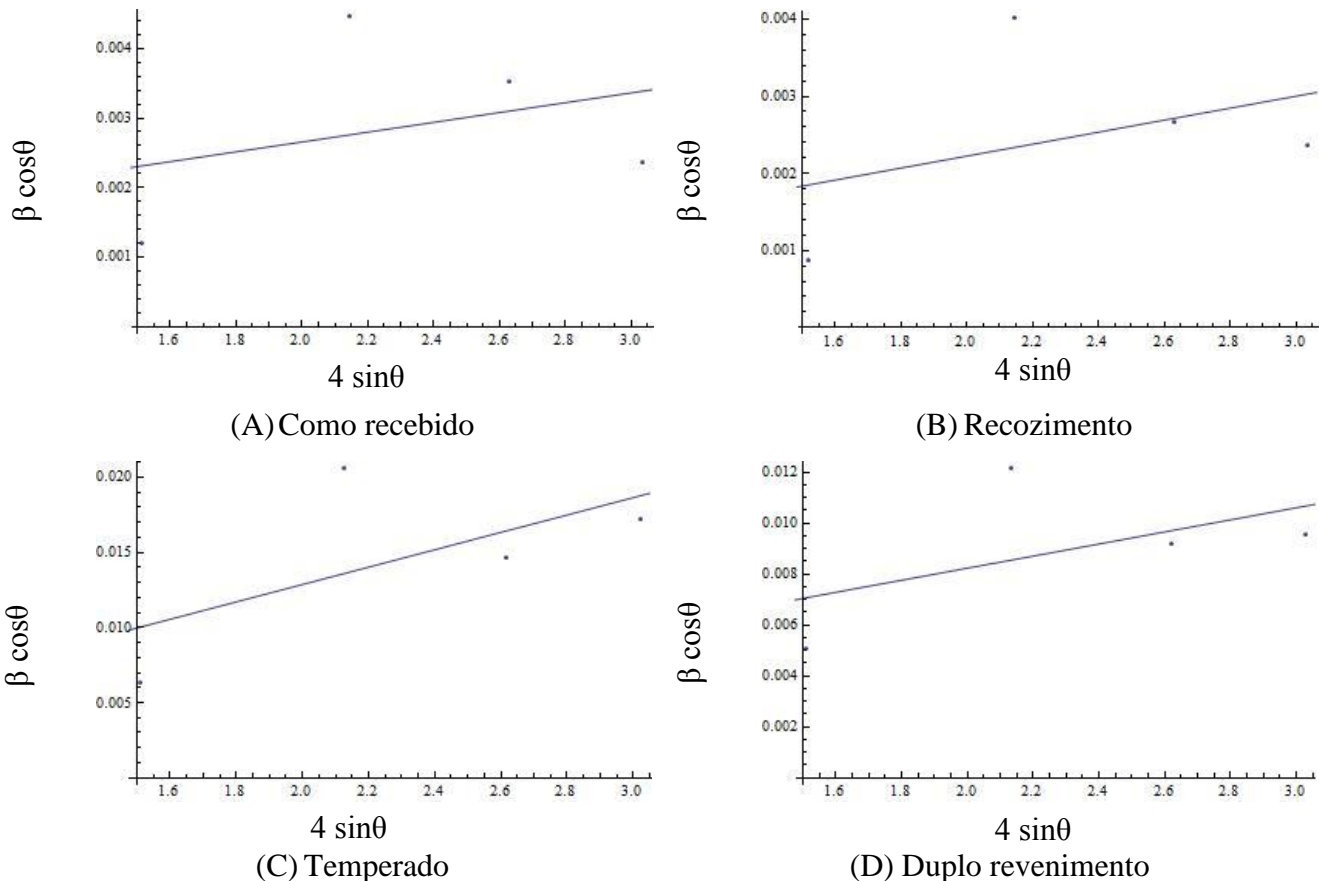
Apesar de observadas na análise micrográfica, a austenita retida não foi evidenciada nas análises de difração, pois deve estar presente em pequena concentração nas amostras. Medidas de difração de raios-X só são capazes de identificar fases ou constituintes com pelo menos 3% em peso nas amostras, logo, podemos supor que essa fase está presente em quantidades inferiores a esta concentração nas amostras analisadas. (CULLITY, 1978)

Nota-se também que nos dois padrões de difração apresentados pelas amostras revenidas nas Figura 53 e Figura 54, os picos referentes ao Fe- α (martensita revenida) também sofreram um estreitamento. Acredita-se que isto também se deve ao alívio de tensões provocado pelo tratamento de revenimento.

4.3.1 Williamson-Hall

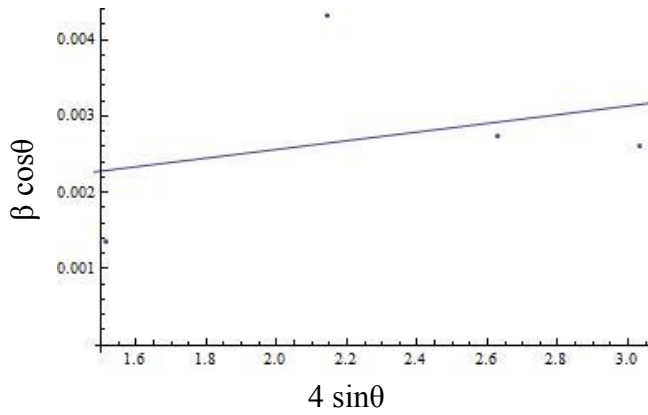
A Figura 55 mostra os gráficos de Williamson-Hall do material nacional, como recebido e todos os tratamentos térmicos. Segundo esta técnica, quanto maior a inclinação da reta, maior a deformação do cristalito, que pode ser positiva ou negativa. Como temos poucos picos de difração (Figura 53) e suas intensidades são muito distantes, o ajuste linear fica prejudicado. De qualquer forma nota-se uma inclinação maior da reta no gráfico do material temperado, tendo como relação a deformação do cristalito devido ao choque térmico ocorrido pelo redução brusca da temperatura, com posterior redução da inclinação pós revenimento, indicando um alívio de tensões.

Figura 55 - Gráfico Williamson-Hall - Nacional (A) material como recebido (B) recozido (C) temperado (D) duplo revenido

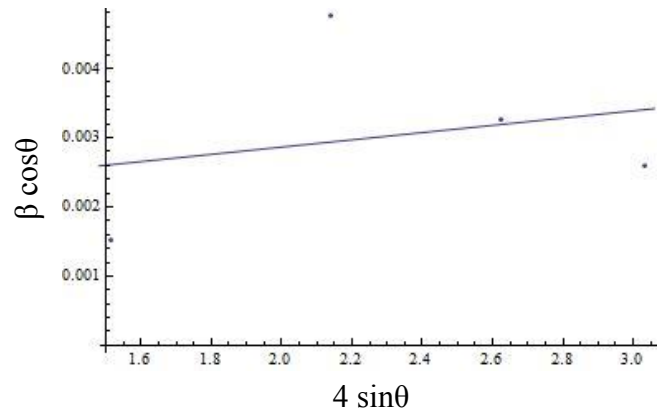


A Figura 56 mostra os gráficos de Williamson-Hall do material estrangeiro, como recebido e submetido a todos os tratamentos térmicos. Como já dito anteriormente, o ajuste linear também ficou prejudicado devido a quantidade de picos do difratogramas (Figura 54), porém também nota-se uma inclinação maior da reta no gráfico do material temperado, tendo como relação a deformação do cristalito devido ao choque térmico ocorrido pela redução brusca da temperatura, com posterior redução da inclinação pós revenimento, o que alivia as tensões internas do material.

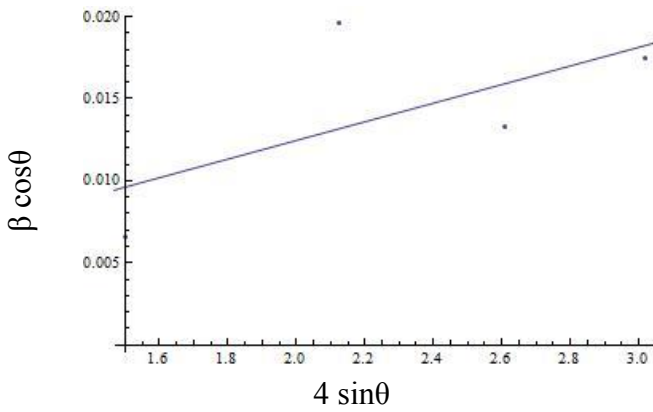
Figura 56 - Gráfico Williamson-Hall - Estrangeiro (A) material como recebido (B) recozido (C) temperado (D) duplo revenido



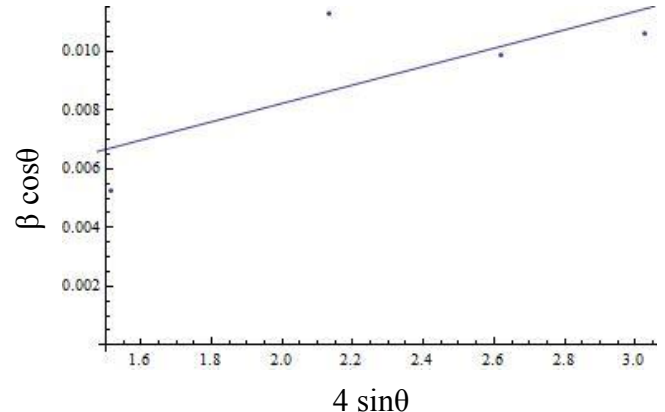
(A) Como recebido



(B) Recozimento

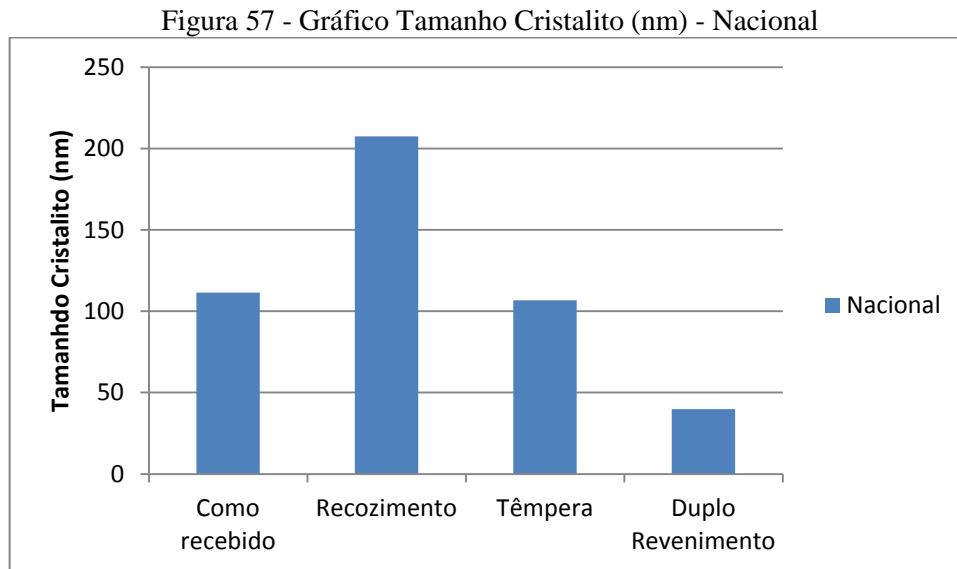


(C) Temperado



(D) Duplo revenimento

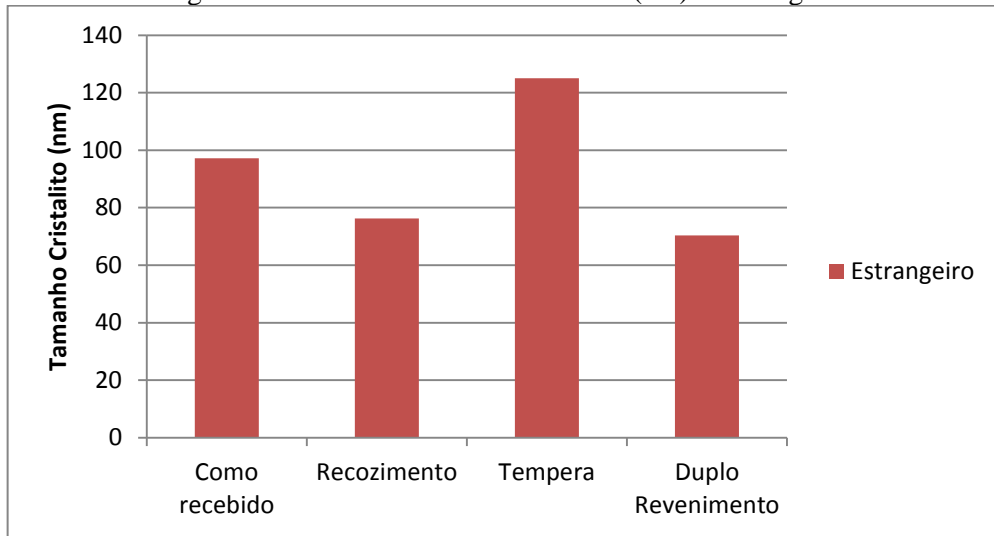
Através dos cálculos realizados, encontramos o tamanho médio do cristalito (D), apresentados na Figura 57, nacional e Figura 58, estrangeiro. A deformação relativa (ϵ) esta apresentada na Figura 59, nacional e Figura 60 estrangeiro.



Nota-se que no material nacional houve um crescimento do tamanho do cristalito no recozimento, o que deveria também ter ocorrido na têmpera, pois o recozimento ocorreu a uma temperatura de 750 °C, com a rampa de aquecimento iniciando-se na temperatura ambiente, permanecendo na temperatura de tratamento por 30 minutos. Na tempera ocorreu uma rampa de aquecimento até 1050 °C, também partindo-se da temperatura ambiente e empregando-se a mesma rampa de aquecimento, com a amostra permanecendo na temperatura de tratamento por 15 minutos. A diferença de tempo que o material ficou exposto a temperatura acima dos 750 °C foi de 30 minutos a mais na têmpera.

Nota-se também que o tamanho médio do cristalito no material nacional no processo final de revenimento ficou 43% menor que o estrangeiro. Isto pode estar relacionado com as concentrações dos elementos de liga presentes neste material.

Figura 58 - Gráfico Tamanho Cristalito (nm) - Estrangeiro



Em relação a deformação relativa, ela ocorreu de forma esperada, onde pode ser observado que a têmpera resulta em deformação maior do que as dos outros tratamentos, com sua posterior redução com o duplo revenimento, em ambos os materiais (Figura 59 e Figura 60).

Figura 59 - Gráfico deformação relativa - Nacional

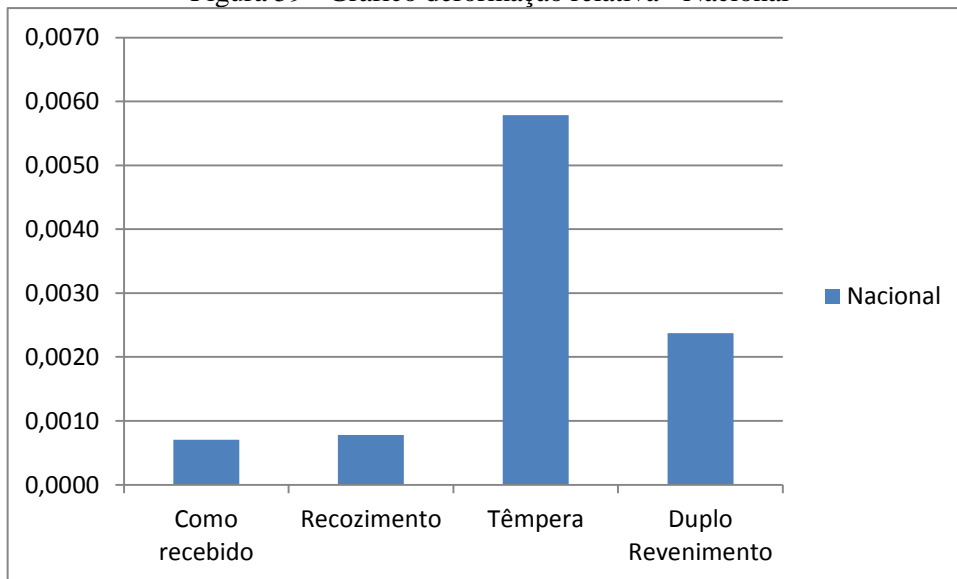
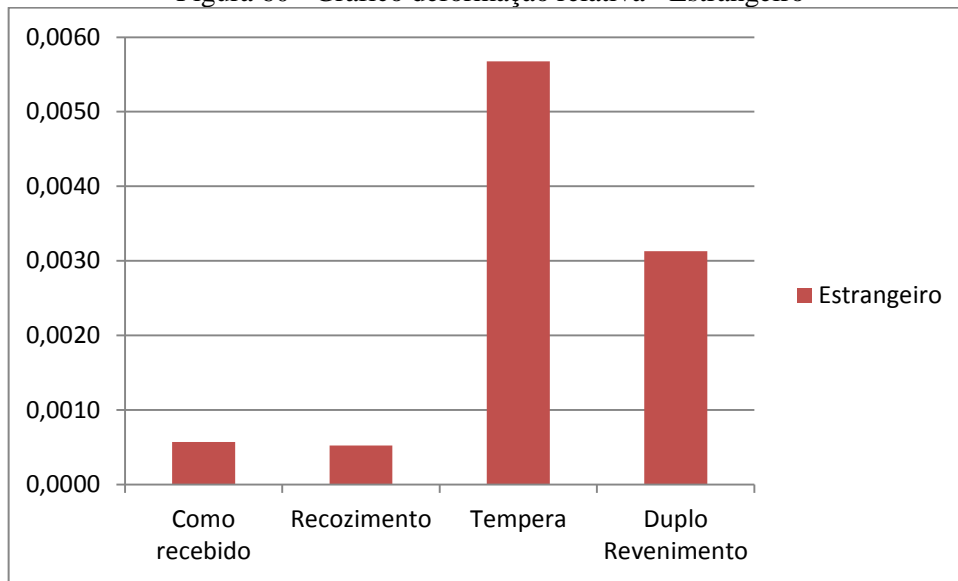


Figura 60 - Gráfico deformação relativa - Estrangeiro



4.4 ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL C - HRC

A julgar pela análise micrográfica apresentada anteriormente, o material de origem nacional parece ser fornecido já recozido e com dureza máxima de 228 HB. O catálogo do material de origem estrangeira também não informa a forma de fornecimento do material, mas acredita-se que o mesmo também é fornecido já recozido, pois a dureza máxima de fornecimento é de 235 HB, o que foi comprovado nos ensaios. As durezas médias encontradas e seus respectivos desvios padrão estão plotadas nos gráficos apresentados na Figura 61 e Figura 62.

Figura 61 - Gráfico Dureza HRC - Nacional

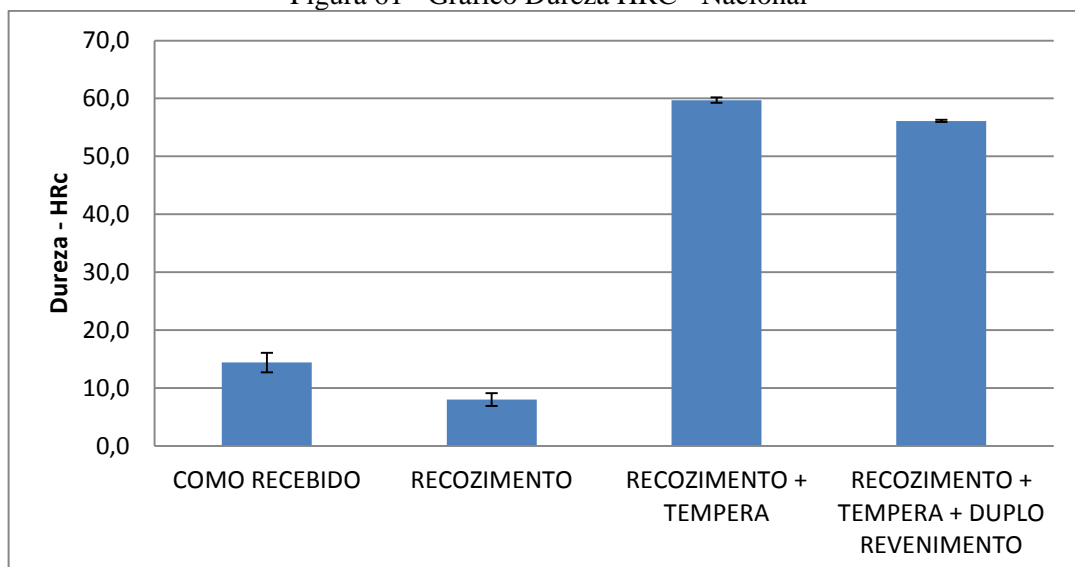
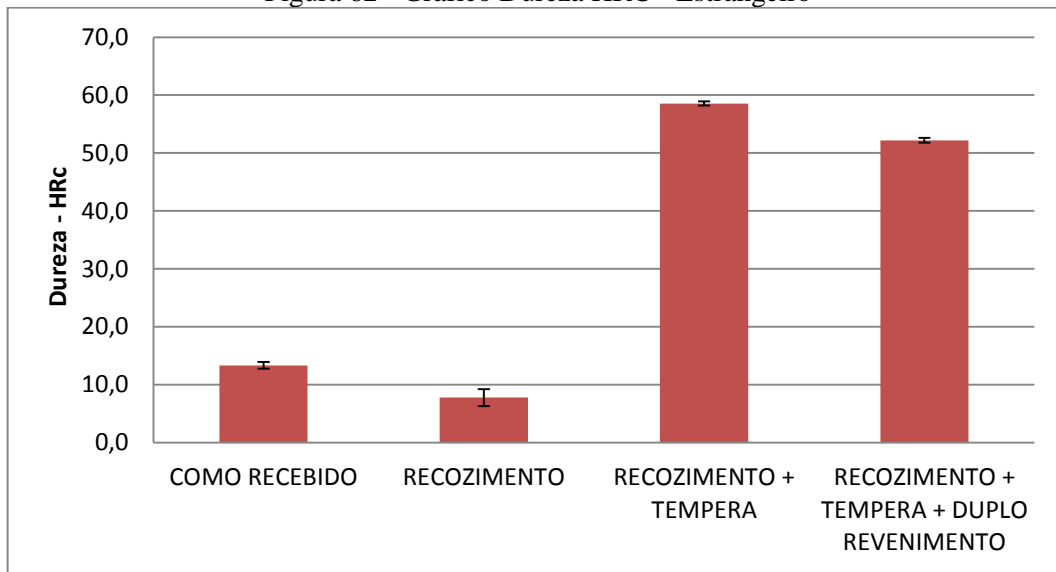
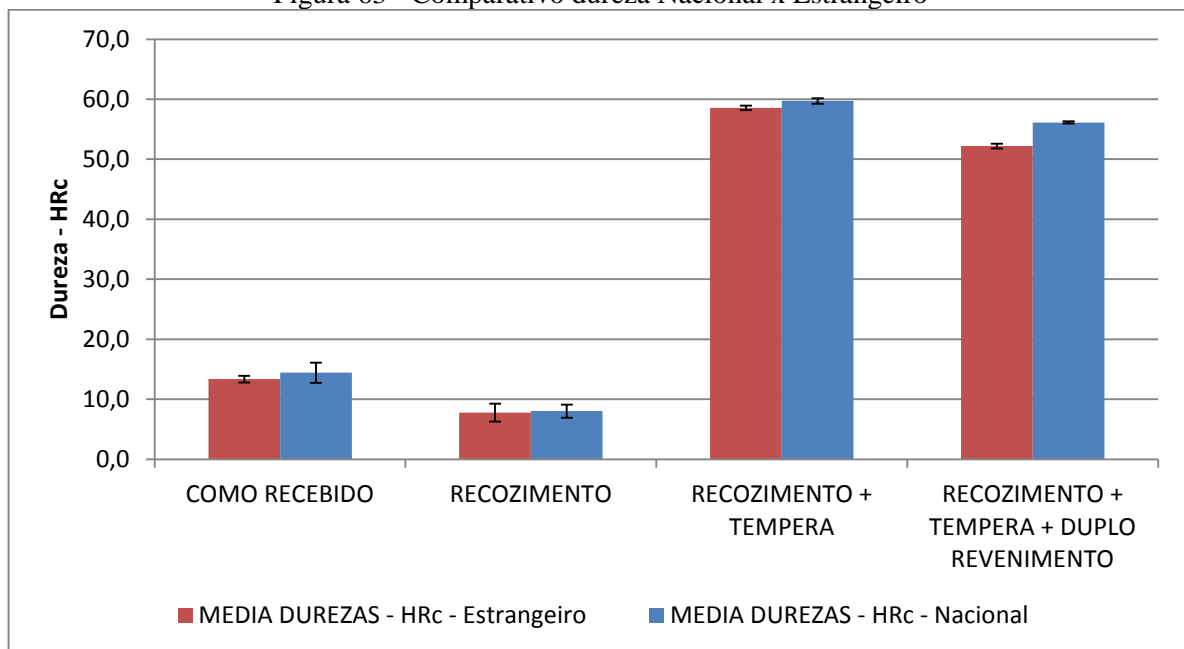


Figura 62 - Gráfico Dureza HRC - Estrangeiro



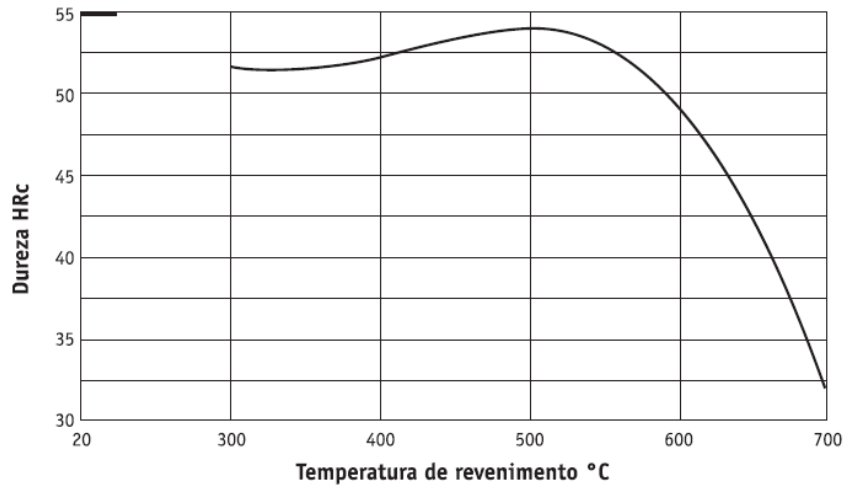
Em comparativo realizado entre as durezas encontradas (Figura 63) em ambos os materiais, resultados mostram que o material nacional possui no geral durezas maiores do que o estrangeiro, resultados que impactam diretamente na tenacidade e fragilidade do material. Isto também se deve ao fato do percentual de vanádio maior na liga nacional, pois o mesmo também proporciona um efeito de endurecimento secundário muito forte na têmpera, por conseguinte, aumenta a dureza a quente. (TOTTEN, 2006)

Figura 63 - Comparativo dureza Nacional x Estrangeiro



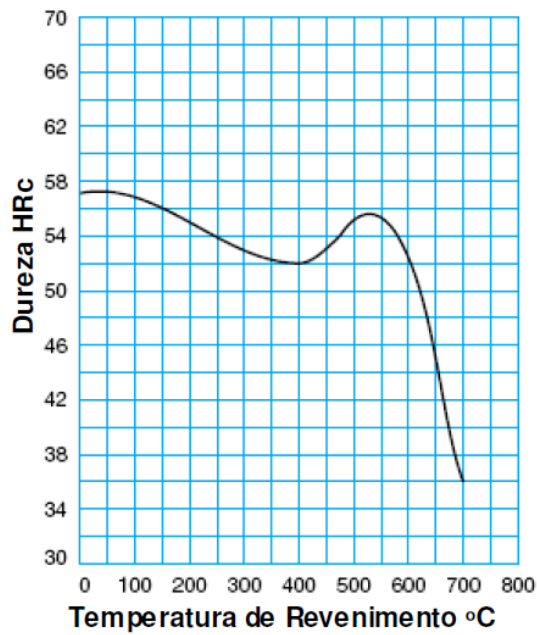
Nota-se que através dos resultados encontrados, os tratamentos térmicos resultaram em valores de dureza coerentes e de acordo com as curvas de revenimento fornecidas pelos fabricantes (Figura 64 e Figura 65).

Figura 64 - Curva de Revenimento - W302 - BOHLER - Nacional



Fonte: (BOHLER, 2014)

Figura 65- Curva de Revenimento - 2367 EFS - Schmolz - Estrangeiro



Fonte: (BICKENBACH, 2014)

4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV

Da Figura 66 a Figura 81, apresentam-se as microscopias eletrônicas de varredura dos materiais AISI H13, nacional e estrangeiro, atacados com nital 2%.

De acordo com (NEVES, ALBANI, *et al.*, 2006), os pontos brancos evidenciados nas imagens são carbonetos precipitados em matriz ferrítica. Nota-se em ambos os materiais a presença destes carbonetos precipitados (pontos claros) na matriz ferrítica (escuro) nos estados como recebidos e recozidos. Na têmpera a presença de austenita retida foi evidenciada em ambos os materiais e nas amostras revenidas a presença de uma martensita revenida (fagulhas), onde a austenita retida foi dissolvida na matriz martensítica após o duplo revenimento.

Figura 66 – MEV: Amostra como recebido, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x

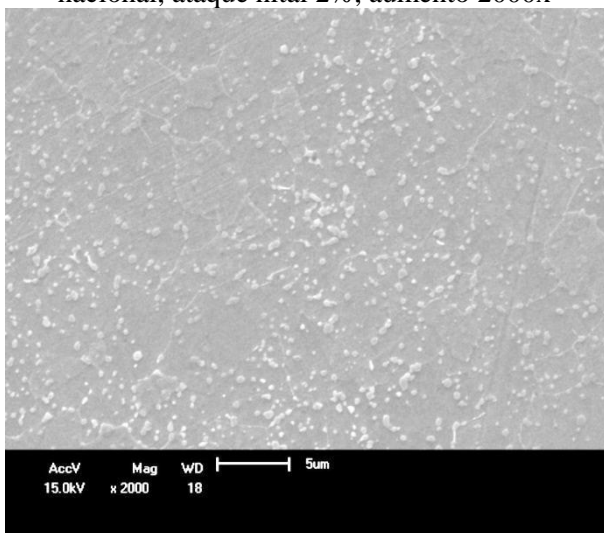


Figura 67 - MEV: Amostra como recebido, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x

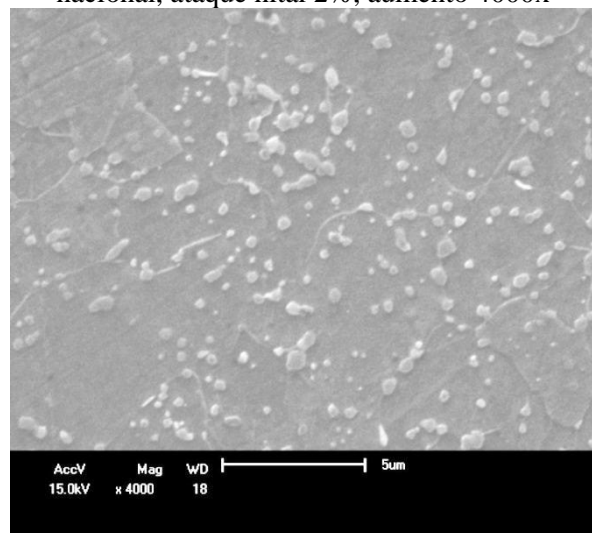


Figura 68 - MEV: Amostra recozida, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x

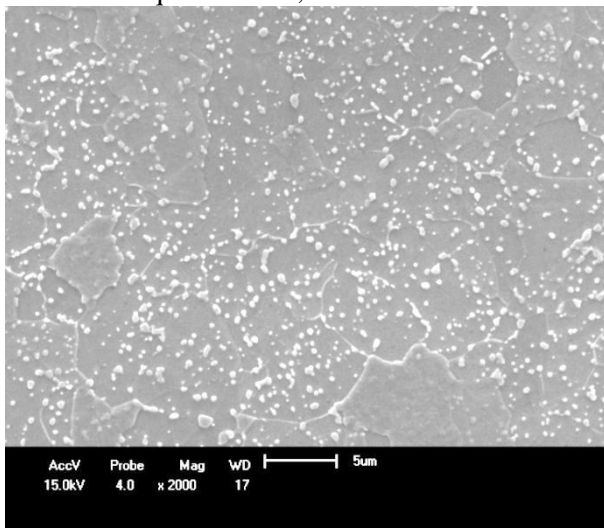


Figura 69 - MEV: Amostra recozida, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x

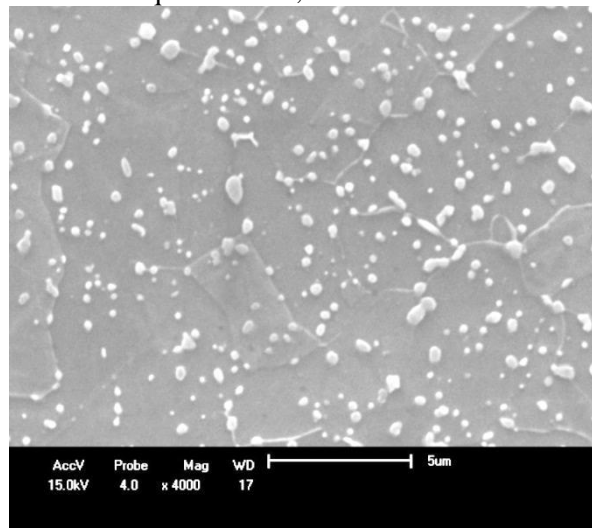


Figura 70 - MEV: Amostra temperada, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x

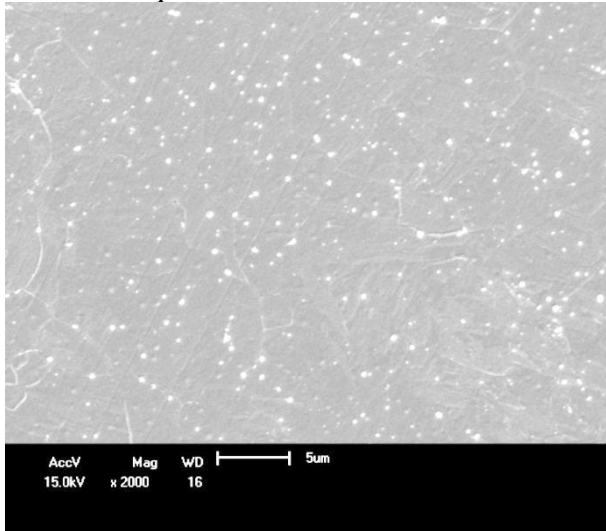


Figura 71 - MEV: Amostra temperada, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x

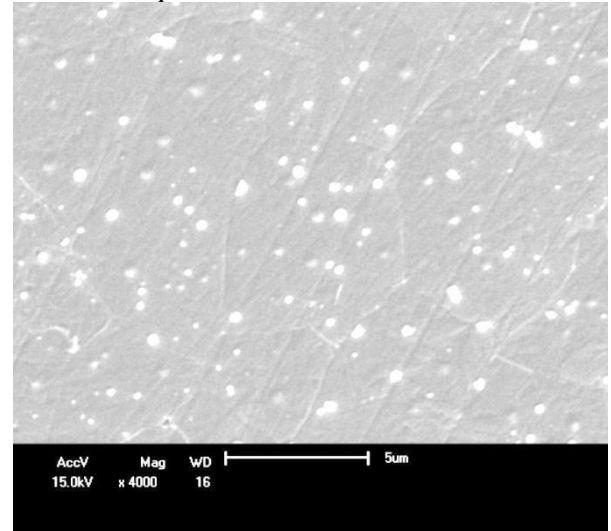


Figura 72 - MEV: Amostra revenida, nacional, ataque nital 2%, aumento 2000x

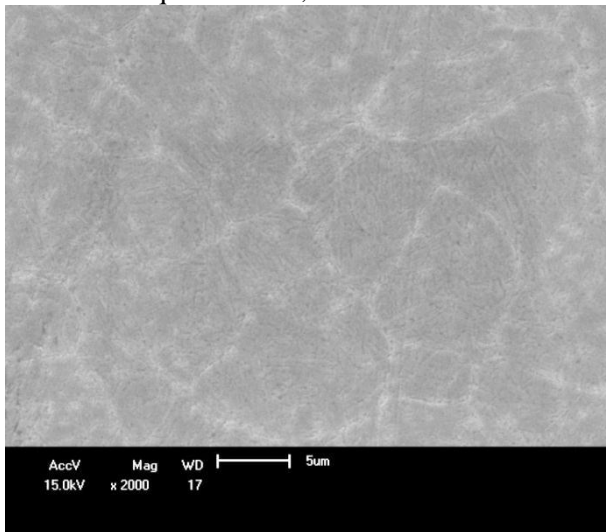
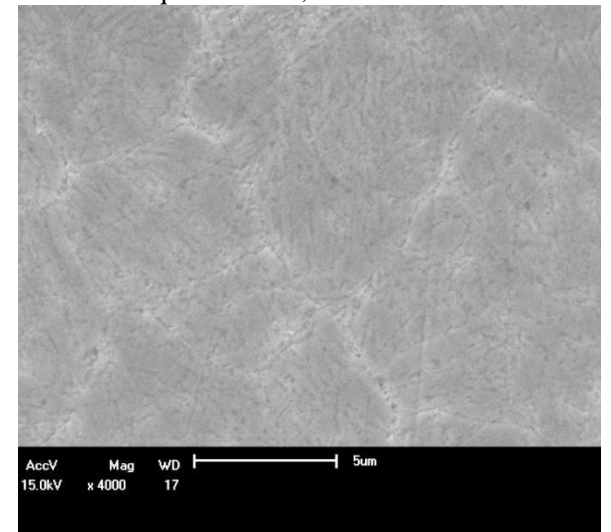


Figura 73 - MEV: Amostra revenida, nacional, ataque nital 2%, aumento 4000x



No material estrangeiro, evidencia-se uma presença maior de carbonetos precipitados nas amostras como recebido e recozido (Figura 74 a Figura 77), tornando a estrutura mais homogênea em comparação com o material nacional (Figura 66 a Figura 69).

Figura 74 - MEV: Amostra como recebido, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x

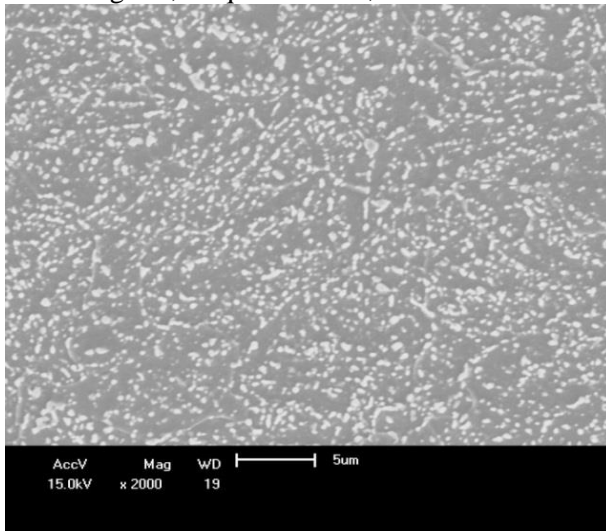


Figura 75 - MEV: Amostra como recebido, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x

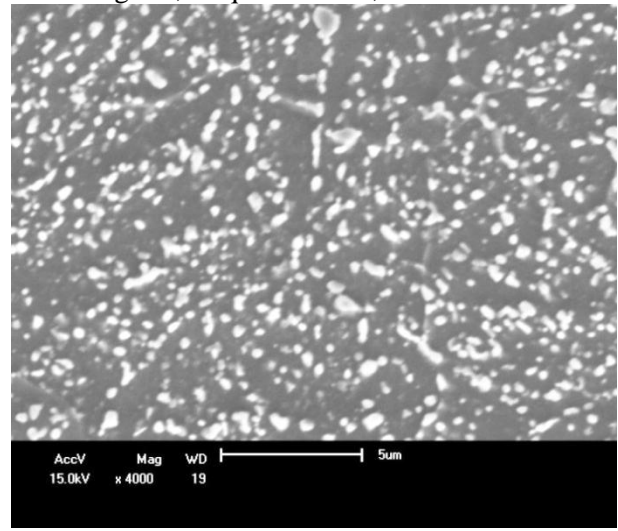


Figura 76 - MEV: Amostra recozida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x

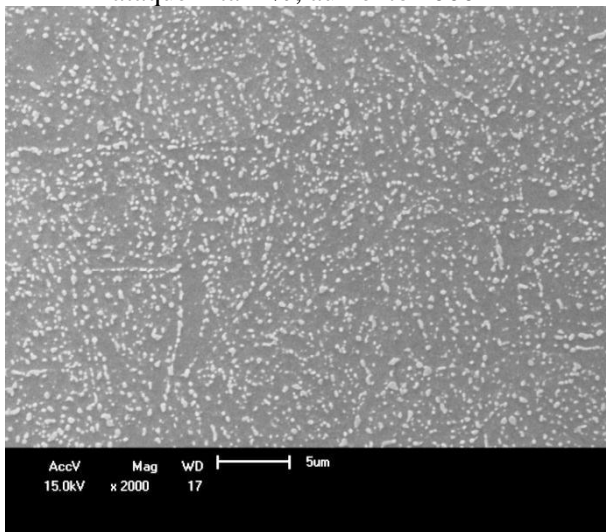
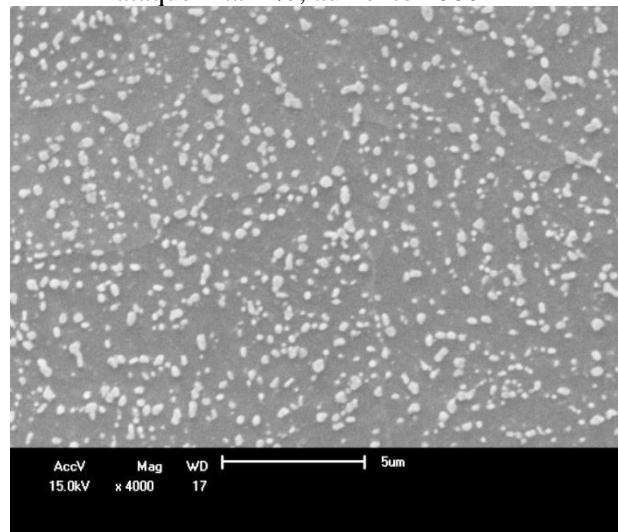


Figura 77 - MEV: Amostra recozida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x



A quantidade de carbeto presentes na amostra recozida (Figura 69 e Figura 77) é maior do que na amostra temperada (Figura 71 e Figura 79) onde temos uma quantidade maior de carbeto precipitados na matriz ferrítica (pontos brancos), pois os carbeto fornecem carbono a austenita durante a etapa de austenitização, para que a austenita atinja os níveis de dureza desejada após a formação da martensita. (VANDER VOORT, 2004)

Figura 78 - MEV: Amostra temperada, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x

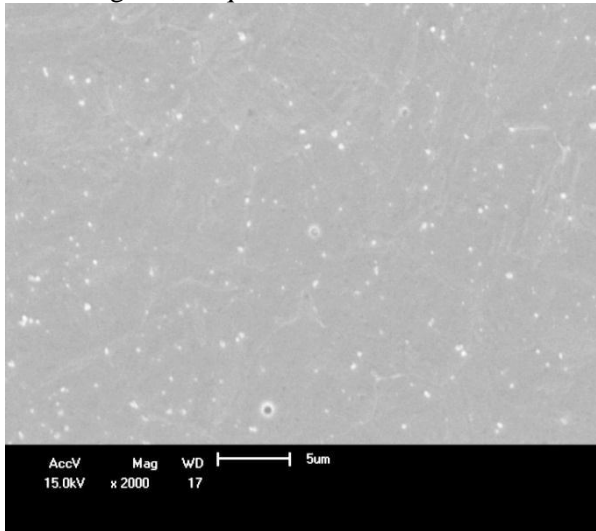


Figura 79 - MEV: Amostra temperada, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x

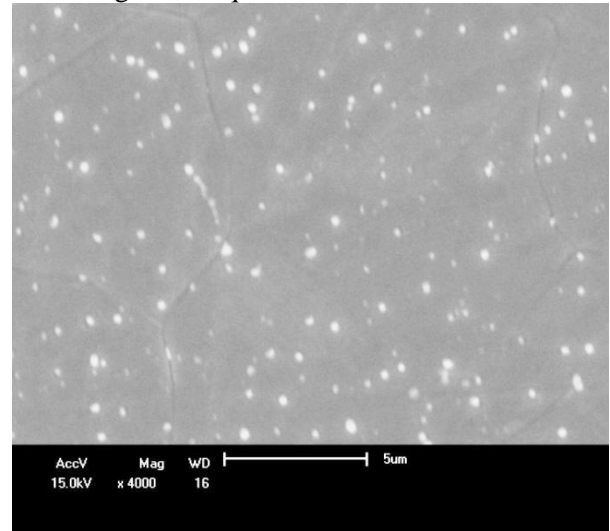


Figura 80 - MEV: Amostra revenida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 2000x

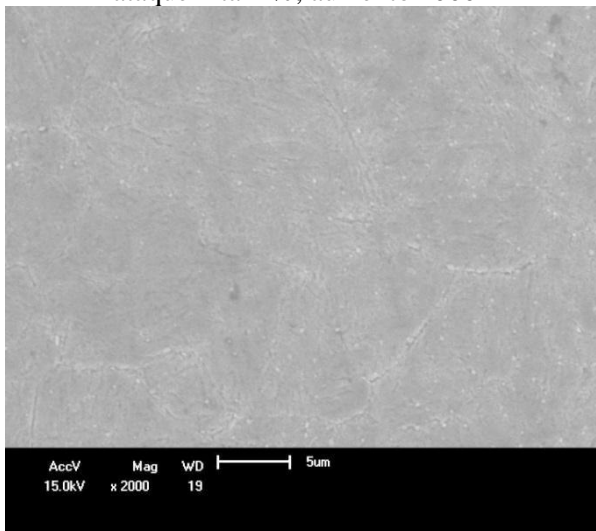
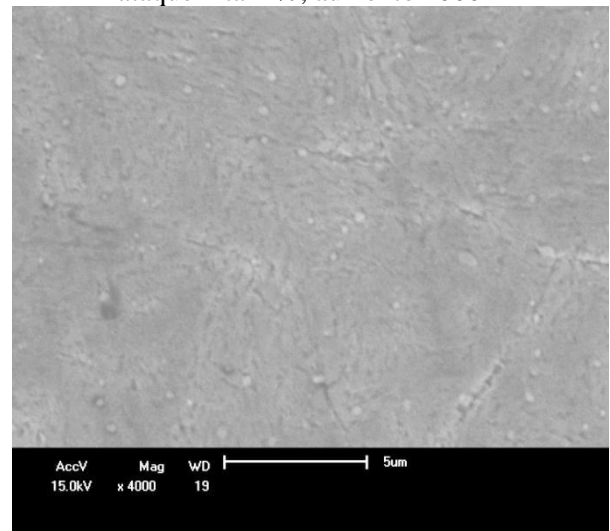


Figura 81 - MEV: Amostra revenida, estrangeiro, ataque nital 2%, aumento 4000x



Pode-se perceber também que a microestrutura apresentada após a etapa do revenimento a 620 e 420° C (Figura 72 e Figura 80) apresentou-se com uma aparência mais refinada. Possivelmente, após a o duplo revenimento houve a decomposição da austenita retida, que no caso dos aços ferramenta ocorre durante a etapa de resfriamento após o período de revenimento, dando origem à martensita. (BECHERER, WITHEFORD e VASCO, 1991) (THELNING, 1984) (VANDER VOORT, 2004). A formação desta martensita durante o resfriamento após o primeiro revenimento faz com que seja necessária a realização de mais etapas de revenimento, como foi realizado e como é de costume nos aços ferramenta, para que esta martensita formada tenha a sua estrutura aliviada. (THELNING, 1984)

4.6 TÉCNICA EXCITAÇÃO POR IMPULSO

O nível de atrito interno está diretamente associado às propriedades mecânicas do material. A magnitude do módulo de elasticidade é inversamente proporcional ao nível de amortecimento do material. O amortecimento é calculado a partir da taxa de atenuação do som, quanto maior o amortecimento, menor a duração do som. O valor da tangente do ângulo ($\tan(\delta)$), na frequência de excitação, determina o nível de amortecimento do material. (LIU, 2006)

O Quadro 2 apresenta os valores das principais propriedades dos materiais ensaiados obtidas durante a caracterização mecânica pela técnica de excitação por impulso. A densidade do material nacional conforme fabricante é $7,80 \text{ g/cm}^3$ e o estrangeiro $7,78 \text{ g/cm}^3$, sendo compatíveis com os valores encontrados.

Quadro 2 - Propriedades mecânicas obtidas na caracterização mecânica das amostras em relação a frequência natural de vibração

Material	Tratamento Térmico	Densidade (g/cm ³)	Módulo de Elasticidade (GPa)	1ª Frequência Fundamental de Flexão f (kHz)	Coefficiente de Poisson (μ)	$\tan(\delta)$ Graus
Nacional	Sem tratamento	7,78	$211,25 \pm 7,85$	$28,815 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	272,75
	Recozimento	7,78	$200,23 \pm 7,72$	$27,443 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	229,05
	Têmpera	7,78	$197,76 \pm 7,72$	$34,281 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	391,50
	Duplo Revenimento	7,78	$202,42 \pm 6,54$	$32,240 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	162,25
Estrangeiro	Sem tratamento	7,79	$203,06 \pm 7,78$	$26,460 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	438,25
	Recozimento	7,79	$200,09 \pm 5,90$	$32,977 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	401,90
	Têmpera	7,79	$197,79 \pm 5,18$	$31,092 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	502,60
	Duplo Revenimento	7,79	$199,99 \pm 7,50$	$26,673 \pm 0,5$	$0,24 \pm 0,01$	214,40

O material estrangeiro obteve valores menores do módulo de elasticidade em todos os tratamentos térmicos recebidos em comparação com o nacional e conseqüentemente um maior nível de amortecimento pela técnica de excitação por impulso a temperatura ambiente. (Figura 82)

Nota-se que no fornecimento das amostras, o módulo elástico máximo do material nacional chega a ser 3,8% maior que o estrangeiro, o que o caracteriza como um material mais rígido. Já com o duplo revenimento esta diferença cai para 0,7%.

Os valores $\tan(\delta)$ do material estrangeiro foram significativamente maiores do que as do material nacional o que denota também um maior nível de amortecimento nas amostras estrangeiras. (Quadro 2)

O tempo de amortecimento é menor em amostras estrangeiras, o que define um maior amortecimento neste tipo de material. (Figura 83)

Figura 82 - Gráfico comparativo modulo elástico

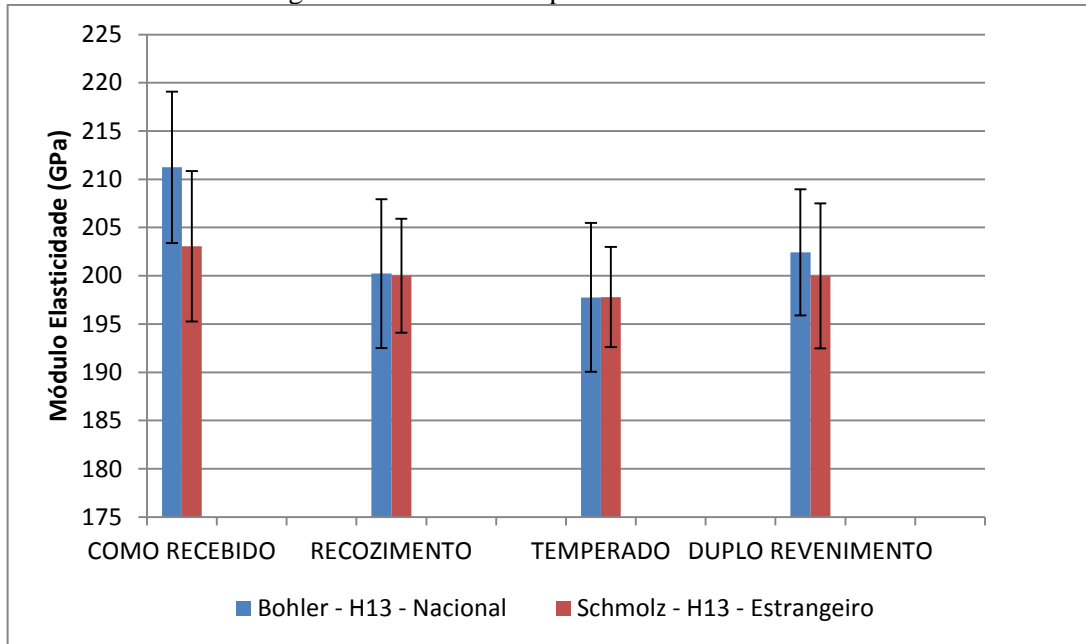
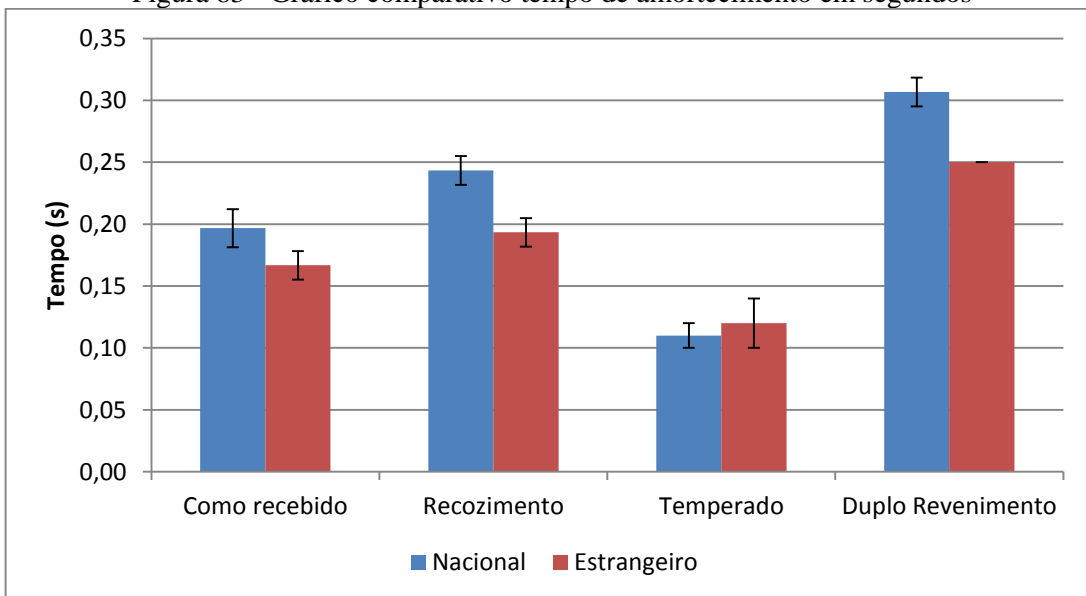


Figura 83 - Gráfico comparativo tempo de amortecimento em segundos



Além das propriedades mecânicas acima citadas foram obtidas a taxa de amortecimento ou amortecimento ($\zeta\omega_0$) em relação à frequência natural de vibração. A taxa de amortecimento quantifica o amortecimento de um sistema mecânico bem como a dissipação de energia interna de fluidos, metais, polímeros entre outros, ou seja, quanto maior o fator de amortecimento, melhor sua condição de amortecimento. (PEREIRA e CASSOLINO, 2010)

A Tabela 9 dispõe das propriedades diretamente relacionadas com o amortecimento dos materiais.

Tabela 9 - Valores das propriedades vinculadas ao amortecimento

Material	Tratamento Recebido	Taxa de amortecimento (ζ)	Frequência Natural (kHz)
Nacional	Sem Tratamento	$1,2873 \times 10^{-4}$	$28,815 \pm 0,5$
	Recozimento	$1,1267 \times 10^{-4}$	$27,443 \pm 0,5$
	Têmpera	$1,9123 \times 10^{-4}$	$34,281 \pm 0,5$
	Duplo Revenimento	$0,76 \times 10^{-4}$	$32,240 \pm 0,5$
Estrangeiro	Sem Tratamento	$1,9657 \times 10^{-4}$	$26,460 \pm 0,5$
	Recozimento	$1,3003 \times 10^{-4}$	$32,977 \pm 0,5$
	Têmpera	$1,9943 \times 10^{-4}$	$31,092 \pm 0,5$
	Duplo Revenimento	$1,0400 \times 10^{-4}$	$26,673 \pm 0,5$

Nota-se que o material estrangeiro possui valores maiores da taxa de amortecimento em relação à frequência natural de vibração ($\zeta\omega_0$), conseqüentemente melhores condições de amortecimento.

5 CONCLUSÕES

Através da análise de espectrometria óptica foi possível identificar o percentual de elementos de liga nas amostras e nota-se que há uma diferença relativamente grande em quase todos os elementos de liga em comparação com o informado pelo fabricante. Também existe uma diferença no percentual dos elementos químicos entre os materiais. Quando se trata do molibdênio, esta diferença é de 137% a mais no aço de origem estrangeira, o que influencia diretamente no refino dos grãos. Diferença semelhante foi observada em relação ao vanádio que pode ter o mesmo tipo de interferência sobre a microestrutura do material. O material de origem nacional possui 50% a mais que o estrangeiro e conforme já mencionado nos resultados, pequenas adições de vanádio proporcionam um efeito de endurecimento secundário muito forte na têmpera, por conseguinte, aumenta a dureza a quente. O vanádio atua fortemente como refinador de grão e é um formador de carbonetos, o que foi evidenciado pelas técnicas de microscopia óptica e MEV.

Através das análises da microscopia óptica e com o apoio das técnicas de ataques, acredita-se que o aço H13 de origem nacional tenha sido tratado termicamente por um longo período em uma alta temperatura, pois nota-se a formação de uma estrutura perlítica no seu estado de fornecimento.

Já no aço H13 de origem estrangeira nota-se que houve também um tratamento térmico após sua fabricação, mas se observa que a estrutura final de fornecimento é uma estrutura predominantemente bainítica, que é obtida através de um tratamento em baixas temperaturas por um longo período e com temperatura controlada, o que resultou em uma microestrutura mais homogênea.

Nota-se também o aparecimento da austenita retida em ambas as amostras recozidas, o que se deve ao fato do tratamento de recozimento ter sido feito a uma temperatura elevada, sendo que nesta temperatura (750 °C) a fase austenítica já começa a aparecer, conforme diagrama TTT deste material.

Quanto às análises de RX, nota-se que ambas as amostras tiveram um comportamento semelhante em relação aos tratamentos térmicos a que foram submetidos e os resultados obtidos foram os esperados: ocorreu uma deformação microestrutural devido ao tratamento de têmpera, seguida de um alívio de tensões no revenimento. A análise do tamanho médio de grãos e a deformação relativa obtida pela Técnica de Williamsom-Hall não foi eficiente, devido aos poucos picos que os materiais apresentam (quatro) nos difratogramas. Um dos

problemas é devido o material ser sólido e qualquer variação da amostra no porta-amostras pode deslocar todos os picos. Levantamos a hipótese de que o equipamento não estava devidamente calibrado para a realização deste tipo de medida, mas isso só foi colocado em discussão quando não havia mais chance de refazer as medidas em outro equipamento. O que ocorreu foi que uma mesma amostra, quando submetida a mais de uma medida de DRX, resultava em padrões de difração com picos de intensidade semelhante localizados em ângulos de difração diferentes, o que dificultou a análise destas medidas de forma mais confiável. Portanto, para este tipo de material podemos afirmar que esta técnica não foi eficiente. Registramos divergências tanto na posição dos picos de difração quanto no tamanho médio do cristalito para a mesma amostra submetida a mais de uma medida. A sugestão é que sejam feitas outras medidas de DRX utilizando-se um aparato adequado para medidas de amostras em volume, e aplicando-se uma análise modificada de Williamson-Hall que possa dar cabo dos problemas causados pelos poucos picos de intensidade variada observados nestas amostras. Aqui, os resultados foram empregados de forma qualitativa, apontando uma tendência de comportamento destes materiais.

Em relação aos ensaios de dureza (HRC) os resultados mostraram que o material nacional possui no geral durezas maiores do que o estrangeiro, que impactam diretamente na tenacidade e fragilidade do material. Isto muito provavelmente se deve ao fato do percentual de vanádio maior na liga nacional, pois o mesmo também proporciona um efeito de endurecimento secundário muito forte na têmpera, por conseguinte, aumenta a dureza a quente. Além disso, este elemento de liga atua como refinador de grão.

Sobre as análises pelo MEV pudemos verificar a existência de carbonetos precipitados em ambos os materiais nas etapas como recebido e recozido. Na têmpera nota-se a presença de austenita retida, dissolvida na matriz após o duplo revenimento. A austenita retida evidenciada no recozimento pela microscopia ótica não foi identificada no MEV, visto que ela fica misturada entre os carbonetos, o que dificultou sua visualização.

Da TEI pudemos avaliar os módulos elásticos de ambos os materiais, da qual chegamos ao resultado que o material estrangeiro obteve valores menores em todos os tratamentos térmicos a qual foram submetidos em comparação com o nacional e conseqüentemente atinge um maior nível de amortecimento pela técnica de excitação por impulso a temperatura ambiente. Pode-se então, diante dos resultados, sugerir que a o material estrangeiro oferece maior capacidade de amortecer, e tem-se como hipótese o mesmo ser composto por uma

microestrutura mais homogênea, menos grosseira, com a possível formação de fases intermediárias nas quais possivelmente são mais dúcteis.

6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- Preparar corpos de prova destes materiais e aplicar outros ensaios mecânicos como Impacto e Fluência e medir suas propriedades.
- Aplicar a Técnica Williamson-Hall modificada para confrontar os valores obtidos.

REFERÊNCIAS

- ABDALLA, A. J. et al. Desenvolvimento de Ataques Químicos para a Caracterização Microestrutural de Aços Aeronáuticos. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo - v. 29, n. 2**, Guaratinguetá, p. 61-65, 2010.
- AGUIAR, D. J. M. D. **Tese - Estudo da Formação e Reversão de Martensita Induzida por Deformação na Austenita de dois Aços Inoxidáveis Dúplex**. São Paulo: [s.n.], 2012.
- ALTAN, T.; NGAILE, G.; SHEN, G. **Could and Hot Forging - Fundamentals and Applications**. Ohio: ASM International, 2004.
- AN investigation into the effects of conventional heat treatments on mechanical characteristics of new hot working tool steel. **Materials Science and Engineering** , 2012. 300-310.
- ANAZAWA, R. M. et al. DETERMINAÇÃO DA AUSTENITA RETIDA EM UM AÇO MULTIFÁSICO POR MICROSCOPIA ÓPTICA E DIFRAÇÃO DE RAIOS X. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v.29, n.2**, p. 61-65, 2010.
- ASM HANDBOOK. **Heat Treating - Volume 4**. USA: ASM International, 1991.
- BAHRAMI, A. et al. Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel. **Wear**, 2005. (258) 846-851.
- BECHERER, B. A.; WITHEFORD, T. J.; VASCO, T. Introduction to Heat Treating of Tool Steels. In: _____ **ASM Handbook - Metals Handbook - Heat Treating**. United States: ASM International, 1991. p. 1544-1577.
- BICKENBACH, S. E. **Catálogo Aço Thyrotherm 2367**. [S.l.]: [s.n.], 2014.
- BOHLER. **Catálogo Aço W-302**. [S.l.]: [s.n.], 2014.
- CALLISTER, W. D. J. **Ciência e engenharia dos materiais Uma introdução, 7 ed.** Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- CASSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. **Módulos Elásticos: visão geral e métodos de caracterização**. Ribeirão Preto: [s.n.], 2010.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Processos de Fabricação e Tratamento**. São Paulo: McGraw-Hill Ltda, 1986.
- CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. São Paulo: ABM, 2008.
- COLLINS, D. N. **COLLINS, D. N. Deep cryogenic treatment of tool steels: a review**. Heat treatment of metals. [S.l.]: [s.n.], 1996.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns 4.ed.** São Paulo: Blucher, 2008.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction.** Massachusetts - USA: Addison-Wesley Publishing Company, 1978.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura: aplicações e preparação de amostras.** Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

E1876, A. **Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration1.** West Conshohocken: ASTM International, 2009.

FILHO, E. B. et al. **Conformação Plástica dos Metais 6º Ed.** São Paulo: EPUSP, 2011.

GABARDO, J. F.; OKIMOTO, P. C. **Estudo de tratamentos térmicos aplicados as ferramentas de fabricação com aço AISI H13 visando o aumento de sua vida útil.** Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Fabricação. Caxias do Sul: [s.n.]. 2006.

GEORGE F. VANDER VOORT, G. M. L. Microstructural Characterization of Carburized Steels. **Heat Treating Progress**, p. 37-42, September 2009.

GEORGE ROBERTS, K. G. A. K. R. **ASM Tool Steels 5º Ed.** New York: ASM, 1998.

JÚNIOR, A. R. F. **Tese - Obtenção de revestimentos duplex por nitretação a plasma e pvd-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13.** São Paulo: [s.n.], 2003.

KHEIRANDISH, S.; NOORIAN, A. Effect of Niobium on Microstructure of Cast AISI H13 Hot Work Tool Steel. **JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH, INTERNATIONAL**, 2008. 61-66.

KONESHLOU, M.; KAVEH, M. A.; FARZAD, K. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors. **Cryogenics**, 2011. (51) 55-61.

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

LEPERA, F. S. Improved Etching Technique for the Determination of Percent Martensite in High-Strength Dual-Phase Steels. **Metallography** 12, 1979. 263-268.

LIU, J.-H. et al. Inclusion Variations of Hot Working Die Steel H13 in Refining Process. **JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH, INTERNATIONAL**, 2012. 01-07.

LIU, Q. Effect of Effect of the heat treatment on the damping characteristics.. **Materials Science and Engineering**, 2006. A 438-440, 563-566.

MARCOS FLAVIO DE CAMPOS, R. M. T. H. **TENSÕES RESIDUAIS EM AÇOS AVALIADAS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X: DIFERENÇA ENTRE MICRO E**

- MACRO TENSÕES RESIDUAIS¹. III Workshop sobre Textura. São Paulo: [s.n.]. 2006. p. 115 - 131.
- MEI, P. R.; SILVA, A. L. V. D. C. **Aços e ligas especiais, 3º Ed.** 4º. ed. São Paulo: Blucher, 2010.
- MESQUITA, R. A.; MORAES, P. Tratamento térmico de moldes e matrizes. **Exacta**, p. v. 10, n. 3, 357-370, 2012.
- N. R. C. et al. **CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO MULTIFÁSICO AISI 4350 POR TÉCNICA DE TRÍPLICE ATAQUE**. TTT 2012 - VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico. Atibaia: [s.n.]. 2012.
- NEVES, E. M. et al. **Caracterização Metalográfica de um aço AISI H13 por meio de metalografia convencional e contraste por interferência diferencial (DIC)**. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Foz do Iguaçu: [s.n.]. 2006. p. 4808-4818.
- NOGUEIRA, R. C. et al. Caracterização Microestrutural de Aços Multifásicos por Microscopia Óptica com a utilização de diferentes ataques Químicos. **18º CBECimat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 24-28 Novembro 2008. 6061-6070.
- PEREIRA, A. H. A.; CASSOLINO, L. C. **Amortecimento**: classificação e métodos de determinação. Ribeirão Preto: [s.n.], 2010.
- PEREIRA, A. H. A.; CASSOLINO, L. C. **Módulos elásticos**: visão geral e métodos de caracterização. Ribeirão Preto: [s.n.]. 2010.
- PEREZ, M.; BELZUNCE, F. J. The effect of deep cryogenic treatments on the mechanical properties of an AISI H13 steel. **Materials Science & Engineering A**, 2 Outubro 2014. (624) 32-40.
- R.C. NOGUEIRA, T. M. H. M. S. P. A. J. A. Caracterização Microestrutural do Aço Multifásico AISI 4350 por Técnica de Tríplice Ataque. **TTT 2012 - Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico**, 17-20 Junho 2012. 324-332.
- RAFAEL AGNELLI MESQUITA, C. A. B. C. S. G. H.-J. K. Aços Ferramenta para Trabalho a Quente com Baixo Teor de Silício: Caracterização e Aplicações. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v.4, nr.4, p. 7-15, 2008 - abr-jun.
- ROJO, A. et al. Process structure properties relationship during formation of CrN and AlN layers on H13 Steel. **Surface & Coatings Technology**, 2008. 217-222.

- SILVA, F. T. D. et al. ANÁLISE DO TAMANHO DO CRISTALITO E MICRODEFORMAÇÃO DA REDE CRISTALINA DO CARBETO DE TUNGSTÊNIO MOÍDOS EM MOINHO DE ALTA ENERGIA. **19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat**, 21-25 Novembro 2010. 527-534.
- SOUKI, I.; DELAGNES, D.; LOURS, P. Influence of heat treatment on the fracture toughness and crack propagation in 5% Cr martensitic steel. **Procedia Engineering**, 2011. (10) 631-637.
- SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering of steel. In: _____ **Metallurgical Transactions v.3**. [S.l.]: [s.n.], 1972. p. 1043-1054.
- T. DE COCK, J. P. F. C. C. F. G. C. V. L. C. G. D. A. Austenite retention in low Al/Si multiphase steels. **Scripta Materialia**, 16 junho 2006. 441-443.
- TANMAY BHATTACHARYYA, S. B. S. S. D. A. H. D. B. Development and characterisation of C-Mn-Al-Si-Nb TRIP aided steel. **Materials Science and Engineering A**, 2011. 2394-2400.
- TELASANG, G. et al. Effect of laser parameters on microstructure and hardness of laser clad and tempered AISI H13 tool steel. **Surface & Coatings Technology**, 2014. (258) 1108-1118.
- THELNING, K. E. **Steel and its Heat Treatment. 2. ed.** Grã-Bretânia: Mackays of Chatham, 1984.
- TOTTEN, G. E. **Steel Heat Treatment - Metallurgy and Technologies**. Portland: Taylor & Francis, 2006.
- VANDER VOORT, G. F. Metallographic Techniques for Tool Steels. In: _____ **ASM Metals Handbook: Metallography and Microstructures**. [S.l.]: ASM International, 2004. p. 644-669.
- WEI, M. X. et al. Effect of tempering conditions on wear resistance in various wear mechanisms of H13 steel. **Tribology International**, v. 44, p. 898-905, Março 2011.
- WEI, M. -X. et al. Selection of Heat Treatment Process and Wear Mechanism of High Wear Resistant Cast Hot-Forging Die Steel. **JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH, INTERNATIONAL**, 2012. 50-57.