



UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA

CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

LEHI DAVET ALVES FILHO

RICARDO ERBESDOBLER

**MICROESTRUTURAS E MICRODUREZA APÓS NITRETAÇÃO A  
PLASMA DE AÇO FERRAMENTA AISI D2 COM TEOR DE CROMO  
MODIFICADO PARA 8% PARA TRABALHO A FRIO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2013

LEHI DAVET ALVES FILHO

RICARDO ERBESDOBLER

**MICROESTRUTURAS E MICRODUREZA APÓS NITRETAÇÃO A  
PLASMA DE AÇO FERRAMENTA AISI D2 COM TEOR DE CROMO  
MODIFICADO PARA 8% PARA TRABALHO A FRIO**

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

Orientador: Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde

Co-Orientador: Prof .Dr. Julio Cesar Klein das Neves

CURITIBA

2013

## TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a Monografia do Projeto de Pesquisa “MICROESTRUTURAS E MICRODUREZA APÓS NITRETAÇÃO A PLASMA DE AÇO FERRAMENTA AISI D2 COM TEOR DE CROMO MODIFICADO PARA 8% PARA TRABALHO A FRIO”, realizada pelos alunos LEHI DAVET ALVES FILHO e RICARDO ERBESDOBLER, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Industrial Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde

DAMEC, UTFPR

Orientador

Prof. Dr. Julio Cesar Klein das Neves

DAMEC, UTFPR

Co-Orientador

Prof. Dr. Ricardo Fernando dos Reis

DAMEC, UTFPR

Avaliador

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova

DAMEC, UTFPR

Avaliador

Curitiba, 19 de Agosto de 2013.

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais, pela sabedoria repassada e pelo amor incondicional dispensado.

À minha irmã, Lívia, pelo apoio ao longo dos anos.

À minha sempre compreensiva e atenciosa Karla.

*Lehi Davet Alves Filho*

Aos meus pais, exemplos vitalícios de caráter, honestidade e sabedoria.

Aos meus irmãos, Fabio e Eduardo, os quais são espelhos para minha vida.

À minha noiva, e futura esposa Karin, pelo apoio, paciência e amor incondicionais.

*Ricardo Erbesdobler*



## **AGRADECIMENTO**

Acima de tudo, agradecemos a Deus pelo dom da vida.

Agradecemos as nossas famílias, amigos e pessoas amadas que estiveram ao nosso lado durante esta árdua caminhada, porém não menos bela, em tornar este sonho possível.

Agradecemos aos parceiros que viabilizaram a realização deste projeto, especialmente a(s) empresa(s): Schmolz-Bickenbach do Brasil, por fornecer a matéria-prima foco deste estudo e a BodyCote Brasimet por auxiliar em alguns tratamentos térmicos realizados.

Agradecemos a inestimável paciência e experiência de todos nossos professores pelo conhecimento compartilhado durante todos estes anos.

Em especial ao nosso orientador e co-orientador Giuseppe Pintaúde e Julio Cesar Klein das Neves, respectivamente, pela compreensão e inesgotável apoio sempre que solicitados.

“No meio de qualquer dificuldade,  
encontra-se a oportunidade”

*Albert Einstein*

## RESUMO

FILHO, Lehi D. A.; ERBESDOBLER, Ricardo; Microestruturas e microdureza após nitretação a plasma de aço ferramenta AISI D2 com teor de Cromo modificado para 8% para trabalho a frio. 2013. 74 f. Monografia (Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

Sabe-se da grande importância dos aços ferramentas para a indústria metal-mecânica e quanto essenciais são os estudos e pesquisas desenvolvidas em prol do aprimoramento de suas propriedades mecânicas. Os tratamentos térmicos e tratamentos termoquímicos superficiais são amplamente aplicados a estes aços, pois proporcionam uma melhora significativa em sua dureza, resistência ao desgaste e resistência à deformação a frio. Particularmente para trabalho de corte, estamparia, utilização em matrizes e moldes, os aços da família D mostram-se muito eficientes em relação ao desgaste excessivo presente nestas tarefas. Este projeto tem como objetivo estudar a relação entre diferentes temperaturas de revenimento e a nitretação a plasma na dureza do aço AISI D2 modificado com 8% Cr, o que possibilita a escolha da melhor combinação dos tratamentos térmicos e termoquímicos. Desta maneira, é possível encontrar resultados aperfeiçoados, em concordância com os requisitos técnicos e de acordo com a aplicação desejada. Os resultados encontrados foram comparados entre três grupos de amostras, as quais foram revenidas duas vezes, três vezes e nitretadas a plasma. Cada grupo de amostras que sofreram revenimento era formado por três subgrupos, que foram revenidos em três temperaturas diferentes. Foi usada uma temperatura igual a uma das temperaturas de revenimento para o grupo de amostras nitretadas a plasma. Encontraram-se para os grupos revenidos e nitretado a plasma, resultados referentes à dureza e respectivas microestruturas correspondentes, permitindo assim identificar as condições que definem os melhores resultados para cada uma das condições estudadas.

**Palavras-chave:** tratamento térmico, aço AISI D2, trabalho a frio, nitretação a plasma, têmpera.

## ABSTRACT

FILHO, Lehi D. A.; ERBESDOBLER, Ricardo; Microestruturas e microdureza após nitretação a plasma de aço ferramenta AISI D2 com teor de Cromo modificado para 8% para trabalho a frio. 2013. 74 f. Monografia (Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

It is known the great importance of the tools steels for the metal-mechanic industry and how essential these studies and researches developed towards the improvement of its own mechanic properties. The thermic treatments and superficial thermochemical treatments are broadly applied to these steels, because provides a significantly improvement of its hardness, wear resistance and cold deformation resistance. Particularly for cutting works, stamping, usage in dies and molds, the D steels family are very efficient related to the excessive wear existent in this applications. This project has as an objective, study the relations between different tempering temperatures and the plasma nitriding on the hardness of the modified AISI D2 with 8% Cr steel, which allows choosing the best combination of treatment temperatures and thermochemical treatment. Thus, it is possible to find improved results, in accordance whit the technical requirements and according to the desired application. The results found were compared among three groups of samples, which were tempered twice, tempered thrice and plasma nitride. Each group of samples that have been submitted to tempering was formed by three sub groups, they were tempered in three different temperatures. The temperature used during the plasma nitriding was the same of one of the tempering ones. It's possible to find for the tempering and plasma nitriding groups, results based on the hardness and their corresponding microstructures, allowing identifying the conditions that define the best results for each one of the studied conditions.

**Keywords:** thermic treatment, AISI D2 steel, cold work, plasma nitriding, tempering, quenching.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Dureza HRC x Temperaturas de Austenitização (SPHAIR, 2011).....	21
Figura 2 - Relação entre dureza, temperatura de austenitização e temperatura de revenimento para o aço AISI D2 temperado a óleo e submetido à revenimento duplo por duas horas cada (MEDANHA <i>et. al.</i> , 2008).....	23
Figura 3 – Comparativo entre a dureza de amostras de aço 8% Cr e AISI D2, revenidas triplamente à 520°C, 570°C e 620°C, após sofrerem austenitização a 1060°C e tratamento CRYO (ARIETA <i>et. al.</i> , 2011).....	24
Figura 4 - Micrografia óptica exemplificando a microestrutura de uma camada nitretada obtida em um aço ferramenta AISI D2 nitretado por 10 horas, com 75% de N <sub>2</sub> a 520°C.....	25
Figura 5 - Diagrama de fases Fe-N (TEICHMANN, 2002).....	28
Figura 6 - Evolução da microestrutura das camadas nitretadas do aço ferramenta D2 em função do tempo de nitretação. Tratamento de nitretação a 520°C, com 5% de N <sub>2</sub> na mistura gasosa (FRANCO, 2003).....	29
Figura 7 - Curva potencial de formação da camada branca determinada experimentalmente para o aço AISI D2 a 520°C (FRANCO, 2003). ....	31
Figura 8 - Esquema para identificação dos grupos pertencentes ao trabalho.....	34
Figura 9 – Fluxograma de tratamentos térmicos e termoquímicos realizados. ....	35
Figura 10 – Forno Brasimet TV6, utilizado no processo de têmpera a vácuo das amostras. ....	36
Figura 11 – Tanque de nitrogênio líquido puro, utilizado no processo de resfriamento criogênico realizado nas amostras.....	37
Figura 12 – Exemplo de corte das amostras temperadas e revenidas dupla e triplamente para embutimento.....	41
Figura 13 – Exemplo de corte nas amostras dos grupos GX.2.....	42
Figura 14 – Diagrama de espaçamento das indentações para a análise de microdureza. ....	43

Figura 15 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G0. Ataque com Superpicral. ....	49
Figura 16 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.1. Ataque com Superpicral. ....	50
Figura 17 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.3. Ataque com Superpicral. ....	51
Figura 18 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.1. Ataque com Superpicral. ....	52
Figura 19 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.3. Ataque com Superpicral. ....	53
Figura 20 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.1. Ataque com Superpicral. ....	54
Figura 21 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.3. Ataque com Superpicral. ....	55
Figura 22 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.2, sem camada branca....	57
Figura 23 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.2, sem camada branca....	58
Figura 24 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.2, sem camada branca....	59
Figura 25 - Dureza média HV por grupo de amostras revenidas dupla e triplamente durante trev x Temperatura de revenimento T1, T2 e T3.....	61
Figura 26 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 520 <sup>o</sup> C.....	64
Figura 27 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 570 <sup>o</sup> C.....	65
Figura 28 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 620 <sup>o</sup> C.....	66
Figura 29 - Dureza média HV do substrato das amostras nitretadas versus amostras revenidas triplamente a T1, T2 e T3.....	67
Figura 30 - Ficha técnica comercial do aço 8% Cr.....	73
Figura 31 – Difração por raios-X nas amostras nitretadas .....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Efeito da temperatura de austenitização nos valores médios de dureza para os aços AISI D2 e 8% Cr. Adaptado (ARIETA <i>et al.</i> , 2011). .....	21
Tabela 2 - Porcentagem em peso de elementos químicos constituintes do aço AISI D2 e 8% Cr Adaptado (ARIETA <i>et al.</i> , 2011). .....	24
Tabela 3 – Espessura das camadas nitretadas obtidas após nitretação por diferentes tempos, a 520°C, com 5% de N <sub>2</sub> e 95% de H <sub>2</sub> na mistura gasosa, para aço ferramenta D2 .....	30
Tabela 4 – Composição química nominal do aço D2 modificado com 8% Cr. ....	32
Tabela 5 - Composição da mistura gasosa utilizada na nitretação a plasma. Adaptado de SPHAIR (2011). .....	40
Tabela 6 – Nomenclatura dos grupos de amostras utilizadas na realização do estudo. ....	47
Tabela 7 – Identificação dos constituintes presentes nas metalografias resultantes do estudo. ....	48
Tabela 8 – Valores de dureza medidas em Vickers para amostras temperadas a 1060°C durante 30 min. e amostras revenidas duplamente e triplamente à T1, T2 e T3, durante trev. ....	60
Tabela 9 - Valores de dureza HRC convertidos para HV de acordo com Figura 3 e comparativo com resultados obtidos. ....	62
Tabela 10 - Valores de dureza Vickers para amostras nitretadas, medidas nos lados a e b, durante trev. ....	62
Tabela 11 - Comparação das profundidades da camada nitretada obtidas por metalografia e medição de dureza para diferentes temperaturas de revenimento duplo anterior a nitretação.....	66

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

**UFPR** – Universidade Federal do Paraná

**UTFPR** – Universidade Tecnológica Federal do Paraná

**CFC** – Célula unitária estrutural de forma cúbica de face centrada

**PO** – Professor Orientador

**trev** – Tempo revenimento de 2 horas

**T1** – Temperatura de revenimento de 520°C

**T2** – Temperatura de revenimento de 570°C

**T3** – Temperatura de revenimento de 570°C

**G0** – Grupo de amostras temperadas e tratadas criogenicamente

**G1** – Grupo de amostras revenidas a 520°C

**G2** – Grupo de amostras revenidas a 570°C

**G3** – Grupo de amostras revenidas a 620°C

**G1.1** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 520°C para caracterização

**G1.2** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 520°C nitretadas

**G1.2a** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 520°C nitretadas lado a

**G1.2b** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 520°C nitretadas lado b

**G1.3** – Grupo de amostras revenidas a 520°C 3 vezes

**G2.1** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 570°C para caracterização

**G2.2** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 570°C nitretadas



**G2.2a** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 570°C nitretadas lado a

**G2.2b** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 570°C nitretadas lado b

**G2.3** – Grupo de amostras revenidas a 570°C 3 vezes

**G3.1** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 620°C para caracterização

**G3.2** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 620°C nitretadas

**G3.2a** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 620°C nitretadas lado a

**G3.2b** – Grupo de amostras revenidas 2 vezes a 620°C nitretadas lado b

**G3.3** – Grupo de amostras revenidas a 620°C 3 vezes

## LISTA DE SÍMBOLOS

**Fe- $\gamma$**  – Austenita: Forma alotrópica do ferro com reticulado CFC

**Fe- $\alpha$**  – Ferrita: Forma alotrópica do ferro com reticulado CCC

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Tema	17
1.2	Oportunidade	17
1.3	Objetivos	18
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	19
2.1	Microestrutura de aços ferramenta para trabalho a frio tratados termicamente	19
2.1.1	Efeito da Têmpera na microestrutura	19
2.1.2	Efeito do Tratamento Criogênico na microestrutura	22
2.1.3	Efeito da Temperatura de Revenimento na microestrutura	22
2.2	Tratamento Termoquímico de Nitretação a Plasma	25
2.2.1	Microestruturas decorrentes do processo	25
2.2.2	Efeito da Atmosfera do Tratamento na microestrutura	26
2.2.3	Efeito da Temperatura do Tratamento na microestrutura	27
2.2.4	Efeito do Tempo do Tratamento na microestrutura	29
3	MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1	Aço D2 modificado com 8% Cr	32
3.2	Tratamentos Térmicos	34
3.2.1	Austenitização	36
3.2.2	Processo Criogênico	37
3.2.3	Revenimento	38
3.3	Tratamento Termoquímico	39
3.3.1	Nitretação a plasma	39
3.4	Preparação das amostras para análise	41
3.4.1	Ensaio de Microdureza Vickers	43
3.4.2	Perfis de Microdureza Vickers	44
3.4.3	Análise Metalográfica	44
3.4.4	Análise de Difração por Raios-X	45
4	RESULTADOS	47
4.1	Nomenclatura das amostras	47
4.2	Análise das microestruturas	48
4.2.1	Microestruturas resultantes da têmpera seguida do processo CRYO.	48
4.2.2	Microestruturas resultantes do revenimento.	50
4.2.3	Microestruturas resultantes da nitretação a plasma	56
4.3	Dureza das amostras	59
4.3.1	Amostras temperadas <i>versus</i> revenidas	60
4.3.2	Amostras duplamente revenidas <i>versus</i> triplamente revenidas	60
4.3.3	Amostras nitretadas	62
4.3.4	Perfis de dureza	63
5	CONCLUSÕES	69

6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	70
	APÊNDICE A	73
	APÊNDICE B	74

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Tema

Devido a uma exigência cada vez maior por materiais com maior resistência mecânica e de custo reduzido, vários estudos são realizados com a finalidade de encontrar soluções que aliem o baixo custo de fabricação juntamente com a melhoria das propriedades mais relevantes para a aplicação em questão.

Recentemente uma nova geração de aços-ferramenta para trabalho a frio com aproximadamente 1% C, 8% Cr em massa e adição de outros elementos de transição (V, Mo, W, Nb) foram desenvolvidos Arieta *et. al.* (2011) e mostraram superior tenacidade e resposta ao tratamento térmico em relação ao tradicional aço AISI D2. Neste trabalho este aço recentemente desenvolvido será chamado de aço D2 modificado com 8% Cr.

O setor de fabricação de ferramentas é o usuário mais antigo e tradicional dos processos de modificação superficial, visto que ferramentas de conformação, injeção ou corte, estão sujeitas ao desgaste e corrosão intensos, dependendo do processo e meio em que trabalham (PINEDO, 2004).

## 1.2 Oportunidade

Dada a grande relevância do aço AISI D2 na indústria de ferramentas para trabalho a frio, principalmente na área de conformação, este trabalho visa encontrar valores de dureza superiores para os diferentes corpos de prova do aço D2 modificado com 8% Cr gerados em relação aos valores obtidos para o aço AISI D2 por Arieta *et. al.*, (2011), a fim de atestar, ou não, a sua aplicação na indústria de ferramentas para trabalho a frio em substituição ao aço AISI D2.

Devido a grande utilização deste aço na indústria, estudos sobre tratamentos térmicos que visam melhorar suas propriedades mecânicas se fazem necessários,

pois evidenciam propriedades e parâmetros que podem ser alterados a fim de gerar procedimentos mais eficazes para obtenção de um aço de maior qualidade ante o fabricado.

Segundo estudo realizado por Arieta *et. al.*, (2011), os tratamentos térmicos do aço AISI D2 foram realizados através de têmperas simultâneas a 1030°C, 1060°C e 1120°C seguidas por tratamento criogênico e três revenidos a 520°C durante duas horas cada. Neste trabalho, posteriormente a etapa de têmpera, foi realizado o processo CRYO<sup>1</sup>, analogamente ao processo de resfriamento utilizado por Arieta *et. al.*, (2011).

Quando o material é sujeito ainda a posterior tratamento superficial de nitretação a plasma, este tratamento em questão também é feito a temperaturas mais baixas do que o revenimento para que não haja queda de dureza no núcleo após o tratamento superficial (FRANCO JR, 2003).

### 1.3 Objetivos

Neste trabalho pretende-se como objetivo geral, analisar o efeito de diferentes temperaturas de revenimento concomitantes com nitretação a plasma na dureza do aço D2 modificado com 8% Cr.

Mais especificamente, verificar a possibilidade de obtenção de valores de dureza semelhantes para as sequências de tratamentos propostas para o aço D2 modificado com 8% Cr, ao compararmos com o aço AISI D2, ou então uma variação menor da dureza ao se confrontar valores de dureza obtidos para amostras triplamente revenidas com os valores encontrados para amostras duplamente revenidas com posterior nitretação a plasma.

---

<sup>1</sup> Tratamento criogênico desenvolvido pela empresa Bodycote Brasil que visa o aumento simultâneo da dureza e tenacidade devido à formação de carbonetos  $\eta$  extremamente finos durante o processo de têmpera subsequente.

## **2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

### **2.1 Microestrutura de aços ferramenta para trabalho a frio tratados termicamente**

Dentre os aços empregados para trabalho a frio, os aços da família D apresentam-se como a melhor opção, pois seu alto teor de cromo e carbono proporciona elevada resistência ao desgaste. Tal fato deve-se a presença de carbonetos de cromo, e baixíssima distorção da peça durante tratamentos térmicos de têmpera e revenimento (SILVA; MEI, 2006).

Uma nova geração deste aço foi desenvolvida, visando reduzir custos de fabricação, haja vista a redução do percentual em massa de cromo. Devido ao seu menor teor de Cr em relação ao AISI D2 e maior balanço entre carbono e elementos formadores de carbonetos, em particular Mo e V, este novo aço demonstrou aprimoramento de sua dureza e menor distorção após tratamentos térmicos, bem como resistência ao desgaste semelhante à do aço D2 original (ARIETA *et. al.*, 2011).

#### **2.1.1 Efeito da Têmpera na microestrutura**

O tratamento de têmpera é um tratamento importante para os aços, em especial para os que são usados em estruturas e componentes mecânicos, como é o caso dos aços ferramentas para trabalho a frio, pois o objetivo principal é permitir alterações das propriedades.

Consiste no aquecimento do aço a temperaturas de austenitização, seguido de resfriamento em um ambiente pré-determinado do aço após o mesmo ter sido exposto a determinado tempo à temperatura de austenitização. Devem-se controlar possíveis distorções na peça devido ao resfriamento a que o material é submetido.

Durante o tempo em que o material é exposto a temperatura de austenitização, para os aços da família D, ocorre transformação da microestrutura ferrita (Fe- $\alpha$ ) para austenita (Fe- $\gamma$ ), e também a dissolução de carbonetos (SILVA; CUMINO; GOLDSTEIN, 1996).

Durante a têmpera, a matriz austenítica do aço se transforma em martensita e os produtos resultantes desta transformação são: austenita retida, martensita e carbonetos (SILVA; CUMINO; GOLDSTEIN, 1996). Entende-se como austenita retida a parcela de austenita que não se transformou em martensita durante a têmpera (CALLISTER, 2008).

Como consequência destas transformações provocadas pelo rápido resfriamento a partir da temperatura de austenitização, os átomos de carbono não tem tempo suficiente para se difundirem, e tal fenômeno explica as altas micro tensões geradas (CHIAVERINI, 1986).

Ao analisar as comparações feitas por Sphair (2011), entre as diferentes temperaturas de austenitização e a solubilização dos carbonetos de cromo na microestrutura do aço AISI D2, foi constatado que maiores temperaturas de austenitização correspondem a um aumento de dureza até a temperatura limite de aproximadamente 1100°C sendo que para temperaturas superiores, se observa uma queda brusca no valor de dureza medido, segundo a Figura 1.

Esta redução elevada na dureza do material para temperaturas de austenitização ocorre, pois, temperaturas de austenitização muito altas também fazem com que a temperatura de formação de martensita ( $M_s$ ) caia. Sendo assim, tem-se menos martensita na microestrutura e conseqüentemente mais austenita retida (SILVA; CUMINO; GOLDENSTEIN, 1996). Ao mesmo tempo, aumenta a quantidade de carbono e de cromo em solução, pois ocorre maior dissolução dos carbonetos (SILVA; CUMINO; GOLDENSTEIN, 1996).



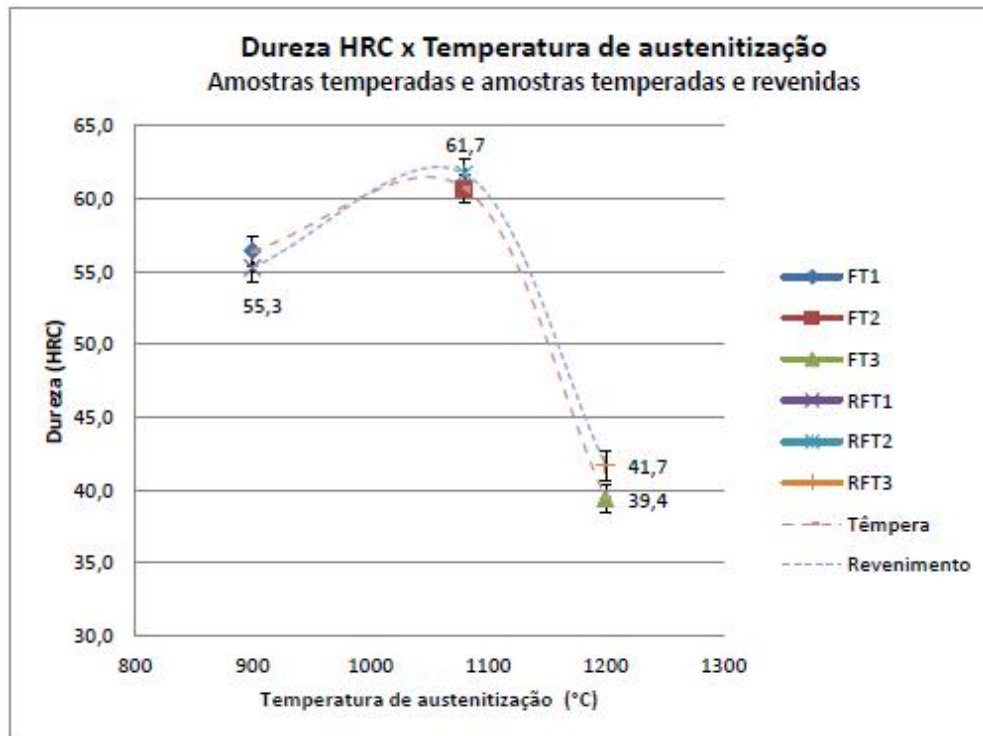


Figura 1 - Dureza HRC x Temperaturas de Austenitização (SPHAIR, 2011).

Arieta *et al.* (2011), também analisaram a relação entre as temperaturas de austenitização utilizadas, seguidas de resfriamento CRYO, e seus efeitos sobre a dureza do aço AISI D2 e do aço D2 modificado com 8% Cr. Seus resultados demonstram também que o aumento da temperatura de austenitização, até valores entre 1060°C e 1120°C, gera uma maior dureza para os aços citados, de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 - Efeito da temperatura de austenitização nos valores médios de dureza para os aços AISI D2 e 8% Cr. Adaptado (ARIETA *et al.*, 2011).

Temperatura de austenitização x Dureza				
Temperatura de austenitização, °C	Aço	1030	1060	1120
Dureza Média, HRC	AISI D2	57,8±0,8	59,6±0,7	61,2±0,2
	D2 Modificado 8% Cr	62,1±1,1	63,1±1,1	63,8±0,9

### 2.1.2 Efeito do Tratamento Criogênico na microestrutura

De acordo com Molinari *et. al.* (2001) o tratamento sub-zero é largamente utilizado nos componentes e peças de alta precisão, uma vez que ele propicia a transformação da austenita retida. Entende-se a faixa de temperatura entre  $-60^{\circ}\text{C}$  e  $-80^{\circ}\text{C}$  como temperatura ideal, de acordo com os parâmetros de têmpera do material.

Tratamentos criogênicos com temperaturas entre  $-125^{\circ}\text{C}$  e  $-196^{\circ}\text{C}$  melhoram determinadas propriedades do material, se comparados com as melhorias obtidas por tratamentos sub-zero convencionais. A principal razão disto é a completa transformação da austenita em martensita, juntamente com a formação de pequenos carbonetos, dispersos na estrutura martensítica (MOLINARI *et. al.*, 2001).

### 2.1.3 Efeito da Temperatura de Revenimento na microestrutura

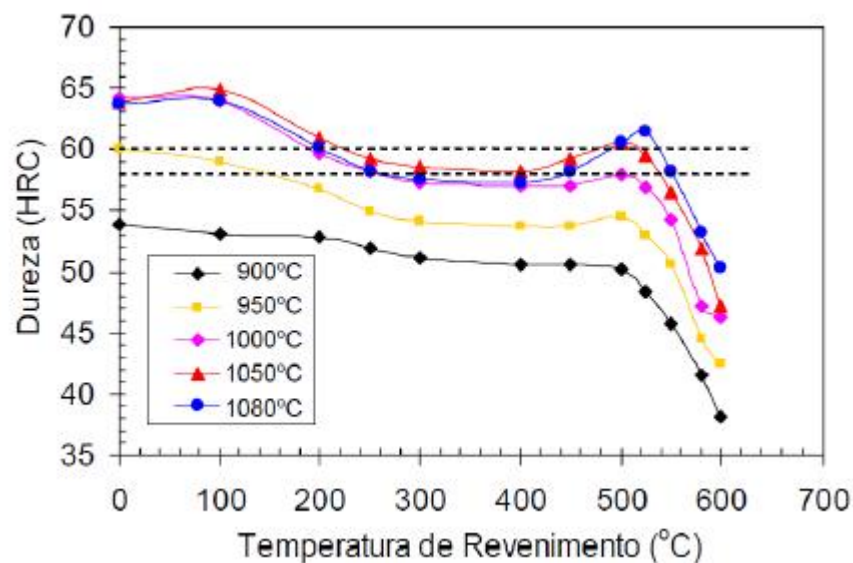
Aplicado usualmente nos aços temperados, imediatamente após a têmpera, ou após o tratamento sub-zero quanto existente, sempre em temperaturas inferiores às da zona crítica, o processo de revenimento aumenta a ductilidade dos aços martensíticos e reduz a intensidade das tensões internas existentes, decorrentes do processo de têmpera. Ao final da aplicação desta sequência de tratamentos térmicos, sendo estes tratamentos a têmpera e o revenido, obtém-se uma microestrutura composta por austenita retida, martensita revenida e carbonetos eutéticos não dissolvidos, no caso específico de aços ferramenta.

Segundo Medanha *et. al.* (2008) estão presentes na composição dos aços AISI D2 elementos que favorecem a ocorrência de endurecimento secundário durante o revenimento. Estes elementos químicos que ocasionam o endurecimento superficial promovem a precipitação de carbonetos durante o revenimento, aumentando a dureza do material, o que é o objeto de análise e aprimoramento deste trabalho.

A microestrutura resultante do aço depende diretamente da temperatura em que o revenido é realizado. Segundo Medanha *et. al.* (2005) o tratamento de revenimento precisa ser realizado a uma temperatura suficientemente alta,  $>500^{\circ}\text{C}$ ,

no caso dos aços da família D para que ocorra difusão do carbono presente na austenita retida. Tais temperaturas, acima 500°C, favorecem o aumento da tenacidade do aço devido à formação de martensita revenida.

Comparativamente, Medanha *et. al.* (2008) demonstram através da Figura 2 a relação entre a dureza, temperatura de austenitização e temperatura de revenimento para o aço AISI D2. Notam-se picos de dureza para temperaturas de revenimento entre 500°C e 600°C, para aços temperados acima de 1000°C. Como Arieta *et al.* (2011) sugeriram uma modificação percentual em peso para os elementos químicos que compõe o aço D2 modificado com 8% Cr, conforme a Tabela 2 estima-se que os picos de dureza do aço 8% Cr, temperado acima de 1000°C, esteja situado em uma posição levemente à esquerda dos picos indicados pela Figura 2, devido à diminuição acentuada de carbono e cromo percentualmente em massa.



**Figura 2 - Relação entre dureza, temperatura de austenitização e temperatura de revenimento para o aço AISI D2 temperado a óleo e submetido à revenimento duplo por duas horas cada (MEDANHA *et. al.*, 2008).**

Arieta *et. al.* (2011) mostram também que, para uma mesma temperatura de austenitização, os valores de dureza encontrados para o aço 8% Cr são superiores aos valores encontrados para o aço AISI D2 para faixas de temperatura de revenimento entre 520°C à 620°C, conforme ilustra a Figura 3.

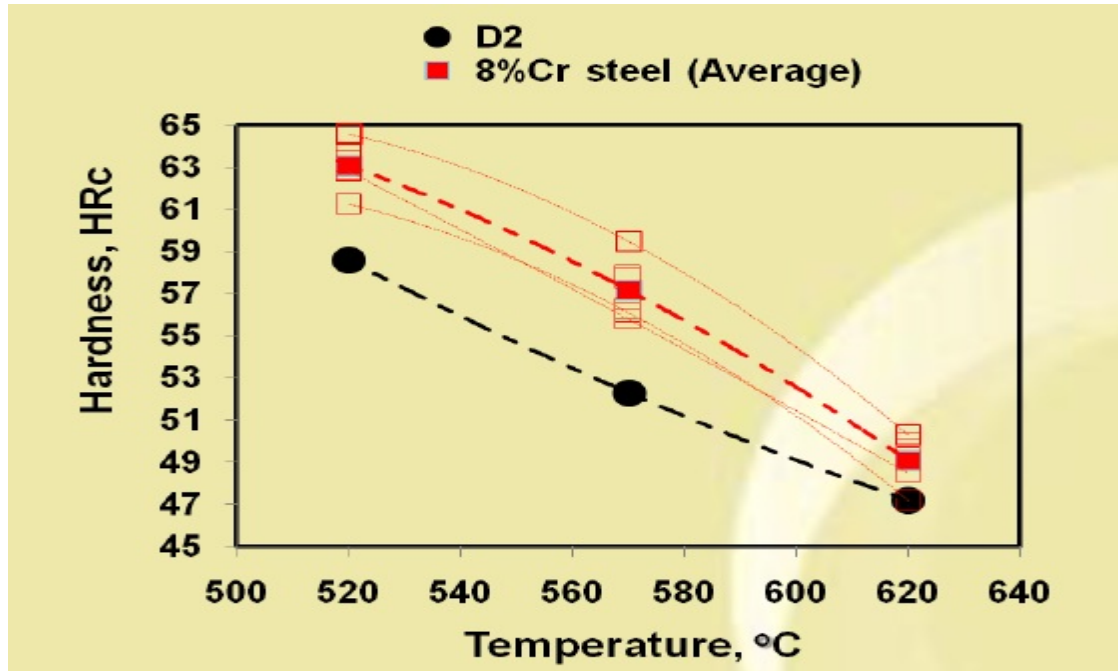


Figura 3 – Comparativo entre a dureza de amostras de aço 8% Cr e AISI D2, revenidas triplamente à 520°C, 570°C e 620°C, após sofrerem austenitização a 1060°C e tratamento CRYO (ARIETA *et. al.*, 2011).

Segundo Arieta *et. al.* (2011), a diferença encontrada na dureza dos aços 8% Cr e AISI D2 para as temperaturas de revenimento explicitadas na Figura 3 se deve a alteração no percentual em massa dos elementos de liga que compõem estes aços, conforme Tabela 2 na página seguinte.

Tabela 2 - Porcentagem em peso de elementos químicos constituintes do aço AISI D2 e 8% Cr Adaptado (ARIETA *et al.*, 2011).

Composição química									
Aço	%C	%Cr	%Mo	%V	%Nb	%Mn	%Si	%P	%S
AISI D2	1,51	11.02	0,60	0,79	0,03	0,37	0,34	0,015	0,007
D2 Modificado 8% Cr	1,05 ±0,20	8,0 ±0,5	1,75 ±0,75	1,1 ±0,7	0,50 ±0,45	<0,50	0,95 ±0,10	<0,030	<0,015

## 2.2 Tratamento Termoquímico de Nitretação a Plasma

### 2.2.1 Microestruturas decorrentes do processo

O processo de nitretação assistida por plasma promove a formação de, praticamente, a mesma microestrutura obtida pelos processos convencionais de nitretação. Porém, ao analisar microscopicamente esta estrutura obtida através da nitretação a plasma, notam-se diferenças significativas e relevantes. Os parâmetros que influenciam a nitretação a plasma são muitos, entre eles estão a proporção de nitrogênio na mistura gasosa, a diferença de potencial entre os eletrodos, a corrente elétrica utilizada e a pressão parcial da atmosfera gasosa a que o componente a ser nitretado está submetido (FRANCO, 2003). Devido a esta gama de variáveis que estão envolvidas na nitretação a plasma, é maior a possibilidade de modificações na zona de difusão formando ou não a camada de compostos, as quais estão exemplificadas na Figura 4 (camada de compostos e zona de difusão).

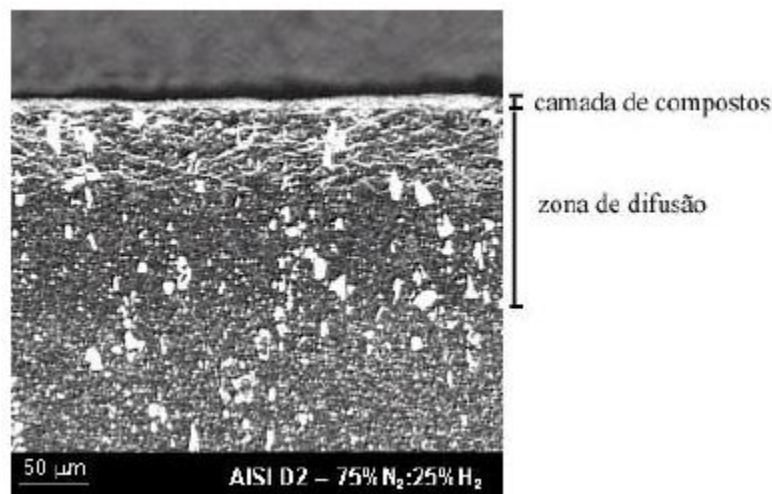


Figura 4 - Micrografia óptica exemplificando a microestrutura de uma camada nitretada obtida em um aço ferramenta AISI D2 nitretado por 10 horas, com 75% de N<sub>2</sub> a 520°C (PINEDO *et. al.*, 2002).

Conforme se pode observar na Figura 4, a região mais externa da camada nitretada é camada de compostos, conhecida como camada branca, sendo constituída por nitretos de diferentes estruturas. Segundo Franco (2003), esta

camada de compostos pode ser monofásica ( $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$  ou  $\text{Fe}_{2,3}\text{N} - \epsilon$ ) ou polifásica ( $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma' + \text{Fe}_{2,3}\text{N} - \epsilon +$  nitretos de elementos de liga). Quando esta camada é formada, têm-se frequentemente falhas em relação à resistência a formação de trincas na camada endurecida (GOBBI, 2009).

Logo abaixo da camada de compostos está a chamada zona de difusão. Esta camada é formada pelo resultado de diversos processos que ocorreram durante a penetração do nitrogênio na microestrutura de um determinado aço, sendo alguns destes processos a saturação da ferrita com nitrogênio, precipitação de nitretos, redistribuição do carbono presente na microestrutura, geração de tensões residuais e formação de fases nos contornos de grão (FRANCO, 2003). Esta camada é responsável pela alteração nas propriedades mecânicas da superfície do material, promovendo o aumento da dureza e a geração de tensões residuais compressíveis (GOBBI, 2009).

### **2.2.2 Efeito da Atmosfera do Tratamento na microestrutura**

A nitretação assistida por plasma caracteriza-se por um grande fluxo iônico de uma mistura gasosa contendo nitrogênio, em quantidades variáveis, em uma câmara de pressão entre 133,3 e 1333 Pa (1 a 10 Torr), onde é aplicada uma diferença de potencial entre a peça a ser nitretada e o reator de plasma, a fim de adicionar nitrogênio em sua superfície com a finalidade de endurecê-la (GOBBI, 2009).

A composição gasosa da atmosfera a que a peça será exposta no processo de nitretação a plasma é um dos principais parâmetros que influenciam no controle microestrutural da camada nitretada (GOBBI, 2009). O aumento do potencial de nitrogênio no decorrer do processo de nitretação favorece a formação da camada de compostos, devido à disponibilidade de átomos de nitrogênio acima do limite de saturação intersticial na matriz de Fe (DOS SANTOS *et. al.*, 1982).

O argônio é adicionado à mistura gasosa a fim de aumentar os efeitos nitretantes a baixas pressões, o que pode ser benéfico para controlar os efeitos de formação da camada branca ou de modificação morfológica superficial (GOBBI,

2009). O hidrogênio é responsável por reduzir óxidos superficiais influenciando na dureza e na profundidade da camada nitretada (FANCEY *et. al.*, 1995).

### **2.2.3 Efeito da Temperatura do Tratamento na microestrutura**

As temperaturas normalmente usadas na nitretação estão dentro da faixa de 400-590°C, porém podem ser usadas outras temperaturas ligeiramente superiores ou inferiores a estes limites a fim de avaliar-se o efeito da utilização de temperaturas não padronizadas. De acordo com o diagrama de fases na Figura 5, o nitrogênio irá ser dissolvido no ferro  $\alpha$  até a concentração de 0,1% em peso. Ao ultrapassar este valor de percentual em peso da concentração de nitrogênio são formados nitretos  $\gamma'$  de composição estequiométrica  $Fe_4N$ , o qual possui célula unitária do tipo CFC, a qual é estável em temperaturas abaixo de 680°C (GOBBI, 2009).

Um grande efeito da temperatura utilizada no processo de nitretação é a sua relação com a tensão residual, pois a temperatura está ligada a taxa de difusão e a formação de diferentes precipitados durante o resfriamento (GOBBI, 2009).

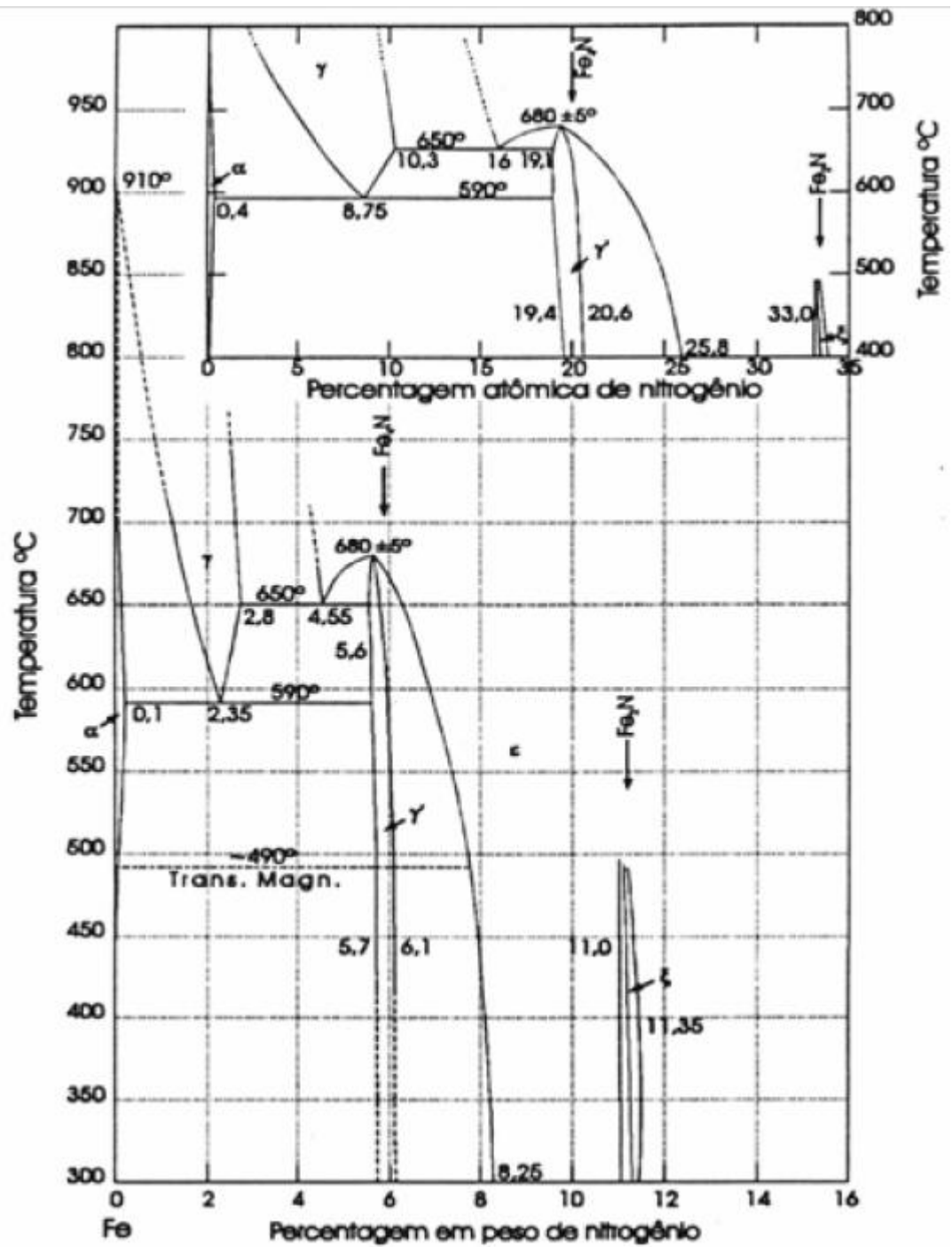
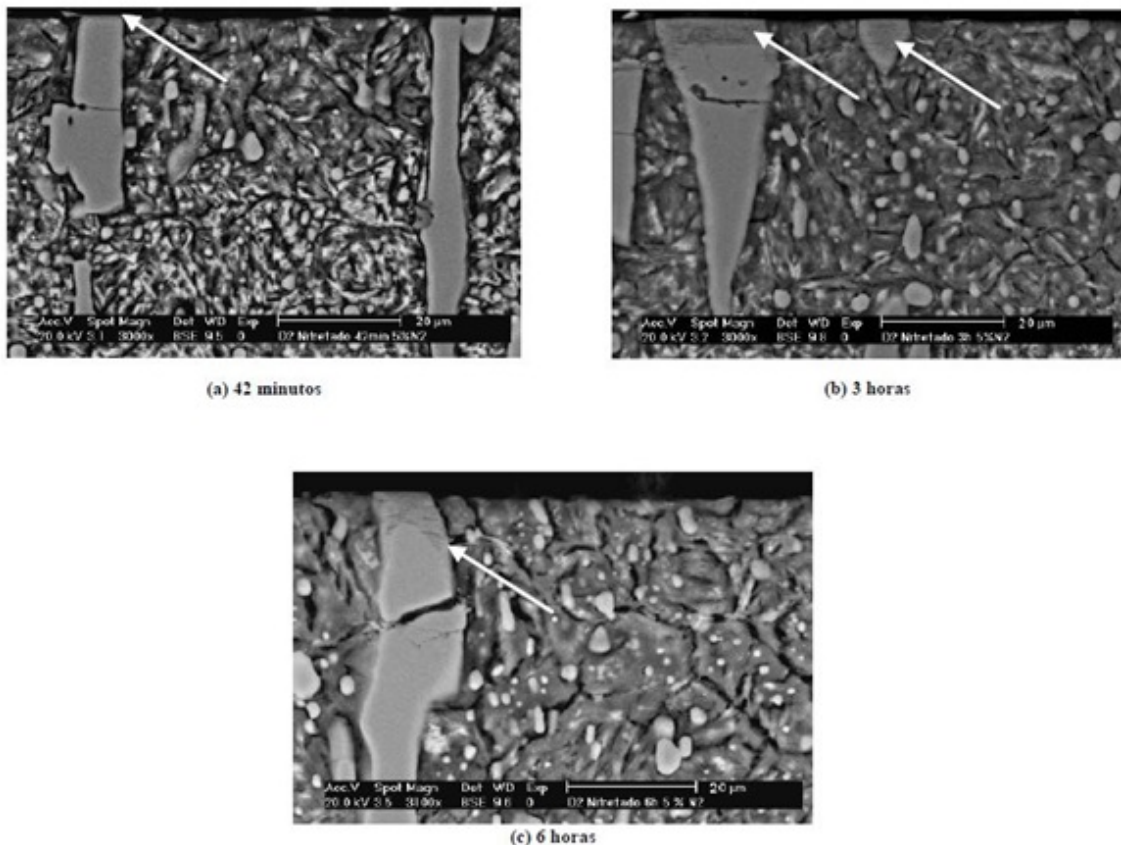


Figura 5 - Diagrama de fases Fe-N (TEICHMANN, 2002).



## 2.2.4 Efeito do Tempo do Tratamento na microestrutura

Segundo Franco (2003), o aço ferramenta D2 nitretado a 520°C, com 5% de N<sub>2</sub>, possui tempo de formação de camada branca para períodos de tratamento superiores a 11 horas, ou seja, não se observa a presença de camada branca para períodos de nitretação de 2, 4 ou 6 horas de duração, em uma atmosfera com 5% de N<sub>2</sub> a 520°C. As Figuras 6(a) a 6(c), abaixo, mostra detalhes das camadas nitretadas formadas sob estas condições citadas.



**Figura 6 - Evolução da microestrutura das camadas nitretadas do aço ferramenta D2 em função do tempo de nitretação. Tratamento de nitretação a 520°C, com 5% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa (FRANCO, 2003).**

Nas Figuras 6(a) a 6(c), apresentadas por Franco (2003), observa-se um aumento na profundidade da camada de difusão, representadas pelas setas em branco nas imagens, a medida em que se aumenta o tempo do tratamento de nitretação. Isto ocorre, pois com o aumento do período ao qual o material é exposto

à nitretação a plasma, o volume de Nitrogênio difundido se torna maior, até o ponto em que ocorre a formação da camada branca.

Franco (2003), também definiu que para diferentes tempos de tratamento, a uma mesma temperatura, 520°C, o aço AISI D2 forma camadas nitretadas com espessuras diferentes, conforme nos mostra a Tabela 3.

**Tabela 3 – Espessura das camadas nitretadas obtidas após nitretação por diferentes tempos, a 520°C, com 5% de N<sub>2</sub> e 95% de H<sub>2</sub> na mistura gasosa, para aço ferramenta D2 Adaptado (FRANCO, 2003).**

<b>Aço</b>	<b>Camada Nitretada</b>	<b>Espessura, μm</b>
<b>AISI D2</b>	5% N <sub>2</sub> , 520°C, 42 minutos	23
	5% N <sub>2</sub> , 520°C, 3 horas	34
	5% N <sub>2</sub> , 520°C, 6 horas	57
	5% N <sub>2</sub> , 520°C, 11 horas	92

Complementamente, Franco (2003) propôs experimentalmente um gráfico em que se pode analisar o potencial de início de formação de camada branca no aço ferramenta AISI D2, através de uma curva em função da % de N<sub>2</sub> em peso na mistura gasosa pelo tempo de tratamento de nitretação, conforme ilustra a Figura 7.

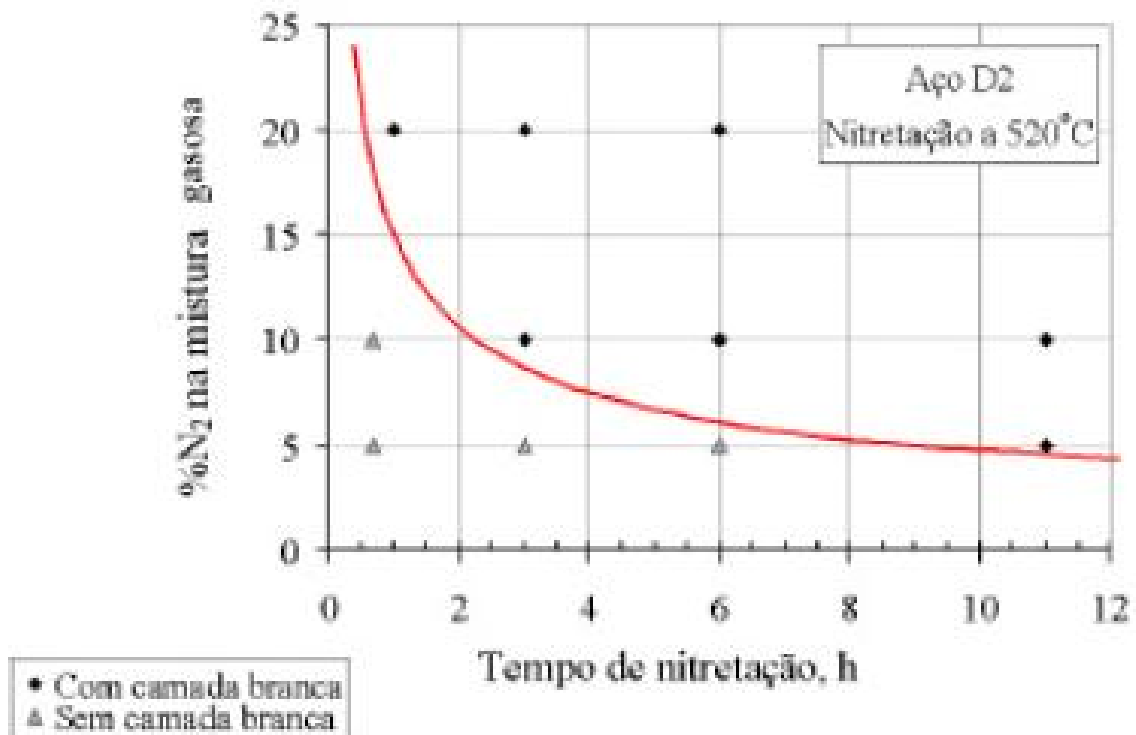


Figura 7 - Curva potencial de formação da camada branca determinada experimentalmente para o aço AISI D2 a 520°C (FRANCO, 2003).

Conforme proposto por Franco (2003) através da Figura 7, espera-se que para o tratamento de nitretação a plasma com períodos de tempo inferiores a 10 horas e concentração de Nitrogênio de 5% em peso, não ocorra a formação de camada branca na microestrutura da camada nitretada do aço AISI D2.

Este conceito foi comprovado, através das Figuras 6(a) a 6(c), bem como através do trabalho de Sphair (2011), em que foi realizado nitretação a plasma no aço AISI D2, temperado em diferentes temperaturas de austenitização, com uma atmosfera com 5% de Nitrogênio em peso por um período de 2 horas.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo são descritos 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 conclusão do mesmo.

#### 3.1 Aço D2 modificado com 8% Cr

O aço ferramenta para o trabalho a frio com 8% Cr utilizado nesta investigação foi fornecido pela empresa Schmolz-Bickenbach do Brasil e produzido na usina alemã Deutsche Edelstahlwerke GmbH – DEW. A denominação comercial do mesmo é CRYODUR 2990. Na Tabela 4 abaixo pode ser vista a composição química nominal deste aço.

Tabela 4 – Composição química nominal do aço D2 modificado com 8% Cr.

Composição química					
Elemento Químico	%C	%Cr	%Mo	%V	%Si
Porcentagem em massa	1,00	8,00	1,10	1,60	0,90

Fonte: Schmolz + Bickenbach

A barra do aço D2 modificado com 8% Cr fornecida possuía inicialmente 102,50 mm de diâmetro e 1 m de comprimento, dos quais apenas 30% do volume de material foram utilizados no desenvolvimento deste estudo. A empresa Schmolz-Bickenbach do Brasil forneceu o material no estado recozido.

A partir da barra de aço D2 modificado com 8% Cr recozido, 10 chapas de metal com dimensões de 75 x 75 x 10 mm foram cortadas na serra fita do laboratório

de usinagem da UTFPR para posterior confecção das amostras utilizadas nos processos de tratamento térmico.

A partir das 10 chapas cortadas na serra fita, foram produzidos 36 amostras, com dimensões aproximadas de 12 x 10,6 x 75 mm, as quais foram cortadas na máquina Buehler Delta Automatic Abrasive Cutter, modelo Auto Chop 2216, com disco de corte Buehler, código do fabricante 10-4316-010, para materiais com dureza entre 35 e 50 HRC, presente no laboratório de materiais da UTFPR, para a realização das sequências de tratamentos térmicos que será descrita posteriormente, deixando assim amostras suficientes para confecção de corpos de prova com dimensões de 7 x 10 x 55 mm, conforme utilizado por Arieta *et al.* (2011), para a realização de testes de desgaste futuros.

### 3.2 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos de têmpera, criogênico, revenimento e o tratamento termoquímico de nitretação a plasma são descritos a seguir. Apenas os tratamentos térmicos de têmpera e o processo criogênico foram realizados em instalações fora da UTFPR, na empresa Bodycote Brasimet Processamento Térmico S/A, a qual possui equipamentos e matéria-prima propícios para a realização destes tratamentos, principalmente no caso do tratamento criogênico.

Todas as amostras receberam os mesmos tratamentos térmicos até a etapa do processo de resfriamento criogênico, conforme períodos de tempo descritos a seguir. Os tempos dos tratamentos térmicos envolvidos neste trabalho foram os mesmos utilizados no trabalho de conclusão de curso de Sphair (2011).

Para a identificação de cada amostra, após o tratamento criogênico, a denominação foi adotada conforme Figura 8 abaixo. As amostras que foram utilizadas para caracterização do grupo que sofreu o processo de resfriamento, receberam uma denominação especial, descrita na seção de Materiais e Métodos.

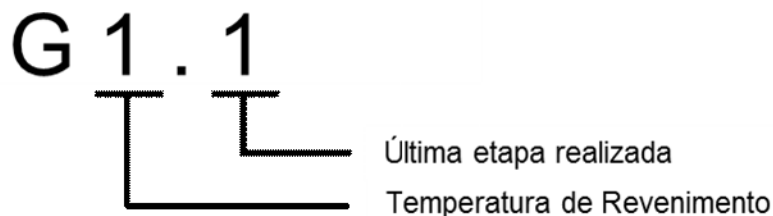
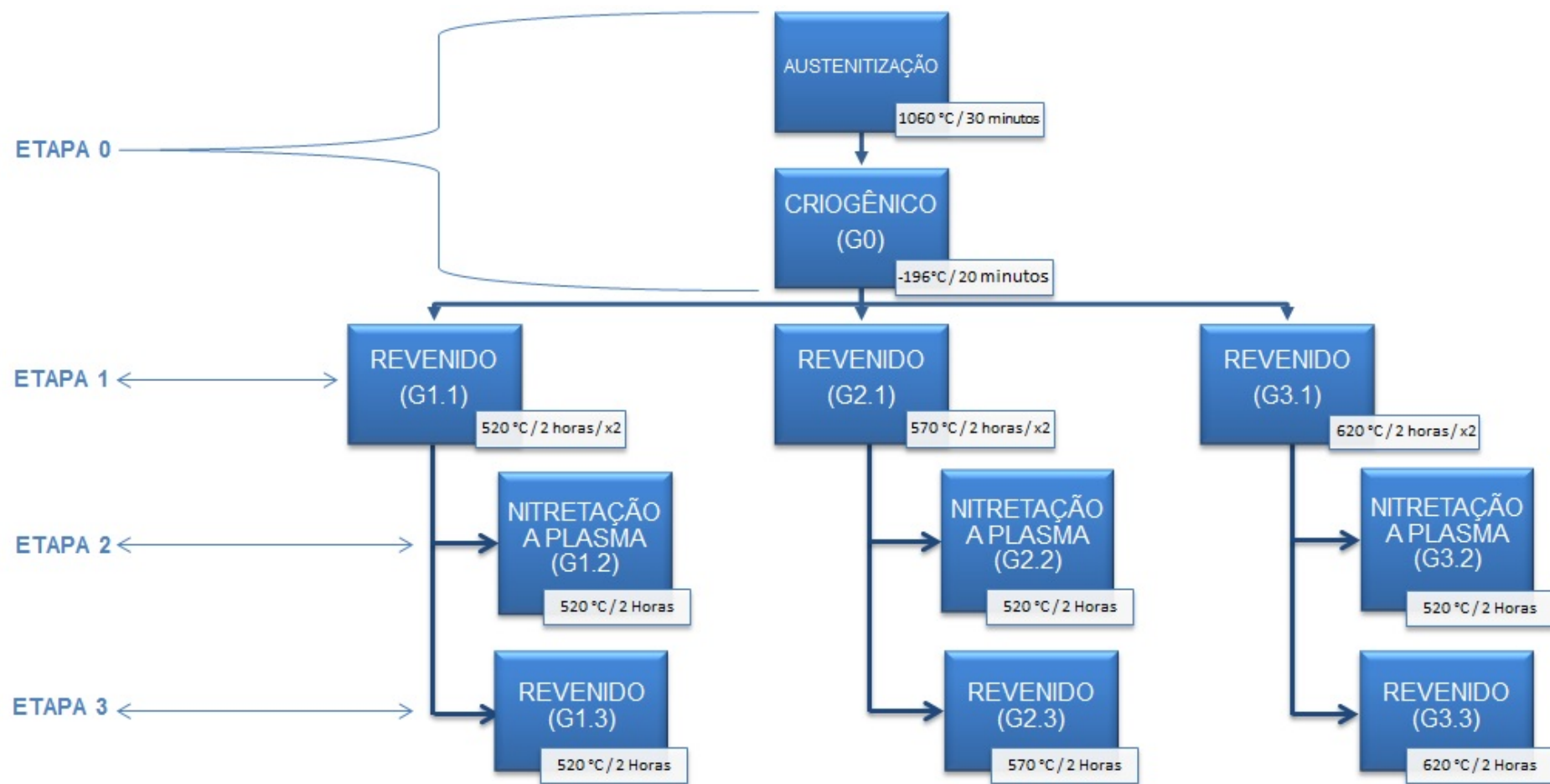


Figura 8 - Esquema para identificação dos grupos pertencentes ao trabalho.

Fonte: Autoria própria.

A Figura 9 a seguir mostra a sequência de tratamentos térmicos realizados no decorrer deste trabalho, bem como as condições aplicadas em cada etapa, as quais são descritas no decorrer deste Trabalho de Conclusão de Curso.



**Figura 9 – Fluxograma de tratamentos térmicos e termoquímicos realizados.**  
**Fonte: Autoria própria.**



### 3.2.1 Austenitização

O tratamento térmico de têmpera foi realizado uma única vez, contemplando todas as amostras. O equipamento utilizado foi um forno a vácuo da fabricante Brasimet, modelo TV6, conforme Figura 10, com dimensões internas de 600 x 600 x 900 mm (L x A x C), sendo realizado em quatro etapas:

1. Pré-aquecimento a uma temperatura de 600°C;
2. Pré-aquecimento a uma temperatura de 860°C;
3. Pré-aquecimento a uma temperatura de 980°C;
4. Austenitização realizada a um patamar de 1060°C por um período de 30 minutos;



**Figura 10 – Forno Brasimet TV6, utilizado no processo de têmpera a vácuo das amostras.  
Fonte: Autoria própria.**

O tempo necessário para as etapas de pré-aquecimento não foi disponibilizado pela empresa que realizou a têmpera e foi considerado irrelevante para o desenvolvimento do estudo em questão. A pressão utilizada para o resfriamento das amostras foi de 3,6 bar e o tempo necessário para que as peças atingissem a



temperatura ambiente, de modo a evitar trincas pelo processo criogênico que é descrito a seguir, foi de aproximadamente 1,5 hora.

### 3.2.2 Processo Criogênico

O processo criogênico, também realizado na empresa Bodycote Brasimet Processamento Térmico S/A, recebe especificamente o nome de CRYO e é desenvolvido pela empresa, visando o aumento simultâneo da dureza e tenacidade devido à formação de carbonetos  $\eta$  extremamente finos durante o processo de têmpera subsequente. Este foi efetuado a uma temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  através da imersão total das amostras em um tanque com nitrogênio líquido, ilustrado na Figura 11. O tempo em que as amostras ficaram imersas neste tratamento foi de 20 minutos. Após decorrido o tempo de tratamento, as amostras foram retiradas do tanque e repousadas em superfície à temperatura ambiente para que assim as mesmas retornassem a temperatura ambiente. O processo de têmpera juntamente com o processo criogênico aqui descrito receberá a denominação de Etapa 0.



**Figura 11 – Tanque de nitrogênio líquido puro, utilizado no processo de resfriamento criogênico realizado nas amostras.**

**Fonte: Autoria própria.**

Após a realização da Etapa 0, as peças retornaram às instalações da UTFPR para as etapas que são descritas na sequência.

Das 36 amostras que sofreram esta sequência de tratamentos, 3 foram separadas para serem caracterizadas como estado original das amostras, e portanto receberam a denominação especial de G0.

### **3.2.3 Revenimento**

Para a realização do revenimento nas amostras, foram selecionadas três temperaturas: 520°C (T1), 570°C (T2) e 620°C (T3). Estes processos foram todos realizados no laboratório de materiais da UTFPR, no forno 2, do fabricante Quimis, modelo Q318M, com faixa inicial de trabalho de 300 °C e temperatura máxima de 1200°C, que foi disponibilizado aos alunos. Cada revenido teve tempo de duração de duas horas, o qual se define como *trev*, e um novo processo só era realizado após as amostras atingirem a temperatura ambiente sem resfriamento forçado.

Para cada uma das temperaturas especificadas acima, foram separados grupos com 11 amostras cada, os quais foram definidos como G1, G2 e G3, de acordo com sua temperatura de revenido. Inicialmente, o forno 2 foi ligado para que estabilizasse em T1. Após o forno estabilizar a esta temperatura, este foi rapidamente aberto para que as amostras de G1 que já estavam dispostas em um refratário de maneira que ficassem igualmente espaçadas uma das outras fossem colocadas no interior do forno. Durante o processo a temperatura interna do forno oscilou em  $\pm 10^{\circ}\text{C}$ . Ao final de *trev*, as amostras foram removidas do forno e deixadas resfriando até atingirem a temperatura ambiente. Após as amostras resfriarem, duas amostras foram retiradas para as demais serem novamente inseridas no forno a fim de repetir-se o processo anterior, estes dois revenidos foram chamados de etapa 3.

Quando *trev* do segundo processo acabou e as amostras atingiram novamente a temperatura ambiente, outras 6 amostras foram separadas e as 3 restantes foram reinseridas no forno a T1 para o terceiro revenido, às amostras que sofreram o terceiro revenido a T1, deu-se o nome de G1.3 e o processo do terceiro revenido, bem como a nitretação a plasma foram denominados como Etapa 4.

Das 6 amostras restantes que foram submetidas a dois revenidos apenas, 3 foram separadas para caracterização, grupo G1.1 e outras 3 seguiram para serem submetidas à nitretação, processo a ser descrito posteriormente, que foram denominadas pelo grupo G1.2. Os grupos G2 e G3 sofreram a mesma sequência de processos, porém com suas respectivas temperaturas de revenimento, ou seja T2 e T3 respectivamente. Destes grupos, também resultaram duas amostras com um revenido apenas, seis amostras com dois revenidos, das quais três foram denominadas por G2.1 e G3.1 e três seguiram para posterior nitretação, G2.2 e G3.2.

As amostras dos grupos G2 e G3 que foram submetidas ao terceiro revenimento, foram denominadas de G2.3 e G3.3.

### **3.3 Tratamento Termoquímico**

#### **3.3.1 Nitretação a plasma**

O processo termoquímico de nitretação foi realizado nos grupos G1.2, G2.2 e G3.2 após o processo de revenimento duplo citado anteriormente. Para a realização desta etapa, apenas uma temperatura foi selecionada, a temperatura T1 e o tempo estipulado para a nitretação foi também o mesmo utilizado nos processos de revenido, *trev*.

Para a realização deste processo, foi necessário deixar as superfícies das amostras polidas e sem rebarbas. Para tanto se utilizou a retífica do laboratório de usinagem da UTFPR, Ferdimat. Sendo assim, evitou-se a formação de vários arcos-elétricos, decorrentes de impurezas ou pontas de metal mal cortado, que poderiam alterar o resultado do estudo.

Também com o intuito de evitar a formação de arcos-elétricos, lixaram-se as partes metálicas que compõe o reator de plasma com lixas com granulometria inicial de 400 e, posteriormente, granulometria 600 e em seguida utilizou-se álcool para remover a umidade.

Já com as amostras e o reator preparados para o início do tratamento, o material foi posicionado em uma base de maneira que as mesmas ficassem equidistantes, de maneira que a base de apoio das amostras ficasse em contato com o lado de maior área das mesmas, com o maior espaçamento possível, para tentar evitar a formação do efeito de catodo-oco, o que foi possível parcialmente.

Antes da realização efetiva da nitretação, realizou-se uma limpeza final nas amostras. Para tal processo, ligou-se a bomba de vácuo e em seguida a fonte do reator em 400 V com uma vazão de Hidrogênio de 100 scm, sob pressão de 1,5 torr até atingir uma temperatura de 120°C, após isso, decorreram-se 30 minutos e fez-se uma rampa de aquecimento até 150°C para finalizar a limpeza.

Com tudo pronto para a nitretação a plasma, alterou-se a tensão da fonte para 600 V, o fluxo total passou para 200 scm e começou-se a fornecer energia para aquecer o reator até a temperatura T1, na qual foi realizada a nitretação a uma pressão de 5,0 Torr. A composição da mistura gasosa utilizada neste trabalho foi a mesma utilizada no trabalho de conclusão de curso de Sphair (2011) e está apresentada na Tabela 5.

**Tabela 5 - Composição da mistura gasosa utilizada na nitretação a plasma. Adaptado de SPHAIR (2011).**

Mistura Gasosa Utilizada		
Símbolo	Nome	Composição
N <sub>2</sub>	Nitrogênio	5%
H <sub>2</sub>	Hidrogênio	75%
Ar	Argônio	20%

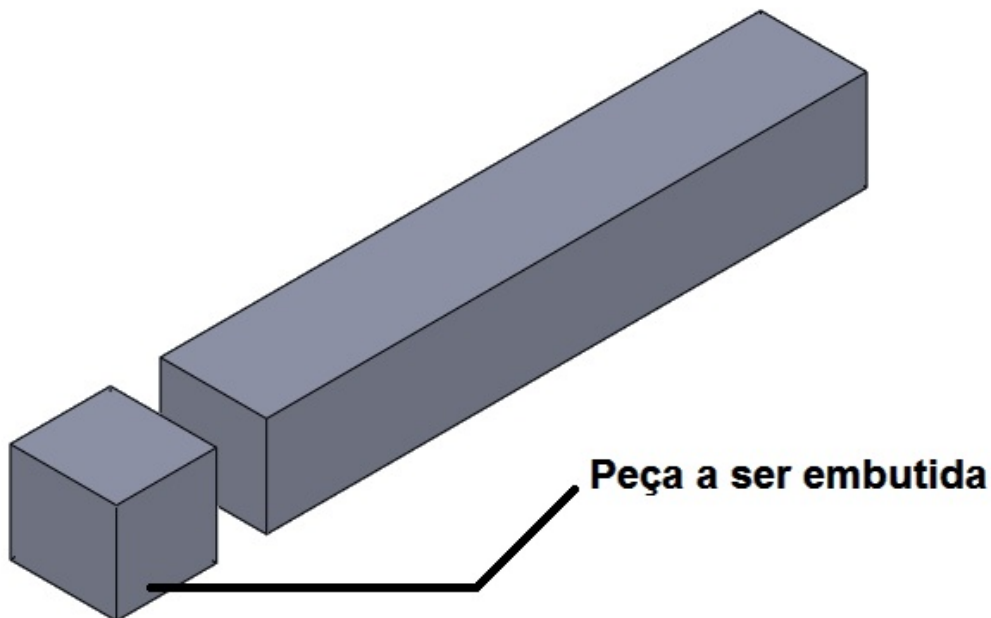
Ao atingir a temperatura T1, foi controlado o tempo em que a fonte permaneceu ligada e desligada, de modo com que a variação da temperatura interna fosse de  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

O período de tempo em que foi realizada a nitretação foi o mesmo do tempo utilizado no processo de revenimento, ou seja, 2 horas. As amostras, ao final da etapa de nitretação, foram resfriadas a vácuo dentro do reator de plasma, com a atmosfera rica em nitrogênio, até atingirem a temperatura ambiente.

### 3.4 Preparação das amostras para análise

As amostras, após passarem por todos os tratamentos térmicos anteriormente descritos, foram preparadas para análise de microdureza, análise metalográfica e difração por raios-X.

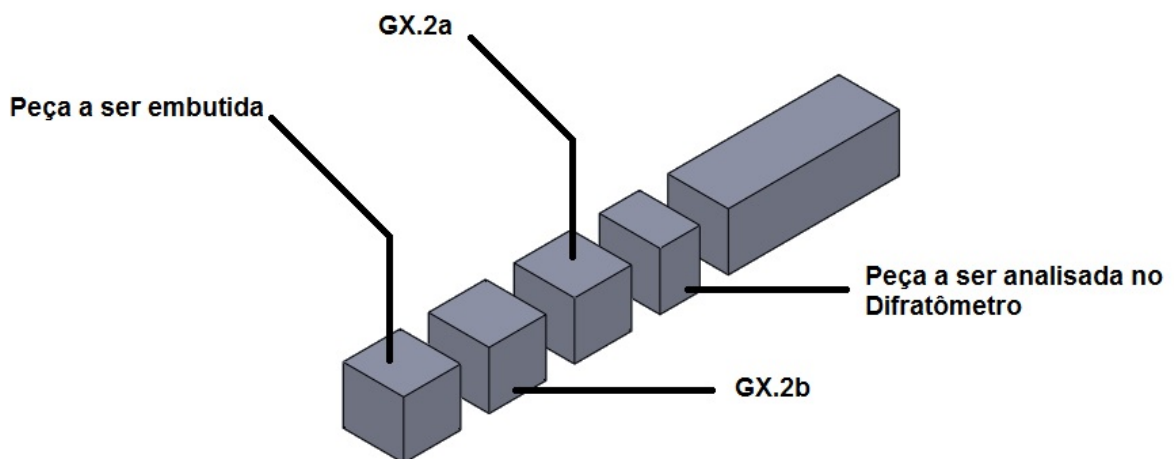
Para realização destas análises, uma amostra dos grupos G1.1, G1.3, G2.1, G2.3, G3.1 e G3.3 foi cortada perpendicularmente à maior dimensão, na máquina Buehler Delta Automatic Abrasive Cutter, com disco de corte Buehler, código do fabricante 10-4310-010, para materiais com dureza acima de 60 HRC, de modo que o comprimento de metal fosse de aproximadamente 20 mm, para que o pedaço do topo pudesse ser embutido, conforme exemplificado na Figura 12. O embutimento a quente foi realizado na máquina Predopress, da marca Struers do laboratório de materiais da UTFPR. O embutimento foi executado de acordo com os seguintes parâmetros: tempo de pré-aquecimento de 5 minutos, aquecimento de 10 minutos, resfriamento de 5 minutos e pressão de 35 kN.



**Figura 12 – Exemplo de corte das amostras temperadas e revenidas dupla e triplamente para embutimento.**

**Fonte: Autorial Própria.**

Já para a realização das análises nas amostras do grupo G1.2, G2.2 e G3.2, as amostras foram cortadas com os mesmos parâmetros, com a exceção que mais dois pedaços foram necessários para a análise de microdureza da superfície que sofreu o efeito de catodo oco e da superfície que não sofreu tal efeito, as quais foram embutidas da mesma forma que as demais. Também um pequeno pedaço com espessura de 7 mm aproximadamente foi retirado para realização de difração de raios-X. As baquelites que possuíam as amostras que não sofreram o efeito do catodo oco foram identificadas como GX.3a, já as amostras que foram afetadas por tal efeito foram identificadas como GX.3b, onde “X” representa cada grupo em sua respectiva temperatura de revenimento, um exemplo de como a amostra foi cortada e seus respectivos lados está ilustrado na Figura 13.



**Figura 13 – Exemplo de corte nas amostras dos grupos GX.2.**  
**Fonte: Autoria própria.**

Antes de qualquer análise, foi necessário submeter às 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 e 600.

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  $\mu\text{m}$ . A finalização do polimento se deu na máquina de Polimento Metalográfico DP-10, da Struers, com pasta de diamante de 1 $\mu\text{m}$ .

### 3.4.1 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza foram realizados anteriormente ao ataque químico para verificação da microestrutura. As medições foram todas realizadas tomando-se 5 pontos na parte central de cada face a ser analisada, sendo que a primeira indentação foi tomada no centro da face, e as distâncias entre uma medição e a medição inicial fosse de  $\pm 3,00$  mm nas direções x e y, conforme Figura 14, o que condiz com a norma, que rege que a distância entre as indentações deva ser de no mínimo 2,5 vezes a medida da diagonal da indentação (ASM HANDBOOK; MECHANICAL TESTING AND EVALUATION, 2000).

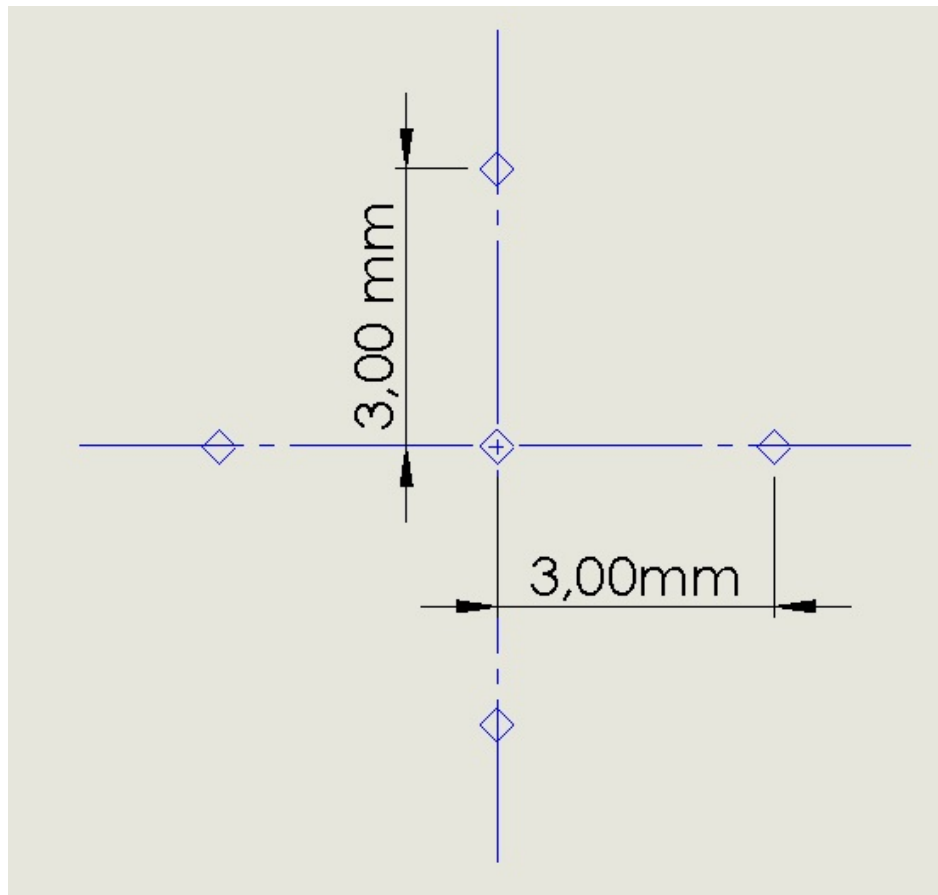


Figura 14 – Diagrama de espaçamento das indentações para a análise de microdureza.  
Fonte: Autoria própria.

O equipamento utilizado neste processo foi a HMV, Micro Hardness Tester, da marca Shimadzu. O tempo de permanência de aplicação de força foi de 15 segundos e a carga aplicada de 0,5Kg.

Para as amostras dos grupos G0, G1.1, G1.3, G2.1, G2.3, G3.1 e G3.3, as medições foram realizadas na face que permaneceu em contato com o disco de corte apenas, conforme Figura 12.

Já nas amostras dos grupos G1.2, G2.2 e G3.2, as medições foram realizadas nas faces a e b, conforme Figura 13, para determinação da dureza de topo das amostras.

### **3.4.2 Perfis de Microdureza Vickers**

Perfis de microdureza Vickers foram determinados para as amostras do grupos G1.2, G2.2 e G3.2, sendo que a face analisada foi a que permaneceu em contato com o disco de corte.

A primeira indentação foi realizada a 25  $\mu\text{m}$  da divisa baquelite/material, e a partir dela, foram realizados mais duas indentações igualmente espaçadas em 25  $\mu\text{m}$  em direção ao centro da amostra e com espaçamento lateral para direita e esquerda, alternadamente, de 50  $\mu\text{m}$ . Após os três primeiros pontos, o espaçamento em direção ao centro da amostra passou para 50  $\mu\text{m}$ , e o espaçamento lateral se manteve o mesmo.

A carga aplicada neste ensaio foi de 0,1 Kg, com tempo de aplicação de 15 segundos. Para assegurar a confiabilidade do resultado, foram feitos três perfis para cada amostra.

### **3.4.3 Análise Metalográfica**

A microestrutura resultante dos tratamentos térmicos foi avaliada para cada etapa de processamento térmico após as etapas de preparação indicadas no item 3.4.



Para o ataque químico, necessário para visualização das microestruturas nas amostras, foi utilizado o reagente Superpicral (Ácido Pícrico à 10% em solução) a uma temperatura aproximada de 60°C.

A análise das microestruturas foi realizada no microscópio BX51M, propriedade da UTFPR, com auxílio do software Image-Pro Plus Version 4.0 para captura das imagens e Image-Pro Plus Version 4.5.0.29 para o tratamento das imagens, do fabricante Media Cybernetics, L.P.

#### **3.4.4 Análise de Difração por Raios-X**

Com o intuito de confirmar a inexistência de austenita retida nas amostras do estudo em questão, foram realizadas difrações por raios-X através do Difrátômetro Shimadzu, modelo XRD-7000.

As análises foram realizadas apenas nas amostras dos grupos: G1.2, G2.2 e G3.2. O elemento alvo utilizado para difração foi o Cobre e as condições utilizadas foram:

- Tensão: 40 kV;
- Corrente: 30 mA;
- Variação angular: 20° a 120°;
- Modo de verificação: Contínuo;
- Velocidade de verificação: 2,000°/min;
- Passo: 0,0200°;
- Tempo de verificação: 0,60 segundos.
- 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.

A preparação das amostras destinadas a este ensaio se deu através de dois cortes paralelos na amostra, conforme ilustrado na Figura13, na cortadeira Buehler Delta Automatic Abrasive Cutter, sendo assim, apenas a porção revenida da amostra

ficou exposta ao feixe de raios-X. Impossibilitando portanto, a análise na camada nitretada.

## 4 RESULTADOS

Este capítulo refere-se à apresentação dos resultados obtidos no decorrer dos estudos necessários para a realização deste trabalho de conclusão de curso.

### 4.1 Nomenclatura das amostras

Com o intuito de facilitar a identificação das amostras durante a demonstração dos resultados, adotou-se uma nomenclatura para cada grupo, estas estão descrito na Tabela 6.

**Tabela 6 – Nomenclatura dos grupos de amostras utilizadas na realização do estudo.**

Nomenclatura das amostras		
Sigla	Etapa	Temperatura de Revenimento
G0	Têmpera + CRYO	-
G1.1	G0 + Revenido duplo	T1
G1.2	G0 + Revenido duplo + Nitretação a T1	T1
G1.3	G0 + Revenido triplo	T1
G2.1	G0 + Revenido duplo	T2
G2.2	G0 + Revenido duplo + Nitretação a T1	T2
G2.3	G0 + Revenido triplo	T2
G3.1	G0 + Revenido duplo	T3
G3.2	G0 + Revenido duplo + Nitretação a T1	T3
G3.3	G0 + Revenido triplo	T3

Fonte: Autoria Própria

## 4.2 Análise das microestruturas

A seguir, foram apresentadas as imagens obtidas através da análise metalográfica proveniente das diferentes etapas existentes neste estudo, conforme descrito na seção de Materiais e Métodos e exemplificado pela Figura 9.

As metalografias a seguir comprovam o resultado da difração por raios-X realizada nas amostras dos grupos G1.2, G2.2 e G3.2, APÊNDICE B, que indica a ausência de austenita retida. Efeito este causado devido à realização do processo CRYO, como já descrito na seção de Materiais e Métodos.

Para fins de facilitar a interpretação das metalografias expostas a seguir, a identificação dos constituintes ficou conforme a Tabela 7.

**Tabela 7 – Identificação dos constituintes presentes nas metalografias resultantes do estudo.**

Identificação dos constituintes	
Número de identificação	Etapa
1	Carboneto Primário
2	Carboneto Secundário
3	Matriz Martensítica

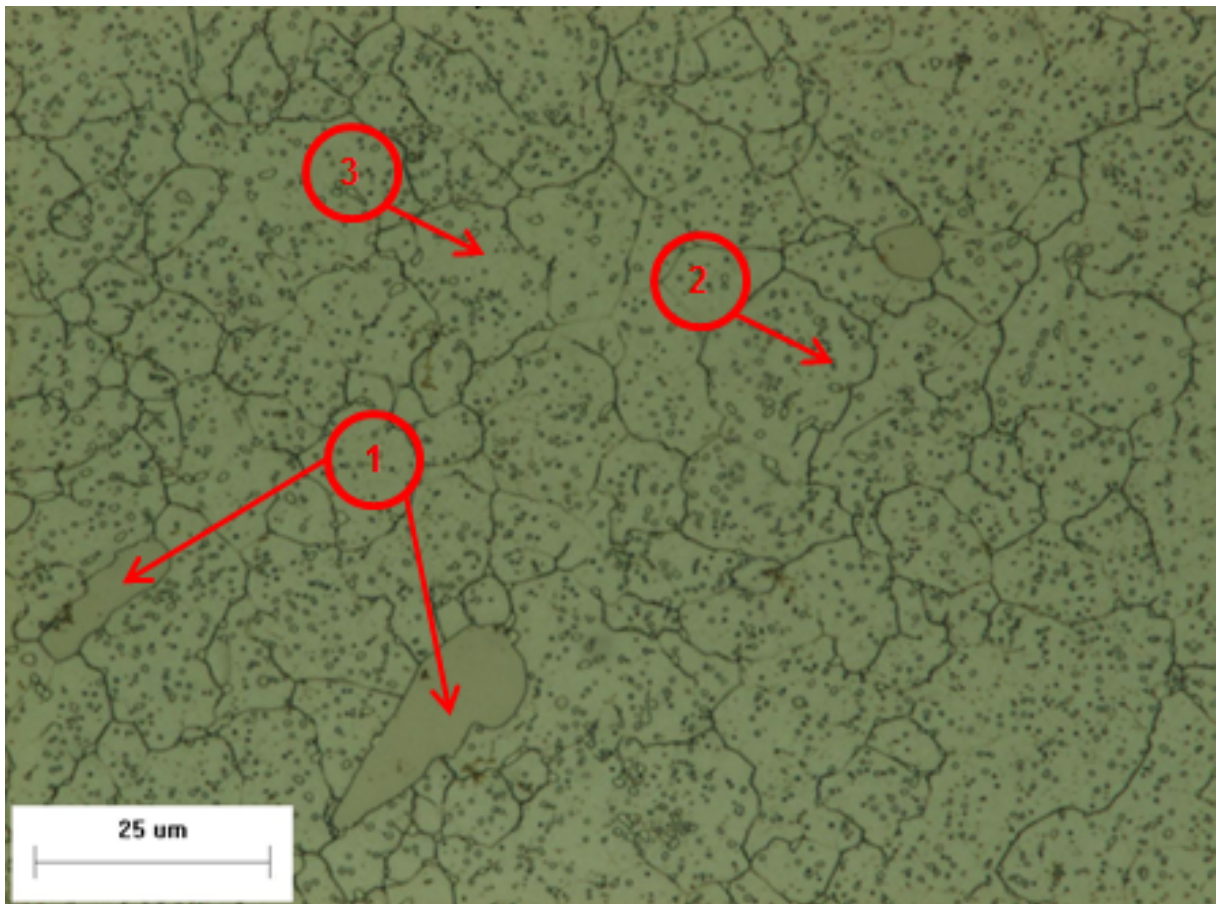
**Fonte: Autoria Própria**

### 4.2.1 Microestruturas resultantes da têmpera seguida do processo CRYO.

As imagens a seguir mostram a microestrutura do aço 8% Cr submetido à têmpera com posterior processo específico de tratamento denominado CRYO, conforme descrito na seção de Materiais e Métodos.

#### 4.2.1.1 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G0.

A Figura 15 mostra a metalografia do aço D2 modificado com 8% Cr após austenitização a 1060°C e temperado através do processo CRYO, grupo G0, atacado com Superpicral, por um período de 10 segundos.



**Figura 15 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G0. Ataque com Superpicral.**

Nela é possível perceber a presença de carbonetos primários maiores e também a existência de carbonetos secundários, com formatos globulares e menores, com relação aos primários. Também nota-se a presença da matriz martensítica ao fundo, coloração mais clara. Nesta fotomicrografia não se observa a presença de austenita retida, o que indica que a hipótese de remoção deste constituinte através da realização do processo CRYO é válida.

#### 4.2.2 Microestruturas resultantes do revenimento.

##### 4.2.2.1 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.1.

Apresenta-se a seguir a microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 520°C por duas horas, duas vezes, grupo G1.1. Atacado com Superpicral por um período de 25 segundos.

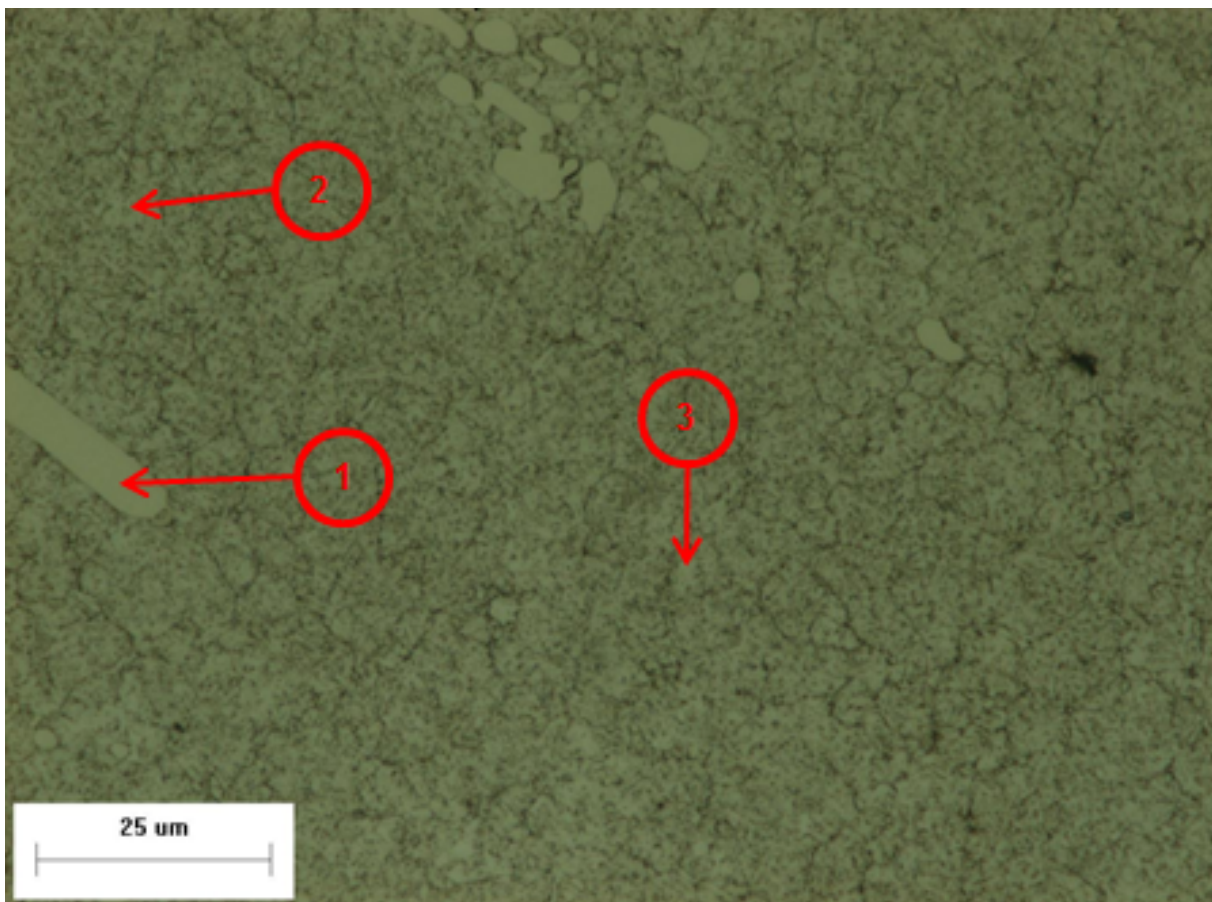


Figura 16 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.1. Ataque com Superpicral.



A Figura 16 revela um aumento no número de carbonetos secundários precipitados, bem como a presença dos carbonetos primários e da matriz martensítica como na Figura 15.

#### 4.2.2.2 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.3.

Tem-se a seguir a microestrutura do aço 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 520°C por duas horas, três vezes, grupo G1.3. Atacado com Superpicral por um período de 15 segundos.



Figura 17 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.3. Ataque com Superpicral.

A metalografia representada pela Figura 17, presente na página anterior, mostra uma precipitação de carbonetos secundários maiores com relação à metalografia da Figura 16, bem como a presença dos carbonetos primários e da matriz martensítica ao fundo.

#### 4.2.2.3 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.1.

Apresenta-se agora a microestrutura ao aço 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 570°C por duas horas, duas vezes, grupo G2.1. Atacado com Superpicral por 30 segundos.

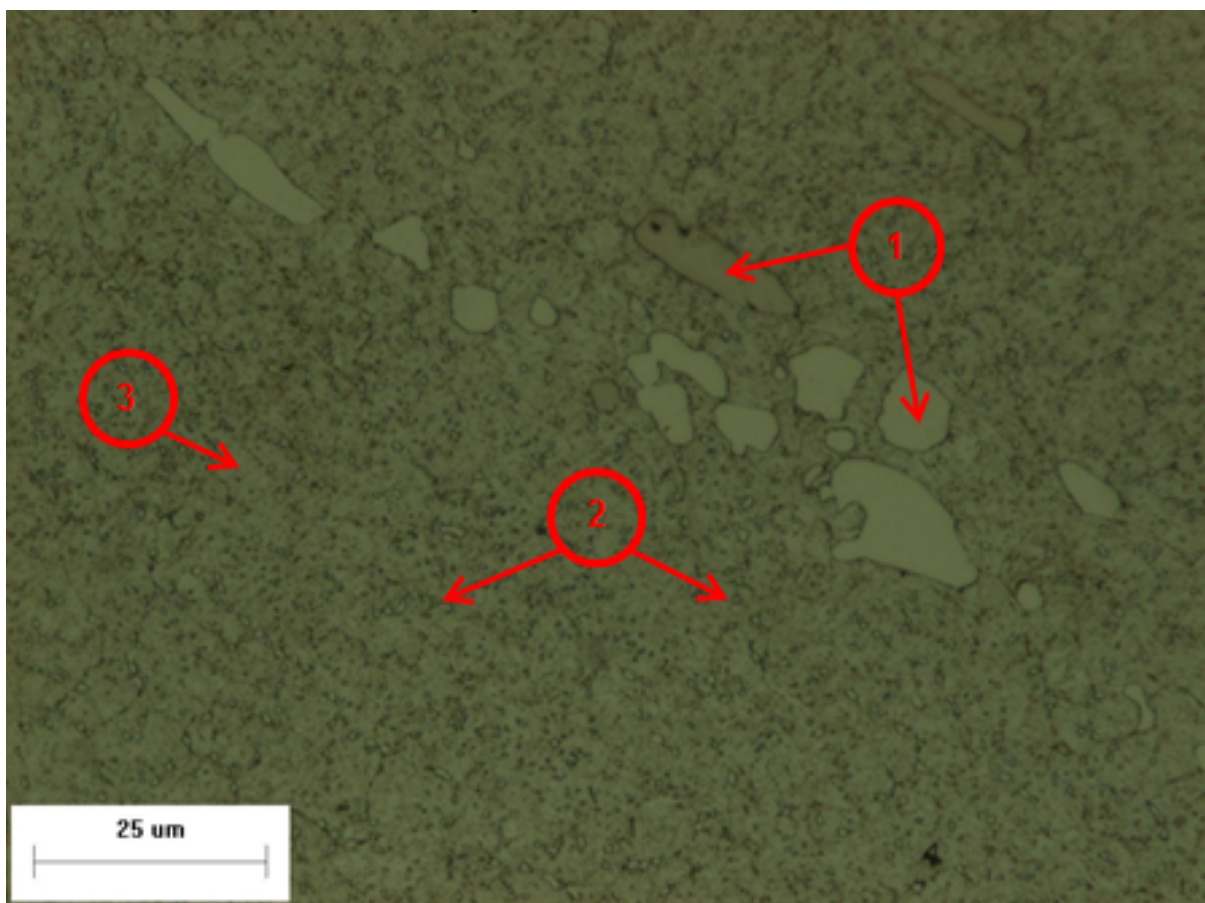


Figura 18 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.1. Ataque com Superpicral.



A Figura 18, presente na página anterior revela a presença de carbonetos primários e secundários, os secundários, com tamanho maior e em maior número com relação à Figura 16. A matriz martensítica permanece presente ao fundo, com coloração mais clara.

#### 4.2.2.4 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.3.

Mostra-se a seguir a microestrutura ao aço 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 570°C por duas horas, três vezes, grupo G2.3. Atacado com Superpicral por 40 segundos.

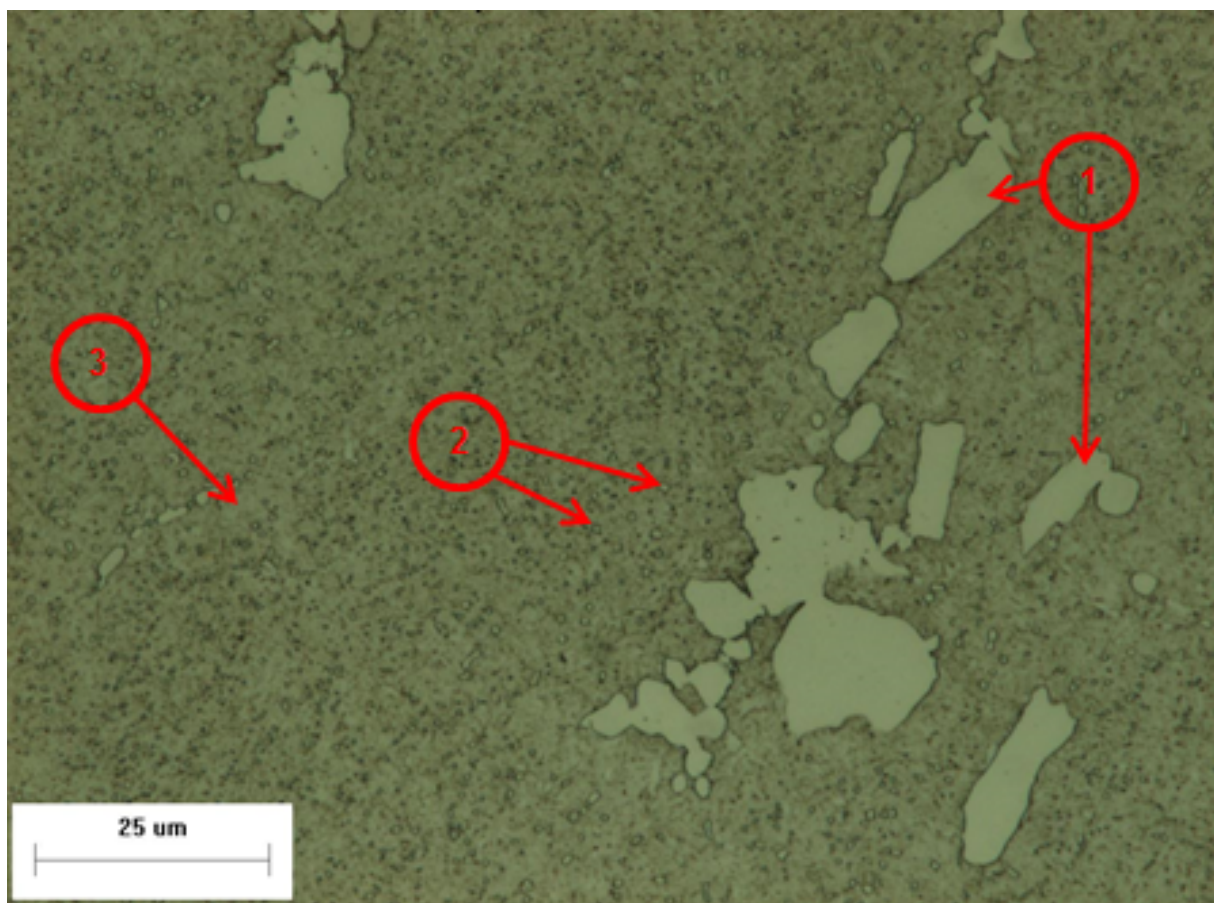


Figura 19 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.3. Ataque com Superpicral.

A Figura 19, presente na página anterior, mostra a precipitação de carbonetos secundários, em maior número se comparado com a Figura 17. Nota-se também existência de carbonetos primários e da matriz martensítica.

#### 4.2.2.5 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.1.

Tem-se a seguir a microestrutura ao aço 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 620°C por duas horas, duas vezes, grupo G3.1. Atacado com Superpicral por 70 segundos.

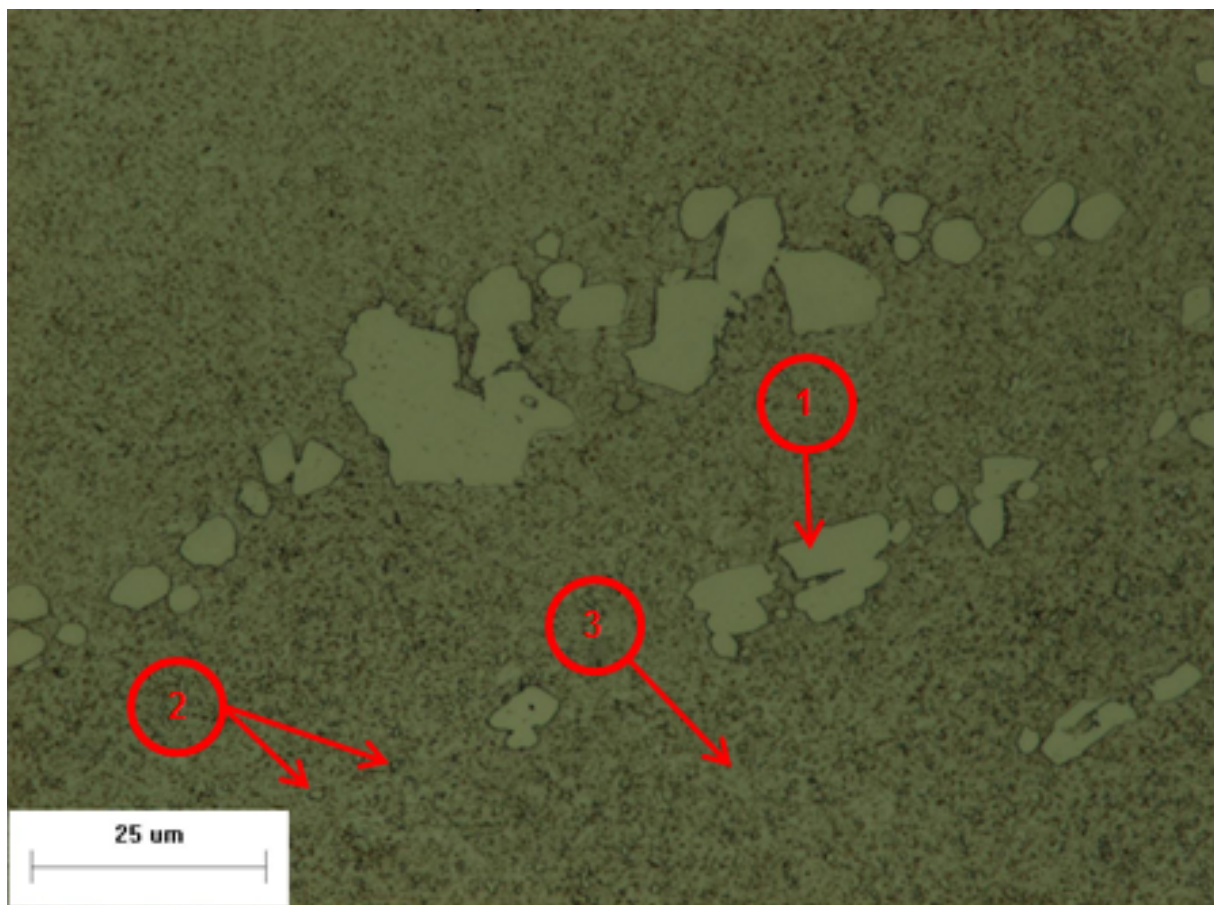


Figura 20 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.1. Ataque com Superpicral.

A metalografia contemplada na Figura 20, presente na página anterior, mostra a presença de carbonetos secundários de tamanho maior com relação à Figura 16 e à Figura 18, bem como em maiores quantidades. Nota-se a existência de carbonetos primários e da matriz martensítica.

#### 4.2.2.6 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.3.

Mostra-se agora a microestrutura ao aço 8% Cr, após os seguintes tratamentos: austenitização a 1060°C por 30 minutos, com resfriamento natural até atingir a temperatura ambiente, tratamento criogênico através do processo CRYO por 20 minutos e revenimento a 620°C por duas horas, três vezes, grupo G3.3. O ataque nesta amostra foi realizado com Superpicral por um período de 80 segundos.

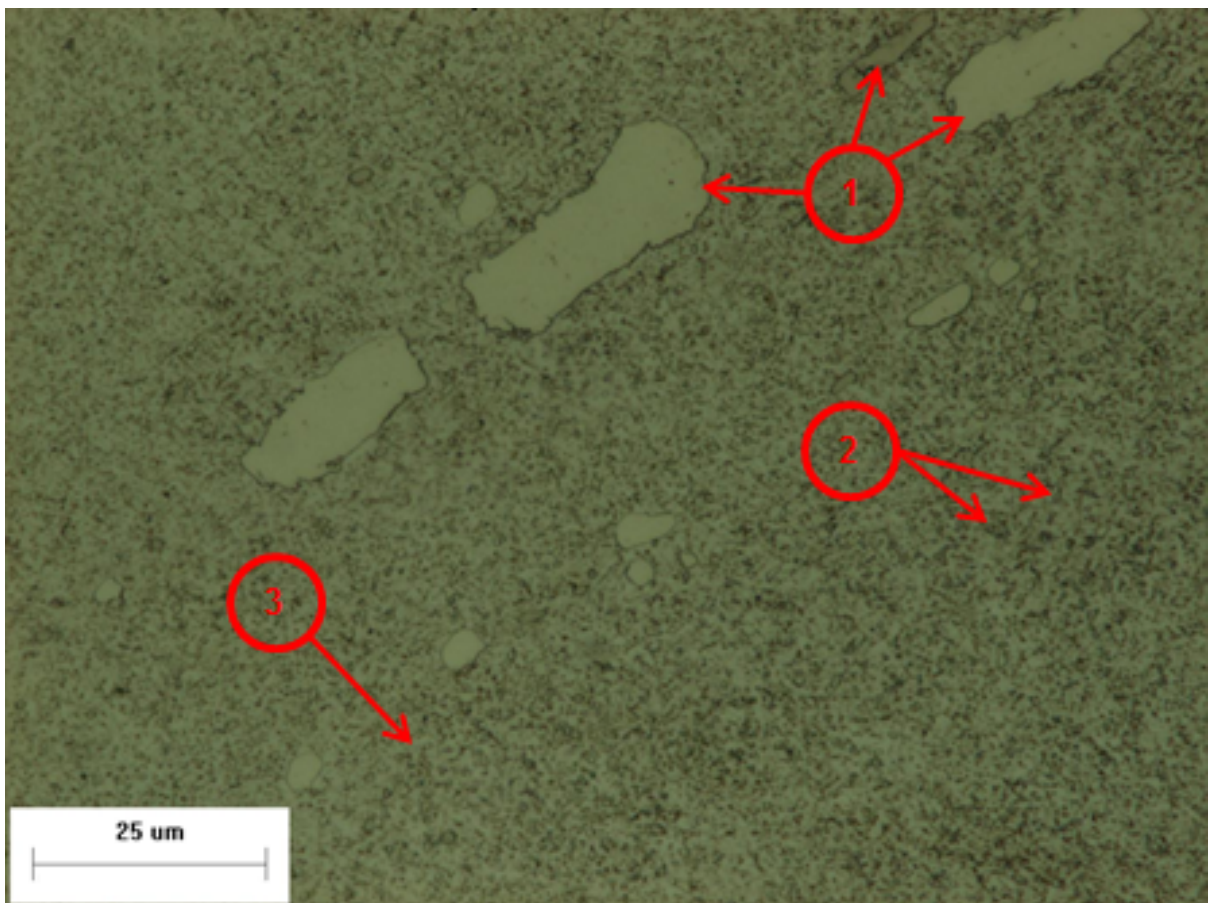


Figura 21 - Microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.3. Ataque com Superpicral.

A Figura 21 ilustra, presente na página anterior, uma maior presença de carbonetos secundários, também com dimensões superiores em comparação à Figura 19. Verifica-se a presença de carbonetos primários e a existência da matriz martensítica ao redor dos carbonetos.

#### **4.2.2.7 Comparação das microestruturas resultantes dos revenidos**

Ao comparar-se as Figuras 16, 18 e 20, observa-se que à medida em que a temperatura de revenido é aumentada, aumenta-se a quantidade e as dimensões dos carbonetos secundários.

Comparando-se as Figuras 17, 19 e 21, nota-se de maneira análoga, uma precipitação cada vez maior de carbonetos secundários, de acordo com o aumento da temperatura do revenido.

A presença de carbonetos primários, bem como da matriz martensítica, pode ser observada nas Figuras 16 a 21, o que era esperado, visto que para as temperaturas utilizadas nos revenidos, o objetivo era revenir a martensita existente e precipitar carbonetos secundários.

#### **4.2.3 Microestruturas resultantes da nitretação a plasma**

As fotomicrografias a seguir mostram a microestrutura do aço D2 modificado com 8% Cr submetido à nitretação assistida por plasma posteriormente aos processos de revenimento duplo às temperaturas de 520, 570 e 620°C, conforme descrito na seção de Materiais e Métodos.



#### 4.2.3.1 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.2

Após a nitretação do material no estado G1.1, por 2 horas, com mistura gasosa descrita na Tabela 3, obteve-se a microestrutura indicada na Figura 22. O ataque foi realizado com Superpicral por 5 segundos.

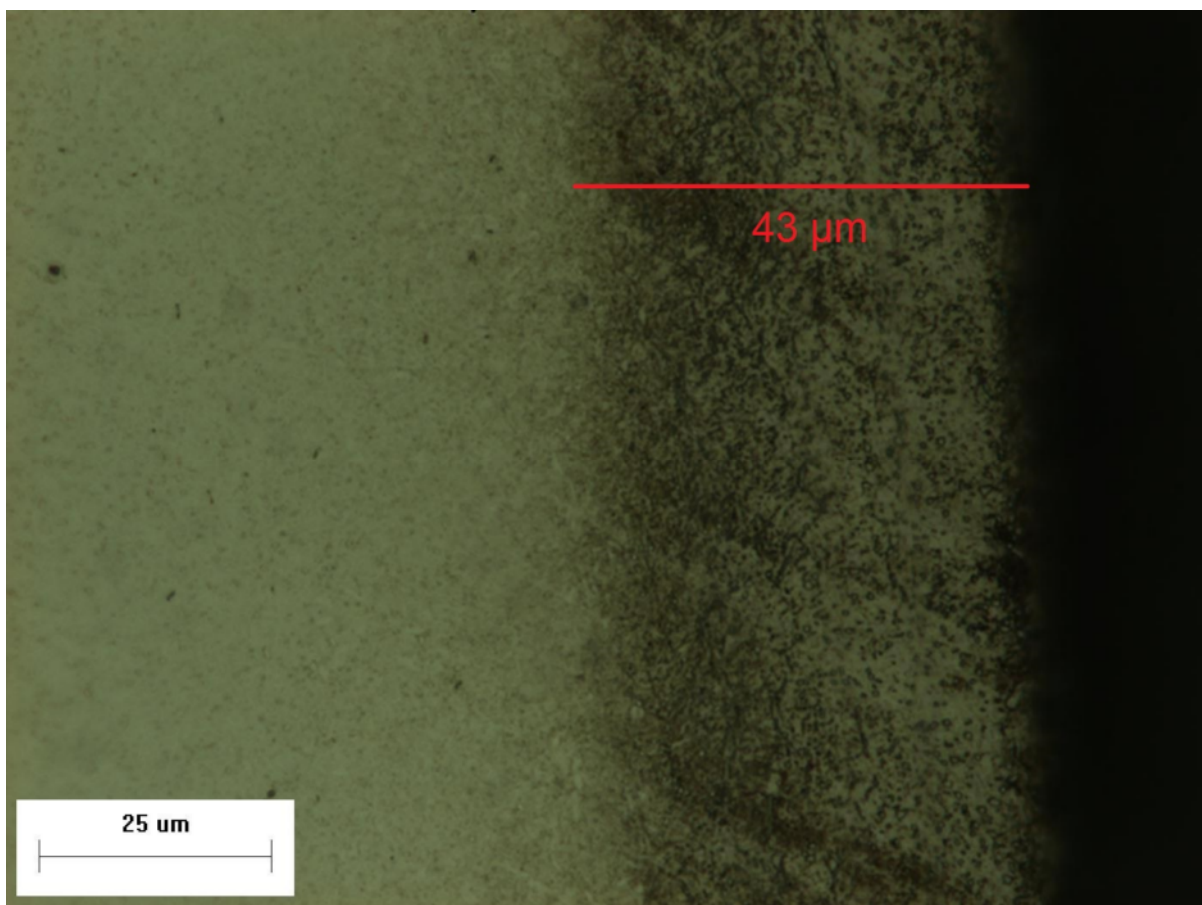


Figura 22 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G1.2, sem camada branca.

Nesta imagem é possível observar a camada nitretada, sem formação de camada branca. A camada existente medida indicando comprimento de 43  $\mu\text{m}$ , com um desvio padrão de  $\pm 3,3 \mu\text{m}$  medida com auxílio do software para microscópio óptico (Image ProPlus), o que condiz com os gráficos gerados para os perfis de dureza, que serão apresentados na seção de Dureza das Amostras.

#### 4.2.3.2 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.2

Após a nitretação do material no estado G2.1, por 2 horas, com mistura gasosa descrita na Tabela 3, obteve-se a microestrutura indicada na Figura 23. Igualmente a Figura 18, não é observada nesta amostra a presença de camada branca. A zona de difusão medida no microscópio óptico indica comprimento de 45  $\mu\text{m}$  e um desvio padrão de  $\pm 3,8 \mu\text{m}$ .

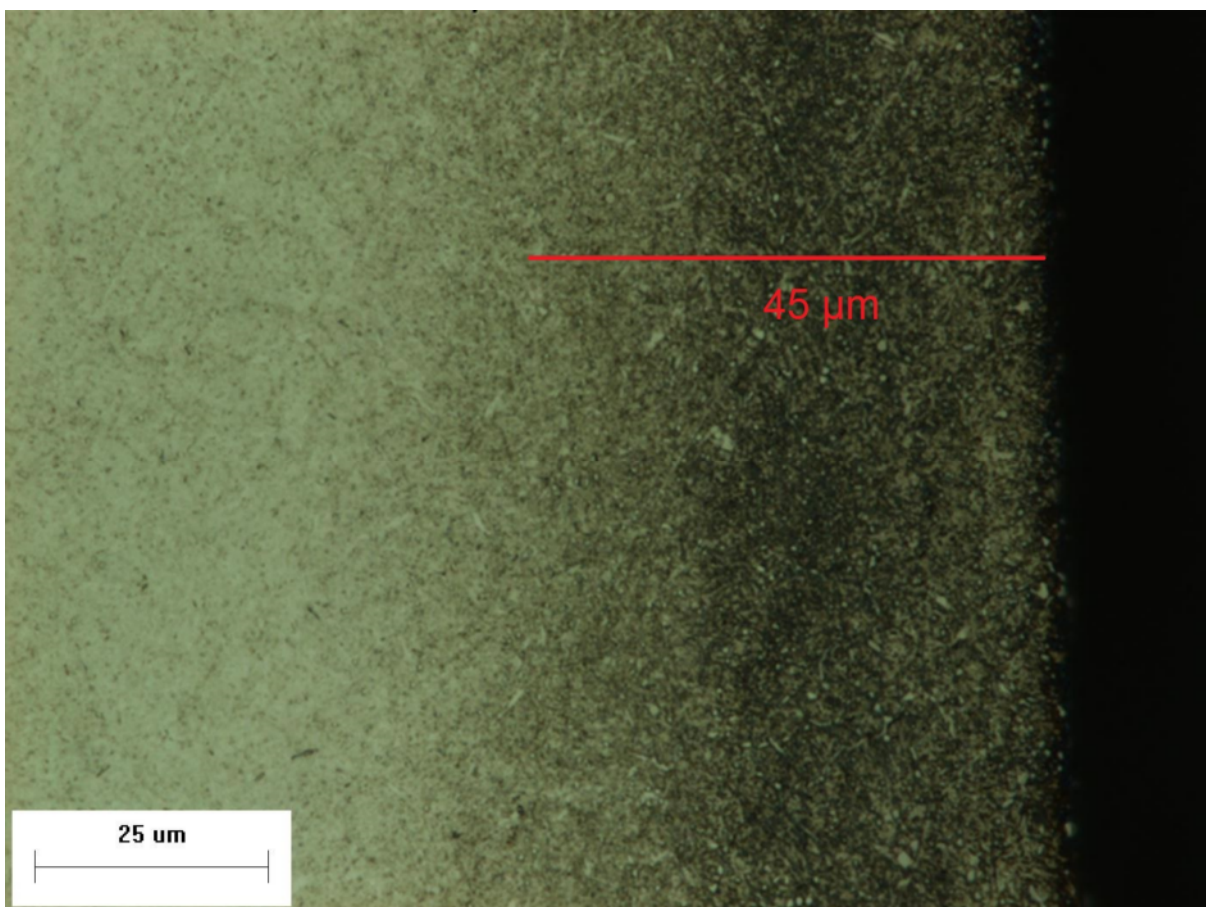
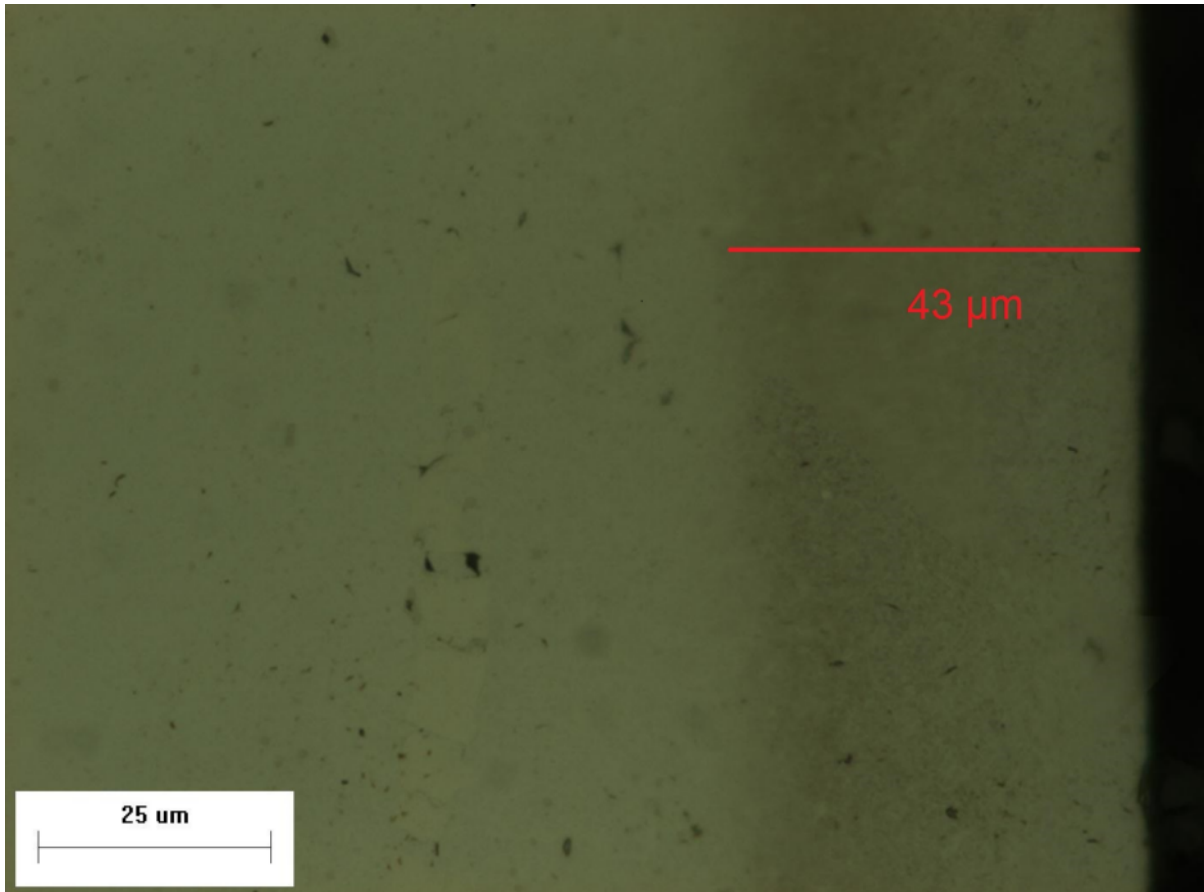


Figura 23 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G2.2, sem camada branca.

#### 4.2.3.3 Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.2

Após a nitretação do material no estado G3.1, por 2 horas, com mistura gasosa descrita na Tabela 3, obteve-se a microestrutura indicada na Figura 24. Nota-se a presença de camada nitretada sem a formação de camada branca, conforme o

objetivo inicial do tratamento. A zona de difusão foi medida no microscópio óptico, indicando comprimento de 43  $\mu\text{m}$ , com desvio padrão de  $\pm 1,9 \mu\text{m}$ , o que indica que as Figuras 22 a 24 tiveram como resultado da profundidade da difusão de nitrogênio, praticamente a mesma medida.



**Figura 24 - Aço D2 modificado com 8% Cr no estado G3.2, sem camada branca.**

### **4.3 Dureza das amostras**

Neste subitem são apresentados os valores de dureza obtidos através dos ensaios de microdureza para as amostras temperadas, temperadas e revenidas dupla e triplamente e as durezas de topo das amostras que foram nitretadas, advindas das peças que foram revenidas, conforme descrito na seção de Materiais e Métodos.

#### 4.3.1 Amostras temperadas *versus* revenidas

A Tabela 8 abaixo mostra os valores obtidos por medição de dureza Vickers das amostras temperadas a 1060<sup>0</sup>C durante 30 minutos juntamente com os valores de dureza das amostras revenidas dupla e triplamente à T1, T2 e T3, durante trev. A dureza foi avaliada através de cinco pontos na secção transversal das amostras, conforme exemplificados pela Figura14, na secção de Materiais e Métodos.

**Tabela 8 – Valores de dureza medidas em Vickers para amostras temperadas a 1060<sup>0</sup>C durante 30 min. e amostras revenidas duplamente e triplamente à T1, T2 e T3, durante trev.**

	G0	G1.1	G1.3	G2.1	G2.3	G3.1	G3.3
<b>Valor Médio (HV)</b>	<b>809</b>	<b>717</b>	<b>702</b>	<b>674</b>	<b>581</b>	<b>454</b>	<b>409</b>
<b>Desvio Padrão</b>	<b>28</b>	<b>12</b>	<b>22</b>	<b>14</b>	<b>8</b>	<b>5</b>	<b>3</b>

A Tabela 8 nos mostra um valor de dureza para a amostra temperada de 809± 28 HV, o que é coerente com os resultados obtidos por Arieta *et. al.* (2011), que encontrou um valor de 775 HV, ou seja, uma variação menor que 10%.

#### 4.3.2 Amostras duplamente revenidas *versus* triplamente revenidas

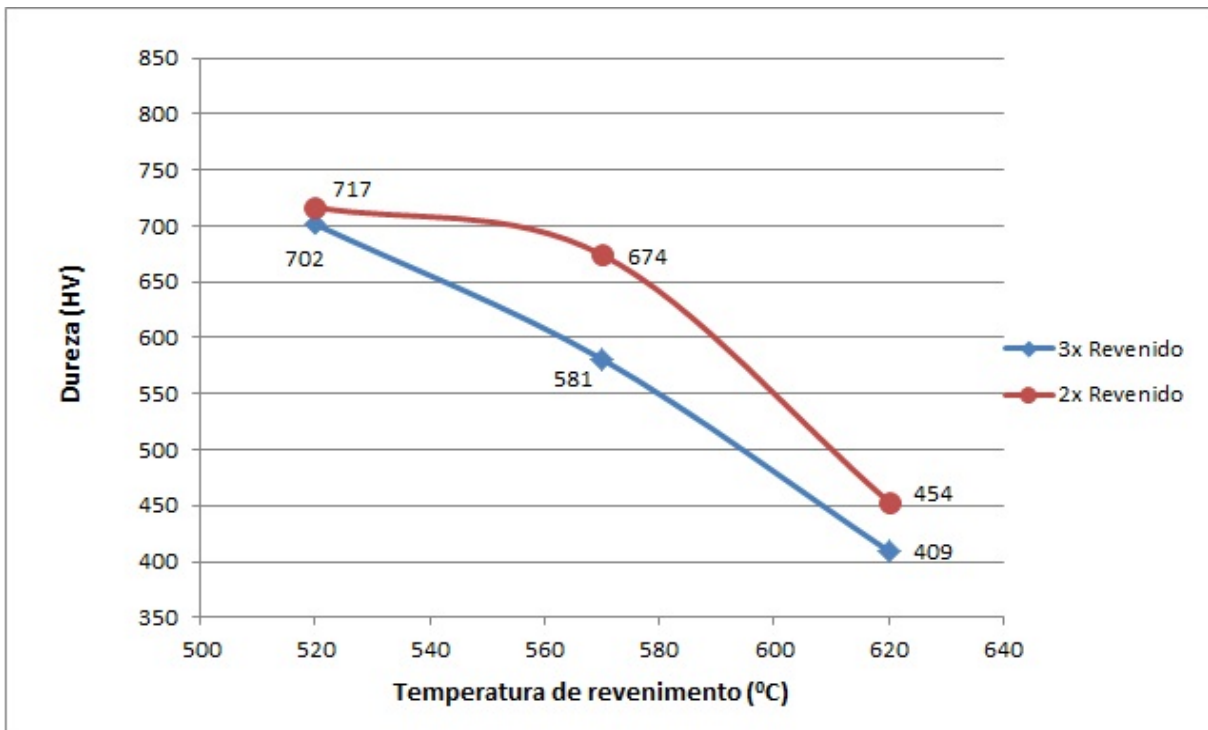
Para alguns pontos dentre os cinco em que foram realizados nos testes de microdureza, para cada um dos grupos citados, foram encontrados valores muito discrepantes em relação à média obtida pelo grupo em questão. Sendo assim, estabeleceu-se que o ponto que apresenta um valor com variação superior a 10% da média geral do grupo será desconsiderado para a obtenção da média final do referido grupo e também desconsiderado para o desvio padrão do grupo em questão, conforme representado pela Tabela 8.

A Figura 25 apresenta os valores médios de dureza encontrados para cada um dos grupos de amostras revenidas dupla e triplamente. A variação entre os grupos, dentro de cada temperatura de revenimento, T1, T2 e T3, mostra o que já era



esperado, que o grupo de amostras revenidas três vezes apresenta dureza ligeiramente menor do que o grupo de amostras revenidas apenas duas vezes, na mesma temperatura. Isto ocorre, pois mesmo sabendo que o terceiro revenido faz com que mais carbonetos secundários precipitem, o alívio de tensão gerado supera a dureza proporcionada pelo aumento na quantidade de carbonetos.

Embora a dureza média entre os grupos G2.1 e G2.3 represente uma variação maior do que a comparação entre os grupos de amostras revenidas dupla e triplamente a T1 e T3, nota-se coerência entre os valores obtidos.



**Figura 25 - Dureza média HV por grupo de amostras revenidas dupla e triplamente durante trev x Temperatura de revenimento T1, T2 e T3.**

Comparativamente a Figura 3, presente na Fundamentação Teórica, nota-se que os pontos de dureza presentes na Figura 25 acima para as amostras submetidas a três revenimentos estão próximos aos obtidos por Arieta *et. al.* (2011), uma vez que tais valores contemplam ensaios no aço analisado neste projeto, precedido pelos mesmos tratamentos térmicos.

Nota-se então coerência entre os valores encontrados, haja visto que os procedimentos de têmpera e revenimento realizados por Arieta *et. al.* (2011) foram desenvolvidos em equipamentos com atmosfera controlada, o que explica valores de dureza ligeiramente acima dos obtidos neste estudo. A Tabela 9 apresenta a conversão de dureza HRC para HV, a fim de facilitar a análise.

**Tabela 9 - Valores de dureza HRC convertidos para HV de acordo com Figura 3 e comparativo com resultados obtidos.**

Conversão HRC - HV			Resultados
Temperatura de Revenimento	HRC	HV	HV
520 <sup>0</sup> C	63	775	702 ±22
570 <sup>0</sup> C	58	653	581 ±8
620 <sup>0</sup> C	49	499	409 ±3

#### 4.3.3 Amostras nitretadas

A Tabela 10 abaixo mostra os valores de dureza obtidos através de medições realizadas nos grupos de amostras nitretadas, precedidas por respectivos tratamentos de revenimento, conforme procedimento descrito na seção de Materiais e Métodos.

**Tabela 10 - Valores de dureza Vickers para amostras nitretadas, medidas nos lados a e b, durante trev.**

	G1.2a	G1.2b	G2.2a	G2.2b	G3.2a	G3.2b
<b>Valor Médio (HV)</b>	<b>1039</b>	<b>1042</b>	<b>861</b>	<b>1066</b>	<b>925</b>	<b>1195</b>
<b>Desvio Padrão (HV)</b>	<b>36</b>	<b>55</b>	<b>48</b>	<b>75</b>	<b>61</b>	<b>18</b>

Foram comparadas as durezas Vickers das amostras nitretadas medidas no lado a e confrontadas com as medidas encontradas no lado b. A Tabela 10 demonstra que a diferença entre os pontos médios de dureza entre os lados b, o

qual ficou exposto aos efeitos do catodo oco conforme descrito na seção de Materiais e Métodos, e o lado a, o qual não sofreu influência do efeito do catodo oco foi mínima, pois levando-se em conta o desvio padrão encontrado, o valor de dureza para as amostras revenidas à T1 foi o mesmo.

Nota-se que o efeito de revenimento a temperaturas maiores do que a temperatura de nitretação, anteriores a mesma, exerce influência maior sobre a dureza da camada nitretada para o lado b, o qual estava sobre o efeito do catodo oco.

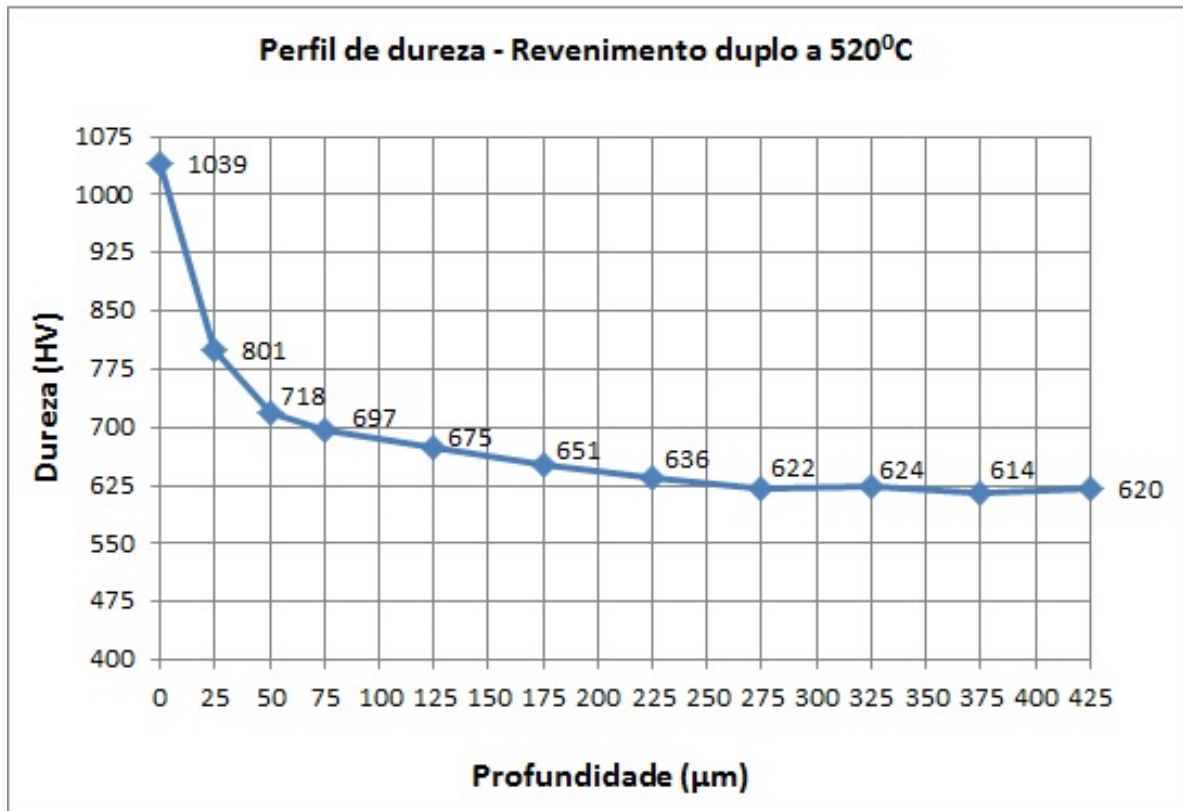
O incremento da dureza superficial do material é valido apenas para temperaturas de revenimento superiores a temperatura de nitretação e somente a face exposta aos efeitos do catodo oco.

#### **4.3.4 Perfis de dureza**

Com o intuito de analisar-se o efeito da nitretação nas amostras, realizou-se o levantamento de perfis de dureza das mesmas.

Através dos dados apresentados a seguir, pode-se determinar o tamanho da camada nitretada tanto pela análise metalográfica das amostras, exemplificadas pelas Figuras 22, 23 e 24, quanto pela medição dos perfis dureza das mesmas, ilustrados nas Figuras 26, 27 e 28. Para determinação da profundidade da camada de difusão, foi considerado um ganho mínimo de 50 HV com relação ao valor médio da dureza do substrato da amostra, conforme norma DIN 50190.

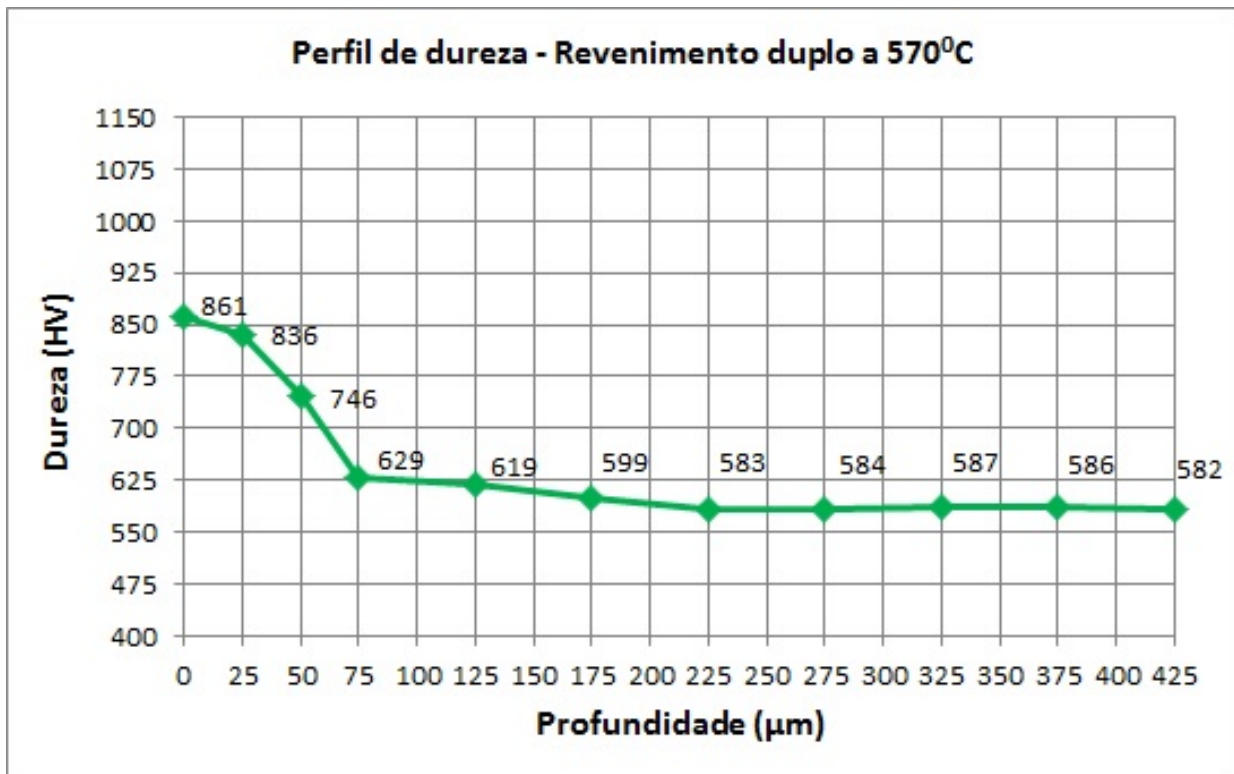
A Figura 26 nos mostra o perfil de dureza da amostra do grupo G1.2. Nela é possível observar o efeito da nitretação, pois a dureza superficial se mostra superior à dureza medida mais internamente na camada nitretada e ainda maior se comparada à dureza do substrato.



**Figura 26 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 520°C.**

Através da Figura 26, observa-se que a influência da nitretação na dureza ocorre até 125 µm, de acordo com a norma citada anteriormente, visto que a dureza média encontrada para o substrato foi de 623 HV.

Na Figura 27, que ilustra o perfil de dureza da amostra do grupo G2.2, verifica-se também, analogamente a Figura 26, que a influência do tratamento de nitretação a plasma se dá até a distância de 75 µm, tendo em vista que a dureza média encontrada para o substrato foi de 584 HV.



**Figura 27 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 570<sup>0</sup>C.**

Da análise da Figura 27, nota-se que a variação entre a dureza superficial e a dureza do substrato, 279 HV, é menor se comparado à variação do perfil encontrado para a amostras do grupo G1.2, 419 HV.

Já para a Figura 28, tem-se que a influência do tratamento de nitretação nas amostras do G3.2 também ocorre à distância de 75 µm com relação à superfície da amostra, já que a dureza do substrato possui um valor médio de 447 HV. O fato das amostras terem sofrido o efeito da nitretação em profundidades semelhantes indica que os tratamentos térmicos prévios não foram suficientes para causar mudanças perceptíveis no resultado da nitretação.

Com relação à diferença entre a dureza superficial e dureza do substrato, no gráfico ilustrado pela Figura 28, observa-se a maior variação dentre as amostras analisadas, 502 HV.

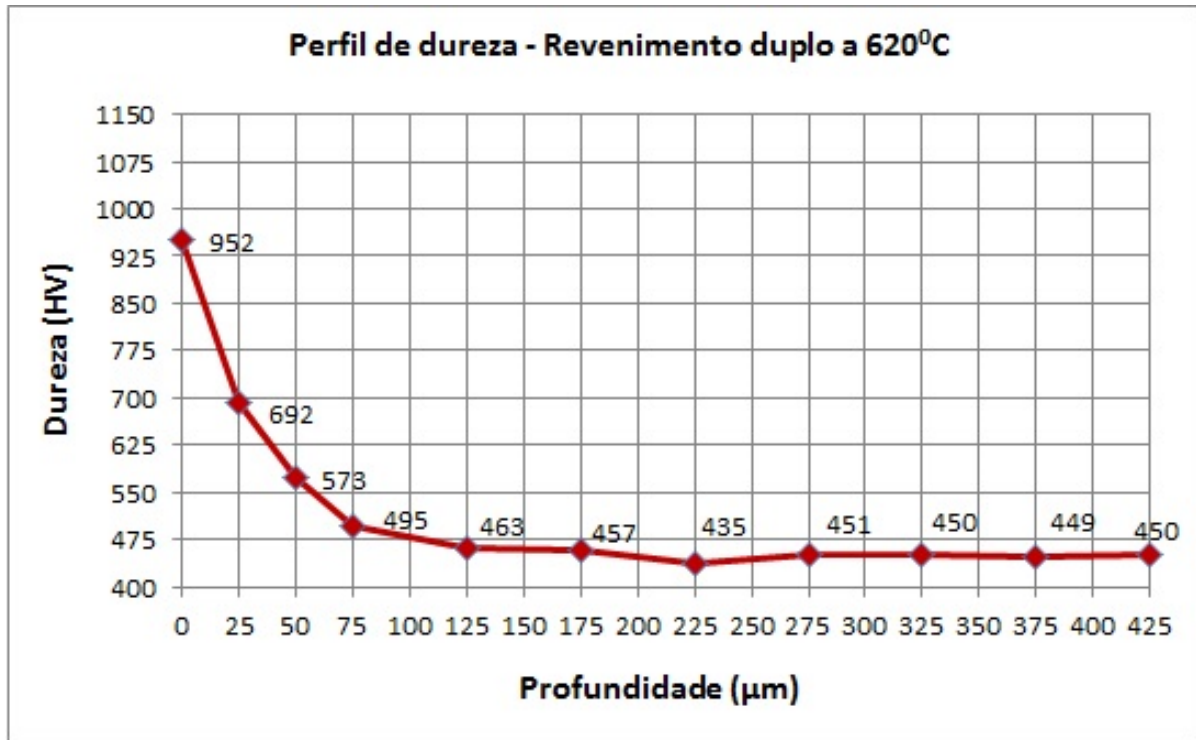


Figura 28 - Perfil de dureza de amostra submetida à nitretação a plasma precedida de duplo revenimento à 620°C.

A Tabela 11 a seguir apresenta os valores de dureza médios obtidos para as amostras nitretadas, com base na medição de três perfis em cada amostra. Considera-se como profundidade zero a superfície da amostra.

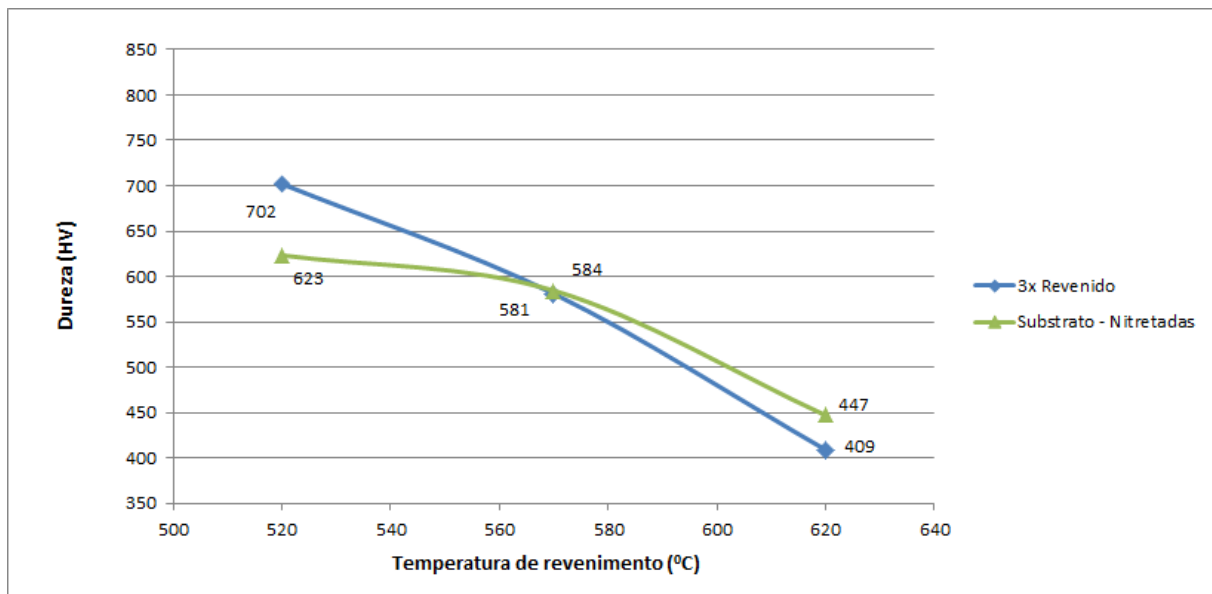
Tabela 11 - Comparação das profundidades da camada nitretada obtidas por metalografia e medição de dureza para diferentes temperaturas de revenimento duplo anterior a nitretação.

Temperatura de revenimento anterior à nitretação	Profundidade da camada nitretada (metalografia)	Profundidade da camada nitretada (medição de dureza)
520°C	43 ± 3,3 µm	125 µm
570°C	45 ± 3,8 µm	75 µm
620°C	43 ± 1,9 µm	75 µm

Comparando-se a Tabela 11 aos resultados obtidos por Franco (2003), observa-se coerência entre os valores obtidos por ele para a profundidade da camada nitretada para o aço AISI D2 e os valores obtidos para o aço D2 modificado com 8% Cr, visto que o aço D2 modificado com 8% Cr possui mais elementos de liga propícios à formação de nitretos.

#### 4.3.4.1 Dureza Vickers do substrato de amostras nitretadas versus amostras revenidas triplamente

Também foram comparados os valores da dureza obtidos no substrato para as amostras nitretadas em relação aos valores de dureza encontrados nas amostras revenidas triplamente à T1, T2 e T3, conforme exemplificado pela Figura 29 abaixo.



**Figura 29 - Dureza média HV do substrato das amostras nitretadas versus amostras revenidas triplamente a T1, T2 e T3.**

Percebe-se que os valores de dureza encontrados para os pontos que sofreram revenimento triplo à 570°C e nitretação precedida de duplo revenimento à 570°C, respectivamente, são muito próximos ( $581 \pm 8$  HV = 584 HV). Pode-se dizer que não houve variação a ser considerada entre tais pontos, resultando em

compatibilidade de ambos os processos, ou seja, nitretação realizada à 520<sup>0</sup>C precedida de duplo revenimento à 570<sup>0</sup>C mostrou-se equivalente a tratamento triplo de revenimento à 570<sup>0</sup>C, levando em conta apenas o valor de dureza no substrato da amostra. Isso demonstra que a aplicação destes dois processos distintos, cada um em uma amostra proveniente da etapa de têmpera descrita na seção de Materiais e Métodos, resultará em substratos com durezas muito próximas.

Para os pontos em que a dureza refere-se a triplo revenimento à 520<sup>0</sup>C e nitretação posterior a duplo revenimento à 520<sup>0</sup>C, notou-se um valor de dureza superior na amostra que sofreu revenimento triplo, (702 ±22 HV > 623 HV) o que para efeito de manutenção de dureza se mostra ineficiente. Isto ocorre, pois, como a temperatura de nitretação ocorreu próxima à temperatura de revenimento anterior, os elementos de liga se unem próximos à superfície ao nitrogênio presente na atmosfera, formando uma camada nitretada com dureza mais elevada.

Os valores de dureza obtidos para os pontos submetidos à triplo revenimento à 620<sup>0</sup>C e nitretação posterior a duplo revenimento à 620<sup>0</sup>C, observa-se valor de dureza superior para a amostra submetida à nitretação (409 ±3 HV < 447 HV), precedida de revenimento duplo à 620<sup>0</sup>C, o que se deve ao fato de o tratamento de nitretação ocorrer a uma temperatura 100<sup>0</sup>C inferior à temperatura dos revenidos anteriores. Por isto, a nitretação não se caracteriza como revenido para o substrato, resultando apenas na difusão de Nitrogênio próximo a superfície e mantendo a dureza dos revenidos anteriores no substrato da amostra.



## 5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados de dureza obtidos, realizando revenidos em temperaturas diferentes: 520°C, 570°C e 620°C; em amostras que foram temperadas a partir de 1060°C seguidas de tratamento CRYO, constata-se que para as amostras do grupo G1.3, obtém-se o maior valor de dureza, 702 HV, se comparada aos valores das amostras dos grupos G2.3, 581 HV e G3.3, 409 HV.

Observa-se que na microestrutura da amostra revenida à temperatura T3 que os carbonetos secundários possuem maior dimensão e estão em maior quantidade se comparada às microestruturas das amostras revenidas à T1 e T2.

Verifica-se que não houve variação significativa dos valores médios de dureza obtidos através dos diferentes tratamentos térmicos em relação aos valores de dureza encontrados por Arieta *et. al.* (2011), considerando o desvio padrão de tais medições, em ambos estudos.

Apurou-se neste estudo que a nitretação a plasma a 520°C mantém as propriedades do substrato apenas quando os revenidos anteriores são realizados à 570°C, pois no caso de revenidos à 520°C se têm uma perda no nível de dureza, enquanto para revenidos à 620°C se obtém um ganho na dureza do substrato.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

**ARIETA, Francisco; NETTO, Eliana B. M.; REGULY, Afonso; PANNES, W. K.; BEUTLER, Uwe; SOEST, Frank von; ERNST, Claudia.** Impact Properties of Vacuum Heat Treated AISI D2 and 8% Cr Cold Work Tool Steels. *Journal of ASTM International*, vol.8, 2010.

**ASM INTERNATIONAL.** **ASM handbook.** Materials Park, Ohio: ASM International, c1985-c2008. v.

**BRESSAN, José D.; GILAPA, Leonidas M.; DAROS, Deivid P.** Influência do revenimento na resistência ao desgaste do aço Villares D2. São Paulo: Tecnologia em Metalurgia e Materiais, 2007.

**CALLISTER, Willian D. Jr.** *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.* 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

**CHIAVERINI, Vicente.** *Estruturas e propriedades das ligas metálicas.* 2. ed. São Paulo: Editora McGraw Hill Ltda. 1986.

**CHIAVERINI, Vicente.** *Processo de fabricação e tratamento.* 2. ed. São Paulo: Editora McGraw Hill Ltda. 1986.

**DE OLIVEIRA, S.D.** **Tratamento duplo de envelhecimento e nitretação por plasma pulsado em um aço ferramenta endurecível por precipitação.** 1999. Dissertação de Mestrado, USP.

**DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG, DIN 50190: Hardness depth of heat-treated parts; determination of the effective depth of hardening after flame or induction hardening,** 1979.

**DOS SANTOS, C.A., DE BARROS, B.A.S., DE SOUZA, J.P., BAUMVOL, J.R.** **Iron nitride and carbonitride phases in a nitrogen implanted carbon steel.** 1982. In: *Appl. Phys. Lett.*, 41 (3), pg 237-239.

Dureza e resistência ao impacto dos aços ferramenta – Última parte. **Siderurgia Brazil**, São Paulo: Novembro. 2009. Edição 58. Editora Grips.

**FANCEY, K.S., LEYLAND, A., EGERTON, D., TORRES, D., MATHEUS, A.** **The influence of process gas characteristics on the properties of plasma nitrited steel.** 1995. In: *Surface and Coatings Technology*, 76-77, pg 694-699.

FARINA, Paula Fernanda. **Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2.** 2011. 143 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

FRANCO, Adonias Ribeiro Jr. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13.** 2003. 196 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

GOBBI, Vagner João. **Influência da Nitretação a Plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI D2.** 2009. 111 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2009.

**MEDANHA, Adriano; GOLDENSTEIN, Hélio; PINEDO, C. Eduardo.** Tratamentos Térmicos do Aço Ferramenta AISI D2 para Conformação e Corte. São Paulo: Congresso de Conformação e Corte, 2005.

**MEDANHA, Adriano; FRANCO Jr., Adonias R.; GOLDENSTEIN, Hélio; TSCHIPTSCHIN, André P.; PINEDO, C. Eduardo.** Principais parâmetros metalúrgicos e suas influências na qualidade e desempenho do aço para trabalho a frio AISI D2. São Paulo: 6º Seminário da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, ABM, 2008.

MOLINARI, A., PELLIZZARI, M., GIALANELLA, S., STRAFELLINI, G., STIASNY, K. H. **Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels.** Journal of Materials Processing Technology. Volume 118, Issues 1-3, Páginas 350-355. Universidade de Trento, Trento – Itália. Dezembro 2001.

**MOREIRA, J.C.; ÁVILA, R.F.; GODOY, G.C.D.; ABRÃO, A.M.** Influência do tratamento criogênico na usinabilidade do aço rolamento ABNT 52100 temperado. Rio de Janeiro: Revista Matéria, v.14, 2009.

PINEDO, Carlos Eduardo. Nitretação por plasma de aços inoxidáveis. **Metalurgia e Materiais.** São Paulo, p. 162-169. abr. 2004.

SILVA, André Luiz da Costa e; MEI, Paulo Roberto. Aços e ligas especiais. 2. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2006. 646 p.: CD-ROM ISBN 8521203829.

**SILVA, Wander G.; CUMINO, Ricardo S.; GOLDENSTEIN, Hélio; SILVA, Gilvan J. da; FERREIRA, Jairo J.** Estudo Comparativo entre um tratamento isotérmico próximo de Ms e a têmpera e revenimento do aço DIN 100Cr6. São Paulo: I Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, 2003.

SPHAIR, Anna Carolina. **Efeito da temperatura de austenitização na nitretação a plasma do aço AISI D2.** 2011. 85 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso Superior de Engenharia Industrial Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

TEICHMANN, L. **Influência da Mistura Gasosa na Nitretação Iônica do aço AISI 420.** 2002. Dissertação de Mestrado, PPGEM: UFRGS.

VAN VLACK, Lawrence H. **Princípios de ciências dos materiais.** São Paulo: Edgard Blücher Ltda. 2000.


VILLARES METALS. **Aços para trabalho a frio VD2.** Folheto informativo, 2p, 2003.

WRITZL, Viviane. **Influência dos parâmetros da têmpera superficial a laser por diodo na microestrutura dos aços ferramenta para trabalho a frio,** 2011, Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

## APÊNDICE A

# CRYODUR 2990

**SCHMOLZ + BICKENBACH**  
Providing special steel solutions



**Aço para Trabalho à Frio**

Aço para trabalho à frio, de última geração, com alta dureza, boa tenacidade, alta resistência ao calor (retenção de dureza) e estabilidade dimensional combinada com uma alta resistência ao desgaste; combina características do AISI D2 e AISI A2. Pode ser usado para ferramentas de corte, punções e matrizes para corte, matrizes para abrir roscas, ferramentas para conformação, laminas circulares de cisalhamento, mandris para tubos sem costura, ferramentas para trabalho em madeira, rolos para laminadores, rolos retificadores e também para moldes para plásticos

### Propriedades Físicas

Condutividade Térmica (W/(m.K))	
20 °C	24,0
150 °C	26,8
400 °C	27,2

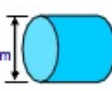
Coeficiente de expansão térmica (10 <sup>-6</sup> m/(m.K))	
20 - 100 °C	11,4
20 - 200 °C	11,7
20 - 300 °C	12,0
20 - 400 °C	12,3
20 - 500 °C	12,6

### Composição Química

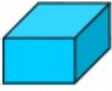
C%	Si%	Mo%	Cr%	V%
1,00%	0,90%	1,10%	8,00%	1,60%

Similar a norma X100CrMoV8-1-1

### Dimensões\*



12 a 453 mm



30 a 150 mm

\* Para dimensões diferentes, consulte o Depto. de Vendas da Schmolz-Bickenbach

### Tratamento Térmico

- **Recozimento**  
Entre 830 a 860 °C  
Resfriamento: forno  
Dureza: 250 HB máx.
- **Têmpera**  
1030 °C (1) e 1080 °C (2)  
Resfriamento: Ar, Óleo ou banho de sal (500-550°C)  
Dureza pós-têmpera: 62-64HRC
- **Revenimento**

T°C	100	200	300	400	500	525	550	575	600
HRc(1)	62	59	57	58	60	60	59	55	46
HRc(2)	64	59	59	60	63	63	61	57	48

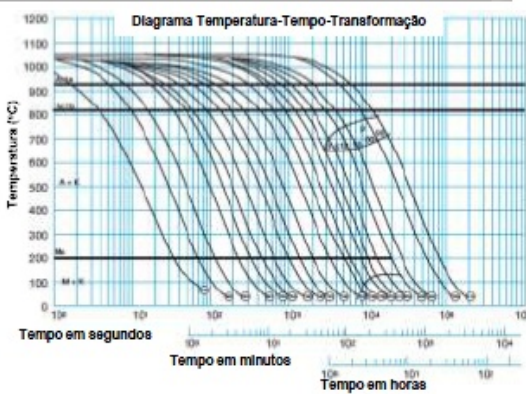



Diagrama Temperatura-Tempo-Transformação

Curva de Revenimento

**SCHMOLZ + BICKENBACH**  
Providing special steel solutions



**Central de Distribuição**  
Rua José Antônio Valadares, 285  
Vila Lívieiro – São Paulo – SP  
Tel: (11) 2083-9000  
Fax: (11) 2083-9002

**Filial Joinville**  
Rua Tenente Antonio João 750  
Bom Retiro – Joinville - SC  
Tel: (47) 3435-1731  
Fax: (47) 3435-1741

**Filial Caxias**  
Rua Giuseppe Formolo 400  
Cruzeiro – Caxias do Sul – RS  
Tel: (54) 3212-1300  
Fax: (54) 3 212-1214

www.schmolz-bickenbach.com.br

Figura 30 - Ficha técnica comercial do aço 8% Cr

# APÊNDICE B

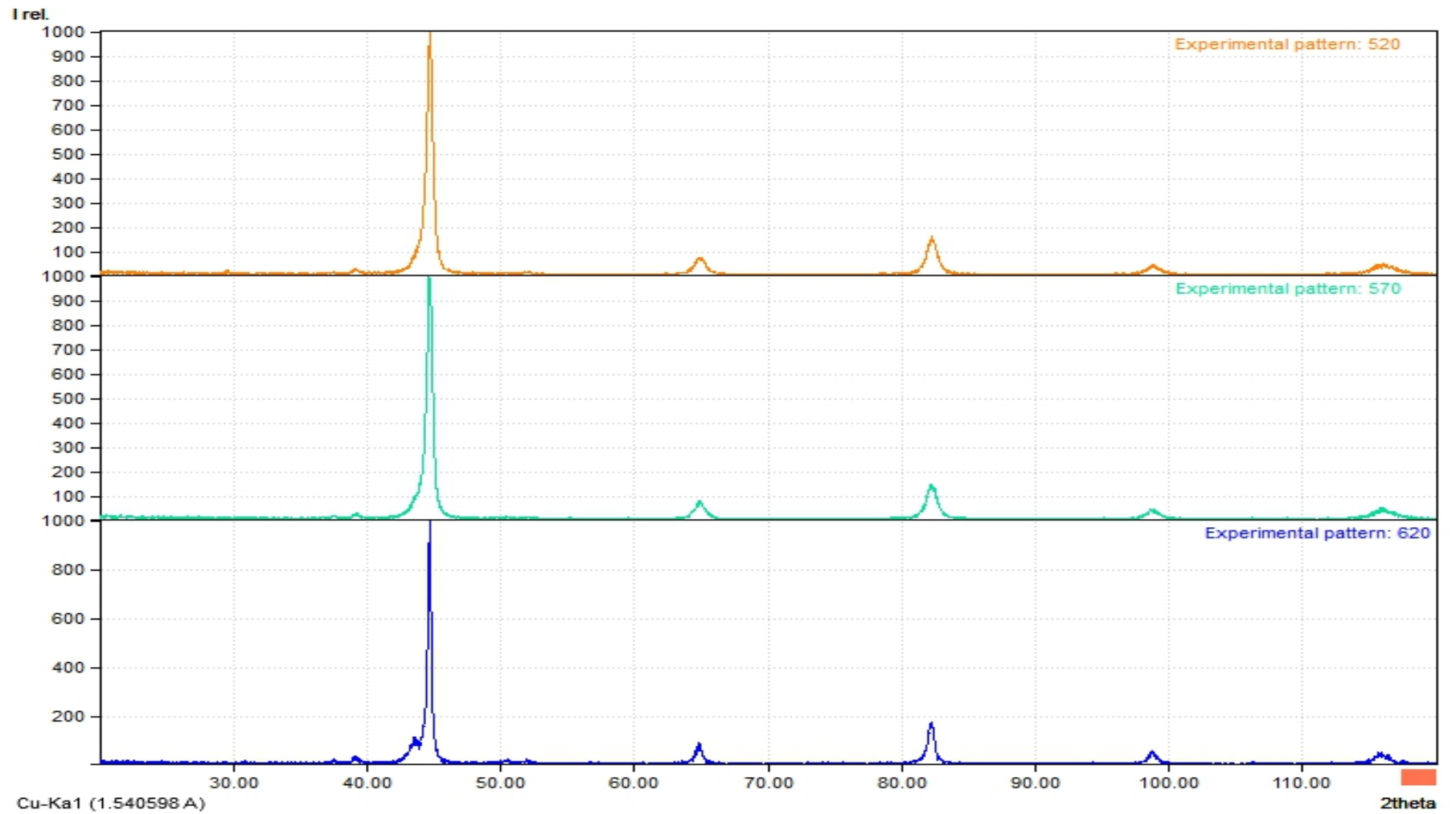


Figura 31 – Difração por raios-X nas amostras nitretadas