

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

ANDREY SERAFIN DE SOUZA

**RESISTÊNCIA AO RISCAMENTO DO AÇO AISI 420 NITRETADO A BAIXA
TEMPERATURA**

CURITIBA

2022

ANDREY SERAFIN DE SOUZA

**RESISTÊNCIA AO RISCAMENTO DO AÇO AISI 420 NITRETADO A BAIXA
TEMPERATURA**

Scratch resistance of AISI 420 nitrided at low temperature

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentada como requisito para obtenção do título de Bacharel em Eng. Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientador(a): Euclides Alexandre Bernardelli.

Coorientador(a): Paulo César Borges.

CURITIBA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/)

Esta licença permite download e compartilhamento do trabalho desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es), sem a possibilidade de alterá-lo ou utilizá-lo para fins comerciais. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

ANDREY SERAFIN DE SOUZA

**RESISTÊNCIA AO RISCAMENTO DO AÇO AISI 420 NITRETADOS A BAIXA
TEMPERATURA**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentada como requisito para obtenção do
título de Bacharel em Eng. Mecânica da
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
(UTFPR).

Data de aprovação: 29/novembro/2022

Euclides Alexandre Bernardelli
Doutor
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Curitiba

Giuseppe Pintaude
Doutor
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Curitiba

Elisiane Maria Berton
Doutora
Faculdade de Tecnologia de Curitiba, FATEC - PR, Brasil

CURITIBA

2022

AGRADECIMENTOS

Meu profundo agradecimento à UTFPR, essa rede de servidores e colegas que nos proporcionaram apoio, auxílio e conhecimento, sem os quais não seria possível ter concluído este trabalho.

Agradecimento especial aos professores Dr. Euclides Alexandre Bernardelli e Dr. Paulo César Borges pelos auxílios e orientações dadas no decorrer do desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço também três colegas de laboratório, Dr(a). Elisiane Maria Berton, Eduardo Steenbock Janeczko e Me. Jomar José Knaip Ribeiro os quais sempre me auxiliaram e guiaram no manuseio e interação com os equipamentos.

A minha noiva Fabiola Zene Mayer, por toda a paciência e colaboração e motivação, permanecendo comigo nos laboratórios e ajudando de todas as formas a seu alcance.

Por fim, agradecemos aos nossos familiares e amigos por todo o suporte incondicional.

*“Sonhar mais um sonho impossível,
Lutar quando é fácil ceder,
Vencer o inimigo invencível.”*
(BUARQUE C. e GUERRA R., 1972).

RESUMO

No ramo da engenharia, o estudo para aprimorar determinadas propriedades de materiais vem se tornando cada vez mais comum, pois a indústria necessita de alternativas com melhor desempenho, principalmente referente a desgaste, corrosão e fadiga, os quais são as principais causas de falhas em artefatos provenientes da engenharia. Um modo para se obter melhores desempenhos em propriedades como o desgaste e corrosão é o tratamento superficial de nitretação, o qual promove um enriquecimento superficial de nitrogênio, produzindo uma camada com elevada dureza. Com isso, este trabalho busca avaliar se há uma melhora quanto à resistência ao desgaste após a nitretação por plasma a baixa temperatura sobre o substrato martensítico de carbono do aço inoxidável AISI 420, visto que isso permitirá um conhecimento mais estruturado dos mecanismos tribológicos de um material obtido por meio de um processo de enriquecimento superficial. Para isso, foram estudadas amostras nitretadas a baixa temperatura (380 °C) por 2, 4 e 6 horas, onde a nitretação a baixa temperatura foi realizada após o tratamento térmico de têmpera e revenimento. Como ponto de referência para as comparações, foi utilizado o AISI 420 temperado e revenido. As análises, mostram que as amostras tratadas apresentam uma menor área desgastada, com redução de aproximadamente 20% da área. Já para as deformações plásticas dos *pile ups*, houve uma redução de até 70% das deformações presentes nas trilhas de desgaste com cargas mais elevadas (20 a 35N). Deste modo, as amostras nitretadas apresentam maior resistência ao desgaste quanto comparadas ao estado de referência.

Palavras-chave: Riscamento; tratamentos térmicos; aços inoxidáveis; nitretação

ABSTRACT

At engineering field, the study to improve certain material properties has become more usually, because the industry needs better alternatives with better performance, mainly in wear, corrosion and fatigue, which are the most common reason for engineering artefacts failure. One way to get better performance in properties such as wear and corrosion is the superficial treatment of nitriding, this treatment promotes nitrogen superficial enrichment, producing a layer with high hardness. With that, this paper intends to evaluate if there is an improvement in wear resistance after low temperature plasma nitriding under the martensitic substrate of AISI 420, seeing that it will allow a more structured knowledge of tribological wear mechanisms from a material obtained by a process of superficial enrichment. To do it, nitrided samples were studied and this samples were nitrided at low temperature (380 °C) for 2, 4 and 6 hours, where the low temperature nitriding was made after the heat treatment of quenching and tempering. As reference point from comparison, the AISI 420 quenching and tempering was selected. The analysis shows that the treated samples have a smaller wear area than the reference state, with about 20% of wear area reduction. Furthermore, from plastic deformation of pile ups, there was a reduction of about 70% of deformation presents on wear track with high force charges (20 to 35 N). Therefore, the nitrided samples show better wear resistance when compared to the reference state.

Keywords: Scratch; heat treatment; stainless steel; nitriding.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Camadas AISI 420 Nitretadas por 2 horas 2h A) e 2h B), 4 horas 4h A) e 4h B) e 6 horas 6h A) e 6h B).....	18
Figura 2 - Perfis Nitretados do AISI 440C para 400 °C por 3 horas A), 350°C por 6 horas B) e 400°C por 6 horas C).....	19
Figura 3 - Diagrama esquemático da configuração para nitretação a plasma anódica.....	20
Figura 4 – Microscopia ótica do perfil de AISI 420 por 4h a 390°C A), 450°C B) e 510°C C)	20
Figura 5 - Dureza e espessura da camada obtida após a nitretação do AISI 420 com a variação do tempo.	22
Figura 6 - Dureza e espessura da camada obtida após a nitretação do AISI 420 com a variação da temperatura.....	22
Figura 7 – Perfil do AISI 420 nitretado por 6 horas a 300 (a), 350 (b), 400 (c) e 450 (d) °C.....	23
Figura 8 - Perfil do AISI 420 nitretado a 350 °C por 2 (a), 4 (b), 6 (c) e 12 (d) horas	24
Figura 9 - Coeficiente de desgaste microabrasivo em função do tempo de nitretação das camadas nitretadas obtidas a 420°C, com 75%N ₂ e 25% H ₂	25
Figura 10 - (A) Aderência de aço na Ferramenta com a Amostra da condição 1 (maior desgaste) (B) Pouca Aderência de aço na Ferramenta com a Amostra da condição 3 (menor desgaste).....	27
Figura 11- Taxa de desgaste e coeficiente específico de desgaste das amostras não tratada e cementadas por 12 h a 350, 400, 450 e 500° C. Ensaios tribológicos realizados em condições ambiente, utilizando uma esfera de Al ₂ O ₃ de 6 mm de diâmetro, aplicando-se uma carga de 5 N por uma distância de deslizamento de 1000 m.	31
Figura 12 - Variação de coeficiente de atrito para amostra nitretada a 390°C por 2 horas no ensaio progressivo com detalhe para pontos da trilha do 15-5PH .	32
Figura 13 Variação do coeficiente de atrito para a amostra temperada e revenida (a) e nitretada a 450 °C (b).....	33
Figura 14 - Perfis 2D e 3D das trilhas de desgaste da amostra temperada e revenida e a amostra nitretada a 450°C.....	34
Figura 15 - Morfologia da trilha de desgaste para a amostra temperada e revenida (a), (b) e nitretada a 450°C (c) e (d)	35
Figura 16 - Determinação da carga crítica com a primeira trinca encontrada na trilha	36
Figura 17 - Imagem de topo obtidas por MEV, apresentando em detalhes a trilha de desgaste feita com carga constante de 5 N nas amostras nitretadas do ISO 5832-1	37
Figura 18- Fluxograma Experimental	39
Figura 19 - Gráfico com variação da carga aplicada versus tempo.....	46
Figura 20 - Exemplo de pontos analisados por interferometria AISI 420	47
Figura 21 - Microscopia ótica realizada as amostras nitretadas em 380°C, por 2h com aumento de 200x (a), 2h aumento 500x (b), 4h aumento 200x (c), 4h aumento 500x (d), 6h aumento 200x (e) e 6h aumento 500x (f).	49
Figura 22 - Difração de Raios X (DRX) para o AISI 420	52
Figura 23 - Difração de Raios X para o AISI 420	52

Figura 24 - Difração de Raios X para o AISI 420 (30 a 60°).....	53
Figura 25 - Final trilha 420 TR com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c).....	55
Figura 26 - Meio da trilha de desgaste 420 TR com carga de 20 a 35 N.	54
Figura 27 - Final trilha 420 N.2 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c).....	57
Figura 28 - Trinca gerada na carga inicial aplicada pelo indentador no 420 N.4 com carga de 20N.....	59
Figura 29 - Final trilha 420 N.4 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c).....	60
Figura 30 - Trinca gerada na carga inicial aplicada pelo indentador no 420 N.6 com carga de 20N.....	62
Figura 31 - Final trilha 420 N.6 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c).....	63
Figura 32 - Coeficiente de atrito em função do tempo para o AISI 420 em diferentes condições	65
Figura 33 - Perfil 3D da trilha com carga de 10 a 25 N 420 N.2.....	65
Figura 34 - Perfil 2D da trilha com carga de 10 a 25 N 420 N.2 no ponto anterior ao meio	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 420.....	17
Tabela 2 - Dureza e Espessura de Camada AISI 420.....	18
Tabela 3 - Dureza e Espessura de Camada AISI 440C.....	19
Tabela 4 - Resultados para Nitretação do AISI 420 por 4h em Diferentes Temperaturas.....	20
Tabela 5 - Coeficiente de desgaste médio obtido por PINTAUDE <i>et al.</i> (2012) para diferentes condições.....	26
Tabela 6 - Valores médios relacionados ao ensaio de desgaste realizados por PINTO E HUNGRIA (2013) para diferentes condições.....	28
Tabela 7 - Parâmetros para o ensaio de deslizamento utilizado por SCHEUER (2015).....	29
Tabela 8 - Parâmetros para o ensaio esfera rotativa utilizado por SCHEUER (2015).....	30
Tabela 9 - Tempos e temperaturas utilizadas na nitretação e resultados obtidos do 15-5 PH.....	31
Tabela 10 - Dureza e espessura de camada para o ISO 5832-1 nitretado com fluxo constante e pulsado.....	35
Tabela 11 - Composição química do aço inoxidável AISI 420.....	38
Tabela 12 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 420.....	39
Tabela 13 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera para o aço em estudo.....	40
Tabela 14 - Parâmetros utilizados no processo de revenimento.....	41
Tabela 15 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 420... ..	42
Tabela 16 - Parâmetros de ataque químico AISI 420.....	43
Tabela 17 - Força atuante aproximada por distância da trilha.....	47
Tabela 18 - Espessura de camada para o AISI 420.....	50
Tabela 19 - Dureza e espessura de camada do AISI 420.....	50
Tabela 20 - Comparação de dureza de camada para diferentes condições de nitretação AISI 420.....	51
Tabela 21 - Carga Crítica para AISI 420.....	64
Tabela 22 - Desgaste relativo das amostras.....	72

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

AISI	American Iron and Steel Institute (Instituto Americano de Ferro e Aço)
ASM	American Society of Materials (Sociedade Americana de Materiais)
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
DRX	Difração de Raios - X
HK	Hardness Knoop (Dureza escala Knoop)
HV	Hardness Vickers (Dureza escala Vickers)
ISO	International Organization for Standardization
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
N	Nitrogênio
N ₂	Gás Nitrogênio
NaCl	Cloreto de Sódio
SHTPN	Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding
SiC	Carbeto de silício
µm	Micrometros
T _{off}	Tempo de pulso desligado da fonte
T _{on}	Tempo de pulso ligado da fonte
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Fase Alpha - Ferrita
α'	Martensita
$\alpha'N$	Martensita expandida de nitrogênio
ϵ	Nitreto de ferro (Fe_2N_3)
$\epsilon-Fe_{2+x}N$	Nitreto de ferro ($0 \leq x \leq 1$)
γ	Fase Gama - Austenita
γN	Fase S - Austenita expandida
$\gamma-Fe_4N$	Nitreto de ferro

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	15
1.1.	Objetivos	16
1.1.1.	Objetivo Geral.....	16
1.1.2.	Objetivos específicos.....	16
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
2.1.	Nitretação por plasma a baixa temperatura em aços inoxidáveis 17	
2.2.	Desgaste em aços nitretados	24
3.	METODOLOGIA	38
3.1.	O material	38
3.2.	Identificação das amostras.....	38
3.3.	Preparação 1	40
3.4.	Têmpera.....	40
3.5.	Revenimento	41
3.6.	Retificação	41
3.7.	Processo de nitretação a baixa temperatura	41
3.7.1.	Preparação das amostras (Preparação 2).....	41
3.7.2.	Nitretação à baixa temperatura	42
3.8.	Preparação para caracterização.....	42
3.9.	Caracterização microestrutural e de dureza	43
3.9.1.	Análise metalográfica por microscopia ótica.....	43
3.9.2.	Análise de microdureza	43
3.9.3.	Difração de Raios X (DRX).....	44
3.10.	Caracterização tribológica.....	44
3.10.1.	Equipamento	44
3.10.2.	Ensaio Carga Progressiva	45
3.10.3.	Carga Crítica	45
3.10.4.	Análises das trilhas de desgaste por MEV	46
3.10.5.	Análise via interferometria óptica.....	46
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	48
4.1.	Análise metalográfica e microdureza	48
4.1.1.	Microscopia ótica.....	48
4.1.2.	Microdureza	50
4.1.3.	Difração de Raios X (DRX).....	51

4.2.	Análise trilhas de desgaste por MEV	53
4.2.1.	Amostra em estado de fornecimento (420 TR).....	54
4.2.2.	Amostra nitretada por 2 horas (420 N.2)	56
4.2.1.	Amostra em nitretada por 4 horas (420 N.4)	58
4.2.2.	Amostra em nitretada por 6 horas (420 N.6)	61
4.2.3.	Carga crítica	64
4.3.	Coefficiente de atrito	64
4.4.	Interferometria óptica.....	65
5.	CONCLUSÕES	73
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	74
	REFERÊNCIAS.....	74
	APÊNDICE A - Tabela com dados de área desgastada.....	76
	APÊNDICE B - Tabela com dados de altura de <i>pile ups</i>.....	78

1. INTRODUÇÃO

O estudo para desenvolvimento e aperfeiçoamento de técnicas já existentes para aprimorar determinadas propriedades de materiais vem se tornando gradativamente mais comum, pois no ramo industrial buscam-se mais alternativas com melhor desempenho e custos mais baixos, como por exemplo materiais com maiores resistência ao desgaste e à corrosão.

Os aços inoxidáveis possuem uma elevada resistência à corrosão devido a sua liga composta principalmente por cromo. Esta liga possui elevada resistência à corrosão devido a sua película constituída de óxidos e hidróxidos de cromo, a qual protege a matriz e proporciona uma maior durabilidade ao material. Os aços inoxidáveis são classificados de acordo com sua microestrutura, podendo ser ela ferrítica, austenítica, martensítica, endurecida por precipitação ou duplex. (CHIAVERINI, 2002)(JANECZKO, 2019)

O aço inoxidável é utilizado em larga escala nas indústrias do setor petrolífero, alimentício, farmacêutico, de celulose e químico, entre outros (CHIAVERINI, 2002). Aplicações industriais como petrolífera, química e geração de energia, exigem um material com maior resistência ao desgaste (RABIEI; GHADAMI; MALEK, 2023). Tratamentos superficiais estão sendo desenvolvidos e realizados, buscando a formação de uma película que melhore as propriedades sem o comprometimento de sua resistência a corrosão (REIS et al., 2015).

Autores como SCHEUER (2015) e SHEN, H.; WANG, L (2020) avaliaram a interação do AISI 420 nitretado e cementado com cargas constantes e ensaio de pino disco, este trabalho busca realizar uma avaliação semelhante, porém com carga progressiva.

A nitretação por plasma tem sido utilizada como tratamento superficial, com o objetivo de promover o enriquecimento superficial de nitrogênio, produzindo uma camada com dureza elevada (1000 a 1400 HV) esse aumento de dureza está presente em toda a espessura da camada.(JÚNIOR, 2001).

Com isso, este trabalho busca avaliar se há uma melhora quanto à resistência ao desgaste após a nitretação por plasma a baixa temperatura sobre o substrato martensítico do aço inoxidável AISI 420, visto que isso permitirá um conhecimento mais estruturado dos mecanismos tribológicos de um material obtido por meio de um processo de tratamento superficial.

1.1. Objetivos

Os objetivos que compreendem o desenvolvimento desta pesquisa podem ser subdivididos em objetivos geral e específicos.

1.1.1. Objetivo Geral

Avaliar o efeito do tempo de nitretação na resistência ao riscamento do aço inoxidável martensítico AISI 420.

1.1.2. Objetivos específicos

Os objetivos específicos são:

- Determinar a área desgastada do aço AISI 420 temperado e revenido e nitretado a baixa temperatura por 2, 4 e 6 horas.
- Identificar o coeficiente de atrito e os mecanismos de desgaste.
- Definir o carregamento crítico, onde ocorre o rompimento da camada
- Avaliar o comportamento da camada nitretada e do substrato quanto a deformação plástica.
- Comparar os resultados obtidos, com o intuito de definir qual condição apresenta melhor resistência ao riscamento comparada com a condição temperada e revenida.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta seção serão apresentados alguns conceitos fundamentais para execução do presente trabalho.

2.1. Nitretação por plasma a baixa temperatura em aços inoxidáveis

JANECZKO (2019) realizou nitretação a baixa temperatura no aço martensítico AISI 420, tendo como fator fixante a temperatura e fator variável o tempo de nitretação, deste modo realizou 3 nitretações a temperatura de 380 C° por 2, 4 e 6 horas. A nitretação utilizada foi a nitretação por plasma com fluxo de nitrogênio contínuo, os parâmetros utilizados podem ser consultados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 420

Parâmetros	Limpeza da superfície por H ₂	Nitretação por plasma
Temperatura (°C)	300 ± 10	380 ± 10
Tensão (V)	600	600
Pressão (Torr)	2,4 ± 0,2	2,8 ± 0,2
Tempo (horas)	1	2 - 4 - 6
Atmosfera gasosa	66,7% H ₂ + 33,3% Ar	70% N ₂ + 20% H ₂ + 10% Ar
T _{on}	60 a 80	45 a 55
T _{off}	250	250

Fonte: JANECZKO (2019)

Com essas nitretações o autor conseguiu obter camadas de até 18,4 µm, com dureza que chegam a 1122 HK (0.3 kgf), na Tabela 2 são apresentados os valores de dureza e espessura de camada obtido pelo autor. Ao realizar a metalografia pode-se observar que a camada nitretada é caracterizada por uma fina e branca camada, a Figura 1 mostra isso claramente para todas as condições.

Com a análise de dureza de perfil para o aço inoxidável AISI 420 o autor pode constatar que a dureza da camada nitretada aumenta com o aumento do tempo de nitretação.

Tabela 2 - Dureza e Espessura de Camada AISI 420

Amostra	Dureza (HK 0,3 kgf)	Espessura (μm)
420 N 2H	789 ± 57	7,4
420 N 4H	1025 ± 130	16,7
420 N 6H	1122 ± 140	18,4

Fonte: JANECKO (2019)

Figura 1 - Camadas AISI 420 Nitretadas por 2 horas 2h A) e 2h B), 4 horas 4h A) e 4h B) e 6 horas 6h A) e 6h B)



Fonte: JANECKO (2019)

WLASSAK, F. M. e WOLFART JUNIOR, M. (2021) realizaram nitretações a baixa temperatura no aço inoxidável martensítico AISI 440C, para esse procedimento uma mistura gasosa de 76%N₂ + 24%H₂ foi utilizada, e quanto as variáveis os autores optaram por variar a temperatura em 300, 350 e 400°C assim como o tempo de nitretação, o qual variou entre 3 e 6 horas.

Por dificuldades da caracterização o autor conseguiu obter a profundidade da camada de apenas três condições, essas condições com seus respectivos valores de profundidade de camada e dureza superficial podem ser observados na Tabela 3, as imagens dos perfis nitretados provenientes de metalografia podem ser observadas na Figura 2.

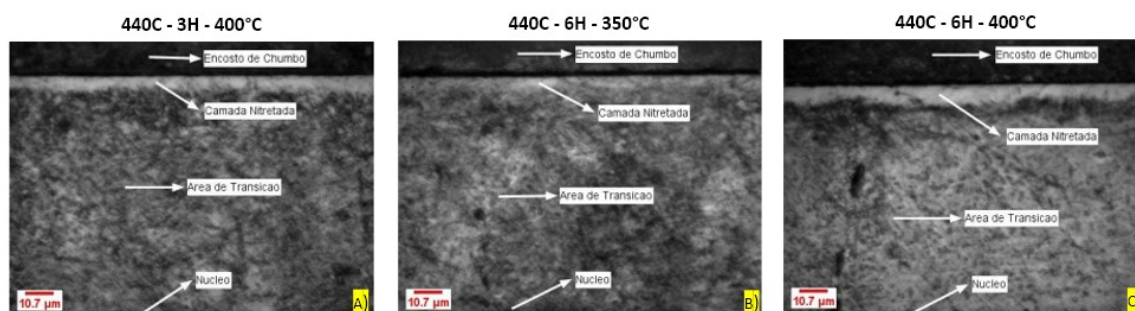
O autor pode concluir que para combinações com baixos valores de tempo e temperatura (300°C por 3 h por exemplo), não foi possível obter camada nitretada visível, porém foi possível observar um aumento de dureza.

Tabela 3 - Dureza e Espessura de Camada AISI 440C

Amostra	Dureza (HK 0,3 kgf)	Espessura (µm)
440C 3H 400°C	1186 ± 138	6,61
440C 6H 350°C	1406 ± 86	4,92
440C 6H 400°C	1605 ± 179	8,29

Fonte: WLASSAK, F. M. e WOLFART JUNIOR, M. (2021)

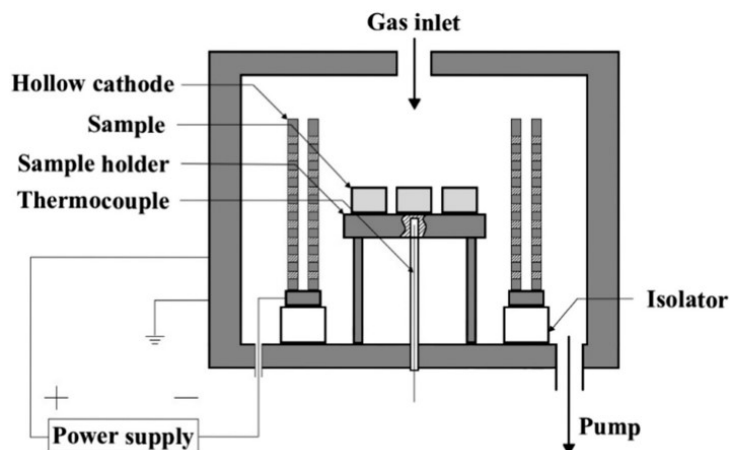
Figura 2 - Perfis Nitretados do AISI 440C para 400 °C por 3 horas A), 350°C por 6 horas B) e 400°C por 6 horas C)



Fonte: WLASSAK, F. M. e WOLFART JUNIOR, M. (2021)

SHEN, H.; WANG, L (2020) também realizaram nitretação a plasma para o AISI 420, porém fazem uso de duas barras de baixo teor de carbono, com diâmetros diferentes como unidade de descarga catódica, com o intuito de aumentar a eficiência do aquecimento, uma representação esquemática pode ser observada na Figura 3.

Figura 3 - Diagrama esquemático da configuração para nitretação a plasma anódica



Fonte: SHEN, H.; WANG, L (2020)

Para as nitretações os autores optaram por fixar o tempo de nitretação em 4 horas e variar temperatura em 390, 420, 450, 480 e 510 °C em uma atmosfera de plasma composta pelo gás amônia (NH_3).

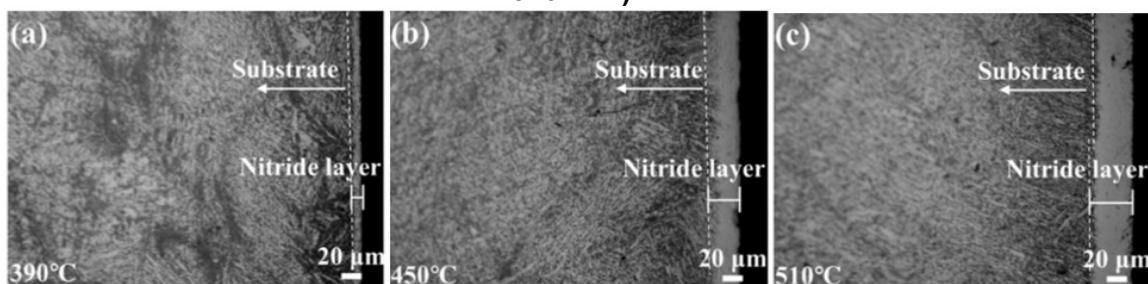
Apesar dos autores realizarem o experimento para 5 condições, apenas 3 são caracterizadas por microscopia ótica (390, 450 e 510 °C). Os resultados de espessura de camada e dureza para essas 3 condições podem ser encontrados na Tabela 4, e os resultados de metalografia na Figura 4.

Tabela 4 - Resultados para Nitretação do AISI 420 por 4h em Diferentes Temperaturas

Amostra	Dureza ($\text{HV}_{0,05}$)	Espessura (μm)
AISI 420 390°C	650 ± 62	6
AISI 420 450°C	1000 ± 68	24
AISI 420 510 °C	1250 ± 72	40

Fonte: SHEN, H.; WANG, L (2020)

Figura 4 – Microscopia ótica do perfil de AISI 420 por 4h a 390°C A), 450°C B) e 510°C C)



Fonte: SHEN, H.; WANG, L (2020)

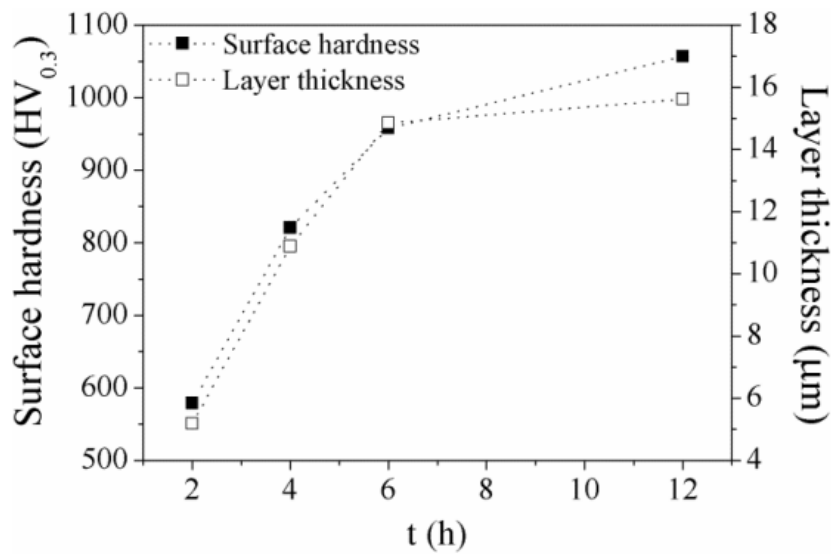
Com isso os autores concluem que foi possível demonstrar uma uniformidade das camadas ao medir a dureza ao longo da superfície, e também que com uma nitretação de 4h a 450 °C foi possível obter uma camada de 24 μm de espessura com uma dureza de $1000 \pm 68 \text{ HV}_{0.05}$ o que é aproximadamente quatro vezes maior que o substrato ($235 \pm 25 \text{ HV}_{0.05}$).

Outro autor a estudar os efeitos da nitretação a baixa temperatura no AISI 420 foi SCHEUER, C. J *et al* (2013), onde em seu trabalho os autores buscaram entender as influências de tempo e temperatura para a nitretação, deste modo utilizam duas abordagens, a primeira é realizando o experimento por 6 horas variando a temperatura entre 300, 350, 400 e 450°C. Já sua segunda abordagem consiste em realizar o procedimento inverso, a temperatura é fixada em 350 °C enquanto o tempo de nitretação é variado em 2, 4, 6 e 12 horas. Durante o processo foi utilizada a seguinte mistura gasosa 70%N₂ + 20%H₂ + 10%Ar para o plasma.

Observa-se na Figura 5 e Figura 6 os valores de espessura de camada e dureza obtidos pelos autores, enquanto na Figura 7 pode-se analisar os perfis obtidos no procedimento de metalografia onde foi variado a temperatura, já a Figura 8 apresenta os resultados para a variação do tempo.

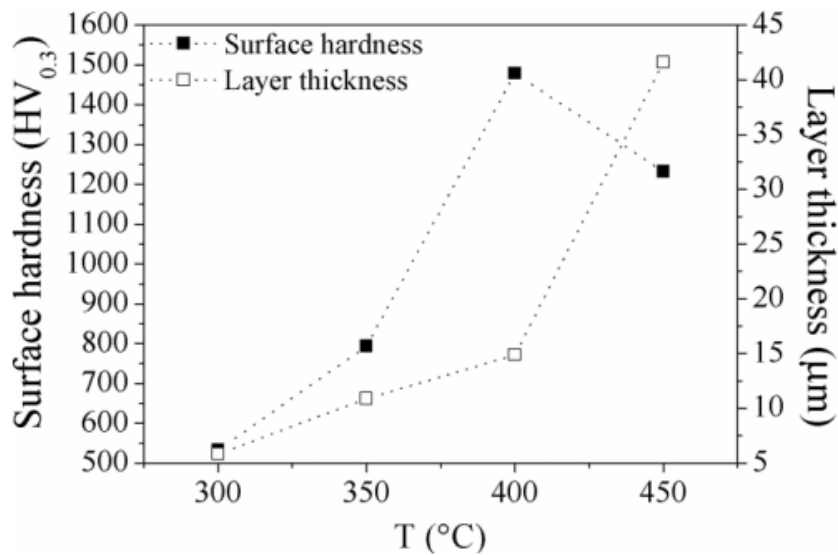
Com essas análises, os autores concluem que para temperaturas e tempos mais baixos é possível obter uma camada livre de precipitações. Enquanto para altas temperaturas e tempos, a maior mobilidade do cromo faz com que ocorra a precipitação de nitreto de cromo (CrN), o que leva a uma redução de cromo em solução sólida, reduzindo a resistência à corrosão do material e também levando a uma fragilização. Ainda se verifica que o aumento da temperatura ou tempo reduz o teor de nitrogênio em solução sólida e promove a redução do número de precipitados bem como o aumento de seu tamanho. Esses efeitos promovem redução da dureza da camada como pode ser constatado na Figura 6.

Figura 5 - Dureza e espessura da camada obtida após a nitretação do AISI 420 com a variação do tempo.



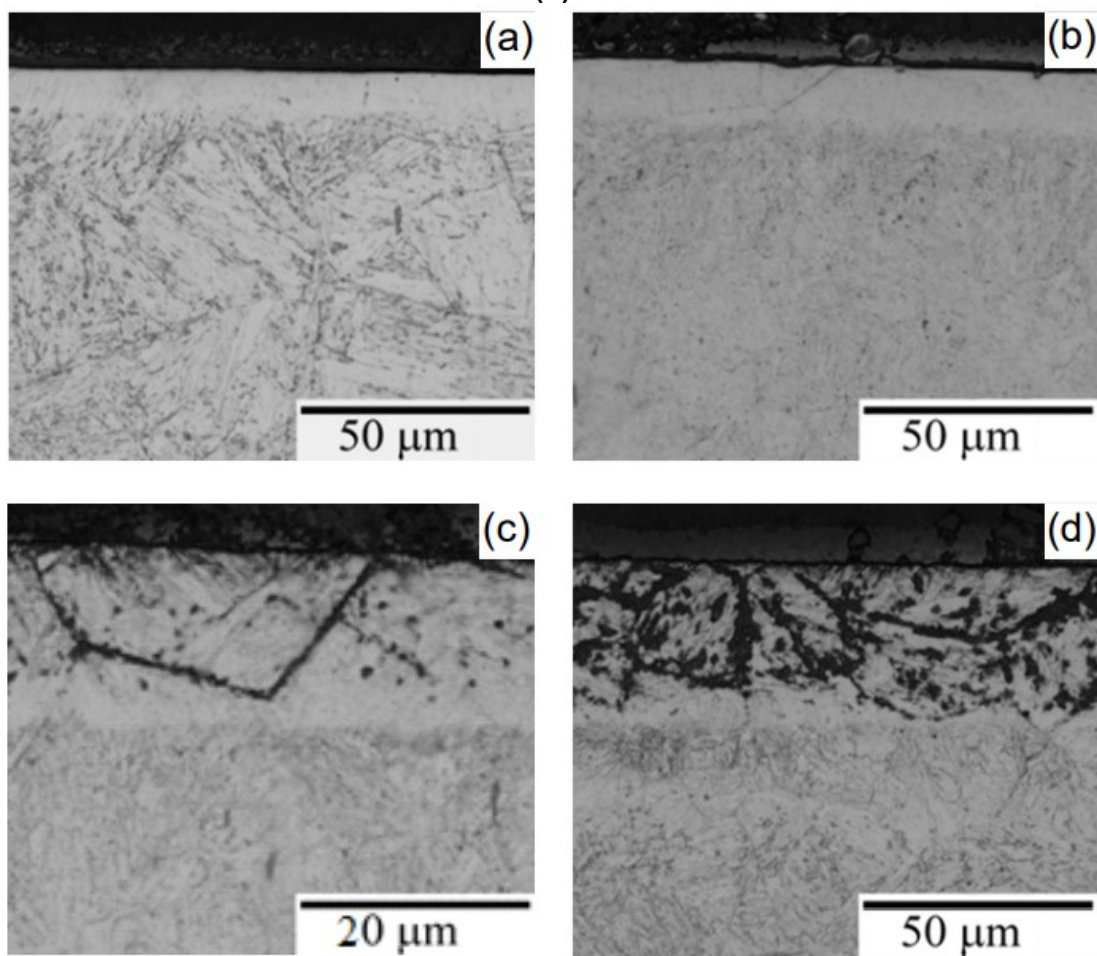
Fonte: SCHEUER, C. J *et al* (2013)

Figura 6 - Dureza e espessura da camada obtida após a nitretação do AISI 420 com a variação da temperatura.



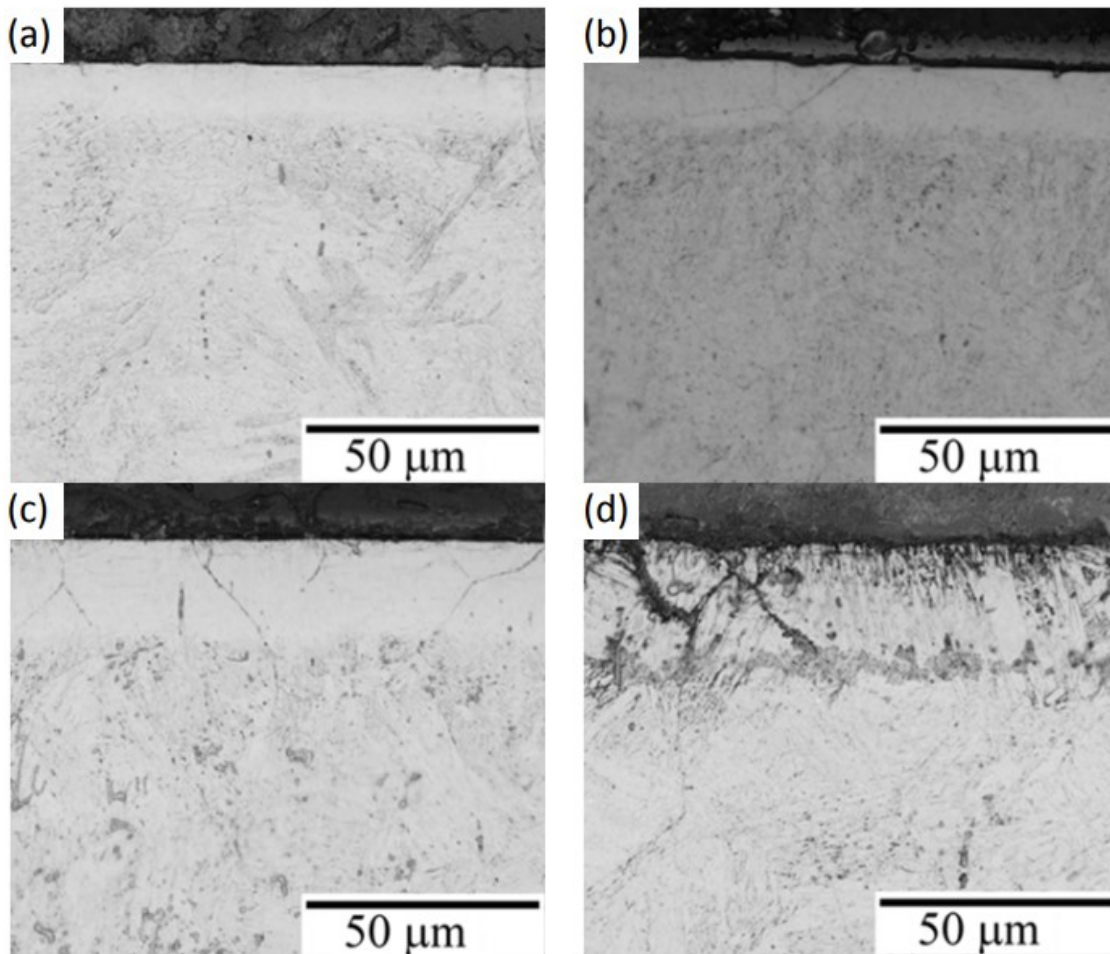
Fonte: SCHEUER, C. J *et al* (2013)

Figura 7 – Perfil do AISI 420 nitretado por 6 horas a 300 (a), 350 (b), 400 (c) e 450 (d) °C



Fonte: SCHEUER, C. J *et al* (2013)

Figura 8 - Perfil do AISI 420 nitretado a 350 °C por 2 (a), 4 (b), 6 (c) e 12 (d) horas



Fonte: SCHEUER, C. J *et al* (2013)

2.2. Desgaste em aços nitretados

Um dos objetivos de realizar uma nitretação é o aumento da resistência ao desgaste, com isso vários estudos foram feitos buscando definir quais os parâmetros que favorecem o aumento desta propriedade.

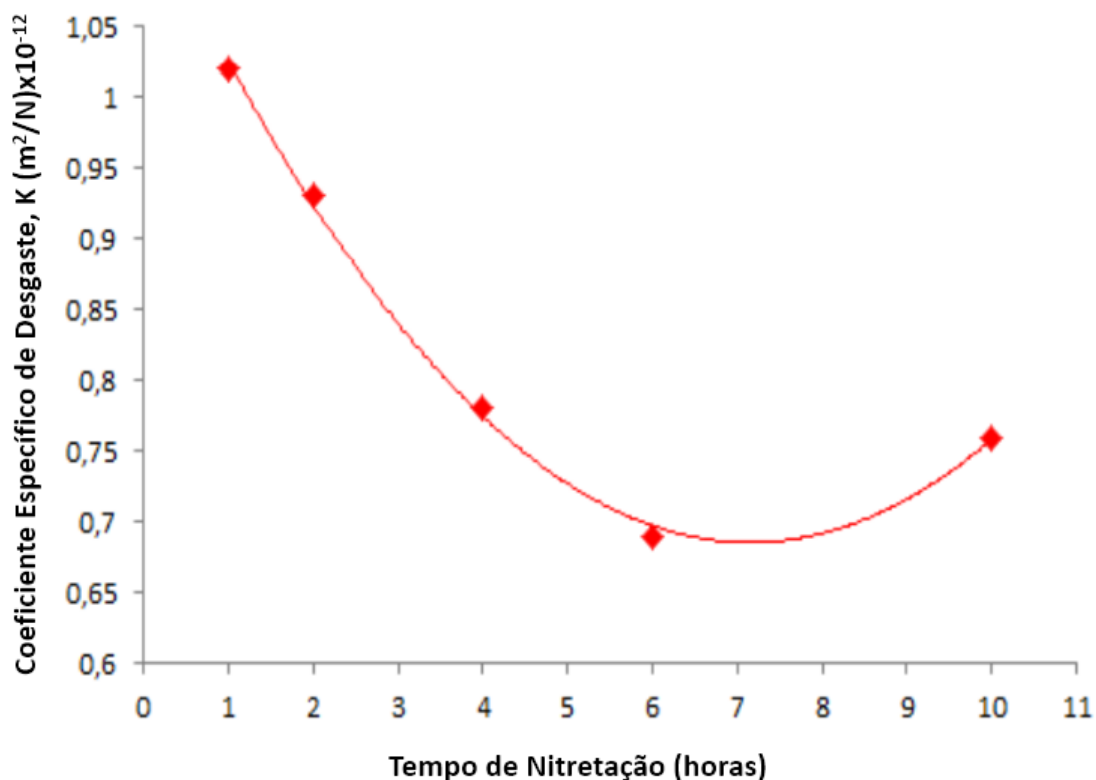
CROCE E RIBEIRO (2011) estudaram a resistência ao desgaste abrasivo de camadas nitretadas de diferentes espessuras produzidas no aço inoxidável austenítico AISI 316, onde por meio da nitretação por plasma a 420 °C variando o tempo de nitretação em 1, 2, 4, 6 e 10 horas, e obtiveram uma fase denominada na literatura como fase S ou austenita expandida (γN).

Para o estudo de desgaste foram utilizados os seguintes equipamentos e parâmetros: para execução do teste foi utilizado um equipamento de microabrasão do tipo “esfera livre” da marca CSM *Instruments*, como partículas

abrasivas foram utilizadas uma lama SiC de concentração de $0,75 \text{ g/cm}^3$ com uma vazão de uma gota a cada três segundos e a carga aplicada foi de $0,27 \text{ N}$. CROCE E RIBEIRO (2011)

Utilizando os parâmetros apresentados acima os autores realizaram a obtenção do coeficiente de desgaste (K) para os diferentes tempos de nitretação, onde os resultados podem ser observados na Figura 9.

Figura 9 - Coeficiente de desgaste microabrasivo em função do tempo de nitretação das camadas nitretadas obtidas a 420°C , com $75\%\text{N}_2$ e $25\%\text{H}_2$



Fonte: Adaptado de CROCE E RIBEIRO (2011)

Ao analisar o estudo foi possível concluir que o aço AISI 316 nitretado na temperatura de 420°C e tempo entre 6 e 7,5 h apresenta a máxima resistência ao desgaste abrasivo, gerando uma camada nitretada com cerca de $5,5 \mu\text{m}$ constituída por austenita expandida (γN). O coeficiente específico de desgaste nesta mesma condição está em torno de $0,69 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{N}$. (CROCE E RIBEIRO, 2011)

PINTAUDE *et al.*, (2012) caracterizaram por meio do ensaio de esclerometria pendular a resistência ao riscamento do aço AISI H13 nitretado.

Antes da nitretação o aço foi temperado e submetido a diferentes acabamentos superficiais. Com isso, realizaram seus estudos para as condições apresentadas no Quadro 1:

Quadro 1 - Identificação das amostras estudadas no trabalho de PINTAUDE *et al.*, (2012).

Condição 1	Somente Eletro erosão
Condição 2	Eletro erosão, retificada e polida
Condição 3	Somente retificada e polida

Fonte: Adaptado de PINTAUDE *et al.* (2012)

Os valores de coeficiente de desgaste médio por condição podem ser observados na Tabela 5.

Tabela 5 - Coeficiente de desgaste médio obtido por PINTAUDE *et al.* (2012) para diferentes condições.

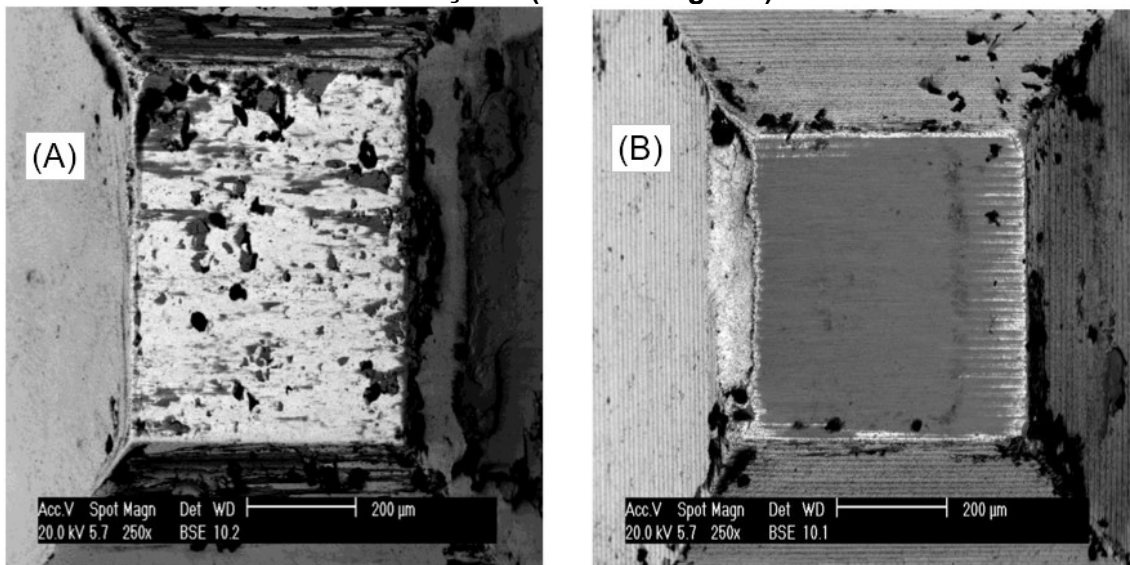
Condição	Coeficiente de desgaste
Condição 1	3,04
Condição 2	2,77
Condição 3	2,58

Fonte: Adaptado de PINTAUDE *et al.* (2012)

Os resultados da Tabela 5 mostram que o menor coeficiente de desgaste e conseqüentemente maior resistência média ao desgaste, foi observado na condição 3 com a Eletro erosão, retífica, polimento e nitretação, e o maior valor do coeficiente de desgaste foi observado na condição 1 com Eletro erosão e nitretado.(PINTAUDE *et al.*, 2012)

PINTAUDE *et al.*, (2012) também mostra que a aderência é maior na condição 1, onde houve um maior coeficiente de desgaste, representado pela Figura 10 (A), já na condição 3 pode-se observar uma baixa aderência à ferramenta, representado pela Figura 10 (B).

Figura 10 - (A) Aderência de aço na Ferramenta com a Amostra da condição 1 (maior desgaste) (B) Pouca Aderência de aço na Ferramenta com a Amostra da condição 3 (menor desgaste)



Fonte: PINTAUDE *et al.* (2012)

PINTO E HUNGRIA, (2013) avaliaram o desgaste por deslizamento do aço inoxidável AISI 409 em estado de fornecimento, nitretado, submetido ao SHTPN e revenido após o SHTPN, os seguintes materiais e parâmetros foram utilizados:

- Esfera de carboneto de tungstênio de 4mm de diâmetro
- Tribômetro CETR®, modelo UMT Multi-Specimen Test System
- Carga de 5N
- Tempo de 1 min
- Frequência 20 Hz

Os resultados para as diferentes condições podem ser observados no Tabela 6.

Ao avaliar o desgaste na amostra em seu estado de fornecimento é possível observar que o mecanismo de desgaste predominante é o desgaste por aderência, e devido a sua alta ductilidade e baixa dureza, forma-se um acúmulo de material nas laterais da pista de desgaste devido a sua deformação plástica. (PINTO; HUNGRIA, 2013)

Já para a amostra nitretada, o mecanismo predominante é o de polimento, na região central da pista observou-se desgaste abrasivo proveniente de partículas duras de nitretos desprendidas da camada. Devido à alta fragilidade da camada nitretada algumas trincas foram identificadas, essas trincas

são possivelmente provenientes da transição abrupta entre a camada dura e frágil (camada de compostos) e o substrato mole (material base), fazendo com que a camada de composto não consiga absorver a deformação, formando o efeito “casca de ovo”.(PINTO; HUNGRIA, 2013)

Tabela 6 - Valores médios relacionados ao ensaio de desgaste realizados por PINTO E HUNGRIA (2013) para diferentes condições.

	Coefficiente de atrito (COF)	Profundidade de desgaste Pt [µm]	Volume desgastado [mm ³]	Perda de material por distância de deslizamento (Q) [mm ³ /mm]	Dureza de topo [HV2]
Fornecimento	0,53 ± 0,04	21 ± 1	0,045	4,5E-07	150 ± 2
Nitretada	0,55 ± 0,01	3,4 ± 0,2	0,003	2,9E-08	1111 ± 5
SHTPN	0,60 ± 0,02	13 ± 2	0,022	2,2E-07	472 ± 8
SHTPN Revenida 300°C	0,60 ± 0,01	13 ± 1	0,021	2,1E-07	451 ± 6
SHTPN Revenida 400°C	0,60 ± 0,01	12 ± 1	0,020	2,0E-07	473 ± 5
SHTPN Revenida 500°C	0,58 ± 0,02	13 ± 2	0,021	2,1E-07	439 ± 6
SHTPN Revenida 600°C	0,53 ± 0,04	24 ± 1	0,054	5,5E-07	272 ± 2

Fonte: PINTO E HUNGRIA (2013)

Para as amostras submetidas ao SHTPN, o mecanismo predominante foi o desgaste abrasivo, com desgaste por adesão em locais pontuais da trilha, tem-se uma melhora na resistência ao desgaste se comparado ao estado de fornecimento, e uma diminuição quando comparado ao estado nitretado. (PINTO; HUNGRIA, 2013)

Para as amostras submetida ao SHTPN e revenidas a 300 e 400 °C o mecanismo predominante foi o desgaste abrasivo, já para a amostra submetida ao SHTPN e revenidas a 500 °C e 600 °C foi o desgaste por adesão. (PINTO; HUNGRIA, 2013)

Com isso, os testes de desgaste por deslizamento mostram que após o processo de SHTPN, o aço AISI 409 apresentou uma profundidade desgastada de aproximadamente 60 % menor quando comparada ao estado de

fornecimento, indicando uma melhora significativa na resistência ao desgaste. (PINTO; HUNGRIA, 2013)

SCHEUER (2015) avaliou o comportamento tribológico e resistência à corrosão do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura, para esta análise ele realizou a cementação para diferentes temperaturas e tempos, variando a temperatura em 350 °C, 400 °C, 450 °C e 500 °C e, e tempo de cementação de 12h, 24h, 36h e 48h.

Os parâmetros utilizados por SCHEUER (2015) para o estudo do comportamento tribológico podem ser observados nas Tabela 7 e Tabela 8 para o ensaio de deslizamento e esfera rotativa respectivamente.

Tabela 7 - Parâmetros para o ensaio de deslizamento utilizado por SCHEUER (2015)

Configuração		Variável	Valor
Esfera sobre disco	Características do ensaio	Força aplicada	5,0 N
		Velocidade de deslizamento	0,05 m/s
		Distância de deslizamento	1000 m
		Diâmetro da trilha de desgaste	13±0,1 mm
		Temperatura	ambiente (25±5° C)
		Umidade relativa	ambiente (60±5%)
		Variável resposta	Coefficiente de desgaste coeficiente de atrito
	Características do corpo	Material	AISI 420 cementado
		Dimensão	discos de 50,8 mm
		Dureza	6 a 17 GPa
		Rugosidade	0,1 a 0,4 µm
	Características do contra-corpo	Material	Esfera de alumina
		Dimensão	6 mm
		Dureza	14±2 Gpa
Rugosidade		Polida	

Fonte: SCHEUER (2015)

Tabela 8 - Parâmetros para o ensaio esfera rotativa utilizado por SCHEUER (2015)

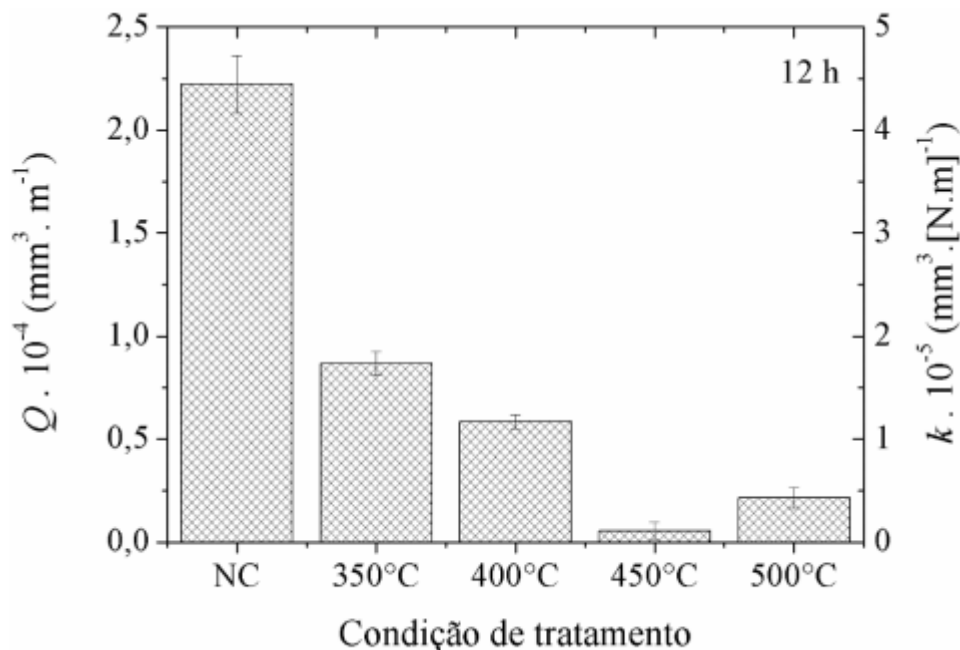
Configuração	Variável	Valor	
Esfera rotativa livre	Características do ensaio	Força aplicada	0,1; 0,3 e 0,5 N
		Velocidade de deslizamento	0,10; 0,16 e 0,21 m/s
		Distância de deslizamento	2,60 a 78,51 m
		Temperatura	ambiente (25±5° C)
		Atmosfera	ambiente (60±5%)
		Abrasivo	Suspensão de Al ₂ O ₃
		Concentração do abrasivo	0,11 g/cm ³
		Dimensões do abrasivo	0,05; 0,3 e 1,0 µm
		Variável resposta	Diâmetro e/ou volume da cratera desgastada
	Características do corpo	Material	AISI 420 cementado
		Dimensão	1/4 dos discos de 50,8 mm
		Dureza	6 a 17 GPa
		Rugosidade	0,1 a 0,4 µm
	Características do contra-corpo	Material	Esfera de AISI 52100
		Dimensão	25,4 mm
Dureza		8,4 Gpa	
Rugosidade		Polida	

Fonte: SCHEUER (2015)

Para definir as propriedades tribológicas, SCHEUER (2015) realizou testes de desgaste por deslizamento a seco (configuração esfera sobre disco) e também desgaste micro-abrasivo (configuração esfera rotativa livre), para as amostras da série VTA (tempo de cementação fixo em 12h e temperatura entre 350 e 500 °C com intervalo de 50 °C) foi possível obter reduções de taxa e coeficiente de desgaste da ordem de e 61, 74, 97 e 90 % (condição pode ser vista na Figura 11). O coeficiente de desgaste resultou em valores inferiores àquele obtido para a condição de referência NC (temperada 1050°C por 0,5h e revenida a 300°C por 1h), nos dois ensaios tribológicos empregados.

No ensaio de desgaste por deslizamento tipo esfera sobre disco, os modos de desgaste dominantes observados foram micromecanismos de desgaste por abrasão e desgaste oxidativo. Já para o caso do ensaio de desgaste na configuração esfera rotativa livre, os modos de desgaste dominantes corresponderam aos mecanismos de desgaste por riscamento e micro-rolamento.(SCHEUER, 2015)

Figura 11- Taxa de desgaste e coeficiente específico de desgaste das amostras não tratada e cementadas por 12 h a 350, 400, 450 e 500° C. Ensaio tribológico realizado em condições ambiente, utilizando uma esfera de Al_2O_3 de 6 mm de diâmetro, aplicando-se uma carga de 5 N por uma distância de deslizamento de 1000 m.



Fonte: SCHEUER, 2015

MARTINS e FEDALTO (2019) caracterizaram a resistência ao desgaste do aço inoxidável 15-5PH, visando determinar qual tempo e temperatura de nitretação a plasma conferem melhores resultados, sob este aspecto os tempos e temperaturas de nitretação podem ser observados na Tabela 9. O autor utiliza o material estudado por BERNARDELLI (2007). Utilizando o teste de riscamento (*scratch teste*) com um indentador de diamante, aplicando carga progressiva e constante, realizaram essa determinação.

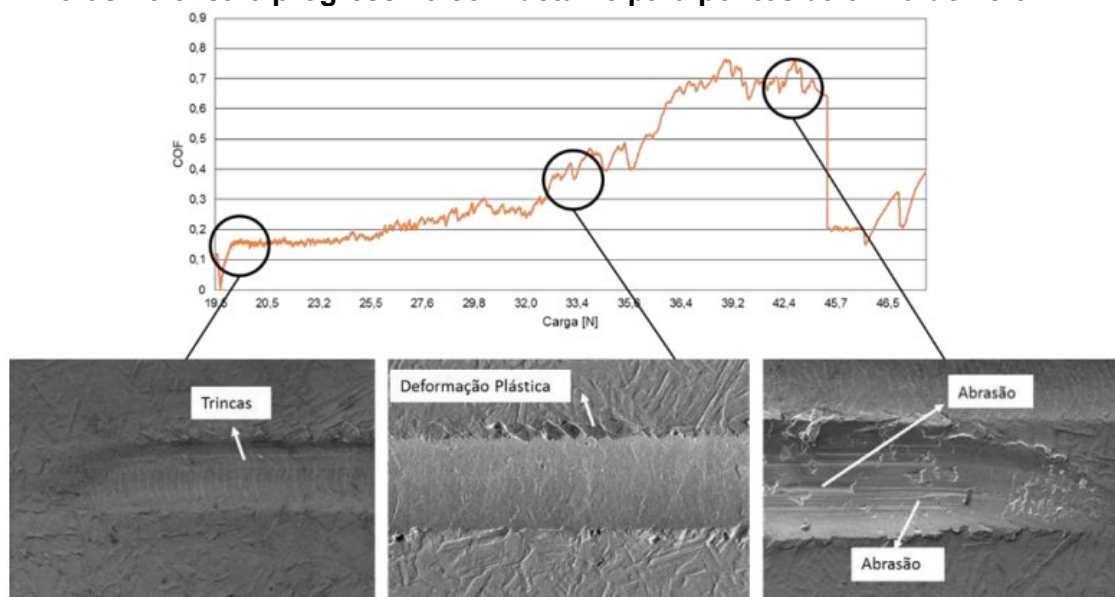
Tabela 9 - Tempos e temperaturas utilizadas na nitretação e resultados obtidos do 15-5 PH

Temperatura (°C)	Tempo (s)	Espessura da camada (μm)	Dureza da camada (HV)
390	2	5,55	1278,1
490	2	27,71	1210,2
390	6	11,59	1295,6
440	4	20,49	1318,5
490	6	41,44	1779,2

Fonte: Adaptado de MARTINS; FEDALTO (2019) e BERNARDELLI (2007)

Para o teste progressivo, foi utilizada uma carga variável de 20 N a 50 N em uma trilha de 5 mm, para realizar o risco foi utilizado um pino de riscamento tipo Rockwell C de raio de 0,2 mm. O teste com carga variável se faz necessário para avaliação do efeito da carga no coeficiente de atrito (COF) e consequentemente a carga crítica do material, pois carga crítica do material é aquela onde ocorre um aumento repentino no coeficiente de atrito. Com a carga crítica definida, foi possível atribuir um valor para a carga do teste contínuo, o qual é 2/3 da carga crítica. A Figura 12 mostra a variação do coeficiente de atrito para a amostra nitretada a 390 °C, o qual teve uma carga crítica de 34,5 N e consequentemente a carga para o teste contínuo é de 23 N.(MARTINS; FEDALTO, 2019)

Figura 12 - Variação de coeficiente de atrito para amostra nitretada a 390°C por 2 horas no ensaio progressivo com detalhe para pontos da trilha do 15-5PH



Fonte: MARTINS; FEDALTO (2019)

Deformações plásticas e mecanismos de desgaste por abrasão foram identificadas nas amostras nitretadas á baixas temperaturas e tempos de nitretação. (390°C por 2 horas). Aumentando o tempo e temperatura de nitretação, os mecanismos evoluíram para o corte onde não houve deformação plástica significativa e deslocamento. Trincas oriundas do excesso de tensões na camada nitretada apareceram em todos os riscos realizados nas amostras nitretadas, tanto em ensaios de carga constante quanto em ensaios de cargas variáveis. (MARTINS; FEDALTO, 2019)

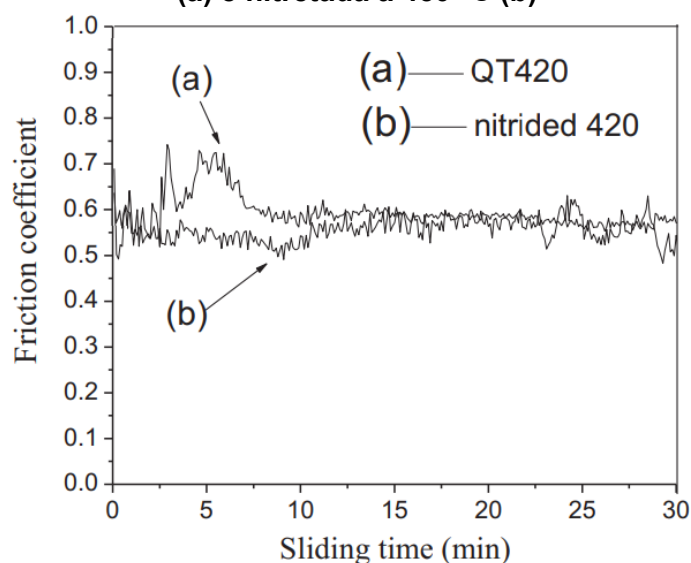
Após os testes foi possível constatar que as amostras de fornecimento tiveram mais deformações plásticas de borda quando comparada às nitretadas. (MARTINS; FEDALTO, 2019)

Com exceção da amostra nitretada a 390°C por 2 horas, a resistência ao desgaste das amostras nitretadas se mostrou superior ao estado de fornecimento. Ao analisar o volume desgastado percebeu-se que ocorreu uma diminuição a medida em que o tempo e temperatura de nitretação foi aumentado, quando comparado ao estado de fornecimento, sendo a amostra nitretada a 490°C, a que apresentou o menor desgaste. (MARTINS; FEDALTO, 2019)

SHEN, H.; WANG, L (2020) além de avaliarem as durezas e espessuras das camadas do AISI 420, os autores também avaliaram a resistência ao desgaste, para isso a amostra em estado de fornecimento foi temperada e revenida para se obter uma dureza de 480 HV. Com isso, a amostra em estado de fornecimento e nitretada a 450°C por 4 horas foi submetida ao teste de pino disco, em ar e sem lubrificante. Para o teste, foi utilizado um pino feito de AISI 51200 (63 - 65 HRC) com 4 mm de diâmetro, com velocidade de 0,21 m/s sobre uma força normal de 10 N, percorrendo aproximadamente 377 m em 30 min.

Ao analisar os resultados, os autores obtiveram um coeficiente de atrito de 0,58 para a amostra em estado de fornecimento, já para a amostra nitretada o coeficiente variou entre 0,5 e 0,6 em média, conforme indicada na Figura 13.

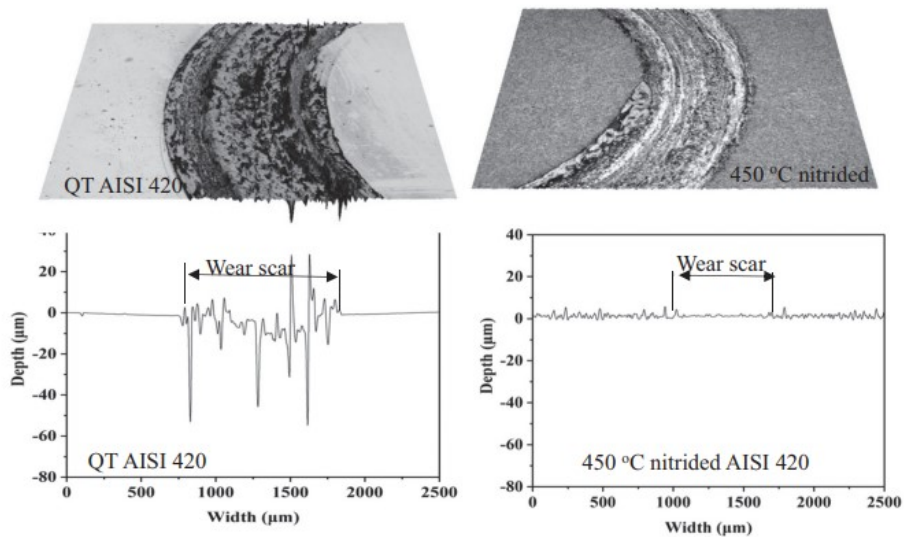
Figura 13 Variação do coeficiente de atrito para a amostra temperada e revenida (a) e nitretada a 450 °C (b)



Fonte: SHEN, H.; WANG, L (2020)

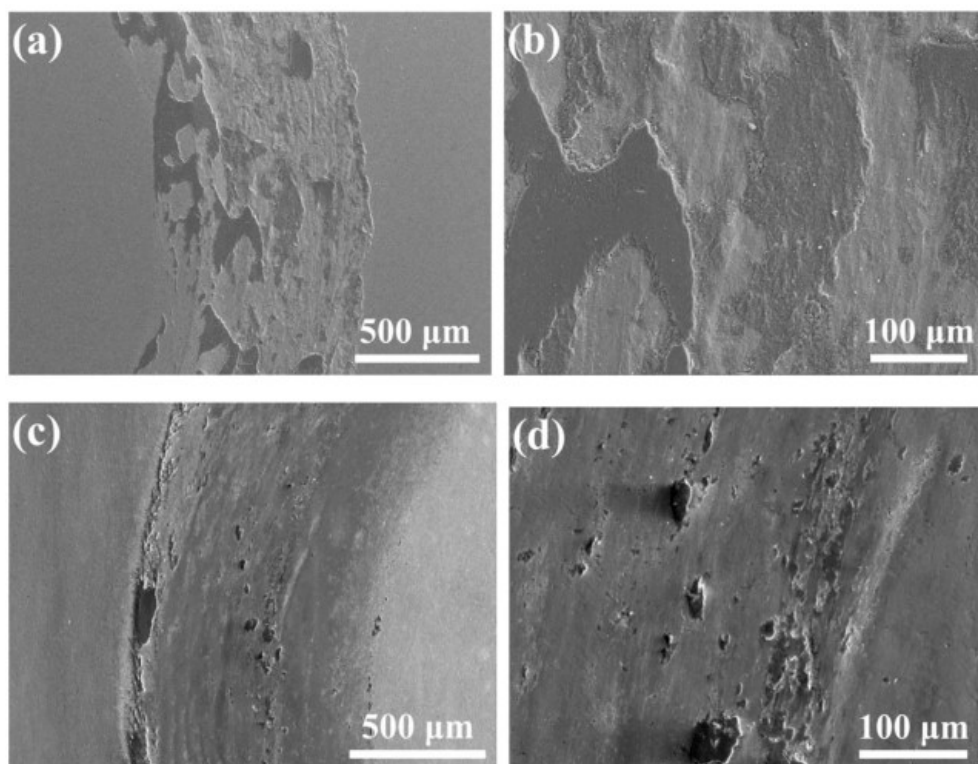
Quanto ao desgaste propriamente dito, foi percebido que o volume desgastado para a amostra em estado de fornecimento temperada e revenida foi de $0,06 \text{ mm}^3$, enquanto para amostra nitretada não foi possível observar nenhuma perda de volume evidente, como indica a Figura 14. Ao analisar a morfologia da trilha da amostra temperada e revenida é possível observar grandes vales decorrentes da *debris*, indicando que houve adesão e remoção entre o disco e o pino. Em contraste, para a amostra nitretada foram observadas poucas *debris*, indicando que não houve um desgaste substancial, a morfologia pode ser observada na Figura 15.

Figura 14 - Perfis 2D e 3D das trilhas de desgaste da amostra temperada e revenida e a amostra nitretada a 450°C



Fonte: SHEN, H.; WANG, L (2020)

Figura 15 - Morfologia da trilha de desgaste para a amostra temperada e revenida (a), (b) e nitretada a 450°C (c) e (d)



Fonte SHEN, H.; WANG, L (2020)

ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020) estudaram a resistência ao riscamento do aço austenítico inoxidável ISO 5832-1 nitretado a plasma com fluxo pulsado e constante de nitrogênio, as amostras foram nitretadas por 2 horas com fluxo constante (2C), variável em 10 min ligado e 10 min desligado (2P1010) e 2 min ligados e 18 min desligado (2P0218), o qual os valores de espessura de camada e dureza superficial são exibidos na Tabela 10.

Tabela 10 - Dureza e espessura de camada para o ISO 5832-1 nitretado com fluxo constante e pulsado

Amostra	Dureza (HV)	Espessura (μm)
ISO 5832-1 / 2C	1315 ± 132,6	6,77 ± 0,16
ISO 5832-1 / 2P1010	1213 ± 71,4	5,96 ± 0,24
ISO 5832-1 / 2P0218	856,5 ± 122,4	5,15 ± 0,48

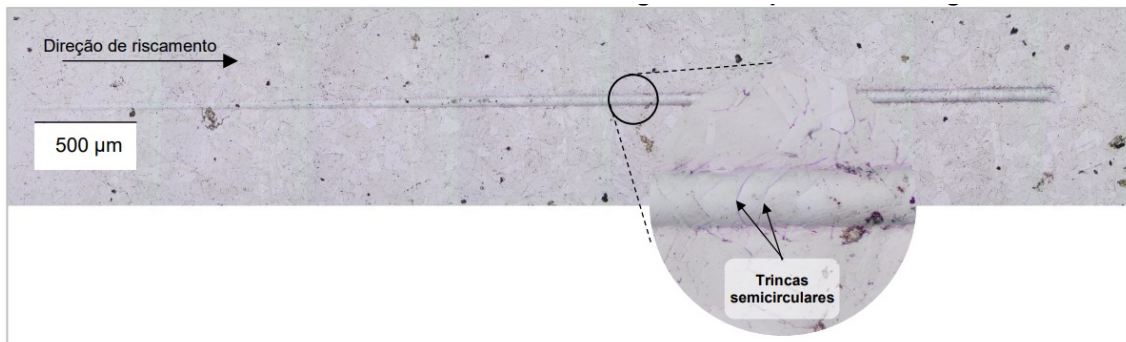
Fonte: ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020)

Para essa caracterização os autores realizaram dois tipos de riscamento, a carga progressiva e constante, onde utilizam a carga progressiva para realizar a determinação da carga crítica. Os ensaios foram realizados sem

lubrificação, com pino de riscamento tipo Rockwell C de raio de ponta 0,2 mm e cada trilha teve 5 mm de extensão, a carga para a trilha variável foi de 1 a 180N.

Para determinar a carga crítica, os autores realizaram microscopia ótica para identificar onde ocorre a primeira trinca semicircular na trilha, com isso localizam a carga atuante neste ponto, como mostra a Figura 16. Deste modo obtiveram uma carga crítica de 5N.

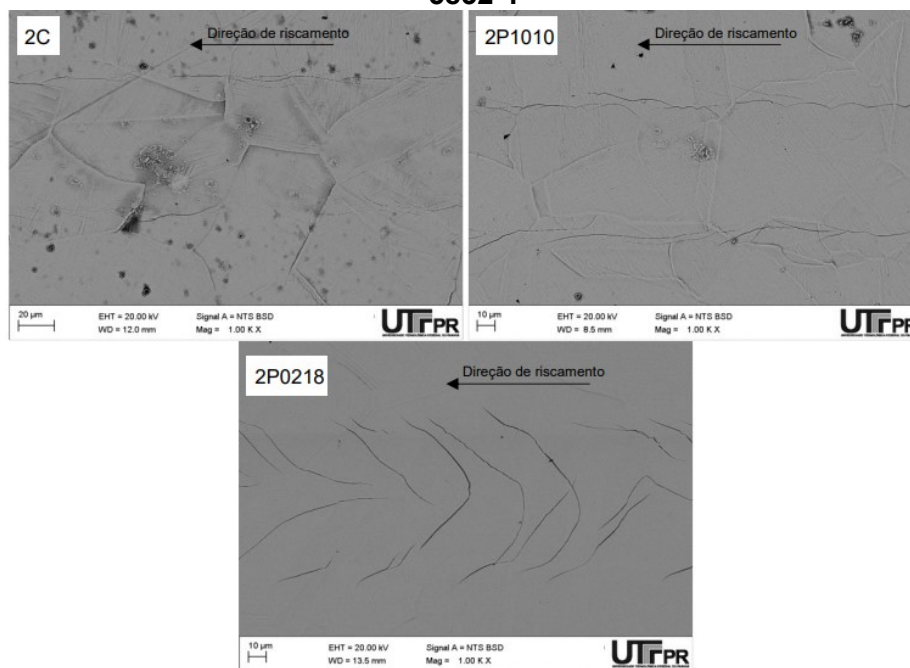
Figura 16 - Determinação da carga crítica com a primeira trinca encontrada na trilha



Fonte: ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020)

Ao analisar as trilhas presentes na Figura 17 os autores constatam que o mecanismo de desgaste mais proeminente nas amostras é o microsulcamento, visto que o volume realmente perdido é apenas uma fração do volume do sulco, apontando que há mais deformação plástica do que remoção de material. E a amostra 2C apresentou menor desgaste, a 2P0218 a maior desgaste, com a 2P1010 em um patamar intermediário

Figura 17 - Imagem de topo obtidas por MEV, apresentando em detalhes a trilha de desgaste feita com carga constante de 5 N nas amostras nitretadas do ISO 5832-1



Fonte: ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020)

Neste trabalho será utilizada uma metodologia similar à de MARTINS E FEDALTO (2019) e ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020), porém para o material AISI 420.

3. METODOLOGIA

3.1. O material

O aço AISI 420 foi obtido em forma de chapas de 5 mm de espessura, as quais foram fornecidas pela empresa Aperam, para verificar se a composição química do AISI 420 está dentro do estabelecido pelas normas, foi realizado um ensaio de espectrometria de emissão ótica (*Optical Emission Spectroscopy - OES*), o qual seus resultados e comparação com a norma EN 10088-1:2014 são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 - Composição química do aço inoxidável AISI 420

	C	Cr	Mn	P	S	Si
AISI 420 Medido	0,3232	12,1927	0,2913	0,0236	0,0037	0,3939
EN 10088-1:2014	0,26 - 0,35	12 - 14	1,50 _{máx}	0,040 _{máx}	0,015 _{máx}	1,00 _{máx}

Fonte: Autoria própria e EN 10088-1:2014.

3.2. Identificação das amostras

Foram utilizadas um total de 9 amostras do AISI 420, as quais foram identificadas por meio de uma sequência lógica de nomenclatura referente a condição em que a amostra foi tratada. Onde as amostras que no estado de fornecimento são identificadas pela letra F na composição de sua nomenclatura, as nitretadas a letra N.

Para essa nomenclatura optou-se por usar uma concatenação da seguinte maneira: material (420) + sigla da operação (fornecimento, temperada, revenida e nitretada) + tempo de operação (quando necessário). A Tabela 12 apresenta as nomenclaturas que serão atribuídas ao AISI 420.

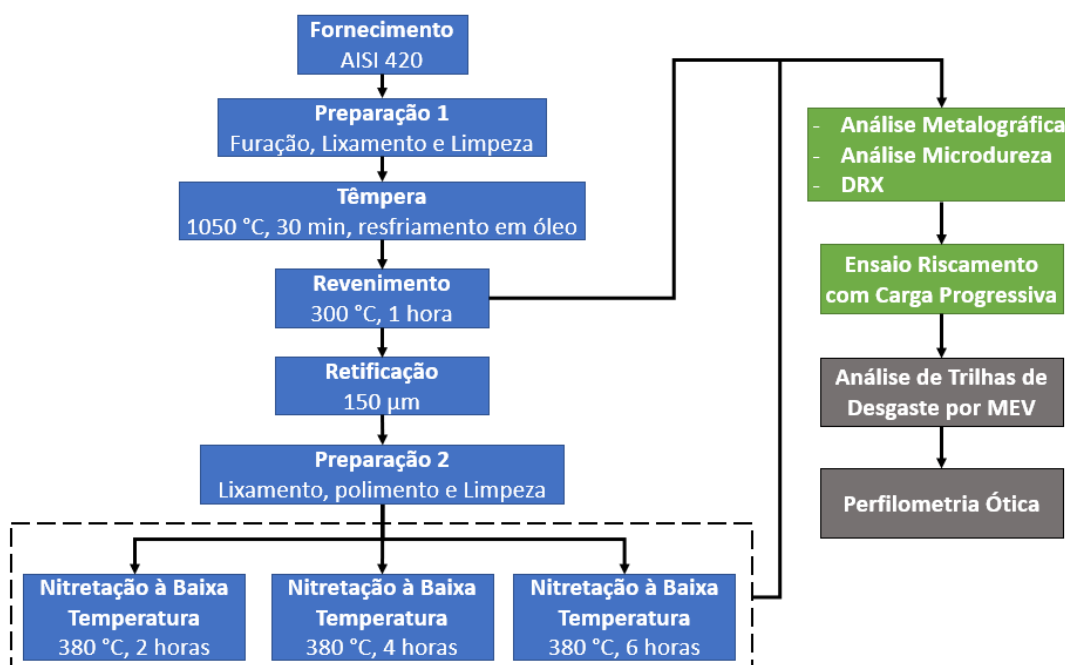
Tabela 12 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 420.

Amostra	Condição
420 F	Fornecimento
420 T	Temperada
420 TR	Temperada e Revenida
420 N.2	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura por 2 horas
420 N.4	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura por 4 horas
420 N.6	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura por 6 horas

Fonte: Autoria Própria

A Figura 18 apresenta um fluxograma que contém o procedimento experimental que foi seguido para o desenvolvimento deste trabalho, onde nos próximos tópicos será detalhado cada parte do fluxograma.

Figura 18- Fluxograma Experimental



Fonte: Autoria própria

3.3. Preparação 1

Cortou-se a chapa de AISI 420 em amostras de tamanho 30x30x5 mm utilizando corte a água. Após o corte realizou-se o lixamento das faces laterais externas com lixa de granulometria 320 mesh com a finalidade de remover imperfeições provenientes do corte e conseqüentemente evitar a formação de arcos durante o processo de nitretação.

Posterior ao lixamento as amostras foram submetidas ao processo de retificação plana tangencial para a remoção de defeitos provenientes da laminação assim como possíveis distorções geométricas.

Para finalizar a etapa de preparação 1, é realizada uma limpeza em banho de ultrassom, para isso as peças foram imersas em solução de 50 % de álcool etílico e 50% de água destilada por 30 min.

3.4. Têmpera

Após a preparação inicial as amostras foram temperadas e resfriadas com agitação em óleo até temperatura ambiente. Os parâmetros utilizados na têmpera do aço inoxidável AISI 420 são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera para o aço em estudo.

Parâmetros	Valor
Temperatura (°C)	1050
Velocidade	30
Patamar (min)	30

Fonte: Adaptado JANECKZO (2019)

O tratamento de têmpera consistiu na austenitização do material (ASM Handbook, 2007) na temperatura de 1050 °C por 30 minutos sob atmosfera de argônio. O forno utilizado para a têmpera foi o modelo EDG10P-S da marca EDG equipamentos.

3.5. Revenimento

Após o processo de têmpera as amostras foram submetidas ao revenimento em forno à vácuo modelo EDG10P-S da marca EDG equipamentos sob atmosfera de argônio. Os parâmetros utilizados no revenimento são dispostos na Tabela 14.

Tabela 14 - Parâmetros utilizados no processo de revenimento.

Parâmetros	Valor
Temperatura (°C)	300
Velocidade	30
Patamar (min)	60

Fonte: Adaptado JANECKZO (2019)

3.6. Retificação

Posterior ao revenimento as amostras foram submetidas a retificação com a finalidade de remover óxidos formados na superfície e também distorções geométricas que podem ser provenientes da têmpera (BORGES; ROCHA, 2011), onde neste processo é removido 150 μm de cada face por retificação plana tangencial.

3.7. Processo de nitretação a baixa temperatura

O processo de nitretação a baixa temperatura foi dividido em duas etapas, sendo a primeira uma preparação das amostras e a segunda a nitretação propriamente dita.

3.7.1. Preparação das amostras (Preparação 2)

Para realização da nitretação a baixa temperatura é necessário preparar as amostras, neste processo as amostras foram lixadas com as seguintes granulometrias de lixas: 220, 320, 400, 600, 1200 mesh. Após o lixamento as amostras foram polidas com a politriz rotativa modelo PL02E 200 da marca TECLAGO com suspensão de pasta de diamante sequencialmente em sessões com granulometrias de 9 μm , 3 μm , 1 μm .

Assim como na preparação inicial, as amostras foram limpas utilizando o banho em ultrassom com solução de álcool etílico e água destilada por 30 min.

3.7.2. Nitretação à baixa temperatura

Após a retificação e preparação, foram nitretadas a baixa temperatura 9 amostras de AISI 420 que foram submetidas a têmpera e revenimento.

Neste trabalho foi utilizada uma atmosfera gasosa de 70% N₂ + 20% H₂ + 10% Ar, temperatura de 380 °C. Para cada condição de tempo de nitretação, 2, 4 e 6 horas foram nitretadas três amostras do aço inoxidável AISI 420. Os parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 420.

Parâmetros	Limpeza da Superfície	Nitretação por Plasma
Temperatura (°C)	300 ± 10	380 ± 10
Tensão (V)	600	600
Pressão (Torr)	2,4 ± 0,2	3,0 ± 0,2
Tempo (horas)	1	2 - 4 - 6
Atmosfera gasosa	66,7% H ₂ +33,3% Ar	70% N ₂ + 20% H ₂ +10% Ar
T_{on} (µs)	60 a 80	45 a 55
T_{off} (µs)	250	250

Fonte: Janeckzo (2019)

3.8. Preparação para caracterização

Para análise metalográfica as amostras foram cortadas em pequenos paralelepípedos, utilizando uma máquina de corte automatizada modelo IsoMet 4000 da marca Buehler. Posteriormente foram limpas com banho de ultrassom por 10 minutos em mistura de detergente e água destilada e em outros 10 minutos em mistura de água destilada e álcool etílico.

Após a limpeza as amostras foram envoltas com fita de cobre e em sequência foram embutidas a quente com baquelite na embutidora modelo Predopress, da Marca Struers. Uma vez embutidas, as amostras foram lixadas em lixadeira rotativa modelo Knuth Rotor da marca Struers na gradação de lixas mesh 220, 320, 400, 600 e 1200 e polidas com a polítriz rotativa modelo PL02E 200 da marca TECLAGO com suspensão de pasta de diamante sequencialmente em sessões com granulometrias de 9 µm, 3 µm, 1 µm.

As amostras já polidas, foram limpas novamente com banho de ultrassom por 15 minutos em água destilada e detergente e em seguida por mais 15 minutos em mistura de álcool etílico e água destilada, possibilitando remover resquícios de lubrificante e outras impurezas da superfície do material para otimização do ataque químico.

Para o ataque químico do AISI 420 foi utilizado o reagente Marble (1g CuSO_4 + 5 ml HCl + 5 ml H_2O).

Os parâmetros de ataque químico utilizados nas amostras de AISI 420 são exibidos na Tabela 16.

Tabela 16 - Parâmetros de ataque químico AISI 420

Parâmetros	Reagente	Tempo (s)
420 TR	Marble	15
420 N.2	Marble	7
420 N.4	Marble	7
420 N.6	Marble	7

Fonte: Autoria Própria

3.9. Caracterização microestrutural e de dureza

3.9.1. Análise metalográfica por microscopia ótica

Utilizando o microscópio Olympus BX51M localizado no laboratório de microscopia do campus Ecoville da Universidade Tecnológica Federal do Paraná em Curitiba, foi realizada a análise metalográfica para cada amostra. O microscópio trabalha em conjunto o software ImagePro-Plus®, o qual realiza a captação e processamento das imagens obtidas.

Para caracterizar a espessura das camadas obtidas por nitretação a baixa temperatura utilizou-se a ferramenta de medição do software ImagePro-Plus®. Através da medição da distância entre a superfície da amostra até o fim da camada branca formada na nitretação.

3.9.2. Análise de microdureza

Para a medição da microdureza foi utilizado o microdurômetro modelo HMV-2 da marca Shimadzu localizado dentro do laboratório de Microscopia da Universidade Tecnológica Federal do Paraná no campus Ecoville em Curitiba.

Por se tratar da medição de finas camadas, é adotada a escala de microdureza do tipo Vickers pois possui o formato de indentação mais adequada.

As medições de microdureza de perfil foram feitas com carga HV (0.05 kgf), por 10 segundos, em superfície polida, a menor carga possível que permitia que o erro de leitura das diagonais da indentação não tivesse influência significativa no valor da microdureza.

3.9.3. Difração de Raios X (DRX)

O equipamento utilizado para se realizarem as difrações de raios-X foi um difratômetro Shimadzu XRD-7000, presente no CMCM (Centro Multidisciplinar de Caracterização de Materiais) da UTFPR, equipado com um tubo de cobre de comprimento de onda (λ) de 1,5406 Å.

Para identificar a composição de fases presentes na camada, foram realizadas análises de DRX, com 2θ entre 30° e 100° o escaneamento foi contínuo com velocidade de $2^\circ/\text{min}$ e uma amostragem a cada $0,02^\circ$. A tensão utilizada foi de 30 kV e corrente de 30 mA. (JANECZKO, 2019)

3.10. Caracterização tribológica

3.10.1. Equipamento

O ensaio de Scratch Test foi executado no equipamento CETR-UMT-Bruke (Center for Tribology Research – Universal Materials Tester) do Laboratório de Superfícies e Contato (LASC) da UTFPR. Para realizar os riscos foi utilizando um indentador de diamante do tipo Rockwell C com raio de ponta de 0,2 mm. Deste modo atendendo a norma ASTM G171, a qual sugere uma ponteira de diamante e com ponta arredondada.

Os dados adquiridos pelo equipamento a cada tomada de tempo foram:

- tempo [s];
- força normal [N];
- força de atrito [N];
- coeficiente de atrito cinético;
- posição do risco [mm];

A aquisição dos dados acima mencionados ocorreu a cada 0,001 s, ou seja, a frequência de aquisição dos dados é de 1 kHz.

Os procedimentos a seguir foram realizados nas amostras apresentadas no Quadro 2.

Quadro 2 - Amostras sujeitas ao ensaio de riscamento.

Amostras <i>Scratch Test</i>
420 TR
420 N.2
420 N.4
420 N.6

Fonte: Aatoria Própria

3.10.2. Ensaio Carga Progressiva

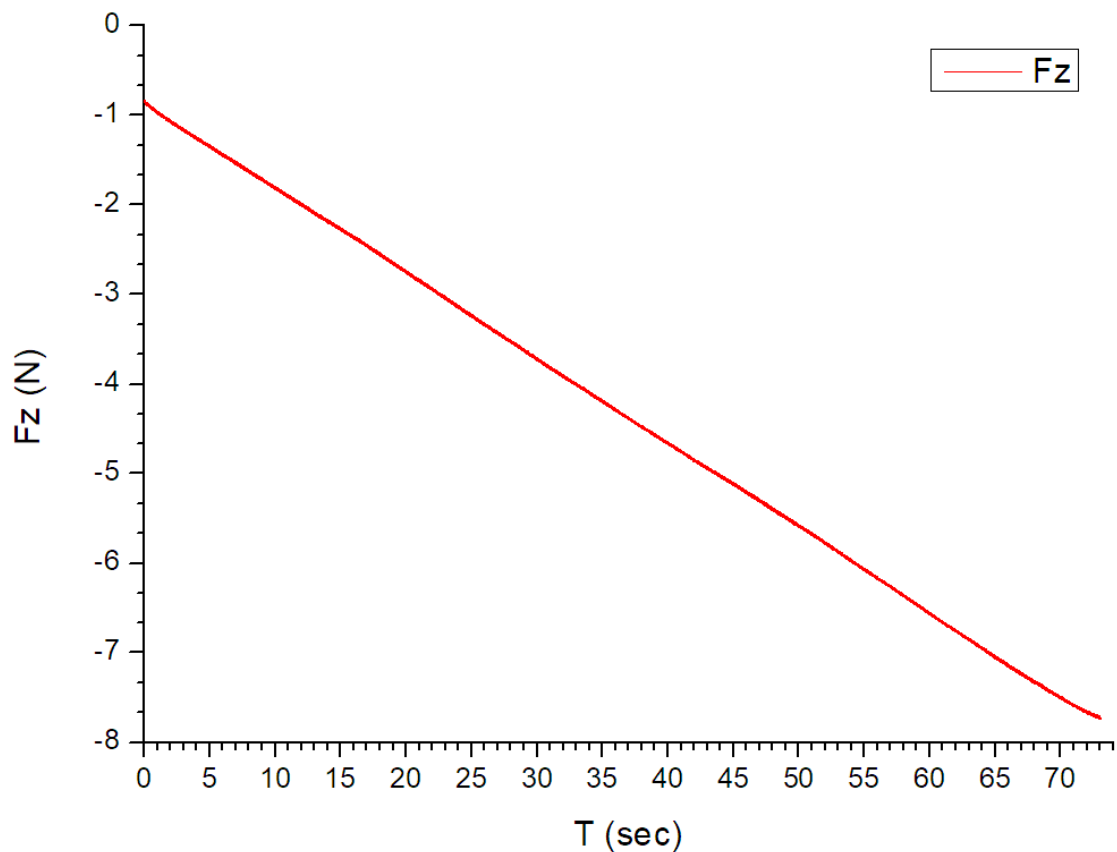
O Ensaio de riscamento com carga progressiva foi realizado com a finalidade de definir a carga crítica de desgaste. Para isso, fez-se um ensaio entre as cargas de 1 a 8 N e 10 a 35 N utilizando uma velocidade constante de 0,17 mm/s, e comprimento do risco de 10 mm.

3.10.3. Carga Crítica

Para determinar a carga crítica utilizou-se como critério a aparição das primeiras trincas como ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020), utilizando o MEV como instrumento para realizar essa verificação, pois sabe-se que as trincas aparecem onde há o rompimento/fratura da camada nitretada. Deste modo, com o auxílio da microscopia por varredura eletrônica, foi realizado uma medição em relação ao início da trilha de desgaste e a primeira trinca aparente, com essa distância foi possível identificar qual a força atuante com os dados do ensaio realizado no tribômetro.

Com o parâmetro de velocidade do teste (0,17 mm/s) e com a medida pode-se calcular qual o tempo em que ocorreu a trinca, como indica a equação (1), onde tempo (t) é obtido pela divisão da distância medida (d) pela velocidade de riscamento (v) e utilizando o gráfico gerado pelo teste como mostra a Figura 19 é possível descobrir qual a carga atuante naquele momento.

$$t = d/v \quad (1)$$

Figura 19 - Gráfico com variação da carga aplicada versus tempo

Fonte: Aatoria Própria

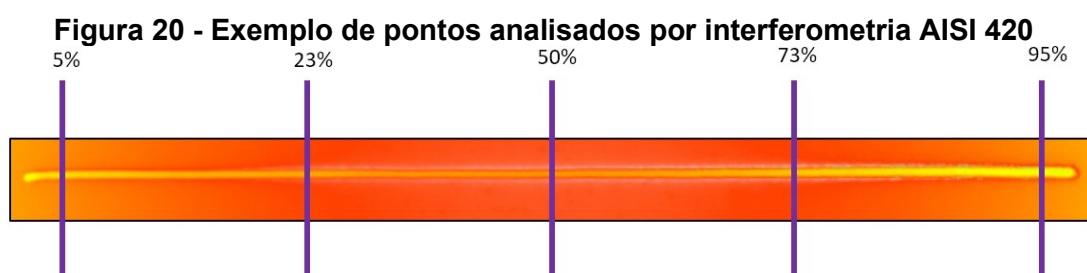
3.10.4. Análises das trilhas de desgaste por MEV

Realizou-se a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura das trilhas de desgaste, a fim de determinar mecanismos de desgaste envolvidos, assim como identificar a posição das primeiras trincas. As análises por MEV foram realizadas utilizando um microscópio modelo EVO-MA15, da marca Zeiss, pertencente a UTFPR.

3.10.5. Análise via interferometria óptica

Através do interferômetro CCI Talysurf Lite, fabricado pela Taylor, fez-se a análise via Interferometria Óptica, a qual teve como objetivo definir a profundidade, a área de desgaste e assim definir a quantidade de material removido ou deformado.

Para isso, foram medidos 5 pontos em cada trilha, um ao início, antes do meio, meio, após o meio e ao final (5%,23%,50%,73% e 95%), como exemplifica a Figura 20. Deste modo, os pontos podem ser comparados entre as trilhas uma vez que a carga atuante nelas devem ser bem próximas, devido aos pontos serem aproximadamente nas mesmas distâncias. É possível também comparar a área desgastada e a altura de *pile ups* para cada condição em seus pontos, tendo assim um referencial para avaliar a efetividade dos tratamentos em seu comportamento tribológico. A Tabela 17 apresenta os valores aproximados de cargas atuantes para cada condição de trilha.



Fonte: Autoria Própria

Tabela 17 - Força atuante aproximada por distância da trilha

Distancia (%)	Fz (N)		
	1-8 N	10-25 N	20-35 N
5%	1,2	11,4	21
23%	2,6	14,2	22,3
50%	4,4	18,7	27,2
73%	5,7	19,9	29,5
95%	7	25	34

Fonte: Autoria Própria

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados dos experimentos descritos no Capítulo 3. De início, são apresentadas as microscopias das camadas, bem como os valores das espessuras. Posteriormente, dispendo dos resultados obtidos do ensaio de riscamento sob carga progressiva, é apresentado o procedimento utilizado para a determinação da carga crítica, juntamente com as medidas de interesse obtidas por meio de Interferometria Óptica e as análises por MEV das trilhas de desgaste. O fechamento do capítulo é dado com a comparação de desempenho das amostras em relação à resistência ao riscamento.

4.1. Análise metalográfica e microdureza

A análise metalográfica e microdureza foi dividida em 3 tópicos principais, sendo eles a microscopia ótica, a qual avalia a seção transversal das amostras nitretadas e a espessura das camadas. O segundo tópico é a análise de microdureza, a qual proporciona uma melhor caracterização das camadas para discutir os posteriores resultados de desgaste e o último tópico se trata de uma análise de DRX (difração de raios X) para verificar a composição de fase das camadas.

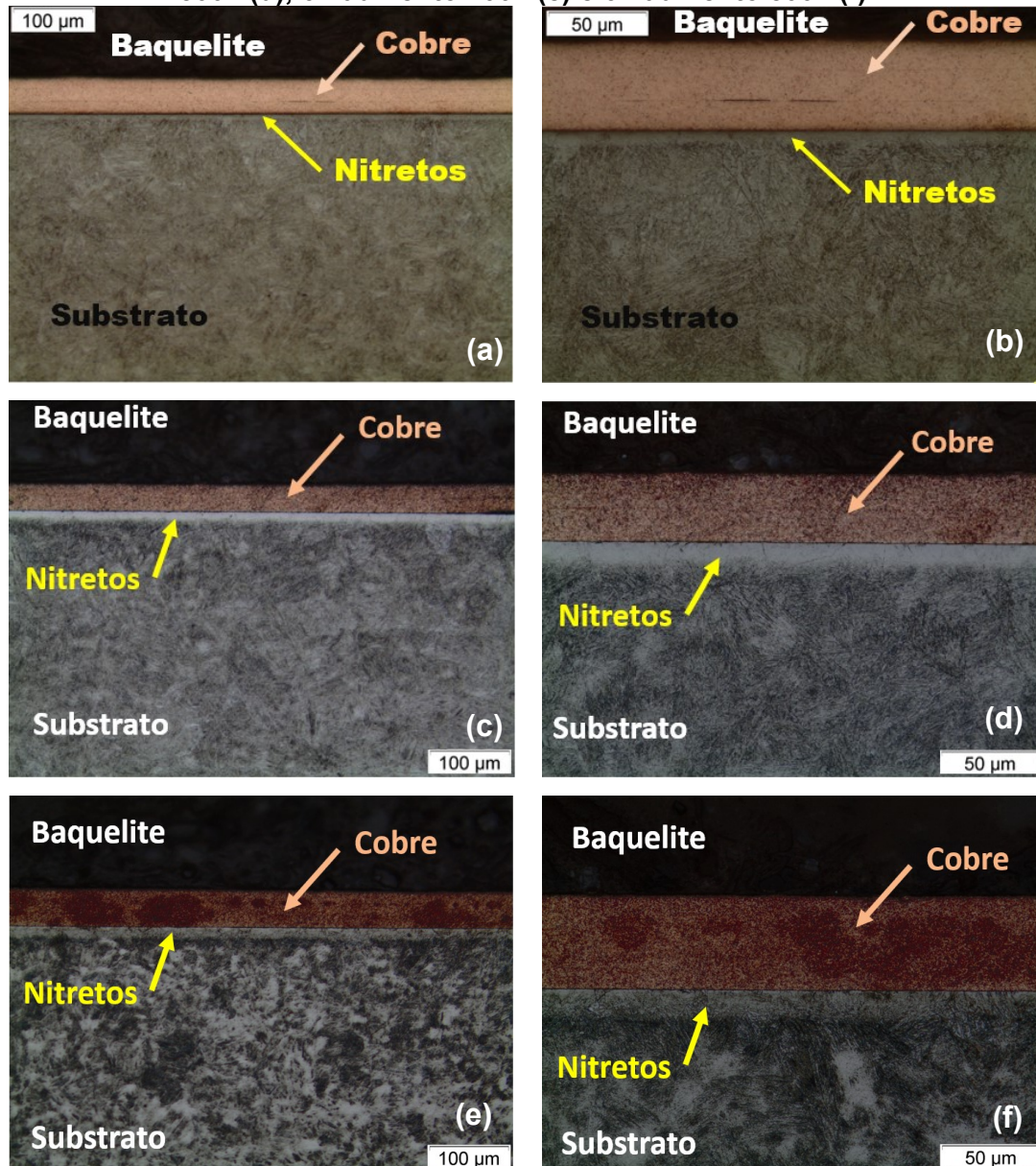
4.1.1. Microscopia ótica

Ao realizar a microscopia ótica do AISI 420 para as condições de nitretação a baixa temperatura por 2, 4 e 6 horas foi possível observar a formação da camada nitretada, assim como medir a espessura desta camada. Na Figura 21, são apresentadas as imagens obtidas por microscopia ótica.

Ao analisar a Figura 21 pode-se perceber que o substrato possui uma microestrutura formada por várias “agulhas” caracterizando uma matriz martensítica, como o esperado. Logo acima do substrato é possível observar uma camada mais clara, essa camada são os nitretos formados devido a nitretação. Observou-se que a amostra nitretada por 6 horas apresentou 15,1 μm , enquanto as amostras de 4 e 2 horas apresentaram 12,6 e 6,2 μm respectivamente. Pode-se também observar que há um aumento da espessura conforme o tempo de nitretação é aumentado, assim como em JANECKZO

(2019), na Tabela 18 é possível comparar as espessuras obtidas por esse presente trabalho com as de JANECKZO (2019), SCHUER (2013) e SHEN, H.; WANG, L (2020).

Figura 21 - Microscopia ótica realizada nas amostras nitretadas em 380°C, por 2h com aumento de 200x (a), 2h aumento 500x (b), 4h aumento 200x (c), 4h aumento 500x (d), 6h aumento 200x (e) e 6h aumento 500x (f).



Fonte: Autoria própria

Tabela 18 - Espessura de camada para o AISI 420

Tempo	Espessura da Camada (μm)			
	SCHUER (2013)	JANECKZO (2019)	H.Y. SHEN, L. WANG (2020)	Este Trabalho
	350 °C	380 °C	390 °C	380 °C
2 h	5,2	7,4 \pm 0,72	-	6,2 \pm 0,33
4 h	10,9	16,7 \pm 0,6	6	12,6 \pm 0,45
6 h	14,8	18,4 \pm 1,1	-	15,1 \pm 0,39

Fonte: A autoria própria com dados de SCHUER (2013), JANECKZO (2019) e SHEN, H.; WANG, L (2020)

Os resultados apresentados na Tabela 18 indicam que apesar das condições de nitretação serem as mesmas de JANECKZO (2019), as espessuras de camada obtidas se assemelham a de SCHUER (2013), o qual realizou a nitretações a 350°C. Quando comparado esse resultado com o de SHEN, H.; WANG, L (2020), percebe-se que apesar de nitretar a uma temperatura maior que os outros trabalhos, o autor obtém uma camada mais fina para 390°C por 4 horas.

4.1.2. Microdureza

Para verificar a dureza das camadas nitretadas e da amostra temperada e revenida foram realizadas medições de dureza de topo, essas durezas juntamente com as espessuras de camada podem ser observadas na Tabela 19.

Tabela 19 - Dureza e espessura de camada do AISI 420.

Amostra	Dureza (HV_{0,05})	Espessura (μm)
420 TR	402,5 \pm 9,5	-
420 N.2	1031,1 \pm 60,0	6,2 \pm 0,33
420 N.4	1468,6 \pm 75,1	12,6 \pm 0,45
420 N.6	1318,3 \pm 76,4	15,1 \pm 0,39

Fonte: A autoria própria

É possível observar que ao realizar a nitretação de por duas horas foi possível elevar a dureza superficial da amostra de 402,5 \pm 9,5 HV para 1031,1 \pm 60,0 HV, ao aumentar o tempo de nitretação de 2 para 4 horas a dureza aumenta, porém, ao aumentar para 6 horas essa dureza diminui apesar de ocorrer um aumento de espessura de camada.

Acredita-se que essa diminuição da dureza se dê por conta do aumento na grosseria dos precipitados, pois em tempos mais longos temos o crescimento

no tamanho dos precipitados, levando a uma fragilização da camada, tem-se como evidencia para essa hipótese a passagem da fase de α'_N para ε -Fe_{2+x}N que pode ser observada na Figura 24.

Na Tabela 20 é possível observar que para outros autores há um aumento de dureza com o aumento do tempo de nitretação, quando comparado as durezas de SCHUER (2013), JANECKZO (2019) e SHEN, H.; WANG, L (2020).

Ao comparar as durezas do presente trabalho com os demais, constata-se que foi obtido uma dureza superior as demais, acredita-se que os autores SCHUER (2013) e JANECKZO (2019) obtiveram durezas menores devido a carga utilizada para medição de dureza, uma vez que uma carga elevada (300 gramas) pode levar a uma medição com maior influência do substrato, já que se tem uma camada relativamente fina.

Tabela 20 - Comparação de dureza de camada para diferentes condições de nitretação AISI 420

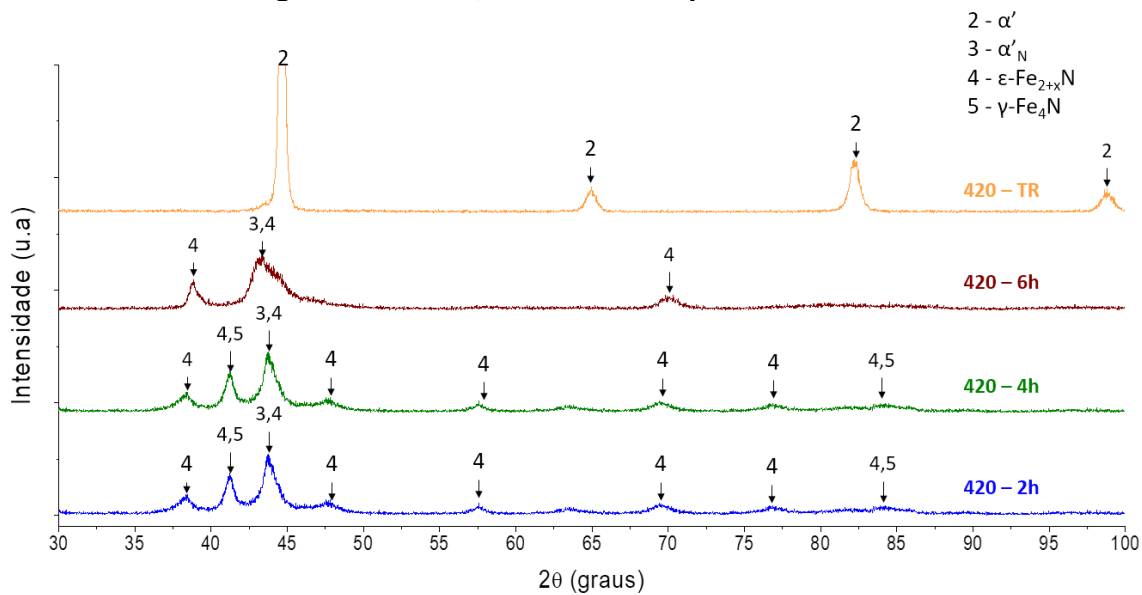
Tempo	Dureza da Camada			
	SCHUER (2013) 350 °C (HV _{0,3})	JANECKZO (2019) 380 °C (HK _{0,3})	H.Y. SHEN, L. WANG (2020) 390 °C (HV _{0,05})	Este Trabalho 380 °C (HV _{0,05})
TR	510 ± 15	543 ± 38	235 ± 25 (untreated)	402,5 ± 9,5
2 h	~ 580	789 ± 57	-	1031,1 ± 60,0
4 h	~ 820	1025 ± 130	650 ± 62	1468,6 ± 75,1
6 h	~ 950	1122 ± 140	-	1318,3 ± 76,4

Fonte: Autoria própria com dados de SCHUER (2013), JANECKZO (2019) e SHEN, H.; WANG, L (2020)

4.1.3. Difração de Raios X (DRX)

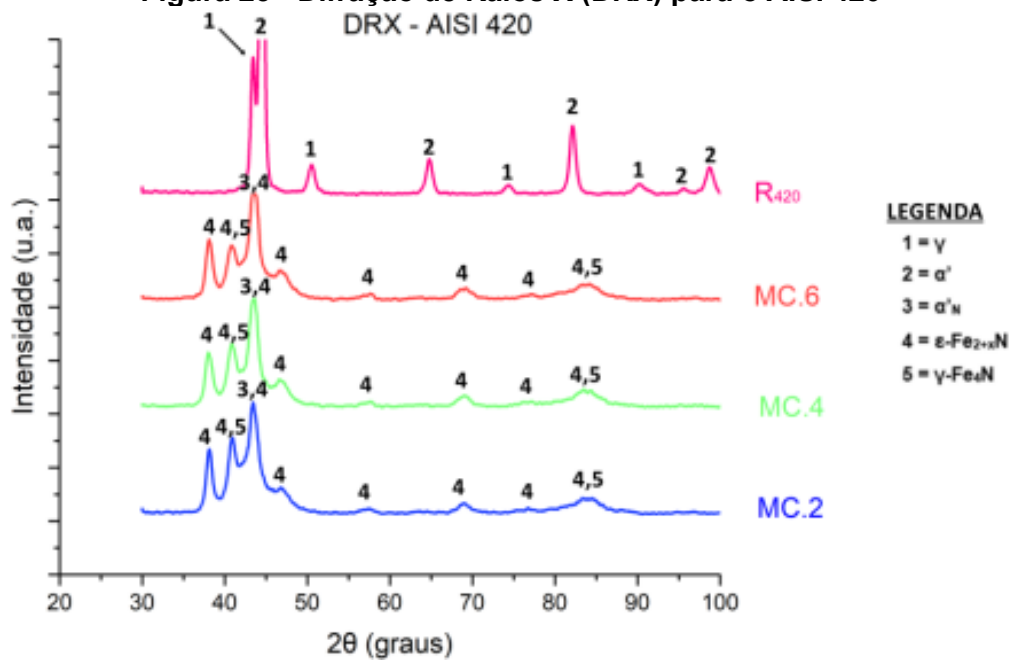
A Figura 22 apresenta o gráfico do DRX realizado nas amostras nitretadas e em estado de fornecimento, ao comparar os picos com os obtidos por JANECKZO (2019) (Figura 23) percebe-se que o AISI 420 nitretado por 2 e 4 horas se assemelham bastante. Porém, para o nitretado por 6 horas e estado de fornecimento, que não foi encontrado picos da fase austenítica (γ), deste modo a camada formada na amostra 420 N.6 possui dureza diferente das outras amostras nitretadas devido a suas fases, como o pico possui composição diferente, as durezas serão diferentes.

Figura 22 - Difração de Raios X para o AISI 420



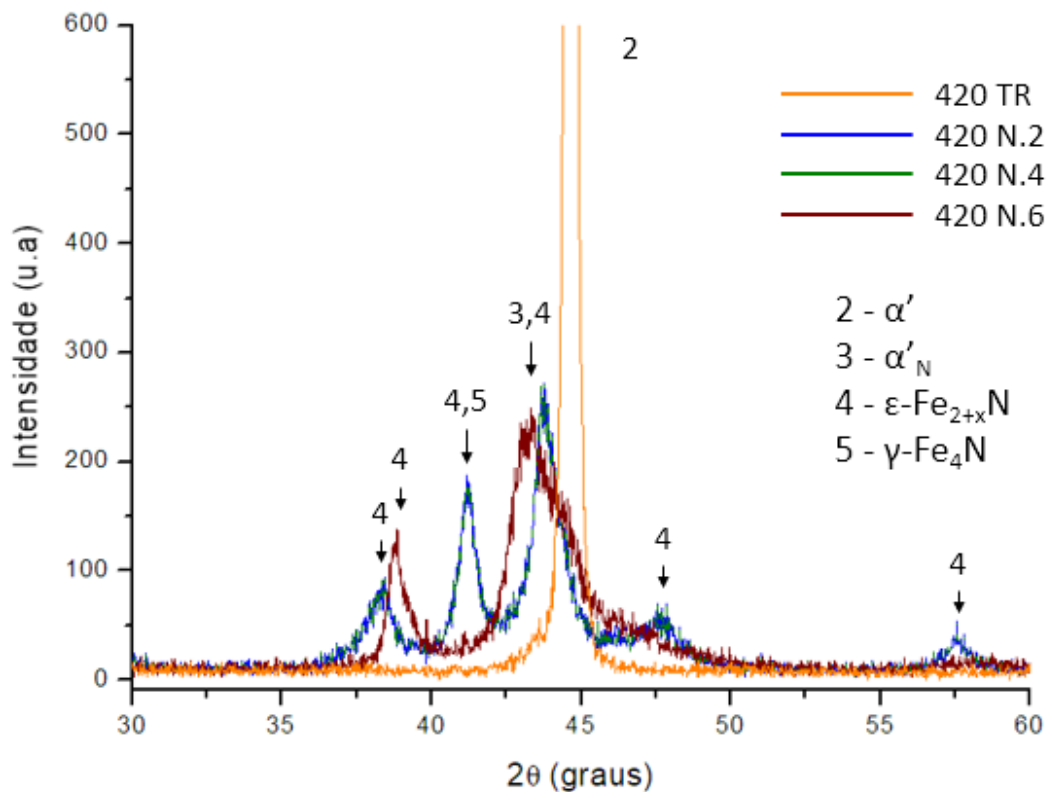
Fonte: Autoria própria

Figura 23 - Difração de Raios X (DRX) para o AISI 420



Fonte: JANECKZO (2019)

Figura 24 - Difração de Raios X para o AISI 420 (30 a 60°)



Fonte: Autoria própria

Na Figura 24, observa-se que a posição dos picos e intensidades para as condições nitretada 2 e 4 horas, são iguais. Isso mostra que apesar de a espessura de camada ser diferente, a dureza da camada deve ser a mesma. Já a condição de 6h de nitretação apresentou um DRX diferente das demais condições com o pico próximo de 43° deslocado para esquerda o que indica uma preferência para formação de $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}\text{N}$, assim como a maior intensidade apresentada pelo pico próximo de 38° o que colabora com a diferença de dureza apresentada na Tabela 19.

4.2. Análise trilhas de desgaste por MEV

Com o objetivo de identificar melhor os mecanismos de desgaste que as amostras estão sujeitas, foi realizada uma análise mais detalhada das trilhas de desgaste utilizando microscopia eletrônica por varredura, de modo a encontrar os pontos onde a carga crítica foi atingida.

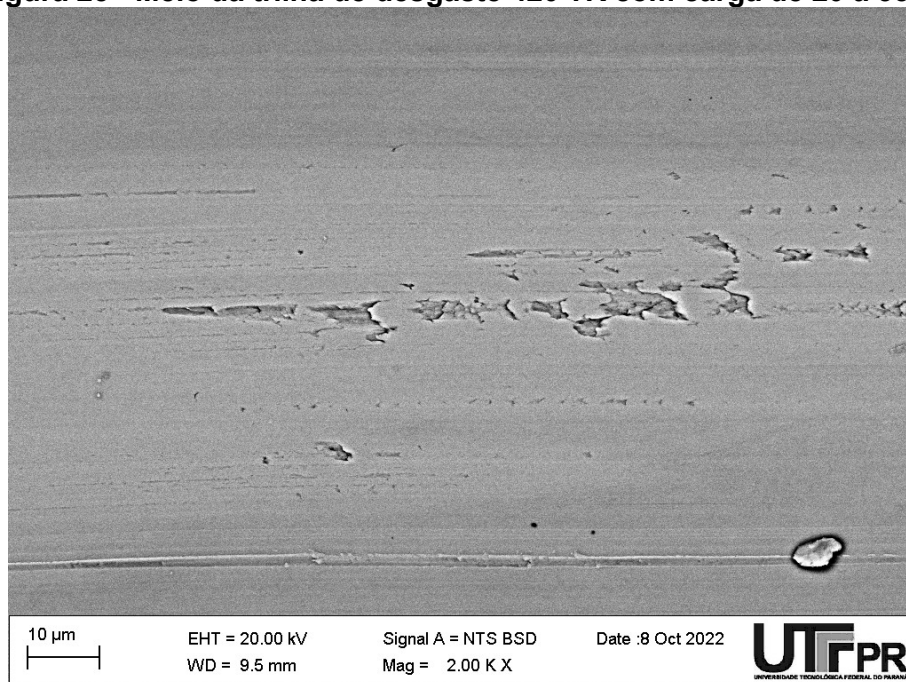
4.2.1. Amostra em estado de fornecimento (420 TR)

Na Figura 26, pode-se observar a formação de microtrincas, com um formato mais radial, o que indica que elas seguiram o sentido de deformação da trilha. Nos “*pile-ups*” é possível ver a alta taxa de deformação plástica do material, o que é esperado, uma vez que o mesmo possui uma baixa dureza e alta ductibilidade quando comparado as condições nitretadas.

Também é possível perceber que com o aumento de carga (10-25N) há um aumento da deformação plástica e o aparecimento de deslocamento de material em algumas zonas, com a severização das microtrincas. Porém, ao aumentar a carga para próximo de 35 N as microtrincas não se fazem mais presentes no final da trilha, esse fenômeno pode ser efeito do material deslocado pela adesão do material ao indentador, onde ao final esse material deslocado acaba cobrindo as trincas.

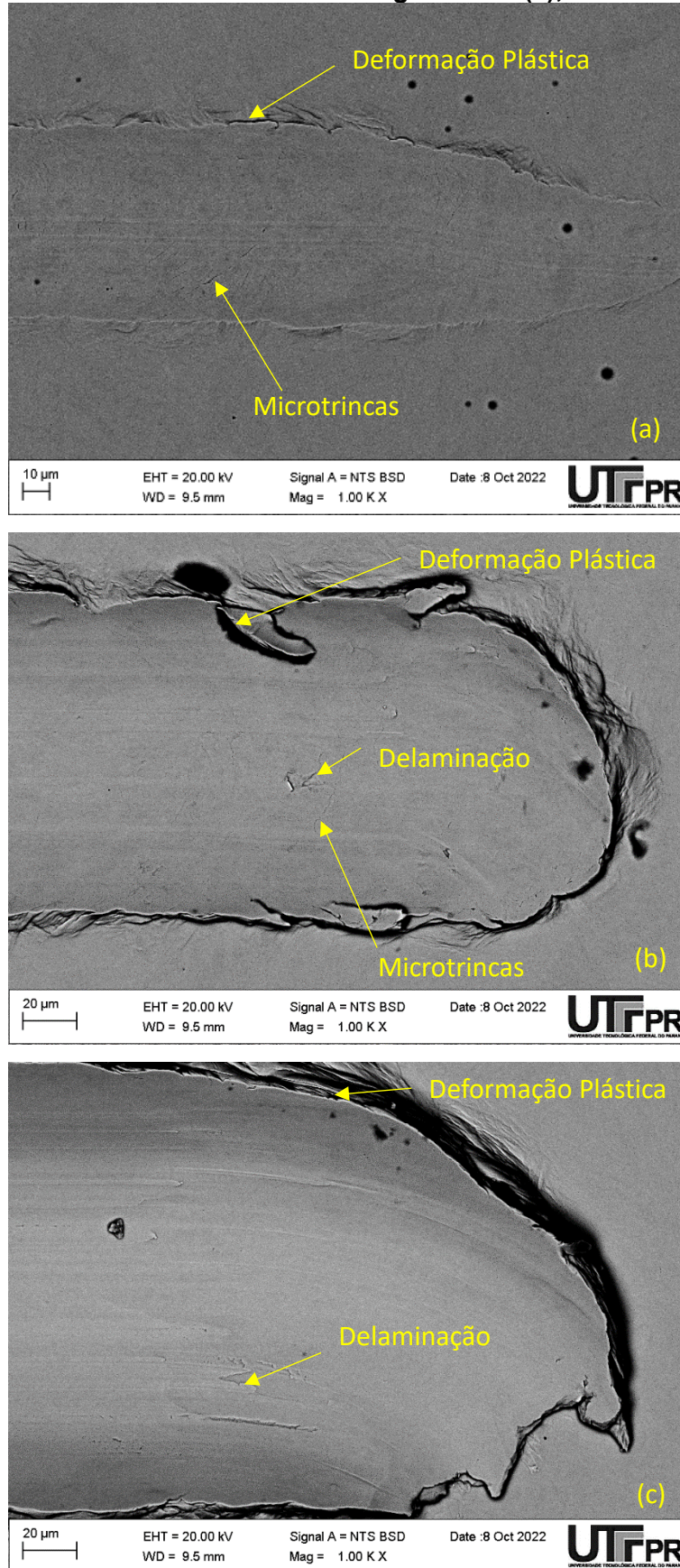
Já a Figura 25, mostra em mais detalhes da delaminação ocorrida devido a formação de uma superfície altamente encruada, assim como um risco de abrasão, provavelmente formado pelo deslocamento de alguma *débris* arrancada do próprio material. Com isso, pode-se constatar que a adesão foi predominante no AISI 420 TR.

Figura 25 - Meio da trilha de desgaste 420 TR com carga de 20 a 35 N.



Fonte: Autoria própria

Figura 26 - Final trilha 420 TR com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c)



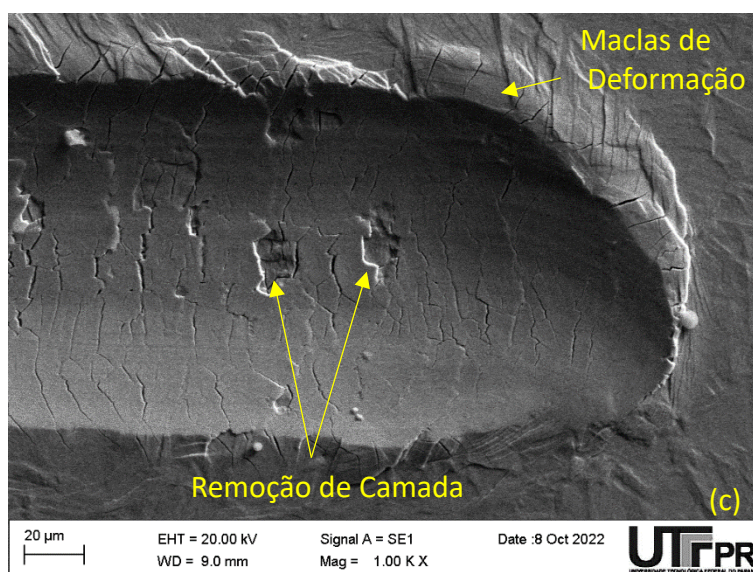
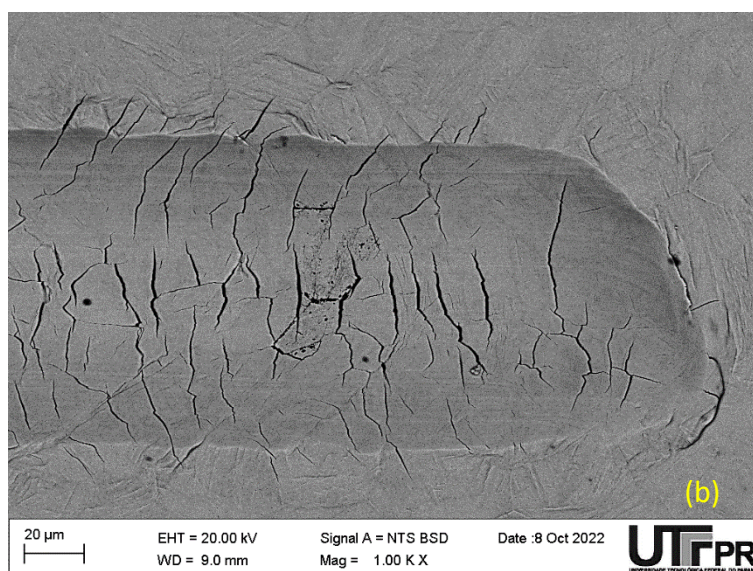
Fonte: Autoria própria

4.2.2. Amostra nitretada por 2 horas (420 N.2)

Para a amostra nitretada por duas horas, pode-se verificar uma grande diferença no aspecto da trilha, conforme se espera ao ter uma camada com elevada dureza em seu material. Na Figura 27 é possível observar a variação do final de trilha de desgaste para diferentes cargas.

Para uma camada de dureza mais elevada, obtêm-se uma maior fragilidade e conseqüentemente a aparição de trincas. Com o aumento da carga observa-se que a trilha fica mais suscetível a trincas e deformações plásticas, com as trincas se propagando para fora da trilha, na condição mais severa (35 N) é possível observar o deslocamento da camada. Para cargas de 1 a 8N as trincas formadas são transversais ao risco, ao aumentar essa carga para 10 a 25 N percebe-se que as trincas mantem o padrão transversal na parte mais central da trilha, porém, ganham uma forma radial ao se aproximar das bordas se propagando para a parte externa a trilha. Para cargas de 20 a 35 N o padrão de trincas se mante, porém apresentam remoção de camada decorrente de profundidade de risco superior a espessura da camada formada. Também estão presentes maclas de deformação ao final da trilha, decorrente do material deformado no processo de riscamento gerando as trincas externas a trilha.

Figura 27 - Final trilha 420 N.2 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c)



Fonte: Autoria própria

4.2.1. Amostra em nitretada por 4 horas (420 N.4)

Utilizando os mesmos critérios de carga para a condição de 4 horas, percebe-se uma camada muito mais suscetível a formação e propagação de trincas como mostra a Figura 29. Percebe-se uma maior densidade de trincas (trincas por μm), e trincas maiores com mais propagação para região externa da trilha. Porém, para essa condição não foi encontrado a remoção da camada como na condição de 2 horas.

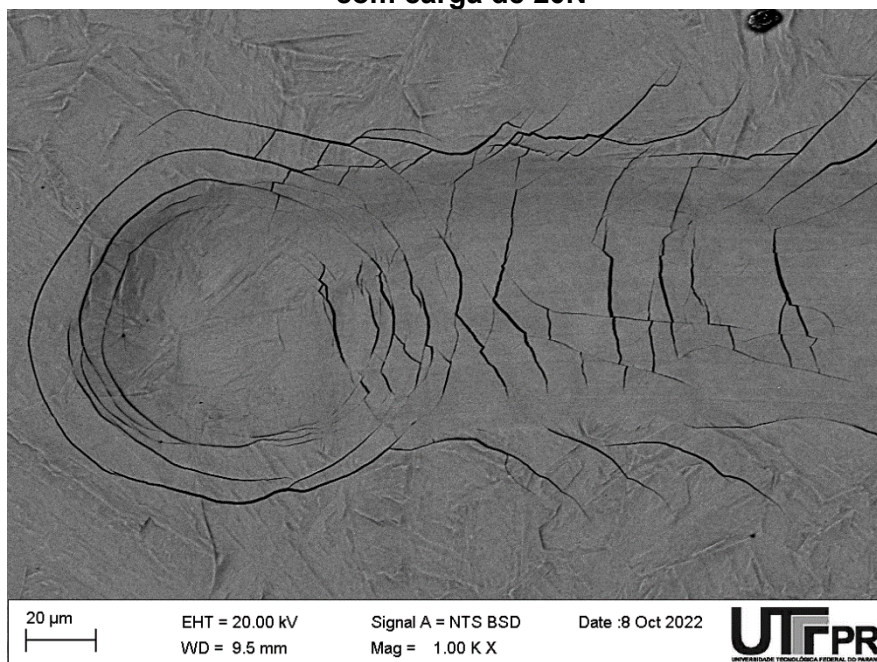
Com o aumento da espessura de camada percebe-se uma maior dificuldade para arrancamento de material. A deformação plástica das trilhas também diminui, isso pode ser percebido ao comparar a borda da trilha de desgaste das amostras nitretadas por 2 e 4 horas (

Figura 27 e Figura 29).

A diferença para essa condição é que as trincas parecem ter se propagado mais com a carga média (10 a 25 N) do que com a carga mais severa (20 a 35 N). Já na condição de carga baixa (1 a 8 N) as trincas se propagam para fora da trilha.

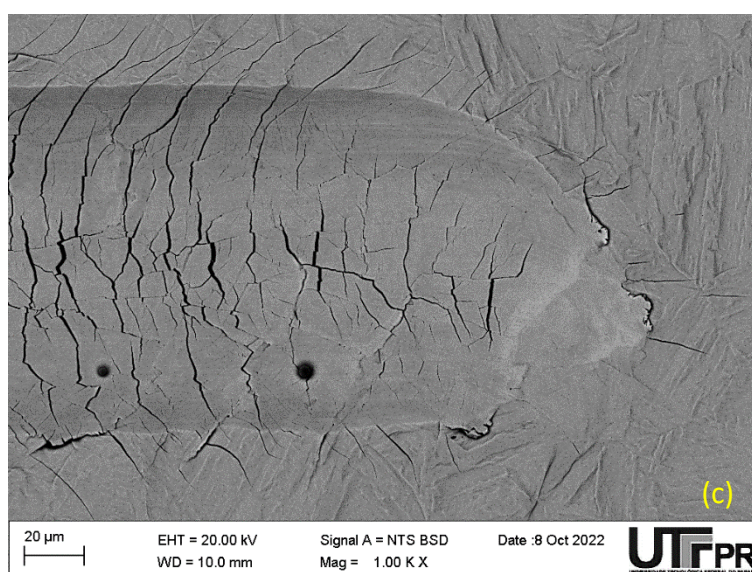
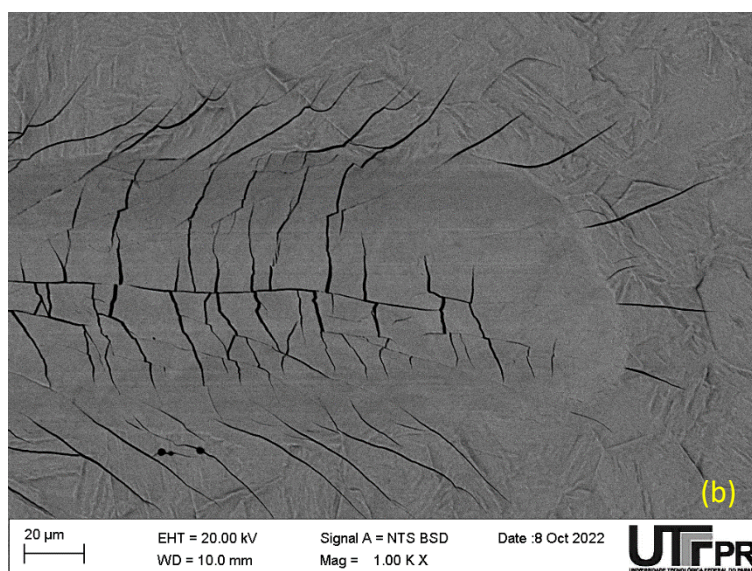
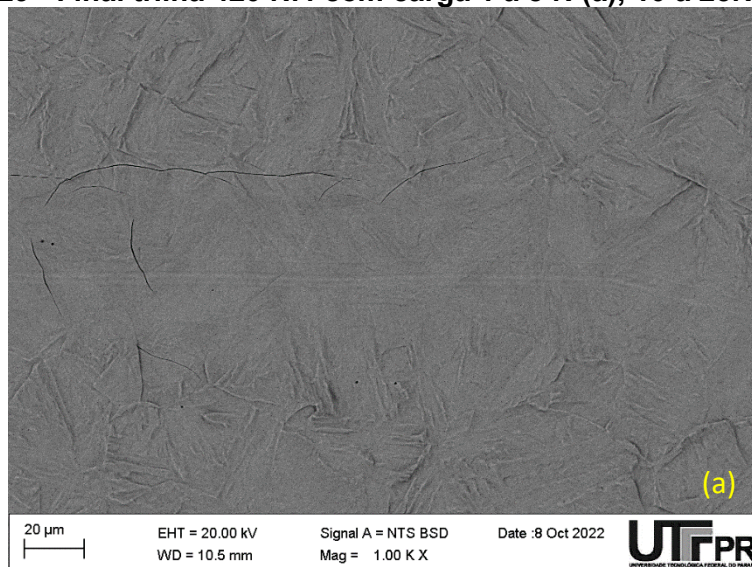
Outro detalhe, já no momento em que o indentador aplica a carga inicial, observou-se que trincas no formato de anel se formam fora da região de indentação produzida pela ponta do indentador, com carga inicial de 20N, como indica a Figura 28.

Figura 28 - Trinca gerada na carga inicial aplicada pelo indentador no 420 N.4 com carga de 20N



Fonte: Autoria própria

Figura 29 - Final trilha 420 N.4 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c)



Fonte: Autoria própria

As trincas apresentadas pela amostra com carga de 1 a 8 N agora além de apresentaram as trincas transversais a trilha, também apresentam trilhas externas a trilha, porém no “paralelas” do risco, ao intensificar esta carga para carga média (10 a 25 N) o padrão é diferente do apresentado pelo 420 N.2, esse padrão tem-se trincas no meio da trilha no mesmo sentido do disco combinado a trincas radiais e centrais, com uma intensificação das trilhas externas a trilha. Com cargas elevadas (20 a 35N) o padrão se mantém, porém com trincas menores no centro da amostra na mesma direção do risco. As maclas de deformação também se fazem presentes as amostras.

4.2.2. Amostra em nitretada por 6 horas (420 N.6)

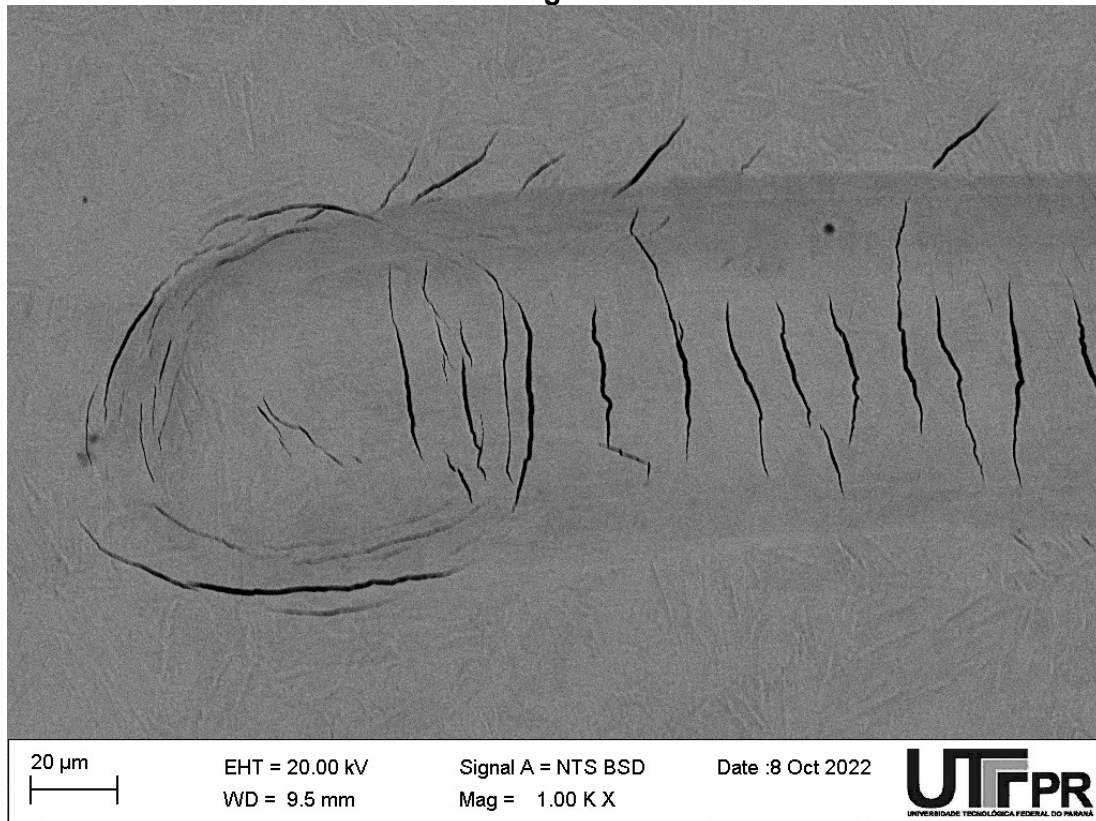
A amostra nitretada por 6 horas se comporta de forma parecida com a nitretada por 4 horas, é possível perceber que a deformação plástica nos *pile-ups* diminuiu quando comparado com o 420 N.4, as trincas para carga de 25 N se mostram menos severas, porém para 35 N se assemelham, as trilhas para a amostra nitretada por 6 horas são apresentadas na Figura 31. A trinca formada pela carga inicial do indentador também está presente na AISI 420 6H, com carga de 20N, como indica a Figura 30.

Para as amostras nitretadas foi possível perceber que elas sofreram abrasão (microsulcamento) e trincamento da camada devido ao efeito casca de ovo, uma vez que temos um substrato com dureza substancialmente menor quando comparado a camada nitretada, deste modo, a camada nitretada não absorve as deformações sofridas pelo substrato levando ao trincamento da mesma.

Os padrões de trincas apresentados por essa amostra têm como diferencial uma união das trincas radiais e centrais, as mesmas se unem formando uma trinca, a propagação das trincas radiais para a parte externa da trilha tem menor intensidade comparada ao 420 N.4. Percebe-se também uma tendência para formação de trincas menores no centro da trilha no sentido do risco. Ao final da trilha com carga próxima a 35N é possível observar uma mudança no sentido das trincas radiais, se opondo ao risco, uma das possibilidades para essa ocorrência é o retorno elástico sofrido pelo material após o riscamento, assim gerando tensões contrárias as aplicadas pelo ensaio de riscamento.

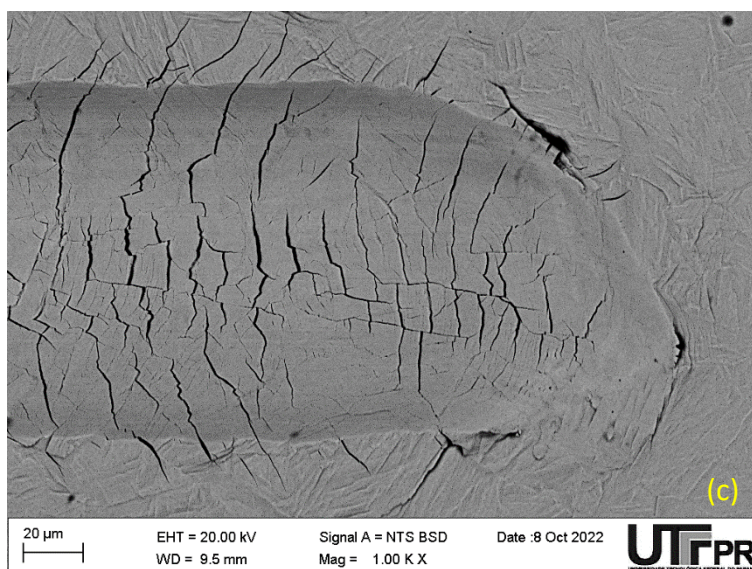
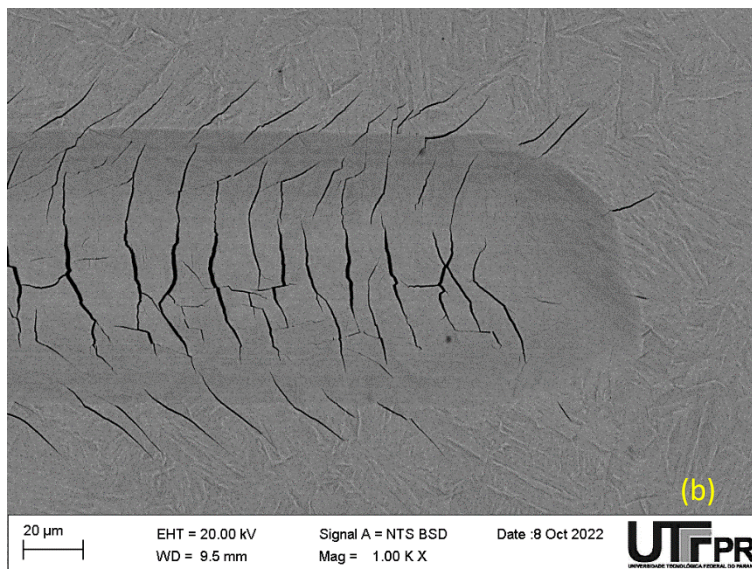
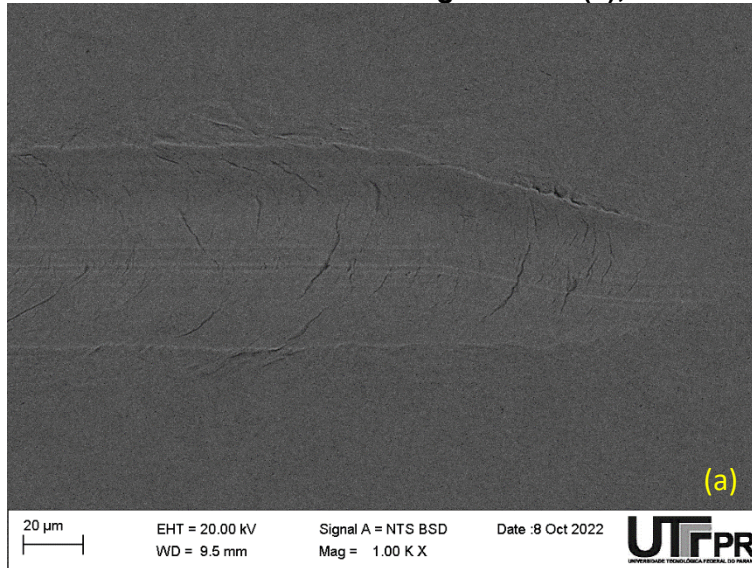
As trincas menos severas nesse material em relação ao 420 N.4 são decorrentes da diferença de dureza apresentadas pelas camadas, como temos uma camada mais dura para o 420 N.4, temos uma camada mais frágil onde as trincas se propagam com mais facilidade decorrente do efeito casca de ovo.

Figura 30 - Trinca gerada na carga inicial aplicada pelo indentador no 420 N.6 com carga de 20N



Fonte: Autoria própria

Figura 31 - Final trilha 420 N.6 com carga 1 a 8 N (a), 10 a 25N (b) e 20 a 35N (c)



Fonte: Autoria própria

4.2.3. Carga crítica

Para descobrir a carga crítica foi utilizado o método descrito na seção 3.10.3, com isso obteve-se as cargas exibidas na Tabela 21, onde para o 420 TR o aparecimento das microtrincas foram utilizadas como referência para definir a carga crítica. A carga crítica, para as amostras nitretadas ficaram em torno de 4N, um valor relativamente parecido quando comparado com o a carga de 5N obtido por ZARZYCKI e MAGALHÃES (2020).

Tabela 21 - Carga Crítica para AISI 420

Amostra	distância (mm)	T(s)	Carga (N)
420 TR	3,2	17,65	2,6
420 N.2	7,1	41,18	4,9
420 N.4	5,9	34,71	4,1
420 N.6	5,2	30,59	3,8

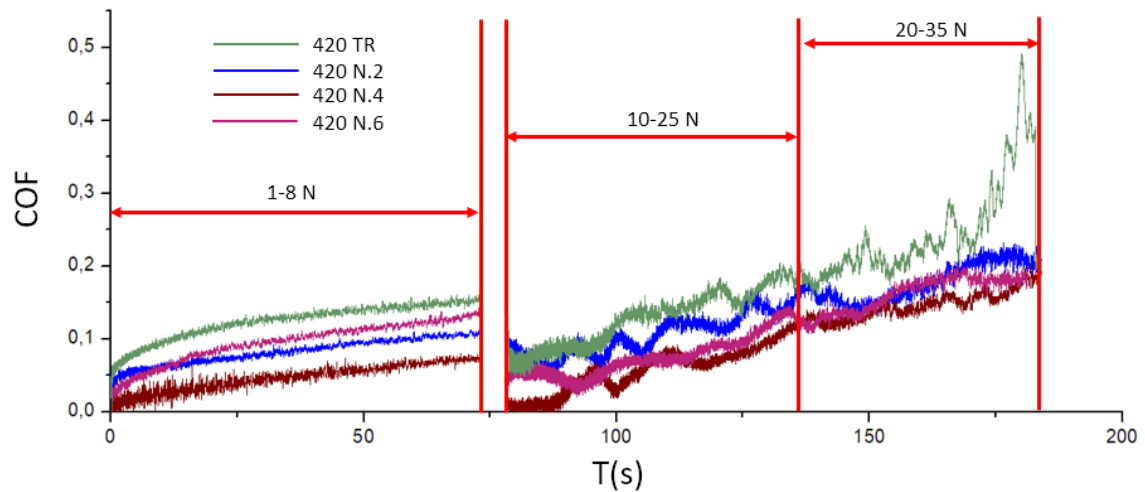
Fonte: Autoria própria

Observa-se um decréscimo da carga crítica com o aumento do tempo de nitretação, onde a amostra 420 N.2 apresenta maior carga crítica, o que pode ser decorrente de uma camada menos frágil deste modo ela pode absorver melhor as deformações do substrato, para as amostras 420 N.4 e 420 N.6 temos cargas bem próximas o que pode ser efeito da combinação de dureza e espessura da camada similar para ambas as amostras.

4.3. Coeficiente de atrito

Com a execução do riscamento progressivo foi possível obter o gráfico de coeficiente de atrito em função do tempo, o qual pode ser visualizado na Figura 32, percebe-se que para todas as cargas aplicadas o coeficiente de atrito da amostra 420 TR ficou acima das condições nitretadas. É possível perceber que uma grande variação no coeficiente, com vários “degraus”, uma das razões para isso ocorrer é a aparições das trincas mostradas na seção 4.2, levando a uma súbita desaceleração e alívio de carga do indentador.

Figura 32 - Coeficiente de atrito em função do tempo para o AISI 420 em diferentes condições

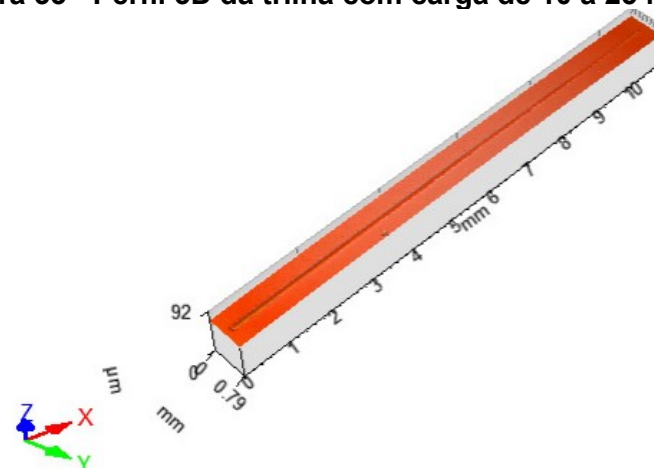


Fonte: Autoria própria

4.4. Interferometria óptica

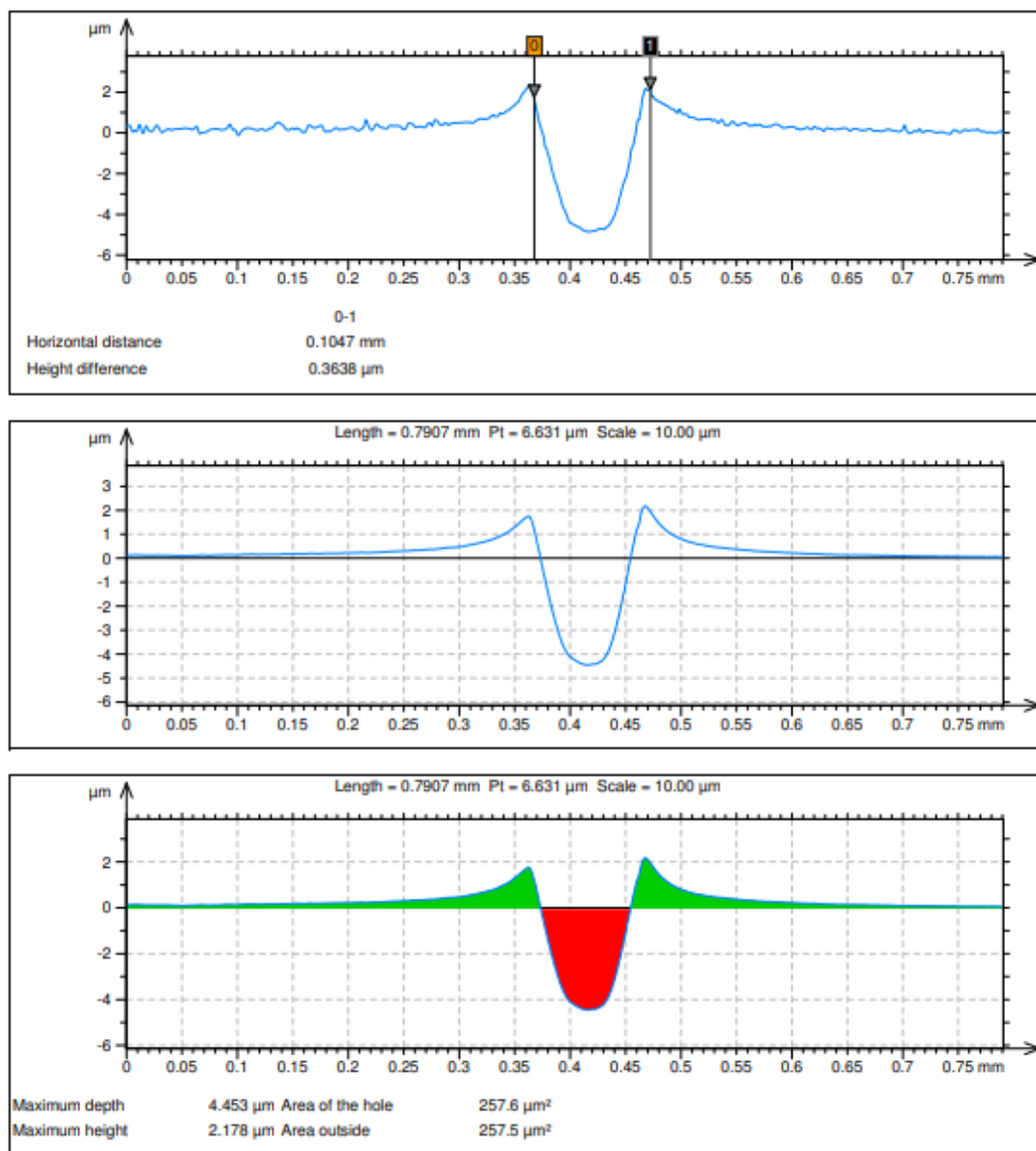
Para avaliar o desgaste sofrido pelas trilhas, foi realizada a análise no interferômetro, o perfil de trilha foi medido em 5 pontos diferentes, conforme detalhado na Figura 20, obtendo-se os parâmetros de área desgastada, e altura de *pile ups*. A Figura 33 mostra o perfil 3D para a trilha com carga de 10 a 25 N para a amostra 420 N.2, e a Figura 34 mostra o perfil desta trilha no ponto após o meio.

Figura 33 - Perfil 3D da trilha com carga de 10 a 25 N 420 N.2



Fonte: Autoria própria

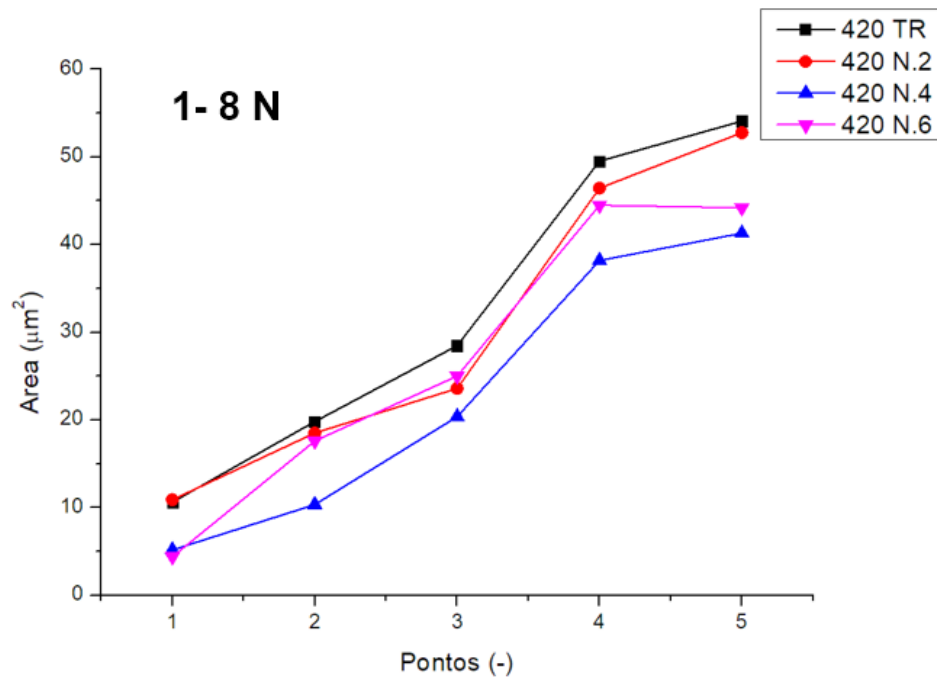
Figura 34 - Perfil 2D da trilha com carga de 10 a 25 N 420 N.2 no ponto anterior ao meio



Fonte: Autoria própria

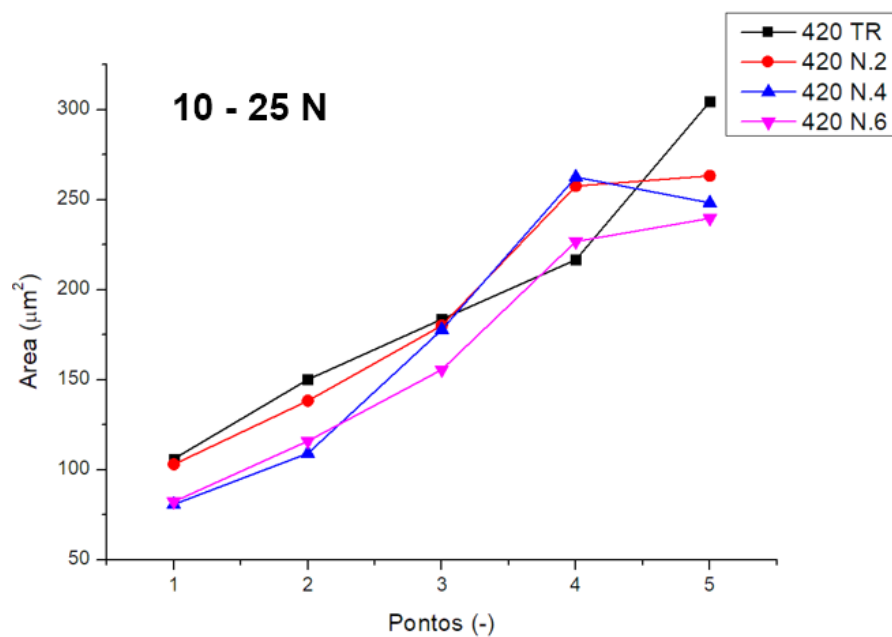
. As Figura 35, 36 e 37 mostram os valores de área desgastada para as trilhas de 1 – 8 N, 10 – 25 N e 20 – 35 N respectivamente, as quais serão parâmetro de comparação para poder avaliar o comportamento de desgaste nas amostras.

Figura 35 - Comparação das áreas desgastadas na trilha do 10 a 25 N.



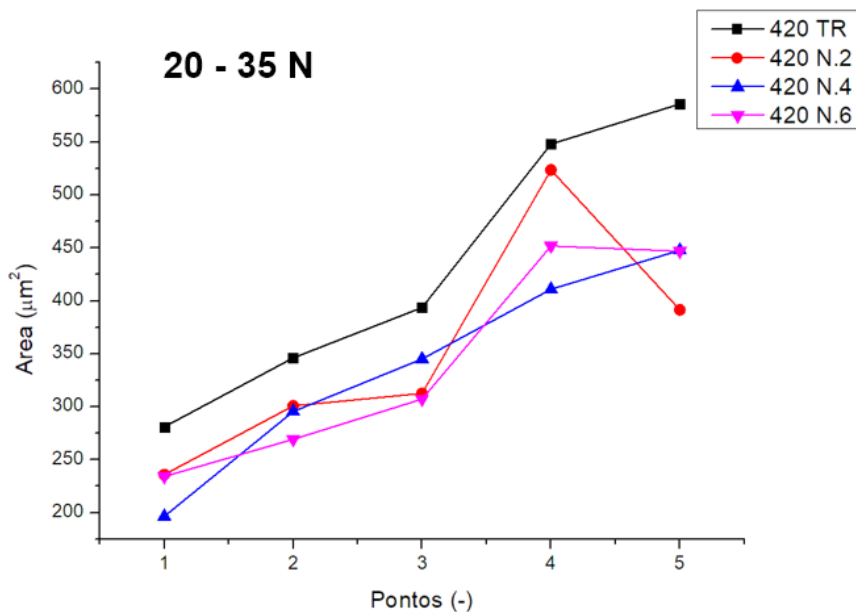
Fonte: Autoria própria

Figura 36 – Comparação das áreas desgastadas na trilha do 10 a 25 N.



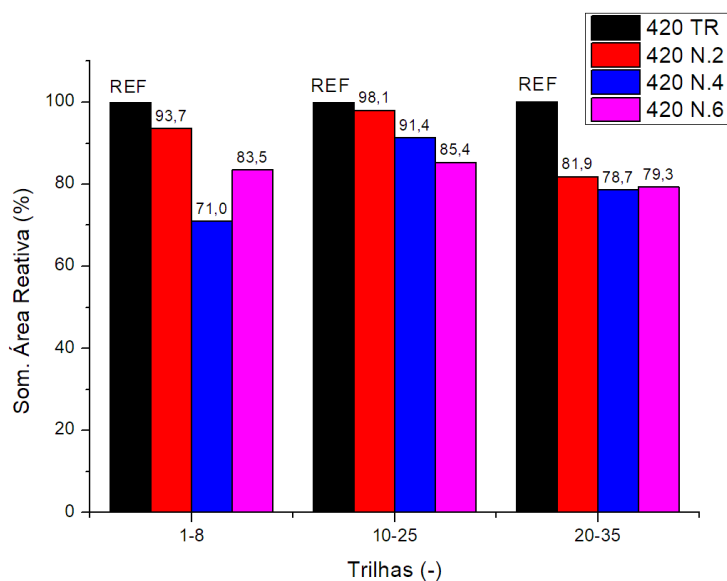
Fonte: Aatoria própria

Figura 37 - Comparação das áreas desgastadas na trilha do 20 a 35 N.



Fonte: Aatoria própria

Ao analisar os gráficos é possível constatar as condições nitretadas apresentam menores valores para áreas desgastada ao comparadas com ao 420 TR, também é possível perceber uma tendencia de aproximação dos valores de área desgastada entre amostras nitretadas com o aumento da carga aplicada. Para uma melhor visualização mais geral dos resultados, foi realizado um somatório das áreas, esse somatório foi utilizado para comparação entre as condições, onde o 420 TR foi definido como critério de comparação, e o desempenho das outras condições são avaliadas com base nessa referência, os resultados relativos são exibidos na Figura 38. Os valores numéricos para área desgastada podem ser encontrados no APÊNDICE A.

Figura 38 – Somatório de área desgastada relativa

Fonte: Autoria própria

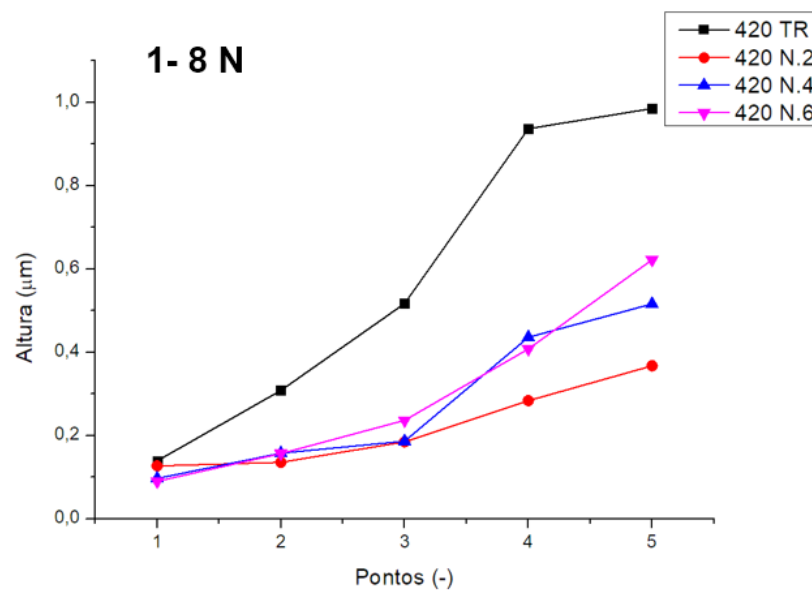
Ao analisar a Figura 38 observa-se que para cargas de menor intensidade (1 a 8 N) a amostra 420 N.4 apresenta menor área desgastada relativa e as amostras 420 N.2 e 420 N.6, ao severizar a carga (10 – 25 N) essa condição piora para a amostra nitretada por 4 horas e se mantém para as outras amostras, ao chegar em cargas mais elevadas (20 – 35 N) as amostras apresentam uma tendencia a se assimilarem nos valores de área desgastadas relativa.

Ao comparar esses resultados com o DRX, observa-se que a posição dos picos e intensidades destes, para as condições nitretada 2 e 4 h, são muito parecidas. Isso mostra que apesar de a espessura de camada ser diferente, a dureza da camada deve ser a mesma, onde a variação da dureza de topo e dá pela espessura da camada. Já a condição de 6h de nitretação apresentou um DRX diferente das demais condições, mostrando a formação preferencial de nitretos. Desta forma, seu comportamento frente às demais tem uma maior resistência ao riscamento, provavelmente devido a presença de mais nitretos.

Dentre todas as condições nitretadas, a única que obteve a profundidade da trilha superior à sua espessura de camada nitretada foi a amostra de 420 N.2, a mesma obteve uma profundidade de 6,8 μm , enquanto sua camada nitretada possui 6,2 μm , colaborando com a remoção de camada mostrada na Figura 27 (c).

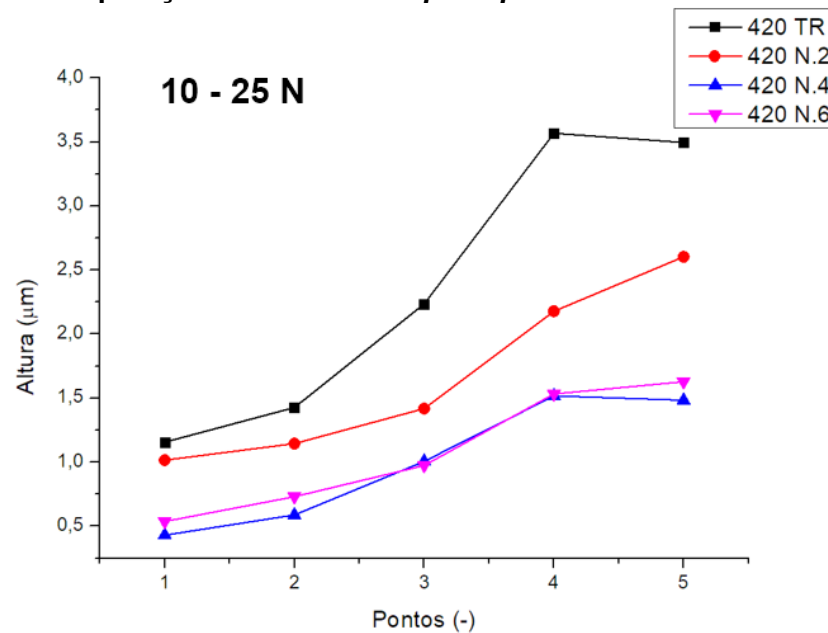
Outro fator que pode ser usado para avaliar a deformação plástica das trilhas são as alturas de *pile ups*, a qual pode dar uma base de quanto o material foi deformado de modo a ficar acima da linha neutra da superfície da trilha. As Figura 39, 40 e 41 mostram os valores de altura de *pile ups* para as trilhas de 1 – 8 N, 10 – 25 N e 20 – 35 N respectivamente, a comparação de seu somatório utilizando o 420 TR encontra-se na Figura 42.

Figura 39 - Comparação das alturas de *pile ups* na trilha do 1 a 8 N.



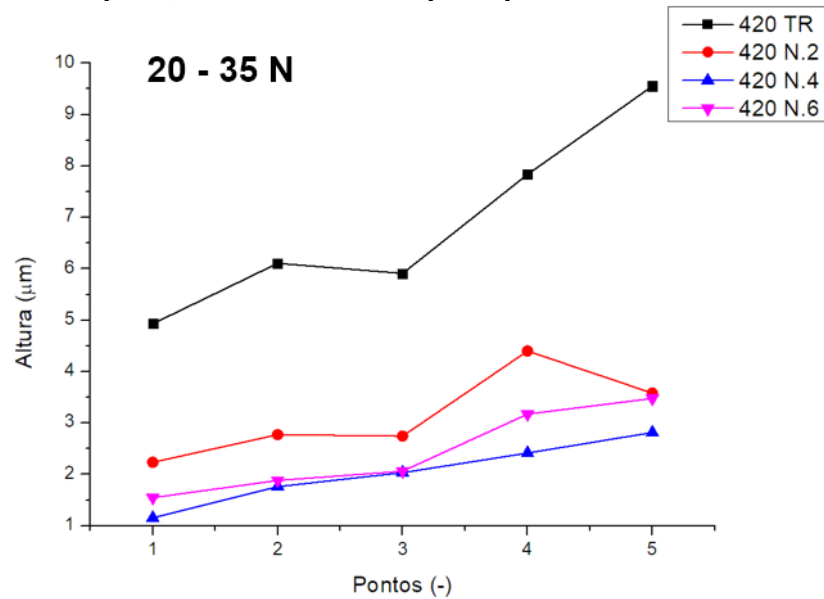
Fonte: Autoria própria

Figura 40 - Comparação das alturas de *pile ups* na trilha do 10 a 25 N.



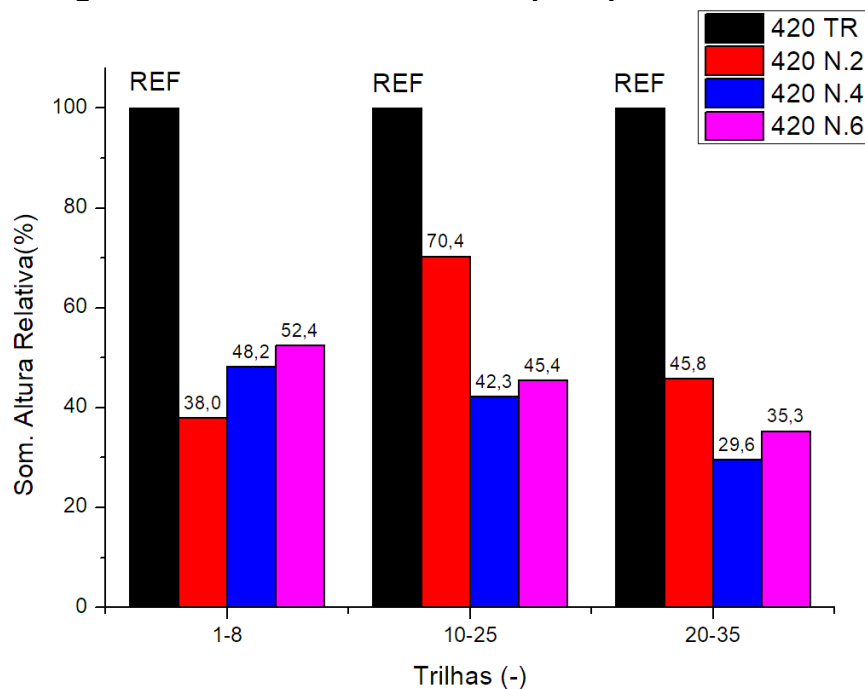
Fonte: Autoria própria

Figura 41 - Comparação das alturas de *pile ups* na trilha do 20 a 35 N.



Fonte: Autoria própria

Figura 42 - Somatório de altura de *pile up* relativo.



Fonte: Autoria própria

Ao avaliar as alturas de *pile up*, é possível perceber que há um grande ganho quando comparado ao 420 TR. Sendo assim, pode-se afirmar que as deformações plásticas apresentam um bom desempenho para amostras tratadas, tanto para cargas médias (10 a 25 N) quanto para cargas altas (20 a 35 N). A amostra 420 N.4 apresenta melhor desempenho, se assemelhando a

amostra 420 N.6, já para cargas baixas a amostra 420 N.2 apresenta um alto desempenho quando comparado as outras condições. Deste modo obtêm-se trilhas com uma deformação inferior a 30% das deformações na amostra 420 TR para cargas mais severas. Os valores numéricos para altura de *pile up* podem ser encontrados no APÊNDICE B.

A Tabela 22 apresenta os valores médios e gerais de desempenho das amostras, onde foi realizada média das áreas desgastadas relativas e das alturas de *pile ups* relativos, para se obter um desempenho geral relativo médio, o qual consiste na média entre altura de *pile ups* e área desgastada relativa, cuja foi utilizado para permitir a comparação entre autores.

Tabela 22 - Desgaste relativo das amostras.

Amostra	Desgaste Relativo (%)		
	Área Desgastada Relativa	Altura de <i>Pile Up</i> Relativo	Geral
420 TR	REF	REF	REF
420 N.2	91% ⁻¹	51% ⁻¹	71% ⁻¹
420 N.4	80% ⁻¹	40% ⁻¹	60% ⁻¹
420 N.6	83% ⁻¹	44% ⁻¹	64% ⁻¹

Fonte: A autoria própria

As amostras de modo geral apresentaram um desempenho menor quando comparado as amostras de SCHEUER (2015) o qual obteve reduções na taxa e coeficiente de desgaste da ordem de e 61 e 74% para amostras sementadas por 12 h a 350 e 400 °C respectivamente, enquanto as reduções de gerais do presente trabalho, mensurados pelo desgaste relativo geral são no máximo 40% para cargas semelhantes. Ao comparar com SHEN, H.; WANG, L (2020) também se obtém um pior desempenho, pois o mesmo não identificou volume perdido significativo, como mostra a Figura 14. Com isso percebe-se que há um ganho ao realizar esse processo no AISI 420, porém existem técnicas que podem melhorar ainda mais essa propriedade, a viabilidade do processo deve ser baseada em mais fatores, com econômico por exemplo.

5. CONCLUSÕES

Considerando que o objetivo do presente trabalho é avaliar o efeito do tempo de nitretação na resistência ao riscamento do aço inoxidável martensítico AISI 420, pode-se concluir que:

As amostras nitretadas apresentam padrões de trincas evoluem de trincas centrais para trincas radiais que se propagam para região externa da trilha de desgaste com maclas de deformação.

A amostra nitretadas por 2 horas apresenta deslocamento da camada nitretada.

As camadas apresentaram como carga crítica 3,8 N para o 420 N.6, 4,3N para o 420 N.4 e 4,9 N para o 420 N.2, deste modo quanto mais espessa a camada nitretadas, menor foi sua carga crítica.

A área desgasta relativa foi de 91, 80 e 83% para as amostras nitretadas por 2, 4 e 6 horas respectivamente, mostrando que a camada nitretada possui maior resistência ao desgaste comparadas a condição de referência (420 TR).

Os *pile ups*, possuem deformação plástica relativa de 51, 40 e 44% para as amostras nitretadas por 2, 4 e 6 horas respectivamente, mostrando uma menor deformação plástica nas trilhas comparadas a condição de referência (420 TR).

Levando em conta o desempenho geral, o aumento do tempo de nitretação apresenta melhor desempenho quando passa de 2 para 4 horas, quando o tempo é aumentado para 6 horas foi percebido um desempenho parecido ao de 4 horas.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Aprofundar os estudos enfatizando a influência do substrato nos resultados do ensaio de riscamento;
- Cortar as trilhas para avaliar a seção transversal por microscopia e verificar a propagação destas trincas ao longo da seção;
- Comparar os o comportamento tribológico com outras técnicas de tratamento superficial;
- Realizar ensaio de riscamento com carga constante para definir e ou comparar os fatores de atrito obtidos por outras técnicas;
- Avaliar o volume desgastado para um ensaio de carga constate com as cargas críticas obtidas neste trabalho;

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY OF METALS. **Heat treating**. In: Metals Handbook, vol. 4, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G171-03: Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus**. [s.l.]: ASTM International, 2017.

BERNARDELLI, E. A., **Tratamento concomitante de nitretação e envelhecimento a plasma do aço inoxidável 15-5 ph**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2007

BORGES, P.; ROCHA, L. A. **Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5ph stainless steel part i. Improvement of the corrosion resistance**. *Metallic Materials*, v. 49, p. 107–117, 2011.

BUARQUE, Chico, and R. GUERRA. **"Sonho impossível."** Rio de Janeiro 1 ,1972

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos**. Associação Brasileira de Metais, 2002.

CROCE PIMENTA, C.; RIBEIRO FRANCO JR, A. **Estudo da resistência ao desgaste e corrosão de camadas de austenita expandida (γ_n) produzidas em aços inoxidáveis austeníticos AISI 316 nitretados a plasma**. VI Jornada de Iniciação Científica, Desenvolvimento Tecnológico e inovação - Instituto Federal do Espírito Santo – Ifes, 2011.

JANECZKO, Eduardo S. **Mecânica nitretação por plasma a baixa temperatura de aços inoxidáveis com martensita de carbono e de nitrogênio**. Trabalho de conclusão de curso - DAMEC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2019.

ALVES JUNIOR, Clodomiro. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: EDUFRN, 2001.

MARTINS, Eduardo H.; FEDALTO, M. **Análise de resistência ao desgaste em aço 15-5PH nitretado a plasma**. Trabalho de conclusão de curso - DAMEC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2019

PINTAUDE, G. *et al.* **Resistência ao riscamento do Aço AISI H13 nitretado avaliada em ensaio de esclerometria pendular**. VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM). Agosto ,2012.

PINTO, R. A.; HUNGRIA, V. **Desgaste por deslizamento da camada martensítica obtida por meio do shtpn no aço inoxidável ferrítico AISI 409**. Trabalho de conclusão de curso - DAMEC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013

RABIEI, A.; GHADAMI, F.; MALEK, F. **Microstructural characteristics and tribological properties of the localized laser surface treatment of AISI 420 stainless steel**. Tribology International, v. 177, p. 107969, 2023.

REIS, R. F. et al. **Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1: SHTPN vs low-temperature plasma nitriding**. Materials Research, v. 18, n. 3, p. 575–580, 1 maio 2015.

SCHEUER, Cristiano José. **Comportamento tribológico e resistência à corrosão do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura**. Tese de Doutorado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

SCHEUER, Cristiano J. & Gralak, Anderson C. & ZANETTI, Fernando I. & AMARAL, Thiago F. & PEREIRA, Ricardo & BRUNATTO, Silvio F. & PERITO, Rodrigo C. **Effect of plasma nitriding parameters on surface properties of lowtemperature nitride AISI 420 stainless steel**. Conference: 68th ABM International Congress, 2013.

SEVERO, F. S. **Comportamento à erosão por cavitação do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura**. Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2017.

SHEN, H.; WANG, L. **Mechanism and properties of plasma nitriding AISI 420 stainless steel at low temperature and anodic (ground) potential**. Surface and Coatings Technology, v. 403, p. 126390, 2020.

WLASSAK, F. M.; JÚNIOR, M. W. **Desenvolvimento da tecnologia de nitretação a plasma de aço inoxidável martensítico a baixa temperatura de extratores cloacais de aves para o arranjo produtivo local do meio oeste catarinense**. Revista de Engenharia e Tecnologia, ISSN 2176-7270, V.13, No. 3, Set/2021

ZARZYCKI, R. A.; MAGALHÃES, Y. **Resistência ao riscamento do aço inoxidável ISO 5832-1 nitretado a plasma com fluxo pulsado de nitrogênio**. Trabalho de conclusão de curso - DAMEC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2020

APÊNDICE A - Tabela com dados de área desgastada

ÁREAS DESGASTADA PARA DIFERENTES CARGAS E CONDIÇÕES DE TRATAMENTO DO AISI 420

420 TR			
Posição	Área (μm^2)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	10,6	106	281
Antes do Meio	19,81	150,1	346,1
Meio	28,45	183,6	393,6
Pós Meio	49,51	216,7	548,1
Fim	54,08	304,5	586
Somatório das áreas	162,45	960,9	2154,8
420 N.2			
Posição	Área (μm^2)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	10,88	103	235,9
Antes do Meio	18,49	138,3	300,8
Meio	23,58	180,1	312,6
Pós Meio	46,43	257,6	523,7
Fim	52,76	263,3	391,4
Somatório das áreas	152,14	942,3	1764,4
420 N.4			
Posição	Área (μm^2)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	5,15	80,73	196,4
Antes do Meio	10,33	109,1	295,4
Meio	20,36	177,8	345,1
Pós Meio	38,17	262,6	410,9
Fim	41,29	248,3	447,8
Somatório das áreas	115,3	878,53	1695,6
420 N.6			
Posição	Área (μm^2)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	4,38	82,25	234
Antes do Meio	17,59	115,9	269,2
Meio	24,99	155,6	307,2
Pós Meio	44,49	226,8	451,8
Fim	44,18	239,7	446,8
Somatório das áreas	135,63	820,25	1709

APÊNDICE B - Tabela com dados de altura de *pile ups*

ALTURA DE *PILE UP* PARA DIFERENTES CARGAS E CONDIÇÕES DE TRATAMENTO DO AISI 420

420 TR			
Posição	Altura (μm)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	0,1389	1,156	4,93
Antes do Meio	0,308	1,427	6,106
Meio	0,517	2,235	5,91
Pós Meio	0,9368	3,568	7,833
Fim	0,9854	3,496	9,553
Somatório	2,8861	11,8820	34,3320

420 N.2			
Posição	Altura (μm)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	0,1269	1,015	2,232
Antes do Meio	0,1355	1,145	2,771
Meio	0,1847	1,418	2,742
Pós Meio	0,2837	2,178	4,399
Fim	0,3672	2,603	3,579
Somatório	1,0980	8,3590	15,7230

420 N.4			
Posição	Altura (μm)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	0,0967	0,4295	1,152
Antes do Meio	0,1574	0,5875	1,759
Meio	0,1862	1,005	2,031
Pós Meio	0,4359	1,517	2,413
Fim	0,5161	1,483	2,812
Somatório	1,3923	5,0220	10,1670

420 N.6			
Posição	Altura (μm)		
	1 a 8 N	10 a 25 N	20 a 35 N
Início	0,08973	0,5361	1,547
Antes do Meio	0,1564	0,7298	1,88
Meio	0,2364	0,9741	2,06
Pós Meio	0,4079	1,532	3,171
Fim	0,622	1,628	3,477
Somatório	1,5124	5,4000	12,1350