

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

EDUARDO STEENBOCK JANECZKO

**NITRETAÇÃO POR PLASMA A BAIXA TEMPERATURA DE AÇOS
INOXIDÁVEIS COM MARTENSITA DE CARBONO E DE NITROGÊNIO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO
(TCC 2)

CURITIBA

2019

EDUARDO STEENBOCK JANECKO

**NITRETAÇÃO POR PLASMA A BAIXA TEMPERATURA DE AÇOS
INOXIDÁVEIS COM MARTENSITA DE CARBONO E DE NITROGÊNIO**

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

Orientador: Prof. Dr. Paulo César Borges

Coorientadora: MSc. Elisiane Maria Berton

CURITIBA

2019

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa "NITRETAÇÃO POR PLASMA A BAIXA TEMPERATURA DE AÇOS INOXIDÁVEIS COM MARTENSITA DE CARBONO E DE NITROGÊNIO", realizado pelo aluno(s) Eduardo Steenbock Janeczko, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Paulo César Borges
DAMEC, UTFPR
Orientador

MSc. Elisiane Maria Berton
DAMEC, UTFPR
Coorientadora

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli
DAMEC, UTFPR
Avaliador

MSc. Sidnei Schmitz
Eng. de Materiais DE-TC, Renault Brasil
Avaliador

Curitiba, 10 de dezembro de 2019.

Dedico a Deus este trabalho, por me guiar, ensinar, fortalecer e permitir a conclusão com êxito desta etapa.

À minha querida mãe Glacir Steenbock, por toda a parceria, colaboração e apoio.

AGRADECIMENTOS

As primícias dos agradecimentos deste trabalho dedico a Deus pela dádiva da vida e pela permissão de todos os acontecimentos bons e ruins da minha vida, os ruins que me fizeram aprender e amadurecer e aos bons que me trouxeram felicidade e motivação para continuar meu crescimento pessoal e profissional o que inclui a conclusão deste trabalho de conclusão de curso e da graduação em engenharia mecânica.

Em segundo lugar meu agradecimento especial a minha mãe Glacir Steenbock, por todo o amor, zelo e apoio durante toda a minha vida e a quem dedico a conclusão deste trabalho e da graduação. Meus agradecimentos a minha irmã Fabiula e a meus sobrinhos Natan, Davi e Clara Beatriz pela convivência e carinho familiar.

Ao professor orientador Dr. Paulo César minha gratidão pelo acolhimento, orientação e paciência, sua ajuda e feedback foi importantíssimo para o desenvolvimento deste trabalho.

Meu agradecimento especial a coorientadora MSc. Elisiane Maria Berton que além do fundamental apoio, correção e aprendizado que ofereceu em todas as esferas da elaboração deste trabalho se mostrou companheira nos momentos bons e ruins, uma amiga de todas as horas.

A meu amigo de turma e engenheiro mecânico Henrique Brand, que junto comigo compartilhou o dia a dia na universidade, nossos momentos de estudos e convivência foram excelentes.

Aos professores Dr. Euclides Alexandre Bernardelli, Dr. Carlos Maurício Lepiensi, e MSc. Osvaldo Verussa Junior pela paciência e contribuição ao trabalho.

Aos professores Dr. Julio Cesar Klein das Neves e Dr. Miraldo Matuichuk que sempre solícitos auxiliaram no manuseio de equipamentos e na permissão de uso de laboratórios.

A meus amigos e colegas de LabCorr, Amanda Pires, Felipe Possoli, Leonardo Bottega, Jomar Ribeiro, Pedro Abrantes de Quadros, João Coelho, Mateus Correia, Heitor Martins, Bruna Kurelo, Oriana Palma, Yamid Núñez, Rafela Sakai,

Natasha Jacobs, Dalaney Gomes, pela ajuda, pelos ensinamentos quando sempre precisei e pelos nossos momentos de descontração, guardarei com muito carinho na minha memória a nossa convivência neste ano.

Meus agradecimentos a empresa Jatinox pelo fornecimento do aço inoxidável AISI 409, a Fabiane Severo e a Universidade Federal do Paraná pelo fornecimento do aço inoxidável AISI 420. A Murilo Olenik e a empresa Artis Matriz pelo serviço de retificação. Ao professor Dr. Carlos Eduardo Farias e ao professor Dr. Cristiano Brunetti do Instituto Federal do Paraná campus Paranaguá pela logística e análises de DRX.

Meus sinceros agradecimentos a todos os que contribuíram direta ou indiretamente para que este trabalho fosse realizado.

“A persistência é o caminho do êxito.”

(Charles Chaplin)

RESUMO

JANECZKO, Eduardo S. Nitretação por plasma a baixa temperatura em aços inoxidáveis com martensita de carbono e de nitrogênio. 101 f. Trabalho de conclusão de curso - Tcc2, Bacharelado em Engenharia Mecânica, Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2019.

O desenvolvimento do setor industrial impulsiona a demanda por materiais que atendam as solicitações mecânicas e resistam a corrosão com baixo custo. Dentre os materiais disponíveis, os aços inoxidáveis tem sido uma primeira escolha principalmente quando a corrosão é relevante, contudo, em geral o desempenho nem sempre é adequado quando as solicitações são químicas e mecânicas. A adição de nitrogênio em solução sólida vem sendo utilizada como uma forma de melhorar a resistência ao desgaste sem comprometer a resistência à corrosão, por meio do processo SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) ou pela nitretação a baixa temperatura. Este trabalho tem por objetivo comparar o efeito da nitretação por plasma a baixa temperatura sobre o substrato martensítico de carbono do aço inoxidável AISI 420 e sobre a camada martensítica de nitrogênio obtida por SHTPN sobre aço inoxidável ferrítico AISI 409 em tempos de 2, 4 e 6 horas a temperatura de 380 °C. Foram avaliados a microestrutura resultante, espessura de camada nitretada, análise de microdureza de topo e de perfil e análise das fases presentes por DRX. Os resultados indicaram a formação de uma camada de martensita expandida de nitrogênio na superfície de ambos os aços trabalhados e verificou-se que a espessura e a dureza de topo da camada foram maiores para o aço inoxidável AISI 409 em relação ao aço inoxidável AISI 420 para todas as condições de tempo utilizadas.

Palavras-chave: Aço Inoxidável. SHTPN. Nitretação por Plasma. Microestrutura. Dureza.

ABSTRACT

JANECZKO, Eduardo S. Low temperature plasma nitriding in carbon and nitrogen martensite stainless steels. 101 f. Undergraduate Thesis, Mechanical Engineering, Academic Mechanical Engineering Department, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2019.

The development of the industrial sector stimulates demand for materials that supports mechanical requests, resist corrosion with low cost. Among the available materials stainless steels have been a first choice especially when corrosion is relevant, however, in general performance is not always adequate when the demands are chemical and mechanical. The addition of nitrogen in solid solution has been used as a way to improve wear resistance without compromising corrosion resistance through the Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding (SHTPN) process. This study aims to compare the effect of low temperature plasma nitriding on the carbon martensitic substrate of AISI 420 stainless steel and the martensitic nitrogen layer obtained by SHTPN on ferritic stainless steel AISI 409 at times 2, 4 and 6. hours at a temperature of 380 ° C. The resulting microstructure, nitrided layer thickness, top and profile microhardness analysis and phase analysis by XRD were evaluated. The results indicated the formation of an expanded nitrogen martensite layer on the surface of both stainless steels and it was found that the layer thickness and top hardness were higher for AISI 409 stainless steel than AISI 420 stainless steel for all nitriding time conditions.

Keywords: Stainless Steel. SHTPN. Plasma Nitriding. Microstructure. Hardness.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Gráfico representativo da passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial.	26
Figura 2 - Variação da resistência mecânica em função teor de nitrogênio de um aço inoxidável austenítico.	29
Figura 3 - Influência do teor de nitrogênio na dureza do aço inoxidável duplex UNS S31803 e do aço inoxidável austenítico UNS S30403.	30
Figura 4 - Diagrama de fases Ferro x Nitrogênio.	31
Figura 5 - Micrografia de MEV da camada nitretada (SHTPN) do aço inoxidável AISI 409	36
Figura 6 - Microestrutura por microscopia ótica da mostra solubilizada (SHTPN) com camada de martensita de nitrogênio no aço inoxidável AISI 409.....	37
Figura 7 - Espectro de DRX obtido por Berton (2014) das amostras de estado de fornecimento, nitretada e solubilizada do aço inoxidável AISI 409.....	37
Figura 8 - Perfil de microdureza do aço inoxidável AISI 409 das amostras de estado de fornecimento, nitretada e solubilizada	38
Figura 9 - Microestrutura do aço AISI 420 no estado temperado, obtida através do recurso de DIC (Diferencial Interference Contrast). Amostra austenitizada a 1050°C durante 0,5 h em vácuo, e temperada ao ar. Reagente: Marble	39
Figura 10 - Estrutura cristalina TCC da austenita e martensita.....	40
Figura 11 - Gráfico de parâmetro de rede versus porcentagem em peso de carbono na martensita.....	40
Figura 12 - Parâmetros de rede das martensitas de carbono e de nitrogênio	41
Figura 13 - Diagrama de Schaeffler adaptado, indicando ponto de fornecimento do aço AISI 409 e possibilidade de formação de martensita após processo SHTPN. ...	42
Figura 14 - Seção transversal da amostras nitretada a plasma em 350° C. Tratamento realizado por 6 h sob uma mistura gasosa composta por 70% N2 + 20%	

H2 + 10% Ar, no fluxo taxa de $3,34 \times 10^{-6} \text{Nm}^3 \text{s}^{-1}$, pressão de 400 Pa e tensão aplicada de 600 V.....	44
Figura 15 - Especto de DRX das amostras nitretadas por Scheuer a 350°C, a 2, 4, 6 e 12 horas.	44
Figura 16 - Dureza de topo medida por Scheuer nas amostras nitretadas a 350 °C nos tempos de 2, 4 , 6 e 12 horas.	45
Figura 17 - Fluxograma experimental.....	49
Figura 18 - Componentes do sistema de nitretação à plasma com reator de parede fria da UTFPR (a) Representação esquemática do reator de Plasma (b).	51
Figura 19 - Câmara de nitretação do reator de parede fria da UTFPR com amostras alojadas no suporte.	52
Figura 20 - Amostra de estado de fornecimento F ₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).....	63
Figura 21 - Amostra nitretada (SHTPN) N ₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	64
Figura 22 - Amostra solubilizada com poros S _{409,P} na resolução 50x (a) e na resolução 200x (b).....	65
Figura 23 - Amostra solubilizada sem poros S ₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	65
Figura 24 - Amostra temperada T ₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	66
Figura 25 - Amostra revenida R ₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	67
Figura 26 - Amostra em estado de fornecimento F ₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).....	67
Figura 27 - Amostra revenida T ₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	68
Figura 28 - Amostra revenida R ₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).	69

Figura 29 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.2 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.2 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).....	70
Figura 30 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.4 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.4 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).....	71
Figura 31 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.6 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.6 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).....	72
Figura 32 - Espessura de camada contendo nitrogênio das amostras N ₄₀₉ , S ₄₀₉ , T ₄₀₉ e R ₄₀₉	73
Figura 33 - Crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 409 versus tempo de nitretação.....	75
Figura 34 - Crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 420 versus tempo.	76
Figura 35 - Gráfico comparativo das espessuras de camada nitretada dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.	76
Figura 36 - Espectro de DRX das amostras R ₄₀₉ , MN.2, MN.4, MN.6.....	78
Figura 37 - Espectro de DRX das amostras R ₄₂₀ , MC.2, MC.4, MC.6.....	80
Figura 38 - Espectro de DRX para amostras nitretadas por Schueuer a 4 horas.....	83
Figura 39 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 409 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.....	84
Figura 40 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.....	85
Figura 41 - Gráfico comparativo da dureza de topo das amostras nitretadas a baixa temperatura dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.....	87
Figura 42 - Perfil de microdureza das amostras do aço inoxidável AISI 409 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.....	89
Figura 43 - Perfil de microdureza das amostras do aço inoxidável AISI 420 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.....	90

Figura 44 - Dureza de perfil das amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409.....91

Figura 45 - Dureza de perfil das amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.....92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420	47
Tabela 2 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 409.	48
Tabela 3 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 420.	49
Tabela 4 - Parâmetros utilizados na limpeza e nitretação à plasma (SHTPN).....	52
Tabela 5 - Parâmetros utilizados no processo de solubilização do aço AISI 409 (SHTPN).....	54
Tabela 6 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera dos aços AISI 409.....	54
Tabela 7 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera dos aços AISI 420.	55
Tabela 8 - Parâmetros utilizados no processo de revenimento dos aços AISI 409 e AISI 420.....	55
Tabela 9 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 409.	56
Tabela 10 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI	57
Tabela 11 - Tempos de ataque químico nas amostras do aço inoxidável AISI 409 ..	58
Tabela 12 - Tempos de ataque químico nas amostras do aço inoxidável AISI 409 ..	59
Tabela 13 - Parâmetros utilizados na análise de DRX.....	61
Tabela 14 - Espessura de camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409.....	74
Tabela 15 - Espessura de camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.....	75
Tabela 16 - Dados comparativos sobre a influência da temperatura na espessura da camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.	77
Tabela 17 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 409....	79

Tabela 17 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 409....	80
Tabela 18 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 420....	81
Tabela 18 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 420....	82
Tabela 19 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 409 nitretadas a baixa temperatura.	86
Tabela 20 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 nitretadas a baixa temperatura.	87
Tabela 21 - Dados comparativos sobre a influência da temperatura na dureza da camada nitretrada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.	88

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

AISI - *American Iron and Steel Institute* (Instituto Americano de Ferro e Aço)

AAS - Atomic Absorption Spectroscopy (*Espectrometria de Absorção Atômica*)

ASM - *American Society of Materials* (Sociedade Americana de Materiais)

C - Carbono

CCC - Estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrado

CFC - Estrutura cristalina Cúbica de Face Centrada

Cr - Cromo

Cr₂O₃ - Óxido de Cromo

C₂H₅OH - Etanol

CrN - Nitreto de Cromo

Cr₂N - Nitreto Dicrômico

Cu - Cobre

CuSO₄.5H₂O - Sulfato de cobre pentahidratado

DIC - *Diferencial Interference Contrast*

Fe - Ferro

DRX - Difração de Raios X

GrMat - Grupo de Materiais

HK - Hardness Knoop (Dureza escala Knoop)

HV - Hardness Vickers (Dureza escala Vickers)

HTGN - *High Temperature Gas Nitriding* (Nitretação a Gás em Altas Temperaturas)

IF - *Interstitial Free*

JCPDS - *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*

MEV - Microscópio Eletrônico de Varredura

M_f - Temperatura final de transformação martensítica.

Mo - Molibdênio

Mn - Manganês

M_s - Temperatura de início de transformação martensítica.

N - Nitrogênio

N₂ - Gás Nitrogênio

NH₃ - Amônia

Nb - Nióbio

Ni - Níquel

Nm - Nanometros

OES - *Optical Emission Spectroscopy (Espectrometria de Emissão Ótica)*

μm - Micrometros

P_{N₂} - Pressão parcial de nitrogênio

PIB - Produto Interno Bruto

PIII - *Plasma Immersion Ion Implantation* (Implantação de Íons em Imersão em Plasma)

SAE - *Society of Automotive Engineers* (Sociedade de Engenheiros Automotivos)

SHTPN - *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding* (Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma)

Si - Silício

Ta - Tântalo

Ti - Titânio

T_{off} - Tempo de pulso desligado da fonte

T_{on} - Tempo de pulso ligado da fonte

TCC - Estrutura Cristalina Tetragonal de Corpo Centrado

UFPR - Universidade Federal do Paraná

UTFPR - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

V - Vanádio

WDS - *Wavelength Dispersive Spectrometer* - (Espectrômetro de comprimento de onda)

LISTA DE SÍMBOLOS

α - Fase Alpha - Ferrita

α' - Martensita

α'_N - Martensita expandida de nitrogênio

ε - Nitreto de ferro (Fe_2N_3)

$\varepsilon\text{-Fe}_{2+x}\text{N}$ - Nitreto de ferro ($0 \leq x \leq 1$)

γ - Fase Gama - Austenita

γ_n - Fase S - Austenita expandida

$\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ Nitreto de ferro

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	22
1.1 OBJETIVOS	25
1.1.1 Objetivo Geral.....	25
1.1.2 Objetivos específicos.....	25
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	26
2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS	26
2.1.1 Aços inoxidáveis ferríticos.....	27
2.1.1.1 Aço Inoxidável AISI 409	28
2.1.2 Aços inoxidáveis martensíticos	28
2.1.2.1 Aço inoxidável AISI 420.....	28
2.2 ADIÇÃO DE NITROGÊNIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS	29
2.3 SOLUBILIDADE DO NITROGÊNIO EM AÇOS	30
2.4 PROCESSOS DE ADIÇÃO DE NITROGÊNIO EM AÇOS	32
2.5 NITRETAÇÃO	32
2.5.1 Nitretação gasosa.....	32
2.5.2 Nitretação líquida.....	33
2.5.3 Nitretação por plasma	33
2.6 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO	34
2.7 PROCESSO SHTPN	35
2.8 PARÂMETROS DE REDE DE MARTENSITA	38
2.9 DIAGRAMA DE SCHAEFFLER	41
2.10 NITRETAÇÃO À BAIXA TEMPERATURA EM AÇOS INOXIDÁVEIS	43
3. METODOLOGIA.....	47
3.1 ESCOLHA DO MATERIAL	47
3.2 IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS	48
3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	50
3.4 PROCESSO SHTPN	50
3.4.1 Nitretação por plasma	50
3.4.2 Solubilização	52
3.5 TÊMPERA	54
3.6 REVENIMENTO	55
3.7 RETIFICAÇÃO	55
3.8 NITRETAÇÃO À BAIXA TEMPERATURA	56
3.9 PREPARAÇÃO PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	57
3.10 ANÁLISE MICROESTRUTURAL	59
3.10.1 Análise metalográfica por microscopia ótica.....	59
3.10.2 Análise de microdureza	60

3.10.3	Análise por Difração de Raios - X (DRX)	60
4.	RESULTADOS	62
4.1	MICROSCOPIA ÓTICA	62
4.1.1	Amostra de estado de fornecimento - F ₄₀₉	63
4.1.2	Amostra nitretada (SHTPN) - N ₄₀₉	63
4.1.3	Amostra solubilizada com poros (SHTPN) - S _{409.P}	64
4.1.4	Amostra solubilizada sem poros (SHTPN) - S ₄₀₉	65
4.1.5	Amostra temperada - T ₄₀₉	66
4.1.6	Amostra revenida - R ₄₀₉	66
4.1.7	Amostra de estado de fornecimento - F ₄₂₀	67
4.1.8	Amostra temperada - T ₄₂₀	68
4.1.9	Amostra revenida R ₄₂₀	68
4.1.10	Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.2 e MC.2	69
4.1.11	Amostras nitretada a baixa temperatura MN.4 e MC.4	70
4.1.12	Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.6 e MC.6	71
4.2	ESPESSURA DE CAMADA CONTENDO NITROGÊNIO	72
4.2.1	Espessura de camada com nitrogênio das amostras N ₄₀₉ , S ₄₀₉ , T ₄₀₉ e R ₄₀₉	73
4.2.2	Espessura de camada das amostras nitretadas a baixa temperatura	74
4.3	DIFRAÇÃO DE RAIO-X	78
4.3.1	DRX das amostras com martensita de nitrogênio nitretadas a baixa temperatura - MN.2, MN.4 e MN.6	78
4.3.2	DRX das amostras com martensita de carbono nitretadas a baixa temperatura - MC.2, MC.4 e MC.6	80
4.4	MICRODUREZA	83
4.4.1	Microdureza de topo	83
4.4.1.1	Microdureza de topo das amostras do aço AISI 409 F ₄₀₉ , N ₄₀₉ , S _{409.P} , S ₄₀₉ , T ₄₀₉ e R ₄₀₉	84
4.4.1.2	Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 - F ₄₂₀ , T ₄₂₀ e R ₄₂₀ ...	85
4.4.1.3	Microdureza de topo de amostras nitretadas a baixa temperatura	86
4.4.2	Microdureza de perfil	89
4.4.2.1	Microdureza de perfil das amostras F ₄₀₉ , N ₄₀₉ , S ₄₀₉ , T ₄₀₉ e R ₄₀₉	89
4.4.2.2	Microdureza de perfil das amostras F ₄₂₀ , T ₄₂₀ e R ₄₂₀	90
4.4.2.3	Microdureza de perfil de amostras com martensita de nitrogênio nitretadas a baixa temperatura - MN.2, MN.4, MN.6	91
4.4.2.4	Microdureza de perfil de amostras com martensita de carbono nitretadas a baixa temperatura - MC.2, MC.4, MC.6	92
5.	CONCLUSÕES	94
5.1	Sugestões para trabalhos futuros	95
	REFERÊNCIAS	96

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento do setor industrial é dependente da disponibilidade de materiais que atendam as diversas solicitações de projeto, entre elas, pode se citar as solicitações eletroquímicas, de temperatura, mecânica e custo. Um bom produto depende da otimização das propriedades. Resistência à corrosão elevada com baixa resistência ao desgaste, ou elevada resistência ao desgaste e a corrosão com alto custo podem não ser adequados para uma determinada aplicação.

Os aços inoxidáveis são ligas de ferro e cromo que possuem a capacidade de resistir a ambientes corrosivos devido a formação de uma camada passiva superficial, que é constituída de óxidos e hidróxidos que protegem a matriz do meio em que se encontra, aumentando assim a sua vida útil. São classificados conforme sua microestrutura em cinco classes: ferríticos, austeníticos, martensíticos, endurecidos por precipitação e duplex.

Vários setores da indústria empregam os aços inoxidáveis, como as indústrias petrolífera, alimentícia, farmacêutica, de celulose e químicos, entre outros. A escolha da classe de aço inoxidável para o projeto depende das propriedades mecânicas e químicas do material. (CHIAVERINI, 1988), (GENTIL, 1982). Contudo para diversas aplicações o desempenho dos aços inoxidáveis esbarra no baixo desempenho mecânico como fadiga e desgaste. Sendo assim, o desenvolvimento de tratamentos de superfície que melhorem o desempenho mecânico sem comprometer a resistência à corrosão e que ao mesmo tempo seja economicamente viável tem sido de grande interesse.

A presença de nitrogênio em solução sólida em aços inoxidáveis apresenta vantagens frente aos aços inoxidáveis com carbono, uma vez que este último tem tendência de precipitar carbonetos de cromo, diminuindo o teor de cromo na matriz, que apesar de aumentar a dureza e a resistência ao desgaste, reduz a capacidade de passivação tornando-o menos resistente à corrosão. A implantação de nitrogênio intersticial também propicia ganho na resistência mecânica, dureza e resistência ao desgaste. (GARZÓN & TSCHIPTSCHIN, 2005), (GAVRILJUK e BERNS, 1999), (SIMMONS, 1996).

A nitretação é um tratamento termoquímico que promove enriquecimento superficial com nitrogênio, proporcionando um aumento de dureza até certa profundidade. Um dos tipos de nitretação é a nitretação por plasma, onde íons nitrogênio são bombardeados sobre a superfície do material, endurecendo sua superfície. As vantagens deste processo em relação aos outros tipos de nitretação é o menor tempo de tratamento e maior controle de parâmetros de processo, propiciando um maior controle microestrutural da superfície endurecida.

Um processo de enriquecimento superficial de nitrogênio em solução sólida que contempla o processo de nitretação por plasma em uma de suas etapas e que está em desenvolvimento pelo grupo GrMaTS da Universidade Tecnológica Federal do Paraná é o SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) que permite a formação de camadas espessas de nitrogênio em solução sólida e com tempos de processamento menores em relação a outros métodos, tendo como adicional ser um processo menos poluente, (REIS et al, 2011) com vários estudos demonstrando melhorias na elevação de dureza, resistência ao desgaste e resistência à corrosão. (ITAL, 2008), (BORGES & ROCHA, 2011) (WOELLNER, 2013), (MAFTOUN *et al*, 2013), (BERTON, 2014).

O processo de nitretação por plasma à baixa temperatura (menor que 400 °C) torna possível o enriquecimento de nitrogênio em solução sólida na superfície de aços inoxidáveis aumentando sua dureza e resistência ao desgaste sem prejuízos a resistência à corrosão, pois não há formação de nitretos de cromo (CrN) na superfície, retendo o cromo em solução sólida na matriz e mantendo assim a capacidade de passivação do material. Observa-se a formação de uma camada superficial supersaturada em nitrogênio, chamada fase S que possui altas tensões compressivas e densidade de discordâncias aumentando a dureza e resistência ao desgaste (REIS & PANDOLFO, 2015). Estudos sobre nitretação a baixa temperatura em aço inoxidável martensítico AISI 420 demonstram que a camada nitretada resultante é dividida em duas regiões, uma região superior chamada camada composta, constituída principalmente de nitretos de ferro e uma região inferior chamada zona de difusão, sendo a camada composta formada por martensita expandida de nitrogênio. (PINEDO & MAGNABOSCO, 2015), (LI & BELL, 2006). Schueur et al (2013) e (2018) estudou o efeito de parâmetros de nitretação a baixa temperatura sobre o aço inoxidável martensítico AISI 420, com análises confirmando

a formação de camada de martensita expandida de nitrogênio sobre o substrato martensítico de carbono em diferentes temperaturas de nitretação.

O problema em interesse deste trabalho é a melhoria de propriedades mecânicas (dureza e resistência ao desgaste) mantendo ou elevando a resistência à corrosão através de nitretação por plasma a baixa temperatura sobre o substrato martensítico de carbono do aço inoxidável AISI 420 e sobre a martensita de nitrogênio gerada por SHTPN no aço inoxidável AISI 409. Espera-se que devido ao bombardeamento de íons nitrogênio na superfície do material durante a nitretação a plasma a baixa temperatura seja formada uma camada de martensita de nitrogênio supersaturada e extremamente dura (maior que 1200 HV) proporcionando um maior aumento na dureza superficial, quando comparada ao material tratado apenas por SHTPN (600 HV). Este estudo foca-se em uma área inexplorada até então já que o processo SHTPN é relativamente novo em relação a outros métodos de adição de nitrogênio em solução sólida e a relação de estudos de nitretação a baixa temperatura aplicada após SHTPN ser inexistente. Espera-se que este trabalho proporcione um maior entendimento sobre o efeito das martensitas de carbono e de nitrogênio na martensita expandida de nitrogênio formada na nitretação a baixa temperatura de forma que possa auxiliar no desenvolvimento de materiais para aplicações onde altas forças de contato são presentes e que necessitem de resistência a corrosão.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Analisar o efeito das martensitas de nitrogênio e de carbono sobre a microestrutura, espessura e dureza da fase expandida obtida por nitretação por plasma a baixa temperatura.

1.1.2 Objetivos específicos

- Produzir camadas de martensita de nitrogênio sobre aço inoxidável AISI 409 por meio do processo SHTPN.
- Determinar o efeito do tempo de nitretação a baixa temperatura nas propriedades (microestrutura, espessura e dureza) da camada expandida formada sobre aço o AISI 420 temperado e revenido.
- Determinar o efeito do tempo de nitretação a baixa temperatura nas propriedades (microestrutura, espessura e dureza) da camada expandida formada sobre a martensita de nitrogênio revenida do aço o AISI 409.

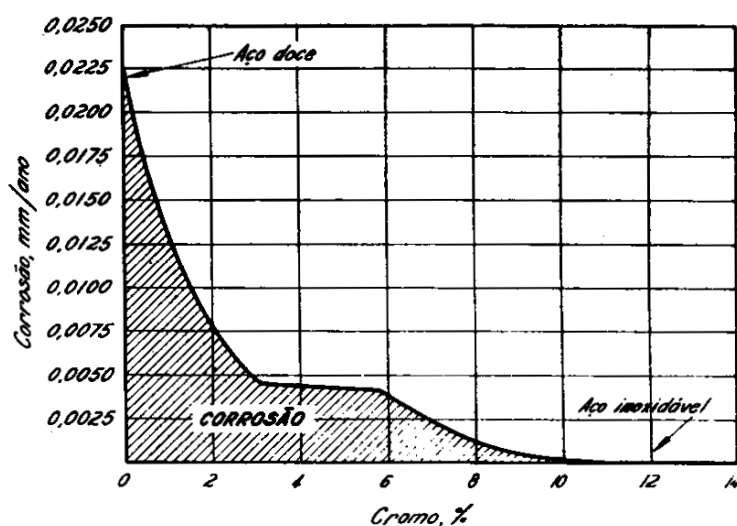
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas ferro (Fe) e cromo (Cr) constituídas com no mínimo 10,5% de cromo em massa (CHIAVERINI, 1988) podendo conter outros elementos de liga e que apresenta grande resistência à corrosão em relação aos aços carbono usuais, devido a fina camada superficial de óxido de cromo Cr_2O_3 que protege a superfície do aço contra agentes corrosivos do meio em que se encontra. Os aços inoxidáveis também possuem maior resistência à oxidação a altas temperaturas em relação a outras classes de aços.

Dos elementos de liga que podem constituir os aços inoxidáveis, o cromo é o de maior eficiência e importância para a resistência à corrosão, conforme aumenta seu teor na composição da liga maior será a resistência à corrosão como é verificado na Figura 1.

Figura 1 - Gráfico representativo da passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial.



Fonte: Chiaverini (1988).

Dependendo da composição e do ambiente de trabalho em que o aço inoxidável é exposto outros elementos de liga também podem ser adicionados para aumentar a resistência à corrosão, como o níquel (Ni), molibdênio (Mo), cobre (Cu), manganês (Mn), tântalo (Ta) e nióbio (Nb).

A utilização dos aços inoxidáveis é ampla e são empregados conforme a necessidade do projeto em relação a propriedades mecânicas, resistência à corrosão, resistência à oxidação a altas temperaturas e biocompatibilidade. O brilho duradouro do aço inoxidável o faz adequado para o uso na construção civil, fabricação de móveis e eletrodomésticos. Devido à sua alta resistência à corrosão é utilizado na indústria petrolífera, indústria alimentícia, indústria farmacêutica, indústria de celulose e químicos. A alta resistência à oxidação em altas temperaturas o faz ideal para uso em câmaras de combustão, fornos, motores e trocadores de calor. Em aplicações onde a elevada resistência mecânica é necessária os aços inoxidáveis podem ser utilizados em equipamentos onde é necessário alta confiabilidade como vasos de pressão, aeronaves, parafusos, hastes e indústria automobilística. (GRAYELI-KORPI & SAVALONI, 2012).

Os aços inoxidáveis são classificados conforme sua microestrutura em: ferríticos, austeníticos, martensíticos, endurecidos por precipitação e duplex. Abordaremos neste trabalho os aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos.

2.1.1 Aços inoxidáveis ferríticos

Nos aços inoxidáveis ferríticos o principal elemento de liga é o cromo podendo atingir valores elevados, superiores a 25% (CHIAVERINI, 1988). Possui estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) e são ferromagnéticos. Por possuir baixo teor de carbono, máximo de 0,20% a faixa austenítica é totalmente eliminada e, portanto, esta classe de aço não é endurecível por têmpera. (CHIVANERINI, 1988). O tratamento térmico convencional aplicado a esta classe de aços inoxidáveis é o revenimento para alívio de tensões originadas na conformação a frio e obter alta ductibilidade. (CHIVANERINI, 1988).

Neste trabalho, o aço inoxidável ferrítico em estudo é o AISI 409.

2.1.1.1 Aço Inoxidável AISI 409

O aço inoxidável AISI 409 possui microestrutura ferrítica e é facilmente trabalhável a frio e produz soldas com grande tenacidade (CHIAVERINI, 1988), é utilizado de forma geral em estampagens, componentes de sistema de exaustão de gases de motores de combustão e caixas de capacitores.

2.1.2 Aços inoxidáveis martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos contêm cromo entre os 11,5% e 18% (CHIAVERINI, 1988). Após o tratamento térmico de têmpera sua microestrutura resultante é martensítica e resistência mecânica e dureza são aumentados. São aços ferromagnéticos e podem ser trabalhados a quente e a frio, principalmente quando possuir baixo carbono. Possuem boa resistência à corrosão, porém quanto maior a quantidade de carbono mais prejudicada será a resistência à corrosão devido a tendência de formação de carbonetos de cromo, empobrecendo a matriz de cromo e prejudicando a capacidade de passivação do material. Também são suscetíveis a fragilização por hidrogênio em tratamentos térmicos quando seu teor de carbono é elevado.

Neste trabalho, o aço inoxidável martensítico em estudo é o AISI 420.

2.1.2.1 Aço inoxidável AISI 420

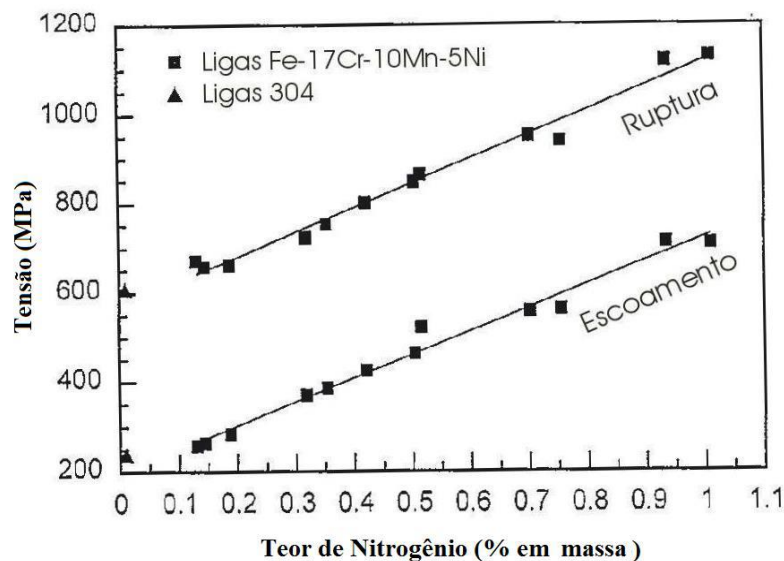
O aço inoxidável AISI 420 possui alta dureza e razoável tenacidade após adequado tratamento térmico (CHIAVERINI, 1988) além de elevada resistência mecânica, ductibilidade e resistência à corrosão, são normalmente utilizados em instrumentos cirúrgicos e odontológicos, engrenagens, eixos, moldes de injeção de plásticos, turbinas a gás, cutelaria, etc.

2.2 ADIÇÃO DE NITROGÊNIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS

Aços inoxidáveis podem conter nitrogênio em sua composição em forma de precipitados de nitretos (ITAL, 2008) onde a resistência à corrosão é prejudicada (GONTIJO *et. al* 2007), ou na forma de solução sólida como átomo intersticial propiciando melhorias na resistência à corrosão (corrosão localizada, corrosão sob tensão e corrosão intergranular), resistência ao desgaste (erosão, cavitação e deslizamento) e resistência mecânica (tração, fluência e fadiga). (GARZÓN, 2005), (GAVRILJUK & BERNIS, 1999).

A influência da adição de nitrogênio na tensão de escoamento e tensão de ruptura pode ser visualizada no gráfico da Figura 2.

Figura 2 - Variação da resistência mecânica em função teor de nitrogênio de um aço inoxidável austenítico.

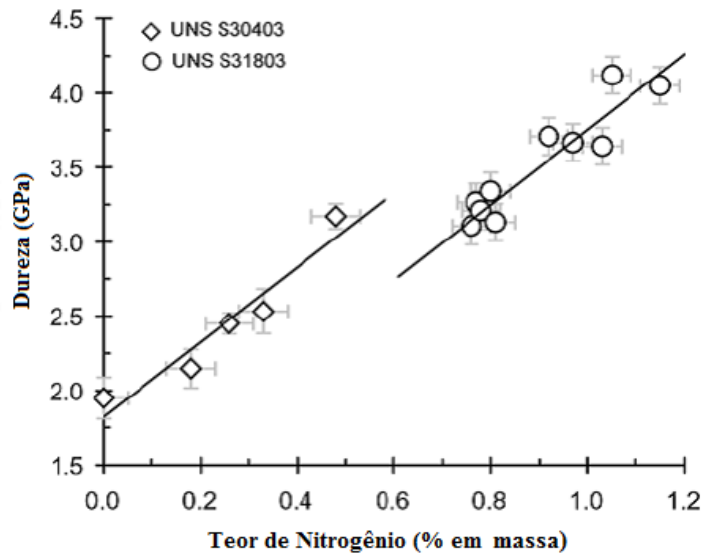


Fonte: Berton (2014), Adaptado de Simmons (1996).

Verifica-se que o aumento do teor de nitrogênio aumenta linearmente a tensão de escoamento e a tensão de ruptura do material.

A influência da adição de nitrogênio na dureza dos aços inoxidáveis pode ser visualizada no gráfico da Figura 3.

Figura 3 - Influência do teor de nitrogênio na dureza do aço inoxidável duplex UNS S31803 e do aço inoxidável austenítico UNS S30403.



Fonte: Berton (2014), Adaptado de Garzón & Tschiptschin (2005).

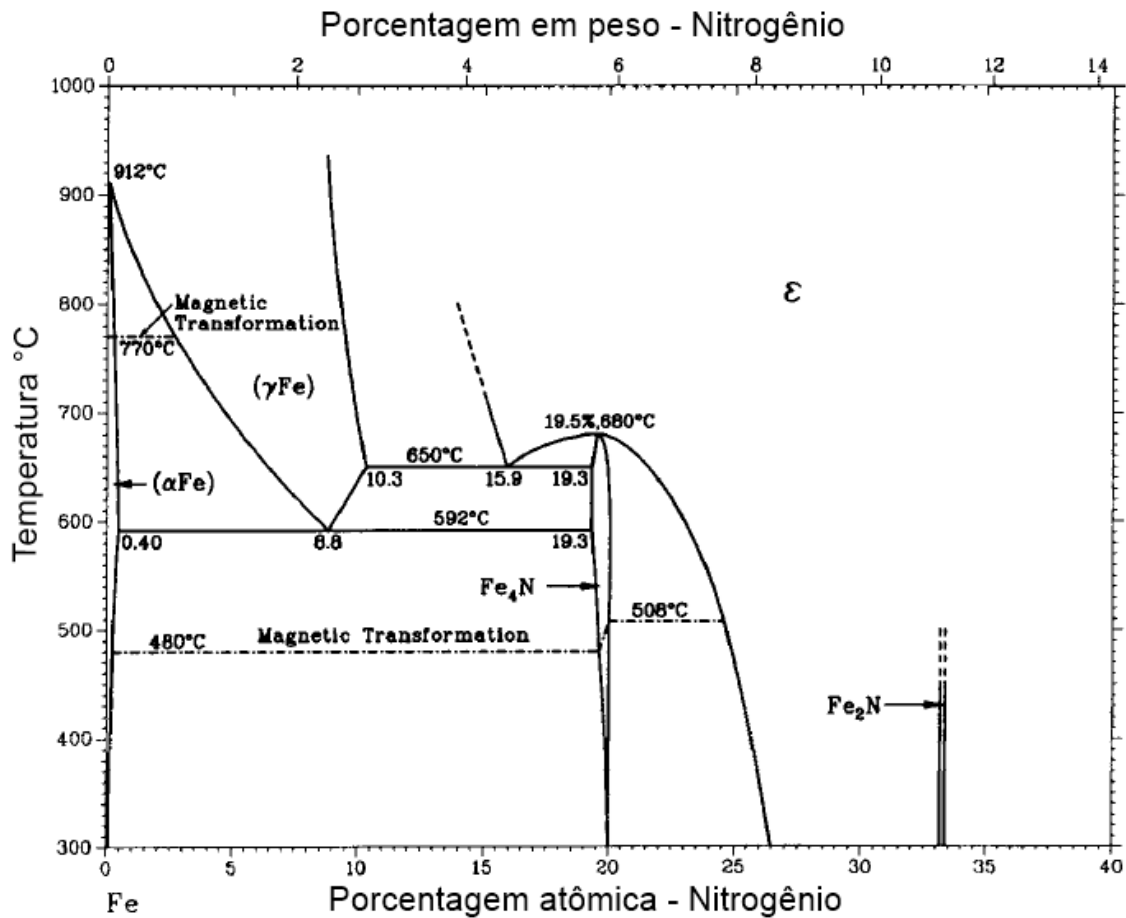
A adição de nitrogênio elevou a dureza de ambos os aços inoxidáveis, com ambos os crescimentos seguindo um caráter linear.

O nitrogênio quando em solução sólida proporciona a inibição de mecanismos de deslizamento cruzado e a escalagem de discordâncias, promovendo um deslizamento planar de discordâncias durante a deformação plástica, devido a isto, há o aumento da eficiência dos contornos de grão como obstáculos à movimentação de discordâncias de forma que o mecanismo de endurecimento por refino de grão torna-se mais eficaz (Giordani et al, 2007).

2.3 SOLUBILIDADE DO NITROGÊNIO EM AÇOS

A solubilidade do nitrogênio em aços pode ser estimada pelo diagrama ferro (Fe) - nitrogênio (N) apresentado na Figura 4. O ponto máximo de solubilidade para a ferrita (α) é de aproximadamente 0,1 % em peso (0,40 em porcentagem atômica) e para a austenita (γ) é aproximadamente 2,8% em peso (8,8 em porcentagem atômica) (WOELLNER, 2013).

Figura 4 - Diagrama de fases Ferro x Nitrogênio.



Nos aços inoxidáveis a solubilidade do nitrogênio depende de parâmetros de temperatura, composição química e pressão parcial de nitrogênio. (ITAL, 2008). Upadhyaya (1977) estabelece uma relação entre porcentagem de solubilização e pressão parcial de nitrogênio em uma liga de ferro puro a até 1 atm.

$$\%N = K\sqrt{P_{N_2}}$$

Eq. (2.1)

Onde (K) é o coeficiente de interação que está relacionado com a composição química e temperatura e $P(N_2)$ a pressão parcial de nitrogênio. A porcentagem de nitrogênio varia linearmente em relação ao produto destes fatores até que seja atingido o limite de solubilidade do nitrogênio na matriz.

2.4 PROCESSOS DE ADIÇÃO DE NITROGÊNIO EM AÇOS

Vários processos metalúrgicos são utilizados para inserir nitrogênio em ligas ferro (Fe) - cromo (Cr) como o processo de fusão convencional, em que são adicionados elementos de liga que reduzem a atividade do nitrogênio como Molibdênio (Mo), Manganês (Mn), Vanádio (V), Titânio (Ti) e Nióbio (Nb); fusão sob alta pressão, processo em que se mantém uma alta pressão parcial de nitrogênio com o objetivo de obter alta concentração de nitrogênio em solução sólida; metalurgia do pó, processo em que nitrogênio é adicionado juntamente com partículas de pó em um processo térmico e/ou mecânico, e a nitretação, processo de enriquecimento superficial de nitrogênio. (ITAL, 2008), (GAVRILJUK & BERNS, 1999). Utiliza-se neste trabalho a nitretação à plasma que será discutida no item 2.6.3.

2.5 NITRETAÇÃO

A nitretação é um tratamento termoquímico de endurecimento superficial que promove a introdução de nitrogênio no aço até certa profundidade, sob ação de meio nitrogenoso, a uma determinada temperatura (CHIAVERINI, 1988) possibilitando o endurecimento da superfície, aumento da resistência mecânica, aumento da resistência ao desgaste, aumento da resistência à fadiga, melhorando o desempenho do aço frente à sua aplicação.

Os tipos de nitretação são: nitretação gasosa, nitretação por plasma e nitretação líquida. Neste trabalho nos limitamos ao processo de nitretação por plasma.

2.5.1 Nitretação gasosa

No processo de nitretação gasosa as peças são aquecidas inicialmente em uma atmosfera somente de nitrogênio (N_2), posteriormente a nitretação gasosa ocorre em uma atmosfera controlada com Nitrogênio (N_2) e Amônia (NH_3) onde a

composição dos gases pode ser personalizada. Neste método a difusão do nitrogênio é muito lenta, tornando o processo muito demorado, durando em alguns casos até 90 horas (CHIAVERINI, 1988). Devido à precipitação de nitretos de cromo o material resultante apresenta grande dureza, mas sofre perda de resistência à corrosão (BERTON 2014), (MALISKA, 1995), (GARZÓN & TSCHIPTSCHIN, 2005).

Os aços indicados para nitretação a gás são aços contendo alumínio, cromo, vanádio e molibdênio pois os nitretos formados permanecem estáveis à temperatura de nitretação. (CHIAVERINI, 1988).

Um dos métodos de nitretação gasosa é o HTGN (*High Temperature Gas Nitriding*) (nitretação a gás em altas temperaturas), processo em que se pode produzir camadas com alto teor de nitrogênio em elevadas temperaturas, geralmente entre 1000 e 1200 °C, com espessura de 0,5 a 3 mm, com elevadas tensões residuais de compressão, porém o tempo de processamento é elevado, entre 6 a 24 horas. (BERTON, 2014) (GARZÓN & TSCHIPTSCHIN, 2005).

2.5.2 Nitretação líquida

A nitretação líquida consiste em mergulhar as peças em um banho de sal fundido constituído de cianeto e cianeto de potássio ou sódio, realizado na faixa de temperatura normal de nitretação (500 °C a 575 °C), normalmente por 2 horas. Pode ser utilizada em aços de baixo teor de carbono. As peças tratadas por nitretação líquida obtém superfícies sem tendência ao engripamento, elevada resistência à corrosão e resistência ao desgaste. A variabilidade de aços que podem ser submetidos a nitretação líquida é maior que na nitretação gasosa, podendo ser nitretados aços ao carbono comuns como também aços liga especiais. (CHIAVERINI, 1988).

2.5.3 Nitretação por plasma

A nitretação por plasma consiste em um processo onde as peças a serem tratadas sofrem enriquecimento de nitrogênio em sua superfície através do

bombardeamento de íons de nitrogênio. As peças são acomodadas em uma câmara simples, sob vácuo e sem elementos de aquecimento. As peças (cátodo) ficam isoladas eletricamente da parede da câmara (ânodo), uma mistura de gás nitrogênio e hidrogênio é inserida na câmara e pode ser aplicada uma tensão entre 500 e 1000 V entre os eletrodos e então o gás nitrogênio ioniza-se, resultando em um brilho incandescente. Os íons positivos de nitrogênio são atraídos e chocam-se em direção às peças sendo que este bombardeamento aquece a peça até a temperatura de difusão do nitrogênio. A camada nitretada resultante é bastante uniforme em sua espessura, sem poros e bastante compacta e pode apresentar profundidade superior a 50 µm. O processo de nitretação a plasma possui vantagens em relação aos outros tipos de nitretação como maior velocidade de formação de camada nitretada, menores temperaturas de processo (350 °C a 590 °C) e ausência de resíduos tóxicos. (BERTON 2014), (XI et al., 2008).

Uma variação do processo de nitretação à plasma é o PIII (*Plasma Immersion Ion Implantation*), (implantação iônica por imersão em plasma) que utiliza-se pulsos de alta voltagem (1 a 300 kV) para bombardear íons de nitrogênio na superfície do material de tal forma que sejam implantados como átomos intersticiais, porém a profundidade da camada é de baixa espessura, até 6 µm. (BERTON 2014), (ABREU et al., 2008).

2.6 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

O tratamento térmico de solubilização consiste no aquecimento do material à temperatura de austenitização, durante um tempo definido, a uma atmosfera inerte e a velocidade de resfriamento controlada com o objetivo de difundir átomos do soluto na matriz, formando uma solução monofásica, com propriedades mecânicas desejadas e evitando a formação de precipitados do soluto dissolvido. (WOELLNER, 2013) (CALLISTER, 2007).

2.7 PROCESSO SHTPN

A busca por um novo método de obtenção de nitrogênio em solução sólida que proporcionasse espessuras maiores que obtidas por PIII e com menores tempos de processamento em relação a métodos como HTGN (*High Temperature Gas Nitriding*), resultou no processo SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*). O SHTPN é um processo de enriquecimento superficial de nitrogênio em peças metálicas, obtendo-se uma camada contendo nitrogênio maior que a obtida somente por uma nitretação a plasma. O SHTPN consiste em dois processos: O primeiro processo é a nitretação a plasma (PN) à temperatura de 510 °C por 2 horas com o objetivo de formar uma camada de nitretos na superfície da peça. O segundo processo é um tratamento térmico de solubilização (SHT) que tem por finalidade dissolver os nitretos formados na superfície durante a nitretação permitindo a difusão de nitrogênio e obtendo uma camada de nitrogênio intersticial em solução sólida com maior espessura do que obtida somente por uma nitretação a plasma convencional.

Resultados obtidos por Itai (2008) em aço inoxidável 15-5 PH mostram a formação de uma camada de nitretos de aproximadamente 50 µm na superfície do material após a nitretação à plasma e também obteve-se dissolução dos nitretos após tratamento térmico de solubilização resultando em uma camada de 600 µm com nitrogênio em solução sólida.

Borges e Rocha (2011) estudaram o efeito do SHTPN no mesmo aço 15-5PH e obtiveram camadas similares aos resultados de Itai (2008) na primeira etapa do SHTPN e posterior ganho de profundidade após a solubilização.

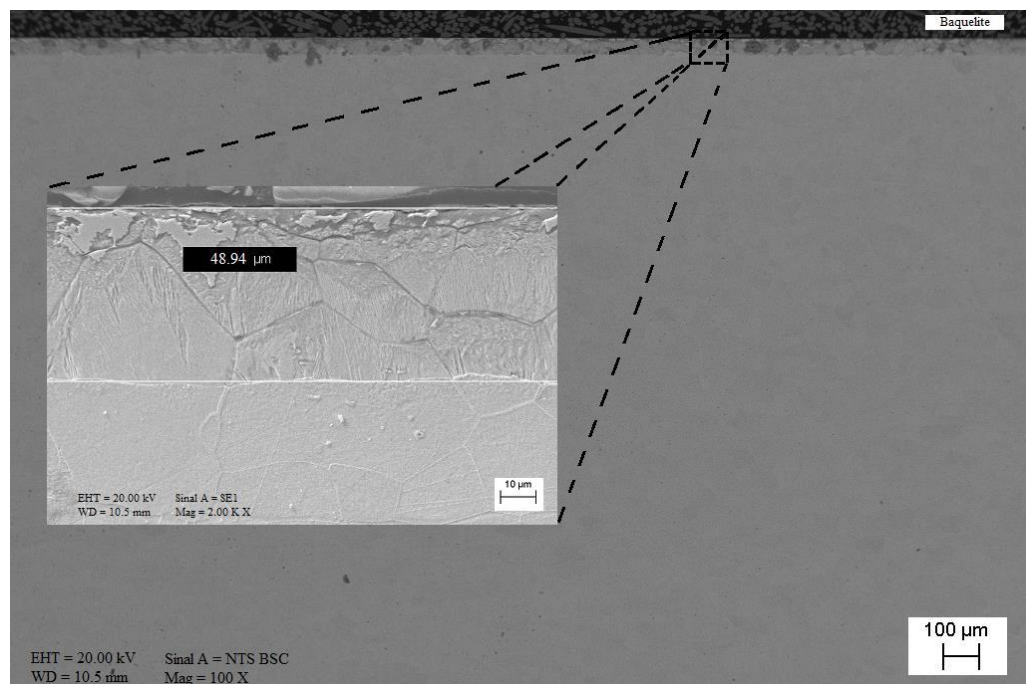
Maftoun *et al* (2011) submeteram o aço inoxidável martensítico ASTM CA-6NM ao processo SHTPN obtendo camada de nitretos com espessura de 40 µm com elevada dureza após nitretação. Posteriormente à solubilização, obteve-se uma camada com espessura de 500 µm, mas com decréscimo da dureza devido a difusão de nitrogênio.

Woellner (2013), utilizando um aço IF (Interstitial Free) e submetendo-o ao processo SHTPN, constatou após a nitretação a formação de uma camada superficial de nitretos de $16,8 \pm 2,6$ µm. Após a solubilização foi constatado aumento

da camada com nitrogênio em solução sólida para 400 μm e um conseqüente decréscimo de dureza em relação ao estágio anterior causado pela difusão de nitrogênio para o interior do material.

Berton (2014) estudou o comportamento do aço AISI 409 frente ao SHTPN e obteve camada nitretada média de 50 μm após a nitretação. Pode-se observar na Figura 5, a formação de camada nitretada por microscopia eletrônica de varredura.

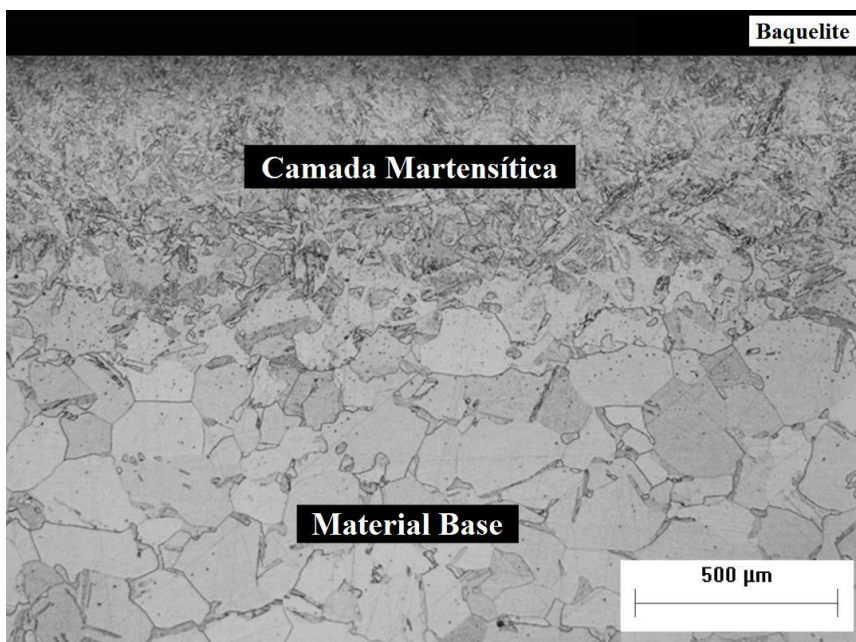
Figura 5 - Micrografia de MEV da camada nitretada (SHTPN) do aço inoxidável AISI 409



Fonte: Berton (2014)

A solubilização, completando o processo SHTPN, proporcionou a difusão e aprisionamento do nitrogênio em solução sólida intersticial gerando uma camada martensítica de nitrogênio com profundidade de aproximadamente 750 μm . Verificou-se que a formação de martensita de nitrogênio foi favorecida nos contornos de grão (caminhos de curto circuito) da ferrita, devido a maior energia nos contornos de grão, facilitando a difusão do nitrogênio. Pode-se observar na Figura 6 a camada martensítica de nitrogênio formada durante a solubilização.

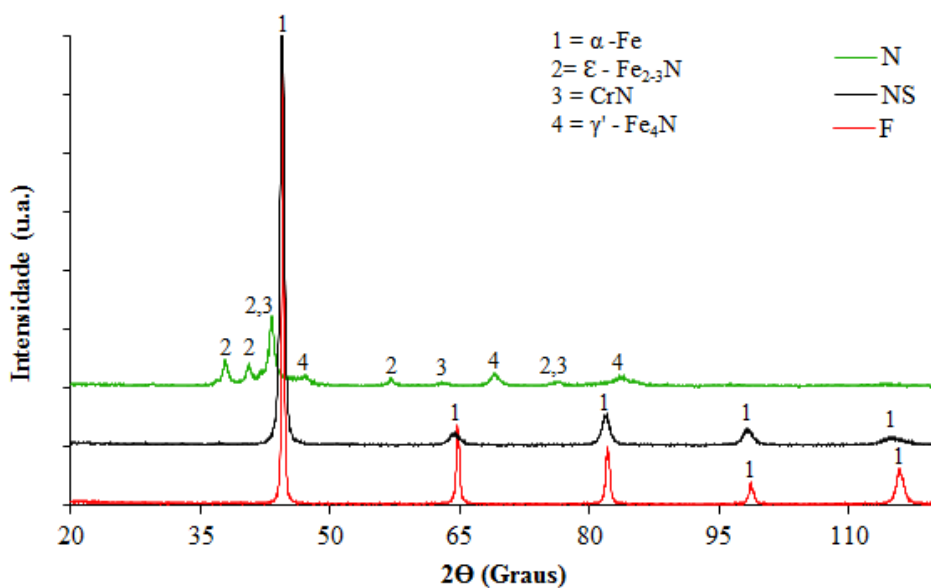
Figura 6 - Microestrutura por microscopia ótica da mostra solubilizada (SHTPN) com camada de martensita de nitrogênio no aço inoxidável AISI 409



Fonte: Berton (2014)

Berton (2014) também verificou as fases presentes nas amostras de estado de fornecimento, nitretada e solubilizada através de análise por DRX.

Figura 7 - Espectro de DRX obtido por Berton (2014) das amostras de estado de fornecimento, nitretada e solubilizada do aço inoxidável AISI 409.

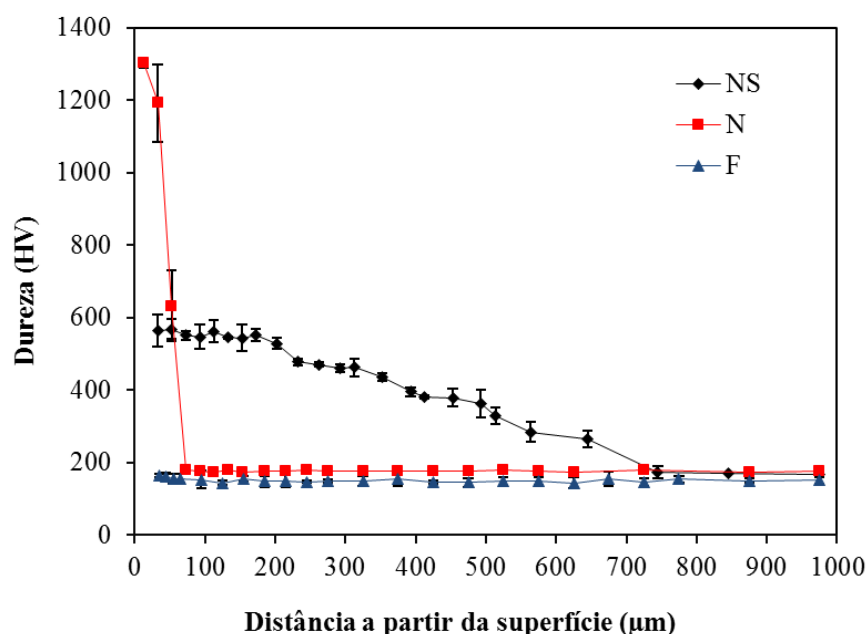


Fonte: Berton (2014)

Verifica-se na amostra em estado de fornecimento a presença de ferrita, após nitretação (primeira etapa do SHTPN) observou-se a presença de nitretos de ferro e de cromo na superfície do material. Na amostra solubilizada detectou-se picos de martensita revenida.

A análise de microdureza de perfil revelou o endurecimento superficial no aço AISI 409 através da adição de nitrogênio. A amostra nitretada obteve um pico de dureza dos seus primeiros 50 μm de 1300 HV porém houve um abrupta descida de dureza após a região da camada nitretada. A mostra solubilizada teve sua dureza superficial diminuída, aproximadamente 600 HV porém formou-se uma gradiente de dureza que se estende até 750 μm .

Figura 8 - Perfil de microdureza do aço inoxidável AISI 409 das amostras de estado de fornecimento, nitretada e solubilizada



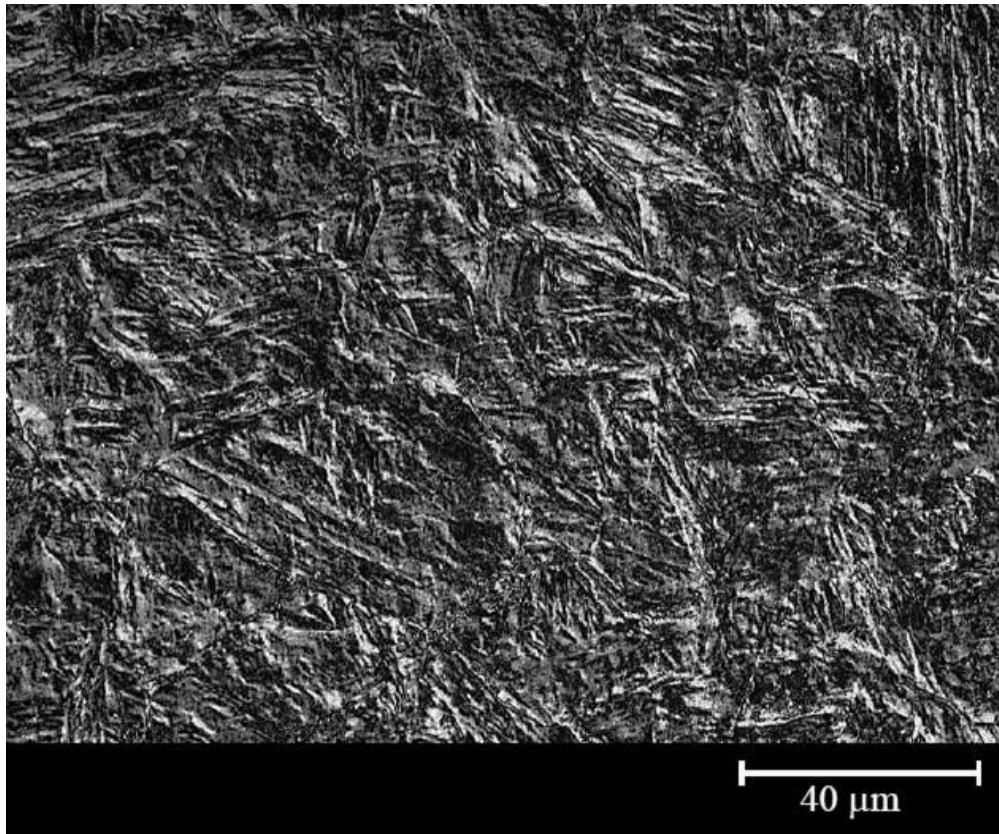
Fonte: Berton (2014)

2.8 PARÂMETROS DE REDE DE MARTENSITA

A martensita é uma fase meta-estável que se origina quando uma liga de ferro-carbono, ferro-nitrogênio é elevada a temperatura de austenitização e submetida a um resfriamento abrupto em um processo conhecido por têmpera. Os

átomos de carbono ou nitrogênio são aprisionados dentro da estrutura cristalina dos átomos de ferro, resultando em uma ligeira distorção dos parâmetros de rede. Possui estrutura cristalina TCC (Tetragonal de Corpo Centrado). É dura e frágil, por isso requer um processamento posterior por revenimento para aliviar tensões internas e para recuperar tenacidade. Possui aspecto de agulhas, como pode-se observar na Figura 9.

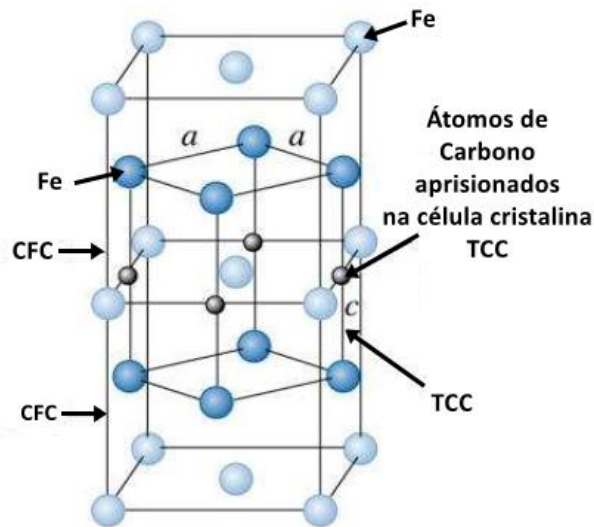
Figura 9 - Microestrutura do aço AISI 420 no estado temperado, obtida através do recurso de DIC (Diferencial Interference Contrast). Amostra austenitizada a 1050°C durante 0,5 h em vácuo, e temperada ao ar. Reagente: Marble



Fonte: Scheuer (2015)

Na Figura 10 pode-se observar células unitárias de austenita do tipo CFC (Cúbica de Face Centrada). Resfriando abruptamente após a austenitização o carbono fica retido dentro da célula, como não há espaço para acomodá-lo ocorre uma expansão volumétrica (mudanças dos parâmetros de rede "a" e "c") que gera tensões internas no material aumentando sua dureza e resistência ao desgaste.

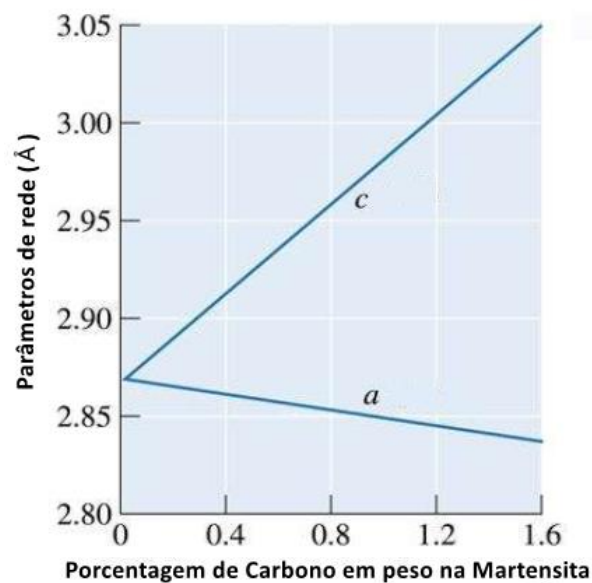
Figura 10 - Estrutura cristalina TCC da austenita e martensita.



Fonte: Adaptado de Canale (2017)

Na Figura 11 tem-se o gráfico do comportamento do parâmetro de rede de martensita de carbono versus teor de carbono em peso na martensita. Verifica-se que conforme aumenta-se o teor de carbono na martensita o parâmetro “c” aumenta linearmente e o parâmetro “a” diminui linearmente.

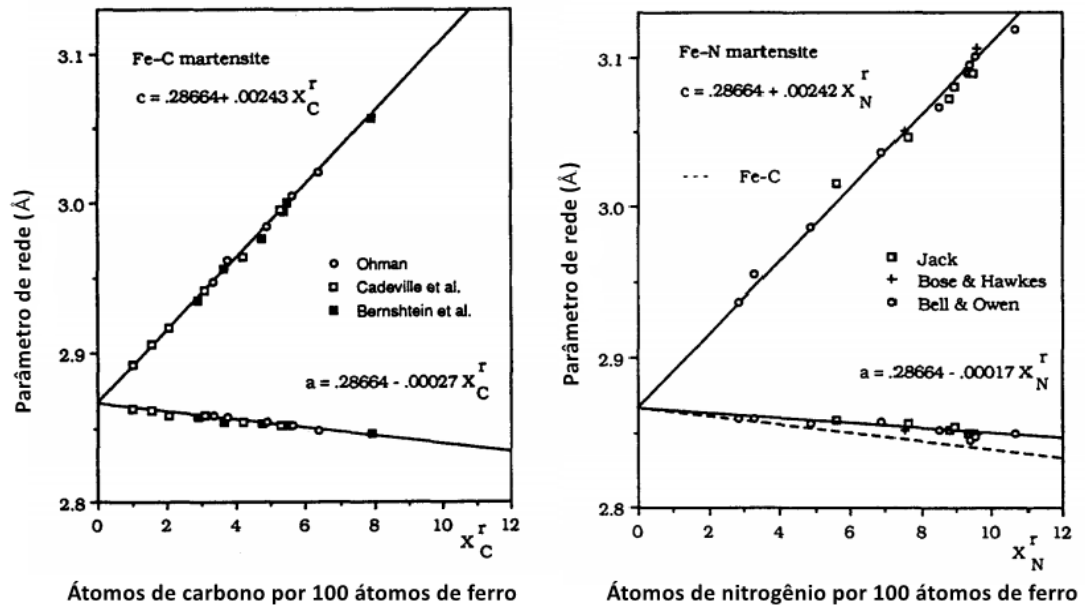
Figura 11 - Gráfico de parâmetro de rede versus porcentagem em peso de carbono na martensita.



Fonte: Adaptado de Canale (2017)

Cheng *et al* (1990) verificou a variação dos parâmetros de rede da célula unitária TCC das martensitas de carbono e de nitrogênio em relação ao número de átomos de carbono/nitrogênio por 100 átomos de ferro. O gráfico obtido para ambos os tipos de martensita pode ser visualizado na Figura 12.

Figura 12 - Parâmetros de rede das martensitas de carbono e de nitrogênio



Fonte: Adaptado de Cheng (1990)

Pode-se visualizar que para uma mesma relação de átomos intersticiais por 100 átomos de ferro os parâmetros de rede da martensita de carbono são mais distorcidos em relação aos parâmetros de rede da estrutura de martensita de nitrogênio.

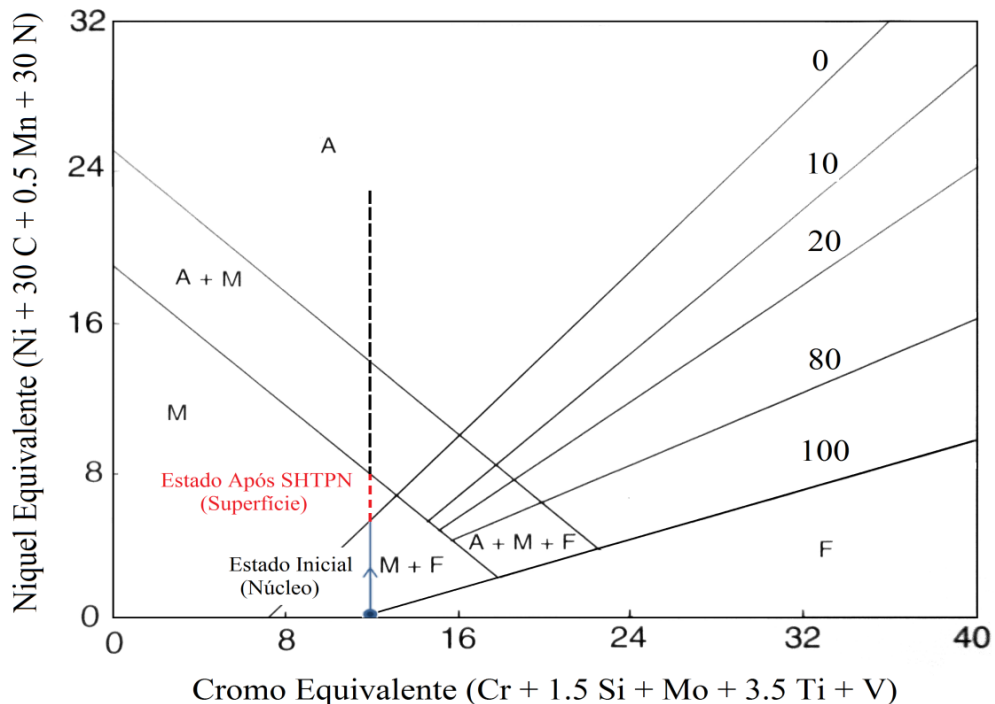
2.9 DIAGRAMA DE SCHAEFFLER

Os aços inoxidáveis são classificados conforme sua microestrutura que depende de sua composição química e tratamentos térmicos a que são submetidos. A composição química dos aços inoxidáveis tem elevada importância na fase resultante devido a estabilizarem uma ou outra fase, sendo classificados em dois grupos: os gamagenos, Níquel (Ni), Carbono (C), Nitrogênio (N) e Manganês (Mn) que estabilizam a fase austenita e os elementos alfa genos: Cromo (Cr), Silício (Si),

Molibdênio (Mo), Titânio (Ti) e Nióbio (Nb) que estabilizam a fase ferrita. (BERTON, 2014).

A microestrutura dos aços inoxidáveis após soldagem pode ser prevista pelo diagrama de Schaeffler, que relaciona a microestrutura resultante com a porcentagem de cromo equivalente e níquel equivalente do material. Kakhovskii *et al.* (1980) propuseram um diagrama de Schaeffler modificado, onde o nitrogênio é inserido na equação de quantificação de níquel equivalente enquanto titânio e vanádio são adicionados na equação de quantificação de cromo equivalente, como pode ser visualizado na Figura 13.

Figura 13 - Diagrama de Schaeffler adaptado, indicando ponto de fornecimento do aço AISI 409 e possibilidade de formação de martensita após processo SHTPN.



Fonte: Berton (2014), adaptado de Kakhovskii *et al.* (1980), apud Lippold *et al.* (2005).

Para o aço AISI 409 em estado de fornecimento tem-se um aço inoxidável de microestrutura ferrítica (ponto azul), após processo SHTPN haverá enriquecimento de nitrogênio na superfície do material, elevando a porcentagem de níquel equivalente e, portanto aumenta-se a estabilidade da fase austenítica na superfície do material, podendo a microestrutura resultante ser martensita e ferrítica, apenas martensítica, austenítica e martensítica e apenas austenítica. (BERTON, 2014).

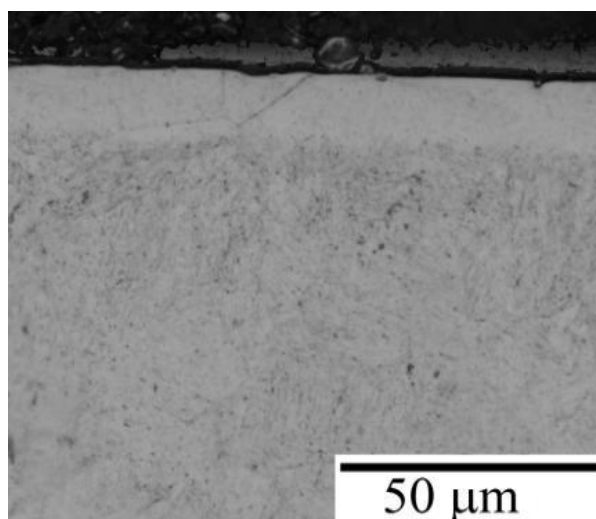
2.10 NITRETAÇÃO À BAIXA TEMPERATURA EM AÇOS INOXIDÁVEIS

Nos aços inoxidáveis a presença de cromo em solução sólida é o fator de maior importância para a resistência à corrosão. Quando aços inoxidáveis são nitretados em médias e altas temperaturas ocorre a formação de nitretos de cromo na superfície do aço, aumentando a dureza do material, mas em contrapartida diminui a resistência à corrosão devido a menor quantidade de cromo em solução sólida na matriz, reduzindo assim sua capacidade de passivação. Na nitretação à baixa temperatura, menores de 400 °C, a formação de nitretos de cromo são suprimidas, o nitrogênio bombardeado na superfície é implantado na forma de solução sólida intersticial formando uma camada superficial de elevada dureza embora este tipo de tratamento produz camadas mais finas e requer tempos mais elevados de formação. (PINTO *et al*, 2013), (ASSUNÇÃO, 2013).

Reis e Pandolfo (2015) estudaram o efeito da nitretação à baixa temperatura *versus* SHTPN para o aço ISO 5832-1 obtendo para a nitretação à baixa temperatura uma camada superficial supersaturada de nitrogênio chamada fase S ou também chamada de austenita expandida (γ_n), uma camada de elevada dureza e resistência ao desgaste. A supersaturação de nitrogênio na camada nitretada produz elevada densidade de discordâncias e tensões compressivas que também podem aumentar a resistência à fadiga.

SCHEUER *et al.* (2013) analisaram a influência do tempo de nitretação à baixa temperatura no aço inoxidável AISI 420 com atmosfera gasosa 70% N₂ + 20% H₂ + 10% Ar em temperatura de 350 °C nos tempos de 2, 4, 6 e 12 horas. Realizou-se microscopia ótica nas amostras nitretadas, medições de espessura de camada, medições de microdureza de topo e análise de fases presentes por DRX. A nitretação a baixa temperatura gerou uma camada branca e fina acima do substrato martensítico do aço inoxidável AISI 420 como pode-se verificar na Figura 14.

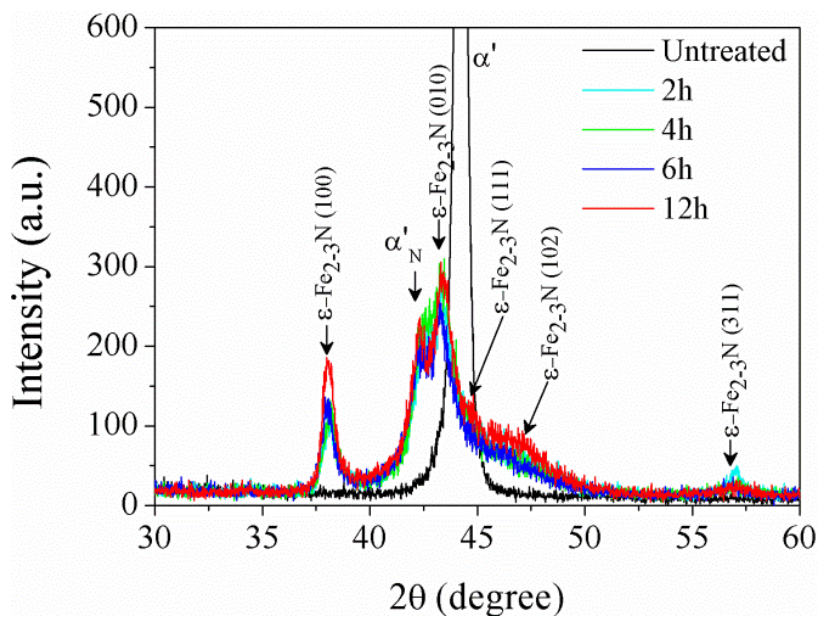
Figura 14 - Seção transversal da amostras nitretada a plasma em 350° C. Tratamento realizado por 6 h sob uma mistura gasosa composta por 70% N₂ + 20% H₂ + 10% Ar, no fluxo taxa de $3,34 \times 10^{-6} \text{Nm}^3 \text{s}^{-1}$, pressão de 400 Pa e tensão aplicada de 600 V.



Fonte: Scheuer et al (2013)

Análise por DRX indicou que a camada nitretada a baixa temperatura possui microestrutura de martensita expandida de nitrogênio para todas as condições de tempo, conforme pode-se observar na Figura 15.

Figura 15 - Espectro de DRX das amostras nitretadas por Scheuer a 350°C, a 2, 4, 6 e 12 horas.

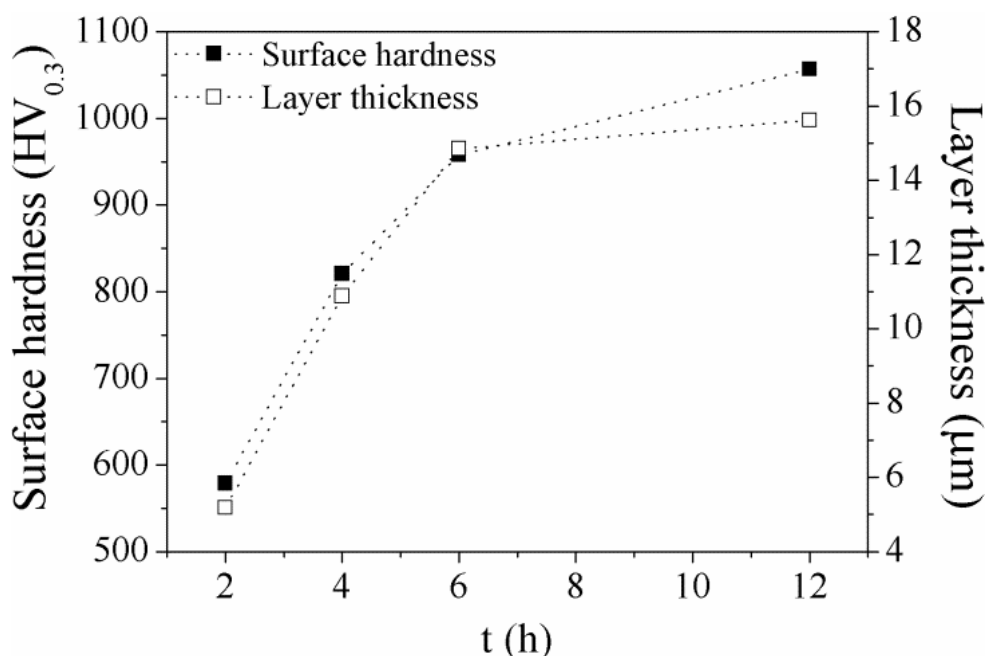


Fonte: Scheuer et al (2013)

Medições de espessura de camada foram realizadas, indicando um aumento da camada de martensita de nitrogênio com o aumento do tempo de nitretação por plasma a baixa temperatura. Observou-se que de 6 para 12 horas a camada teve pouco ganho de espessura.

A análise de microdureza das amostras nitretadas a baixa temperatura também indicou que a dureza de topo aumenta conforme maior tempo de nitretação por plasma a baixa temperatura. Pode-se verificar os dados de microdureza e espessura no gráfico da Figura 16.

Figura 16 - Dureza de topo medida por Scheuer nas amostras nitretadas a 350 °C nos tempos de 2, 4, 6 e 12 horas.



Fonte: Scheuer et al (2013)

Submeter uma peça à nitretação à baixa temperatura após processo SHTPN tem o objetivo de combinar os benefícios de ambos os processos, o SHTPN gera uma camada nitretada espessa com gradiente de dureza entre a superfície (aproximadamente 600 HV) e o substrato do material (aproximadamente 200 HV), enquanto a nitretação à baixa temperatura supersatura com nitrogênio alguns micrometros da camada solubilizada elevando a dureza e resistência ao desgaste na superfície em níveis que não seriam possíveis apenas com SHTPN. Ao final, tem-se uma camada com dureza superficial maior que a obtida somente com SHTPN e com espessura total de até duas ordens de grandeza maiores que obtidas apenas por

nitretação à baixa temperatura. A camada gerada pela combinação de ambos os processos oferece suporte a aplicações em que se tem altas forças de contato envolvidas e que simultaneamente apresente boa resistência à corrosão.

3. METODOLOGIA

3.1 ESCOLHA DO MATERIAL

Neste trabalho, os aços utilizados são o aço inoxidável ferrítico AISI 409 e o aço inoxidável martensítico AISI 420.

O aço inoxidável AISI 409 foi adquirido em forma de chapas laminadas da empresa Jatinox, com espessura de 5 mm. Obteve-se a composição química medida através de espectrometria de absorção atômica (*Atomic Absorption Spectroscopy - AAS*) e a porcentagem certificada trata dos dados obtidos através da certificação do fornecedor.

O aço AISI 420 foi obtido em forma de barra cilíndrica com 50,8 mm de diâmetro e 70 mm de altura através de parceria com a Universidade Federal do Paraná. Obteve-se a composição química medida através de ensaio de espectrometria de emissão ótica (*Optical Emission Spectroscopy - OES*). Os dados obtidos através da medição estão dentro dos limites das normas AISI e SAE para o aço 420.

As composições químicas dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 podem ser consultadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição química dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420

	C	Cr	Co	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	Ti	Si
AISI 409 Medida	0,00	10,8	0,041	0,023	0,20	0,053	0,32	0,033	0,000	0,215	0,000
Norma SAE/AISI 409 (ed. 2019)	0,08 _{máx}	10,5/11,7	-	-	1,00 _{máx}	-	0,5 _{máx}	0,045 _{máx}	0,030 _{máx}	0,75 _{máx}	1,00 _{máx}
AISI 420 Medido	0,305	12,21	0,000	0,077	0,33	0,025	0,38	0,019	0,005	0,000	0,330
Norma SAE/AISI 420 (ed.2007)	0,15 _{máx}	12/14	-	-	1,00 _{máx}	-	-	0,040 _{máx}	0,030 _{máx}	-	1,00 _{máx}

Fonte: Berton (2014), Severo (2017).

3.2 IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS

Ao total foram utilizadas 15 amostras, sendo 9 delas do aço AISI 409 e 6 do aço AISI 420. Para melhor disposição e identificação cada amostra receberá um código que varia conforme material e tratamento térmico em que são submetidas.

Amostras em estado de fornecimento recebem a sigla F em seu código, as nitretadas recebem N, as solubilizadas S, as temperadas T e as revenidas R. A identificação do aço de cada amostra é localizada no índice ao final da sigla. As amostras nitretadas à baixa temperatura recebem a identificação MY.X onde M significa martensita (fase de suporte à camada nitretada a baixa temperatura) e Y corresponde ao elemento químico intersticial que compõe a estrutura cristalina da martensita. A designação MN é utilizada para as amostras do aço Inoxidável AISI 409 que possui após solubilização uma camada superficial martensítica de nitrogênio, já a identificação MC refere-se a martensita de carbono, estrutura resultante da têmpera do aço inoxidável AISI 420. O código das amostras nitretadas a baixa temperatura é completado pelo código X que corresponde às horas em que a peça é submetida à nitretação a baixa temperatura. Toda a gama de códigos das amostras do aço AISI 409 pode ser observada na Tabela 2.

Tabela 2 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 409.

AMOSTRA	CONDIÇÃO
F₄₀₉	Fornecimento
N₄₀₉	Nitretada
S_{409.P}	SHTPN - Nitretada e solubilizada com camada de poros
S₄₀₉	SHTPN - Nitretada e solubilizada sem camada de poros
T₄₀₉	Nitretada, Solubilizada e Temperada
R₄₀₉	Nitretada, Solubilizada, Temperada e Revenida
MN.2	Nitretada, Solubilizada, Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 2 horas
MN.4	Nitretada, Solubilizada, Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 4 horas
MN.6	Nitretada, Solubilizada, Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 6 horas

Fonte: Autoria própria.

A gama de códigos de identificação das amostras do aço inoxidável AISI 420 pode ser visualizada na Tabela 3.

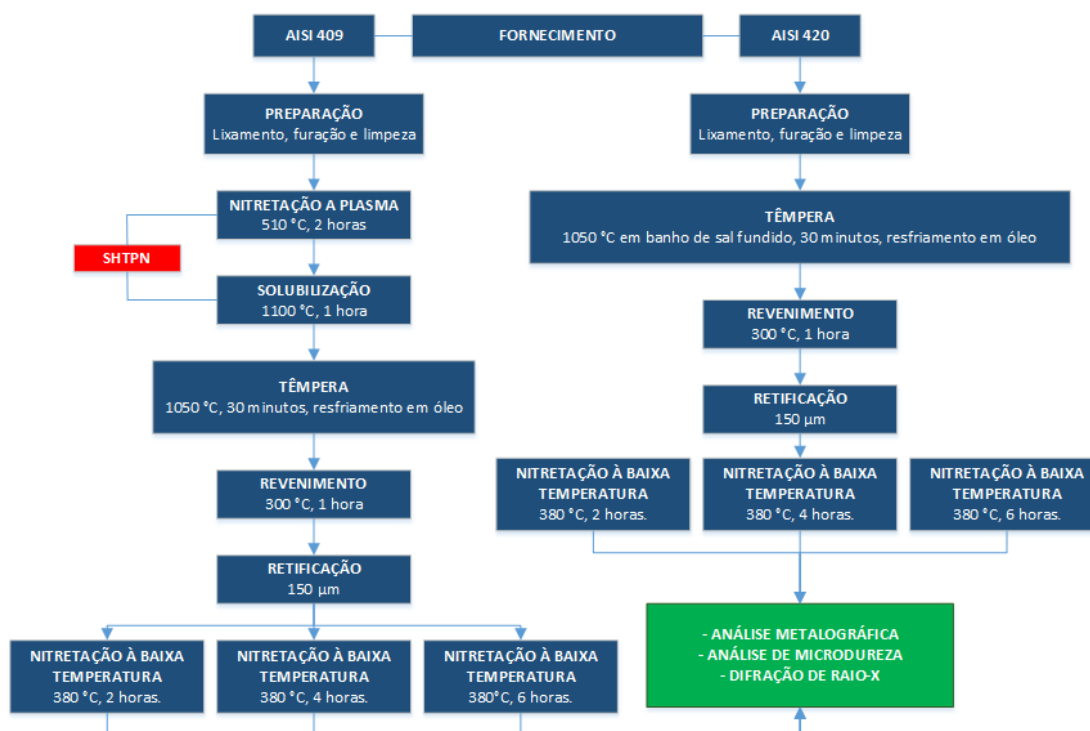
Tabela 3 - Códigos de identificação das amostras do aço AISI 420.

AMOSTRA	CONDIÇÃO
F ₄₂₀	Fornecimento
T ₄₂₀	Temperada
R ₄₂₀	Temperada e Revenida
MC.2	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 2 horas
MC.4	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 4 horas
MC.6	Temperada, Revenida e Nitretada à baixa temperatura após SHTPN por 6 horas

Fonte: Autoria própria.

Todos os procedimentos experimentais que foram realizados neste trabalho é descrito pelo fluxograma da Figura 17.

Figura 17 - Fluxograma experimental.



Fonte: Autoria própria.

3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As lâminas de aço inoxidável AISI 409 foram cortadas em chapas menores de dimensões 65x35x5 mm e passaram por retificação plana tangencial para remoção de defeitos provenientes da laminação e possíveis distorções geométricas. Após a retificação às peças foram cortadas em paralelepípedos de dimensão 30x30x5 mm. Posteriormente as faces geradas pelo corte foram lixadas com granulometria 320 mesh para evitar possíveis arcos elétricos dentro do reator de plasma.

Após lixadas, as amostras foram furadas utilizando uma broca de 3 mm de diâmetro com profundidade de furo de 5 mm, por onde as amostras foram acomodadas por uma haste cilíndrica dentro do reator de plasma.

A última fase é a limpeza das amostras por banho de ultrassom onde as amostras foram imersas em solução de álcool etílico e água destilada por 20 minutos.

3.4 PROCESSO SHTPN

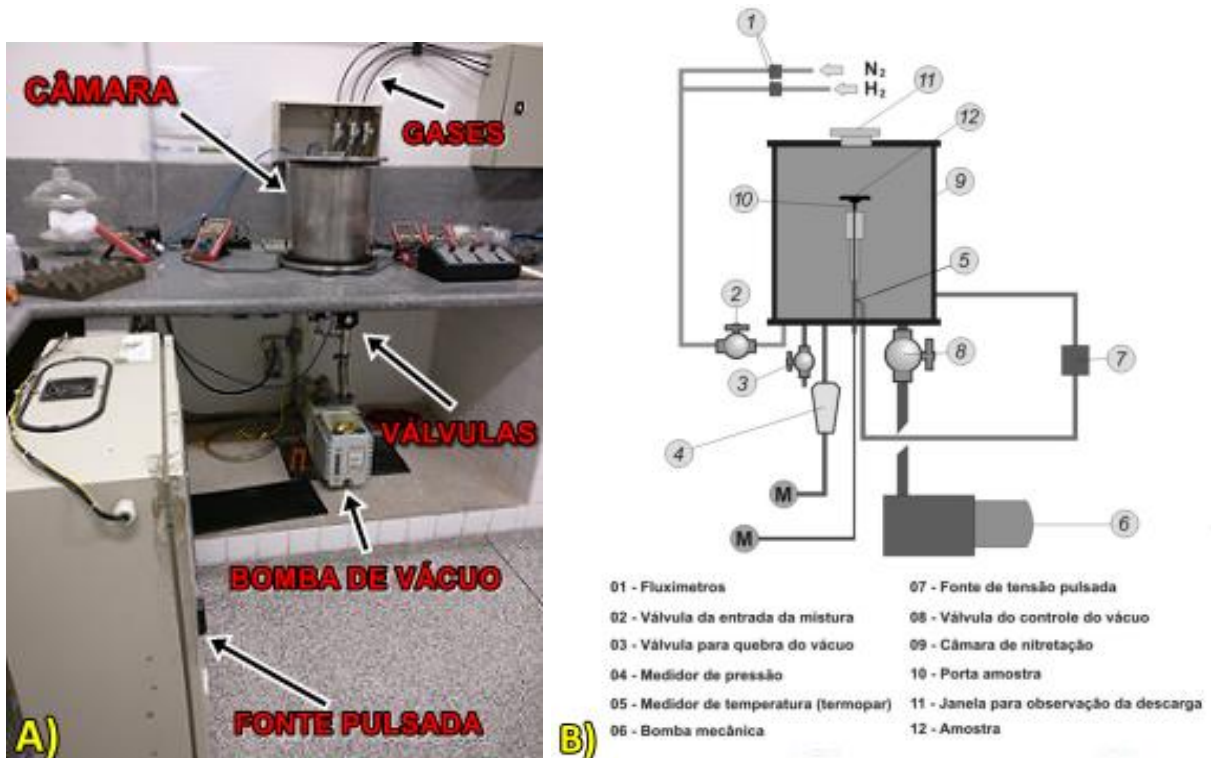
Ao total 8 amostras do aço AISI 409 foram nitretadas mas apenas 7 foram solubilizadas (1 amostra foi retirada para análise da condição nitretada, N₄₀₉) completando o processo SHTPN. Nenhuma amostra de aço inoxidável martensítico AISI 420 foi submetida ao processo SHTPN.

3.4.1 Nitretação por plasma

Para o processo de nitretação foi utilizado o reator de plasma de parede fria da Universidade Tecnológica Federal do Paraná que fica situado no Laboratório de Plasma (LabPlasma) no campus Ecoville em Curitiba. De forma simplificada, o sistema é composto por uma câmara de nitretação, um sistema de produção de vácuo (bomba de vácuo), sistema de alimentação de gases, fonte de tensão pulsada e válvulas de regulação de vácuo e entrada de gases. O sistema do laboratório da

Universidade Tecnológica Federal do Paraná é apresentado na Figura 18 (a) e na Figura 18 (b) tem-se uma representação esquemática do reator de plasma com a lista de seus componentes.

Figura 18 - Componentes do sistema de nitretação à plasma com reator de parede fria da UTFPR (a) Representação esquemática do reator de Plasma (b).



Fonte: (a) Autoria própria (b) Itai (2008).

A câmara de nitretação é constituída de borossilicato, um tipo de vidro que resiste a exposição a altas temperaturas, a base e tampa superior são feitas de aço inoxidável ABNT 304. Dentro da câmara também há 3 blindagens cilíndricas feitas de aço inoxidável de forma que as perdas por radiação são minimizadas e evite-se o superaquecimento do vidro externo da câmara.

Dentro da câmara de nitretação as amostras foram posicionadas em um suporte que possui hastes radiais, com o objetivo de garantir a homogeneidade do tratamento deixando-as igualmente espaçadas umas das outras minimizando o risco de formação de cátodo oco e de arcos elétricos produzidos na superfície de uma peça interferir na superfície de outra, conforme pode ser visualizado na Figura 19.

Figura 19 - Câmara de nitretação do reator de parede fria da UTFPR com amostras alojadas no suporte.



Fonte: Autoria própria.

Os parâmetros utilizados durante a limpeza e nitretação são dispostos na Tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros utilizados na limpeza e nitretação à plasma (SHTPN).

Parâmetros	Limpeza da superfície por H ₂	Nitretação por plasma
Temperatura (°C)	160 ± 10	510 ± 10
Tensão (V)	400	600
Pressão (Torr)	1,5 ± 0,2	3,0 ± 0,2
Tempo (horas)	1	2
Atmosfera gasosa	100% H ₂	80% N ₂ + 20%H ₂
T _{on}	125 a 115	180 a 170
T _{off}	250	250

Fonte: Adaptação de Berton (2014)

3.4.2 Solubilização

Para a solubilização das 7 amostras do aço AISI 409 foi utilizado o forno a vácuo modelo EDG10P-S da marca EDG equipamentos e a bomba de vácuo modelo Labovac P12D da marca Saskia Hockvakuum que ficam situados no

Laboratório de Tratamentos Térmicos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná no campus Ecoville em Curitiba. Devido a diferenças encontradas entre a temperatura nominal do display do forno e a temperatura real dentro do forno, fez-se previamente testes com um termopar externo para medir a variação de temperatura entre ambos os equipamentos durante o processo e assim estabelecer os parâmetros corretos para a solubilização, tempera e revenimento. Cabe ressaltar que a diferença encontrada entre os dois equipamentos é variável para diferentes faixas de temperatura, portanto as variações para cada tratamento térmico deste trabalho são diferentes.

O procedimento de solubilização consistiu nos seguintes passos:

- 1) Inserção das peças dentro do forno a temperatura ambiente e fechá-lo hermeticamente.
- 2) Acionamento da bomba de vácuo até que a pressão manométrica dentro do forno atinja aproximadamente -700 mmHg na indicação do vacuômetro.
- 3) Preenchimento do interior do forno com argônio até a pressão manométrica dentro do forno atingir -50 mmHg com o objetivo de minimizar a oxidação das amostras.
- 4) Aquecimento do forno até a temperatura real de 1100 °C (temperatura nominal 1050 °C).
- 5) Manutenção da temperatura (real) de 1100 °C durante 1 hora.
- 6) Remoção imediata das amostras do forno e resfriamento imediato em óleo agitando as amostras durante o resfriamento até a temperatura ambiente para evitar a precipitação de nitretos e transformar a fase austenita para martensita.

Os parâmetros do forno à vácuo, utilizados no aquecimento e solubilização são dispostos na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados no processo de solubilização do aço AISI 409 (SHTPN).

Parâmetro	Valor
Temperatura _{Termopar} (°C)	1100
Temperatura _{Forno} (°C)	1050
Velocidade	30
Patamar (min)	60

Fonte: Adaptado de Berton (2014).

3.5 TÊMPERA

Posteriormente à solubilização 5 amostras do aço AISI 409 foram temperadas e resfriadas abruptamente com agitação das amostras em óleo até temperatura ambiente. Outras 5 amostras do aço AISI 420 foram temperadas.

Para ambos os materiais o tratamento de têmpera consiste na austenitização do material (ASM Handbook, 2007) na temperatura de 1050 °C por 30 minutos. O forno utilizado para a têmpera do aço AISI 409 foi o mesmo forno à vácuo utilizado no processo de solubilização, modelo EDG10P-S da marca EDG equipamentos. Para o aço AISI 420 foi utilizado um forno convencional, com as peças imersas em sal fundido TEC 950 para evitar descarbonetação, ao final as amostras foram resfriadas em óleo.

Os parâmetros utilizados na têmpera do aço inoxidável AISI 409 são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera dos aços AISI 409

Parâmetro	Valor
Temperatura _{Termopar} (°C)	1050
Temperatura _{Forno} (°C)	1000
Velocidade	30
Patamar (min)	30

Fonte: Adaptado de Berton (2014).

Não foi possível comparar a temperatura do forno de banho de sal com a temperatura indicada pelo termopar externo, uma vez que a atmosfera do forno contendo sais poderia causar danos ao termopar, portanto a temperatura utilizada

no processo de têmpera foi a temperatura nominal do forno. Os parâmetros de têmpera do aço inoxidável AISI 420 são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Parâmetros utilizados no tratamento térmico de têmpera dos aços AISI 420.

Parâmetro	Valor
Temperatura _{Forno} (°C)	1050
Velocidade	30
Patamar (min)	30

Fonte: Dados de Berton (2014).

3.6 REVENIMENTO

As amostras temperadas foram submetidas ao revenimento em forno à vácuo modelo EDG10P-S da marca EDG equipamentos sob atmosfera de nitrogênio.

Os parâmetros utilizados no revenimento são dispostos na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros utilizados no processo de revenimento dos aços AISI 409 e AISI 420.

Parâmetro	Valor
Temperatura _{Termopar} (°C)	300
Temperatura _{Forno} (°C)	250
Velocidade	30
Patamar (min)	60

Fonte: Adaptado de Berton (2014).

3.7 RETIFICAÇÃO

Após o revenimento as amostras foram submetidas a retificação para retirada de óxidos formados na superfície da camada solubilizada, possíveis distorções geométricas geradas nos processos SHTPN e têmpera e da remoção da pequena camada porosa resultante do processo SHTPN (BORGES & ROCHA,

2011). Neste processo foram removidos 150 μm de cada face por retificação plana tangencial.

3.8 NITRETAÇÃO À BAIXA TEMPERATURA

Uma vez retificadas, foram nitretadas a baixa temperatura 3 amostras do aço AISI 409 que foram submetidas a SHTPN, têmpera e revenimento e outras 3 amostras do aço AISI 420 que foram submetidas a têmpera e revenimento.

Neste trabalho foi utilizada uma atmosfera gasosa de 70% N_2 + 20% H_2 + 10% Ar, temperatura de 380 $^\circ\text{C}$. Para cada condição de tempo de nitretação, 2, 4 e 6 horas foi nitretada uma amostra dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 porém as nitretações das amostras do aço AISI 409 foram realizadas separadamente das nitretações das amostras do aço AISI 420 para não ocorrer contaminação entre os materiais.

Os parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409 são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI 409.

Parâmetros	Limpeza da superfície por H_2	Nitretação por plasma
Temperatura ($^\circ\text{C}$)	300 \pm 10	380 \pm 10
Tensão (V)	600	600
Pressão (Torr)	2,4 \pm 0,2	2,8 \pm 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}	49 a 55	41 a 50
T_{off}	250	250

Fonte: Autoria própria.

Os parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Parâmetros de nitretação a baixa temperatura do aço AISI

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: Autoria própria

3.9 PREPARAÇÃO PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para a realização da análise metalográfica as amostras foram cortadas transversalmente 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. Posteriormente as amostras foram recobertas com eletrodeposição de cobre, utilizando uma fonte elétrica de 3 V e solução de sulfato de cobre pentahidratado CuSO₄.5H₂O. Em sequência as amostras 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 politriz automática modelo EcoMet 250 da marca Buehler com suspensão de pasta de diamante sequencialmente em sessões com granulometrias de 9 µm, 3 µm, 1 µm e 0,25 µm.

Após o polimento, submeteu-se as amostras polidas a banho de ultrassom por 10 minutos em água destilada e detergente e em seguida por mais 10 minutos em mistura de álcool etílico e água destilada com o objetivo de remover resquícios de lubrificante e outras impurezas da superfície do material para otimização do ataque químico.

Diferentes testes de ataque químico foram feitos para se obter o melhor resultado para cada condição. Para as amostras do aço inoxidável AISI 409 nas etapas anteriores à nitretação a baixa temperatura foi utilizado o reagente Villela (5 ml de HCl + 100 ml de C₂H₅OH + 1 g de ácido pícrico), porém para as amostras nitretadas a baixa temperatura não foi possível revelar com nitidez a camada nitretada com o reagente Villela porém foi possível revelar com nitidez através do reagente Marble (1g CuSO₄ + 5 ml HCl + 5 ml H₂O). Os parâmetros de ataque químico para as amostras do aço inoxidável AISI 409 são exibidos na tabela 11.

Tabela 11 - Tempos de ataque químico nas amostras do aço inoxidável AISI 409

Amostra	Reagente	Tempo (s)
F ₄₀₉	Vilella	30
N ₄₀₉	Vilella	30
S _{409,P}	Vilella	30
S ₄₀₉	Vilella	30
T ₄₀₉	Vilella	30
R ₄₀₉	Vilella	30
MN.2	Marble	15
MN.4	Marble	15
MN.6	Marble	15

Fonte: Autoria própria

Para as amostras do aço inoxidável AISI 420 foi possível obter todas as micrografias utilizando o reagente Vilella, porém para as amostras nitretadas a baixa temperatura foi necessário utilizar um tempo menor de ataque. Os parâmetros de ataque químico utilizados nas amostras do aço inoxidável AISI 420 são exibidos na Tabela 12.

Tabela 12 - Tempos de ataque químico nas amostras do aço inoxidável AISI 409

Amostra	Reagente	Tempo (s)
F420	Vilella	30
T420	Vilella	30
R420	Vilella	30
MC.2	Vilella	20
MC.4	Vilella	20
MC.6	Vilella	20

Fonte: Autoria própria

3.10 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

3.10.1 Análise metalográfica por microscopia ótica

Para cada amostra deste trabalho foi realizada a análise metalográfica por microscopia ótica com o microscópio Olympus BX51M que localiza-se no laboratório de microscopia do campus Ecoville da Universidade Tecnológica Federal do Paraná em Curitiba. O microscópio trabalha em conjunto com um computador provido do softwares ImagePro-Plus®, ferramenta utilizada na captação e processamento das imagens obtidas.

Para obter a espessura das camadas obtidas por SHTPN e nitretação a baixa temperatura utilizou-se inspeção visual e a ferramenta de medição do software ImagePro-Plus®. Para a aferição da espessura da camada de martensita de nitrogênio formada pelo SHTPN selecionou-se o intervalo que compreende da superfície do material até o primeiro contorno de grão de ferrita identificado, em um total de 5 medições para cada amostra. Para a aferição da espessura da camada expandida originada na nitretação por plasma a baixa temperatura selecionou-se o intervalo que compreende desde a superfície da amostra até a profundidade em que se verifica-se uma tonalidade branca, em um total de 5 medições para cada amostra.

3.10.2 Análise de microdureza

Para a medição da microdureza de todas as amostras 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.

A escala de microdureza utilizada neste trabalho é do tipo Knoop pois possui o formato de indentação mais adequado para finas camadas como é o caso das camadas formadas por nitretação a baixa temperatura.

As medições de microdureza de perfil foram feitas com carga HK (0.05 kgf) em superfície polida, a menor carga possível que permitia que o erro de leitura das diagonais da indentação não tivesse influencia significativa no valor da microdureza. As medições de microdureza de topo foram feitas com carga HK (0.3 kgf) e em superfícies lixadas (F₄₀₉, S_{409.P}, S₄₀₉, T₄₀₉, R₄₀₉, F₄₂₀, T₄₂₀, R₄₂₀) ou retificadas (N₄₀₉, MN.2, MN.4, MN.6, MC.2, MC.4, MC.6), uma vez que qualquer polimento em amostras nitretadas removeria justamente a camada nitretada formada. A maior rugosidade das amostras lixadas e retificadas influenciou na escolha da carga utilizada na medição de dureza de topo, uma vez que com cargas baixas as indentações tinham formato distorcido inviabilizando uma leitura correta das diagonais da indentação e conseqüente valor de microdureza. A carga de HK (0.3 kgf) é a menor carga que permitiu que o erro de leitura das diagonais da indentação não tivesse influencia significativa no valor da microdureza.

3.10.3 Análise por Difração de Raios - X (DRX)

Para a identificação das fases presentes na microestrutura das amostras foi empregado a análise por difração de raios-x utilizando o difratômetro XRD-7000 da marca Shimadzu que situa-se no campus de Paranaguá do Instituto Federal do Paraná. Os dados obtidos de espessura de camada por microscopia ótica foram fundamentais para a seleção de modo de operação do difratômetro para theta-2theta pois micrografias revelaram que algumas amostras nitretadas a baixa temperatura

possuíam camada mais espessa que a recomendada por incidência de ângulo rasante.

Os parâmetros utilizados na análise de DRX são dispostos na Tabela 13.

Tabela 13 - Parâmetros utilizados na análise de DRX

Parâmetro	Reagente
Voltagem (kV)	30
Corrente (mA)	20
Fendas de divergência (graus)	1,00000
Fendas de espalhamento (graus)	1,00000
Fendas de recepção (mm)	0,30000
Configuração	Theta-2Theta
Intervalo de varredura	30,000 - 100,000
Modo de escaneamento	Escaneamento contínuo
Taxa de varredura (graus/minuto)	1,0000
Passo de amostragem (graus)	0,0200
Tempo predefinido (s)	1,20

Fonte: Autoria própria

4. RESULTADOS

A seguir, são apresentados os resultados dos procedimentos experimentais deste trabalho. Serão exibidos em sequência, as micrografias e os resultados de espessura de camada contendo nitrogênio, ambos obtidos por microscopia ótica, os resultados de microdureza de topo e de perfil e por último são apresentados os resultados de fases presentes por análise de DRX.

4.1 MICROSCOPIA ÓTICA

Para as amostras tratadas por SHTPN, têmpera e revenido a disposição das micrografias é feita com a micrografia de resolução 50x no lado esquerdo (letra “a”) e a micrografia de resolução 200x no lado direito (“letra b”), deste modo tem-se na mesma linha de visão o aspecto geral e a ampliação da microestrutura da amostra.

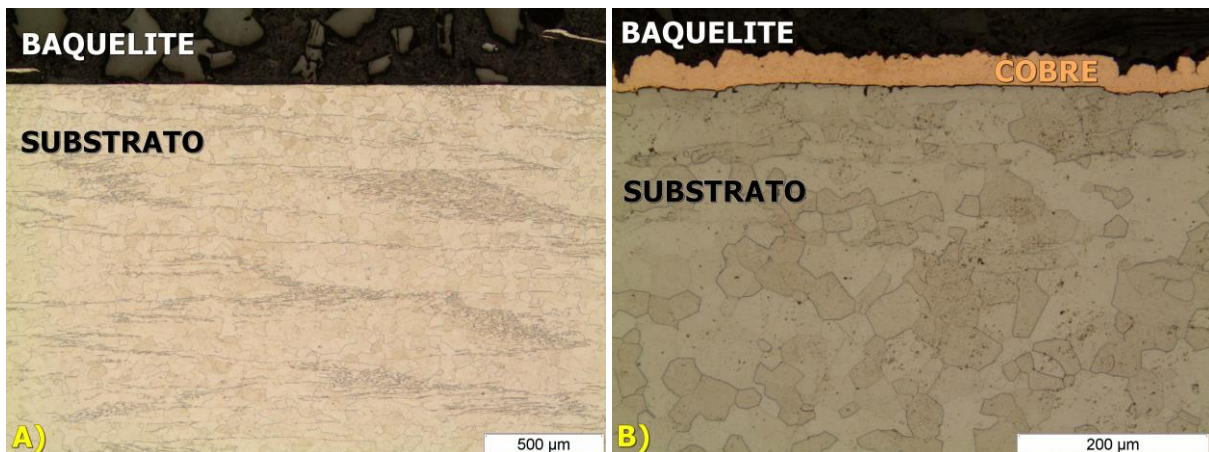
Para as amostras nitretadas a baixa temperatura as micrografias são dispostas de modo que para uma mesma resolução as micrografias do aço inoxidável AISI 409 são exibidas a esquerda e as micrografias do aço inoxidável AISI 420 são exibidas a direita. As imagens identificadas com a letra “a” e “c” correspondem ao aço inoxidável AISI 409 nas resoluções de lente 50x e 200x respectivamente, analogamente, as imagens identificadas com as letras “b” e “d” correspondem ao aço inoxidável AISI 420 nas resoluções de lente 50x e 200x respectivamente. Essa disposição gráfica favorece a comparação visual do aspecto e profundidade da camada nitretada assim como também da microestrutura vizinha.

4.1.1 Amostra de estado de fornecimento - F₄₀₉

Observa-se na Figura 20 (a) que a amostra de estado de fornecimento F₄₀₉ possui microestrutura completamente ferrítica, identifica-se também a presença de estrias no material. O padrão de direção das estrias indica que as elas podem ter sido formadas no processo de laminação quando o material foi fabricado.

Na Figura 20 (b), região sem estrias, pode-se observar com maior nitidez os contornos de grão de ferrita.

Figura 20 - Amostra de estado de fornecimento F₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

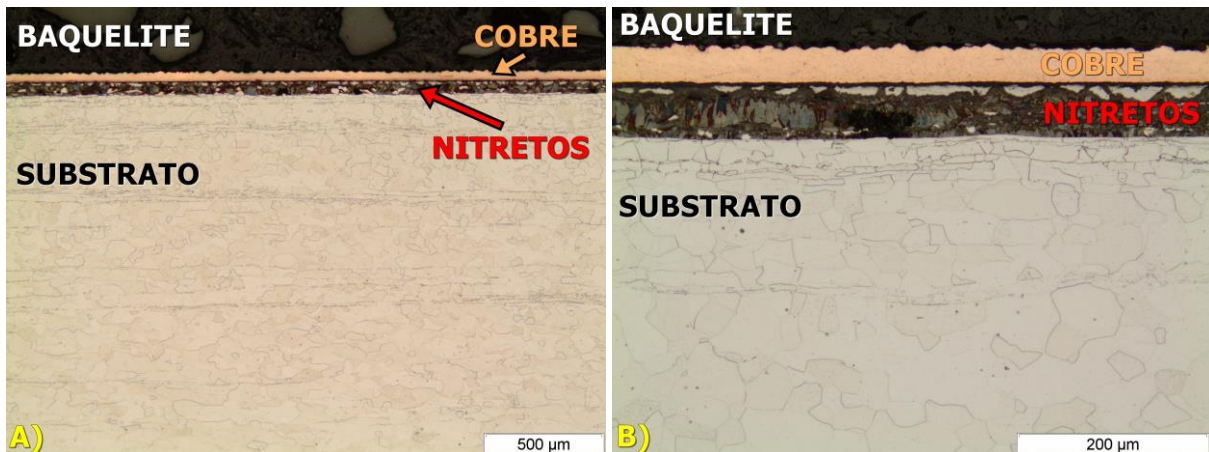


Fonte: Autoria própria

4.1.2 Amostra nitretada (SHTPN) - N₄₀₉

Após submeter a amostra de estado de fornecimento a uma nitretação de 2 horas a 510 °C (primeira etapa do processo SHTPN) notou-se na amostra nitretada N₄₀₉ a formação de uma camada nitretada da ordem de $56,2 \pm 0,8 \mu\text{m}$. Berton (2014) identificou nitretos de ferro e de cromo como constituintes da camada nitretada. O substrato manteve-se sem alterações microestruturais sendo constituído de ferrita.

Figura 21 - Amostra nitretada (SHTPN) N₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).



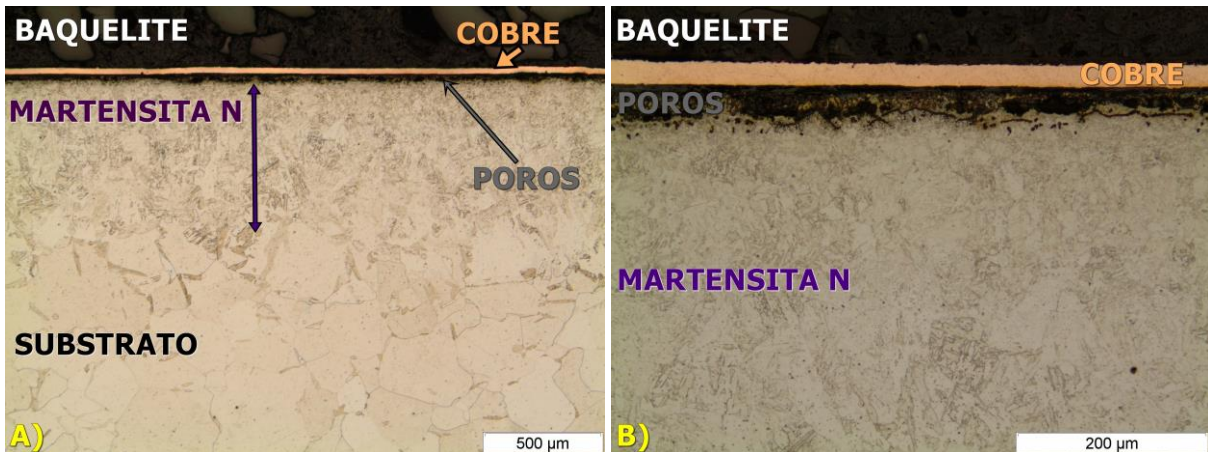
Fonte: Autoria própria.

4.1.3 Amostra solubilizada com poros (SHTPN) - S_{409.P}

Solubilizando a N₄₀₉ resulta na amostra S_{409.P} solubilizada com camada de poros. Analisando a Figura 22 (a) observa-se que nos primeiros 50 µm onde havia uma espessa camada de nitretada na amostra N₄₀₉ agora há uma camada de poros com aspecto escuro. No processo de solubilização o nitrogênio componente da camada nitretada difundiu para o interior do substrato alojando-se como átomo intersticial na rede cristalina dos átomos de ferro, com o abrupto resfriamento os átomos de nitrogênio foram aprisionados distorcendo ligeiramente a estrutura cristalina, formando uma camada de martensita de nitrogênio de espessura $726,5 \pm 61,8 \mu\text{m}$.

Como resultado da difusão do nitrogênio da superfície em direção ao substrato a camada nitretada anterior torna-se porosa comprometendo as propriedades mecânicas do material possuindo baixa dureza de topo, apenas $273 \pm 23 \text{ HK}_{0.3}$. Resultados de microdureza de topo e de perfil serão tratados mais abrangentemente no item 4.4.

Figura 22 - Amostra solubilizada com poros S_{409,P} na resolução 50x (a) e na resolução 200x (b).

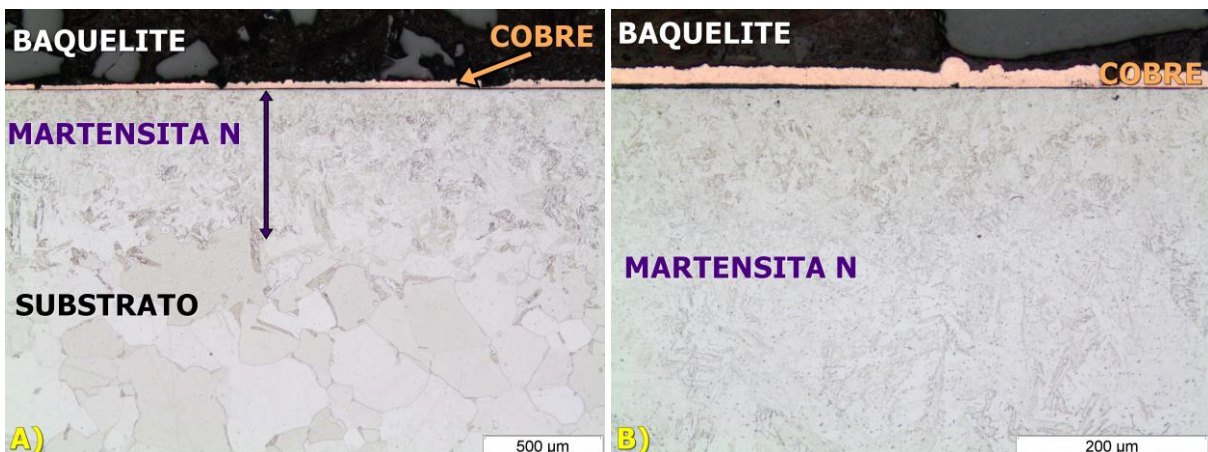


Fonte: Autoria própria.

4.1.4 Amostra solubilizada sem poros (SHTPN) - S₄₀₉

A amostra S₄₀₉ resultou do desbaste por lixamento rotativo de 90 μm da superfície da amostra solubilizada porosa S_{409,P}. Na Figura 23 (a) e (b) verificamos que eliminando a camada de poros superficial a microestrutura resultante é de uma camada martensítica de nitrogênio que se estende da superfície até a profundidade de $726,5 \pm 75,4 \mu\text{m}$. Uma vez removida a camada de poros a dureza que topo resultante é de $569 \pm 26 \text{ HK}_{0,3}$. Resultados de microdureza serão abordados mais abrangentemente na seção 4.4.

Figura 23 - Amostra solubilizada sem poros S₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

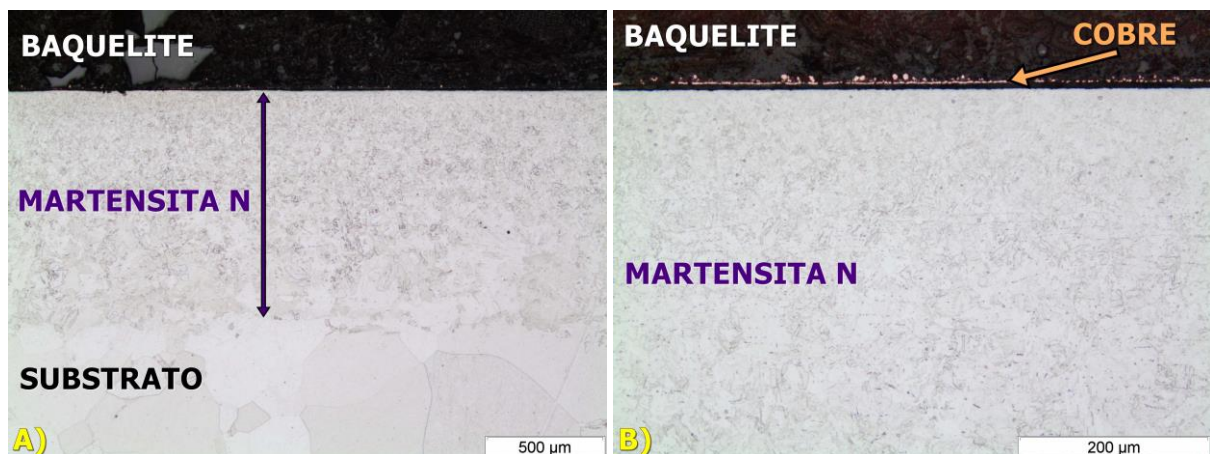


Fonte: Autoria própria.

4.1.5 Amostra temperada - T₄₀₉

Para refinar o tamanho de grão da martensita de nitrogênio gerada na fase de solubilização a amostra solubilizada S₄₀₉ foi submetida a têmpera a uma temperatura de 1050 °C durante 30 minutos, resultando na amostra temperada T₄₀₉. A combinação de alta temperatura e tempo no tratamento térmico de têmpera propiciaram uma maior difusão de nitrogênio no interior do substrato, resultando em uma camada com martensita de nitrogênio maior em relação a amostra solubilizada S₄₀₉, com espessura de $932,5 \pm 60,7 \mu\text{m}$, um aumento de 205 μm na camada gerada pelo SHTPN.

Figura 24 - Amostra temperada T₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

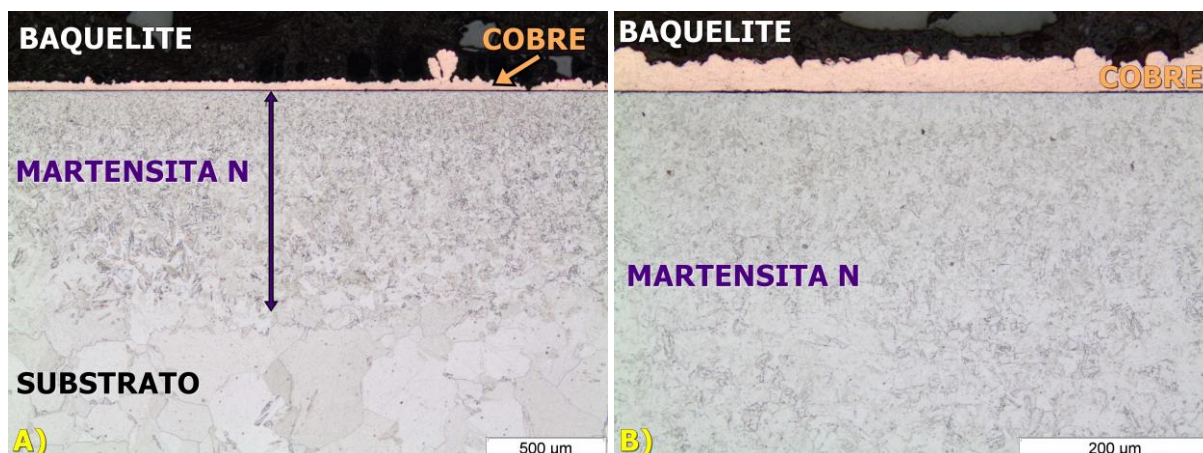


Fonte: Autoria própria.

4.1.6 Amostra revenida - R₄₀₉

A amostra temperada T₄₀₉ quando revenida a 300°C deu origem a amostra R₄₀₉. Na Figura 25 (a) observa-se que o revenimento não altera o aspecto da microestrutura, é possível ver ainda a camada de martensita de nitrogênio e o substrato de ferrita sem precipitação visível de nitretos.

Figura 25 - Amostra revenida R₄₀₉ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

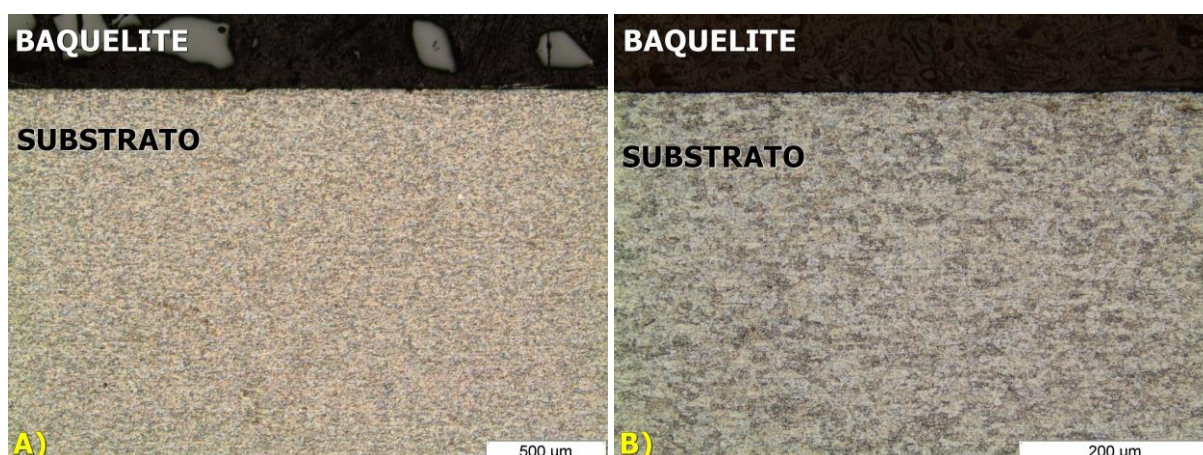


Fonte: Autoria própria.

4.1.7 Amostra de estado de fornecimento - F₄₂₀

O aço inoxidável AISI 420 embora classificado como martensítico possui em seu estado de fornecimento microestrutura ferrítica como observado na Figura 26 (a) e (b), sua microestrutura só se transforma em martensita de carbono quando submetida ao tratamento térmico de têmpera.

Figura 26 - Amostra em estado de fornecimento F₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

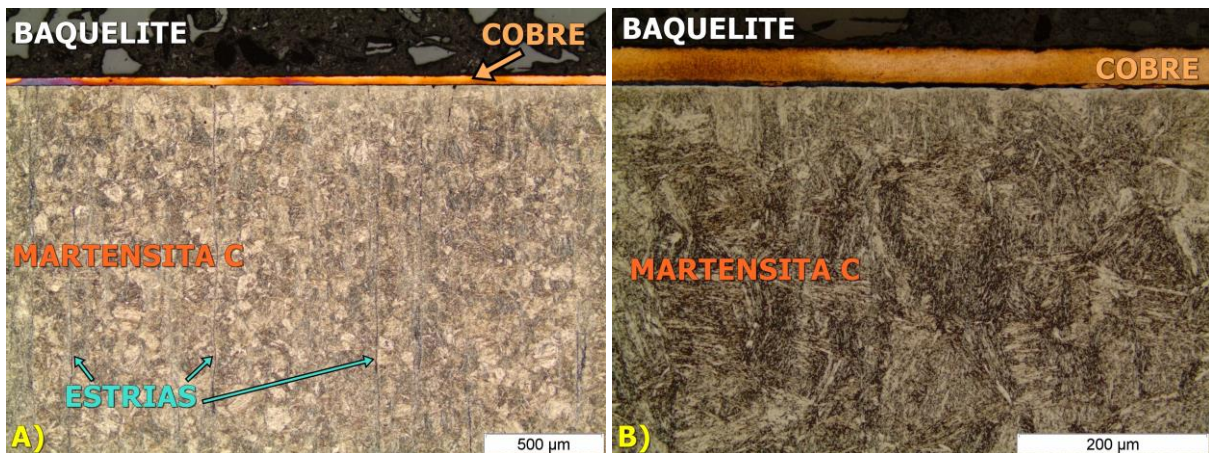


Fonte: Autoria própria.

4.1.8 Amostra temperada - T₄₂₀

A amostra de estado de fornecimento F₄₂₀ submetida a têmpera por 30 minutos a 1050°C resulta na amostra T₄₂₀, que como pode-se observar na Figura 27 (a) possui microestrutura martensítica de carbono. Na Figura 27 (b) nota-se uma estrutura com aspecto de agulhas, uma característica da estrutura martensítica. Nota-se também na Figura 27 (a) estrias que podem ter sido ocasionadas na ocasião da fabricação do material.

Figura 27 - Amostra revenida T₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).



Fonte: Autoria própria.

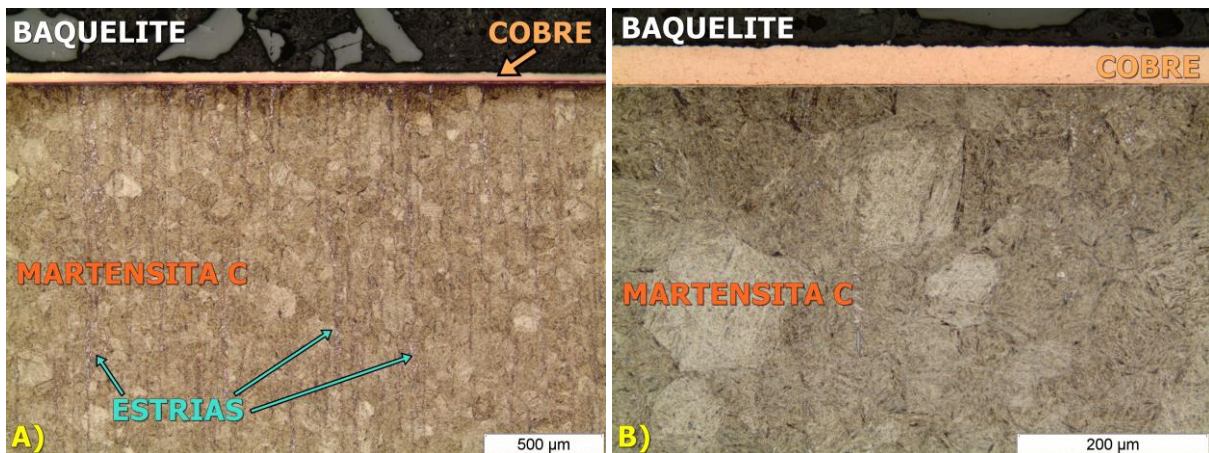
4.1.9 Amostra revenida R₄₂₀

O resultado do tratamento térmico de revenimento na amostra temperada T₄₂₀ por 1 hora a 300° C resultou na amostra revenida R₄₂₀. A microestrutura martensita de carbono continua se fazendo presente embora exista diferenças não visíveis na microestrutura, pode-se haver alívio de tensões no interior do material que reduz a dureza e o torna mais tenaz em relação ao material da amostra temperada.

Verificou-se uma tonalidade escura na superfície da amostra revenida R₄₀₉ como pode-se observar na Figura 28 (a), porém essa coloração não se deve a mudanças microestruturais mas a uma limpeza insuficiente o após ataque químico

de forma que a região da borda da amostra ficou mais tempo em contato com o reagente do que regiões mais afastadas. A micrografia da Figura 28 (b) ampliada, mostra uma região de borda em que o ataque químico foi bem neutralizado.

Figura 28 - Amostra revenida R₄₂₀ na resolução 50x (a) e na resolução de 200x (b).

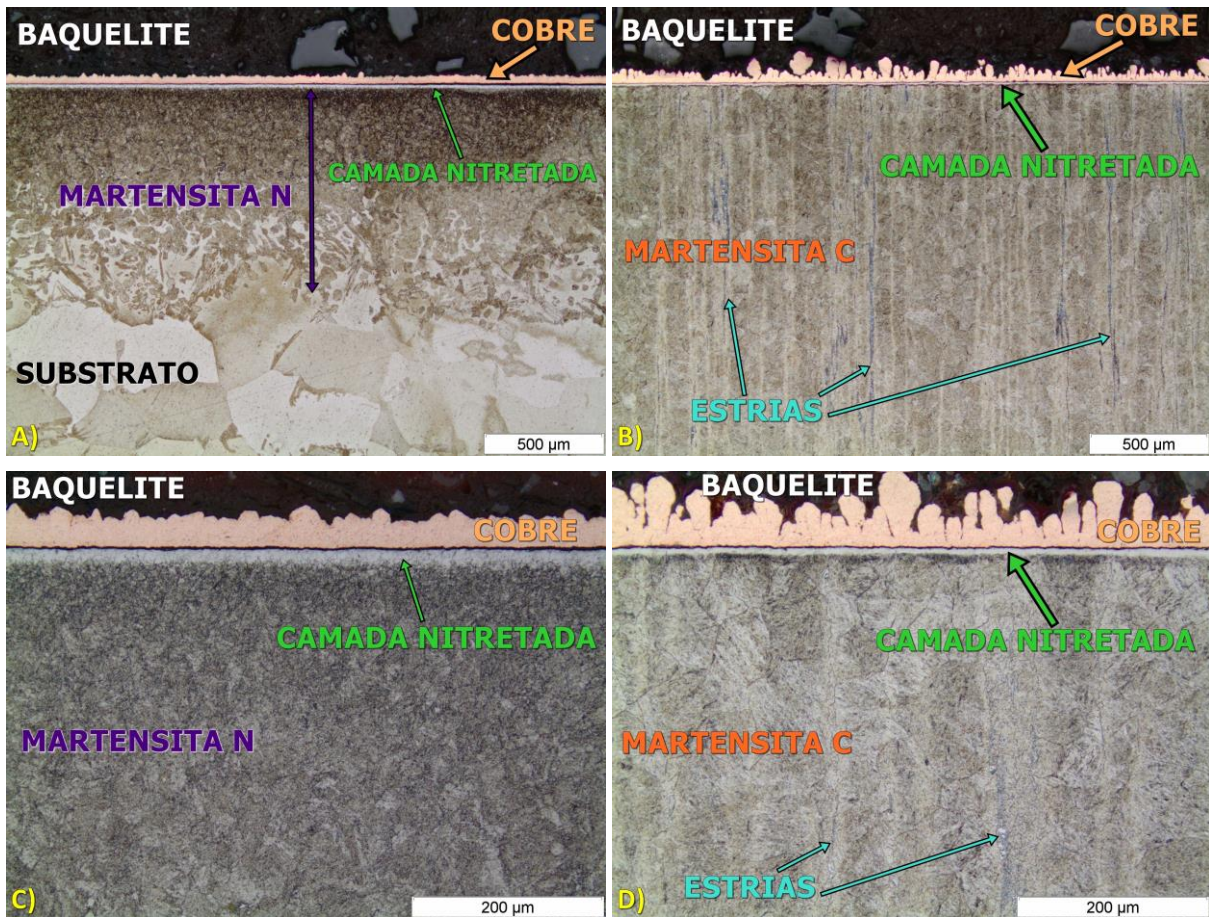


Fonte: Autoria própria.

4.1.10 Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.2 e MC.2

Observa-se na Figura 29 (a) e (c) que o processo de nitretação a 380 °C por 2 horas formou uma branca e fina camada sobre a camada martensítica de nitrogênio no aço inoxidável AISI 409. Na Figura 29 (b) e (d) nota-se também uma branca e fina camada sobre o substrato martensítico de carbono do aço inoxidável AISI 420. Nota-se visualmente pela Figura 29 (c) e (d) na resolução 200x que a camada nitretada no aço inoxidável AISI 409 é consideravelmente maior que a camada formada no aço inoxidável AISI 420 na nitretação de 2 horas. Resultados de espessura de camada serão tratados do item 4.2.

Figura 29 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.2 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.2 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).

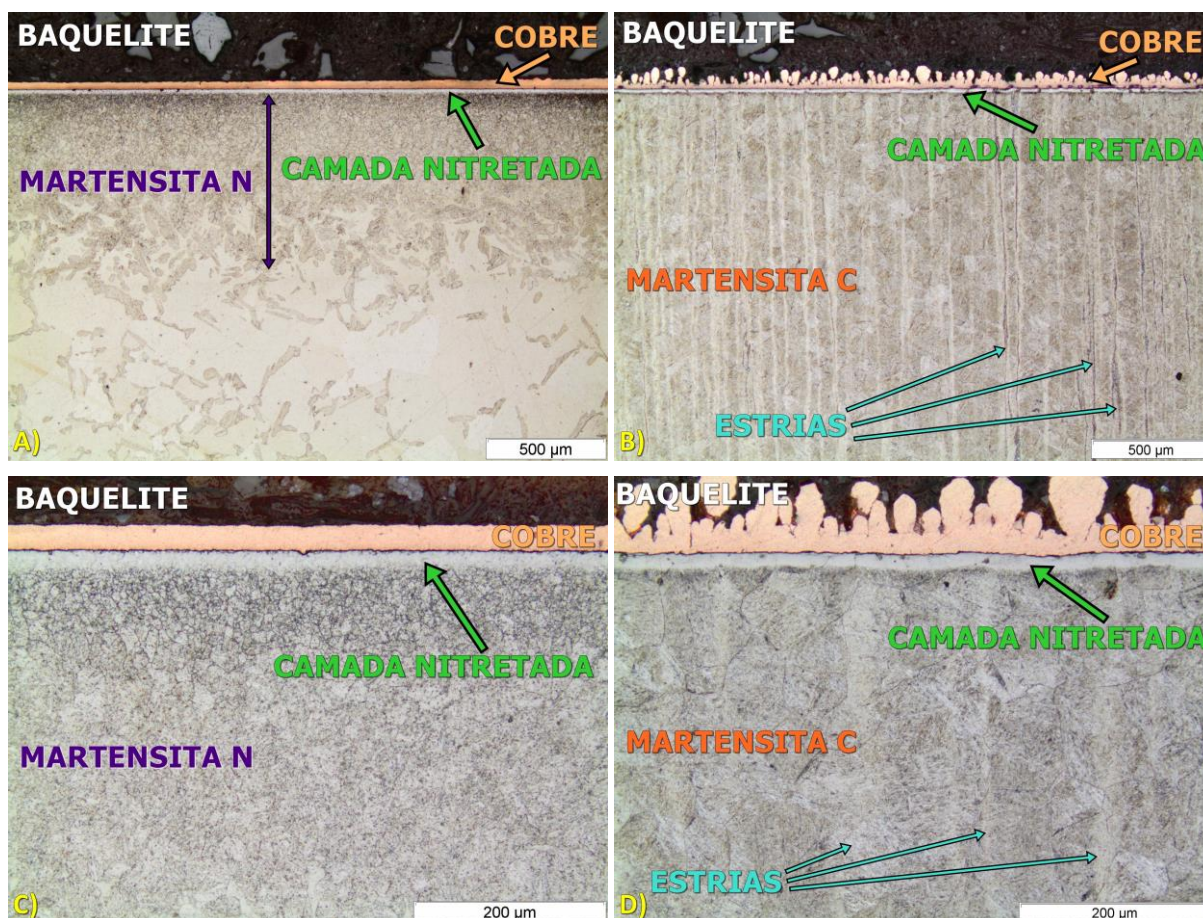


Fonte: Autoria própria.

4.1.11 Amostras nitretada a baixa temperatura MN.4 e MC.4

A nitretação a baixa temperatura (380°C) por 4 horas resultou na formação de uma camada nitretada branca mais espessa na superfície de ambos os aços inoxidáveis em relação às amostras nitretadas por 2 horas. Conforme pode ser visto na Figura 30 (c) e (d) de resolução 200x, embora a camada nitretada ainda seja menor no aço inoxidável AISI 420 a diferença de espessura de camada entre os dois materiais é menor do que a diferença verificada nas amostras nitretadas por 2 horas.

Figura 30 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.4 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.4 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).

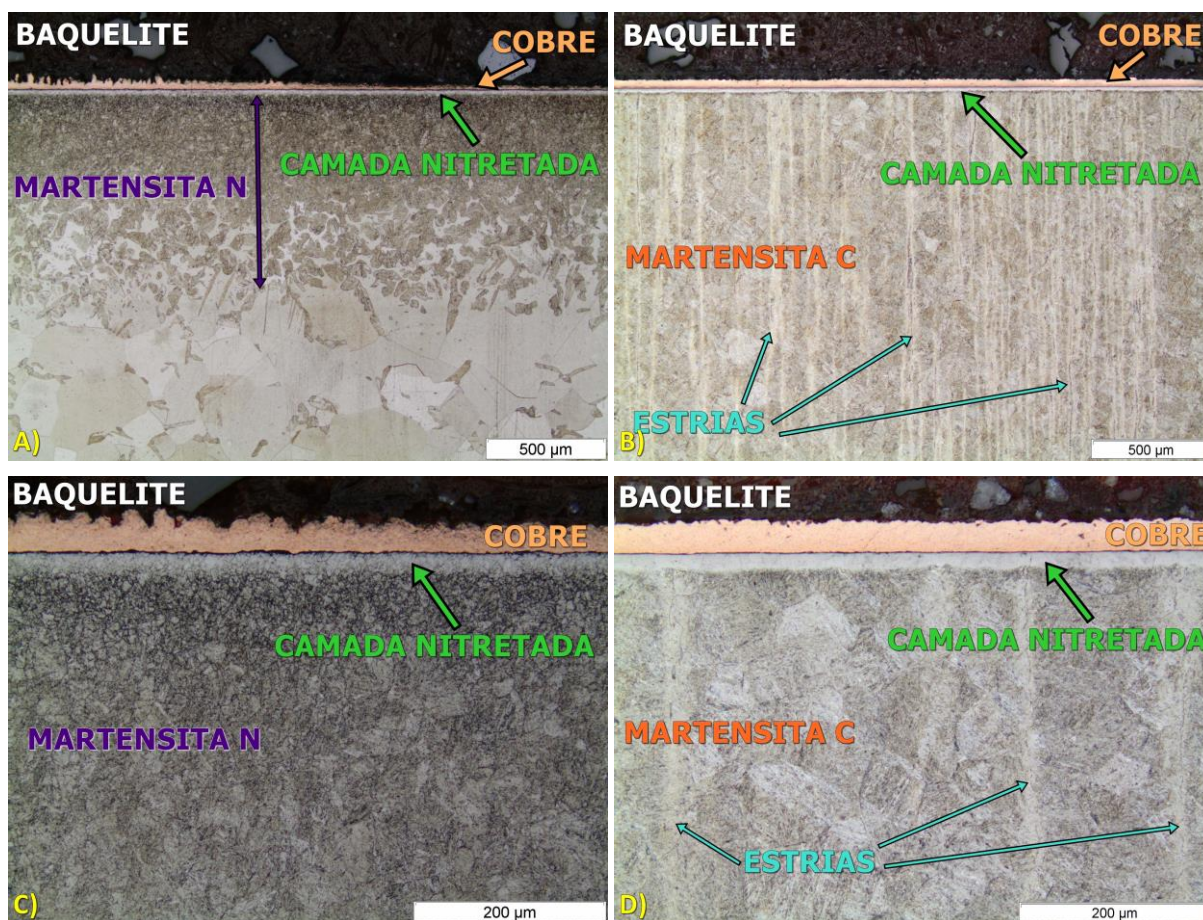


Fonte: Autoria própria

4.1.12 Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.6 e MC.6

A nitretação a baixa temperatura (380 °C) por 6 horas resultou também na formação de uma branca camada sobre a camada martensítica de nitrogênio no aço inoxidável AISI 409 e no substrato martensítico de carbono do aço inoxidável AISI 420. Nota-se pela Figura 31 (c) que o reagente Marble reage fortemente com a martensita de nitrogênio porém não reage com a mesma intensidade sobre a camada nitretada supersaturada em nitrogênio, possivelmente pela diferença de teor de nitrogênio das camadas.

Figura 31 - Amostras nitretadas a baixa temperatura MN.6 na resolução 50x (a) e na resolução 200x (c), MC.6 na resolução na resolução de 50x (b) e na resolução 200x (d).



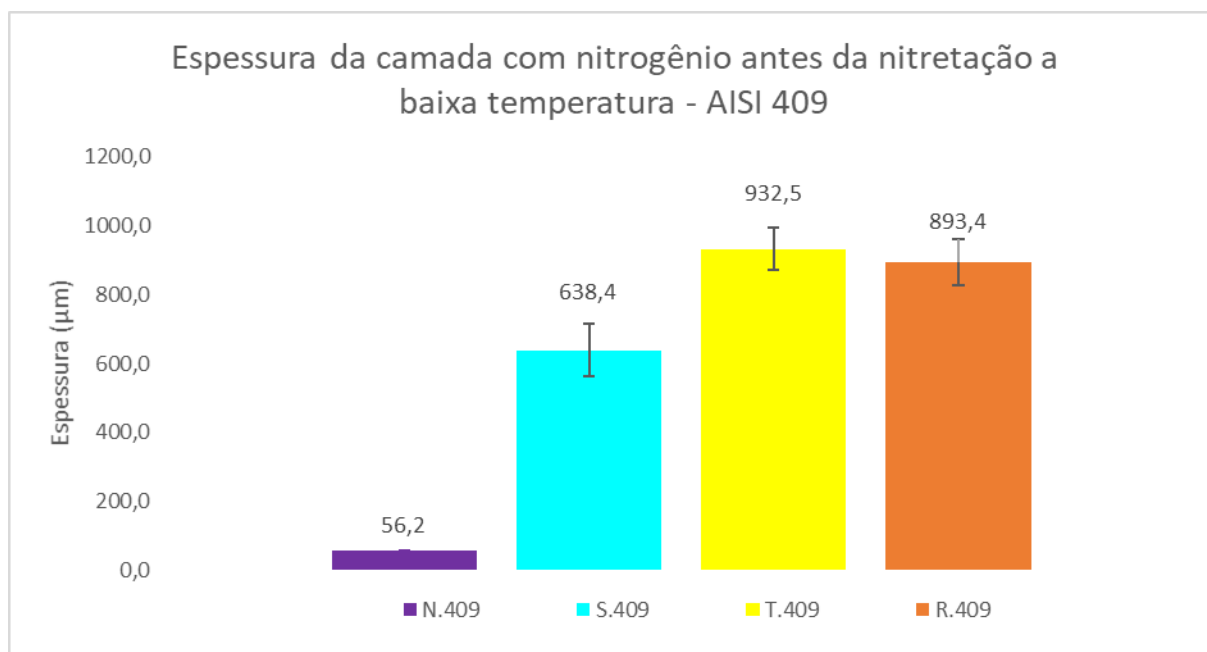
Fonte: Autoria própria.

4.2 ESPESSURA DE CAMADA CONTENDO NITROGÊNIO

Os procedimentos de SHTPN e de nitretação a baixa temperatura formaram camadas contendo nitrogênio nas amostras desde trabalho, como observado nas micrografias por microscopia ótica. Os resultados das medições de espessura dessas camadas foram obtidos por microscopia ótica e são exibidos a seguir.

4.2.1 Espessura de camada com nitrogênio das amostras N₄₀₉, S₄₀₉, T₄₀₉ e R₄₀₉

Figura 32 - Espessura de camada contendo nitrogênio das amostras N₄₀₉, S₄₀₉, T₄₀₉ e R₄₀₉.



Fonte: Autoria própria.

A nitretação por plasma, primeira etapa do processo SHTPN, formou uma camada nitretada na superfície da amostra N₄₀₉ de profundidade $56,2 \pm 0,8 \mu\text{m}$, Berton (2014) conseguiu com profundidade de $50 \pm 5 \mu\text{m}$ no mesmo aço inoxidável AISI 409. Pinto et al (2013) também trabalhando com o aço inoxidável AISI 409 e submetendo-o ao processo SHTPN identificaram a formação de espessa camada com nitrogênio em forma de nitretos de profundidades 56 ± 2 e $51 \pm 2 \mu\text{m}$, de acordo com esse autor análises por EDS não revelaram a presença de nitrogênio no substrato do material.

Na amostra solubilizada S₄₀₉ a difusão de nitrogênio para o interior do substrato atingiu profundidade de $638,4 \pm 75,4 \mu\text{m}$ resultado semelhante ao obtida por Berton (2014) com profundidade de aproximadamente $600 \mu\text{m}$, Pinto et al (2013) conseguiram uma profundidade de aproximadamente $500 \mu\text{m}$.

Para a amostra T₄₀₉, verificou-se um crescimento da camada martensítica de nitrogênio devido a exposição da peça a combinação de alta temperatura e tempo

no processo de têmpera, resultando em maior difusão do nitrogênio no substrato resultando em uma camada de $932,5 \pm 60,7 \mu\text{m}$.

A amostra revenida R₄₀₉ apresentou profundidade de $893,4 \pm 66,3$ o revenimento em baixa temperatura (300 °C) foi incapaz de promover maior difusão de nitrogênio no interior do substrato. O registro de menor espessura de camada em relação a amostra temperada T₄₀₉ pode ter sido resultado de maior lixamento para retirada de carepa formada no processo de revenimento e levando-se em conta o desvio padrão das espessuras das camadas com martensita de nitrogênio das amostras T₄₀₉ e R₄₀₉ pode-se dizer que são estatisticamente iguais.

4.2.2 Espessura de camada das amostras nitretadas a baixa temperatura

Observou-se que com o aumento do tempo de nitretação a baixa temperatura houve aumento da espessura da camada nitretada para ambos os materiais. Para o aço inoxidável AISI 409 as espessuras obtidas são mostradas na Tabela 14.

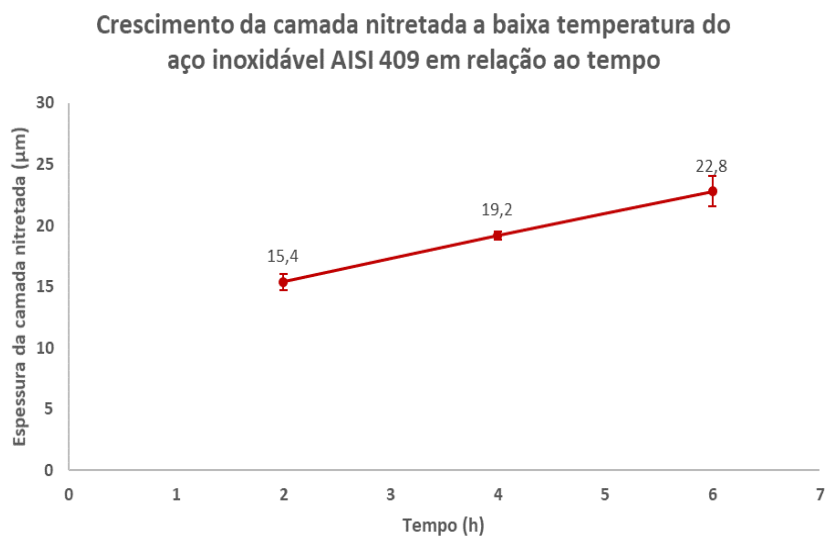
Tabela 14 - Espessura de camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409.

Amostra	Espessura (μm)
MN.2	$15,4 \pm 0,7$
MN.4	$19,2 \pm 0,3$
MN.6	$22,8 \pm 1,3$

Fonte: Autoria própria.

No gráfico da Figura 33 pode-se observar o comportamento do crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 409 em relação ao tempo de nitretação.

Figura 33 - Crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 409 versus tempo de nitretação.



Fonte: Autoria própria.

Para o aço AISI 409 o aumento de espessura é praticamente linear com o aumento do tempo, tendo crescido em média 3,6 a 3,8 μm a cada 2 horas de nitretação.

Para o aço inoxidável AISI 420 as espessuras obtidas são mostradas na Tabela 15.

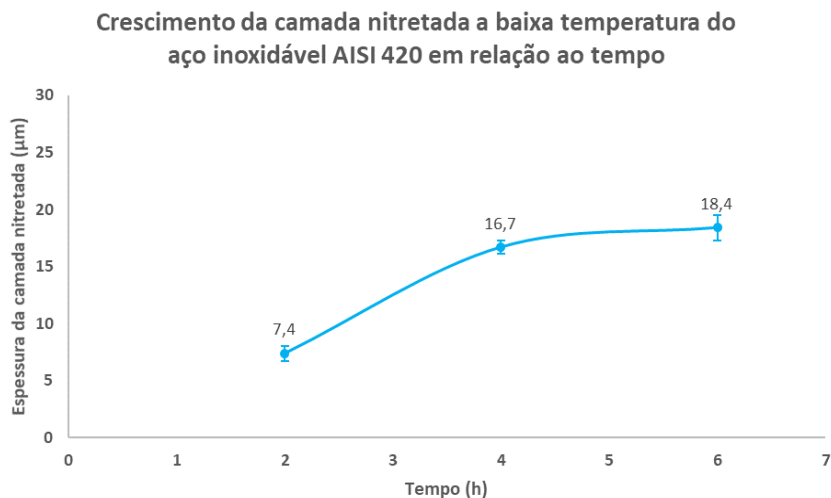
Tabela 15 - Espessura de camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.

Amostra	Espessura (μm)
MC.2	7,4 \pm 0,7
MC.4	16,7 \pm 0,6
MC.6	18,4 \pm 1,1

Fonte: Autoria própria.

No gráfico da Figura 34 pode-se observar o comportamento do crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 420 em relação ao tempo de nitretação.

Figura 34 - Crescimento da camada nitretada do aço inoxidável AISI 420 versus tempo.

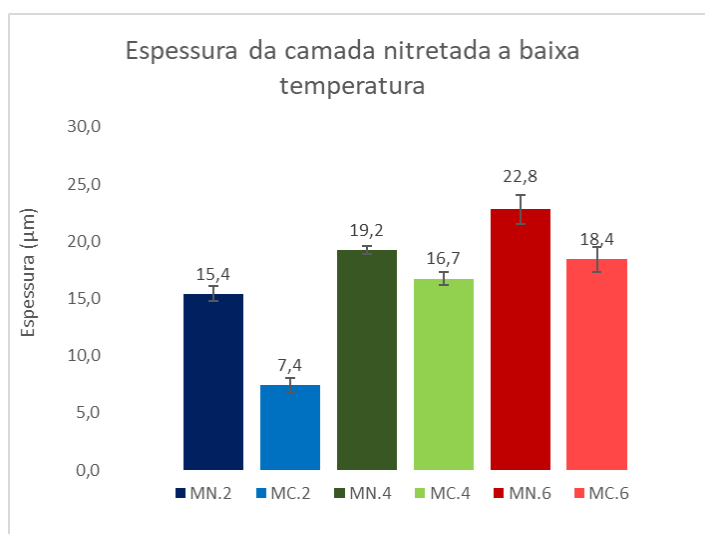


Fonte: Autoria própria.

Para o aço inoxidável AISI 420 o aumento de espessura não foi linear com o aumento do tempo, a amostra MC.4 possui mais que o dobro da espessura da amostra MC.2, porém a diferença registrada das amostras MC.6 e MC.4 é de apenas 1,7 μm .

Para melhor comparação entre as amostras dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 as espessuras de camada nitretada a baixa temperatura são exibidas lado a lado para cada condição de tempo.

Figura 35 - Gráfico comparativo das espessuras de camada nitretada dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.



Fonte: Autoria própria.

Verificou-se que para cada condição de tempo as amostras do aço AISI 409 possuem camada nitretada mais espessa que as amostras do aço inoxidável AISI 420, observa-se também que a amostra MN.4 (nitretada por 4 horas) possui média de espessura maior que a amostra MC.6 (nitretada por 6 horas).

Scheuer *et al* (2013) estudaram a influência dos parâmetros de nitretação a baixa temperatura na espessura e dureza da camada nitretada no aço inoxidável AISI 420 na temperatura de nitretação de 350 °C analisaram a influência do tempo de nitretação de 2, 4, 6 e 12 horas. Neste presente trabalho todos os parâmetros utilizados foram iguais aos utilizado por Scheuer *et al* (2013) com excessão da temperatura que foi utilizada 380 °C. Os dados comparativos de espessura de camada são dispostos na Tabela 16.

Tabela 16 - Dados comparativos sobre a influência da temperatura na espessura da camada nitretrada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.

Tempo de nitretação	Espessura de camada (μm)	
	Scheuer et al (2013)	Este trabalho
	T = 350 °C	T = 380° C
2 horas	~ 4,9	7,4 \pm 0,7 (MC.2)
4 horas	~ 10,9	16,7 \pm 0,6 (MC.4)
6 horas	~ 15	18,4 \pm 1,1 (MC.6)
12 horas	~ 15,8	-

Fonte: Aatoria própria com dados de Scheuer (2013).

Observa-se pela Tabela 15 que o aumento de temperatura de nitretação de 350°C para 380°C causou aumento na espessura de camada nitretada para as mesmas condições de tempo. Para a condição de 2 horas houve um aumento de aproximadamente 4,9 μm para 7,4 \pm 0,7 μm . Para a condição de 4 horas houve um aumento mais significativo, de 10,9 μm para 16,7 \pm 0,6 μm . Para a condição de 6 horas a camada nitretada passou de aproximadamente 15 μm para 18,4 \pm 1,1 μm .

Nota-se também o efeito da temperatura na saturação de aumento de camada nitretada, enquanto na temperatura de 350 °C obtida por Scheuer a saturação de crescimento ocorre de 6 para 12 horas de tratamento, de 15 μm para

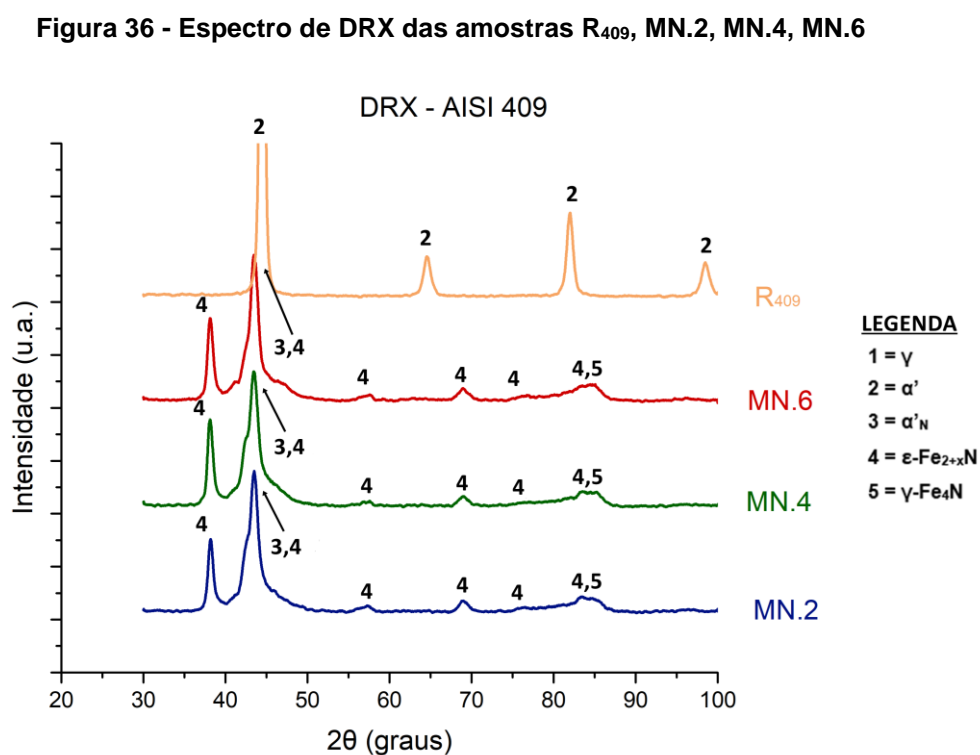
15,8 μm de camada. Na temperatura de 380 °C, a saturação ocorre de 4 para 6 horas, de $16,7 \pm 0,6 \mu\text{m}$ para $18,4 \pm 1,1 \mu\text{m}$ de camada. Neste trabalho não foi realizada a nitretação em 12 horas.

4.3 DIFRAÇÃO DE RAIO-X

Nesta seção apresenta-se os resultados de DRX indicando as fases presentes em cada amostra. Utilizou-se uma legenda padrão para ambos os gráficos de DRX com o objetivo de facilitar a comparação de fases de ambos materiais.

4.3.1 DRX das amostras com martensita de nitrogênio nitretadas a baixa temperatura - MN.2, MN.4 e MN.6

O espectro de DRX das amostras do aço inoxidável AISI 409, R₄₀₉, MN.2, MN.4 e MN.6 é mostrado na Figura 36.



Fonte: Autoria própria.

O espectro de DRX da amostra revenida R₄₀₉ revela picos referentes a martensita (α'), uma vez que na solubilização o nitrogênio antes na forma de nitretos foi difundido e aprisionado na estrutura cristalina de átomo de ferro através de rápido resfriamento formando martensita de nitrogênio.

Para as amostras MN.2, MN.4 e MN.6 as posições dos picos detectados foram idênticas, porém com intensidade levemente variável de amostra para amostra. Nestas amostras nitretadas a baixa temperatura verifica-se no espectro de DRX picos referentes a nitretos de ferro ϵ -Fe_{2+x}N [$0 \leq x \leq 1$] e γ -Fe₄N presentes no material assim como a fase martensita expandida de nitrogênio (α'_N) identificada pelo pico 4 quando 2θ é igual a 43,32 graus.

Todos os picos das amostras R₄₀₉, MN.2, MN.4 e MN.6 com seus valores de intensidade e fases são apresentados na Tabela 17.

Tabela 17 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 409.

Ângulo 2θ (graus)	Identificação - Fase	Amostras	I (u.a)	d (Å)	(hkl)	Carta/JCPDS/ Referência
38,04	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	204	2,360	(1 1 0)	49-1662
43,32	3 - α'_N	MN.2 MN.4 MN.6	302	2,094	(1 1 0)	Scheuer et al (2018)
43,32	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	302	2,082	(1 1 1)	49-1662
44,40	2 - α'	R ₄₀₉	1722	2,048	(1 0 1)	44-1290
57,44	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	36	1,610	(0 3 0)	77-2005
64,76	2 - α'	R ₄₀₉	92	1,423	(2 0 0)	34-0396
68,92	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	46	1,367	(1 1 3)	77-2005

(Continua)

Tabela 18 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 409.

(Conclusão)

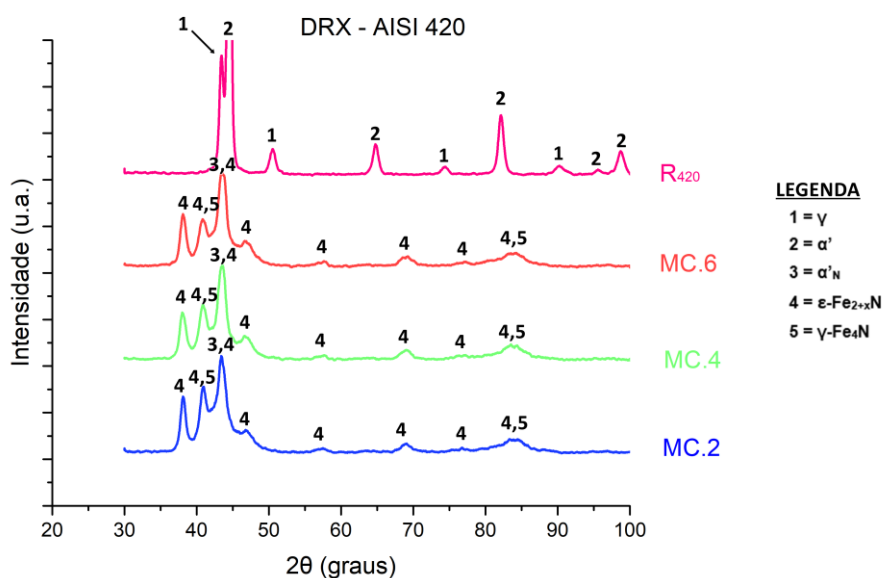
Ângulo 2θ (graus)	Identificação - Fase	Amostras	I (u.a)	d (Å)	(hkl)	Carta/JCPDS/Referência
76,52	4 - ε-Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	28	1,239	(1 1 3)	86-0232
81,82	2- α'	R ₄₀₉	188	1,175	(2 1 1)	34-0396
84,44	4- ε-Fe _{2+x} N	MN.2 MN.4 MN.6	56	1,145	(2 2 3)	77-2005
84,44	5- γ-Fe ₄ N	MN.2 MN.4 MN.6	56	1,144	(1 1 3)	77-2006
98,68	2 - α'	R ₄₀₉	88	1,011	(2 2 0)	44-1289

Fonte: Autoria própria.

4.3.2 DRX das amostras com martensita de carbono nitretadas a baixa temperatura - MC.2, MC.4 e MC.6

O espectro de DRX de R₄₂₀, MC.2, MC.4 e MC.6 é mostrado na Figura 37.

Figura 37 - Espectro de DRX das amostras R₄₂₀, MC.2, MC.4, MC.6



Fonte: Autoria própria.

A análise por DRX revela que a amostra revenida R₄₂₀ possui picos referentes às fases austenita (γ) e martensita (α'). Severo (2017) utilizando o aço inoxidável AISI 420 também verificou a formação das duas fases em amostra temperada e revenida, justificando a presença de austenita retida pela dissolução de carbonetos que aumentam a quantidade de carbono em solução sólida, o que por sua vez aumenta as temperaturas de início (M_s) e de final (M_f) da transformação martensítica.

Observa-se também que para as amostras nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 foram detectados os mesmos picos nos mesmos ângulos para as amostras MC.2, MC.4 e MC.6. Os picos revelam a presença de nitretos de ferro (ϵ -Fe_{2+x}N e γ -Fe₄N) e de martensita expandida de nitrogênio (α'_N) identificada pelo pico 4 quando 2θ é igual a 43,24 graus. Scheuer *et al* (2018) estudando o efeito da temperatura na nitretação a plasma do aço inoxidável AISI 420 temperado também encontrou martensita expandida de nitrogênio quando 2θ é igual a 43,20 graus em amostras nitretadas a temperaturas de 200°C, 250°C, 300°C, 350°C, 400°C e 450°C.

Todos os picos das amostras R₄₂₀, MC.2, MC.4 e MC.6 com seus valores de intensidade e fases são apresentados na Tabela 18.

Tabela 19 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 420.

Ângulo 2θ (graus)	Identificação - Fase	Amostras	I (u.a)	d (Å)	(hkl)	Carta/JCPDS/Referência
38,14	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	148	2,360	(1 1 0)	49-1662
40,86	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	194	2,190	(0 0 2)	49-1662
40,86	5 - γ -Fe ₄ N	MC.2 MC.4 MC.6	194	2,191	(0 0 2)	77-2006

(Continua)

Tabela 20 - Sumário de fases obtidas nas amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura e seus respectivos padrões de DRX para o aço inoxidável AISI 420.

(Conclusão)

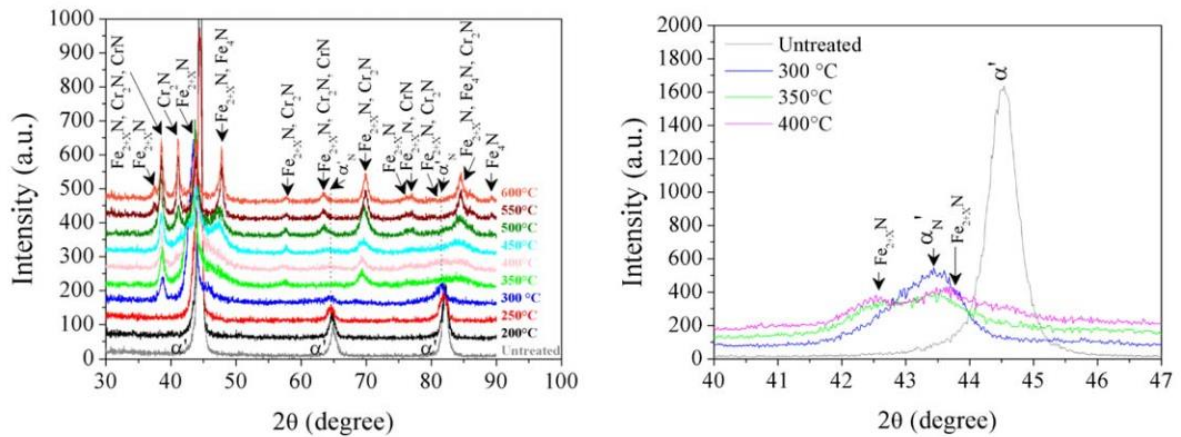
Ângulo 2 θ (graus)	Identificação - Fase	Amostras	I (u.a)	d (Å)	(hkl)	Carta/JCPDS/Referência
43,24	3 - α' N	MC.2 MC.4 MC.6	240	2,094	(1 1 0)	Scheuer et al (2018)
43,24	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	240	2,082	(1 1 1)	49-1662
43,38	1 - γ	R ₄₂₀	316	2,084	(1 1 1)	01-071-4649
44,50	2 - α'	R ₄₂₀	1300	2,012	(1 1 0)	44-1290
46,90	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	74	1,919	(1 0 2)	76-0091
50,62	1 - γ	R ₄₂₀	78	1,805	(2 0 0)	01-071-4649
57,04	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	26	1,610	(0 3 0)	77-2005
64,86	2 - α'	R ₄₂₀	98	1,429	(2 0 0)	34-0396
68,94	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	44	1,367	(1 1 3)	77-2005
74,28	1 - γ	R ₄₂₀	38	1,276	(2 2 0)	01-071-4649
76,82	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	38	1,234	(1 1 3)	86-0232
82,14	2 - α'	R ₄₂₀	166	1,175	(2 1 1)	34-0396
84,28	4 - ϵ -Fe _{2+x} N	MC.2 MC.4 MC.6	60	1,145	(2 2 3)	77-2005
84,28	5 - γ -Fe ₄ N	MC.2 MC.4 MC.6	60	1,444	(1 1 3)	77-2006
90,18	1 - γ	R ₄₂₀	38	1,088	(3 1 1)	01-071-4649
95,40	2 - α'	R ₄₂₀	36	1,041	(2 0 2)	44-1289
98,78	2 - α'	R ₄₂₀	74	1,010	(2 2 0)	44-1290

Fonte: Autoria própria.

Scheuer *et al* (2018) estudou o efeito da nitretação a plasma a baixa temperatura no aço inoxidável AISI 420 em várias condições de temperatura pelo

tempo de 4 horas. Observa-se pelos gráficos da Figura 38, que para a amostra nitretada a 350 °C obteve-se praticamente os mesmos picos e fases encontradas na nitretação a baixa temperatura (380°C) realizada neste trabalho.

Figura 38 - Espectro de DRX para amostras nitretadas por Schueuer a 4 horas.



Fonte: Scheuer et al (2018).

4.4 MICRODUREZA

A seguir são apresentados os resultados de microdureza de topo e de perfil das amostras dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.

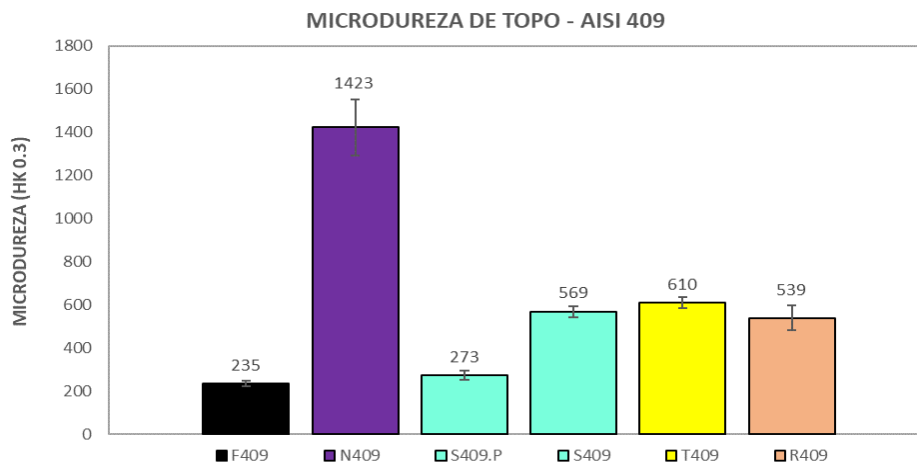
4.4.1 Microdureza de topo

Nesta seção serão exibidos primeiramente e individualmente os resultados das medições de microdureza de topo das amostras não nitretadas a baixa temperatura dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420, em sequência será apresentada a comparação da microdureza de topo de ambos aços inoxidáveis nitretados a baixa temperatura.

4.4.1.1 Microdureza de topo das amostras do aço AISI 409 F_{409} , N_{409} , $S_{409.P}$, S_{409} , T_{409} e R_{409}

As medições de microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 409 não nitretadas a baixa temperatura são dispostas no gráfico da Figura 39.

Figura 39 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 409 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.



Fonte: Autoria própria.

Observa-se que a amostra de estado de fornecimento F_{409} que possui microestrutura totalmente ferrítica possui a menor dureza de topo de todas as condições, 235 ± 14 HK_{0.3}. A nitretação, primeira etapa do processo SHTPN, formou na superfície da amostra N_{409} uma camada nitretada de dureza elevada, 1423 ± 130 HK_{0.3}, esse aumento de dureza provocado pela camada de nitretos também foi verificado nos trabalhos de Berton (2014) e Pinto et al (2013) ambos utilizando o aço inoxidável AISI 409.

A camada de poros resultante da solubilização reduziu abruptamente a dureza da amostra solubilizada $S_{409.P}$ para 273 ± 23 HK_{0.3}, a remoção desta camada de poros é essencial quando observa-se a dureza da amostra solubilizada sem camada de poros S_{409} , 569 ± 26 HK_{0.3}. A difusão do nitrogênio da camada de nitretos para o substrato durante a solubilização reduziu significativamente a dureza de topo da amostra S_{409} em relação a amostra nitretada N_{409} .

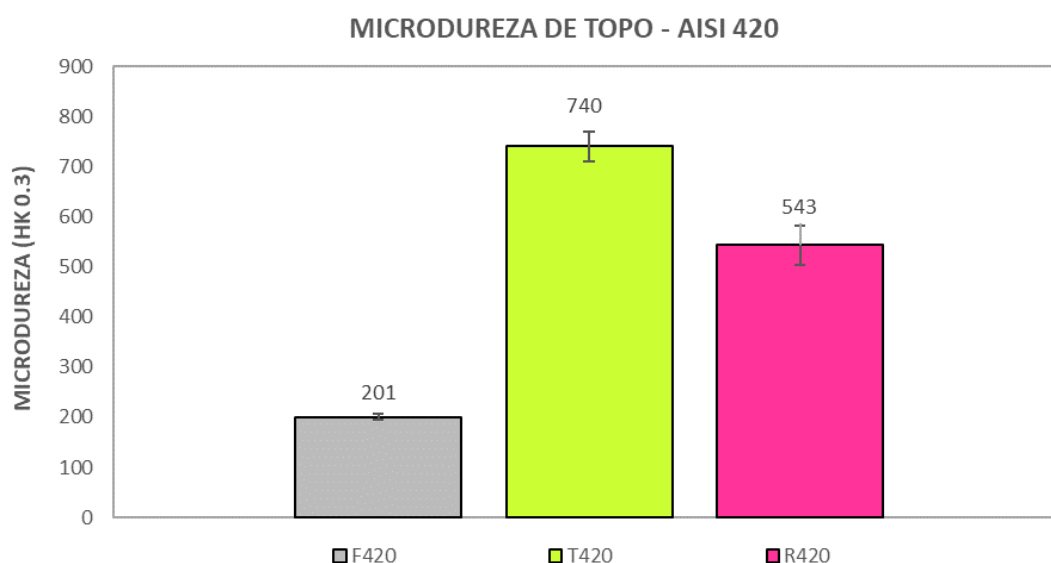
A amostra temperada T_{409} obteve um leve aumento na dureza de topo comparado a S_{409} devido ao refino de grão de martensita de nitrogênio e uma melhor distribuição do nitrogênio na amostra, a existência de uma profundidade maior de suporte com martensita de nitrogênio também pode ter influenciado em menor grau o aumento da dureza de topo. A microdureza da amostra T_{409} é de 610 ± 27 HK_{0.3}.

Na amostra revenida R_{409} identificou-se queda na dureza de topo uma vez que o revenimento tem como objetivo reduzir as tensões internas do material. A microdureza de topo da amostra R_{409} é de 539 ± 56 HK_{0.3}.

4.4.1.2 Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 - F_{420} , T_{420} e R_{420}

As medições de microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 não nitretadas a baixa temperatura são dispostas no gráfico da Figura 40.

Figura 40 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.



Fonte: Autoria própria.

A amostra de estado de fornecimento F₄₂₀ devido substrato ferrítico obteve baixa microdureza de topo no valor de 201 ± 7 HK_{0.3}, valor inferior inclusive ao da amostra de estado de fornecimento do aço inoxidável AISI 409, F₄₀₉, de 235 ± 14 HK_{0.3}.

Diferentemente do aço inoxidável AISI 409, o aço inoxidável AISI 420 devido a seu elevado teor de níquel equivalente é endurecido por tratamento térmico de têmpera como é comprovado pela microdureza da amostra temperada T₄₂₀, 740 ± 30 HK_{0.3}.

A amostra revenida R₄₂₀ obteve microdureza de 543 ± 38 HK_{0.3}, conforme resultado de DRX mostrado anteriormente não houve precipitação de carbonetos, juntamente com o aparecimento de austenita retida no material justifica-se a diminuição de dureza do material.

4.4.1.3 Microdureza de topo de amostras nitretadas a baixa temperatura

Para o aço inoxidável AISI 409, observa-se que a microdureza de topo aumenta quanto maior o tempo de nitretação, porém a microdureza não aumenta linearmente com o tempo de nitretação como pode-se observar na Tabela 19.

Tabela 21 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 409 nitretadas a baixa temperatura.

Amostra	Dureza (HK 0.3 kgf)
MN.2	921 ± 209
MN.4	1227 ± 122
MN.6	1321 ± 186

Fonte: Autoria própria.

Houve um aumento maior de dureza da condição de 2 para a condição de 4 horas, aumento de 306 HK_{0.3}, em relação ao aumento de dureza da condição de 4 horas para 6 horas, aumento de 94 HK_{0.3}.

Para o aço inoxidável AISI 420 a dureza também aumenta quanto maior o tempo de nitretação, porém também não aumentou linearmente com o avanço do tempo, o comportamento de crescimento de dureza é muito parecido ao do aço AISI 409 crescendo 236 HK_{0.3} de 2 para 4 horas e crescendo 97 HK_{0.3} de 4 para 6 horas de nitretação.

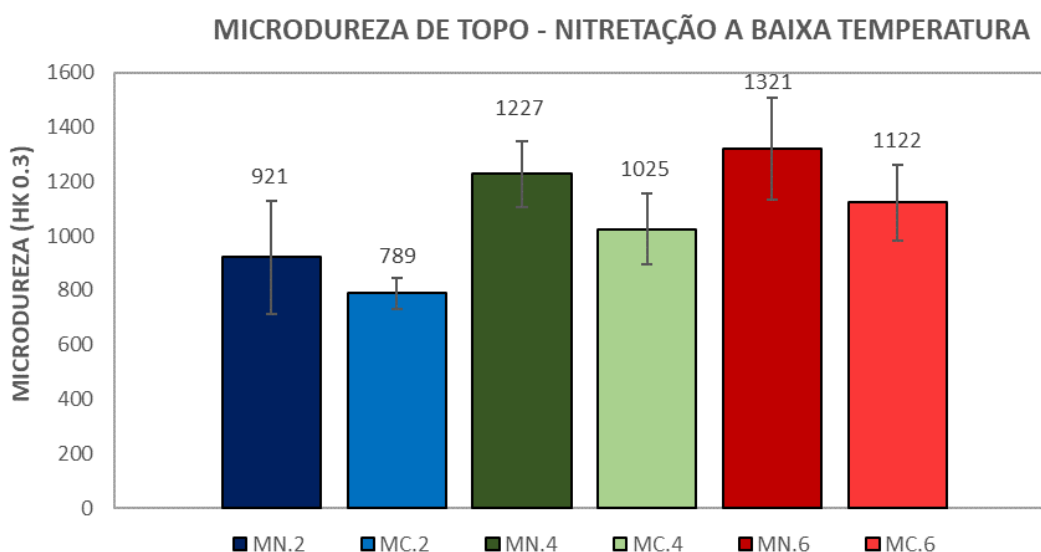
Tabela 22 - Microdureza de topo das amostras do aço inoxidável AISI 420 nitretadas a baixa temperatura.

Amostra	Dureza (HK 0.3 kgf)
MC.2	789 ± 57
MC.4	1025 ± 130
MC.6	1122 ± 140

Fonte: Autoria própria.

Para melhor comparação entre as amostras dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 as espessuras de camada nitretada a baixa temperatura são exibidas lado a lado para cada condição de tempo na Figura 41.

Figura 41 - Gráfico comparativo da dureza de topo das amostras nitretadas a baixa temperatura dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.



Fonte: Autoria própria.

Verificou-se que para cada condição de tempo as amostras do aço inoxidável AISI 409 possuem camada nitretada mais dura que as amostras do aço inoxidável AISI 420. Observa-se também que a amostra MN.4 (nitretada por 4 horas) possui média de dureza maior que a amostra de maior dureza do aço inoxidável AISI 420, MC.6 (nitretada por 6 horas).

Na Tabela 21 tem-se um comparativo dos resultados de dureza de topo deste trabalho com os resultados obtidos por Scheuer et al (2013) na nitretação do aço inoxidável AISI 420.

Tabela 23 - Dados comparativos sobre a influência da temperatura na dureza da camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.

Tempo de nitretação	Microdureza (HV 0.3 kgf)	Microdureza (HK 0.3 kgf)
	Scheuer et al (2013)	Este trabalho
	T = 350 °C	T = 380° C
2 horas	~ 580	789 ± 57 (MC.2)
4 horas	~ 820	1025 ± 130 (MC.4)
6 horas	~ 950	1122 ± 140 (MC.6)
12 horas	~ 1060	-

Fonte: Autoria própria com dados de Scheur (2013).

Foram utilizados diferentes tipos de indentação, Scheuer utilizou Vickers HV 0.3 kgf e neste trabalho usou-se HK 0.3 kgf porém através de observações da norma ASTM E384-11 foi verificado que os valores de dureza Knoop excedem os valores de dureza Vickers para uma mesma carga em algumas dezenas, de forma que a diferença de aproximadamente 200 entre as amostras dos estudos de Scheuer et al (2013) e deste presente trabalho para todas as condições denota que o aumento da temperatura também influenciou o aumento de dureza.

4.4.2 Microdureza de perfil

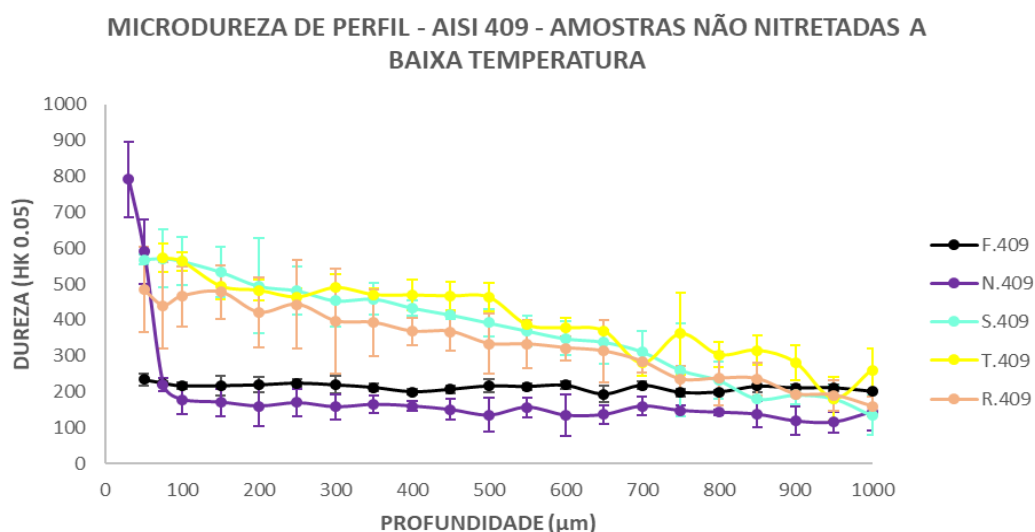
Nesta seção serão exibidos primeiramente os resultados das medições de microdureza de perfil das amostras não nitretadas a baixa temperatura dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420, em sequência serão apresentados os perfis de microdureza de topo de ambos aços inoxidáveis nitretados a baixa temperatura versus condição de revenimento.

4.4.2.1 Microdureza de perfil das amostras F_{409} , N_{409} , S_{409} , T_{409} e R_{409}

Os resultados de microdureza de perfil do aço inoxidável AISI 409 para amostras que não foram nitretadas a baixa temperatura são apresentados a seguir.

Os primeiros 50 μm de todas as amostras exceto a nitretada N_{409} são suprimidos pelo fato dos valores de dureza serem influenciados diretamente pela falta de material de suporte na superfície, distorcendo as identificações. A amostra nitretada N_{409} por ter a camada de maior dureza justamente nos primeiros 50 μm foi mantida, ainda que seus valores estejam influenciados pelo mesmo motivo apresentado anteriormente.

Figura 42 - Perfil de microdureza das amostras do aço inoxidável AISI 409 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.



Fonte: Autoria própria.

No gráfico da Figura 42 visualizamos que a amostra nitretada N₄₀₉ possui um pico de dureza nos primeiros 50 µm, região de sua camada de nitretos e em seu substrato ferrítico verificamos que a dureza diminui para valores menores ao da amostra em estado de fornecimento F₄₀₉, pode-ser atribuir a isto a possibilidade da nitretação de 2 horas a 510 °C servir como um revenimento para o substrato, diminuindo as tensões internas provenientes dos processos de fabricação.

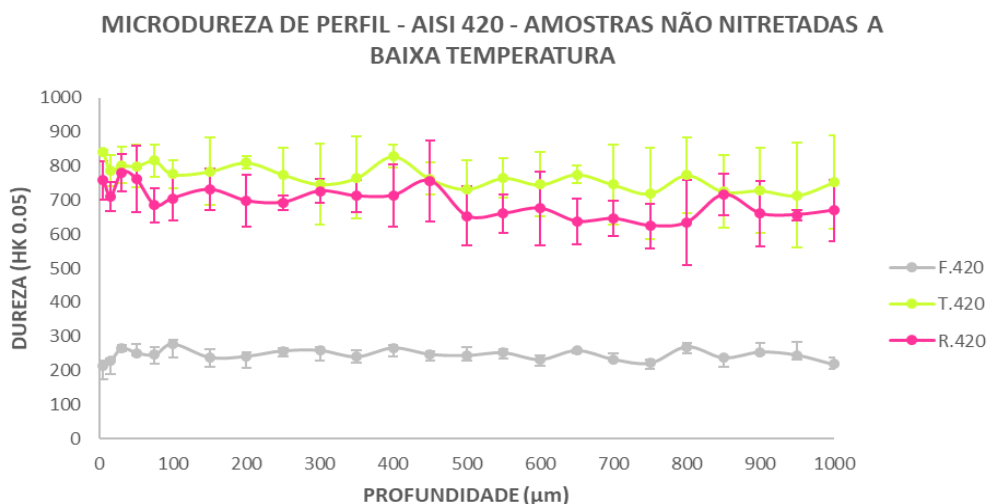
Podemos observar também que a dureza de superfície da amostra solubilizada S₄₀₉ diminuiu em relação a amostra nitretada N₄₀₉ porém nota-se um gradiente de dureza entre a superfície até aproximadamente 700 µm devido a difusão de nitrogênio e posterior formação de martensita de nitrogênio através do resfriamento abrupto em óleo.

Visualiza-se também um aumento da dureza da amostra temperada T₄₀₉ devido ao refino de grão da martensita de nitrogênio, e um gradiente que se estende da superfície até aproximadamente 900 µm.

Em relação a amostra revenida R₄₀₉ notou-se uma redução de dureza em toda a profundidade analisada em relação a amostra solubilizada S₄₀₉ e temperada T₄₀₉, demonstrando que houve um alívio de tensões internas no interior do material.

4.4.2.2 Microdureza de perfil das amostras F₄₂₀, T₄₂₀ e R₄₂₀

Figura 43 - Perfil de microdureza das amostras do aço inoxidável AISI 420 não submetidas a nitretação a baixa temperatura.



Fonte: Autoria própria.

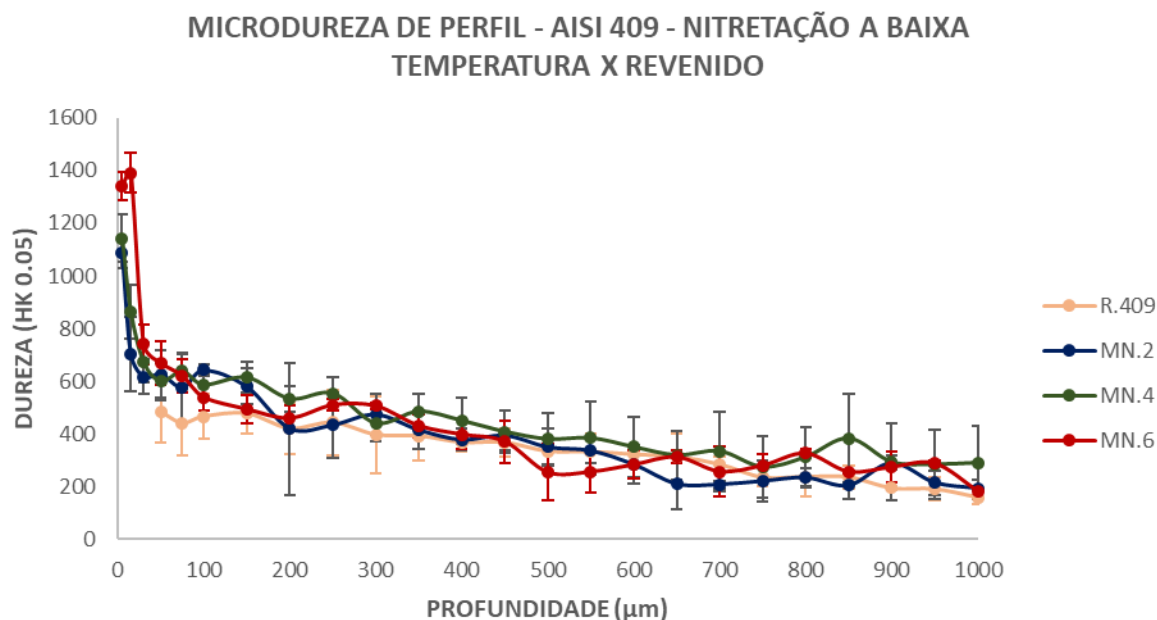
Verifica-se pelo gráfico da Figura 43 que a amostra de estado de fornecimento F₄₂₀ possui dureza de perfil praticamente constante na faixa dos 250 HK_{0.05}, enquanto a amostra têmpera de estrutura martensítica de carbono possui média de microdureza na faixa dos 800 HK_{0.05}.

A amostra revenida R₄₂₀ teve sua dureza reduzida e sua média de dureza está na faixa dos 700 HK_{0.05}.

4.4.2.3 Microdureza de perfil de amostras com martensita de nitrogênio nitretadas a baixa temperatura - MN.2, MN.4, MN.6

No gráfico da Figura 44, podemos observar a microdureza de perfil das amostras nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409 em comparativo com a amostra revenida R₄₀₉.

Figura 44 - Dureza de perfil das amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409.



Fonte: Autoria própria.

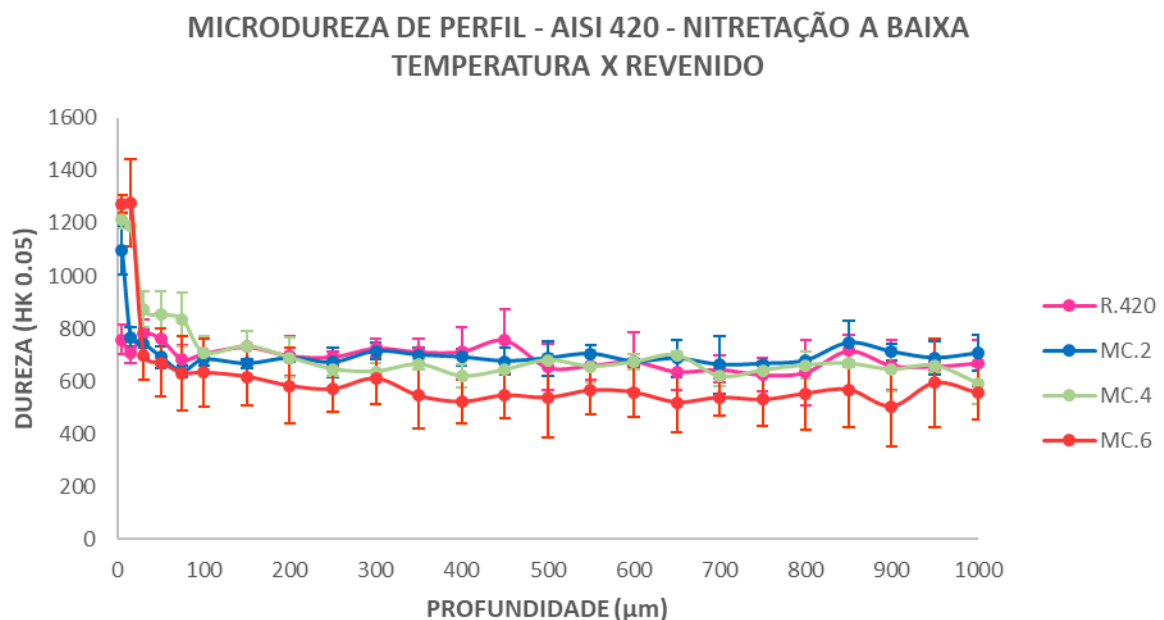
As amostras MN.2 e MN.4 tem seu pico de dureza a 5 μm da superfície do substrato com valores de microdureza de 1087 ± 56 HK_{0.05} e 1143 ± 88 HK_{0.05}

respectivamente. A amostra MN.6 possui seu pico máximo a 15 μm da superfície de valor $1391 \pm 76 \text{ HK}_{0.05}$, uma vez que sua espessura de camada é maior que nas amostras MN.2 e MN.4. A partir dos 50 μm as amostras R₄₀₉, MN.2, MN.4 e MN.6 não diferem significativamente em microdureza, levando-se em conta o desvio padrão de cada ponto de medição podemos considerar as curvas de perfil estatisticamente iguais.

4.4.2.4 Microdureza de perfil de amostras com martensita de carbono nitretadas a baixa temperatura - MC.2, MC.4, MC.6

No gráfico da Figura 45, podemos observar a microdureza de perfil das amostras nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 em comparativo com a amostra revenida R₄₂₀.

Figura 45 - Dureza de perfil das amostras revenida e nitretadas a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420.



Fonte: Autoria própria.

Igualmente como nos perfis de dureza do aço inoxidável AISI 409, as amostras MC.2 e MC.4 tiveram seu pico de dureza a 5 μm da superfície com

microdureza de 1097 ± 91 HK_{0.05} e 1212 ± 32 HK_{0.05}, já a amostra MC.6 possui seu pico de dureza a 15 μm da superfície no valor de 1273 ± 35 HK_{0.05}. Levando-se em conta a região mais afastada da camada nitretada, dos 50 μm até os 1000 μm , notou-se que quanto maior o tempo de nitretação menor a média de dureza registrada, de fato nestas profundidades a temperatura e tempo de nitretação atuam como um revenimento no material aliviando as tensões internas e diminuindo sua dureza, porém levando-se em consideração o desvio padrão das medições pode-se afirmar que as curvas de dureza de perfil das amostras R420, MC.2, MC.4 e MC.6 são estatisticamente iguais.

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho estudou-se a adição de nitrogênio em solução sólida intersticial no aço inoxidável AISI 409 através do processo SHTPN que formou uma camada espessa de martensita de nitrogênio, posteriormente realizou-se nitretação por plasma a baixa temperatura em cima desta condição. Também estudou-se a nitretação a baixa temperatura sobre o aço inoxidável martensítico AISI 420 e fez-se a comparação entre as amostras dos dois tipos de aços inoxidáveis. Através dos resultados deste trabalho obteve-se as seguintes conclusões:

- A adição de nitrogênio em solução sólida intersticial no aço inoxidável AISI 409 através do processo SHTPN gerou uma camada de martensita de nitrogênio até uma profundidade de 900 μm além de aumentar a dureza do material nesta faixa de profundidade.
- A nitretação por plasma a baixa temperatura, 380 °C, submetida às amostras revenidas R₄₀₉ e R₄₂₀ pelos períodos de 2, 4 e 6 horas formaram uma branca, fina e dura camada nitretada sobre as camadas de martensita de nitrogênio e martensita de carbono, respectivamente.
- Análises por DRX mostram que a fase que compõe a camada nitretada a baixa temperatura dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 é de martensita expandida de nitrogênio α'_N .
- As amostras do aço inoxidável AISI 409 obtiveram uma camada de martensita expandida de nitrogênio α'_N mais espessa em todos os tempos de nitretação em relação as amostras do aço inoxidável AISI 420.
- As amostras do aço inoxidável AISI 409 nitretadas a baixa temperatura para todas as condições de tempo de nitretação possuem dureza de topo maior em que as amostras do aço inoxidável AISI 420.
- A análise de dureza de perfil para ambos os aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420 mostra que a dureza da camada nitretada aumenta com o aumento do tempo de nitretação.

5.1 Sugestões para trabalhos futuros

- Para aferir a temperatura real dentro do forno de banho de sal com termopar externo e não danificá-lo, recomenda-se inserí-lo em um tubo de aço inoxidável de forma a protegê-lo do contato com a atmosfera salina.
- Utilizar amostras polidas para nitretação a baixa temperatura, de forma a auxiliar melhor medição de espessura de camada e ser possível utilizar uma única carga de indentação para medições de dureza de topo e de perfil.
- Testar outros reagentes para melhor revelar a camada nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 409 em microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.
- Analisar a região e medir a espessura de camada nitretada a baixa temperatura com métodos mais precisos de medição como o microscopia eletrônica de varredura.
- Fazer medições de nanodureza de perfil na camada de martensita expandida para obtenção de valores mais confiáveis em relação a microdureza.
- Realizar análise nas amostras nitretadas a baixa temperatura com EDS e WDS para verificar a presença de elementos químicos e concentração de nitrogênio na camada nitretada.
- Verificar a influência da nitretação a baixa temperatura na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis AISI 409 e AISI 420.

REFERÊNCIAS

ABREU, C. M.; CRISTÓBAL, M. J.; MERINO, P.; NÓVOA, X. R.; PENA, G.; PÉREZ, M. C. **Electrochemical behaviour of an AISI 304L stainless steel implanted with nitrogen.** *Electrochimica Acta*, 53, pp. 6000-6007, 2008.

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

ASSUNÇÃO, R. L. **Resistência à corrosão da camada martensítica formada na superfície do aço inoxidável ferrítico 409 tratado por SHTPN.** Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

ASTM E384-11, **Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, www.astm.org.

BERTON, E. M. **Efeitos das temperaturas de têmpera e de revenido na resistência à corrosão da camada martensítica de alto nitrogênio produzida por SHTPN sobre o aço AISI 409.** Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba 2014.

BORGES, Paulo & ROCHA, L.A.. **Solution Heat Treatment of Plasma Nitrided 15-5PH stainless steel part I. Improvement of the corrosion resistance.** *Metallic Materials*. 49. pp. 107-117. 2011. Doi: 10.4149/km_2011_2_107.

CALLISTER, William D. **Ciência e engenharia de materiais : uma introdução /** William D. Callister, Jr., David G. Rethwisch ; tradução Sergio Murilo Stamile Soares; revisão técnica José Roberto Moraes d'Almeida. — Rio de Janeiro : LTC, 2012.

CANALE, Lauralice. Transformações de fases em metais e microestruturas. USP, São Paulo. 2017. Disponível em: <<http://www.smm.eesc.usp.br/smm/images/material-didatico/scm5757/Transf%20fase%201.pdf>>. Acesso em 06 de dez. de 2019.

CHENG, L., Bottger, A., KEIJSER, de, T. H., & MITTMEIJER, E. J. **Lattice parameters of iron-carbon and iron-nitrogen martensites and austenites.** *Scripta Metallurgica et Materialia*, 24(2), 509-514. 1990.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos.** São Paulo, ABM, 1988.

GAVRILJUK, V. G. & BERNS, H. **High nitrogen steels.** Berlin: *Springer - Verlag*, 1999.

GARZÓN, C. M., TSCHIPTSCHIN, A. P. **Nitreção gasosa em alta temperatura de aços inoxidáveis.** *Revista Matéria*, v. 10, nº 4, pp. 502 - 525, 2005.

GENTIL, V. **Corrosão** (2 ed.). Rio de Janeiro: Guanabara Dois S. 1982.

GIORDANI, E. J, FERREIRA, I, & BALANCIN, O. **Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos.** *Revista Escola de Minas*, 60(1), 55-62. 2007. <https://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672007000100009>

GONTIJO, L.C., MACHADO, R., CASTELETTI, L.C., KURI, S.E., NASCENTE, P.A.P., **“Comparação entre os comportamentos dos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L nitretados a plasma”**, *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 26, n. 3, pp. 145-150, 2007.

GRAYELI-KORPI, A. R.; SAVALONI, H. **Applied Surface Science Effect of nitrogen ion implantation on corrosion inhibition of nickel coated 316 stainless steel and correlation with nano-structure.** *Applied Surface Science*, 258 pp. 9982-9988, 2012. doi:10.1016/j.apsusc.2012.06.060.

ITAL, T. C. **Processo de enriquecimento de nitrogênio e seu efeito na microestrutura e dureza do aço inoxidável 15-5PH.** Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

KAKHOVSKII, N., I.; LIPODAEV, V., N., FADEEVA, G., V., **The arc welding of stable austenitic corrosion-resisting steels and alloys.** *Avtomaticheskaya Svarka*, 33 (5), pp. 55-57, 1980.

LI, X, C & BELL, T. **Corrosion properties of plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions.** *Corrosion Science - CORROS SCI.* 48. 2036-2049. 2006. doi.org/ 10.1016/j.corsci.2005.08.011. 2006.

LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels.** U.S.:Wiley-Interscience, 2005.

MAFTOUM, Ricardo de Almeida. **Influência do Nitrogênio Adicionado por SHTPN na Resistência à Erosão por Cavitação do Aço Inoxidável Martensítico.** 2012. 97 f. Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

MALISKA, A.M.; KLEIN, A.N.; SOUZA, A.R.; **Microstructural characterization of plasma nitriding surface of sintered steels containing Si,** Florianopolis, Santa Catarina; *Surface and Coating Technology*; 1995.

MANTEL, M. J. **Oxidação de metais: aplicação para aços inoxidáveis.** In: SEMINÁRIO DE INOX, 1, Belo Horizonte, MG. *Anais do evento, Módulo Corrosão*, p. 142-156, 2000.

MARTINS, J. I. F. P. **A corrosão: a outra perspectiva de abordagem.** *Corros. Prot. Mater.*, Vol. 31, N. 3-4, 2012.

OLSSON, C.O.A. & LANDOLT, Dieter. **Passive films on stainless steels - Chemistry, structure and growth.** *Electrochimica Acta*. 48. pp. 1093-1104. 2013. doi.org/ 10.1016/S0013-4686(02)00841-1. 2013.

PARDO, A; MERINO, M.C.; COY, A.E.; VIEJO, F.; ARRABAL, R.; MATYKINA, E. **Pitting corrosion behaviour of austenitic stainless steels - combining effects of Mn and Mo additions.** *Corrosion Science*, 50, pp. 1796-1806, 2008.

PINEDO, C & MAGNABOSCO, R. **Mecanismos de nitretação sob plasma do aço inoxidável martensítico AISI 420 nitretado a alta e baixa temperatura.** *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*. 12. 257-264. 2015. doi.org/10.4322/2176-1523.0844. 2015.

PINTO, R.A.; HUNGRIA, V.; BORGES, P. C; PINTAUDE, G. **Desgaste por deslizamento da camada martensítica obtida por meio do SHTPN no aço inoxidável Ferrítico AISI 409.** *CIBEM - VI Congresso Ibero-Americano em Engenharia Mecânica*, 2013.

POTGIETER, J. H., CORTIE, M. B. **Determination of the Microstructure and Alloy Element Distribution in Experimental Duplex Stainless Steels.** *Materials Characterization*, 65. 1991.

REIS, Ricardo & MALISKA, Ana & BORGES, Paulo. **Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1**. *Journal of Materials Science*. 46. pp. 846-854. 2011. Doi.org/ 10.1007/s10853-010-4827-3.

REIS R. F., PANDOLFO V. **Obtenção de austenita expandida (fase S): Nitretação por plasma em baixa temperatura x SHTPN - Parte 1**. *Revista Matéria*, v 20, n 1, pp.25-33. Rio de Janeiro, 2015.

SCHEUER, Cristiano José & 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 low-temperature nitride AISI 420 stainless steel**. *Conference: 68th ABM International Congress*, 2013.

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 & ZANETTI, Fernando & PERITO Cardoso, Rodrigo & B, Silvio. (2018). **Ultra-low - To high-temperature plasma-assisted nitriding: Revisiting and going further on the martensitic stainless steel treatment**. *Materials Research Express*. 2018. doi.org/10.1088/2053-1591/aaeca2.

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.

SIMMONS, J. W. **Overview: high-nitrogen alloying of stainless steel.** *Materials Science and Engineering*, 207, pp. 159-169. 1996.

UPADHYAYA, G.S., DUBE, R.K. **Problems in Metallurgical Thermodynamics and Kinetics.** Pergamon Press, Oxford, 1977.

WRIEDT, H.A., GOKCEN, N.A. & NAFZIGER, R.H. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams.** 1987. doi.org/10.1007/BF02869273

WOELLNER, N. **Processo SHTPN e seus efeitos na microestrutura e microdureza de aço IF.** Trabalho de conclusão de curso - DAMEC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

XI, Y.; LIU, D.; HAN, D. **Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature.** *Surface & Coatings Technology*, 202, pp. 2577-2583. 2008. doi:10.1016/j.surfcoat.2007.09.036.