

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA  
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Ivan de Paula Denardi

Roberta Tempski Leite Elias

**ESTUDO DE VIABILIDADE TÉCNICA DA NITRETAÇÃO  
LOCALIZADA UTILIZANDO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM TIG**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2013

Ivan de Paula Denardi

Roberta Tempski Leite Elias

**ESTUDO DE VIABILIDADE TÉCNICA DA NITRETAÇÃO  
LOCALIZADA UTILIZANDO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM TIG**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova

CURITIBA

2013

## TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa " **ESTUDO DE VIABILIDADE TÉCNICA DA NITRETAÇÃO LOCALIZADA UTILIZANDO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM TIG** ", realizado pelo aluno(s) Ivan de Paula Denardi e Roberta Tempski Leite Elias, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova

UTFPR - Damec

Orientador

Prof. Dr. Julio Cesar Klein das Neves

UTFPR - Damec

Avaliador

Prof. Dr. Aldo Santos Pereira

UTFPR - Damec

Avaliador

Curitiba, 29 de Agosto de 2013.

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais, que mesmo distantes fisicamente, estão todos os dias em meu coração. Aos meus irmãos Lígia e Euclides, que me dão força para lutar. Aos meus “filhos animais”, Bores, Nessie e Zica, pelo amor incondicional, mesmo quando chego em casa de péssimo humor. Aos amigos que escutaram todas as reclamações e só fizeram apoiar a caminhada. E a todos os funcionários das empresas fabricantes de cerveja do mundo, que de alguma forma me acompanharam durante o curso de engenharia.

Ivan de Paula Denardi.

## AGRADECIMENTOS

Este trabalho só se fez possível graças ao imensurável apoio de nossas famílias, de sangue e de coração, que com muito carinho nos acompanhou não só durante a realização do mesmo, mas em toda a prévia formação necessária para atingirmos este patamar.

Ao nosso orientador, o Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova, pela parceria, acessibilidade, discussões e puxões de orelha durante todo o trabalho.

As empresas que de alguma forma facilitaram nossa pesquisa, como Favorit açós especiais, pela matéria prima doada, ainda a Air Liquide pelo preço compreensivo do cilindro de Nitrogênio e pelo seu pronto atendimento e também à CNH Latino americana, que gentilmente nos cedeu o termovisor utilizado nos diversos testes e produção das amostras.

À UFPR, onde fomos acolhidos pelo Prof. Dr. Silvio Francisco Brunatto e pelo Prof. Dr. Paulo Cesar Okimoto, e também pelo estagiário do Labsolda Derick, que durante férias de nossa instituição, nos ajudou com afinco na realização dos testes.

Não podemos deixar de agradecer também a todos os professores e funcionários da UTFPR, que durante esta longa caminhada estiveram ao lado, apoiando, instruindo e fortalecendo a formação que nos foi passada, e em diversas vezes mesmo fora do âmbito acadêmico nos aconselhando e apoiando em momentos de dúvida ou de fraqueza.

E ainda a todos que de alguma maneira desprenderam esforços, físicos ou psíquicos, para que nossos objetivos fossem atingidos, e a todos os sonhadores do mundo, pois desde pequeno sempre acreditei que: “impossível é tudo aquilo que não se pode ser sonhado!”.

“Comece fazendo o que é necessário, depois o que é possível, e de repente você estará fazendo o impossível.”  
***São Francisco de Assis***

## RESUMO

DENARDI, Ivan de P.; ELIAS, Roberta T. L.; **ESTUDO DE VIABILIDADE TÉCNICA DA NITRETAÇÃO LOCALIZADA UTILIZANDO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM TIG.** 2013. XX f. Monografia (Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

O endurecimento superficial de aços através de tratamentos térmicos e termoquímicos é uma técnica amplamente utilizada na prática industrial. Dentre os processos de nitretação, o processo a plasma vem ganhando mercado nos últimos anos, e suas limitações estão basicamente relacionadas com as dimensões da peça que se deseja nitretar. Este estudo se propõe a testar a viabilidade de um processo diferente do já conhecido para a nitretação a plasma. Foi utilizado um equipamento de soldagem TIG com suas características mais simples encontradas comercialmente e com adição de nitrogênio à atmosfera protetora de argônio para a realização do estudo, tendo em vista que os acontecimentos físicos do arco elétrico entre eletrodo e peça podem ser comparados a uma reprodução do plasma gerado no reator de nitretação a plasma. Após a experiência de nitretação com o uso de TIG, as amostras foram caracterizadas através de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difratometria de raios-X. Além disso, foram feitos perfis de microdureza nas seções transversais das amostras tratadas. Os resultados obtidos mostraram que, com a atual configuração do equipamento e dos parâmetros do processo, não foi possível evitar a formação de poças de fusão, o que é indesejável neste caso, embora as análises de raio-X e EDS indiquem que houve a incorporação de nitrogênio no material e aumento significativo na dureza superficial.

**Palavras-chave:** aço H13, microdureza, nitretação a plasma, surface alloying, refusão.

## ABSTRACT

DENARDI, Ivan de P.; ELIAS, Roberta T. L.. **Technical feasibility of local nitriding using TIG welding equipment**. 2013. XX f. Monograph (Mechanical Industrial Engineering) – Department of Mechanical Engineering, Federal Technological University of Paraná, Curitiba, 2013.

The surface hardening of steels by means of heat and thermochemical processes is a widely used technique in industrial practice. Among nitriding processes, plasma nitriding is increasing its market share in the last years, and its limitations are basically related to the dimensions of the parts to be nitrided. This work aims to test the viability of a different process compared to the conventional plasma nitriding. It was used a TIG welding equipment with the most simple particulars commercially founded, with the addition of nitrogen to the argon protective atmosphere, to do this work, because the electrical arc phenomenon that is generated between the electrode and the part during TIG welding can be compared with the plasma between the reactor and the part, during plasma nitriding. After nitriding experience with TIG equipment, specimens were characterized by means of optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy (EDS), and X-ray diffraction. Microhardness profiles of treated samples were also measured. Results showed that with the current equipment configuration and process parameters, it was impossible to avoid the surface melting, which is undesirable in this case, however both EDS and X-ray analyses indicated some nitrogen incorporation in the alloy with subsequent surface hardening.

**Keywords:** H13 steel, microhardness, plasma nitriding, surface alloying, remelting.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Esquema básico de um equipamento para nitretação iônica (JONES, C.K. et al., 1973).....	21
Figura 2– Microestrutura do metal base, detalhe para martensita revenida. (Rizvi e Khan, 1999).....	22
Figura 3. Dendritas e lâminas interdendríticas na região resolidificada da superfície utilizando argônio. (Rizvi e Khan, 1999).....	22
Figura 4. Estrutura resolidificada da superfície modificada utilizando o Nitrogênio, mostrando a formação de uma estrutura dendrítica refinada. (Rizvi e Khan, 1999).....	23
Figura 5 – Curva Transformação Tempo Temperatura para aço ferramenta. (Fonte: Voort, G. F. V. – 1991).....	25
Figura 6 – Solubilidade do Nitrogênio no aço em temperaturas de 600°C a 2000°C. (Fonte: Keytometals, 2007).....	26
Figura 7 – Alimentador de gás independente (Fonte: autoria própria).....	28
Figura 7 – (A)Manômetro do cilindro de argônio, (B)Manômetro do cilindro de nitrogênio e (C)Junção misturadora dos gases. (Fonte: autoria própria).....	28
Figura 8 – Termovisor. (Fonte: autoria própria).....	29
Figura 9 – Imagem fornecida pelo termovisor mostrando a distribuição de temperatura na amostra e as temperaturas em três pontos. (Fonte: autoria própria).....	29
Figura 10 – Tensão e corrente durante os testes. (Fonte: autoria própria).....	30
Figura 11- (A) Amostras da barra e (B) Amostras da placa. (Fonte: autoria própria).....	31
Figura 12- Desenho esquemático do corte em amostras da barra. (Fonte: autoria própria). 31	
Figura 13- Desenho esquemático do corte em amostras da placa. (Fonte: autoria própria). 32	
Figura 14- Microscopia ótica, amostra Or. A esquerda duas faces, a direita núcleo da amostra, ampliação 200X (Fonte: autoria própria).....	34
Figura 15- Microscopia ótica, amostra C, ampliação 200X (Fonte: autoria própria). ....	35
Figura 16- Microscopia ótica, amostra B, ampliação 200X (Fonte: autoria própria).....	35
Figura 17- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 50X (Fonte: autoria própria).....	36

Figura 18- Microscopia ótica, amostra F, ampliação 50X (Fonte: autoria própria).....	36
Figura 19- Microscopia ótica, amostra E2, ampliação 50X, detalhe poça de fusão. (Fonte: autoria própria).....	37
Figura 20- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 500X, detalhe microporosidade. (Fonte: autoria própria).....	37
Figura 21- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 500X, detalhe microporosidade. (Fonte: autoria própria).....	38
Figura 22- Comparativo de perfis de dureza gerados no conjunto de amostras. (Fonte: autoria própria).....	39
Figura 23- Microscopia ótica, amostra E2, ampliação 100X, detalhes de microindentação (Fonte: autoria própria).....	39
Figura 24- Imagem macroscópica das superfícies tratadas, indicação correspondente a nomenclatura da amostra (Fonte: autoria própria).....	40
Figura 25- Imagem macroscópica da Amostra A, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria)..	41
Figura 26- Imagem macroscópica da Amostra B, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria)..	41
Figura 27- Imagem macroscópica da Amostra C, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria)..	42
Figura 28- Imagem macroscópica da Amostra D, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria)..	42
Figura 29- Microscopia eletrônica, ampliação 500X, amostras A, C e D respectivamente. (Fonte: autoria própria) .....	44
Figura 30- Microscopia eletrônica, falhas da amostra A, ampliações de 5K X e 10KX respectivamente. (Fonte: autoria própria).....	45
Figura 31- Análise de EDS. (Fonte: autoria própria) .....	46
Figura 32- Análise de EDS, aproximação da escala para melhor visualização do pico de nitrogênio. (Fonte: autoria própria) .....	46
Figura 33- Análise de DRX, amostra B, cartas de nitreto de ferro sobre a amostra. (Fonte: autoria própria).....	47
Figura 34- Análise de DRX, amostra E, cartas de nitreto de ferro e ferro-vanádio sobre a amostra. (Fonte: autoria própria).....	48

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1- Identificação das amostras. (Fonte: autoria própria).....	30
Tabela 2- Medições de microdureza. (Fonte: autoria própria).....	38

## **LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS**

TIG: Tungsten Inert Gas

CA: Corrente Alternada

CCEP: Corrente Contínua com Eletrodo Positivo

CCEN: Corrente Contínua com Eletrodo Negativo

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

EDS: Espectroscopia de Energia Dispersiva

DRX: Difractometria de Raio-X

ZTA: Zona Termicamente Afetada

UTFPR: Universidade Tecnológica Federal do Paraná

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Contexto do Tema	15
1.2	Caracterização do Problema	15
1.3	Objetivos	16
1.4	Justificativa	16
2	Fundamentação Teórica	17
2.1	O Endurecimento Superficial	17
2.2	Nitretação	17
2.2.1	Vantagens do Processo	18
2.2.2	Aplicação	18
2.3	Tipos de Nitretação	19
2.3.1	Nitretação a gás ou Nitretação gasosa	19
2.3.2	Nitretação a banho de sal	19
2.3.3	Nitretação a plasma	19
2.4	Refusão superficial e <i>surface alloying</i>	21
2.5	Processo de soldagem TIG	23
2.5.1	Fontes de Potência	24
2.5.2	Argônio (Ar)	24
2.6	Gráfico TTT	25
2.7	Solubilidade do Nitrogênio	26
3	MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1	Matéria prima	27
3.2	Gases	27
3.3	Controle	29
3.4	Nomenclatura das amostras	30
3.5	Processo	31
3.6	Análises	31
3.7	Caracterização	32
3.7.1	Análise metalográfica (microscopia ótica e MEV)	32
3.7.2	Análise da microdureza	33
3.7.3	Análise de componentes em equipamento de DRX e EDS	33
4	Resultados e discussão	34
4.1	Análise de microestrutura	34
4.1.1	Metalografias da amostra Or	34
4.1.2	Alterações de microestrutura	35
4.1.1	Poças de Fusão	36
4.2	Microdureza	38
4.3	Análise macroscópica da superfície.	40
4.4	Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva	43

4.5	Difratometria de Raio-X	47
4.6	Análise de temperabilidade das amostras	48
5	Conclusões	49
6	Recomendações Para trabalhos futuros	50
	REFERÊNCIAS	51
	ANEXO A – Catálogo Favorit	53
	ANEXO B – Catálogo Villares	54

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Contexto do Tema

O desenvolvimento de tratamentos de superfície possibilitou conferir aos materiais propriedades que antes somente poderiam ser adquiridas via conformação mecânica do material ou tratamento térmico de toda a peça.

A nitretação confere à superfície do material alta resistência ao desgaste, sendo utilizada na fabricação de engrenagens e de ferramentais, como matrizes e moldes. Hoje em dia ela pode ser aplicada utilizando os seguintes processos: por banho de sal, por forno com gás amônia ou em um reator de plasma.

Estes processos, industrialmente, possuem defasagem, ou por seu impacto ambiental, ou por ter um tempo de processo muito longo, ou por limitações dimensionais, representando um gargalo na produção das peças que necessitam deste tipo de tratamento.

Em vista disso, neste trabalho foi avaliada a viabilidade de um novo processo para a nitretação, utilizando um equipamento de solda TIG como gerador do plasma para a geração de íons  $N^+$ , e posterior difusão no interior do material base.

## 1.2 Caracterização do Problema

Os tratamentos superficiais são comumente usados na indústria, sendo que a nitretação hoje é realizada dentro de reatores, que mesmo eficientes e ecologicamente corretos ainda é um processo que não possui mobilidade e limitado ao tamanho de peças que caibam no reator. Com essa pesquisa, buscou-se um meio de tornar a nitretação um processo com mobilidade para ser executado em campo, de forma barata e eficaz.

O principal problema dos processos atuais de nitretação é o tempo despendido durante o processo, que pode chegar a até 120 horas, quando se utiliza o nitrogênio dissociado da amônia, segundo David Pye. Além disto, no caso da nitretação localizada, ou seja, somente em uma parte da peça, é necessário o uso de uma máscara para proteger a área que não se deseja nitretar. Essa máscara é produzida utilizando um material de sacrifício. Com o novo processo, a energia e insumos seriam despendidos somente onde há interesse.

### **1.3 Objetivos**

O objetivo deste projeto é estudar a viabilidade de uma nova técnica para o processo de nitretação a plasma.

Aplicando equipamentos existentes no mercado e o conhecimento adquirido na academia, buscou-se avaliar a difusão do nitrogênio em corpos de prova de H13 submetidos ao processo de nitretação utilizando equipamento de soldagem TIG (*Tungsten Inert gas*), provendo uma base para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

### **1.4 Justificativa**

Ao ser visto que o sistema interior ao reator de plasma poderia ser reproduzido em micro escala pelo sistema “tocha TIG – peça” foi então vislumbrado a teoria que após estudo e reconfiguração de parâmetros e detalhes inerentes a este processo apresentaremos como tema de nosso estudo, buscando comprovar a difusão de nitrogênio em camadas superficiais de corpos de prova H13, e assim abrir um novo campo de pesquisa para o desenvolvimento do tratamento superficial.



## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Para facilitar o entendimento e nivelar o conhecimento básico para este estudo, são tratados a seguir alguns itens essenciais ao conhecimento.

### 2.1 O Endurecimento Superficial

Os processos de endurecimento superficial são processos que visam à obtenção de peças de aço dotadas de uma fina camada superficial de elevada dureza, mantendo a dureza do núcleo com a mesma dureza original. Assim, as peças que passam por estes processos terão uma camada superficial com alta resistência ao desgaste, alta resistência a esforços de compressão e alta resistência à fadiga. Em contrapartida, pelo fato do núcleo ter uma dureza mais baixa, a peça terá boa tenacidade.

Os processos de endurecimento superficial podem ser divididos em duas categorias distintas, aqueles que envolvem alteração da composição química da camada superficial (cementação e nitretação) e aqueles que envolvem a alteração da microestrutura desta mesma camada (têmpera por chama, têmpera por indução).

### 2.2 Nitretação

O processo de nitretação é um processo que, como a cementação, altera quimicamente a composição de uma camada superficial do aço. Entretanto, ao contrário da cementação, a camada nitretada não necessita ser temperada, tendo em vista que os nitretos que se formam já possuem dureza elevada.

A camada nitretada tem menor espessura do que a cementada, segundo David Pye são recomendadas espessuras de camada nitretada de no máximo 0.25 mm (0.010 in.) para ferramentas de conformação, pois camadas de grande espessura podem fragilizar a superfície da ferramenta.

Segundo Pinedo (2004), historicamente, o desenvolvimento do processo de endurecimento superficial pela introdução de nitrogênio por difusão no estado sólido é creditado a Adolph Machlet que depositou a primeira patente em 1908, reconhecida em 24 de junho de 1913. Em 1921, Adolph Fry depositou efetivamente a primeira patente de um processo de endurecimento superficial denominado de nitretação na qual descreve o processo de nitretação gasosa como um meio de endurecimento superficial em

temperaturas próximas a 580°C, no campo monofásico da ferrita, gerando superfícies nitretadas com as características conhecidas até hoje.

O tratamento superficial de nitretação é definido como um tratamento termoquímico que envolve a introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita, em temperaturas normalmente na faixa de 500 a 590°C (Thelning (1975) apud SANTOS, R.F. SILVA E.R., TELES V. C, 2012). Conseqüentemente, no processo de nitretação não ocorre nenhuma transformação de fase que não esteja relacionada com a precipitação de nitretos ou carbonitretos, quando presente também o carbono na liga ou no meio nitretante.

Nas condições usualmente empregadas nos processos comerciais de nitretação gasosa e líquida, a microestrutura da superfície nitretada é normalmente formada por duas regiões distintas, a partir da superfície: (i) a camada de compostos, denominada também de camada branca, por seu aspecto ao microscópio óptico, mais externa, e (ii) a zona de difusão, logo abaixo da camada de compostos que se estende em direção ao núcleo do substrato.

### **2.2.1 Vantagens do Processo**

Entre as vantagens da nitretação podemos citar as seguintes:

- alta dureza superficial, implicando em alta resistência ao desgaste;
- alta resistência à fadiga e baixa sensibilidade ao entalhe;
- boa resistência à corrosão;
- alta estabilidade dimensional.

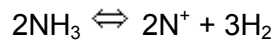
### **2.2.2 Aplicação**

Os processos de nitretação são utilizados, por ordem de importância, no tratamento de metais ferrosos, metais refratários e, mais recentemente, de alumínio. O processo de nitretação de superfícies se aplica, entre outras, à indústria mecânica, automotiva, hidráulica, de conformação de metais, siderurgia, biomédica e alimentação. O processo é utilizado no tratamento de moldes de injeção de plásticos e alumínio, de peças automotivas (válvulas, engrenagens, pistões, etc.), moldes de extrusão de alumínio, ferramentas de corte e usinagem de metais, punções de matrizes para corte em geral, tratamento de próteses, etc. (site Inforgel, 2006)

## 2.3 Tipos de Nitretação

### 2.3.1 Nitretação a gás ou Nitretação gasosa

No processo de nitretação gasosa é utilizada amônia que é injetada no forno aquecido com temperaturas usuais de 500°C a 570°C. Nesta temperatura, a amônia se dissocia de acordo com a seguinte equação:



Segundo David Pye, a temperatura de 500°C é considerada a mais econômica, pois o nitrogênio tem grande afinidade com o Ferro e prontamente pode se difundir a temperaturas elevadas. Quanto maior a temperatura, maior velocidade e profundidade de difusão do nitrogênio, e uma temperatura econômica é considerada como sendo aquela que produz profundidade ideal sem comprometer a qualidade do tratamento.

### 2.3.2 Nitretação a banho de sal

A nitretação em banhos de sais é bastante antiga, assim como o processo de nitretação a gás. As misturas de sais utilizadas contém entre 60-70% de NaCN e 30 a 40 % de KCN. Há também uma pequena porcentagem de carbonatos (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) e cianatos (NaCNO). O banho de sal fundido constituído de cianetos, cianatos e carbonatos de sódio e potássio é o meio de transporte de nitrogênio e carbono para a superfície dos materiais, segundo. Os banhos de sais fundidos geram nitrogênio e carbono, sendo o processo controlado por duas reações, uma de oxidação e outra catalítica. A oxidação é a transformação do cianeto em cianato através da aeração, segundo Cardoso (apud VENDRAMIM, J. C.).

Normalmente a temperatura utilizada situa-se entre 550° e 570° C. Nesta faixa de temperatura não ocorre a reação de cementação e, portanto, teremos apenas a adição de nitrogênio ao aço. Os tempos de nitretação são curtos, geralmente entre 1 e 4 horas.

### 2.3.3 Nitretação a plasma

Na nitretação a plasma, diferentemente da nitretação a gás, os gases são inseridos no reator separadamente, como N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>, podendo ser combinados de várias formas, variando o potencial de nitretação (Pye D., 2003).

A nitretação a plasma é o processo mais recente de nitretação que, devido a sua versatilidade no controle microestrutural da superfície nitretada, baixo custo de operação e

adequação à legislação ambiental, vem fazendo que este processo assuma uma posição de destaque dentre os tratamentos superficiais atuais. (EDENHOFER, 1974).

Segundo Edenhofer, 1974, esse processo foi desenvolvido por Berghaus no início dos anos 30, não tendo sido continuado em função das dificuldades encontradas na época em controlar os principais parâmetros do processo. Os avanços tecnológicos, principalmente relacionados à eletrônica, automação e informática, permitiram o pleno desenvolvimento da tecnologia de plasma a partir da década de 80. Neste contexto, a nitretação por plasma de aços de baixa liga e de aços ferramenta atingiu um nível de maturidade, permitindo sua utilização industrial.

Durante o processo uma diferença de potencial é imposta entre a parede do forno (ânodo) e a peça (cátodo), conforme esquema mostrado na Figura 1. Sob condições controladas de temperatura, pressão e mistura gasosa, é possível gerar uma descarga luminescente, o plasma, que cobre completamente a superfície das peças. Segundo Pinedo, C. E., 1995, a elevada energia cinética com que os íons colidem com a superfície do substrato, na região da bainha do plasma, é transformada em calor e é suficiente para promover a limpeza, a depassivação e a ativação da superfície. Com isto, promovem-se as reações na superfície e a difusão do nitrogênio no interior do substrato.

A maior vantagem da nitretação por plasma é a possibilidade de controlar a metalurgia da camada nitretada. Para um mesmo aço, este processo permite variar o tipo de nitreto formado na camada de compostos e até mesmo impedir a formação desta camada. Para isto, deve se controlar precisamente a composição da mistura gasosa, a temperatura e o tempo de nitretação. O controle da profundidade de nitretação é realizado pelo controle da temperatura e do tempo de processo. Elevando-se o potencial de nitrogênio, bem como se adicionando metano, forma-se preferencialmente camada de compostos com nitreto do tipo  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N. Deve-se salientar que a composição química do substrato desempenha um papel importante sobre a metalurgia da superfície nitretada.

Além das vantagens metalúrgicas e de processo oferecidas pela nitretação a plasma, é importante salientar que esta tecnologia encontra-se plenamente adequada às novas exigências ambientais requisitadas pela norma ISO 14.000 (Strämke, S. & Dressler, S., 1985).

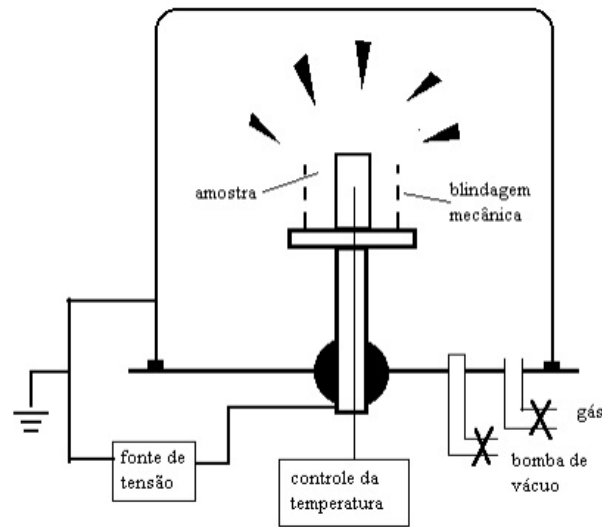


Figura 1- Esquema básico de um equipamento para nitretação iônica (JONES, C.K. et al., 1973).

## 2.4 Refusão superficial e *surface alloying*

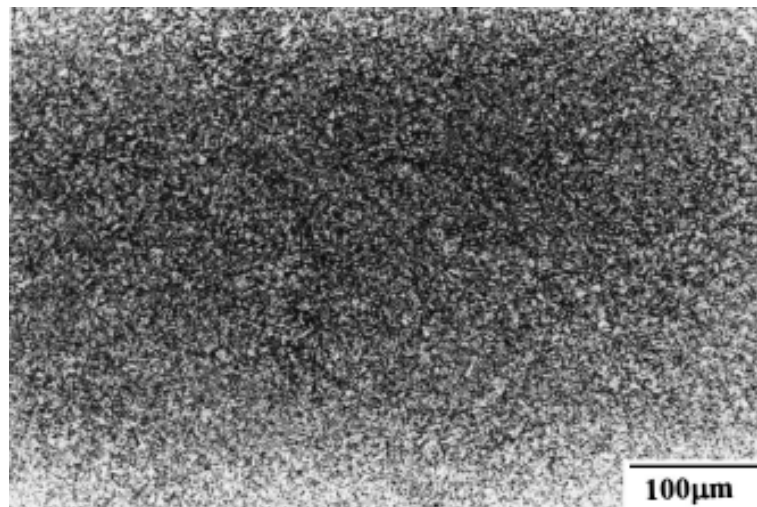
O processo de Refusão Superficial é uma tecnologia aplicada a diversos materiais a fim de aumentar a dureza, diminuir a porosidade e aumentar a resistência ao desgaste e à corrosão das superfícies dos materiais (Razavi R. R e Gholam Reza Gordani, 2011). Ele consiste na fusão superficial da peça. Como a poça de fusão é pequena em relação à peça neste processo, a taxa de retirada de calor é alta, resultando em uma alteração da microestrutura do material e melhorando algumas propriedades do material (Aparecida Pinto et al., 2003). Os materiais processados através de uma rápida solidificação tendem a ter a sua microestrutura refinada, sua microsegregação diminuída e formação de fases metaestáveis (Munitz, 1985; Zimmermann et al., 1989 apud Razavi R. R e Gholam Reza Gordani, 2011).

O processo de *Surface Alloying* consiste na adição de elementos de liga à superfície dos materiais através da fusão superficial do material, a fim de alterar ou prover uma propriedade ao material como resistência ao desgaste e resistência à corrosão. Este processo é utilizado quando uma alteração química no material de base é necessária, pois o elemento de liga reage com o material fundido, formando uma camada na superfície com novos componentes (M. B. Lekala, J. W. Merwe e S. L. Pityana, 2012). A adição destes elementos de liga pode ser na forma de pó ou na forma gasosa.

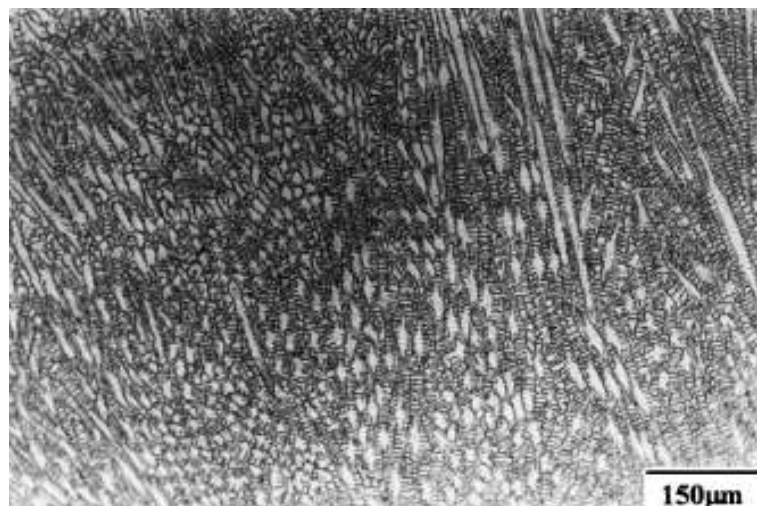
Como pode ser percebida através das explanações destes dois processos de fabricação, a principal diferença entre eles é que o *surface alloying* adiciona elementos de

liga à superfície do material e ambos alteram a microestrutura da superfície através da rápida solidificação da poça de fusão.

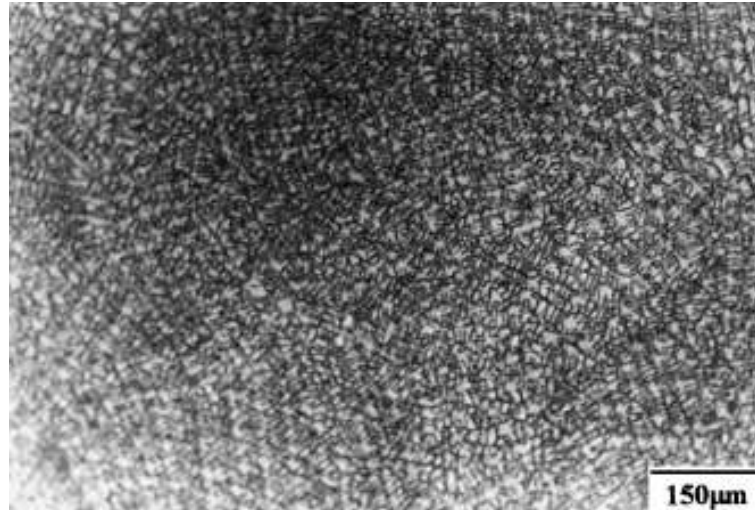
Em 1999, Rizvi e Khan realizaram um estudo sobre a influência da presença de diferentes gases durante a fusão superficial do H13 na resistência ao desgaste, na dureza superficial e na microestrutura deste material. Na pesquisa foram testados: Argônio puro, Nitrogênio, Dióxido de carbono e uma mistura com 80% de Dióxido de carbono e 20% de Argônio. Para a fusão do material foi utilizada uma fonte de soldagem TIG com eletrodos de 3 e 5 mm. Micrografias das amostras são mostradas nas Figura 2 aFigura 4: do metal base, da processada utilizando argônio e da processada utilizando nitrogênio, respectivamente.



**Figura 2– Microestrutura do metal base, detalhe para martensita revenida. (Rizvi e Khan, 1999)**



**Figura 3. Dendritas e lâminas interdendríticas na região resolidificada da superfície utilizando argônio. (Rizvi e Khan, 1999)**



**Figura 4. Estrutura resolidificada da superfície modificada utilizando o Nitrogênio, mostrando a formação de uma estrutura dendrítica refinada. (Rizvi e Khan, 1999)**

Ainda segundo os autores, sob o aspecto de aumento de dureza superficial, a amostra que durante o processo foi utilizado o gás nitrogênio foi a que apresentou melhores resultados, porém isto não significou melhor resistência ao desgaste no teste de pino e placa realizado pelos mesmos.

## **2.5 Processo de soldagem TIG**

A soldagem TIG (*Tungsten Inert Gas*) é um processo de soldagem no qual o arco elétrico é estabelecido entre um eletrodo de tungstênio não consumível e a peça, numa atmosfera de gás inerte. No processo TIG o arco elétrico pode ser obtido por meio de corrente alternada (CA), corrente contínua com eletrodo positivo (CCEP) e corrente contínua com eletrodo negativo (CCEN).

Segundo Fogagnolo, J. B., 2011, o arco CCEN dirige cerca de 70% do seu calor para a poça de fusão, proporcionando a formação de cordões de solda com penetração relativamente elevada e estreita, porém a sua ação de limpeza é precária. Por outro lado, o arco CCEP dirige apenas 30% do calor à peça e o restante (70%) fica para o eletrodo, e é removido pela refrigeração da tocha, e dessa forma desperdiçado. Ao contrário do anterior, as soldas são largas e de pouca penetração. E neste caso, devido ao aquecimento excessivo do eletrodo, o diâmetro do mesmo deve ser maior do que no processo CCEN, e efetivamente resfriado.

### **2.5.1 Fontes de Potência**

Segundo Wainer E. (2005), um transformador monofásico de onda senoidal com corrente de saída ajustável sem escalonamento e com voltagem de circuito aberto limitada a 80 volts, para segurança do operador, é uma fonte de potência (TIG) apropriada. Além disso, deve conter um gerador de energia de alta frequência para assegurar a abertura efetiva do arco e a sua estabilização.

Na maioria das máquinas, a intensidade da alta frequência pode ser ajustada, e também há um circuito de controle para ligar e desligar o gás de proteção e o sistema de água, além de um relé de tempo que controla a pós vazão do gás com a finalidade de proteger o eletrodo durante o seu esfriamento.

As máquinas modernas costumam ser equipadas com um controle remoto a fim de comandar o gás, a água e a energia, frequentemente possuem um reostato manejável com o pé para ajustar a corrente durante a soldagem. Ainda segundo Wainer, este recurso pode ser muito útil na soldagem de juntas complicadas, e também no enchimento de cratera com fechamento por solda. As fontes de potência TIG encontram-se disponíveis numa gama de capacidades, normalmente até 500 amperes.

Existem também máquinas com saída de onda quadrada que são capazes de fornecer um arco muito mais estável, principalmente no caso de soldas em alumínio, sem precisar utilizar a descarga de alta voltagem, embora tenham que fazer uso dela para abrir o arco. Essas máquinas são conhecidas como fontes de onda quadrada, porque a forma da onda da corrente de soldagem parece uma onda realmente quadrada. Dentro de certos limites, essas máquinas também conseguem intervalos de tempo desiguais em cada polaridade, o que, de um lado, melhora a ação de limpeza e, de outro, aumenta o poder de penetração, além de reduzir a quantidade de calor para o eletrodo, de tal forma que normalmente é possível utilizar um eletrodo de bitola menor do que aquele utilizado no processo AC convencional. Da mesma forma que a frequência, a amplitude de cada ciclo também pode ser diferente.

### **2.5.2 Argônio (Ar)**

O gás argônio protege a região do arco compreendida pela poça de fusão através da expulsão do ar, eliminando, portanto, o contato do oxigênio, do nitrogênio e do hidrogênio com o metal fundido. Além disto, transfere a corrente elétrica quando ionizado. Para a soldagem TIG, o argônio puro é o gás de proteção mais apropriado.



Como todos os gases nobres, o argônio é um gás inerte, que é usado tanto puro quanto em combinações com outros gases para alcançar as características de arco desejadas na soldagem de metais ferrosos e não ferrosos. Quase todos os processos de soldagem podem utilizar o argônio ou misturas de argônio para alcançar boa soldabilidade, propriedades mecânicas, características do arco e produtividade (Fortes, C. F., 2005).

## 2.6 Gráfico TTT

O gráfico TTT (tempo-temperatura-transformação) apresenta as curvas de início e término da transformação austenítica para uma determinada temperatura e tempo. Vários fatores podem influenciar a posição destas curvas no gráfico, um dos principais fatores é o teor de elementos de liga no aço. A Figura 5 mostra este gráfico para um aço ferramenta com composição química aproximada ao aço H13. Como este aço possui alto teor de elementos de liga, as curvas são deslocadas para a direita, facilitando a transformação da austenita em martensita.

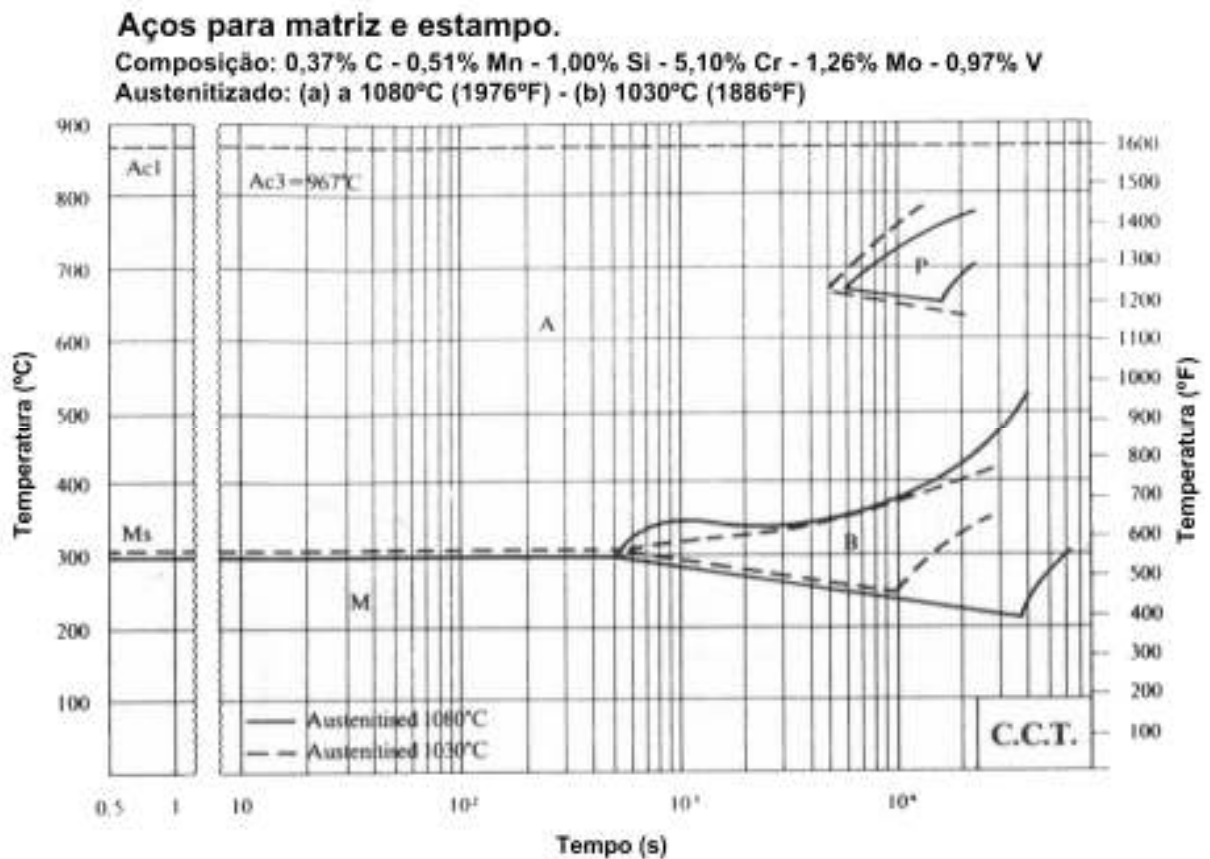


Figura 5 – Curva Transformação Tempo Temperatura para aço ferramenta. (Fonte: Voort, G. F. V. – 1991)

## 2.7 Solubilidade do Nitrogênio

Um importante fator a ser levado em conta durante o trabalho é a solubilidade do gás nitrogênio no aço. Como se pode ver na Figura 6, a solubilidade do Nitrogênio em sua fase líquida é em torno de 450 p.p.m. (partes por milhão), enquanto à temperatura ambiente é menos de 10 p.p.m. (site Keytometals, 2007).

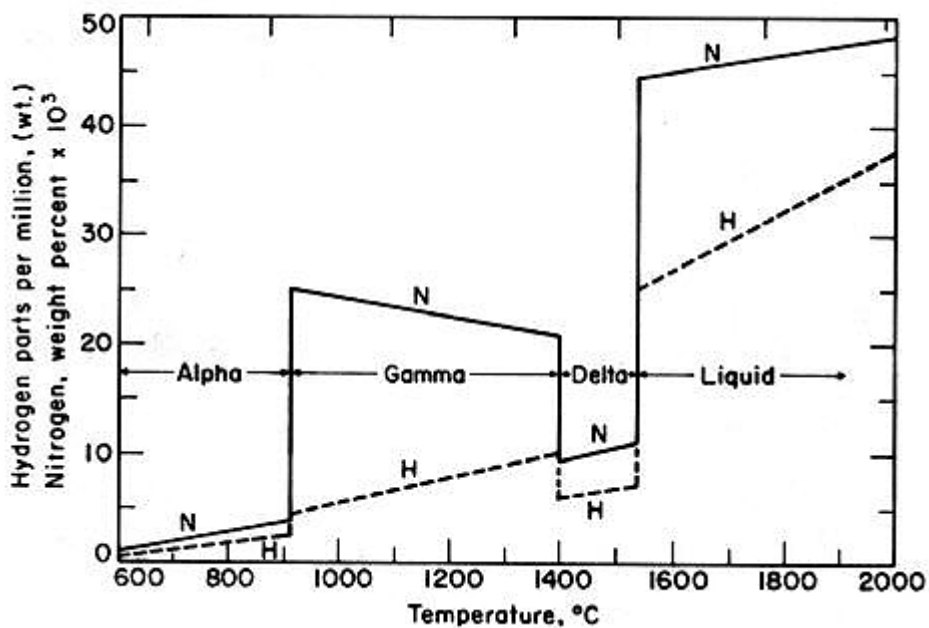


Figura 6 – Solubilidade do Nitrogênio no aço em temperaturas de 600°C a 2000°C. (Fonte: Keytometals, 2007)

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são tratados os processos realizados bem como os materiais e ferramentas necessários para obtenção dos resultados que compõe este estudo. Ou seja, são descritas as etapas que foram percorridas desde o início do trabalho até a sua conclusão.

#### 3.1 Matéria prima

O material base utilizado neste trabalho foi o aço ferramenta AISI H13, que é muito empregado em ferramentais como matrizes de forjamento a quente e ferramentas para injeção e extrusão a quente de metais. O H13 é um aço ligado ao cromo-molibdênio-vanádio, de alta tenacidade, alta temperabilidade, boa resistência à fadiga térmica, grande resistência ao amolecimento pelo calor e ao choque térmico (Catálogo Favorit, Anexo A). A composição química e algumas propriedades deste material podem ser vistos nos anexos A e B.

Devido a grande utilização de aços H13 na indústria e conseqüentemente sua facilidade de nitretação fez com que fosse escolhido este material para os testes, foi também determinado que o aço fosse submetido aos testes sem nenhum tratamento prévio.

Os corpos de prova submetidos ao tratamento de nitretação por TIG e posterior análise foram preparados de duas maneiras: a partir de uma barra laminada com 19mm (3/4") de diâmetro, pré cortadas em espessura de 6mm, e a partir de uma placa com dimensões aproximadas de 250 x 180 x 30mm.

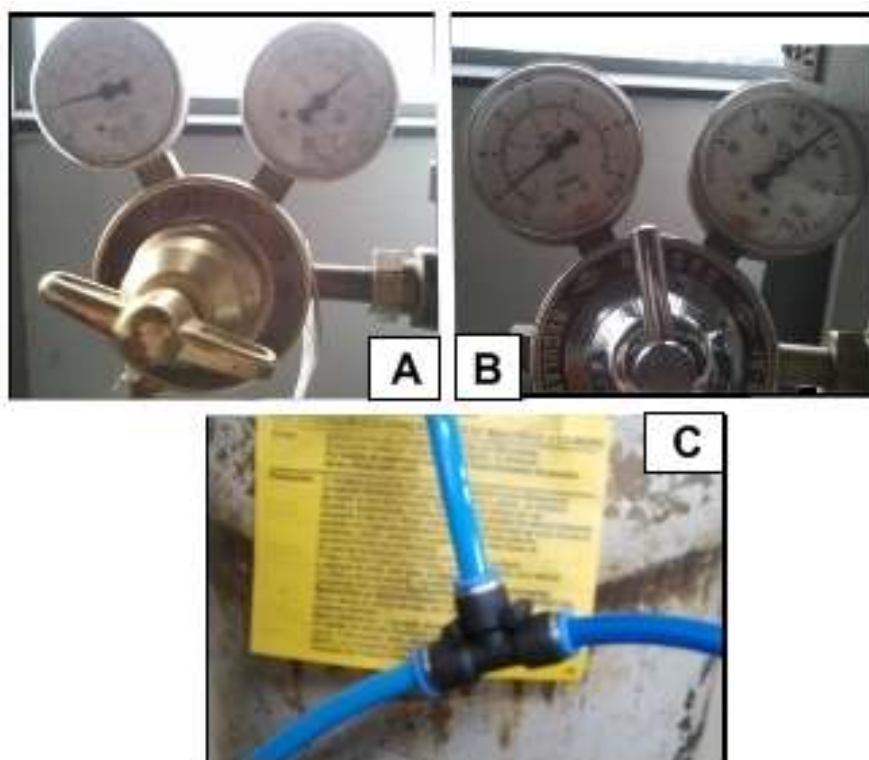
#### 3.2 Gases

O processo é composto por dois gases: nitrogênio e argônio, sendo o argônio utilizado para proteção do eletrodo de tungstênio. A proposta inicial era utilizar um alimentador de gás independente, solução esta que foi idealizada como mostra a Figura 7. Porém, esta solução se mostrou ineficaz, já que ao liberar o fluxo de nitrogênio pelo dispensador o arco não se mantinha, sendo arrastado no sentido do fluxo de nitrogênio e desaparecendo.



**Figura 7 – Alimentador de gás independente (Fonte: autoria própria).**

Foi então alterada essa configuração para uma pré mistura, onde nitrogênio foi incorporado ao argônio antes deste passar pelo eletrodo. Em ambos os cilindros foram utilizados manômetros para argônio. A Figura 8 mostra o esquema do misturador de gases utilizado, bem como a pressão dos gases.



**Figura 8 – (A) Manômetro do cilindro de argônio, (B) Manômetro do cilindro de nitrogênio e (C) Junção misturadora dos gases. (Fonte: autoria própria).**

Uma vez que em condições de pressão e temperaturas atmosféricas existe o risco de explosão do hidrogênio, embora sendo utilizado o hidrogênio no processo de nitretação a

plasma em reator correntemente utilizado no mercado, neste trabalho optou-se pela não utilização do mesmo. Além disso, o processo não contou com câmara ou qualquer outra proteção, condição que colocaria o operador em risco, ficando assim este gás excluído do estudo.

### 3.3 Controle

O controle de temperatura foi realizado a partir de um termovisor, gentilmente cedido pela empresa CNH, modelo E60, da marca Instrutemp, com faixa captura de temperaturas de  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  até  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ , que é mostrado na Figura 9.



Figura 9 – Termovisor. (Fonte: autoria própria)

O termovisor possibilita a obtenção das temperaturas em tempo real e a distribuição de temperatura nas amostras. Durante os testes foram controlados três pontos durante o curso da tocha. No ponto em que o arco elétrico estava próximo a temperatura excedia os  $650^{\circ}\text{C}$  do limite do equipamento, como pode ser visto na Figura 10.



Figura 10 – Imagem fornecida pelo termovisor mostrando a distribuição de temperatura na amostra e as temperaturas em três pontos. (Fonte: autoria própria)

Como discutido anteriormente, a variante principal entre as amostras é o tempo; assim a tensão e a corrente do processo, que podem ser vistas na Figura 11, no detalhe ampliado em azul nota-se a corrente pretendida em todas as amostras de 33 ampères, parâmetro de entrada do equipamento, já nos visores com caracteres em vermelho é indicado os valores reais, emitidos pela máquina, conforme variação do comprimento do arco, que por se tratar de um processo manual, é passível de sofrer variação durante o movimento do operador.



Figura 11 – Tensão e corrente durante os testes. (Fonte: autoria própria)

### 3.4 Nomenclatura das amostras

As amostras foram identificadas de acordo com as condições de processo. Esta identificação pode ser conferida na Tabela 1.

Tabela 1- Identificação das amostras. (Fonte: autoria própria).

Nome da Amostra	Retirada de:	Tempo de exposição	Temperatura	Obs.:
A	Placa	5 s.	de 500 a 650 °C	
B	Placa	30s.	de 500 a 650 °C	
C	Placa	3 min	de 500 a 650 °C	Exposição em intervalos de 1min.
D	Placa	10 min	de 500 a 650 °C	Exposição em intervalos de 1min.
E1	Barra	5 min	Estimada em 900°C	
E2	Barra	5 min	Estimada em 900°C	
F	Barra	5 s.	Estimada em 900°C	
Or	Placa	0 (zero)	Ambiente	

### 3.5 Processo

Os testes foram realizados de forma manual, devido às limitações técnicas de continuidade de movimento dos equipamentos disponíveis e a necessidade de movimentos contínuos durante o processo.

As amostras da barra foram alinhadas em um gabarito, conforme mostrado na Figura 12-A, porém foram trabalhadas independentemente, visto que em testes preliminares o arco não se mantinha aberto quando se passava para a peça ao lado. Já as amostras da placa foram trabalhadas distintamente com marcações, sem nenhum corte prévio na placa, como pode ser visto na Figura 12-B.

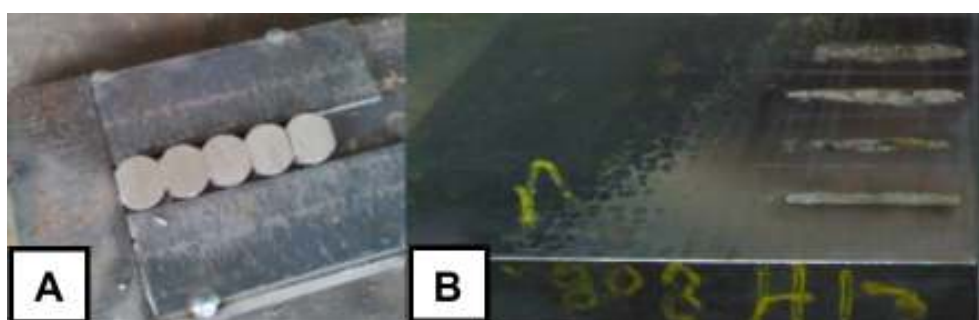


Figura 12- (A) Amostras da barra e (B) Amostras da placa. (Fonte: autoria própria)

### 3.6 Análises

Com o processo de nitretação concluído, as amostras foram cortadas, embutidas e preparadas para análise. As amostras oriundas da barra foram apenas cortadas transversalmente, já que toda a superfície foi afetada pelo arco. Estas amostras foram de acordo com o desenho esquemático mostrado na Figura 13.

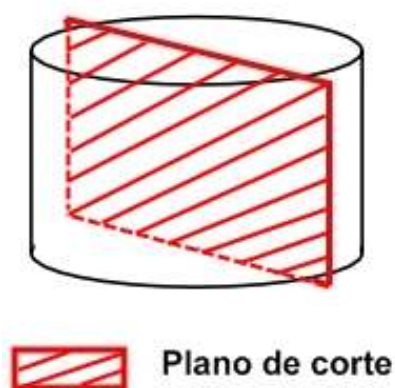


Figura 13- Desenho esquemático do corte em amostras da barra. (Fonte: autoria própria).

Para a análise das amostras da placa foram feitos cortes perpendiculares ao traçado do processo, como pode ser visto na Figura 14.

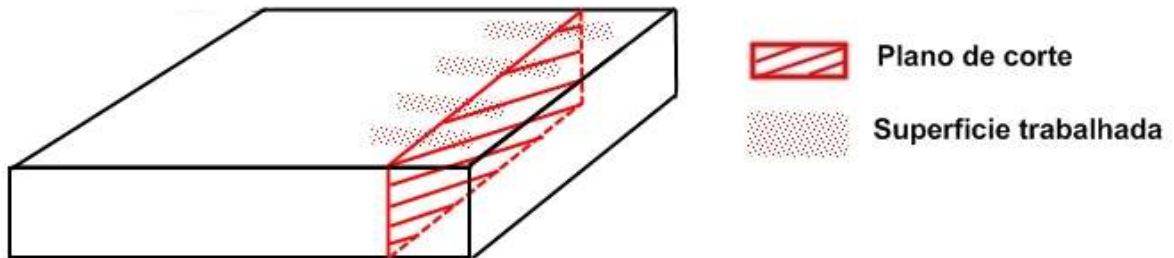


Figura 14- Desenho esquemático do corte em amostras da placa. (Fonte: autoria própria).

### 3.7 Caracterização

A caracterização das amostras foi feita através de análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microdureza Vickers, microscopia ótica e difração de raios-X.

#### 3.7.1 Análise metalográfica (microscopia ótica e MEV)

Para análise de microscopia se faz necessário submeter as amostras embutidas ao lixamento e posterior polimento. O lixamento se deu de forma progressiva, nas Lixadeiras Metalográficas Duplas, da Struers, modelo Knuth Rotor. A sequência de granulometria das lixas utilizadas foi: 220, 320, 400, 600 e 1200. Em seguida, o polimento foi realizado em duas etapas, primeiramente as amostras foram polidas na Politriz Metalográfica APL-4 AROTEC, com solução de alumina 1 $\mu$ m. A finalização do polimento se deu na máquina de Polimento Metalográfico DP-10, da Struers, com pasta de diamante de 1 $\mu$ m. Após tratamento as amostras foram atacadas com Nital 5% para então serem analisadas por microscopia ótica.

A análise das microestruturas foi realizada no microscópio BX51M, com auxílio do software Image-Pro Plus Version 4.0 para captura e tratamento das imagens, do fabricante Media Cybernetics.

Para análise em microscopia de varredura não se faz necessária a preparação das amostras, tendo em vista que foram analisadas as faces que sofreram o tratamento. Apenas houve o corte na cortadeira metalográfica marca Buehler, modelo Delta Automatic Abrasive Cutter – Auto Chop 2216 e posteriormente as amostras foram levadas ao MEV. O MEV trabalha através de um feixe fino de elétrons de alta energia que incide na superfície da



amostra onde, ocorrendo uma interação, parte do feixe é refletido e coletado por um detector que converte este sinal em imagem de elétrons retro espalhados. Por ter o EDS acoplado também pode ser utilizado como recurso a emissão de raios-X que fornece a composição química elementar de um ponto ou região da superfície, possibilitando a identificação de praticamente qualquer elemento presente.

As análises foram gentilmente realizadas pela própria UTFPR. O equipamento empregado é da marca Shimadzu Corporation, modelo Superscan SS-550, com um espectrômetro de energia dispersiva de raio-X (EDS) acoplado.

### **3.7.2 Análise da microdureza**

Para a realização desta análise foi utilizado o equipamento Micro Hardness Tester, da marca Shimadzu. Perfis de microdureza Vickers foram determinados para todas as amostras trabalhadas. A primeira indentação foi realizada a 25  $\mu\text{m}$  da interface baquelite/material, e a partir dela foram realizados as demais indentações, que são descritas posteriormente na Tabela 2. A carga aplicada neste ensaio foi de 0,05 Kg, com tempo de aplicação de 10 segundos.

### **3.7.3 Análise de componentes em equipamento de DRX e EDS**

Com o intuito de confirmar a incorporação de nitrogênio nas amostras deste estudo, foram realizadas difrações por raios-X através do Difractômetro Shimadzu, modelo XRD-7000. O elemento alvo utilizado para difração foi o Cobre e as condições utilizadas foram:

- Tensão: 40 kV;
- Corrente: 30 mA;
- Variação angular: 35° a 92°;
- Modo de verificação: Contínuo;
- Passo: 0,0200°;
- Radiação Cu-K $\alpha$   $\lambda=1,5406$ .

Para interpretação dos resultados obtidos pela difração, foi utilizado o software *MATCH! - Phase Identification From Powder Diffraction Data - Version 2*. As amostras utilizadas para este ensaio foram de porções não embutidas, para que a face trabalhada estivesse exposta a radiação para análise.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos nos ensaios realizados e a discussão a respeito dos mesmos.

### 4.1 Análise de microestrutura

Após a caracterização das amostras, descritas no item 3.7 deste trabalho, foram comparados os resultados das amostras em função do tempo de exposição ao novo processo de nitretação e com a amostra original.

A seguir foi feito um comparativo do metal em sua forma original (amostra Or) e os trabalhados conforme o processo desenvolvido neste trabalho.

#### 4.1.1 Metalografias da amostra Or

A Figura 15 mostra duas micrografias da amostra (Or) no seu estado original de recebimento. O material apresenta-se no estado recozido, com matriz perlítica e carbonetos dispersos na matriz. A dureza média da matriz foi de 250 HV<sub>0,05</sub>.

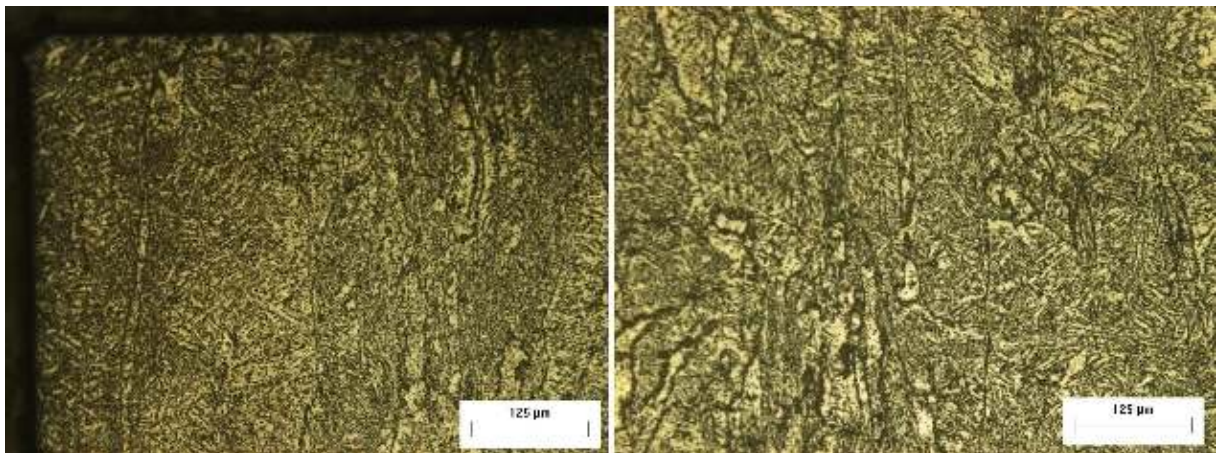
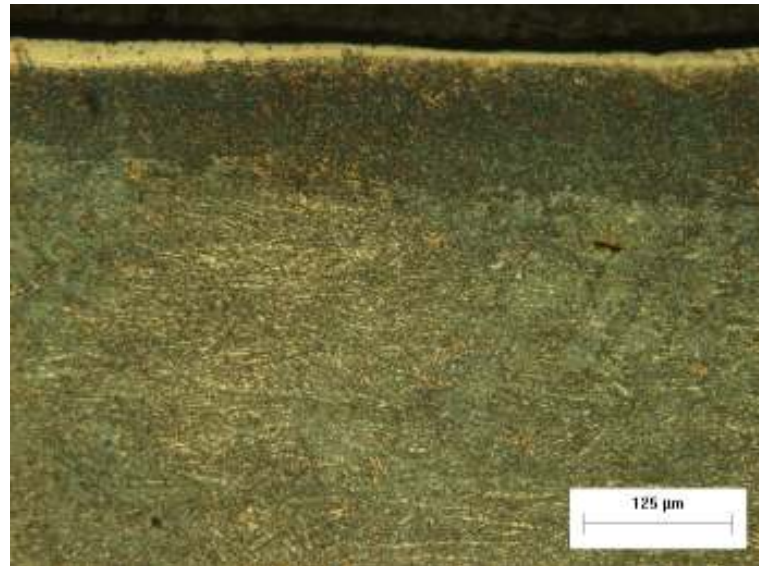


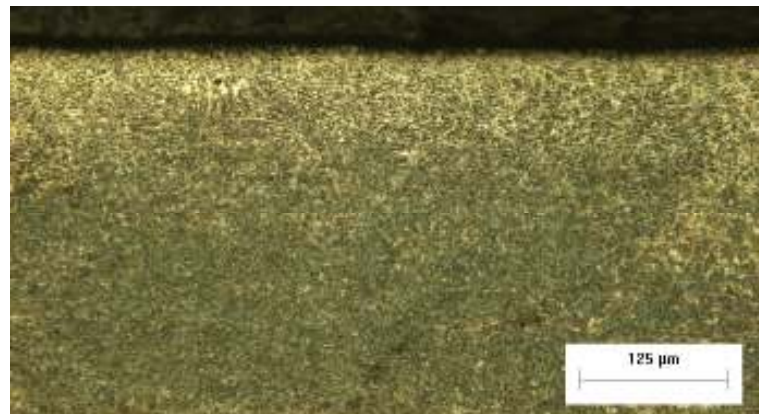
Figura 15- Microscopia ótica, amostra Or. A esquerda duas faces, a direita núcleo da amostra, ampliação 200X (Fonte: autoria própria).

#### 4.1.2 Alterações de microestrutura

Todas as amostras trabalhadas apresentaram, em maior ou menor grau, mudanças em suas microestruturas, cujas micrografias podem ser vistas nas imagens das fFigura 16 a Figura 19.



**Figura 16-** Microscopia ótica, amostra C, ampliação 200X (Fonte: autoria própria).



**Figura 17-** Microscopia ótica, amostra B, ampliação 200X (Fonte: autoria própria).

Através da observação da Figura 18, como exemplo, é nítida a criação de duas novas características de microestruturas na amostra, sendo a mais superficial a que se mostra mais clara causada pela fusão do material, e a intermediária que é a mais escura creditada a formação da estrutura martensítica na zona termicamente afetada, fato este que também se repetiu em outras amostras, como mostram a Figura 16 e a Figura 19.



Figura 18- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 50X (Fonte: autoria própria).



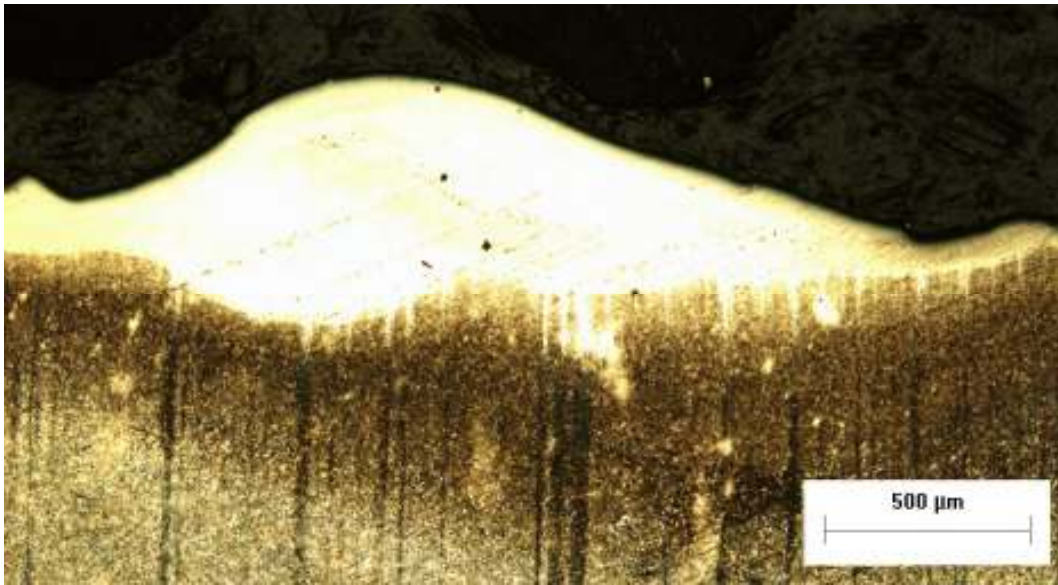
Figura 19- Microscopia ótica, amostra F, ampliação 50X (Fonte: autoria própria).

#### 4.1.1 Poças de Fusão

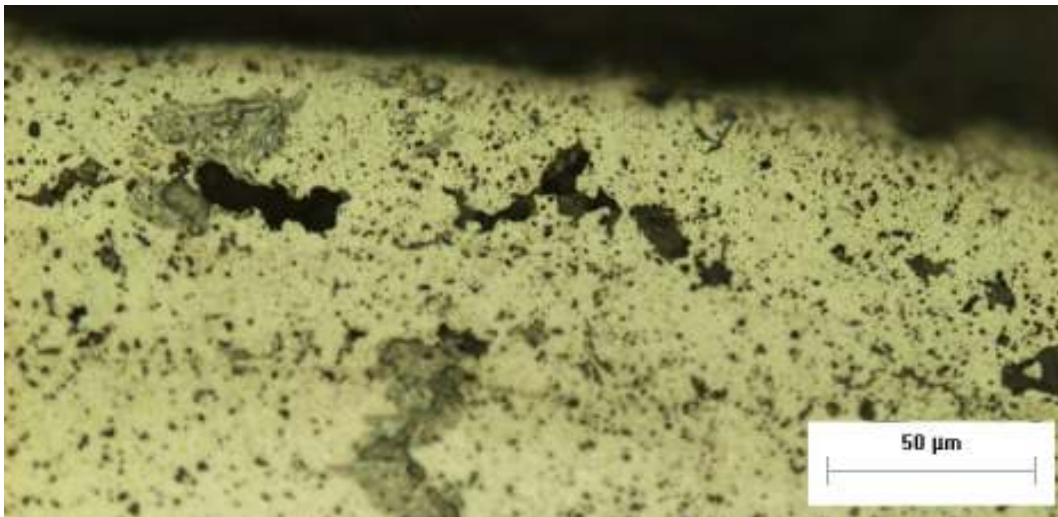
Com a utilização de um equipamento TIG era esperado, porém não desejado, a formação de pequenas poças de fusão, tendo em vista que foram utilizadas propriedades e configurações que pudessem ser reproduzidas mesmo em equipamentos TIG dos mais simples e não utilização de alta-frequência. Deste modo, para a abertura do arco se fez necessário o contato eletrodo - amostra, causando assim já microfusão. A poça não é desejada, pois a nitretação se trata de um tratamento final realizado no estado sólido, e a poça causa alterações no acabamento superficial da peça.

As amostras que foram submetidas a maior tempo de exposição eventualmente sofreram fusão da superfície atingida pelo aporte térmico, motivo este que levou a divisão dos testes maiores que um minuto em frações de um minuto sob trabalho e um minuto de intervalo, pra permitir o resfriamento da peça durante o processo.

Ainda é possível observar o efeito da porosidade na poça de fusão, fato que pode ser revisto na Figura 23, no qual a dureza em algumas amostras apresenta um aumento ao invés de já começar com o seu máximo. A porosidade formada nas poças de fusão pode ser observada nas Figura 20 a Figura 22.



**Figura 20- Microscopia ótica, amostra E2, ampliação 50X, detalhe poça de fusão. (Fonte: autoria própria).**



**Figura 21- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 500X, detalhe microporosidade. (Fonte: autoria própria).**

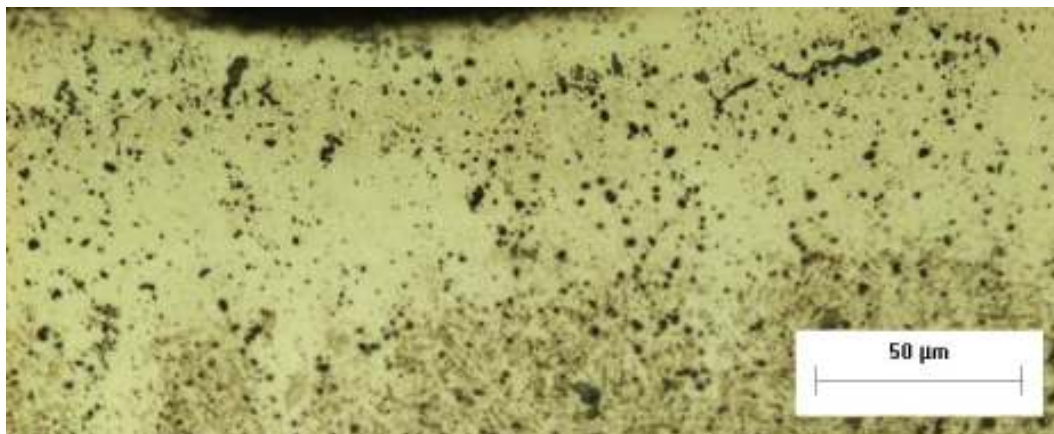


Figura 22- Microscopia ótica, amostra E1, ampliação 500X, detalhe microporosidade. (Fonte: autoria própria).

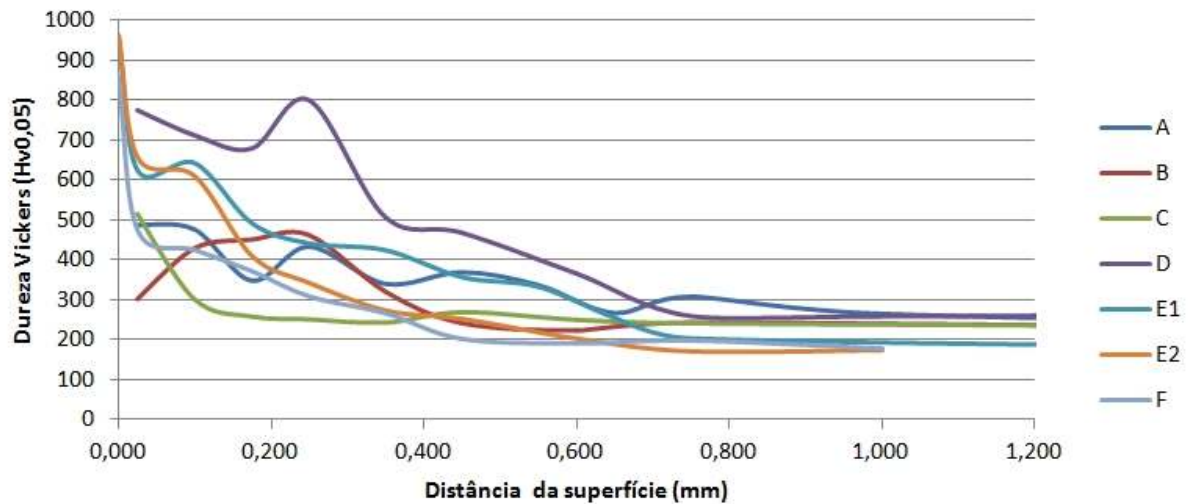
## 4.2 Microdureza

Após análise ótica, foram realizadas medidas de microdureza nas amostras, tanto na superfície como em seções transversais das mesmas. Os dados obtidos são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2- Medições de microdureza. (Fonte: autoria própria).

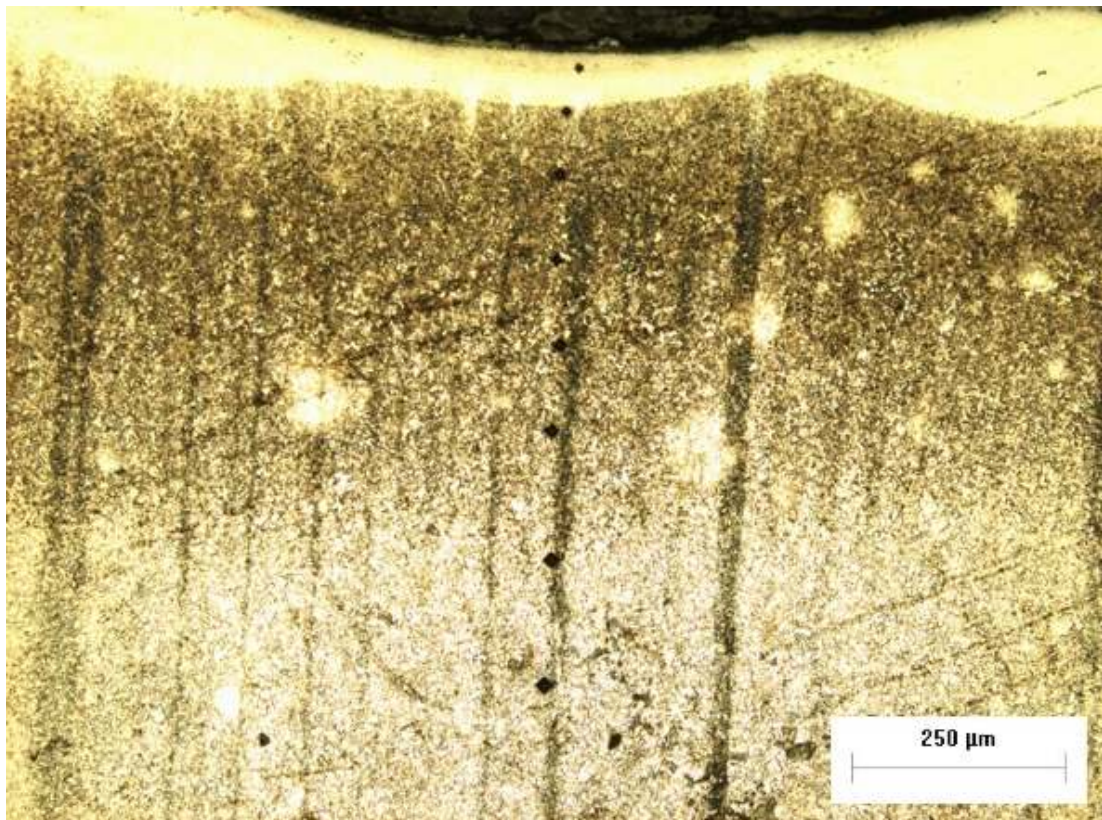
Profundidade (mm)	Dureza (Hv0,05)						
	A	B	C	D	E1	E2	F
0,000					960	960	860
0,025	487	302	515	775	624	655	475
0,100	476	430	302	712	642	608	426
0,175	348	452	259	679	492	408	373
0,250	433	463	252	800	442	341	310
0,350	340	321	244	507	425	272	268
0,450	369	242	270	468	358	251	204
0,550	337				334		
0,600		223	251	366		202	193
0,650	267				257		
0,750	308	243	242	259	205	170	200
1,000	265			258		173	180
2,000	225	221	230	270	172		

O gráfico da Figura 23 mostra os perfis de dureza obtidos a partir dos dados da Tabela 2. Todas as amostras sofreram alterações semelhantes, variando apenas o grau de cada uma.



**Figura 23- Comparativo de perfis de dureza gerados no conjunto de amostras. (Fonte: autoria própria).**

A Figura 24 mostra as microindentações geradas na medição do perfil de dureza, onde se percebe facilmente o aumento das dimensões da indentação, mostrando assim a diminuição da dureza conforme a medida se aproxima do núcleo da amostra, passando pela estrutura martensítica criada após o aquecimento decorrente do processo.

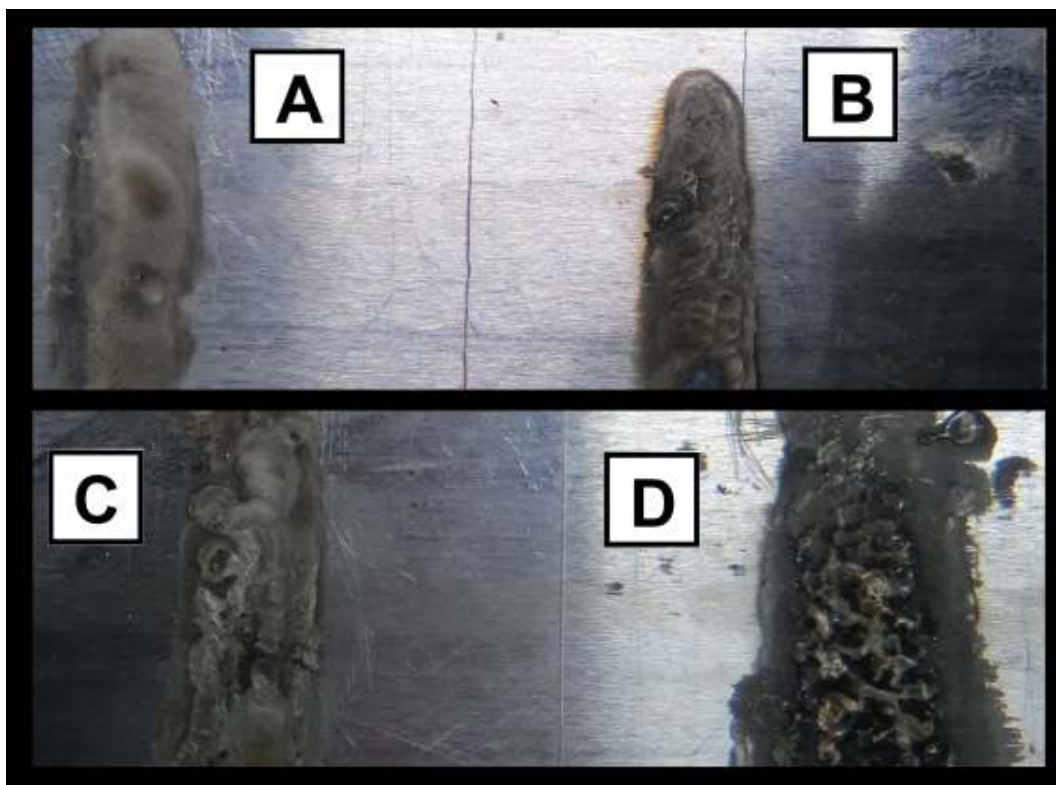


**Figura 24- Microscopia ótica, amostra E2, ampliação 100X, detalhes de microindentação (Fonte: autoria própria).**

### 4.3 Análise macroscópica da superfície.

Por esse estudo se tratar de uma nova possibilidade de processo, analisaremos também o acabamento gerado pelo tratamento realizado.

As fotos apresentadas entre as Figura 25 a Figura 29 mostram a alteração de rugosidade causada pelo tratamento, nota-se também que quanto maior o tempo de exposição ao arco, mais grosseiro se torna o acabamento.



**Figura 25- Imagem macroscópica das superfícies tratadas, indicação correspondente a nomenclatura da amostra (Fonte: autoria própria).**

Como pode ser visto na Figura 26, a superfície exposta ao arco mesmo por tempos reduzidos apresenta variação física, decorrente de uma mistura de efeitos, como por exemplo o aporte térmico e o efeito de desoxidação, causado pela polaridade positiva do eletrodo. Analisando as Figura 28 e Figura 29, fica ainda mais nítida a formação das poças de fusão resultantes do elevado aporte térmico, mesmo estas duas amostras sendo submetidas a regime de trabalho em ciclos.





**Figura 26- Imagem macroscópica da Amostra A, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria).**



**Figura 27- Imagem macroscópica da Amostra B, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria).**



**Figura 28- Imagem macroscópica da Amostra C, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria).**



**Figura 29- Imagem macroscópica da Amostra D, pós-tratamento. (Fonte: autoria própria).**

#### **4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva**

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para observação mais detalhada da superfície das amostras e das alterações causadas pela formação da poça de fusão durante o processo de nitretação por TIG. Além disso, foram realizadas análises de EDS em regiões das superfícies das amostras para verificação da presença ou não do nitrogênio.

A Figura 30 mostra uma região característica das superfícies após o tratamento, nas quais é possível observar heterogeneidades e formação de textura devido ao processo. Com maiores magnificações, ainda pode-se observar os vazios formados e algumas trincas decorrentes dos gradientes térmicos impostos às peças pelo tratamento (Figura 31).

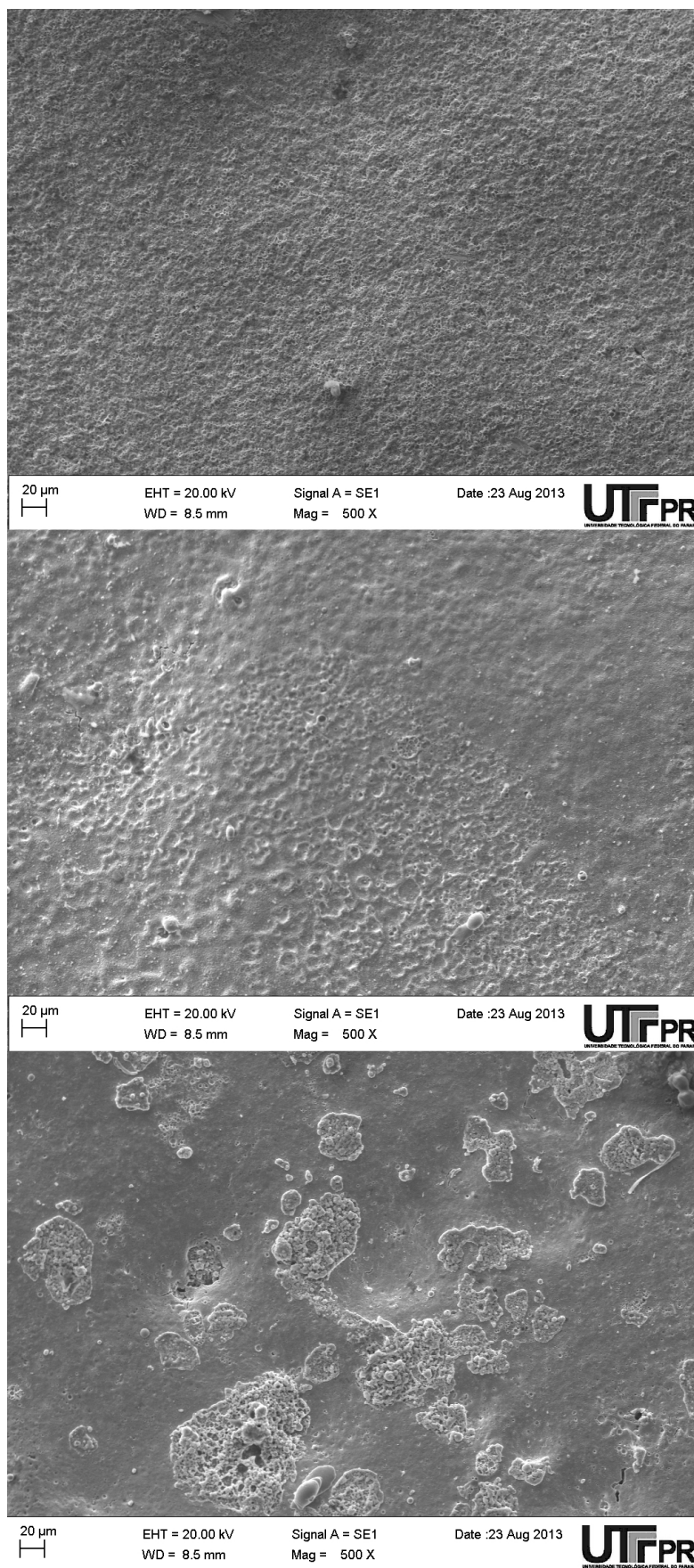


Figura 30- Microscopia eletrônica, ampliação 500X, amostras A, C e D respectivamente. (Fonte: autoria própria)

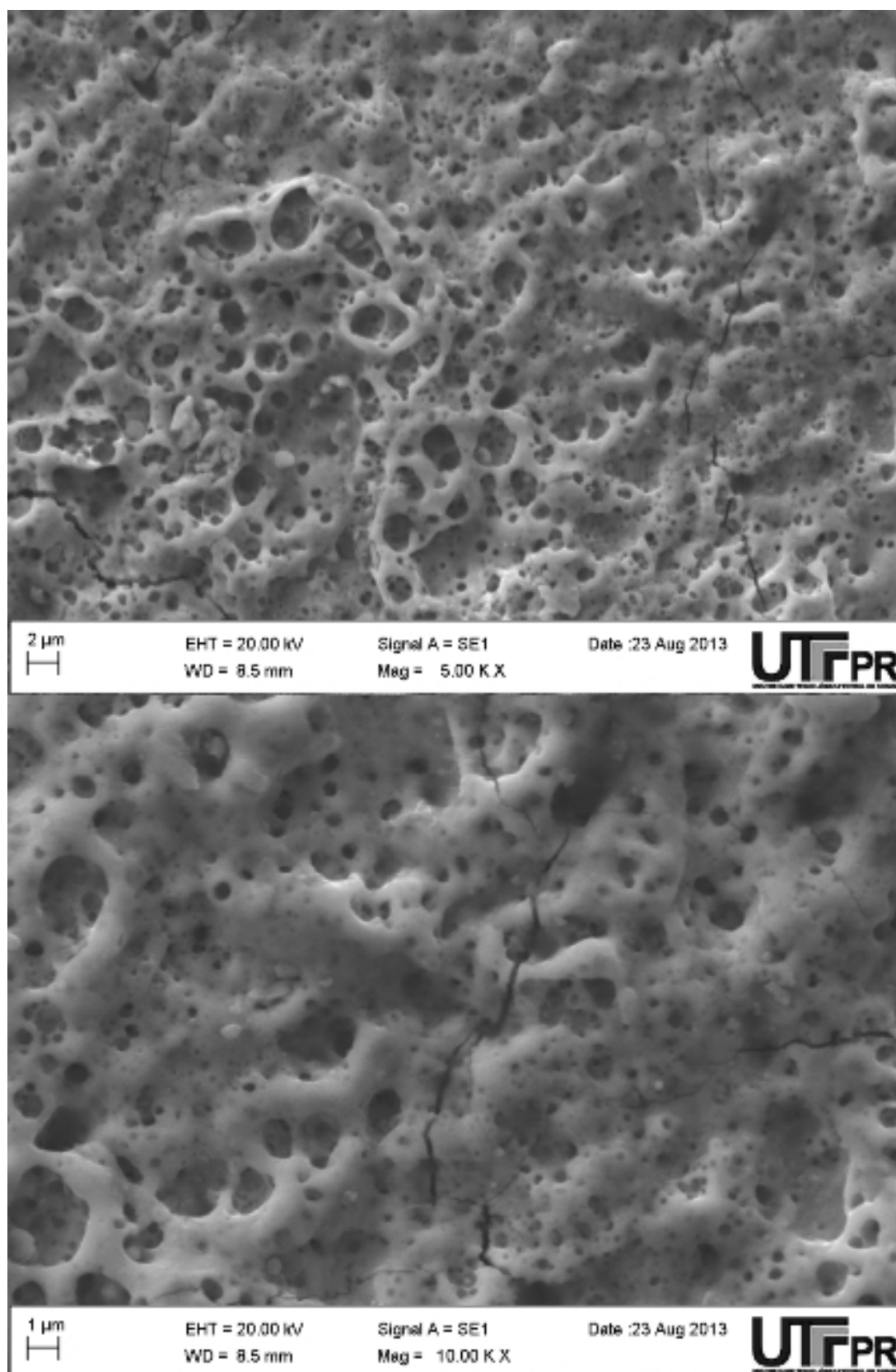
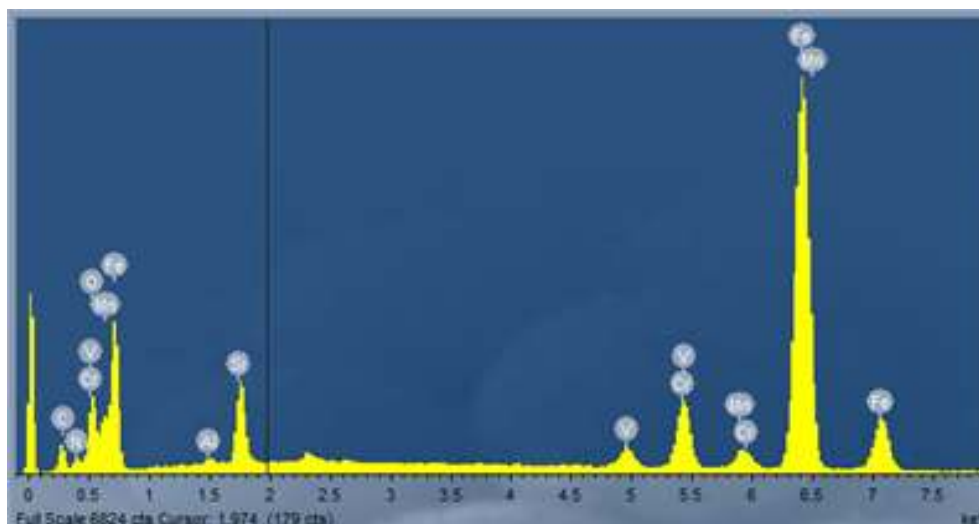
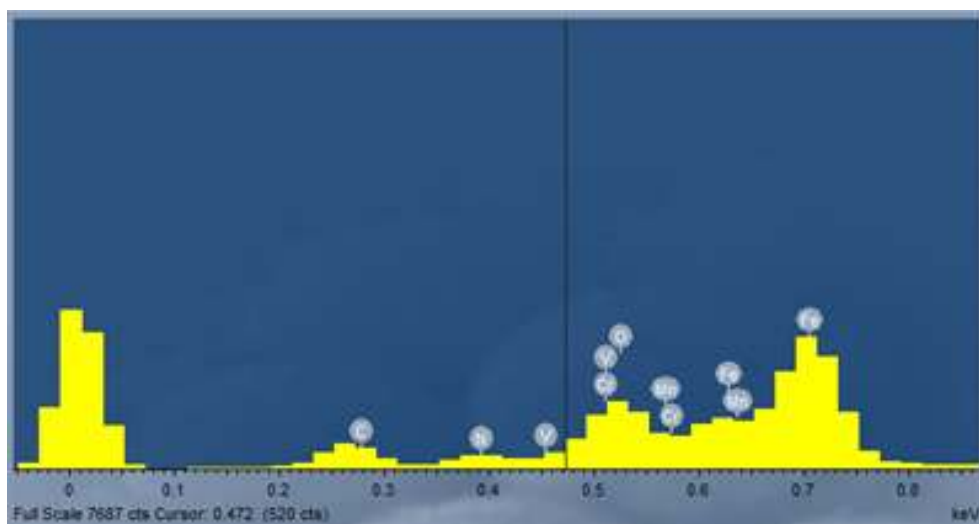


Figura 31- Microscopia eletrônica, falhas da amostra A, ampliações de 5K X e 10KX respectivamente. (Fonte: autoria própria)

As análises de EDS, cujos espectros são mostrados nas Figura 32 e Figura 33, apontam a presença dos elementos de liga constituintes do aço H13 (Fe, C, Cr, V, Mn, Mo e Si), e também pequenos picos relativos ao nitrogênio e ao oxigênio. Estes espectros foram obtidos a partir da amostra D, mas as demais amostras mostraram picos semelhantes, com variações nas suas intensidades.



**Figura 32- Análise de EDS. (Fonte: autoria própria)**



**Figura 33- Análise de EDS, aproximação da escala para melhor visualização do pico de nitrogênio. (Fonte: autoria própria)**

Mesmo levando em conta o baixo peso do nitrogênio, estas análises indicam que houve a incorporação de nitrogênio durante o processo, assim como também alguma oxidação do material, devido a não existência de uma câmara, e o contato da superfície aquecida com a atmosfera. Porém mesmo com todos esses resultados não podemos

afirmar que o endurecimento comprovado pelas medições de microdureza é causado pela criação da estrutura martensítica, pelo nitrogênio incorporado durante o processo ou por uma combinação dos dois efeitos.

Além disto, como comentado anteriormente, a solubilidade do nitrogênio no metal líquido é muito maior do que no metal no estado sólido, assim, esta incorporação do nitrogênio se deve principalmente pela formação da poça de fusão durante o processo.

#### 4.5 Difratometria de Raio-X

Assim como o EDS, a análise de DRX também indica a incorporação do nitrogênio nas amostras. Como pode ser visto na Figura 34, o difratograma obtido e a respectiva análise realizada através do software fornecido pelo fabricante do equipamento. Picos relativos ao nitreto de ferro (com variações estequiométricas) estão representados no difratograma pelas cores laranja e verde.

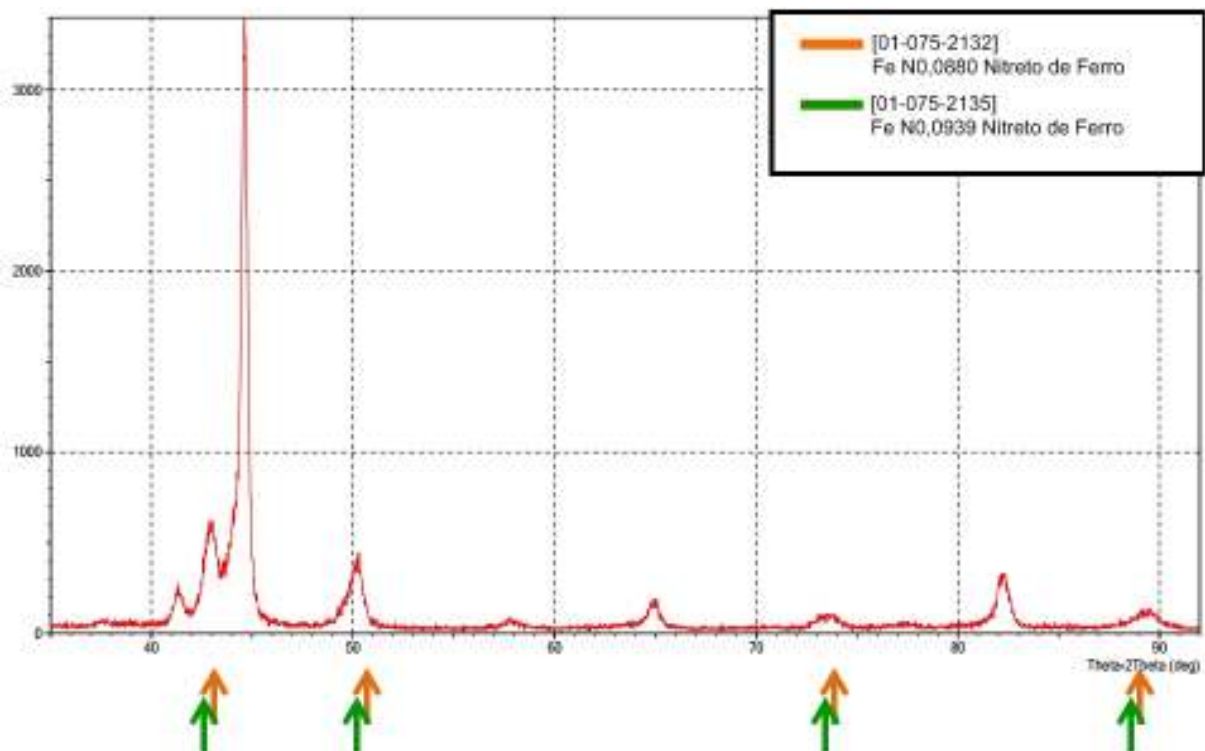
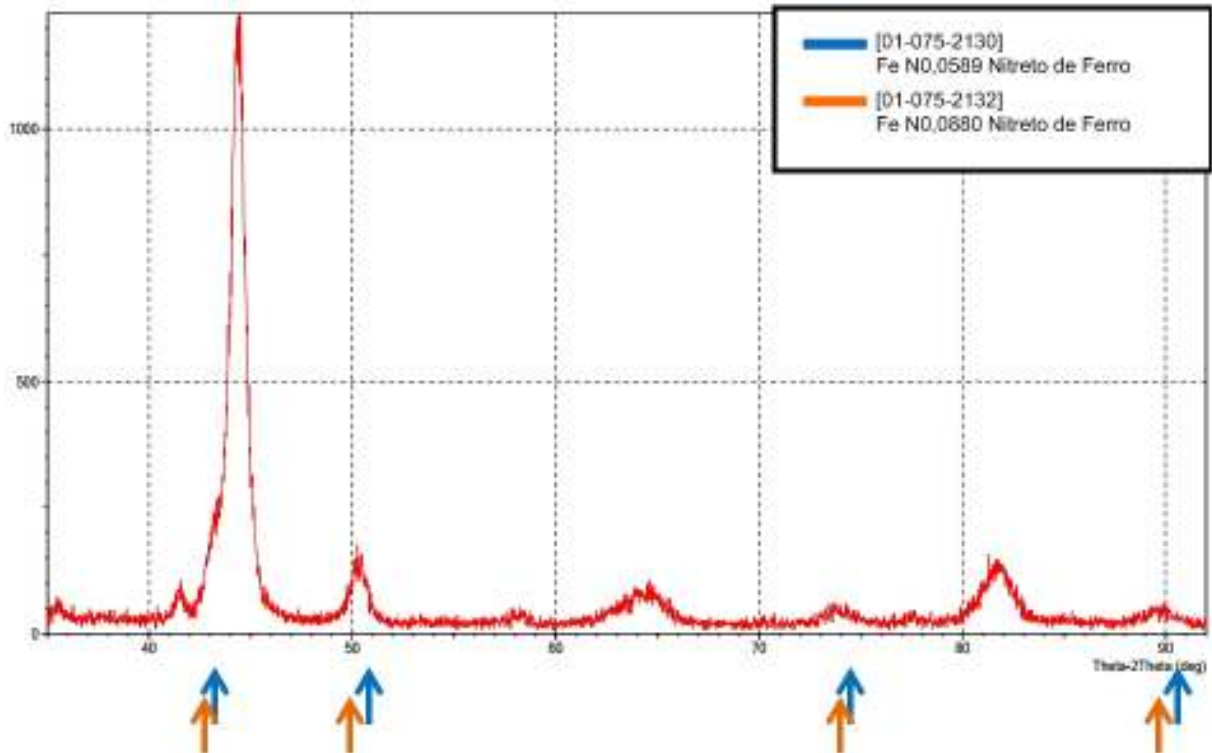


Figura 34- Análise de DRX, amostra B, cartas de nitreto de ferro sobre a amostra. (Fonte: autoria própria)



**Figura 35- Análise de DRX, amostra E, cartas de nitreto de ferro e ferro-vanádio sobre a amostra. (Fonte: autoria própria)**

A Figura 35 mostra o difratograma obtido a partir da amostra E, e os picos relativos aos nitretos de ferro também são mostrados nas cores azul e laranja. Estes resultados são representativos a todas as amostras, nas quais apresentaram resultados semelhantes em suas análises de DRX.

#### **4.6 Análise de temperabilidade das amostras**

Como foi revisado na revisão bibliográfica, o aço H13 é um aço de alta temperabilidade, assim, para as condições de processo utilizadas, pode-se concluir que o resfriamento foi suficientemente rápido para possibilitar a formação da estrutura martensítica. Como a região superficial do material foi fundida durante o processo, houve formação de austenita na ZTA, permitindo assim a formação de martensita durante o resfriamento.



## 5 CONCLUSÕES

Com os resultados obtidos neste trabalho, é possível concluir que:

- Faz-se necessária a utilização de uma fonte de energia diferenciada, com melhores controles para que assim se faça possível a abertura do arco sem a fusão do material e com possibilidade de melhor controle do aporte térmico, se possível dissipando-o em uma maior área na superfície tratada.
- Foi observado superaquecimento nas amostras E1, E2 e F; porém, estas não apresentaram alterações significativas em seus resultados quando comparadas às outras amostras.
- Houve endurecimento superficial significativo (de 250 HV<sub>0.05</sub> no núcleo para aproximadamente 960 HV<sub>0.05</sub> na superfície), em decorrência da refusão superficial e consequente alteração microestrutural.
- As análises de EDS e DRX indicaram a incorporação do nitrogênio nas amostras, contudo, não se pode afirmar que a incorporação de nitreto de ferro seja a única responsável pelo endurecimento superficial, uma vez que este endurecimento também é causado pela transformação martensítica que ocorreu durante o processo na zona termicamente afetada.
- No escopo deste trabalho, a nitretação utilizando equipamento de soldagem TIG foi considerada inviável. Os resultados não são plenamente satisfatórios aos objetivos propostos, pois o processo de nitretação não admite a fusão superficial da peça, por se tratar, industrialmente, de um processo final.

## 6 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em decorrência dos resultados obtidos neste trabalho, as seguintes sugestões de estudos futuros são feitas:

- Pesquisa de nitretação, ou surface alloying utilizando equipamento de corte e solda a plasma;
- Pesquisa de nitretação, ou surface alloying utilizando equipamento Micro TIG ou Micro plasma;
- Estudo da difusão do nitrogênio através do equipamento TIG variando os demais parâmetros como: tensão, corrente, material, etc.
- Repetição do estudo utilizando aço IF (Baixo teor de carbono e liga).
- Melhoria do controle dos parâmetros de processo.
- Estudo de deposição e manutenção de lubrificantes nos vazios formados na superfície submetida ao tratamento, para utilização de buchas auto-lubrificantes.

## REFERÊNCIAS

- Alcan, Manual de soldagem, São Paulo, SP – 1993.
- ALVES Jr., C. - Nitretação a plasma – Fundamentos e aplicações.
- ASM International, Heat Treating, Vol. 4, ASM Handbook, 1991.
- Cardoso, P. A. S. L. C. – Influência dos tratamentos térmicos de tempera e revenimento no processo de nitretação em banho de sais no aço rápido AISI M-2. Tese de Mestrado, São Paulo, SP - 1999.
- Cordeiro, R.C. - Nitretação iônica por plasma pulsado de aços inoxidáveis duplex. Tese de Mestrado, COPPE UFRJ - 2010.
- EDENHOFER, B., Physical and metallurgical aspects of ion nitriding. Heat Treatment of Metals, v. 1, Part. II, 1974.
- FOGAGNOLO, J. B., Introdução a processos e metalurgia da soldagem. Unicamp, Apostila 1, 2011.
- FORTES, C., Metalurgia da soldagem, ESAB, 2004.
- FORTES, C., Soldagem MIG/MAG, ESAB, 2005.
- Inforgel. Nitretação. 2006. Disponível em: <http://www.inforgel.com.br/si/site/0910/p/Nitreta%C3%A7%C3%A3o>. Acesso em: 14/04/2013 as 16:00.
- JONES, C.K. - Ion Nitriding. In: CONFERENCE ON HEAT TREATMENT'73, London, 1973. Proceedings. London, The Metals Society, 1975.
- M. B. Lekala, J. W. Merwe e S. L. Pityana – Laser surface Alloying of 316L Stainless Steel with RU and Ni Mixtures – 2012.
- Modenesi, P. J. - Introdução à Física do Arco Elétrico E sua Aplicação na Soldagem dos Metais. UFMG, 2007.
- Munitz, A. - Microstructure of rapidly solidified laser-molten Al– 4.5 wt % Cu surfaces. Metal Trans B, Vol. 16, pp.149– 161 - 1985.
- PINEDO, C. E. Anais do primeiro Seminário Internacional de Engenharia de Superfície. Ed. Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da UMC, 1995.
- PINEDO, C. E. Fundamentos da nitretação sob plasma para o tratamento superficial de aços e ligas especiais. II Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, São Paulo, 2004.


- Pinto, M. A., Cheung, N., Ierardi, M.C.F., Garcia, A. - Microstructural and hardness investigation of an aluminum–copper alloy processed by laser surface melting. *Materials Characterization*, Vol. 50, pp. 249– 253 - 2003.
- Pye, D. - *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*. ASM International, 2003.
- Razavi R. R e Gholam Reza Gordani - *Laser Surface Treatments of Aluminum Alloys* - 2011.
- Rizvi, S.A., Khan T.I. - Investigating the change in wear behaviour of a tool steel after surface melting and gaseous alloying. *Tribology International* 32 (1999) pg. 567–574.
- SANTOS R.F., SILVA E.R., TELES V.C.. Enriquecimento de superfícies através da usinagem por descargas elétricas com jato de fluido dielétrico FJEDM. Simpósio do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, 2012.
- Sousa, R.R.M. - Nitretação iônica sem efeito de borda: desenvolvimento e avaliação de uma nova técnica. Tese de Mestrado, Natal, RN - 2006.
- Storer, J. Haynes, J. H. - *Haynes Techbook welding manual*. Haynes North America Inc.- 1994.
- STRAMKE, S. & DRESSLER, S.; *Industrial Heating*, 1985.
- Voort, G. F. V. – *Atlas of time – temperature diagrams for Irons and steels*. ASM international, USA – 1991.
- Wainer, E. *Soldagem: processos e metalurgia*. Ed. Edgard Blucher LTDA. 5.ed., 2005.
- Zimmermann, M., Carrard, M., Kurz, W. - Rapid solidification of Al–Cu eutectic alloy by laser remelting. *Acta Metallurgica*, Vol. 37, No. 12, pp.3305–13 - 1989.

## ANEXO A – CATÁLOGO FAVORIT

AÇOS FERRAMENTA																				
EQUIVALÊNCIAS		DEMINAÇÕES DOS FABRICANTES			COMPOSIÇÕES QUÍMICAS MÉDIAS (%)							TRATAMENTOS TÉRMICOS								
AISI/AE	WERKSTOFF N°	CERDAU VILLARES	BÖHLER	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	W	Outros	ESTADO NORMAL DE FORNECIMENTO							
														RECOZIMENTO (°C)	DUREZA (HB)	TEMPERATURA (°C)	MÉDIO	QUICK-TEMP		
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
H 13	1.2344	H 13	VH 13	W 362	0,40	1,00	0,35	5,15	1,40	-	1,00	-	-	ESFRIADO	850/830	MÁX. 230	1000/1040	MANHO DE SAL / ÓLEO / ANSOPRADO	50/56	400 / 500 / 550 / 600 / 650 / 700
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
CARACTERÍSTICAS																				
A QUENTE																				
Aço ligado ao cromo-molibdênio-vanádio, de alta tenacidade, alta temperabilidade, grande resistência ao amolecimento pelo calor e ao choque térmico. Apresenta boa resistência ao desgaste em temperaturas elevadas e ótima usabilidade.																				
COMPARATIVOS ENTRE CARACTERÍSTICAS																				
Resistência ao desgaste																				
Resistência ao choque térmico																				
Resistência ao amolecimento																				
Resistência ao desgaste																				
Resistência ao choque térmico																				
Resistência ao amolecimento																				
Resistência ao desgaste																				
APLICAÇÕES																				
AÇOS PARA TRABALHOS A QUENTE																				
Ferramentas para injeção e extrusão a quente de metais, matrizes para forjamento a quente, moldes para injeção de plásticos, alumínio, zamak, etc.																				

LEGENDA ● Ótima ● Boa ● Média ● Ruim

## ANEXO B – CATÁLOGO VILLARES



**AÇOS PARA TRABALHO A QUENTE**
**VH13SO**

Qualidade Premium conforme NADCA

<b>Composição Química:</b>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th style="border: none;">C</th> <th style="border: none;">Si</th> <th style="border: none;">Mn</th> <th style="border: none;">Cr</th> <th style="border: none;">Mo</th> <th style="border: none;">V</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="border: none;"><b>0,40</b></td> <td style="border: none;"><b>1,00</b></td> <td style="border: none;"><b>0,35</b></td> <td style="border: none;"><b>5,20</b></td> <td style="border: none;"><b>1,50</b></td> <td style="border: none;"><b>0,90</b></td> </tr> </tbody> </table>	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	<b>0,40</b>	<b>1,00</b>	<b>0,35</b>	<b>5,20</b>	<b>1,50</b>	<b>0,90</b>										
C	Si	Mn	Cr	Mo	V																		
<b>0,40</b>	<b>1,00</b>	<b>0,35</b>	<b>5,20</b>	<b>1,50</b>	<b>0,90</b>																		
<b>Normas / Similares:</b>	<p>ASTM A 681 Tipo H13 ABNT H13; AISI H13; DIN X 40 CrMoV 5 1e WNr 1.2344; BS 4659: 1971 Tipo BH 13; JIS G 4404-72 Tipo SKD 61. O VH13 ISO atende às recomendações da North American Die Casting Association (NADCA) n° 207/2003 para o H13 Premium Quality.</p>																						
<b>Propriedades Físicas:</b>	<p>Densidade a 20 °C = 7,85 Kg/dm<sup>3</sup>.</p> <table border="0" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 50%;">Condutividade térmica a (W/mk)</td> <td style="width: 16.6%;">20 °C</td> <td style="width: 16.6%;">350 °C</td> <td style="width: 16.6%;">700 °C</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">24,0</td> <td style="text-align: center;">28,3</td> <td style="text-align: center;">29,3</td> </tr> </table> <p>Expansão térmica</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th style="border: none;">Intervalo de temperatura (°C)</th> <th style="border: none;">20-100</th> <th style="border: none;">20-200</th> <th style="border: none;">20-300</th> <th style="border: none;">20-400</th> <th style="border: none;">20-500</th> <th style="border: none;">20-600</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="border: none;">Coef. exp. térm. (10<sup>-6</sup> m/mk)</td> <td style="border: none;">11,5</td> <td style="border: none;">12,0</td> <td style="border: none;">12,2</td> <td style="border: none;">12,5</td> <td style="border: none;">12,9</td> <td style="border: none;">13,0</td> </tr> </tbody> </table>	Condutividade térmica a (W/mk)	20 °C	350 °C	700 °C		24,0	28,3	29,3	Intervalo de temperatura (°C)	20-100	20-200	20-300	20-400	20-500	20-600	Coef. exp. térm. (10 <sup>-6</sup> m/mk)	11,5	12,0	12,2	12,5	12,9	13,0
Condutividade térmica a (W/mk)	20 °C	350 °C	700 °C																				
	24,0	28,3	29,3																				
Intervalo de temperatura (°C)	20-100	20-200	20-300	20-400	20-500	20-600																	
Coef. exp. térm. (10 <sup>-6</sup> m/mk)	11,5	12,0	12,2	12,5	12,9	13,0																	
<b>Cores de Identificação:</b>	Ouro – Branco – Ouro																						
<b>Ensaio de Impacto:</b>	Energia de impacto maior que 200 J, para corpos de prova sem entalhe conforme NADCA #207-90; e maior que 10,8J (6 ft. lb), corpos de prova com entalhe em V, conforme NADCA #207-2003.																						
<b>Características gerais:</b>	<p>Aço ferramenta para trabalho a quente e moldes para injeção de plástico, caracterizado por:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>. Alta resistência a trincas por fadiga térmica</li> <li>. Excelentes propriedades mecânicas</li> <li>. Boa tenacidade, polibilidade e usinabilidade</li> <li>. Boa estabilidade dimensional durante o tratamento térmico</li> <li>. Pouco sensível a choques térmicos, quando resfriado por água</li> <li>. Boa resistência ao desgaste</li> </ul>																						
<b>Estado de fornecimento:</b>	Recozido, com dureza máxima de 207 HB.																						
<b>Aplicações Típicas:</b>	Matrizes e punções de forjamento em prensa. Punção para extrusão de ligas não ferrosas. Moldes para fundição por gravidade de ligas leves, especialmente Al. Facas para corte a quente. Matrizes para fundição sob pressão de ligas de alumínio, em peças de menor porte ou pouco complexas.																						
<b>Recomendações:</b>	Para melhorar a vida útil das ferramentas, pré-aquecer lentamente entre 200 e 300 °C antes de iniciar a operação. Efetuar alívio de tensões periódicos ao longo da vida da ferramenta.																						
<b>Alívio de Tensões:</b>	Deve ser realizado após usinagem e antes da têmpera. O alívio de tensões é necessário em peças com gravuras e perfis, nas quais a retirada de material tenha																						

seu valor superior a 30%, a fim de minimizar as distorções durante a têmpera. O procedimento de alívio deve envolver aquecimento lento até temperaturas entre 500 e 600 °C e resfriamento em forno até a temperatura de 200 °C. Se aplicado após o trabalho, o alívio de tensões deve ser realizado em uma temperatura 50 °C inferior a temperatura do último revenimento.

**Têmpera:**

O aquecimento para têmpera deve ser entre 1010 e 1030 °C.

Recomenda-se pré-aquecer as ferramentas.

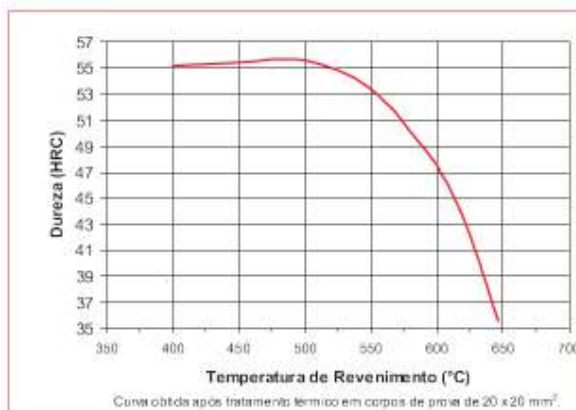
Resfriar em:

- Óleo apropriado com agitação e aquecido entre 40 e 70 °C.
- Banho de sal mantido entre 500 e 550 °C.

Pode ser temperado em forno a vácuo.

**Revenimento:**

As ferramentas devem ser revenidas imediatamente após a têmpera, tão logo atinjam 60 °C. Fazer, no mínimo, 2 revenimentos e entre cada revenimento as peças devem resfriar lentamente até a temperatura ambiente. Temperaturas de revenimento entre 550 e 650 °C, conforme a dureza desejada (curva abaixo). O tempo de cada revenimento deve ser, de no mínimo, 2 horas. Para peças maiores que 70 mm, deve-se calcular o tempo em função de sua dimensão. Considerar 1 hora para cada polegada de espessura.

**Curva de Revenimento:****Nitretação:**

Recomendada quando são requeridos altos níveis de dureza superficial e resistência à abrasão. Deve ser realizada após a têmpera e revenimento, desde que a temperatura de nitretação seja no mínimo 50 °C inferior à temperatura do último revenimento.

**Eletroerosão:**

Quando utilizada a eletroerosão nos moldes ou matrizes tratados, recomenda-se remover a camada superficial alterada (camada branca) com rebolo de grana fina. Revenir novamente a peça em uma temperatura 50 °C abaixo do último revenimento realizado.

Nota: Todas as informações apresentadas são apenas orientativas. Elas não têm relação com garantias de propriedades específicas.